

ダイオキシン類簡易測定法実用化検証結果報告書

平成 21 年 12 月

環境省水・大気環境局総務課ダイオキシン対策室

目 次

1. はじめに.....	1
2. 生物検定法によるダイオキシン類簡易測定法の実用化検証.....	2
2.1 検証方法.....	2
2.1.1 対象とする測定方法の公募.....	2
2.1.2 検証試験の実施方法.....	3
2.2 応募測定方法及び応募要件への適合性評価.....	6
2.2.1 応募状況.....	6
2.2.2 各測定方法の概要.....	7
2.2.3 応募要件への適合性評価.....	17
2.3 配付試料による検証結果.....	18
2.3.1 検証試験結果.....	18
2.3.2 迅速性.....	23
2.4 まとめ.....	25
3. 機器分析法によるダイオキシン類簡易測定法の実用化検証.....	29
3.1 検証方法.....	29
3.1.1 対象とする測定方法の選定.....	29
3.1.2 検証試験の実施方法.....	29
3.2 各測定方法の概要.....	32
3.3 検証結果.....	34
3.3.1 検証試験結果.....	34
3.3.2 迅速性及び経済性.....	37
3.4 まとめ.....	39
4. おわりに.....	43

参 考

- 参考表 1～10 生物検定法第 1 回検証試験の測定結果
- 参考表 11～12 生物検定法第 2 回検証試験の測定結果
- 参考表 13 生物検定法第 2 回検証試験(追加試験)の測定結果
- 参考表 14～15 生物検定法繰り返し再現性検証試験の測定結果
- 参考表 16 検証試験で使用するキャピラリーカラム候補のダイオキシン類の分離状況
- 参考表 17～22 機器分析法の測定条件及び設定条件
- 参考表 23～57 機器分析法検証試験の測定結果
- 参考表 58～62 機器分析法検証試験(低濃縮試料測定)の測定結果
- 参考表 63～64 機器分析法検証試験(試料増加測定)の測定結果
- 参考図 1～2 生物検定法第 1 回検証試験に供した共通試料の異性体別構成割合
- 参考図 3～4 生物検定法第 2 回検証試験及び機器分析法検証試験に供した共通試料の異性体別構成割合

参考図 5～6 生物検定法繰り返し再現性検証試験に供した共通試料の異性体別構成割合

参考資料 1 生物検定法第 1 回検証試験実施要領

参考資料 2 生物検定法第 2 回検証試験実施要領

参考資料 3 生物検定法第 2 回検証試験(追加試験)実施要領

参考資料 4 生物検定法繰り返し再現性検証試験実施要領

参考資料 5 機器分析法検証試験実施要領

<略語一覧>

Ah :	Aryl hydrocarbon (アリール炭化水素)
ARNT :	Aryl hydrocarbon Receptor Nuclear Translocator (Protein) (アリール炭化水素受容体核運搬タンパク質)
Co-PCB :	Co-planar Polychlorinated Biphenyl (コプラナーポリ塩化ビフェニル)
CV :	Correlation of variation (変動係数)
DMSO :	Dimethylsulfoxide (ジメチルスルホキシド)
ELISA :	Enzyme-Linked ImmunoSorbent Assay (酵素免疫測定)
GC :	Gas Chromatograph, Gas Chromatography (ガスクロマトグラフ、ガスクロマトグラフィ)
HpCDD :	Heptachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin (七塩化ジベンゾ- <i>p</i> -ジオキシン)
HpCDF :	Heptachlorodibenzofuran (七塩化ジベンゾフラン)
HxCDD :	Hexachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin (六塩化ジベンゾ- <i>p</i> -ジオキシン)
HxCDF :	Hexachlorodibenzofuran (六塩化ジベンゾフラン)
HRMS :	High Resolution Mass Spectrometer (高分解能質量分析計)
ITMS :	Ion Trap Mass Spectrometer (三次元四重極形質量分析計、別称：イオントラップ形質量分析計)
IUPAC :	International Union of Pure and Applied Chemistry (国際純正・応用化学連合)
LRMS :	Low Resolution Mass Spectrometer (低分解能質量分析計)
MS :	Mass Spectrometer / Mass Spectrometry (質量分析計／質量分析法)
OCDD :	Octachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin (八塩化ジベンゾ- <i>p</i> -ジオキシン)
OCDF :	Octachlorodibenzofuran (八塩化ジベンゾフラン)
PCB :	Polychlorinated Biphenyl (ポリ塩化ビフェニル)
PCDD :	Polychlorinated Dibenzo- <i>p</i> -dioxin (ポリ塩化ジベンゾ- <i>p</i> -ジオキシン)
PCDF :	Polychlorinated Dibenzofuran (ポリ塩化ジベンゾフラン)
PCDD/DF :	PCDD+PCDF
PeCDD :	Pentachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin (五塩化ジベンゾ- <i>p</i> -ジオキシン)
PeCDF :	Pentachlorodibenzofuran (五塩化ジベンゾフラン)
QMS :	Quadrupole Mass Spectrometer (四重極形質量分析計)
TeCDD :	Tetrachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin (四塩化ジベンゾ- <i>p</i> -ジオキシン)
TeCDF :	Tetrachlorodibenzofuran (四塩化ジベンゾフラン)
TEF :	Toxicity Equivalency Factors (毒性等価係数)
TEQ :	Toxicity Equivalency Quantity (毒性等量)
WHO-TEF(2006) :	2005年にWHO(世界保健機関)より提案され、2006年に採択された毒性等価係数
XRE :	Xenobiotic Response Element (生体異物応答配列)

1. はじめに

ダイオキシン類には、塩素の数や付く位置により数多くの異性体が存在する。これらの異性体による毒性の強さが異なるため、ダイオキシン類としての全体の毒性評価においては、各異性体の濃度に、最も毒性が強い2,3,7,8-TeCDDの毒性を1として他の異性体の毒性の強さを換算した係数である毒性等価係数(TEF)を乗じ、それらを足しあわせた値の毒性等量を用いている。

我が国では、ダイオキシン類対策特別措置法（平成11年法律第105号）により、ダイオキシン類に係る各種規制基準値が定められており、それらの値は毒性等量により表わされている。同法第8条第2項第1号等により規定された測定方法（排ガス中のダイオキシン類の測定方法(JIS K0311)など）は、この毒性等量の値を求めるために、高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計により、ダイオキシン類の個別異性体を測定する高度で複雑な方法となっており、分析に多大な時間や費用を要することなどから、ダイオキシン類の簡易測定法の開発・適用が課題となっていた。

このため、環境省では、平成15年5月に「ダイオキシン類簡易測定法検討会」（座長：森田昌敏国立環境研究所統括研究官）を設置し、生物検定法を中心にダイオキシン類の各種簡易測定法の適用可能性に関する技術的検討を行い、検討結果を平成16年5月に報告書として取りまとめた。

この検討結果を踏まえて、平成16年7月に、環境大臣が中央環境審議会に対し「ダイオキシン類の測定における簡易測定法の導入について」諮問し、同審議会大気環境部会（部会長：池上詢福井工業大学工学部教授）における審議を経て、平成16年11月に、同審議会会長より環境大臣に対して答申が行われた。この答申においては、「ダイオキシン類の長期的な管理を進めるため、その基盤となるダイオキシン類の測定やモニタリングを一層、効果的、効率的に行なう観点から、測定技術の開発を促進しつつ、低廉で迅速な簡易測定法をその特性に応じた適切な分野に積極的に導入すべき」との提言がなされている。

この答申を踏まえて、環境省では、平成16年12月にダイオキシン類対策特別措置法施行規則（平成11年総理府令第67号）の一部を改正し、廃棄物焼却炉からの排出ガス、ばいじん及び燃え殻に含まれるダイオキシン類の測定の一部に生物検定法による簡易測定法を追加し、平成17年9月にはダイオキシン類対策特別措置法施行規則第2条第1項第4号の規定に基づき環境大臣が定める方法（平成17年環境省告示第92号）を告示して、4種類の具体的な方法の指定を行った。

一方、機器分析法による簡易測定法については、これまでに、排出ガス、ばいじん及び燃え殻、土壌及び底質を対象とした低分解能質量分析計を用いた技術について検討が進められてきた。このうち、土壌については、平成21年3月にダイオキシン類による大気汚染、水質汚濁及び土壌汚染に係る環境基準（平成11年環境庁告示第68号）の一部を改正し、底質とともに、同年4月より、一部の調査に、高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計、ガスクロマトグラフ四重極形質量分析計及びガスクロマトグラフ三次元四重極形質量分析計を用いた簡易測定法を導入した。

廃棄物焼却炉からの排出ガス、ばいじん及び燃え殻については、方法告示が出された以降も様々な簡易測定法の開発・改良が行われており、環境省では、これらの生物検定法や機器分析法による簡易測定法について、引き続き、実用化の検証を行ってきた。

本報告書は、これらの簡易測定法の実用化検証結果を取りまとめたものである。

2. 生物検定法によるダイオキシン類簡易測定法の実用化検証

2.1 検証方法

2.1.1 対象とする測定方法の公募

生物検定法は、小型の生物、細胞あるいはその構成物質等の生物材料を用いて、生物応答あるいは生化学的応答を測定することにより、測定対象成分の活性又は量を測定する方法である。

ダイオキシン類対策特別措置法施行規則第 2 条第 1 項第 4 号の規定に基づき環境大臣が定める方法（平成 17 年環境省告示第 92 号）（以下「方法告示」という。）で規定されている方法以外にも、民間企業等において様々な方法が開発・改良され、一部において利用され始めている。

本検証において対象とする測定方法については、以下の要件を満たすものを公募することとした。なお、公募期間は、平成 19 年 5 月 21 日(月)から 7 月 20 日(金)までとした。

<応募要件>

(1) 測定方法

- ・ 排出ガス、ばいじん及び燃え殻に含まれるダイオキシン類を測定することができる生物検定法（小型の生物、細胞又はその構成物質等を用いて、物質の活性又は量を測定する方法）による測定方法であること。
- ・ 実用化されていること（市販／受託の実績があること）。
- ・ 高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計による測定方法（以下、「GC/MS 法」という。）に比べ、測定に要する時間が短く、費用がかからないこと。
- ・ 中立機関による実証試験の実施が可能であること。
- ・ 測定方法に関する特許権の所有者が、非差別的かつ合理的な条件でいかなる者に対しても当該特許権の実施を許諾することを表明できること。
- ・ GC/MS 法との比較データが、排出ガス試料、灰試料（ばいじん及び燃え殻）についてそれぞれ 20 以上あること。

(2) 応募機関

- ・ 測定方法（前処理及びダイオキシン類の定量の方法）の開発者／機関（以下「開発者等」という。）又は当該開発者等から応募の依頼を受けた者／機関（以下「依頼を受けた者等」という。）であること。ただし、ダイオキシン類の定量の方法のみの開発者等（依頼を受けた者等を含む。）については、前処理方法の開発者等（依頼を受けた者等を含む。）と共同で、前処理方法の開発者等の特定が困難な通常の前処理方法である場合は、当該前処理方法による前処理を実施することができる者／機関（以下「前処理実施可能者等」という。）と共同で応募すること。（なお、前処理方法が 2 以上ある場合は、当該測定方法にとって最適な前処理方法の開発者等又は前処理実施可能者等と共同で応募すること。）
- ・ 応募機関（共同応募機関を含む。）には、排出ガスの試料採取ができる測定方法、体制及び実績を有する者／機関が含まれていること。
- ・ 1 つの測定方法^{*}の応募は、1 応募機関（共同応募機関を含む。）に限る。

^{*}：なお、細胞の種類、株、抗体の由来等が異なる場合は別の方法と見なす。

2.1.2 検証試験の実施方法

本検証試験では、応募要件に該当すると確認された測定方法を対象に、当該測定方法の応募機関において分析試験を実施し、以下の評価項目に基づき、簡易測定法としての実用化の検証を行った。

なお、検証試験に供した共通試料の調製・配付等は、本検証事業の環境省請負先である(財)日本環境衛生センターにおいて実施した。

<評価項目> (): 評価の目安値

- ・ 当該測定方法による換算毒性等量と GC/MS 法による毒性等量との相関性
- ・ 当該測定方法による換算毒性等量と GC/MS 法による毒性等量との比（概ね 1/2 から 2 倍の範囲内に入っていること）
- ・ 定量下限値（規制基準値の 1/10 以下を満たすものであること）
- ・ 測定の再現性（前処理を含む 3 回以上の測定を行った場合の変動係数が実試料で 30%以下であること）

(1) 第 1 回検証試験

第 1 回検証試験では、各測定方法自体の測定能力を評価するため、試験に供する試料については、評価に適した濃度の確保、抽出操作による測定値のばらつきによる影響の排除、マトリクスの違いによる影響を把握する観点から、採取施設の異なる複数のばいじん又は燃え殻試料の抽出液とし、各機関において通常行う方法で分析し、その結果について報告することとした。

第 1 回検証試験の実施方法の概要は以下のとおりである。また、応募機関に配付した第 1 回検証試験の実施要領を参考資料 1 に示す。

- | |
|--|
| <ul style="list-style-type: none">○ 目的：応募要件に該当する生物検定法による測定方法の簡易測定法として技術的適用可能性評価○ 分析者：各応募機関○ 分析方法：各応募機関における通常の方法
前処理方法が複数ある場合は、その中で最良と考えられる方法
(測定回数は 5 回以上で適当と思われる回数)○ 試料：ばいじん又は燃え殻の抽出液試料○ 試料数：10 試料○ 試料配付：平成 19 年 10 月 9 日(火)○ 結果報告：平成 19 年 10 月 19 日(金) |
|--|

第 1 回検証試験に供した共通試料（試料 I～X）のダイオキシン類濃度について、あらかじめ GC/MS 法により測定した値を表 1 に、また、供試試料中のダイオキシン類の異性体別構成割合を参考図 1 及び 2 に示す。なお、各試料は、平成 4 年厚生省告示第 192 号別表第一（以下、「告示法」という。）に従い、塩酸処理を行った後、ソックスレー抽出及び液-液分配抽出法により抽出し、1mL 当たりにはばいじん又は燃え殻 1g の抽出物が含まれるように調製した。

表1 第1回検証試験に供した共通試料のダイオキシン類濃度

目標濃度水準	試料番号	GC/MS 法による毒性等量	
		配付試料液濃度	実試料換算濃度
0.3ng-TEQ/mL	I	0.30 ng-TEQ/mL	0.30 ng-TEQ/g
	II	0.34 ng-TEQ/mL	0.34 ng-TEQ/g
1.5ng-TEQ/mL	III	1.8 ng-TEQ/mL	1.8 ng-TEQ/g
	IV	1.3 ng-TEQ/mL	1.3 ng-TEQ/g
3.0ng-TEQ/mL	V	3.1 ng-TEQ/mL	3.1 ng-TEQ/g
	VI	3.0 ng-TEQ/mL	3.0 ng-TEQ/g
6.0ng-TEQ/mL	VII	5.4 ng-TEQ/mL	5.4 ng-TEQ/g
	VIII	6.6 ng-TEQ/mL	6.6 ng-TEQ/g
30ng-TEQ/mL	IX	31 ng-TEQ/mL	31 ng-TEQ/g
	X	31 ng-TEQ/mL	31 ng-TEQ/g

(2) 第2回検証試験

第1回検証試験の結果から、供試試料の抽出効率も考慮した評価が必要と考えられたため、ばいじんの有姿試料を用いて再度検証試験を行うこととした。このとき、当初配付した共通試料の均質性が不十分であった可能性があったことから、追加試験として、再度攪拌して均質化させたばいじん試料を用いた検証試験も行った。

なお、検証試験に供する試料として、4種類のばいじん試料をボールミルで粉砕して均質化したのち、0.18mmのふるいを通して粒径を揃えたものを第2回検証試験に、均質性を確保するためにさらに攪拌して調製したものを第2回検証試験(追加試験)に用いた。

第2回検証試験の実施方法の概要は以下のとおりである。また、応募機関に配付した第2回検証試験の実施要領を参考資料2に示す。

- | |
|--|
| <ul style="list-style-type: none"> ○ 目的：検証対象の生物検定法による測定方法における試料からの抽出効率による測定値への影響確認 ○ 分析者：各応募機関 ○ 分析方法：各応募機関における通常の方法
前処理方法が複数ある場合は、その中で最良と考えられる方法
(測定回数は抽出操作を含め、3回以上で適当と思われる回数) ○ 試料：ばいじん有姿試料 ○ 試料数：4試料 ○ 試料配付：平成21年2月23日(月) ○ 結果報告：平成21年3月13日(金) |
|--|

第2回検証試験(追加試験)の実施方法の概要は以下のとおりである。また、第2回検証試験(追加試験)の実施要領を参考資料3に示す。

- 目的：検証対象の生物検定法による測定方法における試料からの抽出効率による測定値への影響確認(追加試験)
- 分析者：各応募機関
- 分析方法：各応募機関における通常の方法
前処理方法が複数ある場合は、その中で最良と考えられる方法
(測定回数は抽出操作を含め、1回以上で適当と思われる回数)
- 試料：ばいじん有姿試料
- 試料数：4試料
- 試料配付：平成21年5月18日(月)
- 結果報告：平成21年5月29日(金)

第2回検証試験に供した共通試料(試料A~D)のダイオキシン類濃度について、あらかじめGC/MS法により測定した値を表2に、また、供試試料中のダイオキシン類の異性体別構成割合を参考図3及び4に示す。

表2 第2回検証試験に供した共通試料のダイオキシン類濃度

試料番号	GC/MS法による毒性等量
A	0.70 ng-TEQ/g
B	0.84 ng-TEQ/g
C	3.2 ng-TEQ/g
D	9.3 ng-TEQ/g

(3) 繰り返し再現性検証試験

第2回検証試験の結果、異なる測定ロット間の測定結果の再現性を評価するに当たり、同一のプレートを用いて繰り返し測定を行っていた報告があったことから、該当する測定方法について、2種類のばいじんの有姿試料を用いて、繰り返し再現性検証試験を行うこととした。

なお、検証試験に供する共通試料としては、第2回検証試験と同様に2種類のばいじん試料をボールミルで粉砕して均質化したのち、0.18mmのふるいを通して粒径を揃え、さらに攪拌することによって調製したものをを用いた。

繰り返し再現性検証試験の実施方法の概要は以下のとおりである。また、該当する測定方法の応募機関に配付した繰り返し再現性検証試験の実施要領を参考資料4に示す。

- 目的：検証対象の生物検定法による測定方法における繰り返し再現性の確認
- 分析者：第2回検証試験において、同一プレートで繰り返し測定を行った応募機関
- 分析方法：該当する測定方法の応募機関における通常の方法
前処理方法が複数ある場合は、その中で最良と考えられる方法
(測定回数は抽出操作を含め、5回以上で適当と思われる回数)
- 試料：ばいじん有姿試料
- 試料数：2試料
- 試料配付：平成21年9月21日(月)
- 結果報告：平成21年10月5日(月)

繰り返し再現性検証試験に供した共通試料（試料 A' 及び B'）のダイオキシン類濃度について、あらかじめ GC/MS 法により測定した値を表 3 に、また、供試試料中のダイオキシン類の異性体別構成割合を参考図 5 及び 6 に示す。

表 3 繰り返し再現性検証試験に供した共通試料のダイオキシン類濃度

試料番号	GC/MS 法による毒性等量
A'	0.71 ng-TEQ/g
B'	2.8 ng-TEQ/g

2.2 応募測定方法及び応募要件への適合性評価

2.2.1 応募状況

2.1.1 により、生物検定法による測定方法を公募した結果、7 種の測定方法の応募があった。今回応募された測定方法は、以下のとおり分類される。（図 1）

- a) ダイオキシン類がアリール炭化水素受容体（Ah レセプター）に結合することを利用した方法（Ah レセプターバインディングアッセイ法）
 - i) レポータージーンアッセイ法
 - ii) 抗 Ah レセプター複合体抗体を用いたイムノアッセイ法
- b) ダイオキシン類を抗原とする抗原抗体反応を利用した方法（抗ダイオキシン類抗体を用いたイムノアッセイ法）

なお、IA-3 は、既に方法告示第 2 として規定されているが、改良された測定キットの技術的評価を受けるために応募されたものである。

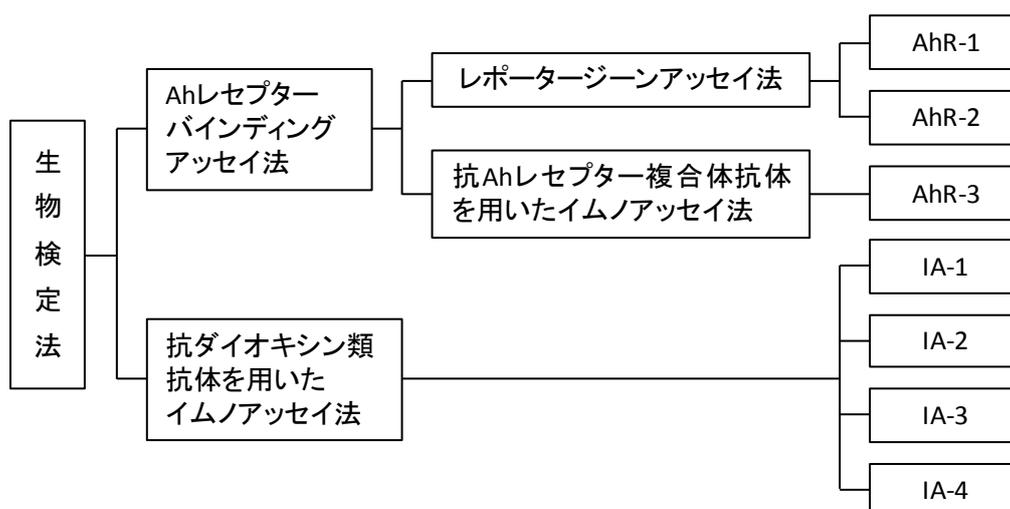


図 1 応募された測定方法の分類

2.2.2 各測定方法の概要

(1) 測定原理及び交差反応性

各測定方法の測定原理と交差反応性の特徴を分類毎に以下に示す。

a) レポータージーンアッセイ法(AhR-1~2)

<測定原理>

ダイオキシン類を細胞に曝露すると、ダイオキシン類は細胞内の Ah レセプターに結合して核内に移行する。ダイオキシン類と結合した Ah レセプターは、さらに ARNT と複合体を形成し、DNA 上の XRE と呼ばれる部位に結合して薬物代謝酵素のチトクロム P450 酵素などを誘導し、毒性を発現する。

レポータージーンアッセイ法は、このダイオキシン類による生体内での遺伝子発現誘導メカニズムを活用し、XRE の制御下にホタル等の発光酵素であるルシフェラーゼ等を発現させるレポーター遺伝子を導入した組換え細胞を用いて、試料中のダイオキシン類に反応した遺伝子により生成されるルシフェラーゼ等の活性(発光量)をルミノメーターで測定することにより、ダイオキシン類の量を定量する方法である。

レポーター遺伝子としては、いずれの測定方法もホタルのルシフェラーゼ遺伝子を、また、レポーター遺伝子を導入した細胞としては、AhR-1 はマウス肝腫瘍細胞由来の細胞、AhR-2 はラット肝がん細胞由来の細胞を用いている(表 4)。

表 4 レポータージーンアッセイ法の比較

測定方法	レポーター遺伝子導入細胞	レポーター遺伝子
AhR-1	Hepa1c1c7 細胞(マウス肝腫瘍細胞由来)	ホタルルシフェラーゼ遺伝子
AhR-2	H4IIE-luc 細胞(ラット肝がん細胞由来)	ホタルルシフェラーゼ遺伝子

<交差反応性と WHO-TEF>

各測定方法とも、2,3,7,8 置換 PCDD/DF 異性体の 2,3,7,8-TeCDD に対する交差反応性は、毒性等価係数 (WHO-TEF(2006)(以下、「WHO-TEF」という。)) と比べてやや高めであるが、WHO-TEF と良く類似した傾向を示す。Co-PCB については、一部の異性体を除き WHO-TEF と比べてやや高めであるが、比較的類似した交差反応性を示す (図 2、表 5)。

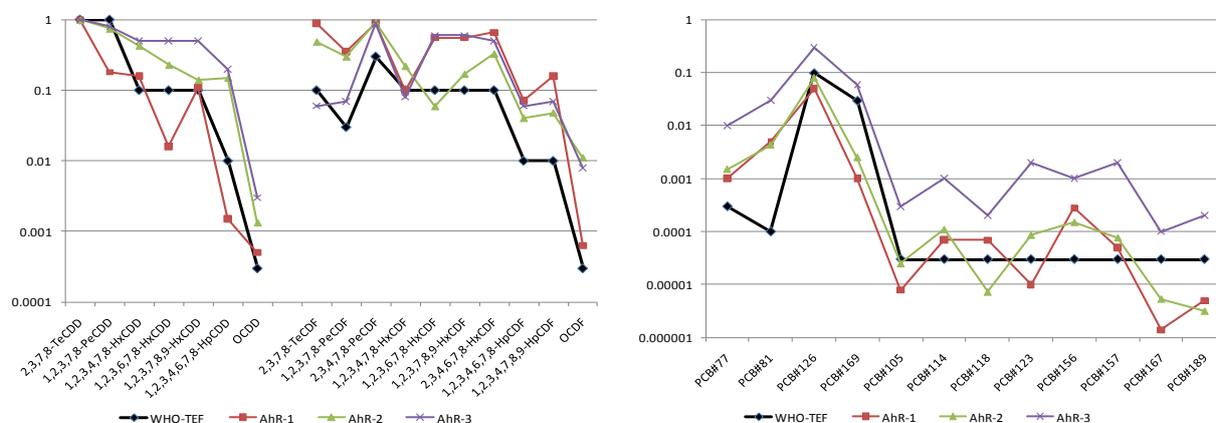


図 2 各測定方法における各異性体の 2,3,7,8-TeCDD に対する交差反応性と WHO-TEF との比較(1)

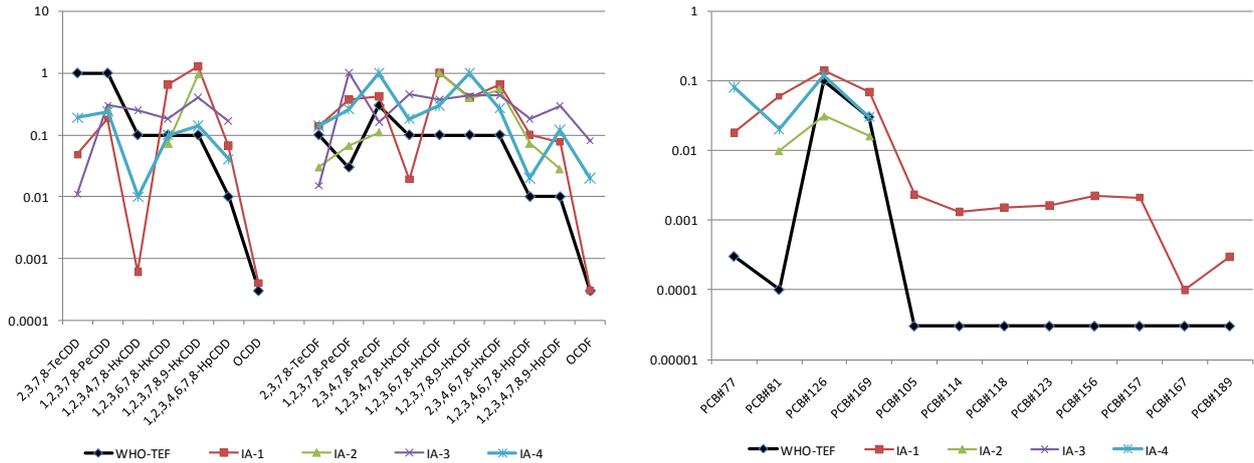


図 3 各測定方法における各異性体の 2,3,7,8-TeCDD に対する交差反応性と WHO-TEF との比較(2)

表 5 各測定方法の交差反応性の特徴

測定方法	交差反応性の特徴
AhR-1	PCDD のうち、1,2,3,7,8-PeCDD、1,2,3,7,8,9-HxCDD 及び 1,2,3,4,6,7,8-HpCDD が WHO-TEF よりも低い値を示し、PCDF は、1,2,3,4,7,8-HxCDF が WHO-TEF とほぼ同等であり、その他の PCDF は高めの傾向を示しているが、全般的に比較的似た傾向の交差反応性を示す。ただし、3,3',4,4',5,5'-HxCB[#169]、2,3,3',4,4'-PeCB[#105]、2',3,4,4',5-PeCB[#123]、2,3',4,4',5,5'-HxCB[#167]及び 2,3,3',4,4',5,5'-HpCB[#189]に対する反応性は WHO-TEF より低い。
AhR-2	PCDD/DF に対しては、WHO-TEF と似た傾向の交差反応性を示すが、1,2,3,6,7,8-HxCDF がやや低い反応性を示す外は、全般的に高い反応性を有している。一方、Co-PCB に対する交差反応性は、WHO-TEF とよく似た傾向を示すが、3,3',4,4',5,5'-HxCB[#169]、2,3',4,4',5-PeCB[#118]、2,3',4,4',5,5'-HxCB[#167]及び 2,3,3',4,4',5,5'-HpCB[#189]に対する反応性は WHO-TEF より低い。
AhR-3	6 塩素化から 8 塩素化の PCDD/DF 及び Co-PCB は WHO-TEF よりやや高めであるが、比較的似た傾向の交差反応性を示す。
IA-1	本測定方法は、五塩化及び六塩化ジベンゾフラン類と特異的に反応する抗ダイオキシン類抗体を用いた 1 ステップ EIA 競合法である。 PCDD は、TeCDD、PeCDD、1,2,3,4,7,8-HxCDD 及び 1,2,3,4,7,8-HxCDF が WHO-TEF よりも低い反応性を示し、OCDD、2,3,7,8-TeCDF 及び OCDF は WHO-TEF と同等の反応性を示した。その他の PCDD/DF については高めの傾向を示している。Co-PCB は、3,3',4,4',5-PeCB[#126]が WHO-TEF と同等の反応性を示し、その他の Co-PCB については、高い反応性を示す。
IA-2	本測定方法は、五塩化ジベンゾフラン類と特異的に反応する抗ダイオキシン類抗体を用いた ELISA 法である。 PCDD/DF については、2,3,7,8-TeCDD、1,2,3,7,8-PeCDD、1,2,3,4,7,8-HxCDD、HpCDD、OCDD、1,2,3,4,7,8-HxCDF 及び OCDF に交差反応性が認められず、その他の PCDD/DF は概ね WHO-TEF より高めの傾向を示す。Co-PCB は、3,4,4',5-TeCB[#81]、3,3',4,4',5-PeCB[#126] 及び 3,3',4,4',5,5'-HxCB[#169]に交差反応性が認められ、WHO-TEF と同等である。その他の Co-PCB は交差反応性を示さない。
IA-3	本測定方法は、五塩化及び六塩化ジベンゾフラン類と特異的に反応する抗ダイオキシン類抗体を用いた ELISA 法である。 PCDD/DF は、2,3,7,8-TeCDD の交差反応性が WHO-TEF と比較して低く、OCDD は交差反応性を示さない。その他の PCDD については WHO-TEF と同等の交差反応性を示す。PCDF は概ね WHO-TEF と同等の交差反応性を示すが、Hx~OCDF の交差反応性は高めの傾向を示す。Co-PCB に交差反応性が認められない。
IA-4	本測定方法は、2,3,4,7,8-PeCDF と高い反応性を有する抗ダイオキシン類抗体を用いたバイオセンサー法である。 PCDD/DF は、2,3,7,8-TeCDD、1,2,3,7,8-PeCDD 及び 1,2,3,4,7,8-HxCDD が WHO-TEF より低い交差反応性を示し、2,3,7,8-TeCDF が同等の傾向を、その他の PCDD/DF は高めの傾向を示す。Co-PCB は、3,3',4,4'-TeCB[#77] 及び 3,4,4',5-TeCB[#81] が WHO-TEF よりも高く、3,3',4,4',5-PeCB[#126]及び 3,3',4,4',5,5'-HxCB[#169]は同等の交差反応性を示す。その他の Co-PCB は交差反応性を示さない。

(注) []内は、IUPAC No.を示す。

b) 抗 Ah レセプター複合体抗体を用いたイムノアッセイ法(AhR-3)

<測定原理>

抗 Ah レセプター複合体抗体を用いたイムノアッセイ法は、ダイオキシン類が生体内で毒性発現する際に Ah レセプターに結合してダイオキシン類-Ah レセプター-ARNT 複合体を形成することに着目し、生きた細胞を使用せず、この複合体の構成要素である Ah レセプター、ARNT、XRE を主要試薬として、形成した複合体に対して特異的に反応する抗体による抗原抗体反応を利用して、試料中のダイオキシン類の量を標識酵素の発色度等により定量する方法である。

AhR-3 では、Ah レセプターには、モルモット由来の細胞質液(サイトソル)、ARNT にはバキュロウィルスの発現系を用いて昆虫培養細胞で生産したヒト由来のもの、XRE は化学合成されたものをそれぞれ用いており、1次抗体には、Ah レセプター複合体の ARNT 部分を認識する抗 ARNT ポリクローナル抗体を用いている(表 6)。

<交差反応性>

六塩素化から八塩素化の PCDD/DF 及び Co-PCB は、WHO-TEF より高めであるが、比較的類似した傾向の交差反応性を示す(図 2、表 5)。

c) 抗ダイオキシン類抗体を用いたイムノアッセイ法(IA-1~4)

<測定原理>

抗ダイオキシン類抗体を用いたイムノアッセイ法は、ダイオキシン類に特異的に反応する抗体による抗原抗体反応を利用して、試料中のダイオキシン類の量を標識物質の反応により定量する方法である。標識物質により、酵素を用いる酵素免疫測定法や蛍光物質を用いる蛍光免疫測定法などがあり、また、支持体に抗体を固定させる直接競合法と抗原を固定させる間接競合法などに分類される(表 6)。

<交差反応性>

特定のダイオキシン類の異性体と高い交差反応性を示し、それ以外の異性体や他の化学物質はほとんど交差反応性を示さない抗体を用いる測定方法が多い(図 3、表 5)。

表 6 イムノアッセイ法の比較

測定方法	測定原理	測定対象物質	抗体等	標識物質	測定波長
AhR-3	間接競合 酵素免疫測定法	PCDD/DF Co-PCB	ヤギ抗 ARNT ポリクローナル抗体	ALP (アルカリフォスファターゼ)	405nm
IA-1	直接競合 酵素免疫測定法	PCDD/DF Co-PCB	マウス抗ダイオキシン モノクローナル抗体	アルカリ性ホスファターゼ	Ex*: 363nm Fl**: 447nm
IA-2	間接競合 酵素免疫測定法	PCDD/DF Co-PCB	マウス抗ダイオキシン モノクローナル抗体	HRP (西洋ワサビペルオキシダーゼ)	450nm
IA-3	間接競合 酵素免疫測定法	PCDD/DF	マウス抗ダイオキシン モノクローナル抗体	HRP (西洋ワサビペルオキシダーゼ)	450nm (450/650nm)
IA-4	結合平衡除外 蛍光免疫測定法	PCDD/DF Co-PCB	マウス抗ダイオキシン モノクローナル抗体	Cy5	Ex: 650nm Fl: 665nm

