

7.7 測定結果の表記方法

臍帯中の PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs は通常低濃度であると考えられ, 本マニュアルの方法をもってしても目標検出下限値付近あるいは目標検出下限値未満の数値が出現する場合もある. 数値の取り扱い方法が異なることにより, 得られる最終結果に差異が生じることがないように数値の取り扱い方法を定める. なお, 有効数字の取り扱い方法は JIS Z 8401 にしたがう.

7.7.1 PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の同定

PCDDs 及び PCDFs 各異性体は, モニターした 2 つ以上のイオンにおけるクロマトグラム上のピーク面積の比が標準物質のものとほぼ同じであり, 『表-6. PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の塩素同位体の理論天然存在比.』に示す塩素原子の同位体存在比から推定されるイオン強度比に対して $\pm 30\%$ 以内であり, 更にピークの保持時間が標準物質とほぼ同じであり, 対応する内標準物質との相対保持時間が標準物質と一致することで同定する.

7.7.2 実測濃度の表記

- ・ N.D.表記となっている異性体に関しては, 数値は 0 (ゼロ) として計算する.
- ・ 2,3,7,8-位塩素置換異性体 (17 化合物) 及びコプラナ PCB (12 化合物) の各実測濃度は有効数字 2 桁に丸めて表記する.
- ・ 2,3,7,8-位塩素置換異性体 (17 化合物) 及びコプラナ PCB (12 化合物) の各実測濃度が目標検出下限値未満であった場合, 2,3,7,8-置換位置異性体 (17 化合物) 及びコプラナ PCB (12 化合物) の各実測濃度は N.D.と表記する.
- ・ 2,3,7,8-位塩素置換異性体 (17 化合物) の濃度の総和を Total(PCDDs+PCDFs)として有効数字 2 桁で表記する^{bii}.
- ・ PCDDs に含まれる全ての化合物が目標検出下限値未満であった場合, PCDDs の実測濃度は N.D.と表記する.
- ・ PCDFs に含まれる全ての化合物が目標検出下限値未満であった場合, PCDFs の実測濃度は N.D.と表記する.
- ・ PCDDs と PCDFs が共に N.D.であった場合, Total (PCDDs+PCDFs)の実測濃度は N.D.と表記する.
- ・ IUPAC #77, # 81, #126, #169 の実測濃度を積算し, non-ortho PCBs 実測濃度として有効数字 2 桁で表す.
- ・ IUPAC#105, #114, #118, #123, #156, #157, #167, #189 の実測濃度を積算し, mono-ortho PCBs 実測濃度として有効数字 2 桁で表す.
- ・ IUPAC #77, # 81, #126, #169, #105, #114, #118, #123, #156, #157, #167, #189 の濃度を積算し, Total Co-PCBs 実測濃度として有効数字 2 桁で表す^{biii}.

7.7.3 TEQ の算出

- ・ 有効数字 2 桁に丸めた 2,3,7,8-位塩素置換異性体 (17 化合物) 及びコプラナ PCB (12 化合物) の各実測濃度に TEF を乗じ, TEQ を算出する. 一例として WHO-1997 による TEF を『表-7. TEQ 算出の為の TEF. (p.273)』に示す. 各 2,3,7,8-位塩素置換異性体及び Co-PCBs の TEQ は 2 桁表記とする.
- ・ 2,3,7,8-位塩素置換異性体及び Co-PCBs 濃度が目標検出下限値未満であった場合, 毒性等量は 0 (ゼロ) として表記し, その右横にカッコ書きで最大見積 TEQ を記載する. 最大見積 TEQ は各化合物の目標検出下限値の 1/2 に TEF を乗じたものとする^{biv}.
- ・ 実測濃度に N.D.が表記された場合 (最大見積 TEQ が表記された場合), Total PCDDs,

Total PCDFs, Total(PCDDs+PCDFs), non-ortho PCBs, mono-ortho PCBs, Total Co-PCBs, Total (PCDDs+PCDFs+Co-PCBs)にもカッコ書きで最大見積 TEQ を記載する。この最大見積 TEQ は各化合物の TEQ と最大見積 TEQ との積算で表す。

