

シリンジスパイクを用いて計算した回収率の記録上記計算の工程に含まれていれば良い。回収率は、17種類のPCDDs及びPCDFs各2,3,7,8-位塩素置換異性体及び12種類のCo-PCBsにおいて大量注入方式を採用した場合、各々50-120%の範囲であること。

9.4 ブランク試験

9.4.1 臍帯試料容器ブランク

臍帯試料容器のブランク試験を行い、その結果を記録する。容器ロットが変わる毎に行う。

9.4.2 全操作ブランク

試料に対して行う分析方法と同一の方法で操作を行う全操作ブランクの試験の記録。全操作ブランクは分析試料数10に対して1以上の頻度で行う。

9.4.3 同位体スパイクの検査

同位体スパイク中に存在する¹²C化合物が、用いる添加量で定量に影響を与えないことを確認した記録。

9.5 2重測定（試料の前処理から）

可能であれば試料採取の段階で2つの試料を採取し個々に測定分析を行うことが望ましい。この操作は分析試料数10に対して1以上の頻度で行う。この2重測定の結果は各2,3,7,8-位塩素置換異性体の実測濃度と実測濃度の平均値との差で50%以内であることが要求される（実測濃度が目標検出下限値の10倍以下の化合物に関しては規定しない）。試料採取日時が異なっても同一のプロジェクト内で発生する分析試料数10に対して1以上の頻度で行えば良い。

9.6 2重測定（GC-MS測定）

可能な場合GC-MSによる2重測定を測定試料に対し、分析試料数10に対して1以上の頻度で行う。この2重測定の結果は各2,3,7,8-位塩素置換異性体の実測濃度の差で30%以内であることが要求される（実測濃度が目標検出下限値の10倍以下の化合物に関しては規定しない）。同一のプロジェクト内における総試料数が10未満の場合、あるいはGC-MS測定のバッチが同一プロジェクトで10試料未満であるような場合、2重測定（GC-MS測定）の結果は他のプロジェクトの結果と共用でもよい。

9.7 品質管理チェック試料（QCCS）の測定

定期的にQCCSを測定し、その結果を記録する^{bvi}。

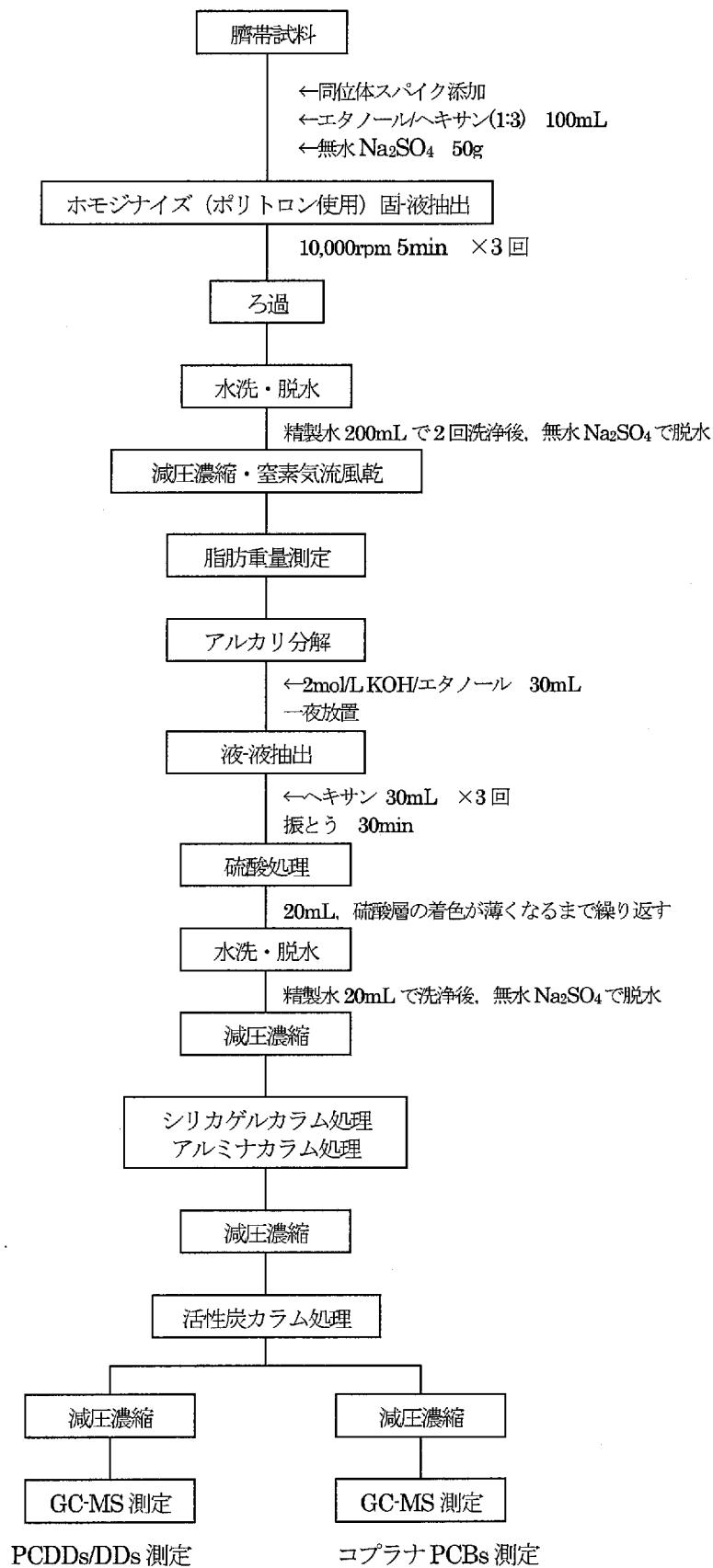


図-1 臍帯試料中のダイオキシン類分析フロー

表-1. 定量する化合物の名称等.