* Ex: 励起波長、**Fl: 蛍光波長

(2) 前処理方法

各測定方法の前処理方法の概要を表 7 に示す。

抽出は、ソックスレー抽出を行っている測定方法(AhR-1、AhR-2、IA-1、IA-3)の他に、高圧流体抽出を行っている測定方法(AhR-3、IA-2、IA-4)がある。

また、クリーンアップ方法としては、多層シリカゲルカラムにアルミナカラム又は活性炭シリカゲルカラムを組合せて行っているもの (AhR-1、IA-1~4)、硫酸シリカゲル加熱還流処理を行っているもの (AhR-2)、及び硫酸処理と多層シリカゲルカラム処理を組合せて行っているもの(AhR-3) がある。

AhR-1、IA-2 及び IA-4 はこれらの前処理方法を自動化した装置を用いている。

表 7 各測定方法の前処理方法 (応募資料)

測定方法	抽出方法	クリーンアップ方法
AhR-1	ソックスレー抽出、液-液抽出	多層シリカゲル/アルミナ連結カラム処理(自動前処理装置を使用)
AhR-2	ソックスレー抽出、液-液抽出	硫酸シリカゲル加熱還流処理
AhR-3	高圧流体抽出、液-液抽出	硫酸処理→多層シリカゲルカラム処理
IA-1	ソックスレー抽出、液-液抽出	多層シリカゲル/活性炭シリカゲル連結カラム処理
IA-2	高圧流体抽出、液-液抽出	多層シリカゲル/アルミナ連結カラム処理(自動前処理装置を使用)
IA-3	ソックスレー抽出、液-液抽出	多層シリカゲル/リバーシブル活性炭連結カラム処理
IA-4	高圧流体抽出、液-液抽出	多層シリカゲル/アルミナ連結カラム処理(自動前処理装置を使用)

(3) 標準物質及び検量線作成方法

各測定方法の標準物質及び検量線の作成方法を表 8 に示す。

標準物質として、AhR-1~3 では 2,3,7,8-TeCDD を使用しているが、IA-1 では 5-オキソ-5-[(2,4,5-トリクロロフェニル)アミノ]ペンタン酸(TCAP)を、IA-2 では 6-(3,3',4'-トリクロロビフェニル-4-イロキシ)ヘキサン酸を、IA-3 では 2,4,6-トリクロロフェノール-グリシルグリシン(TCP)を、また IA-4 では 3-[6-(2,4,5-トリクロロフェノキシ)ヘキサノイルアミノ]プロピオン酸(TCPHA) を使用している。

検量線は、各測定方法の検出反応の特性に応じ、以下に示した方法により作成している。

a) レポータージーンアッセイ法(AhR-1~2)

AhR-1 は一次回帰式、AhR-2 はシグモイド曲線回帰式により作成している。

b) 抗 Ah レセプター複合体抗体を用いたイムノアッセイ法(AhR-3)

AhR-3 は最小二乗法による三次曲線回帰式により作成している。

c) 抗ダイオキシン類抗体を用いたイムノアッセイ法(IA-1~4)

IA-1 は Logit-Log 三次回帰式、IA-2~4 は 4-Parameter 法により作成している。

表 8 各測定方法の標準物質及び検量線作成方法（応募資料）

測定方法	標準物質	検量線
AhR-1	2,3,7,8-TeCDD	$Y = aX + b$ Y:発光量、X:TCDD 濃度（但し、20~100 pg/ml の範囲） a:傾き、b:切片
AhR-2	2,3,7,8-TeCDD	$y = \frac{a_0}{1 + (x/a_1)^{a_2}}$ y: 発光量（DMSO フラック補正済み） x: 2,3,7,8-TeCDD 濃度(pM/well) a ₀ : 最大発光量、a ₁ : 曲線の EC ₅₀ 、a ₂ : 曲線のスロープ
AhR-3	2,3,7,8-TeCDD	$Y = m_1X^3 + m_2X^2 + m_3X + b$ Y: Ah イムノアッセイ測定値(pgDEQ)、X: 吸光度(mOD) m _{1~3} : 係数、b: 切片
IA-1	5-オキソ-5-[(2,4,5-トリクロロフェニル)アミノ]ペンタン酸(TCAP)	Logit $Y = A(\text{Log } x)^3 + B(\text{Log } x)^2 + C(\text{Log } x) + D$ Y: B/B ₀ 、x: 標準物質の濃度(μg/ml)、A,B,C,D:係数
IA-2	6-(3,3',4'-トリクロロビフェニル-4-イロキシ)ヘキサン酸	$Y = \frac{A - D}{1 + (X/C)^B} + D$ Y: B/B ₀ %、X: 試料中の濃度(ng/mL)、 A: 0 濃度での B/B ₀ %、B: 50%阻害濃度(IC ₅₀)での傾き C: IC ₅₀ 、D: 過剰濃度での B/B ₀ %
IA-3	2,4,6-トリクロロフェノール-グリシルグリシン(TCP)	$Y = \frac{A - D}{1 + (X/C)^B} + D$ Y: 吸光度、X: 試料中の濃度(ng-TCP/mL)、 A: 0 濃度での吸光度、B: 曲線部分の傾き C: 50%阻害濃度(ng-TCP/mL)、D: 最小吸光度
IA-4	3-[6-(2,4,5-トリクロロフェノキシ)ヘキサノイルアミノ]プロピオン酸(TCPHA)	$Y = \frac{a - d}{1 + (X/c)^b} + d$ Y: B/B ₀ %、X: 試料中の濃度(ng/mL)、 a: 最大センサ測定結果(B/B ₀)、b: 曲線部分の傾き c: 50%阻害濃度(IC ₅₀)、d: 最小センサ測定結果(B/B ₀)

(4) 検出下限及び定量下限の設定方法

各応募機関から提示された、測定方法の検出下限及び定量下限の設定方法を表 9 に示す。

応募された測定方法はすべて、「ダイオキシン類に係る生物検定法マニュアル」及び JIS K0461「競争免疫測定方法通則」において規定されている精度プロファイル（定量値の変動係数を標準溶液の濃度に対してプロットした図）を作成し、検出下限及び定量下限を設定している。

表9 各測定方法の検出下限及び定量下限の設定方法（応募資料）

測定方法	検出下限	定量下限
AhR-1	検出下限等算出用検量線の測定操作により得られた測定値の変動係数が 30%以下となる点を検出下限とする。	検出下限等算出用検量線の測定操作により得られた測定値の変動係数が 20%以下となる点を定量下限とする。
AhR-2	検出下限等算出用検量線の測定操作により得られた測定値の変動係数が 30%以下となる点を検出下限とする。	検出下限等算出用検量線の測定操作により得られた測定値の変動係数が 20%以下となる点を定量下限とする。
AhR-3	検出下限等算出用標準用液の測定操作により得られた測定値の変動係数が 20%以下となる点を検出下限とする。	検出下限値の 4 倍とする。
IA-1	測定量(毒性等量)の定量値の変動係数が 30%以下となる点を検出下限とする。	測定量(毒性等量)の定量値の変動係数が 20%以下となる点を定量下限とする。
IA-2	ELISA 定量値の相対標準偏差が 30%となる点を検出下限とする。	ELISA 定量値の相対標準偏差が 20%となる点を定量下限とする。
IA-3	生物検定法マニュアル(平成 18 年、環境省)記載の方法により得られた精度プロファイルから変動係数が 30%以下となる毒性等量を試料ベースに換算したものを検出下限とする。	左記の精度プロファイルから、変動係数が 20%以下となる TEQ を試料ベースに換算したものを定量下限とする。
IA-4	JIS K0461 において規定されている精度プロファイルを作成し、定量値の変動係数が 10%を示す濃度(B/B ₀ =0.9)を検出下限とする。	左記の精度プロファイルにおいて、定量値の変動係数が 6.4%を示す濃度(B/B ₀ =0.85)を定量下限とする。

(5) 測定量(毒性等量)への換算方法

各測定方法の測定量(毒性等量)への換算方法を表 10 に示す。

今回の検証の対象媒体である排出ガス、ばいじん及び燃え殻は、他の媒体と比べて比較的異性体組成の変動が小さいため、GC/MS 法で求めた毒性等量と生物検定法による測定値の間には良い相関関係がある。しかし、各生物検定法の特性により各異性体との反応性の違いやダイオキシン類以外の物質との反応性などから、多くの測定方法においては毒性等量に相当する値を求めるためには何らかの換算を行う必要がある。

今回の応募された 7 種類の測定方法は、すべて GC/MS 法による毒性等量との各種比較データに基づいて求められた関係式により換算が行われている。

a) レポータージーンアッセイ法(AhR-1~2)

媒体別(AhR-1 は排出ガス、ばいじん、燃え殻、AhR-2 は排出ガス、ばいじん・燃え殻)に、これまでの応募機関における測定データから得られた換算係数を用いて換算を行っている。

いずれも実測値が GC/MS 法による毒性等量よりも大きい値になることから、換算係数は 1 よりも低く設定されている。

b) 抗 Ah レセプター複合体抗体を用いたイムノアッセイ法(AhR-3)

媒体別(排出ガス、ばいじん・燃え殻)に、これまでの応募機関における測定データから得られた換算係数を用いて換算を行っている。

実測値が GC/MS 法による毒性等量よりも大きい値になることから、換算係数は 1 よりも低く設定されている。

c) 抗ダイオキシン類抗体を用いたイムノアッセイ法(IA-1~4)

媒体別(IA-1,3 は排出ガス、ばいじん・燃え殻、IA-2,4 は排出ガス、ばいじん、燃え殻)に、これまで

の応募機関における測定データから得られた換算係数又は換算式を用いて換算を行っている。

IA-1 は、実測値は 5-オキソ-5-[(2,4,5-トリクロロフェニル)アミノ]ペンタン酸(TCAP)濃度として測定され、GC/MS 法による毒性等量よりも高い値となるため、GC/MS 法による毒性等量に対する比の幾何平均値を換算係数としている。

IA-2 は、実測値はダイオキシン類似物質濃度として測定され、GC/MS 法による毒性等量よりも高い値となるため、換算係数は 1 よりも小さくなっている。GC/MS 法による毒性等量との 0 点を通る一次直線回帰を行い、その係数を換算係数としている。

IA-3 は、実測値と GC/MS 法による毒性等量との関係を累乗式に近似し、その係数を媒体別に求めている。

IA-4 は、実測値は 3-[6-(2,4,5-トリクロロフェノキシ)ヘキサノイルアミノ]プロピオン酸(TCPHA)濃度として測定され、GC/MS 法による毒性等量よりも高い値となるため、1 よりも大きい換算係数で除している。GC/MS 法による毒性等量との 0 点を通る一次直線回帰を行い、その係数を換算係数として、実測値を除すことにより毒性等量に換算している。

表 10 各測定方法の測定量(毒性等量)への換算方法 (応募資料)

測定方法	排出ガス	ばいじん	燃え殻
AhR-1	測定量=実測値×0.2057 n 数: 31 濃度範囲: 0.19~11ng-TEQ/m ³ _N	測定量=実測値×0.2759 n 数: 20 濃度範囲: 0.09~9.3ng-TEQ/g	測定量=実測値×0.2069 n 数: 24 濃度範囲: 0.10~8.3ng-TEQ/g
AhR-2	測定量=実測値×0.308 n 数: 54 濃度範囲: 0.0026~44ng-TEQ/m ³ _N	測定量=実測値×0.356 n 数: 41 濃度範囲: 0.00034~29ng-TEQ/g	
AhR-3	測定量=実測値/20.2 n 数: 42 濃度範囲: 0.083~180ng-TEQ/m ³ _N	測定量=実測値/19.1 n 数: 41 濃度範囲: 0.010~260ng-TEQ/g	
IA-1	測定量=実測値/(200.6×10 ³) n 数: 52 濃度範囲: 0.35~77ng-TEQ/m ³ _N	測定量=実測値/(175.5×10 ³) n 数: 57 濃度範囲: 0.1~36ng-TEQ/g	
IA-2	測定量=実測値×0.422 n 数: 20 濃度範囲: 0.23~9.0ng-TEQ/m ³ _N	測定量=実測値×0.595 n 数: 20 濃度範囲: 0.09~4.3ng-TEQ/g	測定量=実測値×0.522 n 数: 20 濃度範囲: 0.42~4.5ng-TEQ/g
IA-3	測定量=0.0744×C ^{0.8351} ×V/F n 数: 67 濃度範囲: 0.01~130ng-TEQ/m ³ _N	測定量=0.0664×C ^{0.9662} ×V/F n 数: 54 濃度範囲: 0.0025~32ng-TEQ/g	
	C: 希釈系列 1mL 当たりの標準物質相当量(μg-TCP/mL)×希釈系列希釈倍数 V: 最終定容量、F: 分取量		
IA-4	測定量=標準物質換算濃度/1.488 n 数: 35 濃度範囲: 0.44~11ng-TEQ/m ³ _N	測定量=標準物質換算濃度/1.221 n 数: 23 濃度範囲: 0.13~9.3ng-TEQ/g	測定量=標準物質換算濃度/1.267 n 数: 27 濃度範囲: 0.13~8.3ng-TEQ/g

* n 数: 換算係数等を設定するに当たって使用したデータ数

**濃度範囲: 換算係数等を設定する際に使用した測定試料の濃度範囲

(6) 迅速性

各応募機関から提出された測定方法における平均的な 1 検体当たりの分析時間を表 11 及び 12 に示す。

いずれの測定方法もクリーンアップ及び測定部分の操作が簡素化され、特に AhR-1、IA-2 及び IA-4 は自動前処理装置を用いることにより、また、AhR-3、IA-2 及び IA-4 は抽出操作に高压流出抽出法を用いることにより、大幅な時間の短縮が図られている。

1 検体当たりの分析時間は、レポータージーンアッセイ法で7日程度、抗 Ah レセプター複合体抗体を用いたイムノアッセイ法で1~2日程度、抗ダイオキシン類抗体を用いたイムノアッセイ法で2~5日程度と、通常5~7日程度かかる GC/MS 法に比べ、分析時間はほぼ同程度か短縮されている。

また、GC/MS 法による測定と比較して、各測定方法は、測定する検体数が増えた場合においても、一度に多数の検体を測定することができるため、検体数が多いほど、1 検体当たりの分析時間はさらに短縮化される。

a) レポータージーンアッセイ法(AhR-1 及び AhR-2)

各測定方法の抽出やクリーンアップ方法により分析時間に若干の差が認められるが、全体として7日程度で分析することができる。AhR-1 は、クリーンアップに多層シリカゲルとアルミナカラムを組合せて使用する自動前処理装置を使用しており、時間の短縮化が図られている。

b) 抗 Ah レセプター複合体抗体を用いたイムノアッセイ法(AhR-3)

抽出は高圧流体抽出、クリーンアップは硫酸処理及び多層シリカゲルカラム処理のみであり、操作時間の短縮化が図られている。また、測定に要する時間も6時間程度であり、全体で1~2日程度で分析できる。

c) 抗ダイオキシン類抗体を用いたイムノアッセイ法(IA-1~4)

各測定方法の抽出、クリーンアップ方法により分析時間は異なるが、全体で2~5日程度で分析できる。また、IA-2 及び IA-4 は、クリーンアップに多層シリカゲルとアルミナカラムを組合せて使用する自動前処理装置を使用しており、さらなる時間の短縮化が図られている。

表 11 各測定方法の分析時間(1) (応募資料)

単位：時間/検体

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	
排出ガス	全体	50	53	8.8	
	内訳	抽出	21	21	1.5
		クリーンアップ	3	5	1.2
		測定	25	26	6
		データ処理	1	1	0.1
		その他	細胞播種は定量の前日に行う	—	—
ばいじん	全体	50	50	8.0	
	内訳	抽出	21	18	0.7
		クリーンアップ	3	5	1.2
		測定	25	26	6
		データ処理	1	1	0.1
		その他	細胞播種は定量の前日に行う	—	—
燃え殻	全体	50	50	8.0	
	内訳	抽出	21	18	0.7
		クリーンアップ	3	5	1.2
		測定	25	26	6
		データ処理	1	1	0.1
		その他	細胞播種は定量の前日に行う	—	—
備考		定量は測定試料の調製・培養・アッセイを含む。なお、抽出とクリーンアップは、共同応募機関が行い、定量とデータ処理は応募機関が行う。 抽出：ソックスレー抽出法 前処理：自動前処理装置使用	試料採取器具類の洗いこみ、樹脂乾燥時間を含む。 抽出：ソックスレー抽出法	抽出：高圧流体抽出法	

表 12 各測定方法の分析時間(2) (応募資料)

単位：時間/検体

測定方法		IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
排出ガス	全体	28.2~30.2	12.5	39	10	
	内訳	抽出	21~22.5	6	24	6
		クリーンアップ	4.0~4.5	3	10	3
		測定	1	3	4	0.5
		データ処理	0.2	0.5	0.5	0.5
		その他	2	—	0.5	—
ばいじん	全体	25.5~26	11.5	35	9	
	内訳	抽出	19.5	5	20	5
		クリーンアップ	3.8~4.3	3	10	3
		測定	1	3	4	0.5
		データ処理	0.2	0.5	0.5	0.5
		その他	1	—	0.5	—
燃え殻	全体	25.5~26	11.5	35	9	
	内訳	抽出	19.5	5	20	5
		クリーンアップ	3.8~4.3	3	10	3
		測定	1	3	4	0.5
		データ処理	0.2	0.5	0.5	0.5
		その他	1	—	0.5	—
備考	抽出：ソックスレー抽出法	抽出：高圧流体抽出法 前処理：自動前処理装置使用	抽出：ソックスレー抽出法	抽出：高圧流体抽出法 前処理：自動前処理装置使用		

(7) 経済性

各応募機関から提出された測定方法の代表的分析条件又は平均的な1検体当たりの分析費用を表13及び14に示す。

各応募機関から提出された1検体当たりの分析費用は、7,000円～55,000円であった。これらの費用には、装置等の費用を含まないものもあり、一概に比較することは困難であるが、一般的に約15万円かかるGC/MS法よりも安価と言える。また、IA-1及びIA-4以外の測定方法は、多数の検体を同時に測定することができることから、検体数が多くなるほど、更に安価となることが考えられる。

a) レポータージーンアッセイ法(AhR-1 及び AhR-2)

分析費用は分析の条件や検体数によって幅があるが、1検体当たり7,000～50,000円である。

なお、AhR-1の分析費用は、公的機関による測定であるため、施設・設備関連費用及び人件費が含まれていないが、AhR-2の分析費用は、これらの経費が含まれているため、両者の分析費用に差が生じている。

b) 抗Ahレセプター複合体抗体を用いたイムノアッセイ法(AhR-3)

分析費用は、1検体当たり人件費込みで、排出ガス試料が45,000～55,000円、ばいじん及び燃え殻試料が40,000～50,000円である。

c) 抗ダイオキシン類抗体を用いたイムノアッセイ法(IA-1～4)

分析費用は、分析条件により幅があるが、1検体当たり人件費込みで8,100～24,000円である。

表 13 各測定方法の分析費用(1) (応募資料)

単位：円／検体

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	
排出ガス	全体	7,000	50,000	45,000-55,000	
	内訳	抽出	2,000		10,000-15,000
		クリーンアップ	3,000		15,000-20,000
		測定	2,000		20,000
ばいじん	全体	7,000	50,000	40,000-50,000	
	内訳	抽出	2,000		8,000-10,000
		クリーンアップ	3,000		12,000-20,000
		測定	2,000		20,000
燃え殻	全体	7,000	50,000	40,000-50,000	
	内訳	抽出	2,000		8,000-10,000
		クリーンアップ	3,000		12,000-20,000
		測定	2,000		20,000
備考		1検体あたり3回測定する。人件費、設備管理費、施設管理費等を含まない。	人件費を含む。多数検体の場合は分析費用の低減が可能。	200,000円/キット(測定可能検体数：標準18検体/キット)	

表 14 各測定方法の分析費用(2) (応募資料)

単位：円／検体

測定方法		IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
排出ガス	全体	19,500	14,400	24,000	8,300	
	内訳	抽出	3,200	2,000	3,000	2,000
		クリーンアップ	1,300	2,400	4,000	2,400
		測定	15,000	10,000	17,000	3,900
ばいじん	全体	17,650	14,400	23,000	8,100	
	内訳	抽出	1,350	2,000	2,000	1,800
		クリーンアップ	1,300	2,400	4,000	2,400
		測定	15,000	10,000	17,000	3,900
燃え殻	全体	17,650	14,400	23,000	8,100	
	内訳	抽出	1,350	2,000	2,000	1,800
		クリーンアップ	1,300	2,400	4,000	2,400
		測定	15,000	10,000	17,000	3,900
備考		150,000円/キット(測定可能検体:14検体/キット)	200,000円/キット(測定可能数:96well/キット)	人件費等の固定費を除く。 n=2測定 80,000円/キット(測定可能検体:5検体/キット)	14,000円/キット(測定可能検体:4検体/キット)	

2.2.3 応募要件への適合性評価

応募された各測定方法の 2.1.1 で示した応募要件(測定方法)への適合性を表 15 にまとめた。

各測定方法とも、測定方法の応募要件に適合しており、また、応募機関の応募要件にも該当していることが確認されたことから、応募された全ての測定方法に対して検証試験を実施することとした。

表 15 各測定方法の応募要件（測定方法）に対する適合性（応募資料）

応募要件 (測定方法)	生物 検定法 である こと	実用 化され ている こと	GC/MS 法に比べ、 分析費用が安価である こと 上段 排出ガス 中段 ばいじん及び 燃え殻 下段 キット価格 ()内は測定可能数 [GC/MS 法: 150,000 円]	GC/MS 法に比べ分析時 間短いこと 上段：排出ガス 下段：ばいじん及び 燃え殻 ()内は所要日数 ¹⁾ [GC/MS 法:5~7 日程度]	中 立 機 関 実 証 が 可 能 で あ る こ と	特 許 権 の 実 施 を 許 諾 で き る こ と	GC/MS 法との 比較データ数 [20 以上] 上 段：排出ガス 中 段：ばいじん 下 段：燃え殻
測定方法							
AhR-1	○	○	○ 7,000 円 ²⁾ 7,000 円 ²⁾ -	○ 50 時間(7 日) 50 時間(7 日)	○	△ ³⁾	31 20 21
AhR-2	○	○	○ 50,000 円 50,000 円 -	○ 53 時間 (7 日) 50 時間(7 日)	○	可	54 41 (ばいじん燃え殻共通)
AhR-3	○	○	○ 45,000~55,000 円 40,000~50,000 円 200,000 円(10)	○ 8.8 時間(2 日) 8 時間(1 日)	○	不要	42 41 (ばいじん燃え殻共通)
IA-1	○	○	○ 19,500 円 17,650 円 150,000 円(14)	○ 28.2~30.2 時間(4 日) 25.5~26 時間(4 日)	○	不要	52 31 26
IA-2	○	○	○ 14,400 円 14,400 円 200,000 円(10)	○ 12.5 時間(2 日) 11.5 時間(2 日)	○	不要	20 20 20
IA-3	○	○	○ 24,000 円 23,000 円 80,000 円(5)	○ 39 時間(5 日) 35 時間(5 日)	○	不要	67 27 29
IA-4	○	○	○ 8,300 円 8,100 円 14,000 円(4)	○ 10 時間(2 日) 9 時間(2 日)	○	不要	35 23 27

1) 1 日の作業時間を 8 時間としたときの所要日数

2) 応募機関が公的機関であるために、消耗品等の実費のみの費用

3) 研究用途で実施権無償許諾

なお、応募機関から提出されたデータに基づく各測定方法の評価項目への対応状況を表 16 に示す。

表 16 各測定方法の評価項目への対応状況 (応募資料)

測定方法	評価項目 媒体	GC/MS 法 との相関性 (R ²)	各測定方法による 換算毒性等量 の GC/MS 法比 [1/2 倍から 2 倍]		定量下限値 [規制基準値の 1/10 以下] 排出ガス(0.5ng-TEQ/m ³) ばいじん(0.3ng-TEQ/g) 燃え殻(0.3ng-TEQ/g)			
			最小	最大	定量下限値	試料量*		
AhR-1	排出ガス	0.9415	0.51	1.3	0.0002ng-TEQ/m ³ N	1.0m ³ N		
	ばいじん	0.9602	0.69	1.8	0.0002ng-TEQ/g	1.0g		
	燃え殻	0.9586	0.56	1.4	0.0002ng-TEQ/g	1.0g		
AhR-2	排出ガス	0.9975	} 0.47	} 1.5	0.001ng-TEQ/m ³ N	3.5m ³ N		
	ばいじん	0.9910			0.001ng-TEQ/g	3.5g		
	燃え殻	0.9910			0.001ng-TEQ/g	3.5g		
AhR-3	排出ガス	0.9971	} 0.59	} 2.0	0.01ng-TEQ/m ³ N	0.4m ³ N		
	ばいじん	} 0.9847			0.3ng-TEQ/g	0.02g		
	燃え殻				0.3ng-TEQ/g	0.02g		
IA-1	排出ガス	0.9908	} 0.9827	}	0.13ng-TEQ/m ³ N	1.0m ³ N		
	ばいじん	0.64			1.6	0.096ng-TEQ/g	1.5g	
	燃え殻	0.60			1.5	0.096ng-TEQ/g	1.5g	
IA-2	排出ガス	0.908	} 0.871	}	0.01ng-TEQ/m ³ N	1.5m ³ N		
	ばいじん	0.83			1.4	0.02ng-TEQ/g	1.0g	
	燃え殻	0.61			1.7	0.02ng-TEQ/g	1.0g	
IA-3	排出ガス	0.9922	}	}	0.01ng-TEQ/m ³ N	4.0m ³ N		
	ばいじん	0.9753			0.50	2.0	0.003ng-TEQ/g	10g
	燃え殻	0.9733			0.62	1.9	0.0007ng-TEQ/g	50g
IA-4	排出ガス	0.985	}	}	0.02ng-TEQ/m ³ N	1.0m ³ N		
	ばいじん	0.973			0.75	1.3	0.02ng-TEQ/g	1.0g
	燃え殻	0.985			0.84	1.7	0.02ng-TEQ/g	1.0g

*定量下限値を求める際の供試試料量

2.3 配付試料による検証結果

2.3.1 検証試験結果

(1) 測定結果

a) 第 1 回検証試験

第 1 回検証試験の測定結果を参考表 1~10 に示す。各測定方法とも、すべての試料において測定値は定量下限値以上であった。

b) 第 2 回検証試験

第 2 回検証試験の測定結果を参考表 11 及び 12 に示す。また第 2 回検証試験の追加試験の測定結果を参考表 13 に示す。各測定方法とも、すべての試料において測定値は定量下限値以上であった。

c) 繰り返し再現性検証試験

繰り返し再現性検証試験の測定結果を参考表 14 及び 15 に示す。各測定方法とも、すべての試料において定量下限値以上であった。

(2) 適用可能性の検討

各測定方法の適用可能性について GC/MS 法との比較、定量下限値及び測定の再現性の 3 つの観点から検討した。

a) GC/MS 法との比較

第 1 回検証試験における各測定方法による換算毒性等量の GC/MS 法比を表 17 及び図 4 に示す。

第 1 回検証試験において、各測定方法による換算毒性等量は、GC/MS 法による毒性等量よりも高い傾向であった。これは、各測定方法において実測値を毒性等量に換算する際に用いる換算係数又は換算式には、試料からの抽出操作における抽出効率の補正も含まれているため、ばいじん又は燃え殻からの抽出液を試料として用いた第 1 回検証試験では、抽出操作がない分、これらの換算係数又は換算式で換算した換算毒性等量は、有姿試料から分析を行った場合に比べて、20~30%程度高い値になったものと考えられる。

表 17 各測定方法による換算毒性等量の GC/MS 法*比 (第 1 回検証試験)

試料	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	
GC/MS 法による 毒性等量 (ng-TEQ/g)	0.30	0.34	1.8	1.3	3.1	3.0	5.4	6.6	31	31	
換算 毒性等量 (ng-TEQ/g)	AhR-1	0.35	0.56	3.4	1.7	6.2	6.0	12	10	61	65
	AhR-2	0.58	0.66	4.3	2.6	7.0	7.2	14	12	71	79
	AhR-3	0.27	0.44	3.9	2.2	4.4	3.8	8.8	6.1	30	39
	IA-1	0.40	0.49	3.3	1.9	4.9	4.6	10	6.8	40	45
	IA-2	0.23	0.25	3.4	2.0	4.7	4.6	10	9.1	43	52
	IA-3	0.30	0.42	3.9	1.7	5.9	5.3	9.7	8.9	46	48
	IA-4	0.40	0.51	2.9	1.8	4.5	4.6	10	8.1	45	48
GC /MS 法比	AhR-1	1.2	1.6	1.8	1.3	2.0	2.0	2.2	1.5	1.9	2.1
	AhR-2	1.9	1.9	2.3	2.0	2.2	2.4	2.6	1.8	2.3	2.6
	AhR-3	0.89	1.2	2.1	1.8	1.4	1.3	1.6	0.92	0.95	1.3
	IA-1	1.3	1.4	1.8	1.5	1.6	1.5	1.9	1.0	1.3	1.5
	IA-2	0.77	0.74	1.9	1.6	1.5	1.5	1.9	1.4	1.4	1.7
	IA-3	1.0	1.2	2.1	1.3	1.9	1.8	1.8	1.3	1.5	1.6
	IA-4	1.3	1.5	1.6	1.4	1.4	1.5	1.9	1.2	1.4	1.6

* JIS 法又は告示法に規定される GC/MS 法を指す。

太字斜字体で表記したものは評価の目安値の範囲を超過したデータである。

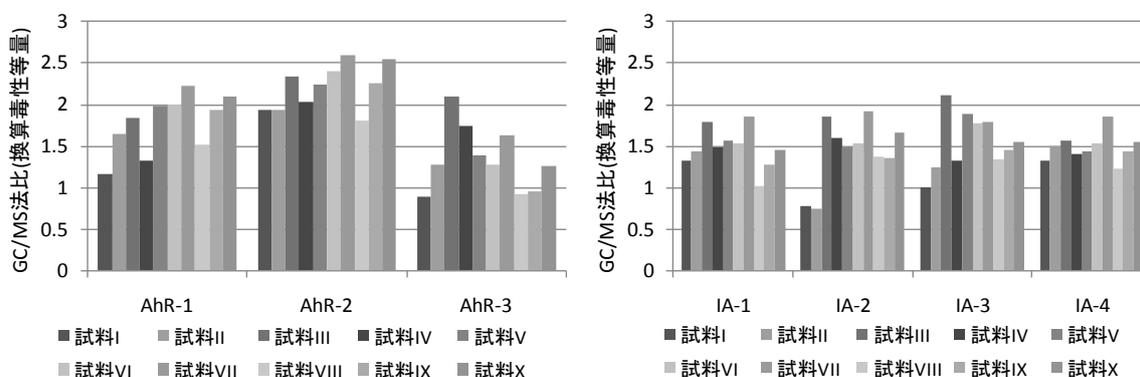


図 4 各測定方法による換算毒性等量の GC/MS 法比 (第 1 回検証試験)

抽出操作の有無による影響を確認するために、第2回検証試験では、ばいじんの有姿試料を配付し、分析試験を実施した。なお、当初配付した試料に均質化の問題があった可能性があったため、同じ試料について、さらに攪拌し、均質性を確認したものを応募機関に配付して追加試験を実施した。

第2回検証試験(追加試験)における各測定方法による換算毒性等量のGC/MS法比を表18及び図5に示す。

均質化した有姿試料を用いた第2回検証試験(追加試験)における各測定方法による換算毒性等量とGC/MS法による毒性等量の相関は高く、各測定方法による換算毒性等量のGC/MS法比は、すべて評価の目安値(概ね1/2倍から2倍の範囲内であること)を満足するものであった。

表18 各測定方法による換算毒性等量とGC/MS法*比(第2回検証試験(追加試験))

試料		試料 A	試料 B	試料 C	試料 D	相関性 (R ²)
GC/MS法による毒性等量 (ng-TEQ/g)		0.70	0.84	3.2	9.3	
換算毒性等量 (ng-TEQ/g)	AhR-1	0.71	1.1	3.3	12	
	AhR-2	1.0	0.61	4.2	9.8	
	AhR-3	0.59	1.1	2.0	5.5	
	IA-1	1.4	1.1	4.1	10	
	IA-2	0.81	0.53	2.8	8.6	
	IA-3	1.2	0.85	3.5	10	
	IA-4	1.3	0.89	2.2	7.4	
GC/MS法比	AhR-1	1.0	1.3	1.0	1.3	0.9945
	AhR-2	1.4	0.73	1.3	1.1	0.9878
	AhR-3	0.84	1.4	0.62	0.59	0.9904
	IA-1	2.0	1.3	1.3	1.1	0.9962
	IA-2	1.2	0.63	0.88	0.92	0.9977
	IA-3	1.7	1.0	1.1	1.1	0.9976
	IA-4	1.9	1.1	0.69	0.79	0.9818

* JIS法あるいは告示法に規定されるGC/MS法を指す。

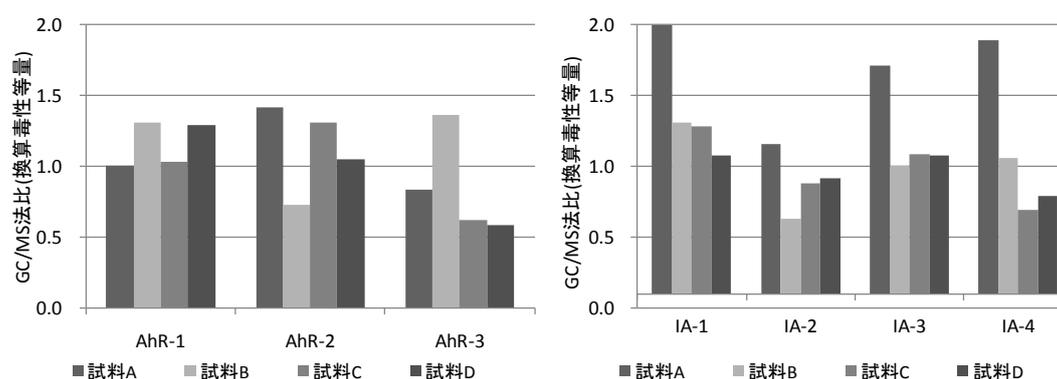


図5 各測定方法による換算毒性等量のGC/MS法比(第2回検証試験(追加試験))

i) レポータージーンアッセイ法(AhR-1及び2)

AhR-1及びAhR-2の第2回検証試験(追加試験)における換算毒性等量のGC/MS法比はそれぞれ1.0~1.3、及び0.73~1.4であり、いずれの測定方法も評価の目安値(1/2倍から2倍の範囲内であること)を満足するものであった。

ii) 抗 Ah レセプター複合抗体を用いたイムノアッセイ法(AhR-3)

第 2 回検証試験(追加試験)における換算毒性等量の GC/MS 法比は 0.59~1.4 で、評価の目安値(1/2 倍から 2 倍の範囲内であることを)を満足するものであった。

iii) 抗ダイオキシン類抗体を用いたイムノアッセイ法(IA-1~4)