- ・ Total PCDDs(TEQ)及び Total PCDFs(TEQ)は 2 桁表記とする。
- ・ Total PCDDs(TEQ)+Total PCDFs(TEQ)は 2 桁表記とする。
- ・ non-ortho PCBs の TEQ は 2 桁表記とする。
- ・ mono-ortho PCBs の TEQ は 2 桁表記とする。
- ・ Co-PCB の Total TEQ は 2 桁表記とする。
- ・ PCDDs, PCDFs, Co-PCBs の Total TEQ は 2 桁表記とする。
- ・ 各実測濃度から PCDDs, PCDFs, Co-PCBs の Total TEQ を算出する。までの過程で数値のまるめは行わない。

7.7.4 測定結果の表記方法

測定結果の表記方法の例を『表-8. PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs 測定分析結果の表記例, (p.36)』に示す。

8 安全管理

ここでは、測定分析に関係する者の安全や、区域外への化学物質の漏洩防御の観点から留意すべき事柄をまとめた。

8.1 試料前処理室及び GC-MS 室の構造

試料前処理室及び GC-MS 室内の空気は活性炭フィルターと HEPA フィルター等を通じた後屋外へ排気する構造とすることが望ましい。

8.2 試料前処理室への出入り

PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の測定分析に関わる区域には許可なしに関係者以外の者が立ち入ることを禁止すること、また、区域入り口にはその旨表記すること。一時的に許可を与えられ、区域内に入ることが許された者がいる場合はその記録を取ること。区域内への入り口は施錠可能な構造でなければならない。

8.3 試薬の管理

測定分析に使用する有機溶媒の管理を行うこと。各有機溶媒毎に購入量と廃棄量の記録を取ること。有機溶媒が揮散することを可能な限り防御するように工夫し、さらに試料前処理室内の換気を十分とれるようにすること。

8.4 標準物質の管理

標準物質は施錠可能な冷蔵庫に保管し、購入及び使用の記録を取ること。

8.5 分析者

区域内では専用の実験衣及び靴を着用すること。試料前処理室内では常に耐溶剤製の不浸透手袋等及び安全眼鏡を装着すること。

8.6 測定分析機関の義務

試料前処理室に立ち入る許可を持っている者に関しては労働安全衛生法に定められた特定化学物質に関わる定期的健康診断を年 2 回実施すること。

8.7 GC-MS

GC-MS ロータリーポンプの排気、GC のパージガスは、活性炭フィルターを通じた後排気されるようにすること。

8.8 臍帯の付着したガラス器具の洗浄

滅菌した後洗浄する。

8.9 臍帯に直接接触した廃棄物の管理

臍帯採取及び搬入時に用いられた容器や作業中に臍帯の付着した布等はオートクレープバッグに入れた後高圧蒸気滅菌し、医療廃棄物として廃棄する。

8.10 その他の廃棄物の管理

上記以外に試料前処理室実験室及び GC-MS 測定室内で生じた各種廃棄物は種別に分類し、廃棄物処理業者までトレース可能なように管理すること。

9 品質保証／品質管理・内部精度管理

有形の工業製品と異なり、PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の測定データに関しては、最終測定値のみでは結果の確からしさを確認することは困難である場合も多い。そこで、品質保証(QA)/品質管理(QC)・精度管理^{lv}について記述した。本記述は PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs に係る調査を行う機関が、一定水準以上の測定分析結果を報告することが可能となるように、調査に直接的に関わる事項に対して、記録として要求される項目について記述したものである。PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs に係る調査を行う全機関は、少なくともここで述べる項目に関する情報を記録・保管しなければならない。なお、本マニュアルでは PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の測定分析結果の報告までを対象としており、得られたデータを用いた考察や解析等の部分に関しては含まない。