IA-1、IA-2、IA-3 及び IA-4 の第 2 回検証試験(追加試験)における換算毒性等量の GC/MS 法比はそれぞれ 1.1~2.0、0.63~1.2、1.0~1.7 及び 0.69~1.9 となり、いずれの測定方法も評価の目安値(1/2 倍から 2 倍の範囲内であることを)を満足するものであった。

b) 定量下限値

各測定方法とも定量上限値については、希釈によりかなり高濃度の試料まで測定可能であるため、ここでは、定量下限値について検討する。

検証試験で用いたばいじん及び燃え殻試料の定量下限値の目安値は、廃棄物焼却炉に係るばいじん及び燃え殻の処理基準値(3ng-TEQ/g)の 1/10 である 0.3ng-TEQ/g 以下であり、定量下限値の評価は第 2 回検証試験(追加試験)の測定結果をもって行うこととした。

第 2 回検証試験(追加試験)における各測定方法の定量下限値を表 19 に示す。

第 2 回検証試験(追加試験)における各測定方法の定量下限値は、いずれも評価の目安値を満足するものであった。

i) レポータージーンアッセイ法(AhR-1 及び AhR-2)

いずれの測定方法も生物検定法マニュアル(平成 18 年、環境省)及び JIS K0461 において規定されている精度プロファイルを作成し、定量値の変動係数が 30%を示す濃度を検出下限値としており、測定のロットごとに測定している。

第 2 回検証試験(追加試験)における AhR-1 及び AhR-2 の定量下限値は、それぞれ 0.0034~0.0042ng-TEQ/g 及び 0.00048~0.00056ng-TEQ/g であり、いずれもばいじんの評価の目安値を満足するものであった。

ii) 抗 Ah レセプター複合体抗体を用いたイムノアッセイ法(AhR-3)

AhR-3 は、生物検定法マニュアル(平成 18 年、環境省)及び JIS K0461 において規定されている精度プロファイルを作成し、定量値の変動係数が 30%を示す濃度を検出下限値としている。

第 2 回検証試験(追加試験)における定量下限値は 0.21ng-TEQ/g であり、ばいじんの評価の目安値を満足するものであった。

iii) 抗ダイオキシン類抗体を用いたイムノアッセイ法(IA-1~4)

いずれの測定方法も生物検定法マニュアル(平成 18 年、環境省)あるいは JIS K0461 において規定されている精度プロファイルを作成し、IA-1~3 は定量値の変動係数が 20%となる点を、IA-4 は 6.4%を示す濃度(B/B0=0.85)を定量下限値としており、測定のロットごとに測定している。

第 2 回検証試験(追加試験)における定量下限値は、IA-1 が 0.038ng-TEQ/g、IA-2 が 0.014~0.015ng-TEQ/g、IA-3 が 0.04ng-TEQ/g 及び IA-4 が 0.04~0.05ng-TEQ/g であり、いずれの測定方法もばいじんの評価の目安値を満足するものであった。

表 19 各測定方法の定量下限値(第 2 回検証試験(追加試験))

単位：ng-TEQ/g

測定方法	試料 A	試料 B	試料 C	試料 D
AhR-1	0.0039	0.0042	0.0034	0.0039
AhR-2	0.00048	0.00048	0.00056	0.00048
AhR-3	0.21	0.21	0.21	0.21
IA-1	0.038	0.038	0.038	0.038
IA-2	0.014	0.015	0.015	0.015
IA-3	0.04	0.04	0.04	0.04
IA-4	0.04	0.04	0.05	0.05

c) 測定の再現性

各測定方法の測定の再現性を評価するため、同一試料における測定値のばらつきの程度の指標である変動係数について検討した。

ばいじんの有姿試料を配付した第 2 回検証試験における 3 回繰り返し測定を行ったときの変動係数を表 20 に示す。

なお、第 2 回検証試験において、AhR-1、AhR-3 及び IA-2 の繰り返し測定が、同一プレートを用いて実施されていたことから、改めて、ばいじん試料 2 試料について、独立したプレートで繰り返し測定を 5 回行い、再現性の確認を行った。その結果を表 21 に示す。

表 20 各測定方法の変動係数(第 2 回検証試験)

単位：%

測定方法	試料 A	試料 B	試料 C	試料 D
AhR-1	9.2	8.7	10	11
AhR-2	16	18	3.6	22
AhR-3	8.9	6.8	6.4	10
IA-1	5.1	4.3	5.5	0.58
IA-2	13	8.4	18	8.0
IA-3	1.7	4.1	3.6	3.8
IA-4	4.8	3.1	3.1	2.2

表 21 各測定方法の変動係数(繰り返し再現性検証試験)

単位：%

測定方法	試料 A'	試料 B'
AhR-1	4.2	8.9
AhR-3	13	12
IA-2	9.3	14

測定の再現性の評価は、抽出操作を含み、3 回以上繰り返し測定を行った第 2 回検証試験又は繰り返し再現性検証試験の結果をもって行うこととした。第 2 回検証試験又は繰り返し再現性検証試験における各測定方法の変動係数は、いずれの測定方法も実試料における変動係数の評価の目安値である 30%以内であった。

i) レポータージーンアッセイ法(AhR-1 及び AhR-2)

第 2 回検証試験における AhR-2 の変動係数は 3.6~22%であり、また、繰り返し再現性検証試験にお

ける AhR-1 の変動係数は 4.2～8.9%であり、いずれの方法も評価の目安値である 30%以内であった。

ii) 抗 Ah レセプター複合体抗体を用いたイムノアッセイ法(AhR-3)

繰り返し再現性検証試験における AhR-3 の変動係数は 12～13%であり、評価の目安値である 30%以内であった。

iii) 抗ダイオキシン類抗体を用いたイムノアッセイ法(IA-1～4)

第 2 回検証試験における IA-1、IA-3 及び IA-4 の変動係数は、それぞれ 0.58～5.5%、1.7～4.1%及び 2.2～4.8%であり、繰り返し再現性検証試験における IA-2 の変動係数は、9.3～14%であり、いずれの方法も評価の目安値である 30%以内であった。

2.3.2 迅速性

第 2 回検証試験における各測定方法の分析時間を表 22 及び 23 に示す。

(1) レポータージーンアッセイ法

a) AhR-1

第 2 回検証試験実施時の測定時間は、試料の希釈倍率を決定するための予備測定が加わっているため、応募資料における測定時間より長くなっているが、この予備測定の時間を除くと応募資料における測定時間（25 時間）とほぼ同程度であった。

また、全体を通した 1 検体あたりの分析所要日数も、1 日の稼働時間を 8 時間とすると 10 日となったが、予備測定を行わず実施した場合は、応募資料における分析所要日数と同じ 7 日程度となる。

b) AhR-2

第 2 回検証試験実施時に要した各操作の分析時間は、応募資料に記載されている所要時間とほぼ同程度であった。また、全体を通した 1 検体あたりの分析所要日数は 7 日であり、応募資料における分析所要日数と同じであった。

(2) 抗 Ah レセプター複合体抗体を用いたイムノアッセイ法

a) AhR-3

第 2 回検証試験実施時に要した各操作の分析時間は、応募資料に記載されている所要時間とほぼ同等であった。また、全体を通した 1 検体あたりの分析所要日数は 2 日であり、応募資料における分析所要日数と同じであった。

(3) 抗ダイオキシン類抗体を用いたイムノアッセイ法

a) IA-1

第2回検証試験実施時に要した各操作の分析時間は、応募資料に記載されている所要時間とほぼ同等であった。また、全体を通した1検体あたりの分析所要日数は4日であり、応募資料における分析所要日数と同じであった。

b) IA-2

第2回検証試験実施時の抽出時間は、抽出方法が応募資料における方法(高圧流体抽出法)と異なり、ソックスレー抽出法であったため、応募資料における抽出時間(5時間)より長い16時間となった。なお、抽出時間を応募資料と同様に高圧流体抽出法で行った場合は応募資料における測定時間と同等の12.25時間となる。また、全体を通した1検体あたりの分析所要日数は3日となるが、応募資料と同じ抽出方法で実施した場合は2日程度となる。

c) IA-3

第2回検証試験実施時に要した各操作の分析時間は、応募資料に記載されている所要時間とほぼ同等であった。また、全体を通した1検体あたりの分析所要日数は5日であり、応募資料における分析所要日数と同じであった。

d) IA-4

第2回検証試験実施時に要した各操作の分析時間は、応募資料に記載されている所要時間とほぼ同等であった。また、全体を通した1検体あたりの分析所要日数は2日であり、応募資料における分析所要日数と同じであった。

応募資料に記載されている方法で分析した場合の各測定方法の分析時間は、応募資料に記載されている所要時間とほぼ同程度であり、全体として1検体あたり7日程度を要するGC/MS法と比較して同程度かより迅速な方法であることを確認した。

なお、GC/MS法による測定では1検体ずつ順次測定を行うが、生物検定法の場合は、1回の測定で複数の検体を同時に測定することが可能であることから、測定する検体数が増加すれば、1検体あたりの分析時間は更に短縮されることが期待される。

表 22 各測定方法の分析時間 (1) (第2回検証試験)

単位：時間/検体

測定方法		GC/MS法	AhR-1	AhR-2	AhR-3
全 体		49	75 (50.5)	50.25	11.5
内 訳	抽出	36	22.5	19	1
	クリーンアップ	4	3	5	1.25
	測定	4	49 (24.5)	26	9
	データ処理	3	0.5	0.25	0.25
	その他	2	細胞播種は定量前日に行う	-	-
所要日数*		7日	10日 (7日)	7日	2日
備 考		抽出：ソックスレー抽出法	測定時間：試料の希釈倍率を決定するための予備測定を含む。()内の時間は予備測定を行わなかった場合の所要時間。 抽出：ソックスレー抽出法 前処理：自動前処理装置	抽出：ソックスレー抽出法	抽出：高圧液体抽出法

* 1日の稼働時間を8時間とした。

表 23 各測定方法の分析時間 (2) (第 2 回検証試験)

単位：時間／検体

測定方法		IA-1	IA-2	IA-3	IA-4
全 体		25.75	23.25	36	11.55
内 訳	抽出	19.5	16	20	7.45
	クリーンアップ	5	3	10	3
	測定	1	4	5	1
	データ処理	0.25	0.25	1	0.1
	その他	-	-	-	-
所要日数*		4 日	3 日	5 日	2 日
備 考		抽出：ソックスレー抽出法	抽出：ソックスレー抽出法 前処理：自動前処理装置	抽出：ソックスレー抽出法	抽出：高圧液体抽出法 前処理：自動前処理装置

* 1 日の稼働時間を 8 時間とした。

2.4 まとめ

各測定方法の実用化検証結果を取りまとめると、以下のとおりとなる。

(1) レポータージーンアッセイ法

a) AhR-1

- ・ダイオキシン類による毒性発現における遺伝子発現誘導メカニズムを活用した測定方法である。
- ・交差反応性は、毒性等価係数(WHO-TEF) とよく一致する。
- ・換算毒性等量の GC/MS 法比は、1.0～1.3 倍で、評価の目安値である 1/2 倍から 2 倍の範囲内であり、GC/MS 法による毒性等量値と比較的よく一致した。
- ・定量下限値は、0.0034～0.0042 ng-TEQ/g で、ばいじん及び燃え殻の処理基準の 1/10 以下の評価の目安値を十分満足するものであった。
- ・同一試料の測定における変動係数は、4.2～8.9% で、実試料における評価の目安値の 30%未満を十分に満足するものであり、測定によるばらつきは小さかった。
- ・分析所要日数は、予備測定を行った場合は 10 日程度、本測定のみの場合は 7 日程度であり、GC/MS 法とほぼ同等であるが、複数の検体を同時に測定しうるため、多検体の測定に際しては迅速化される。
- ・分析費用は、各媒体とも 7,000 円/検体（人件費や施設・設備管理費等含まず）であり、人件費や施設・設備管理費等を含めても GC/MS 法に比べ安価な方法になると考えられる。

b) AhR-2

- ・ダイオキシン類による毒性発現における遺伝子発現誘導メカニズムを活用した測定方法である。
- ・交差反応性は、WHO-TEF とよく一致する。
- ・換算毒性等量の GC/MS 法比は、0.73～1.4 倍で、評価の目安値である 1/2 倍から 2 倍の範囲内であり、GC/MS 法による毒性等量値と比較的よく一致した。
- ・定量下限値は、0.00048～0.00056 ng-TEQ/g で、ばいじん及び燃え殻の処理基準の 1/10 以下の評価の目安値を十分満足するものであった。
- ・同一試料の測定における変動係数は、3.6～22% で、実試料における評価の目安値の 30%未満を満足するものであり、測定によるばらつきは比較的小さかった。
- ・分析所要日数は 7 日程度であり、GC/MS 法とほぼ同等であるが、複数の検体を同時に測定しうるた

め、多検体の測定に際しては迅速化される。

- ・分析費用は、各媒体とも 50,000 円/検体であり、GC/MS 法に比べ、安価な方法であるといえる。

(2) 抗 Ah レセプター複合体抗体を用いたイムノアッセイ法

a) AhR-3

- ・ダイオキシン類による毒性発現におけるダイオキシン類-Ah レセプター-ARNT 複合体の形成と抗 Ah レセプター複合体抗体を用いたイムノアッセイ法を組合せた測定方法である。
- ・交差反応性は、WHO-TEF に比べ、高塩素化 PCDD/DF 及び Co-PCB ではやや高めであるが、比較的似た傾向を示す。
- ・換算毒性等量の GC/MS 法比は、0.59~1.4 倍で、評価の目安値である 1/2 倍から 2 倍の範囲内であり、GC/MS 法による毒性等量値と比較的よく一致した。
- ・定量下限値は、0.21 ng-TEQ/g で、ばいじん及び燃え殻の処理基準の 1/10 以下の評価の目安値を満足するものであった。
- ・同一試料の測定における変動係数は、12~13%で、実試料における評価の目安値の 30%未満を満足するものであり、測定によるばらつきは比較的小さかった。
- ・分析所要日数は 2 日程度であり、GC/MS 法に比べて迅速化された方法である。
- ・分析費用は、排出ガスで 45,000 円~55,000 円/検体、ばいじん及び燃え殻で 40,000 円~50,000 円/検体であり、GC/MS 法に比べ安価な方法であるといえる。

(3) 抗ダイオキシン類抗体を用いたイムノアッセイ法

a) IA-1

- ・五塩化及び六塩化ジベンゾフラン類と特異的に反応する抗ダイオキシン類抗体を用いた 1 ステップ EIA 競合法による測定方法である。
- ・交差反応性は、TeCDF、OCDD/DF、及び 3,3',4,4',5-PeCB(#126)は WHO-TEF と同程度、TeCDD、PeCDD、1,2,3,4,7,8-HxCDD/DF が WHO-TEF に比べ低め、その以外の異性体では高めの傾向を示す。
- ・換算毒性等量の GC/MS 法比は、1.1~2.0 倍で、評価の目安値である 1/2 倍から 2 倍の範囲内であり、GC/MS 法による毒性等量値と比較的よく一致した。
- ・定量下限値は、0.038 ng-TEQ/g で、ばいじん及び燃え殻の処理基準の 1/10 以下の評価の目安値を十分満足するものであった。
- ・同一試料の測定における変動係数は、0.58~5.5%で、実試料における評価の目安値の 30%未満を十分に満足するものであり、測定によるばらつきは小さかった。
- ・分析所要日数は 4 日程度であり、GC/MS 法に比べて迅速化された方法である。
- ・分析費用は、排出ガスで 19,500 円/検体、ばいじん及び燃え殻で 17,650 円/検体であり、GC/MS 法に比べ安価な方法であるといえる。

b) IA-2

- ・五塩化ジベンゾフラン類と特異的に反応する抗ダイオキシン類抗体を用いた ELISA 法による測定方法である。
- ・交差反応性は、PCDD/DF については、TeCDD、PeCDD、1,2,3,4,7,8-HxCDD/DF、HpCDD、OCDD/DF では示されず、その以外の PCDD/DF は WHO-TEF より高めの傾向を示す。Co-PCB については、

3,4,4',5'-TeCB[#81]、3,3',4,4',5'-PeCB[#126]及び3,3',4,4',5,5'-HxCB[#169]はWHO-TEFと同等であり、その以外の異性体では交差反応性を示さない。

- ・ 換算毒性等量のGC/MS法比は、0.63～1.2倍で、評価の目安値である1/2倍から2倍の範囲内であり、GC/MS法による毒性等量値と比較的よく一致した。
- ・ 定量下限値は、0.014～0.015 ng-TEQ/gで、ばいじん及び燃え殻の処理基準の1/10以下の評価の目安値を十分満足するものであった。
- ・ 同一試料の測定における変動係数は、9.3～14%で、実試料における評価の目安値の30%未満を十分に満足するものであり、測定によるばらつきは小さかった。
- ・ 分析所要日数は3日程度であり、GC/MS法に比べて迅速化された方法である。
- ・ 分析費用は、各媒体とも14,400円/検体であり、GC/MS法に比べ安価な方法であるといえる。

c) IA-3

- ・ 五塩化及び六塩化ジベンゾフラン類と特異的に反応する抗ダイオキシン類抗体を用いたELISA法による測定方法である。
- ・ 交差反応性は、OCDD及びCo-PCBでは示されず、それ以外の異性体については、TeCDDはWHO-TEFに比べ低く、Hx～OCDFでは高め、それ以外の異性体はWHO-TEFと同程度である。
- ・ 換算毒性等量のGC/MS法比は、1.0～1.7倍で、評価の目安値である1/2倍から2倍の範囲内であり、GC/MS法による毒性等量値と比較的よく一致した。
- ・ 定量下限値は、0.04ng-TEQ/gで、ばいじん及び燃え殻の処理基準の1/10以下の評価の目安値を満足するものであった。
- ・ 同一試料の測定における変動係数は、1.7～4.1%で、実試料における評価の目安値の30%未満を十分に満足するものであり、測定によるばらつきは小さかった。
- ・ 分析所要日数は5日程度であり、GC/MS法に比べて迅速化された方法である。
- ・ 分析費用は、排出ガスで24,000円/検体、ばいじん及び燃え殻で23,000円/検体であり、GC/MS法に比べ安価な方法であるといえる。

d) IA-4

- ・ 2,3,4,7,8-PeCDFと高い反応性を有する抗ダイオキシン類抗体を用いたバイオセンサー法による測定方法である。
- ・ 交差反応性はPCDD/DFについては、TeCDFがWHO-TEFと同程度、TeCDD、PeCDD及び1,2,3,4,7,8-HxCDDはWHO-TEFに比べ低め、それ以外のPCDD/DFは高めの傾向を示す。また、Co-PCBについては、3,3',4,4',5'-PeCB[#126]及び3,3',4,4',5,5'-HxCB[#169]はWHO-TEFと同程度、3,3',4,4'-TeCB[#77]及び3,4,4',5'-TeCB[#81]はWHO-TEFよりも高めの傾向を示し、それ以外の異性体では交差反応性を示さない。
- ・ 換算毒性等量のGC/MS法比は、0.69～1.9倍で、評価の目安値である1/2倍から2倍の範囲内であり、GC/MS法による毒性等量値と比較的よく一致した。
- ・ 定量下限値は、0.04～0.05 ng-TEQ/g ばいじん及び燃え殻の処理基準の1/10以下の評価の目安値を満足するものであった。
- ・ 同一試料の測定における変動係数は、2.2～4.8%で、実試料における評価の目安値の30%未満を十分に満足するものであり、測定によるばらつきは小さかった。
- ・ 分析所要日数は2日程度であり、GC/MS法に比べて迅速化された方法である。
- ・ 分析費用は、排出ガスで8,300円/検体、ばいじん及び燃え殻で8,100円/検体（それぞれ設備費等含

まず) であり、GC/MS 法に比べ安価な方法であるといえる。

以上の検証結果から、今回検証試験を実施した測定方法はすべて、ばいじん及び燃え殻についての評価の目安値を満足するものであった。今回、供試試料の確保が困難であったため、排出ガス試料を用いた検証試験は行わなかったが、焼却能力が 2,000kg/時未満の廃棄物焼却炉からの排出ガスについても、応募機関からの提出データ、規定されている試料採取量に含まれているダイオキシン類の存在量が試験を行ったばいじん及び燃え殻とほぼ同程度の濃度領域にあること、試料中のマトリクスやダイオキシン類の存在パターンにばいじん及び燃え殻との間で大きな差がないことなどから、評価の目安値を満足するものと考えられる。また、いずれの測定方法も GC/MS 法と比べて、迅速かつ安価な方法であるといえる。

よって、これらの測定方法は、廃棄物焼却炉からの排出ガス、ばいじん及び燃え殻に含まれるダイオキシン類の簡易測定法として、追加導入可能な実用化レベルにあると評価される。

3. 機器分析法によるダイオキシン類簡易測定法の実用化検証

3.1 検証方法

3.1.1 対象とする測定方法の選定

機器分析法による簡易測定法は、従来よりダイオキシン類の測定方法として用いられている GC/MS 法に比べ、より廉価な機器等を用い、かつ試料の前処理方法についても迅速化や簡便化が図られている測定方法であり、近年民間機関、公的機関を問わず、さまざまな方法が開発され、利用されてきている。

本検証において対象とする測定方法は、今までに公表されてきた方法を参考にして、以下に要件を満たすものを選定することとした。なお、測定方法の検証範囲は、クリーンアップから測定機器による測定、同定及び定量までとした。

<選定要件>

- ・廃棄物焼却炉からの排出ガス、ばいじん及び燃え殻に含まれるダイオキシン類を測定することができる機器分析法であること。
- ・実用化されていること。
- ・GC/MS 法に比べ、測定に要する時間が短く、費用がかからないこと。

3.1.2 検証試験の実施方法

本検証試験では、上記選定要件に該当する測定方法を対象に、環境省が依頼した分析機関において実施し、以下の評価項目に基づき、簡易測定法としての実用化の検証を行った。なお、検証試験に供した共通試料の調製・配付等は、本検証事業の環境省請負先である(財)日本環境衛生センターにおいて実施した。

<評価項目> (): 評価の目安値

- ・当該測定方法による換算毒性等量と GC/MS 法による毒性等量との相関性
- ・当該測定方法による換算毒性等量と GC/MS 法による毒性等量との比（概ね 1/2 から 2 倍の範囲内に入っていること）
- ・定量下限値（規制基準値の 1/10 以下を満たすものであること）
- ・測定の再現性（前処理を含む 3 回以上の測定を行った場合の変動係数が実試料で 30%以下であること）

検証試験の実施方法の概要は以下のとおりである。また、分析機関に配付した検証試験の実施要領を参考資料 5 に示す。

- | |
|---|
| <ul style="list-style-type: none">○ 目的：検証の対象として選定された機器分析法による測定方法の簡易測定法としての技術的適用可能性評価○ 分析者：環境省が依頼した分析機関（2 機関）○ 分析方法：実施要領で指定した方法（測定回数は抽出操作を含め、3 回とする）○ 試料：ばいじんの有姿試料○ 試料数：5 試料 |
|---|

○ 試料配付：平成 21 年 5 月 28 日（木）

○ 結果報告：平成 21 年 6 月 30 日（火）

検証試験を実施するにあたり、試料からのダイオキシン類の抽出方法及び測定条件を以下のとおりとした。

<抽出方法>

- ・ ばいじんからのダイオキシン類の抽出は、平成 4 年厚生省告示第 192 号別表第一(第一号関係)(2) 資料の前処理-エ 抽出に従い、図 6 に示したフローに従って、塩酸処理後の試料をソックスレー抽出及び液-液振とう抽出により行う。

<測定条件>

- ・ 各クリーンアップ方法による処理後の最終試料液量は濃縮することにより 50 μ L とする。
- ・ キャピラリーカラムは、BPX-DXN を用いる。

検証試験のガスクロマトグラフに使用したキャピラリーカラムは、ダイオキシン類分析用として市販されているもののうち、PCDD/DF の分離度が良好なものであり、PCDD/DF 及び PCB の溶出順位がすべて報告されているものを使用することとした。現在、この条件を満たしているカラムとしては、INVENTX 製の RH-12ms と関東化学製の BPX-DXN があり、参考表 16 に、これらのカラムによるダイオキシン類の分離状況を示す。このうち、検証試験では、排出ガス、ばいじん及び燃え殻試料における毒性等量への寄与が高い PCDD/DF の分離度が良好であった BPX-DXN を用いることとした。

なお、分離が不十分な異性体については、ともに溶出する異性体名を併記することとした。

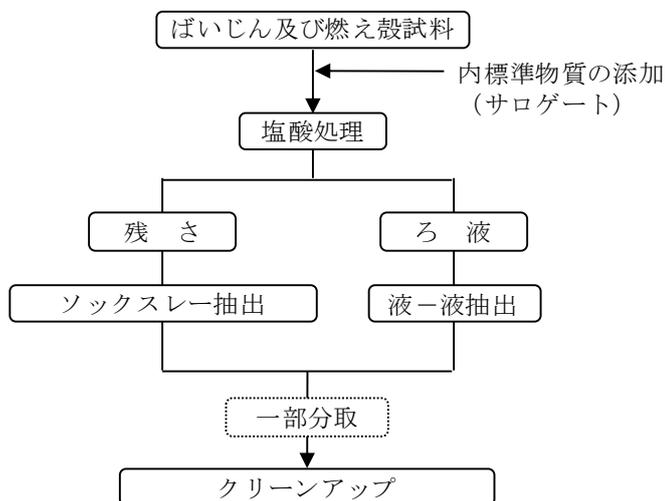


図 6 ばいじん及び燃え殻試料の抽出操作フロー

検証試験に供する試料としては、5 種類のばいじん試料をボールミルで粉砕して均質化したのち、0.18mm のふるいを通して粒径を揃え、さらに攪拌することによって調製したものを用いた。検証試験に供した共通試料（試料 A～E）のダイオキシン類濃度について、あらかじめ GC/MS 法により測定した値を表 24 に、また、供試試料中のダイオキシン類の異性体別構成割合を参考図 3 及び 4 に示す。

表 24 検証試験に供した試料のダイオキシン類濃度

試料番号	GC/MS 法*による毒性等量
A	0.70 ng-TEQ/g
B	0.84 ng-TEQ/g
C	3.2 ng-TEQ/g
D	9.3 ng-TEQ/g
E	0.18ng-TEQ/g

* JIS 法又は告示法に規定される GC/MS 法を指す。

上記検証試験において、試料注入口への焼き付きが認められた測定方法について、定量下限値が評価の目安値を満たす範囲内で最終試料液量の濃縮倍率を下げた実施した低濃縮試料測定の実施方法の概要は以下のとおりである。なお、低濃縮試料測定に供した試料は、検証試験で用いた試料 A～E と同じものである。

- 目的：試料注入口への焼き付きが認められた測定方法について、最終試料液量の濃縮倍率を下げた場合の簡易測定法としての技術的適用可能性の確認
- 分析者：環境省が依頼した分析機関（1 機関）
- 分析方法：検証試験の実施要領で指定した方法（測定回数は抽出操作を含め、3 回とする）
ただし、最終試料液量を 2.5mL とする。
- 試料：ばいじんの有姿試料
- 試料数：5 試料
- 試料配付：平成 21 年 9 月 8 日（火）
- 結果報告：平成 21 年 10 月 13 日（火）

また、上記検証試験における測定に供する試料量では、定量下限値の評価の目安値を満足しなかった測定方法について、試料量を増やして実施した試料量増加測定の実施方法の概要は以下のとおりである。なお、試料量増加測定に供した試料は、検証試験で用いた試料 E と同じものである。

- 目的：検証試験で定量下限値の評価の目安値を満足しなかった測定方法について、測定に供する試料量を増加した場合の簡易測定法としての技術的適用可能性の確認
- 分析者：環境省が依頼した分析機関（1 機関）
- 分析方法：検証試験の実施要領で指定した方法（測定回数は抽出操作を含め、3 回とする）
ただし、測定に供する試料量を 2.0g とする。
- 試料：ばいじんの有姿試料
- 試料数：1 試料
- 試料配付：平成 21 年 9 月 1 日（火）
- 結果報告：平成 21 年 9 月 11 日（金）

3.2 各測定方法の概要

3.1.1により、検証の対象とする機器分析法による測定方法として、3種類のクリーンアップ方法及び3種類の測定機器による測定方法の組み合わせによる7種の方法を選定した。(表25)

a) クリーンアップ方法

- ・ シリカゲルカラム処理
- ・ 多層シリカゲルカラム処理
- ・ 多層シリカゲルカラム及び活性炭シリカゲルカラム処理

b) 測定機器による測定方法

- ・ 高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計による方法(GC/HRMS法)
- ・ ガスクロマトグラフ四重極形質量分析計による方法(GC/QMS法)
- ・ ガスクロマトグラフ三次元四重極形質量分析計による方法(GC/ITMS/MS法)

なお、測定に要する時間の短縮化を図るため、測定に当たっては以下の条件によることとした。

- ・ 測定装置への試料の注入は1回とする。
- ・ 測定対象成分は、2,3,7,8-位に塩素原子が置換しているPCDD、PCDF及びCo-PCB(29物質)とし、同族体の測定は行わない。

表25 対象とした機器分析法による測定方法

測定機器	GC/HRMS	GC/QMS	GC/ITMS/MS
クリーンアップ方法			
処理1:シリカゲルカラム処理	○	—	—
処理2:多層シリカゲルカラム処理	○	○	○
処理3:多層シリカゲルカラム処理 及び活性炭シリカゲルカラム処理	○	○	○

(1) 各クリーンアップ方法の概要

a) シリカゲルカラム処理(処理1)

JIS K0311「6.4.4 硫酸処理—シリカゲルカラムクロマトグラフ操作又は多層シリカゲルカラムクロマトグラフ操作」「a) 硫酸処理—シリカゲルカラムクロマトグラフ操作」3)による方法。

シリカゲルカラム処理は、主に試料抽出液に含まれる強極性物質の除去を行うことを目的に行われる。しかし、芳香族炭化水素系化合物等のダイオキシン類と類似した性質を有する共存物質を分離除去することは困難であるため、適用しうる測定装置は、GC/HRMSといった選択性の高い検出器を有するものに限定される。

b) 多層シリカゲルカラム処理(処理2)

JIS K0311「6.4.4 硫酸処理—シリカゲルカラムクロマトグラフ操作又は多層シリカゲルカラムクロマトグラフ操作」「b) 多層シリカゲルカラムクロマトグラフ操作」による方法。

多層シリカゲルカラム処理は、シリカゲルカラム処理のように強極性物質の除去を行うだけでなく、塩素化等のハロゲン化されていない芳香族炭化水素の分解除去や含イオウ化合物の除去を行うことが

できるなど試料抽出液の精製度が比較的高い処理方法であり、GC/HRMS だけでなく、GC/QMS や GC/ITMS/MS などの検出器を有するものへの適用性が見込まれる。

なお、今回の検証試験で使用した多層シリカゲルカラムは、10%硝酸銀シリカゲル、44%硫酸シリカゲル及びシリカゲルの三層からなる簡略型のものである。

c) 多層シリカゲルカラム及び活性炭シリカゲルカラム処理(処理 3)

JIS K0311「6.4.5 その他の精製操作」「c) 活性炭カラムクロマトグラフ操作」により調製された活性炭カラムに上記 b) の処理を行った試料液を移し入れ、40mL のヘキサンで洗浄したのち、60mL のトルエンで PCDD/DF 及び Co-PCB 画分を同時に溶出させる方法。

多層シリカゲルカラムと活性炭シリカゲルカラムを組み合わせて使用する方法は、JIS 法あるいは告示法に示されているクリーンアップ方法とほぼ同等の方法であり、多層シリカゲルカラムによって得られる効果に加え、ダイオキシン類のような平面性のある分子構造を有する化合物を、その他の化合物と効果的に分離することができる方法である。

(2) 各測定機器による測定方法の概要

a) 高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計による方法(GC/HRMS 法)

キャピラリーカラムガスクロマトグラフに HRMS を検出器として備えた装置による方法である。

GC/MS 法と同じ装置の組み合わせであるが、簡易測定法では、測定対象とする化合物が GC/MS 法より限定されている。

GC/HRMS の測定条件を参考表 17 に、また、HRMS の設定条件を参考表 18 に示す。

b) ガスクロマトグラフ四重極形質量分析計による方法(GC/QMS 法)

キャピラリーカラムガスクロマトグラフに QMS を検出器として備えた装置による方法である。

QMS は、4 本のロッドから構成される二組の電極に、直流電流と高周波電圧を重畳させて印加させることにより、特定の質量電荷比(m/z)のイオンのみ通過させて検出させる装置であり、質量分解能は単位質量電荷比となる。

GC/QMS の測定条件を参考表 19 に、また、QMS の設定条件を参考表 20 に示す。

c) ガスクロマトグラフ三次元四重極形質量分析計による方法(GC/ITMS/MS 法)

キャピラリーカラムガスクロマトグラフに ITMS を検出器として備えた装置による方法である。

ITMS/MS は ITMS による測定モードの一つであり、リング状のイオントラップを質量分析部として有し、このイオントラップに特定の m/z のイオンを捕捉し、さらに高周波を印加することによって、捕捉されたイオンに運動エネルギーを与えることでさらにフラグメンテーションを起こさせ、生成したイオンを検出する装置である。ダイオキシン類特有のフラグメントイオンを検出することによって、選択性を飛躍的に向上させることができる。

GC/ITMS/MS の測定条件を参考表 21 に、また、ITMS/MS の設定条件を参考表 22 に示す。

これらの測定方法のクリーンアップから測定までの操作フローを図 7 に示す。

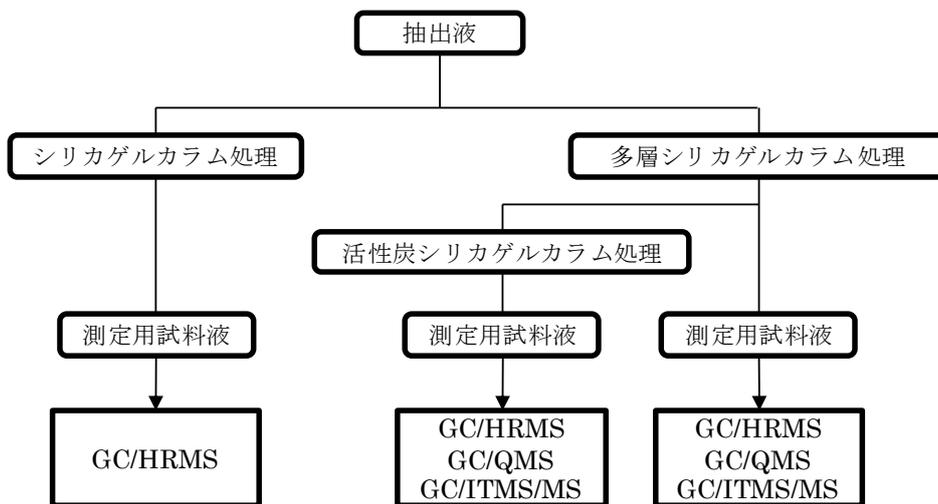


図7 クリーンアップから測定までの操作フロー

3.3 検証結果

3.3.1 検証試験結果

(1) 測定結果

検証試験(低濃縮試料測定及び試料量増加測定を含む)の測定結果を参考表 23～64 に示す。

(2) 適用可能性の検討

各測定方法の適用可能性について、GC/MS 法との比較、定量下限値及び測定の再現性の 3 つの観点から検討した。

a) GC/MS 法との比較

各測定方法による毒性等量の GC/MS 法比を、表 26 及び 27 及び図 8 に示す。

各測定方法による毒性等量と GC/MS 法による毒性等量の相関は高く、各測定方法による毒性等量の GC/MS 法比は 0.67～1.1 倍の範囲にあり、すべて評価の目安値 (1/2 倍から 2 倍の範囲内であること) を満足するものであった。

表 26 各測定方法による毒性等量の GC/MS 法比(1) (検証試験)

測定方法	試料 A		試料 B		試料 C	
	毒性等量*	GC/MS 法比	毒性等量*	GC/MS 法比	毒性等量*	GC/MS 法比
GC/MS 法**	0.70		0.84		3.2	
処理1→GC/HRMS 法	0.67	0.96	0.83	0.99	3.1	0.97
処理2→GC/HRMS 法	0.69	0.99	0.80	0.95	3.2	1.0
処理3→GC/HRMS 法	0.67	0.96	0.84	1.0	3.2	1.0
処理2→GC/QMS 法	0.71	1.0	0.82	0.98	3.3	1.0
処理3→GC/QMS 法	0.66	0.94	0.86	1.0	3.4	1.1
処理2→GC/ITMS/MS 法	0.68	0.97	0.89	1.1	3.2	1.0
処理3→GC/ITMS/MS 法	0.72	1.0	0.79	0.94	3.2	1.0

* 単位 ng-TEQ/g、** JIS 法又は告示法に規定される GC/MS 法を指す。

表 27 各測定方法による毒性等量の GC/MS 法比(2) (検証試験)

測定方法	試料 D		試料 E		相関性 (R ²)
	毒性等量*	GC/MS 法比	毒性等量*	GC/MS 法比	
GC/MS 法	9.3		0.18		
処理1→GC/HRMS 法	9.6	1.0	0.19	1.1	0.9995
処理2→GC/HRMS 法	9.7	1.0	0.20	1.1	0.9998
処理3→GC/HRMS 法	9.6	1.0	0.19	1.1	0.9999
処理2→GC/QMS 法	9.5	1.0	0.12	0.67	0.9999
処理3→GC/QMS 法	9.8	1.1	0.13	0.72	0.9999
処理2→GC/ITMS/MS 法	9.8	1.1	0.18	1.0	0.9999
処理3→GC/ITMS/MS 法	9.2	0.99	0.18	1.0	0.9999

* 単位 ng-TEQ/g、** JIS 法又は告示法に規定される GC/MS 法を指す。

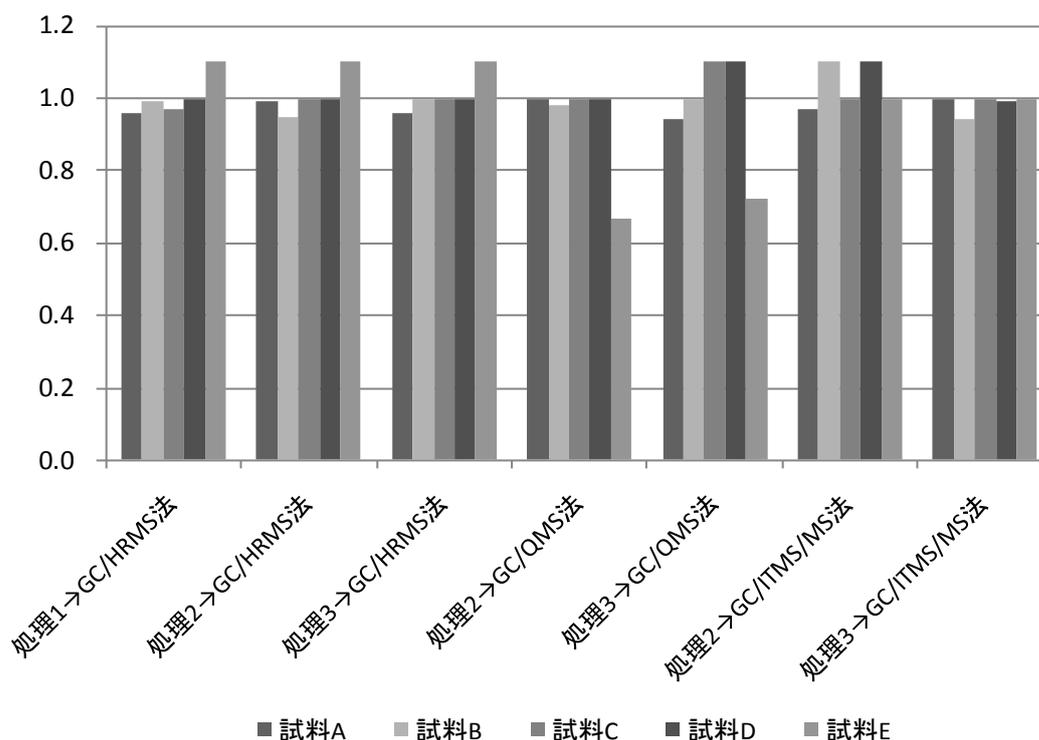


図 8 各測定方法による毒性等量の GC/MS 法比 (検証試験)

処理 1 (シリカゲルカラム処理) →GC/HRMS 法による方法は、毒性等量の GC/MS 法比は 1 に近い値であったが、検証試験において、試料注入口 (GC の試料注入部やキャピラリーカラムとの接続部分) に、クリーンアップ操作では除去できなかったと考えられる試料液中の共存物質による黒色の焼き付きが認められた。

この測定方法については、繰り返し測定を行うことを考慮すると、頻繁に洗浄等の保守管理を施さなければならないことが想定されるため、定量下限値が評価の目安値を満たす範囲内で、最終試料液量を通常 50 μ L 程度とするところ、濃縮倍率を下げた 2.5mL として再度測定を行った。

この低濃縮試料測定の結果の概要を表 28 に示す。

低濃縮試料測定では、前述の試料注入口への焼き付きは認められず、GC/MS 法比は 0.97~1.1 倍の

範囲にあり、評価の目安値（1/2 倍から 2 倍の範囲内であること）を満足するものであった。

表 28 処理 1（シリカゲルカラム処理）→GC/HRMS 法による測定結果の概要（低濃縮試料測定）

単位(GC/MS 法比、相関性以外): ng-TEQ/g

		処理 1→GC/HRMS 法(最終試料液量: 2.5mL)				
		試料 A	試料 B	試料 C	試料 D	試料 E
換算毒性 等量	1	0.69	0.85	3.1	10	0.19
	2	0.72	0.80	3.2	9.3	0.20
	3	0.68	0.88	3.0	9.5	0.21
	平均値	0.70	0.84	3.1	9.7	0.20
GC/MS 法*による測定値		0.70	0.84	3.2	9.3	0.18
GC/MS 法比		1.0	1.0	0.97	1.0	1.1
定量下限値		0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
相関性 (R ²)		0.9993				

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

b) 定量下限値

各測定方法の試料における定量下限値を表 29 に示す。

なお、処理 1（シリカゲルカラム処理）→GC/HRMS 法については、試料注入口への焼き付きが認められなかった低濃縮試料測定（最終試料液量 2.5mL）における定量下限値で評価することとした。

ばいじん試料の定量下限値の評価の目安値は、ばいじんの処理基準値(3ng-TEQ/g)の 1/10 である 0.3ng-TEQ/g 以下であるが、表 29 に示すとおり、測定に供する試料量が 0.5g の場合では、GC/QMS 法による測定方法の定量下限値は 0.4ng-TEQ/g となり、評価の目安値を満足していなかった。

表 29 各測定方法の試料における定量下限値（試料量:0.5g）

（検証試験、低濃縮試料測定）

単位：ng-TEQ/g

測定方法	試料 A	試料 B	試料 C	試料 D	試料 E
処理 1→GC/HRMS 法 (最終液量: 2.5mL)	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
処理 2→GC/HRMS 法	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
処理 3→GC/HRMS 法	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
処理 2→GC/QMS 法	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
処理 3→GC/QMS 法	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
処理 2→GC/ITMS/MS 法	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
処理 3→GC/ITMS/MS 法	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3

太字斜字体で表記したものは評価の目安値の範囲を超過したデータである。

GC/QMS 法による測定方法において、試験に供する試料量を調節することにより、定量下限値の評価の目安値を満たすことができるかどうか確認するため、最も濃度が低い試料 E を用いて、測定に供する試料量を 2.0g に増やし、それ以外の条件を変更せずに再度測定を行った。なお、ここで使用した試料 E のダイオキシン類濃度は、定量下限値の評価の目安値よりも低いため、ここで得られる定量下限値は、より高濃度の試料においても、十分に適用しうるものである。

この試料量増加測定における測定結果の概要を表 30 に示す。試料量を 2.0g とした時の GC/QMS 法による測定方法の定量下限値は 0.3ng-TEQ/g（検出下限値は 0.09ng-TEQ/g）、となり、測定装置の感度に応じて試験に供する試料量を調節することにより、評価の目安値を満たすことが確認された。

表 30 GC/QMS 法による測定方法の測定結果の概要(試料量増加測定(試料量:2.0g))
 単位(GC/MS 法比以外): ng-TEQ/g

測定方法		処理 2→GC/QMS 法 (試料量 2.0g)	処理 3→GC/QMS 法 (試料量 2.0g)
試料		試料 E	試料 E
換算毒性 等量	1	0.22	0.18
	2	0.23	0.20
	3	0.21	0.19
	平均値	0.22	0.19
GC/MS 法*による測定値		0.18	0.18
GC/MS 法比		1.2	1.1
定量下限値		0.3	0.3

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

c) 測定の再現性

各測定方法の測定の再現性を評価するため、同一試料における測定値のばらつきの程度の指標である変動係数について検討した。

各測定方法における測定結果の変動係数を表 31 に示す。

なお、なお、処理 1 (シリカゲルカラム処理) →GC/HRMS 法については、試料注入口への焼き付きが認められなかった低濃縮試料測定 (最終試料液量 2.5mL) における変動係数、GC/QMS 法による測定方法については、検証試験及び定量下限値の評価の目安値を満足する試料量増加測定 (試料量 2.0g) における変動係数で評価することとした。

各測定方法の変動係数は、0.090~17%の範囲にあり、実試料における変動係数の評価の目安値 (30% 以下) を満足するものであった。

表 31 各測定方法の変動係数 (検証試験、低濃縮試料測定、試料量増加測定)

単位: %

測定方法	試料 A	試料 B	試料 C	試料 D	試料 E
処理 1→GC/HRMS 法 (最終液量: 2.5mL)	2.8	4.8	2.0	5.1	6.6
処理 2→GC/HRMS 法	3.6	4.7	0.57	1.1	4.4
処理 3→GC/HRMS 法	2.5	2.6	0.52	0.090	1.4
処理 2→GC/QMS 法 (試料量: 0.5g)	2.8	5.7	3.2	1.5	5.5
処理 2→GC/QMS 法 (試料量: 2.0g)	—	—	—	—	3.0
処理 3→GC/QMS 法 (試料量: 0.5g)	2.4	5.4	3.4	1.4	1.4
処理 3→GC/QMS 法 (試料量: 2.0g)	—	—	—	—	6.1
処理 2→GC/ITMS/MS 法	5.1	5.6	6.4	2.6	15
処理 3→GC/ITMS/MS 法	7.3	4.6	1.8	3.3	17

3.3.2 迅速性及び経済性

(1) 分析時間

各測定方法における検証試験実施時 (低濃縮試料測定、試料量増加測定を実施した測定方法はその場合) の平均的な 1 検体当たりの分析時間を表 32 に示す。

なお、排出ガスについては、抽出時間は GC/MS 法と同様、クリーンアップ以降の操作時間は、ばいじん及び燃え殻と同様として時間の算定を行った。

抽出操作は、GC/MS 法、簡易測定法の各測定方法とも同様であり、抽出方法により排出ガスで 24~

39 時間、ばいじん及び燃え殻で 21～36 時間かかる。検証試験では、ばいじん試料を塩酸処理した後、ソックスレー抽出法により抽出を行っており、全体で 1 検体当たり約 36 時間かかった。

クリーンアップ操作は、各カラム処理に約 1 時間、溶出液の濃縮に約 30 分要するため、1 種類のカラム処理を行う処理 1 及び処理 2 では約 1.5 時間、2 種類のカラム処理を行う処理 3 では約 3 時間要する。なお、処理 1 による方法では最終液量を 2.5mL とすることにより濃縮に要する時間が短縮されている。GC/MS 法のクリーンアップ操作は処理 3 と同様であるが、PCB 画分と PCDD/DF 及びノンオルト Co-PCB 画分をそれぞれ分取するため、活性炭シリカゲルカラム処理に要する時間が更に 1 時間程度必要となることから、全体で 1 検体当たり約 4 時間かかる。

ダイオキシン類の測定は、GC/MS 法では、一般に GC の測定条件が 3 条件となっており、キャピラリーカラムの交換に要する時間を含めると、1 検体の測定に要する時間は約 4 時間となる。一方、簡易測定法においては、1 検体当たり 1 回の試料注入によって測定を行っており、1 検体の分離分析に要する時間は、各測定方法とも約 40 分であり、GC のカラム恒温槽温度の安定化に要する約 20 分と合わせて 1 検体の測定に要する時間は全体で約 1 時間となる。これは GC/MS 法の 1/4 程度の時間である。

データ処理については、GC/MS 法では、1 検体当たり通常 3 回の測定を要すること、毒性等価係数を有するダイオキシン類の異性体だけではなく、同族体の定量操作もあることから、データ処理に要する時間は 1 検体あたり約 3 時間になる。一方、簡易測定法においては、各測定方法とも 1 検体当たり 1 回の測定のためのため 1 検体のデータ処理に要する時間は約 30 分で、GC/MS 法の 1/6 程度に短縮される。

また、データ処理後の確認操作においても、簡易測定法の各測定方法で確認対象となるデータ数が、同族体の定量操作が削減される分、GC/MS 法の 1/2 程度となるため、所要時間も 1/2 程度に短縮される。

表 32 に示すように、検証試験を実施した簡易測定法の各測定方法における 1 検体あたりの分析時間は、全体で排出ガスで 27.5～44.5 時間（4～6 日）、ばいじん及び燃え殻で 24.5～41.5 時間（4～6 日）であり、GC/MS 法と比較すると短縮されていることが分かる。

表 32 各測定方法の分析時間（検証試験）

単位：時間／検体

測定方法		GC/MS 法*	処理 1→ GC/HRMS 法	処理 2→ GC/HRMS 法	処理 3→ GC/HRMS 法	処理 2→ GC/QMS 法	処理 3→ GC/QMS 法	処理 2→ GC/TMSMS 法	処理 3→ GC/TMSMS 法
排出ガス	全体 (所要日数)	37～52 (5～7 日)	27.5～42.5 (4～6 日)	28～43 (4～6 日)	29.5～44.5 (4～6 日)	28～43 (4～6 日)	29.5～44.5 (4～6 日)	28～43 (4～6 日)	29.5～44.5 (4～6 日)
	抽出	24～39	内標準添加等操作(1)、塩酸処理及びろ液の抽出(19)、液体捕集部の抽出(3)、 高圧流体抽出法(1)又はソックスレー抽出法(16)						
	内訳 クリーンアップ	4	1.0***	1.5	3.0	1.5	3.0	1.5	3.0
	測定	4	1.0						
	データ処理	3	0.5						
その他	2	1.0							
ばいじん・燃え殻	全体 (所要日数)	49** (7 日)	24.5～39.5 (4～5 日)	25～40 (4～5 日)	26.5～41.5 (4～6 日)	25～40 (4～5 日)	26.5～41.5 (4～6 日)	25～40 (4～5 日)	26.5～41.5 (4～6 日)
	抽出	36	内標準添加等操作(1)、塩酸処理及びろ液の抽出(19)、 高圧流体抽出法(1)又はソックスレー抽出法(16)						
	内訳 クリーンアップ	4	1.0***	1.5	3.0	1.5	3.0	1.5	3.0
	測定	4	1.0						
	データ処理	3	0.5						
その他	2	1.0							
備考		抽出操作には、塩酸処理及び洗浄後の風乾作業を含む。 その他の操作には、報告書作成等の付帯作業を含む。							

* JIS 法又は告示法に規定される GC/MS 法を指す。

** 告示法に基づきばいじん及び燃え殻試料の抽出方法はソックスレー抽出法

*** 最終試料液量を 2.5mL とすることにより、濃縮に要する時間が短縮されている。

(2) 分析費用

各測定方法について各操作における消耗品費等から試算した 1 検体当たりの分析費用を表 33 に示す。

各測定方法の分析費用は、1 検体当たり 44,000 円～56,000 円であり、一般的に約 15 万円かかる GC/MS 法の 1/3 程度となっている。

なお、ここに示した分析費用は一般的に分析に要する時間等から試算したものであり、分析機関によって人件費、設備管理費、施設管理費あるいは営業的な経費などが異なることから、一概に比較することは難しいが、GC/MS 法による測定に要する費用の概算値と比較して、総じて安価となるものと考えられる。

表 33 各測定方法の分析費用 (試算)

単位：円/検体

測定方法		GC/MS 法*	処理 1→ GC/HRMS 法	処理 2→ GC/HRMS 法	処理 3→ GC/HRMS 法	処理 2→ GC/QMS 法	処理 3→ GC/QMS 法	処理 2→ GC/TMS/MS 法	処理 3→ GC/TMS/MS 法	
排出ガス	全 体	150,000	46,000	48,000	56,000	48,000	56,000	48,000	56,000	
	内訳	抽出	30,000	20,000						
		クリーンアップ	40,000	6,000	8,000	16,000	8,000	16,000	8,000	16,000
		測定	80,000	20,000						
ばいじん 燃え殻	全 体	150,000	44,000	46,000	54,000	46,000	54,000	46,000	54,000	
	内訳	抽出	30,000	18,000						
		クリーンアップ	40,000	6,000	8,000	16,000	8,000	16,000	8,000	16,000
		測定	80,000	20,000						
備 考		抽出操作における、試料酸処理後の風乾及びソックスレー抽出における待機時間については、試算から除外している。								

* JIS 法又は告示法に規定される GC/MS 法を指す。

3.4 まとめ

各測定方法の実用化検証結果を取りまとめると、以下のとおりとなる。

(1) GC/HRMS 法による方法

a) 処理 1 (シリカゲルカラム処理) →GC/HRMS 法による方法

- 抽出液をシリカゲルカラムのみでクリーンアップを行い、試料液を 50 μ L 程度まで濃縮した場合、共存するマトリクスにより、GC の試料注入口において焼き付きなどが生じ、連続して測定することが困難となる場合があった。
- このクリーンアップ方法を用いて測定する場合は、最終的な試料液量は 2.5mL 程度までの濃縮に留めることにより、連続的な測定が可能となる。しかし、従来の GC/MS 法よりも短い期間で装置の保守が必要となる。
- この測定方法による毒性等量の GC/MS 法比は、0.97～1.1 倍で、評価の目安値である 1/2 倍から 2 倍の範囲内であり、GC/MS 法による毒性等量とよく一致した。
- 定量下限値は、0.3 ng-TEQ/g で、ばいじん及び燃え殻の処理基準の 1/10 程度であった。なお、用いる測定装置の感度により、測定に供する試料量の調節が必要である。
- 同一試料の測定における変動係数は、2.0～6.6% で、実試料における評価の目安値を十分満足するも

のであり、測定によるばらつきは小さかった。

- 分析所要日数は、排出ガスで4～6日程度、ばいじん及び燃え殻で4～5日程度で、分析費用は排出ガスで46,000円/検体、ばいじん及び燃え殻で44,000円/検体程度であり、GC/MS法に比べ、迅速かつ安価な方法であるといえる。
- b) 処理2（多層シリカゲルカラム処理）→GC/HRMS法による方法
- 多層シリカゲルカラムのみでクリーンアップを行う方法であるが、測定上、特に問題は認められなかった。
 - この測定方法による毒性等量のGC/MS法比は、0.95～1.1倍で、評価の目安値である1/2倍から2倍の範囲内であり、GC/MS法による毒性等量とよく一致した。
 - 定量下限値は、0.02 ng-TEQ/gで、ばいじん及び燃え殻の処理基準の1/10以下の評価の目安値を満足するものであった。
 - 同一試料の測定における変動係数は、0.57～4.7%で、実試料における評価の目安値を十分満足するものであり、測定によるばらつきは小さかった。
 - 分析所要日数は、排出ガスで4～6日程度、ばいじん及び燃え殻で4～5日程度で、分析費用は排出ガスで48,000円/検体、ばいじん及び燃え殻で46,000円/検体程度であり、GC/MS法に比べ、迅速かつ安価な方法であるといえる。
- c) 処理3（多層シリカゲルカラム及び活性炭シリカゲルカラム処理）→GC/HRMS法による方法
- 多層シリカゲルカラム及び活性炭シリカゲルカラムで処理するため、GC/MS法とほぼ同等のクリーンアップが行われており、測定上、問題は認められなかった。
 - この測定方法による毒性等量のGC/MS法比は、0.96～1.1倍で、評価の目安値である1/2倍から2倍の範囲内であり、GC/MS法による毒性等量とよく一致した。
 - 定量下限値は、0.02 ng-TEQ/gで、ばいじん及び燃え殻の処理基準の1/10以下の評価の目安値を満足するものであった。
 - 同一試料の測定における変動係数は、0.090～2.6%で、実試料における評価の目安値を十分満足するものであり、測定によるばらつきは小さかった。
 - 分析所要日数は、4～6日程度で、分析費用は排出ガスで56,000円/検体、ばいじん及び燃え殻で54,000円/検体程度であり、GC/MS法に比べ、迅速かつ安価な方法であるといえる。

(2) GC/QMS法による方法

a) 処理2（多層シリカゲルカラム処理）→GC/QMS法による方法

- 多層シリカゲルカラムのみでクリーンアップを行う方法であるが、測定上、特に問題は認められなかった。
- この測定方法による毒性等量のGC/MS法比は、0.67～1.2倍で、評価の目安値である1/2倍から2倍の範囲内であり、GC/MS法による毒性等量と比較的よく一致した。
- 定量下限値は、0.3 ng-TEQ/gで、ばいじん及び燃え殻の処理基準の1/10程度であった。なお、用いる測定装置の感度により、測定に供する試料量の調節が必要である。
- 同一試料の測定における変動係数は、1.5～5.7%で、実試料における評価の目安値を十分満足するものであり、測定によるばらつきは小さかった。
- 分析所要日数は、排出ガスで4～6日程度、ばいじん及び燃え殻で4～5日程度で、分析費用は排出ガスで48,000円/検体、ばいじん及び燃え殻で46,000円/検体程度であり、GC/MS法に比べ、迅速

かつ安価な方法であるといえる。

b) 処理3 (多層シリカゲルカラム及び活性炭シリカゲルカラム処理) →GC/QMS 法による方法

- 多層シリカゲルカラム及び活性炭シリカゲルカラムで処理するため、GC/MS 法とほぼ同等のクリーンアップが行われており、測定上、問題は認められなかった。
- この測定方法による毒性等量の GC/MS 法比は、0.72～1.1 倍で、評価の目安値である 1/2 倍から 2 倍の範囲内であり、GC/MS 法による毒性等量と比較的よく一致した。
- 定量下限値は、0.3 ng-TEQ/g で、ばいじん及び燃え殻の処理基準の 1/10 程度であった。なお、用いる測定装置の感度により、測定に供する試料量の調節が必要である。
- 同一試料の測定における変動係数は、1.4～6.1% で、実試料における評価の目安値を十分満足するものであり、測定によるばらつきは小さかった。
- 分析所要日数は、4～6 日程度で、分析費用は排出ガスで 56,000 円/検体、ばいじん及び燃え殻で 54,000 円/検体程度であり、GC/MS 法に比べ、迅速かつ安価な方法であるといえる。

(3) GC/ITMS/MS 法による方法

a) 処理2 (多層シリカゲルカラム処理) →GC/ITMS/MS 法による方法

- 多層シリカゲルカラムのみでクリーンアップを行う方法であるが、測定上、特に問題は認められなかった。
- この測定方法による毒性等量の GC/MS 法比は、0.97～1.1 倍で、評価の目安値である 1/2 倍から 2 倍の範囲内であり、GC/MS 法による毒性等量とよく一致した。
- 定量下限値は、0.3 ng-TEQ/g で、ばいじん及び燃え殻の処理基準の 1/10 程度であった。なお、用いる測定装置の感度により、測定に供する試料量の調節が必要である。
- 同一試料の測定における変動係数は、2.6～15% で、実試料における評価の目安値を十分満足するものであり、測定によるばらつきは比較的小さかった。
- 分析所要日数は、排出ガスで 4～6 日程度、ばいじん及び燃え殻で 4～5 日程度で、分析費用は排出ガスで 48,000 円/検体、ばいじん及び燃え殻で 46,000 円/検体程度であり、GC/MS 法に比べ、迅速かつ安価な方法であるといえる。

b) 処理3 (多層シリカゲルカラム処理及び活性炭シリカゲルカラム処理)

→GC/ITMS/MS 法による方法

- 多層シリカゲルカラム及び活性炭シリカゲルカラムで処理するため、GC/MS 法とほぼ同等のクリーンアップが行われており、測定上、問題は認められなかった。
- この測定方法による毒性等量の GC/MS 法比は、0.94～1.0 倍で、評価の目安値である 1/2 倍から 2 倍の範囲内であり、GC/MS 法による毒性等量とよく一致した。
- 定量下限値は、0.3 ng-TEQ/g で、ばいじん及び燃え殻の処理基準の 1/10 程度であった。なお、用いる測定装置の感度により、測定に供する試料量の調節が必要である。
- 同一試料の測定における変動係数は、1.8～17% で、実試料における評価の目安値を十分満足するものであり、測定によるばらつきは比較的小さかった。
- 分析所要日数は 4～6 日程度で、分析費用は排出ガスで 56,000 円/検体、ばいじん及び燃え殻で 54,000 円/検体程度であり、GC/MS 法に比べ、迅速かつ安価な方法であるといえる。

以上の検証結果から、今回検証試験を実施した測定方法は、一部の方法について試料量の調節に留意

が必要なものがあつたが、いずれも、ばいじん及び燃え殻について評価の目安値を満足するものであつた。今回、供試試料の確保が困難であつたため、排出ガス試料を用いた検証試験は行わなかつたが、焼却能力が 2,000kg/時未満の廃棄物焼却炉からの排出ガスについても、規定されている試料採取量に含まれているダイオキシン類の存在量が、試験を行ったばいじん及び燃え殻とほぼ同じ濃度領域にあることや試料中のマトリクスやダイオキシン類の存在パターンにばいじん及び燃え殻との間で大きな差がないことなどから、評価の目安値を満足するものと考えられる。また、いずれの方法も、GC/MS 法と比べて、迅速かつ安価な方法であると考えられる。

よつて、これらの測定方法は、廃棄物焼却炉からの排出ガス、ばいじん及び燃え殻に含まれるダイオキシン類の簡易測定法として、追加導入可能な実用化レベルにあると評価される。

4. おわりに

今回検証を行った生物検定法及び機器分析法による簡易測定法は、廃棄物焼却炉からの排出ガス、ばいじん及び燃え殻に含まれるダイオキシン類の測定において、従来からの公定法である高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計を用いた方法を補完する方法として、追加導入可能な実用化レベルにあると評価された。

これらの簡易測定法は、法に基づくダイオキシン類の測定以外にも、日常的な施設の自主管理手法、広くダイオキシン類の汚染状況を把握するためのモニタリング手法、汚染地域や地点を特定するための調査手法あるいは包括的な環境リスク評価手法としての活用など、様々な用途における活用が期待される。

参 考

参考表 1 生物検定法第 1 回検証試験の測定結果(1)

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
試料 I	GC/MS 法* 毒性等量	0.30 ng-TEQ/mL							
	実測値	単位	ng/mL	ng-CALUX-TEQ/mL	ng-DEQ/mL	μg-TCAP/mL	ng/mL	ng-TCP/mL	μg-TCPHA/mL
		1	1.4	1.8	5.4	66	0.36	4400	0.51
		2	1.2	1.8	5.8	72	0.40	4500	0.51
		3	1.4	1.4	4.5	70	0.43	4600	0.48
		4	1.1	1.6	4.6	76	0.37	5000	0.45
		5	1.3	1.6	5.1	67	0.41	5200	0.50
	6					0.33			
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL
		1	0.38	0.65	0.28	0.38	0.22	0.28	0.42
		2	0.33	0.62	0.30	0.41	0.24	0.29	0.42
		3	0.38	0.50	0.24	0.40	0.25	0.30	0.39
		4	0.31	0.57	0.24	0.43	0.22	0.32	0.37
		5	0.35	0.57	0.27	0.38	0.24	0.33	0.41
		6					0.20		
		平均値	0.35	0.58	0.27	0.40	0.23	0.30	0.40
		標準偏差	0.03	0.057	0.027	0.021	0.021	0.02	0.02
CV(%)	8.8	9.8	10	5.3	9.2	6.2	4.7		
定量下限値	0.0055	0.0016	0.09	0.29	0.035	0.04	0.22		
検出下限値	0.0028	0.0007	0.02	0.15	0.018	0.03	0.13		
GC/MS 法比	1.2	1.9	0.89	1.3	0.77	1.0	1.3		

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

参考表 2 生物検定法第 1 回検証試験の測定結果(2)

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
試料 II	GC/MS 法* 毒性等量	0.34 ng-TEQ/mL							
	実測値	単位	ng/mL	ng-CALUX-TEQ/mL	ng-DEQ/mL	µg-TCAP/mL	ng/mL	ng-TCP/mL	µg-TCPHA/mL
		1	2.0	1.7	7.9	87	0.47	6300	0.62
		2	2.0	1.9	9.1	88	0.39	5900	0.64
		3	1.9	1.9	8.8	86	0.40	6900	0.57
		4	2.1	1.9	7.9	86	0.37	6900	0.66
		5	2.2	1.9	7.8	85	0.51	7200	0.65
	6					0.43			
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL
		1	0.55	0.61	0.41	0.50	0.28	0.40	0.51
		2	0.56	0.66	0.48	0.50	0.23	0.38	0.53
		3	0.53	0.69	0.46	0.49	0.24	0.44	0.47
		4	0.57	0.67	0.42	0.49	0.22	0.44	0.54
		5	0.6	0.67	0.41	0.49	0.30	0.46	0.53
		6					0.26		
		平均値	0.56	0.66	0.44	0.49	0.25	0.42	0.51
		標準偏差	0.03	0.031	0.032	0.0055	0.032	0.03	0.03
		CV(%)	4.6	4.8	7.2	1.1	13	6.9	5.6
定量下限値		0.0055	0.0018	0.21	0.29	0.035	0.04	0.26	
検出下限値		0.0028	0.0007	0.05	0.15	0.018	0.03	0.15	
GC/MS 法比	1.6	1.9	1.3	1.4	0.74	1.2	1.5		

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

参考表 3 生物検定法第 1 回検証試験の測定結果(3)

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
試料 III	GC/MS 法* 毒性等量	1.84 ng-TEQ/mL							
	実測値	単位	ng/mL	ng-CALUX-TEQ/mL	ng-DEQ/mL	μg-TCAP/mL	ng/mL	ng-TCP/mL	μg-TCPHA/mL
		1	13	10	82	560	5.2	57000	3.7
		2	12	13	77	610	4.2	67000	3.7
		3	12	13	67	570	5.5	70000	3.6
		4	12	13	72	580	6.1	68000	3.3
		5	13	12	69	570	6.9	63000	3.3
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL
		1	3.5	3.7	4.3	3.2	3.1	3.5	3.0
		2	3.3	4.6	4.0	3.5	2.5	4.0	3.1
		3	3.4	4.6	3.5	3.2	3.3	4.2	2.9
		4	3.3	4.5	3.8	3.3	3.6	4.1	2.7
		5	3.6	4.3	3.6	3.3	4.1	3.8	2.7
		6					4.0		
		平均値	3.4	4.3	3.9	3.3	3.4	3.9	2.9
		標準偏差	0.13	0.41	0.33	0.12	0.60	0.25	0.18
		CV(%)	3.8	9.4	8.5	3.7	18	6.4	6.2
定量下限値		0.0055	0.0018	0.97	0.29	0.035	0.04	1.8	
検出下限値	0.0028	0.0007	0.24	0.15	0.018	0.03	1.0		
GC/MS 法比	1.8	2.3	2.1	1.8	1.9	2.1	1.6		

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

参考表 4 生物検定法第 1 回検証試験の測定結果(4)

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
試料 IV	GC/MS 法* 毒性等量	1.28 ng-TEQ/mL							
	実測値	単位	ng/mL	ng-CALUX-TEQ/mL	ng-DEQ/mL	µg-TCAP/mL	ng/mL	ng-TCP/mL	µg-TCPHA/mL
		1	5.2	6.5	50	310	3.9	26000	2.1
		2	6.1	8.9	43	340	3.5	26000	2.2
		3	6.5	7.4	40	340	2.9	30000	2.1
		4	6.3	7.5	44	340	3.1	28000	2.3
		5	6.0	5.7	37	320	3.9	29000	2.3
	6					3.3			
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL
		1	1.4	2.3	2.6	1.8	2.3	1.6	1.7
		2	1.7	3.2	2.2	1.9	2.1	1.6	1.8
		3	1.8	2.6	2.1	1.9	1.7	1.8	1.7
		4	1.7	2.7	2.3	1.9	1.8	1.7	1.8
		5	1.6	2.0	1.9	1.8	2.3	1.7	1.9
		6					1.9		
		平均値	1.7	2.6	2.2	1.9	2.0	1.7	1.8
		標準偏差	0.13	0.43	0.25	0.055	0.26	0.07	0.07
CV(%)	8.0	17	11	2.9	13	4.4	4.1		
定量下限値	0.0055	0.0018	0.94	0.29	0.035	0.04	0.99		
検出下限値	0.0028	0.0007	0.23	0.15	0.018	0.03	0.57		
GC/MS 法比	1.3	2.0	1.8	1.5	1.6	1.3	1.4		

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

参考表 5 生物検定法第 1 回検証試験の測定結果(5)

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
試料 V	GC/MS 法* 毒性等量	3.13 ng-TEQ/mL							
	実測値	単位	ng/mL	ng-CALUX-TEQ/mL	ng-DEQ/mL	μg-TCAP/mL	ng/mL	ng-TCP/mL	μg-TCPHA/mL
		1	20	19	85	830	8.1	110000	5.6
		2	22	17	89	860	8.1	97000	5.5
		3	22	22	82	830	6.9	88000	5.5
		4	24	20	76	880	7.2	100000	5.4
		5	24	20	83	880	8.3	110000	5.5
	6					8.6			
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL
		1	5.4	6.8	4.5	4.7	4.8	6.2	4.6
		2	6.1	6.0	4.7	4.9	4.8	5.8	4.5
		3	6.2	7.8	4.3	4.7	4.1	5.2	4.5
		4	6.6	7.1	4.0	5.0	4.3	6.1	4.4
		5	6.5	7.3	4.3	5.0	4.9	6.3	4.5
		6					5.1		
		平均値	6.2	7.0	4.4	4.9	4.7	5.9	4.5
		標準偏差	0.46	0.67	0.26	0.15	0.39	0.40	0.08
CV(%)	7.5	9.6	5.9	3.1	8.4	6.7	1.8		
定量下限値	0.0055	0.0023	0.88	0.29	0.035	0.04	2.5		
検出下限値	0.0028	0.0009	0.22	0.15	0.018	0.03	1.4		
GC/MS 法比	2.0	2.2	1.4	1.6	1.5	1.9	1.4		