なお、ここで示した各項目が満足されていない場合、その原因を明らかにし、取り除いた後、再分析、再測定等適切な処置をおこなう。

9.1 調査

9.1.1 試料採取の記録

出産週数、産児体重、産児性別、採取時の情報（採取量の過不足など）を記録する。

9.1.2 試料確認の記録

試料採取後、試験機関に試料が入る段階（試料の受付）における試料の確認を記録する。試料確認の日時、確認した人の所属・氏名、試料の試料前処理室まで搬送された手段・状態、試料の媒体、試料の入っていた容器の種類・サイズ、保管する。場合その保管場所、保管方法、試料番号を記録する。運送業者を利用した場合、その配送伝票の複製を保管する。

9.2 測定分析

9.2.1 使用器具・機材・装置

使用した器具に関して、メーカー、準備方法（必要であれば洗浄方法）を記録する。

9.2.2 使用試薬

分析に用いた試薬のメーカー名、製品名、等級、精製方法等を記録する。

9.2.3 標準物質・標準溶液

分析に用いた試薬のメーカー名、製品名等を記録する。

9.2.4 標準溶液調製記録

標準溶液を調製した状況を記録する。

9.2.5 試料前処理室等の清浄度の記録

測定分析が行われた雰囲気客観的に判断可能なような記録（例えば試料前処理室及び GC-MS 室の温度・清浄度の記録等）を取る。

9.2.6 分析前処理記録

分析者の所属、氏名、試料の状態、分析の各段階における操作日時、試料量（分析に供した量）、各試薬使用量、試料前処理室雰囲気等一連の前処理において、必要な情報を記録する。

9.2.7 GC-MS の記録

9.2.7.1 GC-MS 日常点検記録

GC-MS の日常点検結果（冷却水，真空ポンプ，真空度等の基本的な事項）を記録する。

9.2.7.2 GC-MS メンテナンス記録

GC-MS に関して日常点検の範疇を超える点検・調整事項（修理、磁場調整等日常的には発生しない事柄）があれば記録する。

9.2.7.3 GC-MS 使用状況記録

GC-MS の使用状態（各種消耗品の交換，イオン源の交換，GC カラムの交換，GC カラムエージング，フライトチューブベーキング，イオン源ベーキング，測定検体数等，どのような状況で使用されたか）を記録する。

9.2.7.4 MS 調整の記録

GC-MS 測定分析条件を記録する。

9.2.7.5 透過率の記録

設定分解能時のイオン透過率を記録する。

9.2.7.6 GC 分離能の記録

測定時に必要な GC カラム分離能が得られていることを確認できるクロマトグラムを記録する。

9.2.7.7 感度の記録

測定時に必要な感度が得られていることを確認できる記録（クロマトグラム等）。

9.2.7.8 標準物質の同位体比の確認

測定した標準物質中の各化合物に関して，2つのモニターイオンのレスポンス比が理論値とずれていないことを確認できる記録。理論塩素同位体存在比と実測同位体比の採用範囲は30%以内とする。『参照：表-6. PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の塩素同位体の理論天然存在比。(p.26)』

9.2.7.9 RRF

RRF の変動は前回の測定時と比較して±20%以内であることとする。

9.2.7.10 測定順の記録

GC-MS による測定の順番の記録。標準溶液，最終溶媒ブランク，全操作ブランク，試料，2重測定（同一測定バイアルからのGC-MS測定），2重測定（試料採取からの2重測定）等試料の測定順番を記録する。

9.2.7.11 クロマトグラムの記録

標準溶液，最終溶媒ブランク，全操作ブランク，試料に関する各測定質量数のクロマトグラムの記録。

9.3 計算

9.3.1 計算工程の記録

標準溶液の濃度，内部標準の添加量，GC-MS 測定面積値，試料採取量から最終濃度までの計算過程がトレース可能である記録。

9.3.2 同位体比の確認記録

測定に用いた同位体の理論比との差が判明する。記録上記計算の工程に含まれていれば良い。

9.3.3 回収率の確認記録