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

参考表 6 生物検定法第 1 回検証試験の測定結果(6)

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
試料 VI	GC/MS 法* 毒性等量	3.00 ng-TEQ/mL							
	実測値	単位	ng/mL	ng-CALUX-TEQ/mL	ng-DEQ/mL	μg-TCAP/mL	ng/mL	ng-TCP/mL	μg-TCPHA/mL
		1	21	22	75	780	7.6	83000	5.5
		2	22	17	77	800	7.6	85000	5.6
		3	22	21	73	800	8.6	88000	5.4
		4	22	18	72	840	7.8	91000	5.6
		5	21	23	68	810	7.8	98000	5.8
						7.4			
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL
		1	5.8	7.8	3.9	4.5	4.5	5.0	4.5
		2	6.1	6.1	4.0	4.5	4.6	5.1	4.6
		3	6.1	7.4	3.8	4.5	5.1	5.2	4.4
		4	6.1	6.6	3.8	4.8	4.6	5.4	4.7
		5	5.9	8.2	3.6	4.6	4.7	5.9	4.8
							4.4		
		平均値	6.0	7.2	3.8	4.6	4.6	5.3	4.6
		標準偏差	0.14	0.85	0.16	0.13	0.26	0.32	0.16
CV(%)		2.4	12	4.2	2.8	5.5	6.0	3.45	
定量下限値	0.0055	0.0023	0.82	0.29	0.035	0.04	2.48		
検出下限値	0.0028	0.0009	0.21	0.15	0.018	0.03	1.40		
GC/MS 法比	2.0	2.4	1.3	1.5	1.5	1.8	1.5		

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

参考表 7 生物検定法第 1 回検証試験の測定結果(7)

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
試料 VII	GC/MS 法* 毒性等量	5.40 ng-TEQ/mL							
	実測値	単位	ng/mL	ng-CALUX-TEQ/mL	ng-DEQ/mL	μg-TCAP/mL	ng/mL	ng-TCP/mL	μg-TCPHA/mL
		1	44	43	188	1600	18	150000	12.0
		2	44	36	190	1800	17	150000	12.6
		3	45	41	166	1800	17	190000	12.5
		4	45	36	147	1900	18	160000	11.8
		5	43	38	151	1800	17	160000	12.3
	6					18			
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL
		1	12	15	9.8	8.9	11	8.9	9.8
		2	12	13	10	10	10	9.3	10.3
		3	12	15	8.7	10	9.9	11	10.2
		4	12	13	7.7	11	11	9.8	9.7
		5	12	13	7.9	10	10	9.5	10.1
		6					11		
		平均値	12	14	8.8	10	10	9.7	10.0
		標準偏差	0.27	1.2	1.1	0.74	0.37	0.71	0.27
CV(%)	2.3	8.5	12	7.4	3.5	7.3	2.72		
定量下限値	0.0055	0.0017	2.1	0.29	0.035	0.04	5.60		
検出下限値	0.0028	0.0007	0.51	0.15	0.018	0.03	3.20		
GC/MS 法比	2.2	2.6	1.6	1.9	1.9	1.8	1.9		

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

参考表 8 生物検定法第 1 回検証試験の測定結果(8)

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
試料 VIII	GC/MS 法* 毒性等量	6.64 ng-TEQ/mL							
	実測値	単位	ng/mL	ng-CALUX-TEQ/mL	ng-DEQ/mL	μg-TCAP/mL	ng/mL	ng-TCP/mL	μg-TCPHA/mL
		1	37	32	140	1200	16	140000	9.2
		2	38	29	100	1200	17	140000	9.5
		3	34	38	110	1200	17	150000	9.6
		4	37	34	120	1200	15	160000	11
		5	37	35	110	1200	14	150000	10
	6					13			
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL
		1	10	11	7.6	6.8	9.4	8.7	7.6
		2	10	10	5.4	6.9	10	8.3	7.8
		3	9.4	13	5.6	6.9	10	9.2	7.9
		4	10	12	6.0	6.6	9.1	9.6	8.6
		5	10	13	5.8	6.6	8.3	8.9	8.5
		6					7.6		
		平均値	10	12	6.1	6.8	9.1	8.9	8.1
		標準偏差	0.42	1.2	0.87	0.15	1.0	0.44	0.47
CV(%)		4.2	9.7	14	2.2	11.	4.9	5.9	
定量下限値	0.0055	0.0023	1.5	0.29	0.035	0.04	4.4		
検出下限値	0.0028	0.0009	0.38	0.15	0.018	0.03	2.5		
GC/MS 法比	1.5	1.8	0.92	1.0	1.4	1.3	1.2		

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

参考表 9 生物検定法第 1 回検証試験の測定結果(9)

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
試料 IX	GC/MS 法* 毒性等量	31.4 ng-TEQ/mL							
	実測値	単位	ng/mL	ng-CALUX-TEQ/mL	ng-DEQ/mL	μg-TCAP/mL	ng/mL	ng-TCP/mL	μg-TCPHA/mL
		1	240	200	670	6800	54	760000	56
		2	220	230	570	6800	41	750000	56
		3	220	180	620	7100	78	750000	55
		4	220	180	510	7400	86	840000	54
		5	200	210	480	6800	86	820000	55
		6					85		
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL
		1	66	69	35	39	32	45	46
		2	62	82	30	39	25	44	46
		3	60	66	32	40	47	44	45
		4	60	65	27	42	51	49	44
		5	56	75	25	39	51	48	45
		6					50		
		平均値	61	71	30	40	43	46	45
		標準偏差	3.6	7.1	4.0	1.3	11	2.1	0.71
		CV(%)	6.0	9.9	14	3.3	27	4.6	1.6
		定量下限値	0.0055	0.0015	4.1	0.29	0.035	0.04	25
検出下限値		0.0028	0.0006	1.0	0.15	0.018	0.03	15	
GC/MS 法比	1.9	2.3	0.95	1.3	1.4	1.5	1.4		

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

参考表 10 生物検定法第 1 回検証試験の測定結果(10)

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
試料 X	GC/MS 法* 毒性等量	31.0 ng-TEQ/mL							
	実測値	単位	ng/mL	ng-CALUX-TEQ/mL	ng-DEQ/mL	μg-TCAP/mL	ng/mL	ng-TCP/mL	μg-TCPHA/mL
		1	240	260	730	7,200	87	920000	58
		2	250	220	790	8,600	90	750000	59
		3	230	210	740	7,600	87	770000	57
		4	230	220	720	7,900	88	860000	60
		5	220	220	760	7,900	83	810000	59
		6					88		
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL	ng-TEQ/mL
		1	67	93	38	41	52	54	47
		2	68	77	42	49	53	44	49
		3	64	74	39	43	52	45	47
		4	63	77	37	45	52	50	49
		5	61	76	40	45	49	47	48
		6					53		
		平均値	65	79	39	45	52	48	48
		標準偏差	3.1	7.5	1.6	3.0	1.4	3.6	0.96
	CV(%)	4.8	9.4	4.1	6.7	2.6	7.6	2.0	
	定量下限値	0.0055	0.0016	10	0.29	0.035	0.04	27	
検出下限値	0.0028	0.0006	2.6	0.15	0.018	0.03	15		
GC/MS 法比	2.1	2.6	1.3	1.5	1.7	1.6	1.6		

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

参考表 11 生物検定法第 2 回検証試験の測定結果(1)

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
試料 A	GC/MS 法* 毒性等量	0.70 ng-TEQ/g							
	実測値	単位	ng/g	ng-CALUX-TEQ/g	ng-DEQ/g	μg-TCAP/g	ng/g	ng-TCP/g	μg-TCPHA/g
		1	11	34	13	190	6.0	15000	1.6
		2	11	29	15	210	6.3	15000	1.7
	換算毒性等量	3	9.5	25	15	200	7.6	15000	1.8
		単位	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g
		1	3.1	11	0.69	1.1	3.6	0.87	1.3
		2	3.1	9.1	0.81	1.2	3.7	0.84	1.4
		3	2.6	7.8	0.81	1.1	4.5	0.84	1.4
		平均値	2.9	9.2	0.77	1.1	3.9	0.85	1.4
標準偏差		0.27	1.5	0.069	0.058	0.50	0.01	0.07	
CV(%)		9.2	16	8.9	5.1	13	1.7	4.8	
定量下限値		0.0041	0.00052	0.13~0.21	0.038	0.0039	0.05	0.04	
検出下限値	0.0020	0.00021	0.033~0.052	0.015	0.0020	0.03	0.02		
GC/MS 法比	4.1	13	1.1	1.6	5.6	1.2	2.0		
試料 B	GC/MS 法* 毒性等量	0.84 ng-TEQ/g							
	実測値	単位	ng/g	ng-CALUX-TEQ/g	ng-DEQ/g	μg-TCAP/g	ng/g	ng-TCP/g	μg-TCPHA/g
		1	33	2.2	50	240	1.2	160000	0.90
		2	37	2.4	53	230	1.2	170000	0.96
	換算毒性等量	3	31	1.7	46	230	1.4	170000	0.93
		単位	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g
		1	9.1	0.68	2.6	1.4	0.74	8.6	0.74
		2	10	0.75	2.8	1.3	0.73	9.0	0.79
		3	8.6	0.52	2.4	1.3	0.85	9.5	0.76
		平均値	9.3	0.65	2.6	1.3	0.77	9.0	0.76
標準偏差		0.81	0.12	0.18	0.058	0.064	0.37	0.02	
CV(%)		8.7	18	6.8	4.3	8.4	4.1	3.1	
定量下限値		0.0040	0.00034	0.13~0.21	0.038	0.0041	0.05	0.04~0.05	
検出下限値	0.0020	0.00014	0.033~0.052	0.015	0.0021	0.03	0.02~0.03		
GC/MS 法比	11	0.77	3.7	1.5	0.92	11	0.90		

参考表 12 生物検定法第 2 回検証試験の測定結果(2)

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	IA-1	IA-2	IA-3	IA-4	
試料 C	GC/MS 法* 毒性等量	3.2 ng-TEQ/g							
	実測値	単位	ng/g	ng-CALUX-TEQ/g	ng-DEQ/g	μg-TCAP/g	ng/g	ng-TCP/g	μg-TCPHA/g
		1	2.6	4.3	100	680	0.92	66000	9.8
		2	2.3	4.0	110	760	0.64	61000	9.4
		3	2.1	4.2	94	760	0.87	62000	9.2
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g
		1	0.72	1.4	5.4	3.9	0.55	3.6	8.0
		2	0.64	1.3	5.6	4.3	0.38	3.3	7.7
		3	0.59	1.3	4.9	4.3	0.52	3.4	7.5
		平均値	0.65	1.3	5.3	4.2	0.48	3.4	7.7
		標準偏差	0.065	0.047	0.34	0.23	0.089	0.12	0.24
		CV(%)	10	3.6	6.4	5.5	18	3.6	3.1
		定量下限値	0.0041	0.00065	0.13~0.42	0.038	0.0039	0.05	0.04~0.05
	検出下限値	0.0020	0.00026	0.033~0.11	0.015	0.0020	0.03	0.02~0.03	
GC/MS 法比	0.20	0.41	1.7	1.3	0.15	1.1	2.4		
試料 D	GC/MS 法* 毒性等量	9.3 ng-TEQ/g							
	実測値	単位	ng/g	ng-CALUX-TEQ/g	ng-DEQ/g	μg-TCAP/g	ng/g	ng-TCP/g	μg-TCPHA/g
		1	4.2	2.2	25	1700	15	21000	3.5
		2	3.6	1.7	29	1800	13	21000	3.4
		3	3.5	1.4	24	1800	13	23000	3.3
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g
		1	1.2	2.2	1.3	9.9	8.9	1.2	2.9
		2	0.98	1.7	1.5	10	7.7	1.2	2.8
		3	0.96	1.4	1.2	10	7.8	1.3	2.7
		平均値	1.0	1.8	1.4	10	8.2	1.2	2.8
		標準偏差	0.12	0.39	0.14	0.058	0.65	0.05	0.06
		CV(%)	11	22	10	0.58	8.0	3.8	2.2
		定量下限値	0.0042	0.00054	0.21~0.42	0.038	0.0039	0.05	0.04
	検出下限値	0.0021	0.00022	0.052~0.11	0.015	0.0020	0.03	0.02	
GC/MS 法比	0.11	0.19	0.15	1.1	0.88	0.13	0.30		

参考表 13 生物検定法第 2 回検証試験（追加試験）の測定結果

測定方法		AhR-1	AhR-2	AhR-3	IA-1	IA-2	IA-3	IA-4
試料 A	GC/MS 法*毒性等量	0.70 ng-TEQ/g						
	単位	ng/g	ng-CALUX-TEQ/g	ng-DEQ/g	μg-TCAP/g	ng/g	ng-TCP/g	μg-TCPHA/g
	実測値	2.6	3.3	11	240	1.4	22000	1.6
	単位	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g
	換算毒性等量	0.71	1.0	0.59	1.4	0.81	1.2	1.3
	定量下限値	0.0039	0.00048	0.21	0.038	0.014	0.04	0.04
	検出下限値	0.0020	0.00020	0.05	0.015	0.0074	0.03	0.03
GC/MS 法比	1.0	1.4	0.84	2.0	1.2	1.7	1.9	
試料 B	GC/MS 法毒性等量	0.84 ng-TEQ/g						
	単位	ng/g	ng-CALUX-TEQ/g	ng-DEQ/g	μg-TCAP/g	ng/g	ng-TCP/g	μg-TCPHA/g
	実測値	4.1	1.9	22	200	0.90	15000	1.1
	単位	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g
	換算毒性等量	1.1	0.61	1.1	1.1	0.53	0.85	0.89
	定量下限値	0.0042	0.00048	0.21	0.038	0.015	0.04	0.04
	検出下限値	0.0021	0.00020	0.05	0.015	0.0077	0.03	0.02
GC/MS 法比	1.3	0.73	1.4	1.3	0.63	1.0	1.1	
試料 C	GC/MS 法毒性等量	3.2 ng-TEQ/g						
	単位	ng/g	ng-CALUX-TEQ/g	ng-DEQ/g	μg-TCAP/g	ng/g	ng-TCP/g	μg-TCPHA/g
	実測値	12	13	38	730	4.7	65000	2.7
	単位	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g
	換算毒性等量	3.3	4.2	2.0	4.1	2.8	3.5	2.2
	定量下限値	0.0034	0.00056	0.21	0.038	0.015	0.04	0.05
	検出下限値	0.0017	0.00022	0.05	0.015	0.0075	0.03	0.03
GC/MS 法比	1.0	1.3	0.62	1.3	0.88	1.1	0.69	
試料 D	GC/MS 法毒性等量	9.3 ng-TEQ/g						
	単位	ng/g	ng-CALUX-TEQ/g	ng-DEQ/g	μg-TCAP/g	ng/g	ng-TCP/g	μg-TCPHA/g
	実測値	45	31	100	1800	14	200000	9.0
	単位	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g
	換算毒性等量	12	9.8	5.5	10	8.6	10	7.4
	定量下限値	0.0039	0.00048	0.21	0.038	0.015	0.04	0.05
	検出下限値	0.0019	0.00020	0.05	0.015	0.0075	0.03	0.03
GC/MS 法比	1.3	1.1	0.59	1.1	0.92	1.1	0.79	

参考表 14 生物検定法繰り返し再現性検証試験の測定結果(1)

測定方法		AhR-1	AhR-3	IA-2	
試料 A'	GC/MS法*毒性等量	0.71 ng-TEQ/g			
	実測値	単位	ng-TEQ/g	ng-DEQ/g	ng/g
		1	3.6	9.2	1.4
		2	3.3	9.5	1.3
		3	3.6	7.9	1.4
		4	3.6	8.0	1.4
		5	3.5	6.8	1.1
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g
		1	1.0	0.48	0.84
		2	0.90	0.50	0.75
		3	0.98	0.42	0.8
		4	0.99	0.42	0.84
		5	0.97	0.36	0.67
		6			
		平均値	0.97	0.43	0.78
		標準偏差	0.041	0.06	0.07
		CV(%)	4.2	13	9.3
	定量下限値	0.0039~0.0044	0.21	0.0038	
	検出下限値	0.0020~0.0022	0.05	0.0020	
GC/MS 法比	1.4	0.61	1.1		

参考表 15 生物検定法繰り返し再現性検証試験の測定結果(2)

測定方法		AhR-1	AhR-3	IA-2	
試料 B'	GC/MS法*毒性等量	2.8 ng-TEQ/g			
	実測値	単位	ng-TEQ/g	ng-DEQ/g	ng/g
		1	12	42	6.1
		2	12	45	6.1
		3	14	34	5.3
		4	12	37	7.7
		5	14	34	6.7
	換算毒性等量	単位	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g	ng-TEQ/g
		1	3.2	2.2	3.7
		2	3.3	2.3	3.6
		3	3.8	1.8	3.1
		4	3.2	2.0	4.6
		5	3.8	1.8	4.0
		6			
		平均値	3.4	2.0	3.8
		標準偏差	0.31	0.24	0.54
		CV(%)	8.9	12	14
	定量下限値	0.0038~0.0044	0.21	0.0037	
	検出下限値	0.0019~0.0022	0.05	0.0019	
GC/MS 法比	1.2	0.71	1.4		

参考表 16 検証試験で使用するキャピラリーカラム候補のダイオキシン類の分離状況

PCDD/DF	RH-12ms	BPX-DXN	Co-PCB	RH-12ms	BPX-DXN
2,3,7,8-TeCDD	×	○	3,4,4',5'-TeCB (#81)	○	○
1,2,3,7,8-PeCDD	×	○	3,3',4,4'-TeCB (#77)	○	○
1,2,3,4,7,8-HxCDD	×	○	3,3',4,4',5'-PeCB (#126)	○	○
1,2,3,6,7,8-HxCDD	○	○	3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	○	○
1,2,3,7,8,9-HxCDD	○	○	2',3,4,4',5'-PeCB (#123)	○	○
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	○	○	2,3',4,4',5'-PeCB (#118)	○	×
OCDD	○	○	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	○	○
2,3,7,8-TeCDF	○	○	2,3,4,4',5'-PeCB (#114)	○	×
1,2,3,7,8-PeCDF	○	○	2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)	○	×
2,3,4,7,8-PeCDF	○	×	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)	○	○
1,2,3,4,7,8-HxCDF	○	○	2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	○	○
1,2,3,6,7,8-HxCDF	×	○	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	○	○
1,2,3,7,8,9-HxCDF	○	×			
2,3,4,6,7,8-HxCDF	×	×			
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	○	○			
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	○	○			
OCDF	○	○			

○：単独分離が可能

×：他の異性体との分離が不可能

参考表 17 GC/HRMS 法の測定条件

ガスクロマトグラフ : Agilent 6890	
キャピラリーカラム 試料注入口温度 カラム恒温槽温度	BPX-DXN (関東化学製)、内径 0.25mm、長さ 60m 300°C 初期温度: 130°C(試料注入後 1 分間保持) 毎分 15°Cの昇温速度で 210°Cまで昇温 毎分 3°Cの昇温速度で 310°Cまで昇温 毎分 5°Cの昇温速度で 320°Cまで昇温、測定終了まで保持
キャリアガス カラムヘッド圧力 ITMS とのインターフェイス温度	ヘリウム(純度 99.999%以上) 175.1kPa 280°C
質量分析計 : 日本電子 JMS700	
形式 分解能 イオン化方式 イオン検出方法	二重収束型質量分析計 10,000(10%谷) 電子衝撃型イオン化法(EI) ペルフルオロクロセンを用いたロックマス方式による選択イオン検出法(SIM) (イオン加速電圧スイッチングによる)
イオン源温度 イオン化電流 電子加速電圧	280°C 800mA 35V

参考表 18 GC/HRMS 測定における HRMS の設定条件

塩素置換体	測定対象物質			¹³ C ₁₂ ラベル化内標準物質		
	M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺	M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺
TeCDDs	319.8965	321.8936	—	331.9368	333.9339	—
PeCDDs		355.8546	357.8517	365.8978	367.8949	369.8919
HxCDDs		389.8156	391.8127	399.8589	401.8559	403.8530
HpCDDs		423.7767	425.7737	—	435.8169	437.8140
OCDD		457.7377	459.7348	—	469.7780	471.7750
TeCDFs	303.9016	305.8987	—	315.9419	317.9389	—
PeCDFs		339.8597	341.8568	—	351.9000	353.8970
HxCDFs		373.8207	375.8178	—	385.8610	387.8580
HpCDFs		407.7818	409.7788	—	419.8220	421.8191
OCDF		441.7428	443.7398	451.7860	453.7830	455.7801
TeCBs	289.9224	291.9194	293.9165	301.9626	303.9597	305.9567
PeCBs	323.8834	325.8804	327.8775	335.9237	337.9207	339.9178
HxCBs	357.8444	359.8415	361.8385	369.8847	371.8817	373.8788
HpCBs	391.8054	393.8025	395.7995	403.8457	405.8428	407.8398

参考表 19 GC/QMS 法の測定条件

ガスクロマトグラフ：島津製作所 QP2010	
キャピラリーカラム 試料注入口温度 カラム恒温槽温度	BPX-DXN (関東化学製)、内径 0.25mm、長さ 60m 300°C 初期温度：130°C(試料注入後 1 分間保持) 毎分 15°Cの昇温速度で 210°Cまで昇温 毎分 3°Cの昇温速度で 310°Cまで昇温 毎分 5°Cの昇温速度で 320°Cまで昇温、測定終了まで保持
キャリアガス キャリアガス流量 HRMS とのインターフェイス温度	ヘリウム(純度 99.999%以上) 1.1mL/min(定流量モード) 300°C
質量分析計：島津製作所 QP2010	
形式 イオン化方式 イオン検出方法 イオン化電流 イオン加速電圧 イオン源温度 電子加速電圧	四重極系質量分析計 電子衝撃型イオン化法(EI) 選択反応検出法(SIM) 325μA 70V 250°C 70V

参考表 20 GC/QMS 測定における QMS の設定条件

塩素置換体	測定対象物質			¹³ C ₁₂ ラベル化内標準物質		
	M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺	M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺
TeCDDs	320	322	—	332	334	—
PeCDDs		356	358	366	368	370
HxCDDs		390	392	400	402	401
HpCDDs		424	426	—	436	438
OCDD		458	460	—	470	472
TeCDFs	304	306	—	316	318	—
PeCDFs		340	342	—	352	354
HxCDFs		374	376	—	386	388
HpCDFs		408	410	—	420	422
OCDF		442	444	452	454	456
TeCBs	290	292	294	302	304	306
PeCBs	324	326	328	336	338	340
HxCBs	358	360	362	370	372	374
HpCBs	392	394	396	404	406	408

参考表 21 GC/ITMS/MS 法の測定条件

ガスクロマトグラフ：Thermo Fischer Scientific TRACE GC	
キャピラリーカラム	BPX-DXN (関東化学製)、内径 0.25mm、長さ 60m
試料注入口温度	300°C
カラム恒温槽温度	初期温度：130°C(試料注入後 1 分間保持) 毎分 15°Cの昇温速度で 210°Cまで昇温 毎分 3°Cの昇温速度で 310°Cまで昇温 毎分 5°Cの昇温速度で 320°Cまで昇温、測定終了まで保持
キャリアガス	ヘリウム(純度 99.999%以上)
キャリアガス流量	1.1mL/min(定流量モード)
HRMS とのインターフェイス温度	300°C
質量分析計：Thermo Fischer Scientific POLARIS Q	
形式	イオントラップ型質量分析計
イオン化方式	電子衝撃型イオン化法(EI)
イオン検出方法	選択反応検出法(SRM)
イオン化電流	325µA
イオン加速電圧	45V
イオン源温度	250°C
電子加速電圧	45V

参考表 22 GC/ITMS/MS 測定における ITMS/MS の設定条件

		プリカーサ	プロダクト 1 (MS/MS)	プロダクト 2 (MS/MS/MS)	コリジョンエネルギー (V)
PCDFs	TeCDFs	306	242	171 / 173	3.20
	¹³ C ₁₂ -TeCDFs	318	253	182 / 184	
	PeCDFs	340	276	205 / 207	3.35
	¹³ C ₁₂ -PeCDFs	352	287	216 / 218	
	HxCDFs	375	311	239 / 241	3.50
	¹³ C ₁₂ -HxCDFs	387	322	250 / 252	
HpCDFs	409	345	273 / 275	3.60	
¹³ C ₁₂ -HpCDFs	421	356	284 / 286		
	OCDF	443	379	307 / 309	3.70
	¹³ C ₁₂ -OCDF	455	390	318 / 320	
PCDDs	TeCDDs	322	258	194 / 196	3.50
	¹³ C ₁₂ -TeCDDs	334	269	204 / 206	
	PeCDDs	356	292	228 / 230	3.80
	¹³ C ₁₂ -PeCDD	368	303	238 / 240	
	HxCDDs	391	327	262 / 264	3.85
	¹³ C ₁₂ -HxCDDs	403	338	272 / 274	
HpCDDs	425	361	296 / 298	3.95	
¹³ C ₁₂ -HpCDD	437	372	306 / 308		
	OCDD	459	395	330 / 332	4.10
	¹³ C ₁₂ -OCDD	471	406	340 / 342	
Co-PCBs	TeCBs	292	221	150 / 151	3.25
	¹³ C ₁₂ -TeCBs	304	234	161 / 162	
	PeCBs	326	255	184 / 186	3.40
	¹³ C ₁₂ -PeCBs	338	267	196 / 198	
	HxCBs	360	289	218 / 220	3.55
	¹³ C ₁₂ -HxCBs	372	301	230 / 232	
HpCBs	394	323	252 / 254	3.60	
¹³ C ₁₂ -HpCBs	406	335	264 / 266		

* コリジョンエネルギーは装置によって最適値が異なるため、本表に示した値は、本検証試験実施に使用した装置において最適化された値である。

参考表 23 機器分析法検証試験の測定結果(処理 1→GC/HRMS 法: 試料 A)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 1→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	0.051	0.036	0.053	0.047	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.22	0.21	0.20	0.21	0.21	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.32	0.30	0.30	0.34	0.31	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	1.2	1.2	1.2	1.3	1.2	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.93	0.82	0.83	0.77	0.81	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	6.1	5.6	5.5	5.9	5.7	
OCDD	5.1	3.7	3.8	3.9	3.8	
2,3,7,8-TeCDF	0.065	0.049	0.046	0.036	0.044	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.084	0.081	0.077	0.082	0.080	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.17	0.16	0.16	0.16	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.11	0.099	0.12	0.095	0.10	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.16	0.17	0.15	0.16	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.031	0.088	0.081	0.058	0.076	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.21	0.23	0.23	0.24	0.23	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.38	0.35	0.33	0.36	0.35	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.09	0.087	0.089	0.10	0.092	
OCDF	0.21	0.20	0.19	0.19	0.19	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.039	0.041	0.045	0.046	0.044
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.10	0.10	0.090	0.090	0.093
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.079	0.071	0.074	0.081	0.075
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.046	0.026	0.022	0.024	0.024
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.011	0.006	0.010	0.012	0.009
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.064	0.043	0.047	0.047	0.046
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.050	0.059	0.054	0.056	0.056
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.015	0.10	0.76	0.81	0.56
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.012	0.026	0.027	0.022	0.025
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.033	0.021	0.018	0.023	0.021
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.023	0.020	0.022	0.017	0.020
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.029	0.032	0.028	0.022	0.027
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.70	0.68	0.65	0.69	0.67
変動係数(%)					2.6	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 24 機器分析法検証試験の測定結果(処理 1→GC/HRMS 法: 試料 B)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 1→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	0.037	0.031	0.044	0.037	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.33	0.34	0.37	0.33	0.35	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.38	0.34	0.36	0.34	0.35	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.73	0.72	0.65	0.72	0.70	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.41	0.34	0.37	0.35	0.35	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2.3	2.2	2.1	2.1	2.1	
OCDD	1.6	1.4	1.4	1.5	1.4	
2,3,7,8-TeCDF	0.16	0.091	0.11	0.10	0.10	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.18	0.17	0.17	0.15	0.16	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.35	0.36	0.38	0.38	0.37	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.36	0.25	0.26	0.25	0.25	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.28	0.33	0.35	0.33	0.34	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.03	0.13	0.12	0.11	0.12	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.47	0.49	0.50	0.52	0.50	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.93	0.81	0.80	0.81	0.81	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.18	0.15	0.16	0.19	0.17	
OCDF	0.49	0.42	0.44	0.39	0.42	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.073	0.060	0.064	0.071	0.065
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.27	0.25	0.24	0.26	0.25
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.23	0.21	0.21	0.21	0.21
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.045	0.071	0.070	0.069	0.070
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.62	0.009	0.013	0.069	0.030
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	(0.016)	0.095	0.092	0.092	0.093
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.074	0.062	0.069	0.11	0.080
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.072	0.53	0.53	0.55	0.54
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.022	0.047	0.049	0.043	0.046
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.028	0.039	0.054	0.043	0.045
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.071	0.034	0.048	0.043	0.042
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.042	0.060	0.062	0.067	0.063
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.84	0.81	0.85	0.82	0.83
変動係数(%)					2.1	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 25 機器分析法検証試験の測定結果(処理 1→GC/HRMS 法: 試料 C)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 1→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.11	0.079	0.070	0.10	0.083	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.85	0.92	0.94	0.80	0.89	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1.2	1.0	1.1	1.2	1.1	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.8	2.6	2.7	2.4	2.6	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.8	1.5	1.6	1.5	1.5	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	14	14	14	14	14	
OCDD	16	16	16	16	16	
2,3,7,8-TeCDF	0.60	0.44	0.44	0.39	0.42	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.97	0.93	0.94	0.88	0.92	
2,3,4,7,8-PeCDF	1.6	1.4	1.3	1.4	1.4	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	1.5	1.3	1.2	1.4	1.3	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	2.0	2.2	2.2	2.2	2.2	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.22	0.85	0.83	0.74	0.81	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	3.4	3.4	3.6	3.6	3.5	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	7.4	7.0	7.0	6.9	7.0	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	
OCDF	6.1	5.9	5.8	5.8	5.8	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.35	0.31	0.33	0.32	0.32
3,3',4,4'-TeCB	#77	1.0	1.0	0.98	0.98	0.99
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.0	0.93	0.94	0.93	0.93
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.062	0.36	0.34	0.34	0.35
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.082	0.062	0.058	0.043	0.054
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.33	0.38	0.40	0.39	0.39
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.43	0.58	0.56	0.57	0.57
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.12	0.27	0.28	0.33	0.29
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.15	0.27	0.26	0.27	0.27
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.4	0.33	0.31	0.27	0.30
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.28	0.29	0.27	0.27	0.28
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.34	0.35	0.35	0.33	0.34
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	3.2	3.1	3.1	3.0	3.1	
変動係数(%)					1.9	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 26 機器分析法検証試験の測定結果(処理 1→GC/HRMS 法: 試料 D)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 1→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.41	0.35	0.39	0.42	0.39	
1,2,3,7,8-PeCDD	3.1	3.4	3.2	3.6	3.4	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	2.9	2.9	2.7	3.0	2.9	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	6.0	5.7	6.2	5.7	5.9	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	4.9	4.1	4.2	4.0	4.1	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	26	25	26	25	25	
OCDD	25	24	24	24	24	
2,3,7,8-TeCDF	2.8	2.2	2.3	1.9	2.1	
1,2,3,7,8-PeCDF	4.3	4.3	4.3	4.2	4.3	
2,3,4,7,8-PeCDF	5.3	5.5	5.6	5.1	5.4	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	5.3	5.2	5.0	5.3	5.2	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	6.0	6.4	6.1	6.0	6.2	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.51	1.7	1.7	1.8	1.7	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	6.2	6.7	6.6	6.5	6.6	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	14	14	13	14	14	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2.1	2.0	2.0	2.0	2.0	
OCDF	5.7	4.8	4.6	4.8	4.7	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.64	0.62	0.64	0.48	0.58
3,3',4,4'-TeCB	#77	2.1	2.2	2.2	2.2	2.2
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.9	1.7	1.8	1.8	1.8
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.32	0.53	0.55	0.54	0.54
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.16	0.12	0.13	0.13	0.13
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.49	0.64	0.67	0.69	0.67
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.63	0.83	0.82	0.84	0.83
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.18	0.32	0.58	0.50	0.47
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.25	0.38	0.39	0.37	0.38
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.59	0.48	0.42	0.51	0.47
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.37	0.33	0.35	0.36	0.35
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.54	0.47	0.48	0.49	0.48
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	9.3	9.6	9.5	9.7	9.6	
変動係数(%)					1.1	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 27 機器分析法検証試験の測定結果(処理 1→GC/HRMS 法: 試料 E)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 1→GC/HRMS 法による測定値			
		1	2	3	平均値
2,3,7,8-TeCDD	(0.013)	0.006	0.010	0.012	0.0093
1,2,3,7,8-PeCDD	0.045	0.037	0.048	0.045	0.043
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.040	0.034	0.033	0.033	0.033
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.11	0.10	0.10	0.11	0.10
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.087	0.060	0.062	0.053	0.058
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.61	0.41	0.41	0.40	0.41
OCDD	0.86	0.40	0.39	0.38	0.39
2,3,7,8-TeCDF	0.10	0.080	0.086	0.06	0.075
1,2,3,7,8-PeCDF	0.13	0.12	0.11	0.11	0.11
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.16	0.16	0.17	0.16
1,2,3,6,9-PeCDF					
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.12	0.088	0.11	0.10	0.10
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.14	0.13	0.15	0.14
1,2,3,7,8,9-HxCDF	(0.027)	0.068	0.071	0.077	0.072
1,2,3,4,8,9-HxCDF					
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.14	0.16	0.15	0.17	0.16
1,2,3,6,8,9-HxCDF					
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.29	0.20	0.19	0.21	0.20
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.091	0.081	0.066	0.089	0.079
OCDF	0.20	0.11	0.082	0.082	0.091
3,4,4',5'-TeCB	#81 (0.014)	0.009	0.010	0.010	0.010
3,3',4,4'-TeCB	#77 0.040	0.030	0.030	0.030	0.030
3,3',4,4',5'-PeCB	#126 0.030	0.025	0.022	0.021	0.023
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169 (0.017)	0.009	0.008	0.007	0.008
2',3,4,4',5'-PeCB	#123 <0.006	0.024	0.006	0.006	0.012
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106 0.059	0.039	0.036	0.035	0.037
2,3,3',4,4'-PeCB	#105 0.039	0.037	0.033	0.033	0.034
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122 (0.007)	0.022	0.025	0.021	0.023
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128 (0.011)	0.021	0.023	0.023	0.022
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156 0.023	0.016	0.014	0.014	0.015
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157 (0.019)	0.013	0.013	0.016	0.014
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189 0.017	0.011	0.017	0.017	0.015
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	0.18	0.18	0.19	0.20	0.19
変動係数(%)					5.3

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 28 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/HRMS 法: 試料 A)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	0.039	0.051	0.040	0.043	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.22	0.23	0.22	0.23	0.23	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.32	0.31	0.27	0.29	0.29	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	1.2	1.2	1.2	1.3	1.2	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.93	0.82	0.82	0.83	0.82	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	6.1	6.0	6.0	5.9	6.0	
OCDD	5.1	3.9	3.9	3.9	3.9	
2,3,7,8-TeCDF	0.065	0.048	0.051	0.050	0.050	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.084	0.085	0.087	0.079	0.084	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.18	0.05	0.17	0.13	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.11	0.11	0.12	0.11	0.11	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.15	0.17	0.16	0.16	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.031	0.081	0.076	0.078	0.078	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.21	0.25	0.25	0.25	0.25	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.38	0.34	0.36	0.34	0.35	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.09	0.094	0.079	0.095	0.089	
OCDF	0.21	0.18	0.18	0.18	0.18	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.039	0.041	0.038	0.045	0.041
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.10	0.090	0.090	0.080	0.087
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.079	0.074	0.067	0.072	0.071
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.046	0.027	0.026	0.027	0.027
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.011	0.009	0.012	0.012	0.011
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.064	0.075	0.073	0.076	0.075
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.050	0.064	0.063	0.072	0.066
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.015	0.054	0.12	0.056	0.077
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.012	0.028	0.029	0.031	0.029
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.033	0.032	0.035	0.026	0.031
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.023	0.025	0.029	0.021	0.025
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.029	0.026	0.023	0.026	0.025
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.70	0.70	0.66	0.70	0.69
変動係数(%)					3.6	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 29 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/HRMS 法: 試料 B)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	0.039	0.029	0.052	0.040	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.33	0.35	0.36	0.36	0.36	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.38	0.32	0.33	0.33	0.33	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.73	0.70	0.72	0.75	0.72	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.41	0.35	0.35	0.36	0.35	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2.3	2.2	2.2	2.1	2.2	
OCDD	1.6	1.4	1.5	1.4	1.4	
2,3,7,8-TeCDF	0.16	0.12	0.10	0.11	0.11	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.18	0.16	0.15	0.16	0.16	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.35	0.38	0.33	0.062	0.26	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.36	0.25	0.25	0.24	0.25	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.28	0.34	0.30	0.32	0.32	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.03	0.12	0.12	0.12	0.12	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.47	0.51	0.49	0.49	0.50	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.93	0.84	0.84	0.80	0.83	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.18	0.17	0.18	0.17	0.17	
OCDF	0.49	0.42	0.45	0.44	0.44	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.073	0.077	0.063	0.072	0.071
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.27	0.25	0.25	0.25	0.25
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.23	0.20	0.20	0.20	0.20
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.045	0.069	0.072	0.075	0.072
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.62	0.013	0.009	0.017	0.013
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	(0.016)	0.12	0.12	0.12	0.12
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.074	0.12	0.11	0.12	0.12
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.072	0.087	0.088	0.11	0.095
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.022	0.054	0.052	0.048	0.051
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.028	0.058	0.038	0.050	0.049
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.071	0.040	0.032	0.041	0.038
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.042	0.065	0.062	0.059	0.062
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.84	0.83	0.81	0.76	0.80
変動係数(%)					4.7	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 30 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/HRMS 法: 試料 C)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.11	0.080	0.076	0.12	0.092	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.85	0.96	0.89	0.81	0.89	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1.2	1.0	1.1	1.0	1.0	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.8	2.7	2.8	2.8	2.8	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.8	1.7	1.6	1.7	1.7	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	14	14	14	14	14	
OCDD	16	16	17	16	16	
2,3,7,8-TeCDF	0.60	0.49	0.29	0.45	0.41	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.97	0.93	0.79	0.99	0.90	
2,3,4,7,8-PeCDF	1.6	1.6	1.7	1.7	1.7	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	1.5	1.3	1.5	1.5	1.4	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	2.0	2.1	2.0	2.2	2.1	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.22	0.84	0.84	0.82	0.83	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	3.4	3.4	3.6	3.5	3.5	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	7.4	7.0	7.0	7.1	7.0	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	1.4	1.5	1.5	1.5	1.5	
OCDF	6.1	6.2	6.0	6.1	6.1	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.35	0.34	0.34	0.36	0.35
3,3',4,4'-TeCB	#77	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.0	0.98	1.0	0.97	0.98
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.062	0.37	0.34	0.34	0.35
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.082	0.089	0.049	0.060	0.066
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.33	0.43	0.45	0.43	0.44
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.43	0.52	0.57	0.57	0.55
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.12	0.37	0.25	0.35	0.32
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.15	0.25	0.27	0.26	0.26
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.4	0.37	0.25	0.38	0.33
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.28	0.28	0.27	0.28	0.28
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.34	0.38	0.35	0.36	0.36
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		3.2	3.2	3.2	3.2	3.2
					変動係数(%)	0.57

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 31 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/HRMS 法: 試料 D)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.41	0.35	0.40	0.32	0.36	
1,2,3,7,8-PeCDD	3.1	3.5	3.2	3.5	3.4	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	2.9	3.1	2.7	3.0	2.9	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	6.0	5.7	6.2	5.8	5.9	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	4.9	3.9	4.3	3.8	4.0	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	26	25	24	26	25	
OCDD	25	23	24	23	23	
2,3,7,8-TeCDF	2.8	2.0	2.3	2.1	2.1	
1,2,3,7,8-PeCDF	4.3	4.4	4.1	4.1	4.2	
2,3,4,7,8-PeCDF	5.3	5.7	6.0	6.2	6.0	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	5.3	4.7	5.4	4.7	4.9	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	6.0	6.6	6.1	6.5	6.4	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.51	1.7	1.6	2.0	1.8	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	6.2	6.4	6.7	6.3	6.5	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	14	14	13	14	14	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2.1	2.0	2.1	2.0	2.0	
OCDF	5.7	4.8	4.9	5.0	4.9	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.64	0.65	0.67	0.66	0.66
3,3',4,4'-TeCB	#77	2.1	2.2	2.3	2.2	2.2
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.9	1.8	1.8	1.9	1.8
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.32	0.55	0.57	0.54	0.55
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.16	0.11	0.17	0.11	0.13
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.49	0.71	0.70	0.69	0.70
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.63	0.83	0.84	0.86	0.84
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.18	0.34	0.56	0.55	0.48
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.25	0.39	0.38	0.37	0.38
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.59	0.44	0.60	0.44	0.49
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.37	0.35	0.36	0.36	0.36
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.54	0.50	0.53	0.50	0.51
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	9.3	9.7	9.7	9.9	9.7	
変動係数(%)					1.1	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 32 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/HRMS 法: 試料 E)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/HRMS 法による測定値			
		1	2	3	平均値
2,3,7,8-TeCDD	(0.013)	0.013	0.016	0.012	0.014
1,2,3,7,8-PeCDD	0.045	0.053	0.048	0.044	0.048
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.040	0.033	0.042	0.033	0.036
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.11	0.10	0.10	0.10	0.10
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.087	0.055	0.057	0.062	0.058
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.61	0.40	0.42	0.42	0.41
OCDD	0.86	0.39	0.39	0.39	0.39
2,3,7,8-TeCDF	0.10	0.088	0.076	0.088	0.084
1,2,3,7,8-PeCDF	0.13	0.13	0.12	0.11	0.12
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.20	0.15	0.17	0.17
1,2,3,6,9-PeCDF					
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.12	0.10	0.11	0.11	0.11
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.14	0.14	0.15	0.14
1,2,3,7,8,9-HxCDF	(0.027)	0.072	0.071	0.061	0.068
1,2,3,4,8,9-HxCDF					
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.14	0.16	0.17	0.18	0.17
1,2,3,6,8,9-HxCDF					
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.29	0.20	0.20	0.20	0.20
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.091	0.067	0.077	0.073	0.072
OCDF	0.20	0.099	0.11	0.097	0.10
3,4,4',5'-TeCB	#81 (0.014)	0.013	0.011	0.012	0.012
3,3',4,4'-TeCB	#77 0.040	0.040	0.040	0.040	0.040
3,3',4,4',5'-PeCB	#126 0.030	0.025	0.026	0.024	0.025
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169 (0.017)	0.012	0.009	0.008	0.010
2',3,4,4',5'-PeCB	#123 <0.006	0.006	0.008	0.006	0.007
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106 0.059	0.073	0.092	0.076	0.080
2,3,3',4,4'-PeCB	#105 0.039	0.047	0.049	0.044	0.047
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122 (0.007)	0.028	0.030	0.029	0.029
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128 (0.011)	0.031	0.026	0.030	0.029
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156 0.023	0.017	0.020	0.022	0.020
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157 (0.019)	0.017	0.012	0.014	0.014
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189 0.017	0.015	0.014	0.015	0.015
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	0.18	0.21	0.20	0.20	0.20
変動係数(%)					4.4

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 33 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/HRMS 法: 試料 A)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	0.050	0.055	0.034	0.046	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.22	0.20	0.20	0.19	0.20	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.32	0.30	0.30	0.29	0.30	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	1.2	1.2	1.3	1.3	1.3	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.93	0.88	0.78	0.81	0.82	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	6.1	5.4	5.8	5.8	5.7	
OCDD	5.1	3.9	3.9	3.9	3.9	
2,3,7,8-TeCDF	0.065	0.057	0.040	0.045	0.047	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.084	0.071	0.070	0.071	0.071	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.20	0.17	0.17	0.18	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.11	0.11	0.13	0.12	0.12	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.17	0.16	0.15	0.16	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.031	0.075	0.076	0.074	0.075	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.21	0.26	0.23	0.26	0.25	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.38	0.36	0.33	0.33	0.34	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.09	0.099	0.089	0.093	0.094	
OCDF	0.21	0.18	0.18	0.17	0.18	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.039	0.037	0.050	0.039	0.042
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.10	0.080	0.080	0.10	0.087
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.079	0.058	0.082	0.067	0.069
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.046	0.015	0.027	0.031	0.024
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.011	0.006	0.006	0.009	0.007
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.064	0.086	0.064	0.069	0.073
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.050	0.064	0.050	0.058	0.057
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.015	0.17	0.097	0.18	0.15
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.012	0.015	0.014	0.016	0.015
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.033	0.031	0.028	0.023	0.027
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.023	0.017	0.026	0.021	0.021
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.029	0.028	0.023	0.030	0.027
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	0.70	0.68	0.68	0.65	0.67	
変動係数(%)					2.5	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 34 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/HRMS 法: 試料 B)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	0.046	0.049	0.043	0.046	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.33	0.36	0.36	0.33	0.35	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.38	0.34	0.32	0.33	0.33	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.73	0.68	0.72	0.68	0.69	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.41	0.38	0.37	0.35	0.37	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2.3	2.2	2.0	2.2	2.1	
OCDD	1.6	1.4	1.4	1.4	1.4	
2,3,7,8-TeCDF	0.16	0.13	0.12	0.15	0.13	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.18	0.14	0.15	0.16	0.15	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.35	0.39	0.40	0.37	0.39	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.36	0.26	0.26	0.26	0.26	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.28	0.34	0.32	0.34	0.33	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.03	0.11	0.11	0.13	0.12	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.47	0.50	0.51	0.51	0.51	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.93	0.84	0.83	0.83	0.83	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.18	0.17	0.16	0.17	0.17	
OCDF	0.49	0.47	0.43	0.45	0.45	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.073	0.077	0.067	0.065	0.070
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.27	0.26	0.27	0.24	0.26
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.23	0.19	0.20	0.20	0.20
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.045	0.055	0.068	0.069	0.064
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.62	0.014	0.011	0.015	0.013
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	(0.016)	0.12	0.11	0.11	0.11
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.074	0.11	0.13	0.12	0.12
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.072	0.093	0.11	0.13	0.11
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.022	0.034	0.031	0.028	0.031
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.028	0.052	0.050	0.048	0.050
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.071	0.045	0.035	0.053	0.044
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.042	0.061	0.060	0.058	0.060
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.84	0.85	0.86	0.82	0.84
変動係数(%)					2.6	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 35 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/HRMS 法: 試料 C)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.11	0.083	0.11	0.12	0.10	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.85	0.87	0.79	0.80	0.82	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1.2	1.1	1.1	1.0	1.1	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.8	2.5	2.7	2.9	2.7	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.8	1.6	1.7	1.5	1.6	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	14	14	14	14	14	
OCDD	16	18	16	17	17	
2,3,7,8-TeCDF	0.60	0.54	0.44	0.47	0.48	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.97	0.89	0.88	0.96	0.91	
2,3,4,7,8-PeCDF	1.6	1.7	1.8	1.7	1.7	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	1.5	1.5	1.4	1.4	1.4	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	2.0	2.1	2.0	2.1	2.1	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.22	0.87	0.60	0.83	0.77	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	3.4	3.6	3.9	3.6	3.7	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	7.4	7.5	7.1	7.0	7.2	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	1.4	1.4	1.5	1.5	1.5	
OCDF	6.1	5.8	5.9	6.0	5.9	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.35	0.34	0.26	0.36	0.32
3,3',4,4'-TeCB	#77	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.0	0.93	0.89	0.99	0.94
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.062	0.35	0.37	0.36	0.36
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.082	0.076	0.073	0.055	0.068
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.33	0.43	0.35	0.44	0.41
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.43	0.53	0.76	0.56	0.62
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.12	0.36	0.20	0.37	0.31
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.15	0.17	0.15	0.17	0.16
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.4	0.33	0.37	0.37	0.36
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.28	0.28	0.28	0.27	0.28
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.34	0.34	0.36	0.36	0.35
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		3.2	3.2	3.2	3.2	3.2
変動係数(%)					0.52	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 36 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/HRMS 法: 試料 D)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.41	0.50	0.49	0.50	0.50	
1,2,3,7,8-PeCDD	3.1	3.1	3.2	3.1	3.1	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	2.9	2.8	2.6	2.5	2.6	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	6.0	5.9	6.0	6.0	6.0	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	4.9	4.2	4.3	4.4	4.3	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	26	25	25	25	25	
OCDD	25	24	24	23	24	
2,3,7,8-TeCDF	2.8	2.4	2.0	2.2	2.2	
1,2,3,7,8-PeCDF	4.3	4.1	4.3	4.2	4.2	
2,3,4,7,8-PeCDF	5.3	5.9	5.7	5.9	5.8	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	5.3	5.6	5.1	5.6	5.4	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	6.0	6.0	6.2	5.9	6.0	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.51	1.7	1.7	1.7	1.7	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	6.2	6.6	6.8	6.8	6.7	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	14	13	13	13	13	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2.1	1.9	2.0	2.0	2.0	
OCDF	5.7	4.8	4.9	5.0	4.9	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.64	0.62	0.66	0.64	0.64
3,3',4,4'-TeCB	#77	2.1	2.4	2.3	2.3	2.3
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.9	1.7	1.7	1.8	1.7
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.32	0.55	0.56	0.55	0.55
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.16	0.13	0.11	0.12	0.12
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.49	0.67	0.65	0.64	0.65
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.63	0.57	0.84	0.52	0.64
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.18	0.39	0.30	0.49	0.39
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.25	0.27	0.29	0.25	0.27
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.59	0.64	0.57	0.60	0.60
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.37	0.33	0.34	0.34	0.34
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.54	0.47	0.49	0.48	0.48
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	9.3	9.6	9.6	9.6	9.6	
変動係数(%)					0.090	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 37 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/HRMS 法: 試料 E)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/HRMS 法による測定値			
		1	2	3	平均値
2,3,7,8-TeCDD	(0.013)	0.006	0.009	0.007	0.007
1,2,3,7,8-PeCDD	0.045	0.044	0.034	0.036	0.038
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.040	0.038	0.034	0.030	0.034
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.11	0.11	0.10	0.095	0.10
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.087	0.061	0.070	0.063	0.065
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.61	0.42	0.41	0.39	0.40
OCDD	0.86	0.39	0.41	0.42	0.41
2,3,7,8-TeCDF	0.10	0.084	0.094	0.082	0.087
1,2,3,7,8-PeCDF	0.13	0.11	0.12	0.11	0.11
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.16	0.18	0.17	0.17
1,2,3,6,9-PeCDF					
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.12	0.11	0.11	0.11	0.11
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.13	0.13	0.14	0.13
1,2,3,7,8,9-HxCDF	(0.027)	0.074	0.079	0.081	0.078
1,2,3,4,8,9-HxCDF					
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.14	0.18	0.17	0.18	0.18
1,2,3,6,8,9-HxCDF					
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.29	0.21	0.21	0.21	0.21
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.091	0.077	0.062	0.065	0.068
OCDF	0.20	0.12	0.099	0.11	0.11
3,4,4',5'-TeCB	#81 (0.014)	0.012	0.010	0.017	0.013
3,3',4,4'-TeCB	#77 0.040	0.030	0.040	0.030	0.033
3,3',4,4',5'-PeCB	#126 0.030	0.030	0.020	0.027	0.026
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169 (0.017)	0.013	0.013	0.010	0.012
2',3,4,4',5'-PeCB	#123 <0.006	0.007	0.006	0.006	0.006
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106 0.059	0.070	0.063	0.059	0.064
2,3,3',4,4'-PeCB	#105 0.039	0.036	0.046	0.038	0.040
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122 (0.007)	0.034	0.017	0.030	0.027
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128 (0.011)	0.009	0.012	0.008	0.010
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156 0.023	0.021	0.011	0.017	0.016
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157 (0.019)	0.014	0.018	0.010	0.014
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189 0.017	0.034	0.016	0.015	0.022
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	0.18	0.19	0.19	0.19	0.19
変動係数(%)					1.4

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 38 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/QMS: 試料 A)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/QMS による測定値			
		1	2	3	平均値
2,3,7,8-TeCDD	0.054	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
1,2,3,7,8-PeCDD	0.22	0.20	0.20	0.20	0.20
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.32	0.40	0.40	0.40	0.40
1,2,3,6,7,8-HxCDD	1.2	1.7	2.0	1.7	1.8
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.93	0.90	0.90	1.0	0.90
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	6.1	6.0	5.8	5.6	5.8
OCDD	5.1	4.2	4.1	4.2	4.2
2,3,7,8-TeCDF	0.065	0.08	0.08	0.07	0.08
1,2,3,7,8-PeCDF	0.084	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.20	0.20	0.20	0.20
1,2,3,6,9-PeCDF					
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.11	0.08	0.08	0.07	0.08
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.16	0.14	0.15	0.15
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.031	0.11	0.14	0.13	0.13
1,2,3,4,8,9-HxCDF					
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.21	0.20	0.30	0.30	0.30
1,2,3,6,8,9-HxCDF					
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.38	0.40	0.38	0.41	0.40
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.09	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
OCDF	0.21	0.22	0.21	0.21	0.21
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.039	0.07	0.08	0.07
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.10	0.09	0.11	0.10
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.079	<0.1	<0.1	<0.1
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.046	<0.06	<0.06	<0.06
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.011	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.064	<0.09	<0.09	<0.09
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.050	<0.1	<0.1	<0.1
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.015	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.012	<0.06	<0.06	<0.06
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.033	<0.07	<0.07	<0.07
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.023	<0.07	<0.07	<0.07
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.029	<0.06	<0.06	<0.06
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.70	0.69	0.73	0.70
変動係数(%)					2.8

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 39 機器分析法検証試験の測定結果処理 2→GC/QMS: 試料 B)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/QMS による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.33	0.34	0.30	0.35	0.33	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.38	0.40	0.56	0.46	0.47	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.73	0.82	0.80	0.88	0.83	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.41	0.43	0.46	0.45	0.45	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2.3	2.2	2.3	2.2	2.2	
OCDD	1.6	1.6	1.7	1.6	1.7	
2,3,7,8-TeCDF	0.16	0.17	0.15	0.16	0.16	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.18	0.15	0.12	0.14	0.14	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.35	0.35	0.38	0.34	0.36	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.36	0.22	0.24	0.25	0.24	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.28	0.31	0.32	0.36	0.33	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.03	0.13	0.12	0.14	0.13	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.47	0.58	0.56	0.50	0.55	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.93	0.93	0.95	0.94	0.94	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.18	0.17	0.24	0.20	0.20	
OCDF	0.49	0.52	0.49	0.52	0.51	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.073	0.089	0.085	0.10	0.090
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.27	0.24	0.27	0.28	0.26
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.23	0.21	0.26	0.22	0.23
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.045	0.10	0.11	0.09	0.10
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.62	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	(0.016)	0.10	0.09	0.09	0.09
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.074	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.072	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.022	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.028	<0.07	<0.07	<0.07	<0.07
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.071	<0.07	<0.07	<0.07	<0.07
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.042	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.84	0.81	0.80	0.84	0.82
変動係数(%)					5.7	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 40 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/QMS: 試料 C)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/QMS による測定値			
		1	2	3	平均値
2,3,7,8-TeCDD	0.11	0.13	0.11	0.11	0.12
1,2,3,7,8-PeCDD	0.85	0.81	0.80	0.80	0.80
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1.2	1.1	1.1	1.1	1.1
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.8	2.6	2.8	2.8	2.7
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.8	1.8	2.0	2.0	2.0
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	14	15	15	15	15
OCDD	16	18	18	18	18
2,3,7,8-TeCDF	0.60	0.46	0.55	0.55	0.52
1,2,3,7,8-PeCDF	0.97	0.71	0.88	0.88	0.82
2,3,4,7,8-PeCDF	1.6	1.7	1.9	1.9	1.8
1,2,3,6,9-PeCDF					
1,2,3,4,7,8-HxCDF	1.5	1.4	1.5	1.5	1.5
1,2,3,6,7,8-HxCDF	2.0	2.1	2.4	2.4	2.3
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.22	0.83	0.98	0.98	0.93
1,2,3,4,8,9-HxCDF					
2,3,4,6,7,8-HxCDF	3.4	3.9	4.1	4.1	4.0
1,2,3,6,8,9-HxCDF					
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	7.4	6.7	7.6	7.3	7.2
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	1.4	1.6	1.9	1.7	1.7
OCDF	6.1	6.3	5.9	5.9	6.0
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.35	0.32	0.25	0.28
3,3',4,4'-TeCB	#77	1.0	1.1	1.0	1.0
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.0	0.99	1.1	1.0
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.062	0.42	0.37	0.39
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.082	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.33	0.40	0.40	0.40
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.43	0.58	0.48	0.48
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.12	0.40	0.33	0.46
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.15	0.31	0.34	0.34
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.4	0.28	0.36	0.31
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.28	0.31	0.27	0.27
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.34	0.43	0.40	0.40
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	3.2	3.3	3.4	3.4	3.3
変動係数(%)					3.2

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 41 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/QMS: 試料 D)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/QMS による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.41	0.31	0.30	0.31	0.31	
1,2,3,7,8-PeCDD	3.1	3.1	3.3	3.2	3.2	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	2.9	3.3	3.3	3.1	3.2	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	6.0	6.2	6.5	6.0	6.2	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	4.9	4.9	4.7	4.5	4.7	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	26	24	25	26	25	
OCDD	25	24	24	24	24	
2,3,7,8-TeCDF	2.8	2.1	2.3	2.2	2.2	
1,2,3,7,8-PeCDF	4.3	3.5	3.8	3.8	3.7	
2,3,4,7,8-PeCDF	5.3	5.9	6.1	6.3	6.1	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	5.3	4.9	4.8	4.4	4.7	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	6.0	5.5	5.1	5.1	5.2	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.51	1.6	1.7	1.8	1.7	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	6.2	5.8	5.9	5.6	5.8	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	14	15	16	15	15	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2.1	2.0	2.3	2.0	2.1	
OCDF	5.7	4.9	5.1	5.3	5.1	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.64	0.56	0.52	0.58	0.55
3,3',4,4'-TeCB	#77	2.1	2.2	2.1	2.3	2.2
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.9	2.2	2.1	2.1	2.1
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.32	0.55	0.61	0.54	0.57
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.16	0.15	0.16	0.16	0.16
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.49	0.71	0.75	0.66	0.71
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.63	0.64	0.73	0.67	0.68
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.18	0.47	0.49	0.53	0.50
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.25	0.42	0.38	0.44	0.41
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.59	0.44	0.50	0.49	0.48
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.37	0.37	0.36	0.33	0.35
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.54	0.59	0.59	0.60	0.60
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	9.3	9.4	9.6	9.4	9.5	
変動係数(%)					1.5	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 42 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/QMS: 試料 E)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/QMS による測定値			
		1	2	3	平均値
2,3,7,8-TeCDD	(0.013)	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
1,2,3,7,8-PeCDD	0.045	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.040	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.11	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.087	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.61	0.44	0.44	0.47	0.45
OCDD	0.86	0.48	0.49	0.57	0.51
2,3,7,8-TeCDF	0.10	0.11	0.10	0.09	0.10
1,2,3,7,8-PeCDF	0.13	0.10	0.11	0.14	0.12
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.20	0.20	0.16	0.19
1,2,3,6,9-PeCDF					
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.12	0.09	0.09	0.08	0.08
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.16	0.15	0.11	0.14
1,2,3,7,8,9-HxCDF	(0.027)	0.11	0.09	0.09	0.09
1,2,3,4,8,9-HxCDF					
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.14	0.15	0.12	0.15	0.14
1,2,3,6,8,9-HxCDF					
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.29	0.22	0.22	0.23	0.22
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.091	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
OCDF	0.20	0.15	0.14	0.14	0.14
3,4,4',5'-TeCB	#81 (0.014)	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
3,3',4,4'-TeCB	#77 0.040	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
3,3',4,4',5'-PeCB	#126 0.030	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169 (0.017)	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
2',3,4,4',5'-PeCB	#123 <0.006	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106 0.059	<0.09	<0.09	<0.09	<0.09
2,3,3',4,4'-PeCB	#105 0.039	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122 (0.007)	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128 (0.011)	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156 0.023	<0.07	<0.07	<0.07	<0.07
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157 (0.019)	<0.07	<0.07	<0.07	<0.07
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189 0.017	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	0.18	0.13	0.12	0.11	0.12
変動係数(%)					5.5

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 43 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/QMS: 試料 A)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/QMS による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.22	0.20	0.20	0.20	0.20	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.32	0.30	0.30	0.30	0.30	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	1.2	1.2	1.2	1.4	1.3	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.93	1.0	0.9	1.1	1.0	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	6.1	6.2	5.8	5.9	6.0	
OCDD	5.1	4.1	4.5	4.2	4.3	
2,3,7,8-TeCDF	0.065	0.08	0.08	0.07	0.08	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.084	0.20	0.10	0.10	0.10	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.20	0.20	0.10	0.20	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.11	0.10	0.12	0.10	0.11	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.16	0.15	0.11	0.14	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.031	0.14	0.11	0.12	0.12	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.21	0.30	0.20	0.30	0.30	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.38	0.38	0.41	0.39	0.39	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	
OCDF	0.21	0.22	0.26	0.20	0.23	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.039	0.07	0.08	0.08	0.08
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.10	0.12	0.11	0.11	0.11
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.079	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.046	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.011	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.064	<0.09	<0.09	<0.09	<0.09
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.050	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.015	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.012	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.033	<0.07	<0.07	<0.07	<0.07
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.023	<0.07	<0.07	<0.07	<0.07
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.029	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.70	0.66	0.63	0.64	0.66
変動係数(%)					2.4	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 44 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/QMS: 試料 B)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/QMS による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.33	0.36	0.37	0.33	0.35	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.38	0.46	0.43	0.47	0.45	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.73	0.79	0.74	0.85	0.79	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.41	0.43	0.43	0.44	0.43	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2.3	2.3	2.2	2.2	2.3	
OCDD	1.6	1.7	1.7	1.5	1.6	
2,3,7,8-TeCDF	0.16	0.25	0.22	0.22	0.23	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.18	0.13	0.16	0.17	0.16	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.35	0.37	0.37	0.38	0.37	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.36	0.27	0.23	0.20	0.23	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.28	0.34	0.41	0.40	0.38	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.03	0.18	0.14	0.19	0.17	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.47	0.57	0.61	0.58	0.59	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.93	0.84	0.92	0.86	0.87	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.18	0.24	0.22	0.22	0.23	
OCDF	0.49	0.53	0.51	0.52	0.52	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.073	0.09	0.09	0.10	0.10
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.27	0.29	0.29	0.24	0.27
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.23	0.26	0.28	0.29	0.28
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.045	0.10	0.10	0.08	0.09
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.62	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	(0.016)	0.15	0.13	0.13	0.14
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.074	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.072	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.022	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.028	<0.07	<0.07	<0.07	<0.07
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.071	<0.07	<0.07	<0.07	<0.07
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.042	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.84	0.87	0.87	0.85	0.86
					変動係数(%)	5.4

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 45 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/QMS: 試料 C)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/QMS による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.11	0.13	0.10	0.13	0.12	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.85	0.94	0.78	0.96	0.89	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1.2	1.1	0.80	1.0	0.98	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.8	2.8	2.8	2.8	2.8	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.8	1.9	2.1	2.3	2.1	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	14	13	14	14	14	
OCDD	16	18	18	18	18	
2,3,7,8-TeCDF	0.60	0.57	0.58	0.59	0.58	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.97	0.94	0.92	0.94	0.94	
2,3,4,7,8-PeCDF	1.6	1.6	1.7	1.7	1.7	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	1.5	1.2	1.5	1.0	1.2	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	2.0	2.1	2.3	2.1	2.2	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.22	0.83	0.90	0.88	0.87	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	3.4	4.0	4.0	4.1	4.1	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	7.4	7.2	7.6	7.1	7.3	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	1.4	1.5	1.6	1.6	1.6	
OCDF	6.1	6.3	6.3	6.5	6.4	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.35	0.25	0.31	0.24	0.27
3,3',4,4'-TeCB	#77	1.0	0.88	1.0	0.94	0.95
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.0	1.2	1.1	1.2	1.2
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.062	0.39	0.35	0.43	0.39
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.082	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.33	0.43	0.47	0.40	0.43
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.43	0.42	0.54	0.45	0.47
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.12	0.47	0.42	0.52	0.47
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.15	0.17	0.23	0.22	0.21
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.4	0.38	0.32	0.41	0.37
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.28	0.32	0.26	0.34	0.31
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.34	0.45	0.51	0.45	0.47
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	3.2	3.4	3.3	3.5	3.4	
変動係数(%)					3.4	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 46 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/QMS: 試料 D)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/QMS による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.41	0.36	0.34	0.34	0.34	
1,2,3,7,8-PeCDD	3.1	3.1	3.0	3.1	3.0	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	2.9	3.4	3.3	3.2	3.3	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	6.0	6.6	6.5	6.6	6.5	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	4.9	5.3	4.8	5.4	5.2	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	26	26	24	25	25	
OCDD	25	27	26	26	26	
2,3,7,8-TeCDF	2.8	2.7	2.7	2.7	2.7	
1,2,3,7,8-PeCDF	4.3	4.2	4.0	4.2	4.1	
2,3,4,7,8-PeCDF	5.3	6.2	6.1	6.0	6.1	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	5.3	5.0	4.8	4.8	4.9	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	6.0	6.2	6.1	6.9	6.4	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.51	1.8	1.8	1.7	1.8	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	6.2	7.8	7.5	7.4	7.6	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	14	13	13	14	13	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2.1	2.3	2.3	2.0	2.2	
OCDF	5.7	5.4	5.3	5.3	5.3	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.64	0.64	0.65	0.67	0.65
3,3',4,4'-TeCB	#77	2.1	2.1	2.0	2.2	2.1
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.9	2.0	2.0	1.9	1.9
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.32	0.67	0.65	0.68	0.67
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.16	0.14	0.15	0.15	0.14
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.49	0.68	0.70	0.64	0.67
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.63	0.63	0.60	0.64	0.62
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.18	0.38	0.46	0.44	0.43
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.25	0.27	0.30	0.25	0.27
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.59	0.63	0.63	0.67	0.64
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.37	0.35	0.36	0.34	0.35
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.54	0.62	0.63	0.57	0.61
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	9.3	9.9	9.6	9.8	9.8	
変動係数(%)					1.4	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 47 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/QMS: 試料 E)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/QMS による測定値			
		1	2	3	平均値
2,3,7,8-TeCDD	(0.013)	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
1,2,3,7,8-PeCDD	0.045	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.040	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.11	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.087	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.61	0.53	0.41	0.47	0.47
OCDD	0.86	0.54	0.52	0.60	0.55
2,3,7,8-TeCDF	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
1,2,3,7,8-PeCDF	0.13	0.13	0.18	0.13	0.15
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.15	0.16	0.15	0.15
1,2,3,6,9-PeCDF					
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.12	0.13	0.12	0.13	0.13
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.14	0.16	0.16	0.15
1,2,3,7,8,9-HxCDF	(0.027)	0.16	0.14	0.16	0.15
1,2,3,4,8,9-HxCDF					
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.14	0.18	0.19	0.19	0.19
1,2,3,6,8,9-HxCDF					
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.29	0.23	0.24	0.23	0.23
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.091	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
OCDF	0.20	0.17	0.15	0.15	0.16
3,4,4',5'-TeCB	#81 (0.014)	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
3,3',4,4'-TeCB	#77 0.040	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
3,3',4,4',5'-PeCB	#126 0.030	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169 (0.017)	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
2',3,4,4',5'-PeCB	#123 <0.006	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106 0.059	<0.09	<0.09	<0.09	<0.09
2,3,3',4,4'-PeCB	#105 0.039	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122 (0.007)	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128 (0.011)	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156 0.023	<0.07	<0.07	<0.07	<0.07
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157 (0.019)	<0.07	<0.07	<0.07	<0.07
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189 0.017	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	0.18	0.13	0.13	0.13	0.13
変動係数(%)					1.4

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 48 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/ITMS/MS 法: 試料 A)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/ITMS/MS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	(0.05)	0.07	0.09	0.07	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.22	0.17	0.23	0.16	0.19	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.32	0.33	0.30	0.26	0.30	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	1.2	1.3	1.2	1.4	1.3	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.93	0.75	0.81	1.0	0.85	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	6.1	6.7	6.1	5.2	6.0	
OCDD	5.1	3.9	3.5	3.5	3.6	
2,3,7,8-TeCDF	0.065	(0.07)	(0.06)	(0.06)	(0.06)	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.084	(0.09)	0.09	0.09	0.09	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.15	0.15	0.12	0.14	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.11	0.14	0.14	0.12	0.13	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.11	0.14	0.15	0.13	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.031	(0.09)	(0.09)	(0.08)	(0.09)	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.21	0.23	0.24	0.23	0.23	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.38	0.35	0.35	0.43	0.38	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.09	0.11	0.10	(0.07)	0.09	
OCDF	0.21	(0.2)	(0.2)	(0.1)	(0.2)	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.039	(0.04)	(0.03)	(0.03)	(0.03)
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.10	0.08	0.07	(0.07)	0.07
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.079	(0.06)	(0.06)	(0.05)	(0.06)
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.046	(0.02)	(0.03)	<0.05	(0.03)
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.011	<0.08	<0.08	<0.08	<0.08
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.064	(0.05)	0.07	0.07	0.06
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.050	(0.09)	(0.03)	(0.05)	(0.06)
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.015	(0.02)	<0.08	(0.03)	(0.03)
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.012	<0.05	(0.03)	(0.02)	(0.03)
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.033	(0.05)	(0.03)	0.05	0.05
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.023	(0.02)	(0.02)	(0.03)	(0.02)
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.029	(0.02)	(0.02)	(0.02)	(0.02)
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.70	0.65	0.72	0.68	0.68
					変動係数(%)	5.1

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 49 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/ITMS/MS 法: 試料 B)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/ITMS/MS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	(0.04)	(0.06)	(0.04)	(0.05)	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.33	0.47	0.35	0.38	0.40	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.38	0.33	0.33	0.31	0.32	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.73	0.74	0.67	0.64	0.68	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.41	0.29	0.33	0.34	0.32	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2.3	2.0	2.1	2.1	2.1	
OCDD	1.6	1.3	1.3	1.4	1.3	
2,3,7,8-TeCDF	0.16	0.20	0.14	0.13	0.16	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.18	0.12	0.19	0.15	0.15	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.35	0.31	0.39	0.40	0.37	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.36	0.26	0.26	0.24	0.25	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.28	0.21	0.30	0.27	0.26	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.03	(0.09)	(0.09)	0.11	0.10	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.47	0.69	0.53	0.55	0.59	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.93	0.76	0.83	0.90	0.83	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.18	0.24	0.23	0.14	0.20	
OCDF	0.49	0.50	0.60	0.40	0.50	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.073	0.06	0.07	0.06	0.06
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.27	0.26	0.24	0.27	0.26
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.23	0.23	0.22	0.23	0.23
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.045	(0.05)	(0.05)	0.05	0.05
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.62	(0.03)	(0.04)	(0.03)	(0.03)
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	(0.016)	0.14	0.16	0.09	0.13
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.074	0.15	0.15	0.14	0.15
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.072	(0.05)	(0.05)	(0.06)	(0.05)
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.022	(0.05)	(0.04)	0.06	0.05
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.028	0.05	0.10	0.06	0.07
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.071	(0.05)	<0.02	0.06	0.06
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.042	0.06	0.06	0.05	0.06
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.84	0.94	0.85	0.86	0.89
変動係数(%)					5.6	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 50 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/ITMS/MS 法: 試料 C)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/ITMS/MS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.11	0.11	0.11	0.13	0.12	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.85	0.87	0.68	0.83	0.79	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1.2	0.95	1.0	0.91	0.95	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.8	3.0	2.6	3.0	2.9	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.8	1.9	2.0	1.6	1.8	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	14	16	14	14	15	
OCDD	16	17	16	16	16	
2,3,7,8-TeCDF	0.60	0.40	0.41	0.53	0.45	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.97	0.75	0.70	0.85	0.77	
2,3,4,7,8-PeCDF	1.6	1.6	1.5	1.8	1.6	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	1.5	1.5	1.7	1.3	1.5	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	2.0	2.0	1.6	2.0	1.9	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.22	0.70	0.80	0.79	0.76	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	3.4	4.8	4.3	3.9	4.3	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	7.4	8.0	7.3	7.4	7.6	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	1.4	1.6	1.5	1.6	1.6	
OCDF	6.1	5.6	6.3	5.9	5.9	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.35	0.33	0.28	0.34	0.32
3,3',4,4'-TeCB	#77	1.0	0.94	1.1	1.0	1.0
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.0	1.0	0.86	0.95	0.94
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.062	0.29	0.31	0.31	0.30
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.082	(0.06)	(0.07)	(0.07)	(0.07)
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.33	0.42	0.42	0.32	0.39
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.43	0.62	0.67	0.65	0.65
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.12	0.21	0.20	0.25	0.22
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.15	0.26	0.26	0.21	0.24
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.4	0.50	0.47	0.45	0.47
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.28	0.28	0.27	0.25	0.27
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.34	0.31	0.33	0.28	0.31
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		3.2	3.4	3.0	3.3	3.2
変動係数(%)					6.4	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 51 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/ITMS/MS 法: 試料 D)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/ITMS/MS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.41	0.60	0.57	0.51	0.56	
1,2,3,7,8-PeCDD	3.1	3.0	3.4	3.4	3.3	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	2.9	2.8	2.7	2.5	2.7	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	6.0	6.8	5.0	5.2	5.7	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	4.9	3.7	4.4	4.4	4.2	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	26	27	25	31	28	
OCDD	25	22	26	22	23	
2,3,7,8-TeCDF	2.8	2.5	2.1	2.0	2.2	
1,2,3,7,8-PeCDF	4.3	4.0	4.5	4.3	4.3	
2,3,4,7,8-PeCDF	5.3	5.4	6.2	6.6	6.1	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	5.3	5.1	4.7	4.7	4.8	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	6.0	7.0	5.9	5.5	6.1	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.51	1.5	1.3	1.2	1.3	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	6.2	5.9	7.0	8.5	7.1	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	14	13	12	14	13	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2.1	2.1	1.8	2.2	2.0	
OCDF	5.7	4.4	5.2	4.9	4.8	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.64	0.75	0.61	0.61	0.66
3,3',4,4'-TeCB	#77	2.1	2.2	2.4	2.2	2.3
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.9	1.8	1.3	1.6	1.6
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.32	0.49	0.45	0.44	0.46
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.16	0.16	0.18	0.20	0.18
2,3',4,4',5'-PeCB	#118	0.49	0.76	0.73	0.55	0.68
#106						
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.63	0.86	0.94	0.71	0.84
2,3,4,4',5'-PeCB	#114	0.18	0.27	0.28	0.30	0.28
#122						
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167	0.25	0.30	0.34	0.34	0.33
#128						
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.59	0.72	0.71	0.64	0.69
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.37	0.35	0.36	0.35	0.35
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.54	0.44	0.49	0.43	0.45
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	9.3	9.5	9.8	10	9.8	
変動係数(%)					2.6	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 52 機器分析法検証試験の測定結果(処理 2→GC/ITMS/MS 法: 試料 E)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/ITMS/MS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.22	<0.03	<0.03	(0.04)	(0.04)	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.32	(0.05)	(0.03)	(0.05)	(0.04)	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	1.2	0.11	0.19	0.17	0.16	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.93	(0.05)	(0.06)	(0.07)	(0.06)	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	6.1	0.41	0.45	0.50	0.45	
OCDD	5.1	0.48	0.45	0.32	0.42	
2,3,7,8-TeCDF	0.065	(0.03)	(0.07)	(0.05)	(0.05)	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.084	0.13	0.16	(0.07)	0.12	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.22	0.32	0.22	0.25	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.11	0.10	0.11	0.1	0.10	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.14	0.12	0.17	0.14	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.031	(0.1)	(0.07)	(0.06)	(0.08)	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.21	0.15	0.13	0.12	0.13	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.38	0.25	0.23	0.24	0.24	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.09	(0.05)	(0.08)	(0.06)	(0.06)	
OCDF	0.21	<0.1	(0.1)	(0.2)	(0.2)	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.039	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.10	(0.05)	(0.02)	(0.04)	(0.04)
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.079	(0.04)	(0.05)	<0.03	(0.05)
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.046	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.011	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.064	(0.03)	0.07	0.10	0.07
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.050	(0.06)	<0.02	<0.02	(0.06)
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.015	<0.02	(0.09)	(0.06)	(0.08)
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.012	(0.03)	(0.02)	(0.03)	(0.03)
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.033	(0.03)	<0.02	(0.03)	(0.03)
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.023	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.029	(0.01)	(0.01)	(0.02)	(0.01)
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.70	0.15	0.19	0.20	0.18
変動係数(%)					15	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 53 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/ITMS/MS 法: 試料 A)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/ITMS/MS 法による測定値			
		1	2	3	平均値
2,3,7,8-TeCDD	0.054	(0.06)	(0.06)	(0.06)	(0.06)
1,2,3,7,8-PeCDD	0.22	0.21	0.26	0.22	0.23
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.32	0.25	0.31	0.30	0.29
1,2,3,6,7,8-HxCDD	1.2	1.3	1.5	1.1	1.3
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.93	0.81	1.0	0.89	0.90
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	6.1	6.6	5.1	6.0	5.9
OCDD	5.1	3.0	3.9	3.6	3.5
2,3,7,8-TeCDF	0.065	(0.05)	(0.06)	(0.07)	(0.06)
1,2,3,7,8-PeCDF	0.084	0.11	0.12	0.13	0.12
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	(0.10)	0.15	0.14	0.15
1,2,3,6,9-PeCDF					
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.11	0.08	0.19	0.16	0.14
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.16	0.13	0.13	0.14
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.031	(0.08)	(0.08)	(0.06)	(0.07)
1,2,3,4,8,9-HxCDF					
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.21	0.27	0.25	0.25	0.26
1,2,3,6,8,9-HxCDF					
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.38	0.25	0.34	0.31	0.30
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.09	0.12	0.09	0.10	0.10
OCDF	0.21	(0.3)	(0.2)	(0.2)	(0.2)
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.039	(0.03)	(0.03)	(0.03)
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.10	0.12	0.13	0.08
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.079	(0.04)	(0.06)	(0.09)
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.046	(0.03)	(0.04)	(0.03)
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.011	(0.02)	<0.02	<0.02
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.064	0.12	0.11	0.11
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.050	(0.06)	(0.07)	(0.09)
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.015	(0.04)	(0.03)	(0.04)
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.012	(0.02)	<0.02	<0.02
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.033	<0.02	(0.05)	(0.05)
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.023	(0.04)	(0.03)	(0.04)
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.029	(0.03)	(0.03)	(0.02)
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	0.70	0.68	0.78	0.70	0.72
変動係数(%)					7.3

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 54 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/ITMS/MS 法: 試料 B)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/ITMS/MS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	(0.06)	(0.05)	(0.06)	(0.06)	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.33	0.34	0.30	0.23	0.29	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.38	0.32	0.32	0.33	0.32	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.73	0.65	0.74	0.73	0.71	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.41	0.37	0.41	0.43	0.40	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2.3	2.5	2.3	2.4	2.4	
OCDD	1.6	0.96	1.3	1.2	1.2	
2,3,7,8-TeCDF	0.16	0.15	0.17	0.14	0.15	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.18	0.16	0.13	0.13	0.14	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.35	0.27	0.33	0.34	0.31	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.36	0.24	0.24	0.26	0.25	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.28	0.30	0.30	0.27	0.29	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.03	0.28	0.24	0.21	0.24	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.47	0.50	0.54	0.58	0.54	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.93	0.66	0.75	0.74	0.72	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.18	0.22	0.18	0.12	0.17	
OCDF	0.49	0.6	0.5	0.3	0.47	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.073	0.08	0.08	0.06	0.07
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.27	0.25	0.23	0.24	0.24
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.23	0.17	0.13	0.22	0.17
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.045	0.06	0.08	0.07	0.07
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.62	(0.03)	(0.03)	<0.02	(0.03)
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	(0.016)	0.15	0.19	0.12	0.15
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.074	(0.11)	0.12	0.15	0.05
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.072	<0.02	(0.03)	(0.04)	(0.04)
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.022	(0.03)	(0.02)	<0.02	(0.03)
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.028	0.08	0.08	0.06	0.07
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.071	(0.04)	(0.05)	(0.04)	(0.04)
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.042	0.05	0.07	0.05	0.06
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.84	0.82	0.80	0.75	0.79
					変動係数(%)	4.6

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 55 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/ITMS/MS 法: 試料 C)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/ITMS/MS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.11	0.11	0.13	0.11	0.12	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.85	0.75	0.87	0.81	0.81	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1.2	0.91	1.0	1.3	1.1	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.8	3.2	2.6	2.9	2.9	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.8	1.4	1.5	1.6	1.5	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	14	14	13	13	13	
OCDD	16	16	15	14	15	
2,3,7,8-TeCDF	0.60	0.52	0.56	0.47	0.52	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.97	1.1	1.0	0.97	1.0	
2,3,4,7,8-PeCDF	1.6	1.6	1.7	1.8	1.7	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	1.5	1.5	1.3	1.5	1.4	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	2.0	1.9	1.9	2.0	1.9	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.22	0.92	0.92	1.0	0.95	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	3.4	4.4	4.3	3.3	4.0	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	7.4	7.8	7.9	8.4	8.0	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	1.4	1.4	1.5	1.6	1.5	
OCDF	6.1	5.6	6.2	6.3	6.0	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.35	0.34	0.32	0.33	0.33
3,3',4,4'-TeCB	#77	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.0	0.85	0.97	0.85	0.89
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.062	0.36	0.33	0.34	0.34
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.082	0.14	0.09	0.09	0.11
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.33	0.46	0.37	0.43	0.42
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.43	0.57	0.53	0.55	0.55
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.12	0.18	0.18	0.22	0.19
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.15	0.14	0.21	0.18	0.18
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.4	0.43	0.40	0.46	0.43
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.28	0.29	0.30	0.25	0.28
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.34	0.34	0.28	0.33	0.32
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	3.2	3.2	3.3	3.2	3.2	
変動係数(%)					1.8	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 56 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/ITMS/MS 法: 試料 D)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/ITMS/MS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.41	0.52	0.54	0.56	0.54	
1,2,3,7,8-PeCDD	3.1	2.5	3.0	2.7	2.7	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	2.9	3.1	2.6	2.8	2.8	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	6.0	5.3	5.3	5.8	5.5	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	4.9	4.1	3.5	4.2	3.9	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	26	28	23	29	27	
OCDD	25	21	21	23	22	
2,3,7,8-TeCDF	2.8	2.4	2.5	2.1	2.3	
1,2,3,7,8-PeCDF	4.3	3.3	3.9	4.0	3.7	
2,3,4,7,8-PeCDF	5.3	5.2	6.2	5.9	5.8	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	5.3	5.7	5.8	4.9	5.5	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	6.0	5.4	5.1	5.6	5.4	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.51	1.7	1.7	1.5	1.6	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	6.2	8.5	7.5	7.3	7.8	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	14	12	15	14	14	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2.1	2.1	2.2	2.0	2.1	
OCDF	5.7	6.1	5.0	4.8	5.3	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.64	0.71	0.65	0.56	0.64
3,3',4,4'-TeCB	#77	2.1	2.4	2.2	2.0	2.2
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.9	1.6	1.5	1.8	1.6
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.32	0.57	0.40	0.47	0.48
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.16	0.13	0.14	0.16	0.14
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.49	0.50	0.59	0.66	0.58
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.63	0.56	0.89	0.70	0.72
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.18	0.41	0.31	0.22	0.31
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.25	0.24	0.24	0.25	0.24
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.59	0.62	0.64	0.48	0.58
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.37	0.29	0.33	0.31	0.31
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.54	0.50	0.50	0.44	0.48
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	9.3	8.9	9.5	9.2	9.2	
変動係数(%)					3.3	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 57 機器分析法検証試験の測定結果(処理 3→GC/ITMS/MS 法: 試料 E)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/ITMS/MS 法による測定値			
		1	2	3	平均値
2,3,7,8-TeCDD	(0.013)	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
1,2,3,7,8-PeCDD	0.045	(0.06)	(0.06)	<0.03	(0.06)
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.040	(0.04)	(0.06)	(0.03)	(0.04)
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.11	0.13	0.12	0.13	0.13
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.087	(0.05)	(0.07)	(0.04)	(0.05)
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.61	0.63	0.39	0.41	0.48
OCDD	0.86	0.50	0.38	0.54	0.47
2,3,7,8-TeCDF	0.10	0.10	0.09	0.11	0.10
1,2,3,7,8-PeCDF	0.13	0.10	0.12	0.12	0.11
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.11	0.14	0.17	0.14
1,2,3,6,9-PeCDF					
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.12	0.13	0.14	0.12	0.13
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.15	0.14	0.15	0.15
1,2,3,7,8,9-HxCDF	(0.027)	(0.08)	(0.08)	(0.08)	(0.08)
1,2,3,4,8,9-HxCDF					
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.14	0.19	0.18	0.17	0.18
1,2,3,6,8,9-HxCDF					
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.29	0.21	0.28	0.27	0.25
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.091	0.08	(0.06)	0.15	0.12
OCDF	0.20	(0.1)	<0.1	(0.1)	(0.1)
3,4,4',5'-TeCB	#81 (0.014)	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
3,3',4,4'-TeCB	#77 0.040	<0.02	(0.03)	(0.03)	(0.03)
3,3',4,4',5'-PeCB	#126 0.030	<0.02	(0.04)	(0.05)	(0.05)
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169 (0.017)	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
2',3,4,4',5'-PeCB	#123 <0.006	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106 0.059	0.11	(0.05)	(0.06)	0.03
2,3,3',4,4'-PeCB	#105 0.039	(0.06)	(0.06)	(0.05)	(0.06)
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122 (0.007)	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128 (0.011)	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156 0.023	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157 (0.019)	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189 0.017	(0.02)	<0.02	(0.01)	(0.02)
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	0.18	0.19	0.21	0.15	0.18
変動係数(%)					15

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 58 機器分析法検証試験(低濃縮試料測定)の測定結果(処理 1→GC/HRMS 法: 試料 A)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 1→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	0.06	0.04	0.04	0.05	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.22	0.20	0.24	0.22	0.22	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.32	0.33	0.42	0.29	0.35	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	1.2	1.3	1.4	1.1	1.3	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.93	0.85	0.77	0.76	0.79	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	6.1	5.7	5.5	6.5	5.9	
OCDD	5.1	3.9	3.9	4.3	4.0	
2,3,7,8-TeCDF	0.065	0.06	0.08	0.08	0.07	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.084	0.10	0.11	0.11	0.11	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.17	0.13	0.17	0.16	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.11	0.11	0.13	0.11	0.12	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.12	0.15	0.15	0.14	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.031	0.07	0.07	0.08	0.07	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.21	0.23	0.24	0.26	0.24	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.38	0.45	0.38	0.34	0.39	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.09	0.06	0.10	0.08	0.08	
OCDF	0.21	0.18	0.15	0.21	0.18	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.039	0.04	0.05	0.05	0.05
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.10	0.09	0.10	0.11	0.10
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.079	0.05	0.08	0.12	0.08
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.046	0.03	0.05	0.05	0.04
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.011	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.064	0.03	0.04	0.04	0.04
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.050	0.05	0.06	0.04	0.05
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.015	0.10	0.15	0.14	0.13
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.012	0.02	0.03	0.04	0.03
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.033	0.03	0.04	0.04	0.04
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.023	(0.02)	0.03	0.03	0.03
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.029	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	0.70	0.69	0.72	0.68	0.70	
変動係数(%)					2.8	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 59 機器分析法検証試験(低濃縮試料測定)の測定結果(処理 1→GC/HRMS 法: 試料 B)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 1→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.054	0.04	0.04	0.07	0.05	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.33	0.35	0.30	0.34	0.33	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.38	0.37	0.29	0.35	0.34	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.73	0.72	0.62	0.71	0.68	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.41	0.30	0.40	0.36	0.35	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2.3	2.1	1.9	2.3	2.1	
OCDD	1.6	1.6	1.4	1.4	1.5	
2,3,7,8-TeCDF	0.16	0.16	0.15	0.19	0.17	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.18	0.18	0.18	0.15	0.17	
2,3,4,7,8-PeCDF	0.35	0.40	0.42	0.40	0.41	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.36	0.18	0.26	0.27	0.24	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.28	0.31	0.37	0.32	0.33	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.03	0.07	0.13	0.13	0.11	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.47	0.67	0.49	0.53	0.56	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.93	0.82	1.1	0.91	0.94	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.18	0.18	0.18	0.16	0.17	
OCDF	0.49	0.50	0.52	0.43	0.48	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.073	0.09	0.10	0.07	0.09
3,3',4,4'-TeCB	#77	0.27	0.23	0.25	0.27	0.25
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.23	0.24	0.23	0.22	0.23
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.045	0.07	0.06	0.07	0.07
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.62	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	(0.016)	0.07	0.11	0.10	0.09
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.074	0.11	0.10	0.13	0.11
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.072	0.09	0.08	0.09	0.09
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.022	0.03	0.06	0.07	0.05
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.028	0.07	0.09	0.06	0.08
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.071	(0.02)	0.04	0.04	0.03
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.042	0.08	0.08	0.08	0.08
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)		0.84	0.85	0.80	0.88	0.84
変動係数(%)					4.8	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 60 機器分析法検証試験(低濃縮試料測定)の測定結果(処理 1→GC/HRMS 法: 試料 C)
単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 1→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.11	0.11	0.11	0.12	0.11	
1,2,3,7,8-PeCDD	0.85	0.80	0.93	0.92	0.88	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1.2	1.0	0.92	0.99	1.0	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.8	2.4	2.2	2.3	2.3	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.8	1.9	1.4	1.5	1.6	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	14	13	13	11	12	
OCDD	16	17	19	17	18	
2,3,7,8-TeCDF	0.60	0.62	0.64	0.57	0.61	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.97	1.2	1.1	1.2	1.2	
2,3,4,7,8-PeCDF	1.6	1.6	1.4	1.2	1.4	
1,2,3,6,9-PeCDF	1.5	1.4	1.3	1.4	1.4	
1,2,3,4,7,8-HxCDF	2.0	2.1	2.2	1.7	2.0	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.22	0.80	0.69	0.69	0.73	
1,2,3,4,8,9-HxCDF	3.4	3.3	4.0	3.8	3.7	
2,3,4,6,7,8-HxCDF	7.4	6.4	8.3	7.6	7.4	
1,2,3,6,8,9-HxCDF	1.4	1.3	1.3	1.5	1.4	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	6.1	6.7	5.6	5.6	6.0	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	6.1	6.7	5.6	5.6	6.0	
OCDF	6.1	6.7	5.6	5.6	6.0	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.35	0.37	0.33	0.41	0.37
3,3',4,4'-TeCB	#77	1.0	1.1	0.94	1.0	1.0
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.0	0.80	0.95	0.91	0.89
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.062	0.36	0.30	0.38	0.35
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.082	0.08	0.08	0.08	0.08
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.33	0.44	0.43	0.40	0.42
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.43	0.63	0.52	0.64	0.60
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.12	0.35	0.31	0.47	0.38
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.15	0.29	0.25	0.27	0.27
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.4	0.40	0.35	0.40	0.38
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.28	0.26	0.28	0.31	0.28
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.34	0.37	0.32	0.33	0.34
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	3.2	3.1	3.2	3.0	3.1	
変動係数(%)					2.0	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 61 機器分析法検証試験(低濃縮試料測定)の測定結果(処理 1→GC/HRMS 法: 試料 D)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 1→GC/HRMS 法による測定値				
		1	2	3	平均値	
2,3,7,8-TeCDD	0.41	0.48	0.45	0.40	0.44	
1,2,3,7,8-PeCDD	3.1	3.4	3.0	3.5	3.3	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	2.9	2.9	2.5	2.5	2.6	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	6.0	5.2	5.9	5.1	5.4	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	4.9	5.0	4.5	4.3	4.6	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	26	24	29	25	26	
OCDD	25	24	28	25	26	
2,3,7,8-TeCDF	2.8	2.7	2.4	2.4	2.5	
1,2,3,7,8-PeCDF	4.3	4.6	4.1	4.1	4.3	
2,3,4,7,8-PeCDF	5.3	6.1	5.5	5.0	5.5	
1,2,3,6,9-PeCDF						
1,2,3,4,7,8-HxCDF	5.3	5.8	5.1	5.6	5.5	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	6.0	6.6	5.8	5.8	6.1	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.51	1.8	1.5	1.4	1.6	
1,2,3,4,8,9-HxCDF						
2,3,4,6,7,8-HxCDF	6.2	7.8	6.4	6.4	6.9	
1,2,3,6,8,9-HxCDF						
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	14	15	14	14	14	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2.1	2.0	1.9	2.0	2.0	
OCDF	5.7	4.8	5.0	4.8	4.9	
3,4,4',5'-TeCB	#81	0.64	0.71	0.61	0.63	0.65
3,3',4,4'-TeCB	#77	2.1	2.2	2.2	2.0	2.1
3,3',4,4',5'-PeCB	#126	1.9	1.6	1.8	1.8	1.7
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.32	0.56	0.55	0.59	0.57
2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.16	0.18	0.14	0.13	0.15
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106	0.49	0.64	0.64	0.68	0.65
2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.63	0.92	0.79	0.91	0.87
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122	0.18	0.24	0.49	0.49	0.41
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128	0.25	0.32	0.34	0.33	0.33
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.59	0.66	0.68	0.58	0.64
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.37	0.32	0.38	0.39	0.36
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.54	0.48	0.56	0.44	0.49
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	9.3	10	9.3	9.5	9.7	
変動係数(%)					5.1	

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

参考表 62 機器分析法検証試験(低濃縮試料測定)の測定結果(処理 1→GC/HRMS 法: 試料 E)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 1→GC/HRMS 法による測定値			
		1	2	3	平均値
2,3,7,8-TeCDD	(0.013)	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03
1,2,3,7,8-PeCDD	0.045	0.03	0.04	0.06	0.04
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.040	0.03	0.05	0.04	0.04
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.11	0.15	0.14	0.16	0.15
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.087	0.07	0.09	0.08	0.08
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.61	0.45	0.53	0.49	0.49
OCDD	0.86	0.59	0.50	0.46	0.52
2,3,7,8-TeCDF	0.10	0.10	0.12	0.16	0.13
1,2,3,7,8-PeCDF	0.13	0.11	0.13	0.13	0.12
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.19	0.17	0.15	0.17
1,2,3,6,9-PeCDF					
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.12	0.12	0.10	0.10	0.11
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.15	0.17	0.12	0.15
1,2,3,7,8,9-HxCDF	(0.027)	0.07	0.09	0.11	0.09
1,2,3,4,8,9-HxCDF					
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.14	0.20	0.21	0.19	0.20
1,2,3,6,8,9-HxCDF					
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.29	0.19	0.26	0.28	0.24
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.091	0.13	0.11	0.09	0.11
OCDF	0.20	0.14	0.14	0.15	0.14
3,4,4',5'-TeCB	#81 (0.014)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
3,3',4,4'-TeCB	#77 0.040	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
3,3',4,4',5'-PeCB	#126 0.030	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169 (0.017)	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
2',3,4,4',5'-PeCB	#123 <0.006	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106 0.059	0.05	0.05	0.05	0.05
2,3,3',4,4'-PeCB	#105 0.039	0.05	0.04	0.03	0.04
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122 (0.007)	0.05	0.05	0.07	0.06
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128 (0.011)	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156 0.023	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157 (0.019)	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189 0.017	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	0.18	0.19	0.20	0.21	0.20
変動係数(%)					6.6

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 63 機器分析法検証試験(試料量増加測定)の測定結果(処理 2→GC/QMS 法: 試料 E)

単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 2→GC/QMS 法による測定値			
		1	2	3	平均値
2,3,7,8-TeCDD	(0.013)	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
1,2,3,7,8-PeCDD	0.045	0.08	0.09	0.07	0.08
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.040	0.03	0.03	0.04	0.03
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.11	0.10	0.10	0.11	0.10
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.087	0.07	0.06	0.08	0.07
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.61	0.42	0.41	0.40	0.41
OCDD	0.86	0.55	0.52	0.53	0.53
2,3,7,8-TeCDF	0.10	0.10	0.11	0.11	0.11
1,2,3,7,8-PeCDF	0.13	0.11	0.10	0.10	0.10
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.18	0.16	0.17	0.17
1,2,3,6,9-PeCDF					
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.12	0.10	0.12	0.10	0.11
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.13	0.13	0.15	0.14
1,2,3,7,8,9-HxCDF	(0.027)	0.08	0.09	0.10	0.09
1,2,3,4,8,9-HxCDF					
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.14	0.15	0.15	0.13	0.14
1,2,3,6,8,9-HxCDF					
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.29	0.18	0.18	0.19	0.18
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.091	0.07	0.08	0.08	0.08
OCDF	0.20	0.09	0.09	0.11	0.10
3,4,4',5'-TeCB	#81 (0.014)	0.02	0.03	0.02	0.02
3,3',4,4'-TeCB	#77 0.040	0.04	0.04	0.03	0.04
3,3',4,4',5'-PeCB	#126 0.030	<0.02	<0.02	0.05	0.05
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169 (0.017)	0.01	0.01	<0.01	0.01
2',3,4,4',5'-PeCB	#123 <0.006	0.04	0.04	0.02	0.03
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106 0.059	0.04	0.05	0.04	0.04
2,3,3',4,4'-PeCB	#105 0.039	0.04	0.04	0.05	0.04
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122 (0.007)	0.05	0.04	0.05	0.05
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128 (0.011)	0.02	0.02	0.04	0.02
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156 0.023	0.07	0.08	0.08	0.08
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157 (0.019)	0.02	0.02	0.02	0.02
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189 0.017	0.03	0.03	0.02	0.03
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	0.18	0.22	0.23	0.21	0.22
変動係数(%)					3.0

* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値

参考表 64 機器分析法検証試験(試料量増加測定)の測定結果(処理 3→GC/QMS 法: 試料 E)

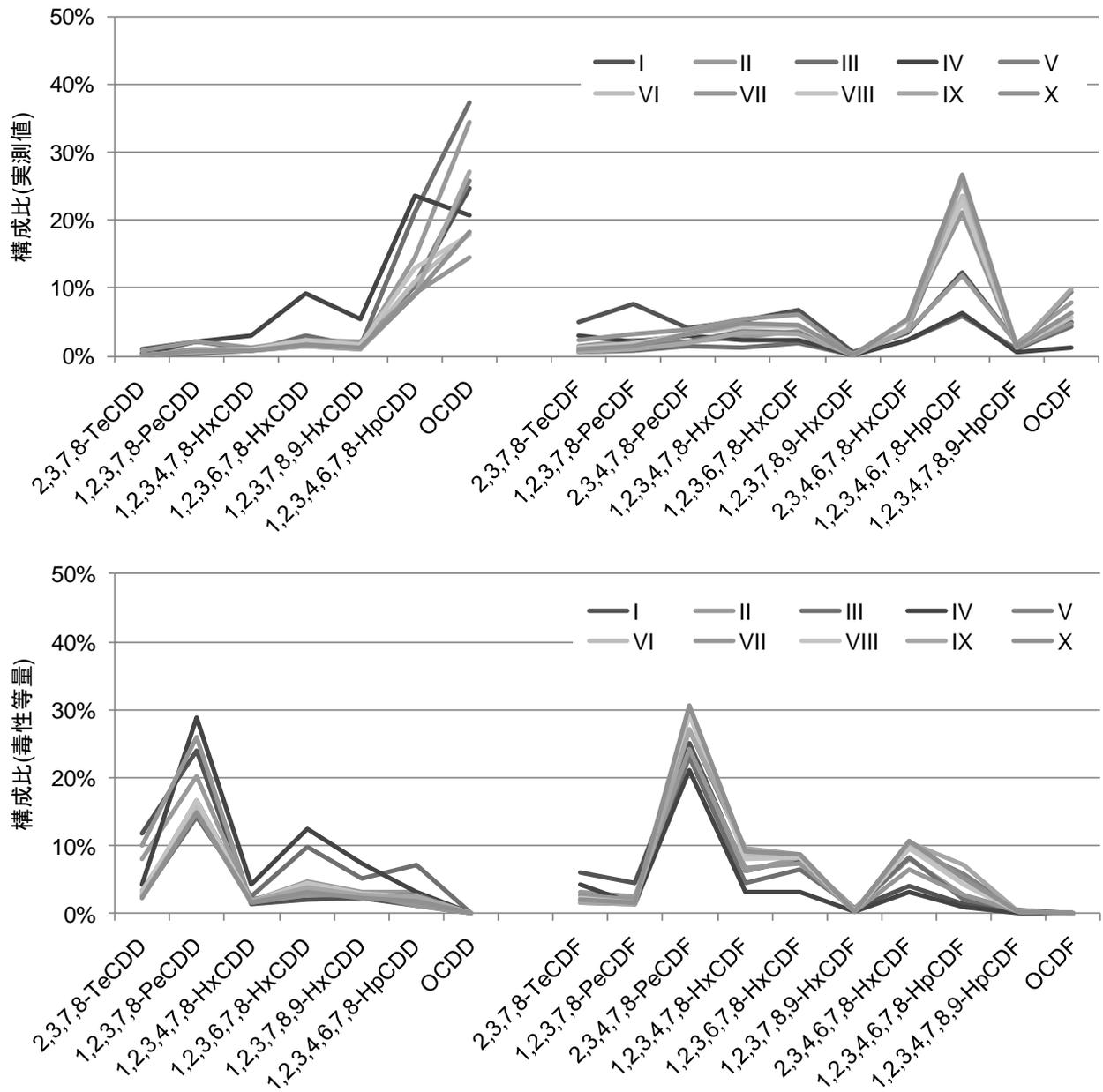
単位 ng/g

	GC/MS 法* 測定値	処理 3→GC/QMS 法による測定値			
		1	2	3	平均値
2,3,7,8-TeCDD	(0.013)	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
1,2,3,7,8-PeCDD	0.045	0.04	0.06	0.06	0.05
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.040	0.05	0.04	0.04	0.04
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.11	0.10	0.11	0.12	0.11
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.087	0.05	0.07	0.05	0.06
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.61	0.41	0.38	0.43	0.41
OCDD	0.86	0.41	0.39	0.53	0.45
2,3,7,8-TeCDF	0.10	0.11	0.11	0.10	0.11
1,2,3,7,8-PeCDF	0.13	0.11	0.12	0.11	0.11
2,3,4,7,8-PeCDF	0.14	0.17	0.17	0.16	0.17
1,2,3,6,9-PeCDF					
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.12	0.10	0.10	0.11	0.11
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.15	0.12	0.14	0.14	0.13
1,2,3,7,8,9-HxCDF	(0.027)	0.08	0.07	0.07	0.07
1,2,3,4,8,9-HxCDF					
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.14	0.16	0.15	0.16	0.16
1,2,3,6,8,9-HxCDF					
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.29	0.19	0.18	0.17	0.18
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.091	0.07	0.07	0.08	0.07
OCDF	0.20	0.10	0.08	0.09	0.09
3,4,4',5'-TeCB	#81 (0.014)	0.02	0.01	0.01	0.01
3,3',4,4'-TeCB	#77 0.040	0.04	0.04	0.03	0.03
3,3',4,4',5'-PeCB	#126 0.030	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169 (0.017)	0.02	0.02	0.02	0.02
2',3,4,4',5'-PeCB	#123 <0.006	0.03	<0.01	<0.01	0.03
2,3',4,4',5'-PeCB	#118 #106 0.059	0.04	0.04	0.04	0.04
2,3,3',4,4'-PeCB	#105 0.039	0.05	0.03	0.04	0.04
2,3,4,4',5'-PeCB	#114 #122 (0.007)	0.06	0.08	0.07	0.07
2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167 #128 (0.011)	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156 0.023	0.11	0.12	0.11	0.11
2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157 (0.019)	0.02	0.02	0.02	0.02
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189 0.017	0.03	0.03	0.03	0.03
PCDD+PCDF+Co-PCB (ng-TEQ/g)	0.18	0.18	0.20	0.19	0.19
変動係数(%)					6.1

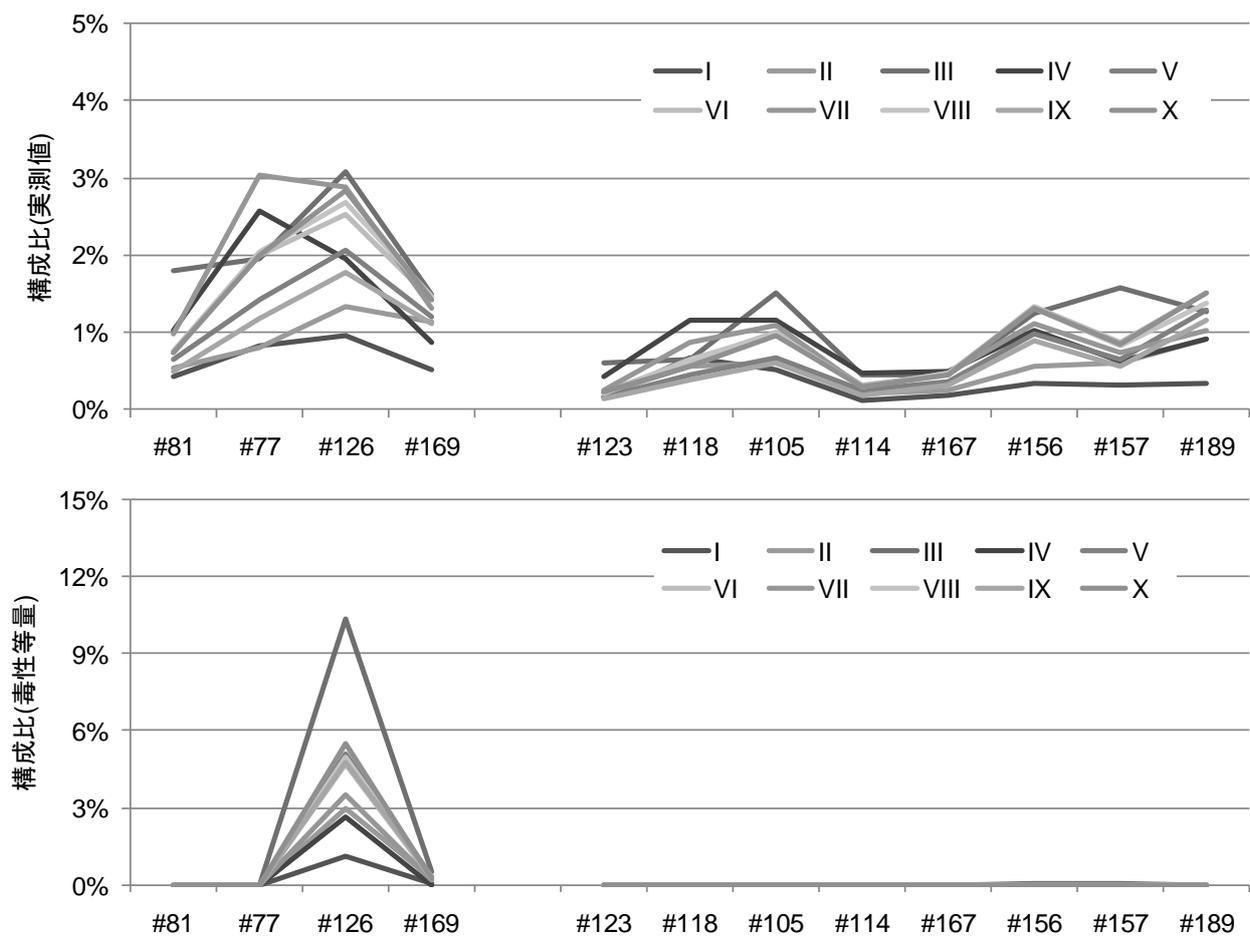
* JIS 法あるいは告示法に規定される GC/MS 法を指す。

斜字体は、測定対象となる Co-PCB のピークと重なる異性体

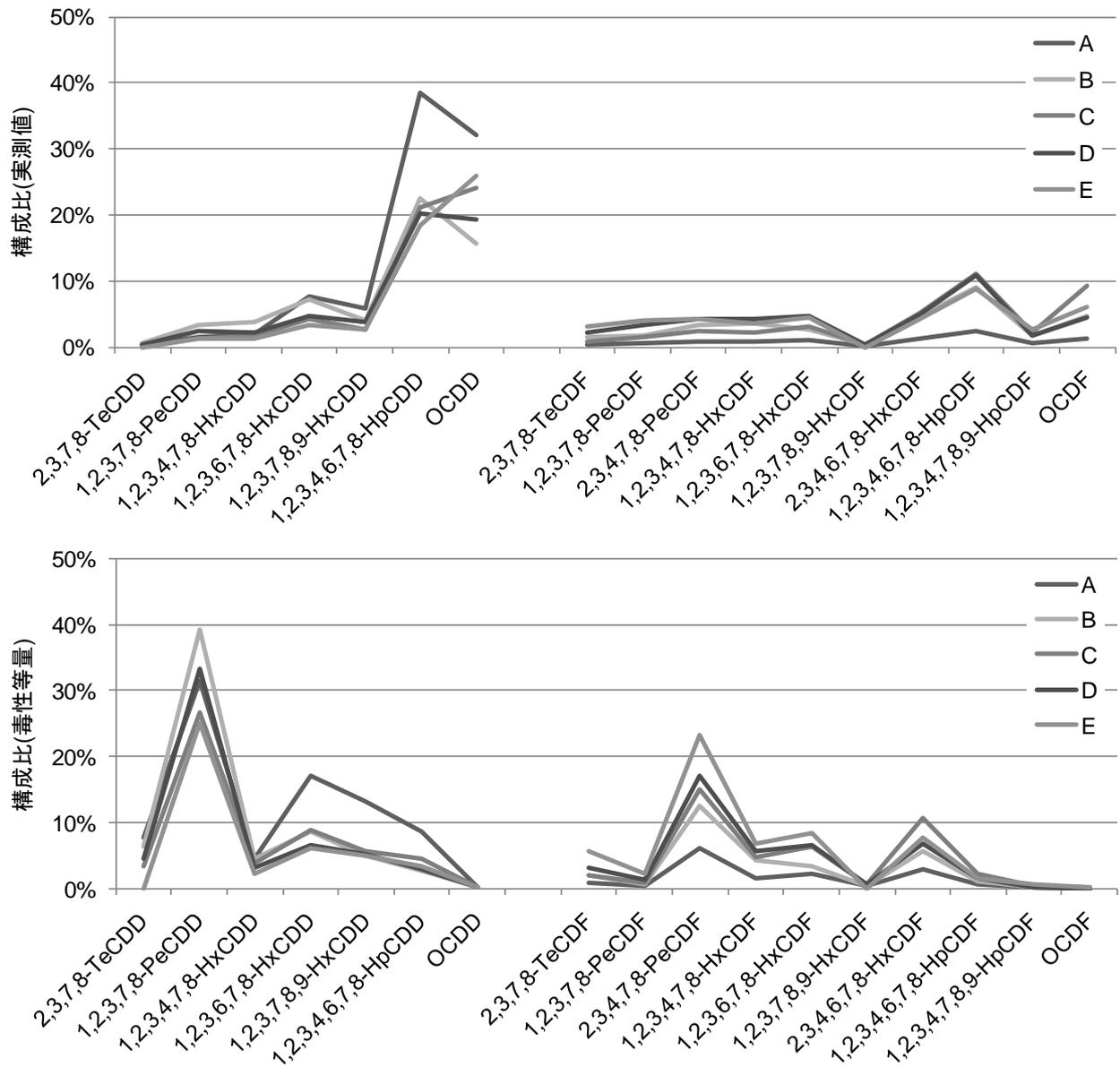
()内の数値は検出下限値以上定量下限値未満の測定値



参考図 1 生物検定法第 1 回検証試験に供した
共通試料の異性体別構成割合 (PCDDs 及び PCDFs)

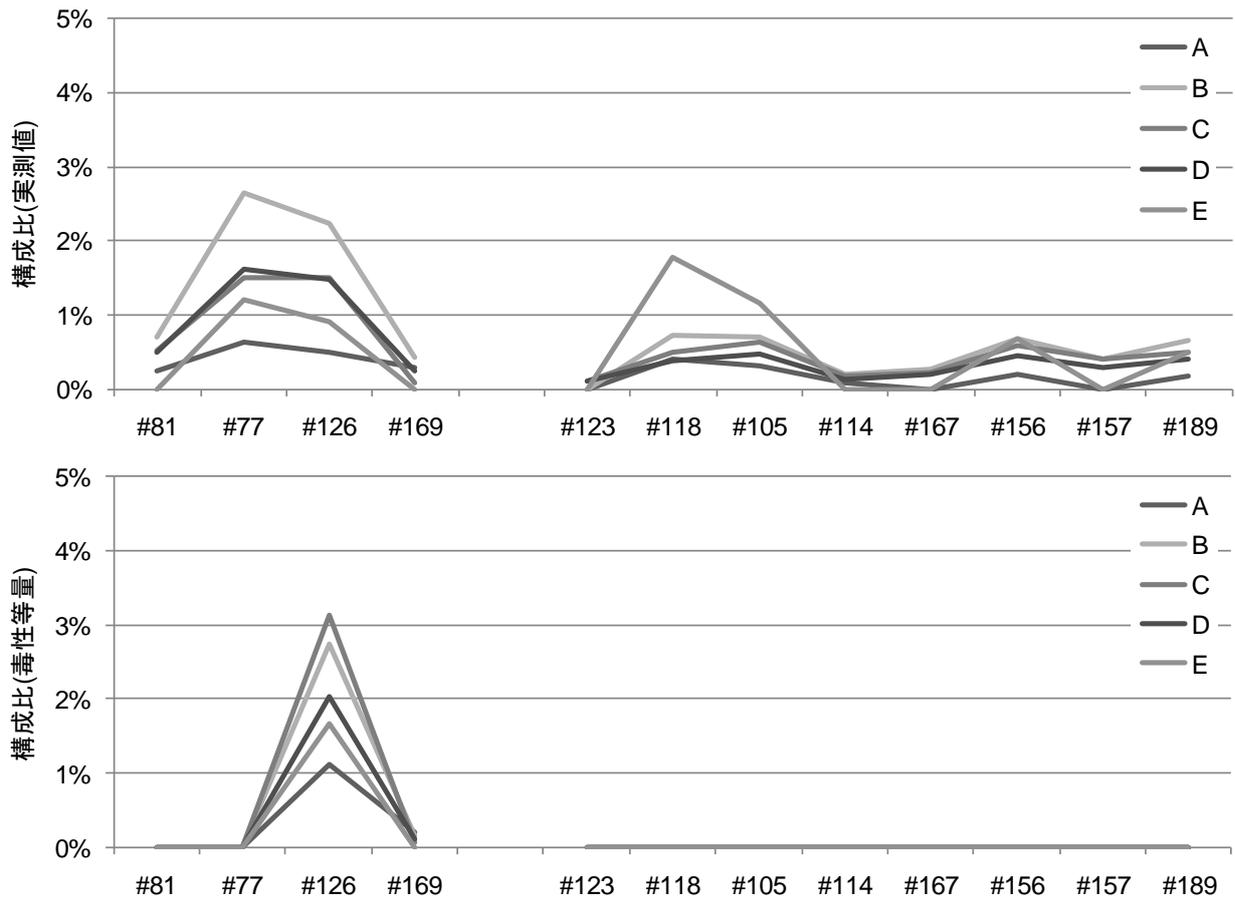


参考図 2 生物検定法第 1 回検証試験及び機器分析に供した
 共通試料の異性体別構成割合 (コプラナーPCBs)



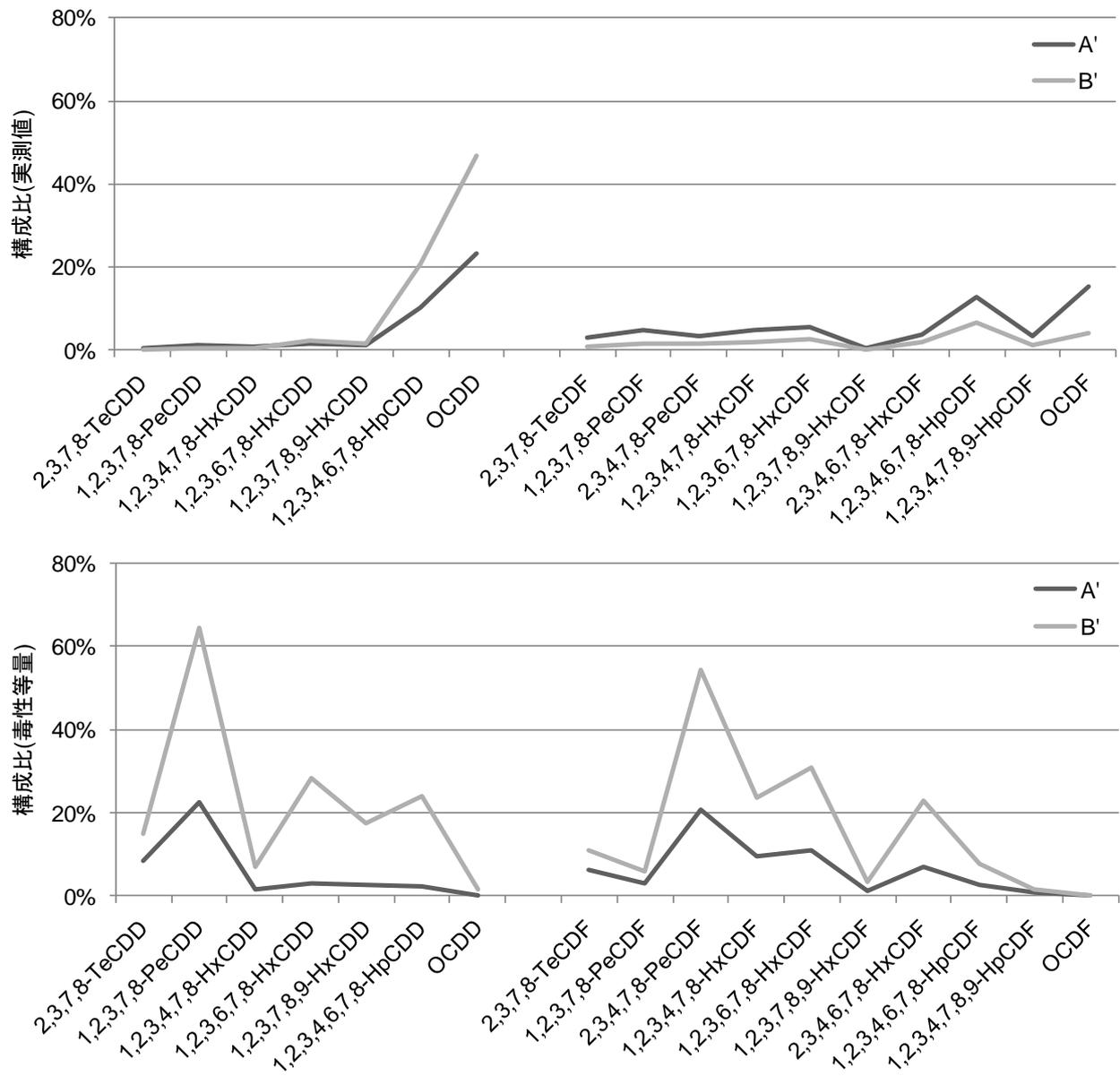
参考図 3 生物検定法第 2 回検証試験*及び機器分析法検証試験に供した
共通試料の異性体別構成割合 (PCDDs 及び PCDFs)

* 生物検定法第 2 回検証試験には A~D の試料を用いた

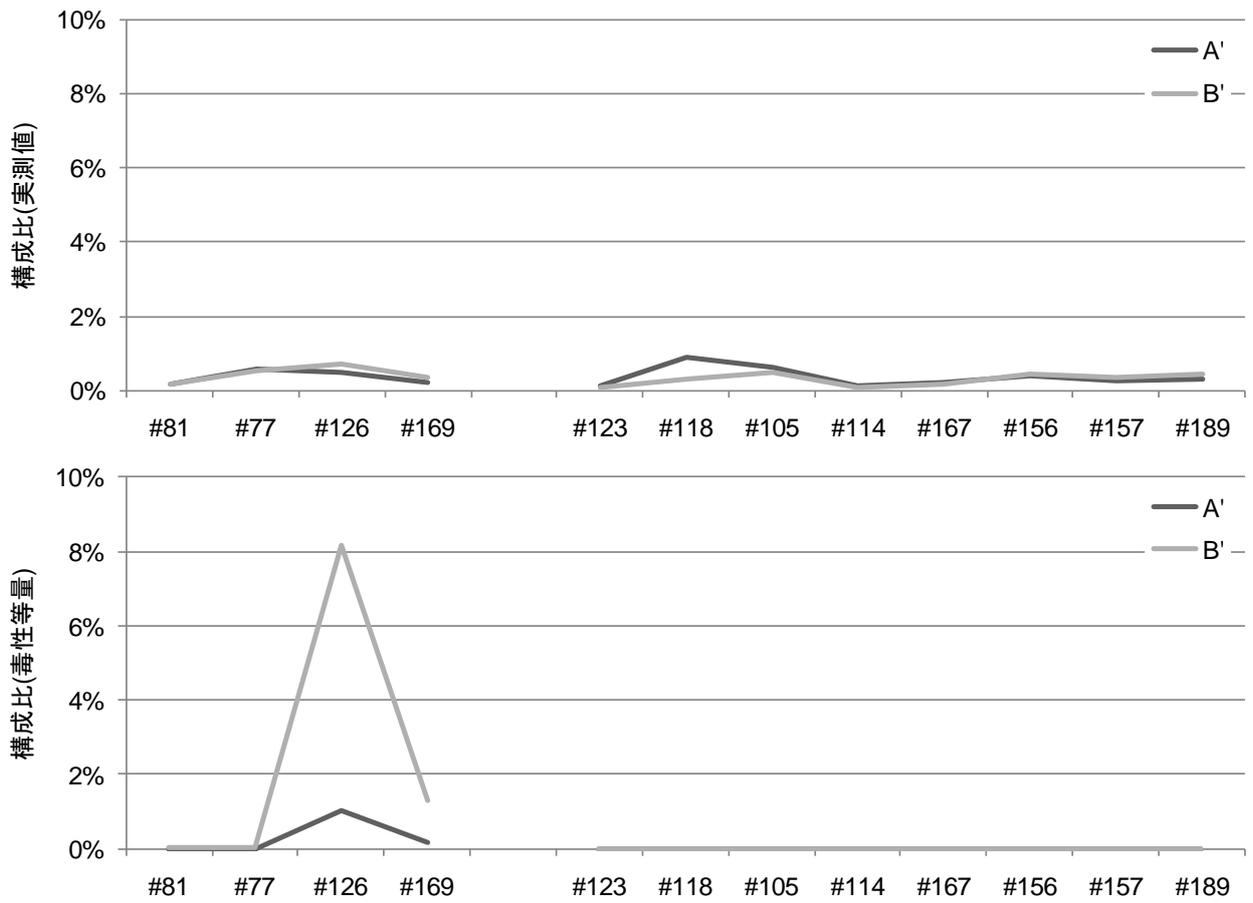


参考図 4 生物検定法第 2 回検証試験及び機器分析法検証試験に供した
共通試料の異性体別構成割合 (コプラナーPCBs)

* 生物検定法第 2 回検証試験には A~D の試料を用いた



参考図 5 生物検定法繰り返し再現性試験に供した共通試料の異性体別構成割合 (PCDDs 及び PCDFs)



参考図 6 生物検定法繰り返し再現性試験に供した共通試料の異性体別構成割合 (Co-PCBs)

参考資料 1 生物検定法第 1 回検証試験実施要領

(注) この実施要領は、検証試験を実施する際に応募機関に対して配付したものであり、本文で使用している用語、記述内容と異なる場合がある。

1. 目的

ダイオキシン類対策特別措置法施行規則第 2 条第 1 項第 4 号に基づき環境大臣が定める測定方法について検討するため、要件に該当する生物検定法を対象に分析試験を実施し、各測定方法の技術的適用可能性の評価を行います。

2. 分析対象項目

実試料抽出液中のダイオキシン類 (PCDD, PCDF, Co-PCB)

3. 分析試験用試料の概要

試料名	内容	容器	送付量	個数	試料 1 本当たりの実試料量
試料 A ~ J	ばいじん試料 (抽出液) 溶媒：ヘキサン	ガラス製 アンプル	各 5.0ml	各 1	5g

* 試料調製方法の概要は別紙参照。

4. 分析方法

- 各分析実施機関における通常の簡易測定方法で分析を実施してください。
なお、前処理方法が複数ある場合は、その中で最良と考えられる方法で実施してください。
- 測定は、1 試料あたり前処理工程から 5 回以上実施してください。
- 各アンプルには正確に 5mL を封入していますので、全量を取り出した後、適宜定容してから分取して下さい。

5. 分析試験結果報告書等の提出

以下の書類を下記報告先まで、電子メールの添付ファイルとして提出してください。

なお、分析試験トレーサビリティ記録票は、上記提出の他、各試料毎にデータ解析終了後速やかに速報版を E-mail で日本環境衛生センター宛提出してください。

また、全ての報告ファイルは pdf とはせず、オリジナルのファイル形式で、数値については文字列にすることなく記入したものをお送りください。

<提出書類>

- 分析試験結果報告書 (別添様式 1-1 ~ 2)
- 分析試験トレーサビリティ記録票 (別添様式 2)
- 測定結果を得るに至った生データ資料
(機器計測値から定量結果に至る過程を検証できる資料)
- その他関連資料

<提出期限>

平成 19 年 10 月 19 日 (金) (必着)

6. その他

- 分析実施機関における資料作成、分析に係る費用は、分析実施機関において負担していただきます。
- 分析試験後の対応等については、別途ご連絡いたします。

参考資料 2 生物検定法第 2 回検証試験実施要領

(注) この実施要領は、検証試験を実施する際に応募機関に対して配付したものであり、本文で使用している用語、記述内容と異なる場合がある。

1. 目的

平成 19 年度までに検討され、新たに導入が見込まれている生物検定法を対象に、それぞれの方法の試料からの抽出効率による測定値への影響について確認することが求められ、最終的な導入の可否判断に資するべく、分析試験を実施し、各測定方法の技術的適用性の最終評価を行います。

2. 分析対象項目

実試料（ばいじん、焼却灰その他の燃え殻）中のダイオキシン類（PCDD,PCDF,Co-PCB）

3. 分析試験用試料の概要

試料名	内容	容器	送付量	個数
試料 A,B,C,D	ばいじんあるいは焼却灰その他の燃え殻の有姿試料	褐色ガラス製バイアル	各 5 g	各 1 本

4. 分析方法

- 各分析実施機関から提出された生物検定法マニュアル現行に示された方法で分析を実施してください。
- 測定は、1 試料あたり 3 回以上実施してください。なお、抽出工程からの繰り返し測定となりますので、各試料からサンプリングは 3 回となります。
- 各バイアルには約 5 g の試料が入っていますので、適宜サンプリングし、精秤して試験に供して下さい。
- 全ての操作について、評価の際にトレースしうる十分な記録をお願いします。特に、複数回測定を行い、一部データを棄却する場合においても、全てのデータを記録し、その棄却の根拠も示して下さい。

5. 分析試験結果報告書等の提出

以下の書類を送付先まで、電子メールの添付ファイルとして提出してください。

なお、分析試験トレーサビリティ記録票は、上記提出の他、試料毎にデータ解析終了後速やかに速報版を E-mail で日本環境衛生センター宛提出してください。

また、全ての報告ファイルは pdf とはせず、オリジナルのファイル形式で、数値については文字列にすることなく記入したものを送付してください。

さらに、報告ファイルの全ての書式につきましては、一切変更しないで下さい。

<提出書類>

- 分析試験結果報告書（別添様式 1-1～2）
- 分析試験トレーサビリティ記録票（別添様式 2）
- 測定結果を得るに至った生データ資料
（機器計測値から定量結果に至る過程を検証できる資料）
- その他関連資料

<提出期限>

平成 21 年 3 月 6 日（金）（必着）

6. その他

- 分析実施機関における資料作成、分析に係る費用は、分析実施機関において負担していただきます。
- 分析試験後の対応等については、別途ご連絡いたします。

参考資料 3 生物検定法第 2 回検証試験(追加試験)実施要領

(注) この実施要領は、検証試験を実施する際に応募機関に対して配付したものであり、本文で使用している用語、記述内容と異なる場合がある。

1. 目的

平成 19 年度までに検討され、新たに導入が見込まれている生物検定法を対象に、それぞれの方法の試料からの抽出効率による測定値への影響について確認することが求められ、最終的な導入の可否判断に資するべく、分析試験を実施し、各測定方法の技術的適用性の最終評価を行います。

2. 分析対象項目

実試料（ばいじん、焼却灰その他の燃え殻）中のダイオキシン類（PCDD,PCDF,Co-PCB）

3. 分析試験用試料の概要

試料名	内容	容器	送付量	個数
試料 A,B,C,D	ばいじんあるいは焼却灰その他の燃え殻の有姿試料	褐色ガラス製バイアル	各 5 g	各 1 本

4. 分析方法

- ・各分析実施機関から提出された生物検定法マニュアル現行に示された方法で分析を実施してください。
- ・測定は、1 試料あたり 1 回以上実施してください。なお、抽出工程からの繰り返し測定となりますので、各試料からサンプリングは 3 回となります。
- ・各バイアルには約 5 g の試料が入っていますので、適宜サンプリングし、精秤して試験に供して下さい。
- ・全ての操作について、評価の際にトレースしうる十分な記録をお願いします。特に、複数回測定を行い、一部データを棄却する場合においても、全てのデータを記録し、その棄却の根拠も示して下さい。

5. 分析試験結果報告書等の提出

以下の書類を送付先まで、電子メールの添付ファイルとして提出してください。

なお、分析試験トレーサビリティ記録票は、上記提出の他、試料毎にデータ解析終了後速やかに速報版を E-mail で日本環境衛生センター宛提出してください。

また、全ての報告ファイルは pdf とはせず、オリジナルのファイル形式で、数値については文字列にすることなく記入したものを送ってください。

さらに、報告ファイルの全ての書式につきましては、一切変更しないで下さい。

<提出書類>

- ・ 分析試験結果報告書（別添様式 1-1～2）
- ・ 分析試験トレーサビリティ記録票（別添様式 2）
- ・ 測定結果を得るに至った生データ資料
（機器計測値から定量結果に至る過程を検証できる資料）
- ・ その他関連資料

<提出期限>

平成 21 年 5 月 29 日（金）（必着）

6. その他

- ・分析実施機関における資料作成、分析に係る費用は、分析実施機関において負担していただきます。
- ・分析試験後の対応等については、別途ご連絡いたします。

参考資料 4 生物検定法繰り返し再現性試験実施要領

(注) この実施要領は、検証試験を実施する際に応募機関に対して配付したものであり、本文で使用している用語、記述内容と異なる場合がある。

1. 目的

これまでに行われてきたダイオキシン類の生物検定法検証事業におきまして、プレート間の繰り返し再現性の確認の必要性が指摘され、この再現性確認のための実証試験を実施した上で、公定法に資すべき生物検定法の最終評価を行うこととなりました。

2. 分析対象項目

実試料（ばいじん、焼却灰その他の燃え殻）中のダイオキシン類（PCDD, PCDF, Co-PCB）

3. 分析試験用試料の概要

試料名	内容	容器	送付量	個数
試料 A, B	ばいじんあるいは焼却灰その他の燃え殻の有姿試料	褐色ガラス製バイアル	各 10 g	各 1 本

4. 分析方法

- 各分析実施機関から提出された生物検定法マニュアル原稿に示された方法で分析を実施してください。
- 測定は、1 試料あたり 5 回以上実施してください。なお、抽出工程からの繰り返し測定となりますので、各試料からサンプリングは 5 回となります。
- 各バイアルには約 10 g の試料が入っていますので、適宜サンプリングし、精秤して試験に供して下さい。
- 全ての操作について、評価の際にトレースしうる十分な記録をお願いします。特に、複数回測定を行い、一部データを棄却する場合においても、全てのデータを記録し、その棄却の根拠も示して下さい。

5. 分析試験結果報告書等の提出

以下の書類を送付先まで、電子メールの添付ファイルとして提出してください。

なお、分析試験トレーサビリティ記録票は、上記提出の他、試料毎にデータ解析終了後速やかに速報版を E-mail で日本環境衛生センター宛提出してください。

また、全ての報告ファイルは pdf とはせず、オリジナルのファイル形式で、数値については文字列にすることなく記入したものをお送りください。

さらに、報告ファイルの全ての書式につきましては、一切変更しないで下さい。

<提出書類>

- 分析試験結果報告書（別添様式 1-1~2）
- 分析試験トレーサビリティ記録票（別添様式 2）
- 測定結果を得るに至った生データ資料
（機器計測値から定量結果に至る過程を検証できる資料）
- その他関連資料

<提出期限>

平成 21 年 10 月 5 日（月）（必着）

(注) この実施要領は、検証試験を実施する際に分析機関に対して配付したものであり、本文で使用している用語、記述内容と異なる場合がある。

1. 目的

ダイオキシン類対策特別措置法施行規則第2条第1項第4号に基づき環境大臣が定める測定方法について検討するため、要件に該当する機器分析法を対象に分析試験を実施し、各測定方法の技術的適用可能性の評価を行う。

2. 分析対象項目

実試料（ばいじん、焼却灰その他の燃え殻）中のダイオキシン類（PCDD, PCDF, Co-PCB）

3. 分析試験用試料の概要

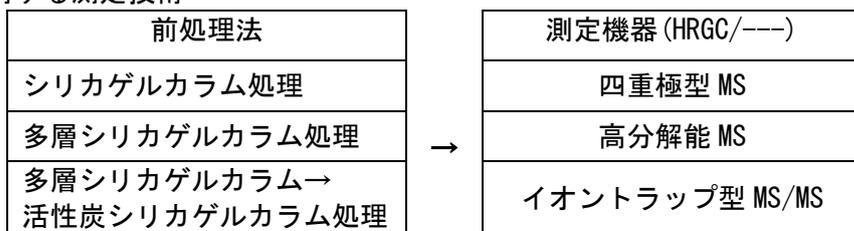
試料名	内容
試料 A, B, C, D, E	ばいじんあるいは焼却灰その他の燃え殻の有姿試料

4. 分析方法

○ 検討する機器分析法による簡易分析法の定義

- 1) コストは高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計による方法と比較して十分に廉価であること
- 2) 機器分析法の特性を生かし、TEFのある異性体についての濃度情報が得られること
- 3) 測定対象成分は、2, 3, 7, 8-位に塩素原子が置換しているPCDDs、PCDFsおよびCo-PCBs（29物質）とする。
- 4) 公定法とした時に事業者あるいは分析機関が選択することが期待されること
- 5) 抽出は、ソックスレー抽出法あるいは高速溶媒抽出法を用いることとする。

○ 検討する測定技術



上記の技術で適切な組合せを検討し、それらの技術について検証試験を実施する。

○ 評価項目

- 1) 当該測定方法による換算毒性等量と HRGC/HRMS による測定方法による毒性等量との相関性
- 2) 当該測定方法による換算毒性等量と HRGC/HRMS による測定方法による毒性等量との比
（評価の目安：概ね 1 / 2 倍～2 倍）
- 3) 定量下限値（規制基準値の 1 / 10 以下）
- 4) 測定の再現性（前処理を含む 3 回以上の測定を行った場合の変動係数が実試料で 30% 以下）
- 5) コスト（人件費、用役費を除く）
- 6) 所要時間
- 7) 精度
- 8) 確度

○ 実証試験の実施方法

a) 抽出方法

平成4年厚生省告示第192号に規定されるソックスレー抽出によって試料からダイオキシン類を抽出する。なお、サロゲートスタンダードについても規定の通りに抽出前に試料に添加するものとする。

抽出液は、ロータリーエバポレータ、次いで窒素気流で乾固直前まで濃縮した後、1mLのヘキサンを加え、超音波をかけて再度溶解させる。得られた溶液を以後の操作に供する。

b) 前処理方法

抽出液の前処理は、以下の3種の方法を実証試験の対象とする。

i) シリカゲルカラム処理のみ

内径10mmのガラス製カラムクロマト管に、120℃で2時間活性化したシリカゲルを1g湿式充填し、あらかじめ50mLのヘキサンで洗浄したものを用いる。

約1mLに濃縮した抽出液を入れ、液面が充填剤上面まで下がったことを確認した後、50mLのヘキサンを通液する。この溶出液に100 μ Lのデカンを加え、ロータリーエバポレータ、次いで窒素気流により約100 μ Lに濃縮し、これをGC/MS測定用試料液とする。

ii) 多層シリカゲルカラム処理のみ

市販の多層シリカゲルカラムを用いる。

約1mLに濃縮した抽出液を入れ、液面が充填剤上面まで下がったことを確認した後、200mLのヘキサンを通液する。この溶出液をロータリーエバポレータにより約5mLまで濃縮した後、100 μ Lのデカンを加え、さらにロータリーエバポレータ、次いで窒素気流により約100 μ Lに濃縮して、これをGC/MS測定用試料液とする。

iii) 多層シリカゲルカラム/活性炭シリカゲルカラム処理

市販の多層シリカゲルカラム及び活性炭シリカゲルカラムを用いる。

上記の多層シリカゲルカラム処理操作に従って得られる溶出液を、ロータリーエバポレータにより約1mLまで濃縮した後、活性炭シリカゲルカラムに移す。このカラムにヘキサン100mLを通液して洗浄を行い、その後カラムを反転させ、60mLのトルエンを通液してダイオキシン類画分を得る。この画分をロータリーエバポレータにより約5mLまで濃縮した後、100 μ Lのデカンを加え、さらにロータリーエバポレータ、次いで窒素気流により約100 μ Lに濃縮して、これをGC/MS測定用試料液とする。

c) 分析方法

試料液中のダイオキシン類の分離分析は、以下の3種の方法を実証試験の対象とする。

なお、ガスクロマトグラフィーに用いるキャピラリーカラムは、ダイオキシン類の溶出順序があらかじめ検討されている、関東化学製のBPX-DXNを用い、1回の分離分析によって、毒性係数が付与されている29種のダイオキシン類に相当するピークを定量することとする。また、他の異性体・同族体との分離が不十分なピークについては、共存する異性体・同族体の名称を測定結果の表に付記することとする。

➤ 高分解能質量分析計を検出器として使用する

b)で調製された3種の前処理を施した試料液全てを対象とする。

➤ イオンラップ型質量分析計を検出器としてMS/MSモードで使用する

b)で調製された3種の前処理を施した試料液のうち、ii)及びiii)を対象とする。

5. 分析試験結果報告書の様式

分析試験の結果は、別紙に示す様式によってとりまとめる。

併せて定量下限値についても記載する。

(別紙)

分析試験結果表

	測定対象成分	共存成分	定量値 ng/g	検出下限 ng/g	TEF	TEQ ng-TEQ/g
PCDDs	2,3,7,8-TeCDD					
	1,2,3,7,8-PeCDD					
	1,2,3,4,7,8-HxCDD					
	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					
ノンオルト	#81					
	#77					
	#126					
	#169					
モ/オルト	#123					
	#118					
	#114					
	#105					
	#167					
	#156					
	#157					
#189						
Total TEQ (ng-TEQ/g)						

測定条件

ガスクロマトグラフ :

カラム	BPX-DXN 0.25mmID, 60m
キャリアガス	He
カラムヘッド圧	175.1kPa (25.4psi)
試料注入口温度	300 degC
カラムオープン温度	130 degC (1 min) – [15 degC/min] – 210 degC – [3 degC/min] – 310 degC – [5 degC/min] – 320 degC
トランスファーライン温度	280 degC

質量分析計 :

質量分析計形式
イオン化方式
イオン源温度
分解能
イオン化電流
電子加速電圧
イオン加速電圧
イオン検出方法