化合物の名称等		CAS Registry Number	IUPAC Number	
PCDDs	2,3,7,8-TeCDD	1746-01-6	-	
	1,2,3,7,8-PeCDD	40321-76-4	-	
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	39227-28-6	-	
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	57653-85-7	-	
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	19408-74-3	-	
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	35822-39-4	-	
	OCDD	3268-87-9	-	
PCDFs	2,3,7,8-TeCDF	51207-31-9	-	
	1,2,3,7,8-PeCDF	57117-41-6	-	
	2,3,4,7,8-PeCDF	57117-31-4	-	
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	70648-26-9	-	
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	57117-44-9	-	
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	72918-21-9	-	
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	60851-34-5	-	
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	67562-39-4	-	
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	55673-89-7	-	
OCDF	39001-02-0	-		
Co-PCBs	<i>non-ortho</i>	3,3',4,4'-TeCB	32598-13-3	# 77
		3,4,4',5'-TeCB	70362-50-4	# 81
		3,3',4,4',5'-PeCB	57465-28-8	#126
		3,3',4,4',5,5'-HxCB	32774-16-6	#169
	<i>mono-ortho</i>	2,3,3',4,4'-PeCB	32598-14-4	#105
		2,3,4,4',5'-PeCB	74472-37-0	#114
		2,3',4,4',5'-PeCB	31508-00-6	#118
		2',3,4,4',5'-PeCB	65510-44-3	#123
		2,3,3',4,4',5'-HxCB	38380-08-4	#156
		2,3,3',4,4',5'-HxCB	69782-90-7	#157
		2,3',4,4',5,5'-HxCB	52663-72-6	#167
		2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	39635-31-9	#189

表-2. 本マニュアルで規定するPCDDs, PCDFs及びCo-PCBs各化合物の目標検出下限値.

化合物の名称等		IUPAC Number	目標検出下限値		
			(pg/g-fat)	(pg/g または mL)	
PCDDs	2,3,7,8-TeCDD	-	3	0.003	
	1,2,3,7,8-PeCDD	-	3	0.003	
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	-	5	0.005	
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	-	5	0.005	
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	-	5	0.005	
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	-	5	0.005	
	OCDD	-	10	0.01	
PCDFs	2,3,7,8-TeCDF	-	3	0.003	
	1,2,3,7,8-PeCDF	-	3	0.003	
	2,3,4,7,8-PeCDF	-	3	0.003	
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	-	5	0.005	
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	-	5	0.005	
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	-	5	0.005	
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	-	5	0.005	
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	-	5	0.005	
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	-	5	0.005	
	OCDF	-	10	0.01	
Co-PCBs	<i>non-ortho</i>	3,3',4,4'-TeCB	# 77	30	0.03
		3,4,4',5'-TeCB	# 81	30	0.03
		3,3',4,4',5'-PeCB	#126	30	0.03
		3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	30	0.03
	<i>mono-ortho</i>	2,3,3',4,4'-PeCB	#105	30	0.03
		2,3,4,4',5'-PeCB	#114	30	0.03
		2,3',4,4',5'-PeCB	#118	30	0.03
		2',3,4,4',5'-PeCB	#123	30	0.03
		2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	30	0.03
		2,3,3',4,4',5,5'-HxCB	#157	30	0.03
		2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167	30	0.03
		2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	30	0.03

pg/g-fat : 脂肪重量あたりの濃度

pg/gまたはmL : 試料全量あたりの濃度

表-3. 測定に用いる標準物質.

化合物の名称等		IUPAC Number	
PCDDs	2,3,7,8-TeCDD	-	
	1,2,3,7,8-PeCDD	-	
	1,2,3,4,7,8-HCDD	-	
	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	-	
Co-PCBs	<i>non-ortho</i>	3,3',4,4'-TeCB	# 77
		3,4,4',5'-TeCB	# 81
		3,3',4,4',5'-PeCB	#126
		3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169
	<i>mono-ortho</i>	2,3,3',4,4'-PeCB	#105
		2,3,4,4',5'-PeCB	#114
		2,3',4,4',5'-PeCB	#118
		2',3,4,4',5'-PeCB	#123
		2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156
		2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157
		2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167
		2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189

表-4. 測定に用いる同位体スパイク.

		化合物の名称等	
PCDDs		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDD	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDD	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDD	
PCDFs		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDF	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-PeCDF	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDF		
Co-PCBs	<i>non-ortho</i>	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4'-TeCB	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4',5'-TeCB	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5'-PeCB	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5,5'-HxCB	
	<i>mono-ortho</i>	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4'-PeCB	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4',5'-PeCB	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5'-PeCB	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2',3,4,4',5'-PeCB	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5,5'-HxCB	
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	

表-5. 測定質量数の例.

化合物の名称等			測定質量数		
			M	M+2	M+4
PCDDs	¹² C ₁₂	¹² C ₁₂ -TeCDDs	319.8965**	321.8936*	323.8906
		¹² C ₁₂ -PeCDDs	353.8576	355.8546*	357.8516**(1)
		¹² C ₁₂ -HxCDDs	387.8186	389.8157*	391.8127**(2)
		¹² C ₁₂ -HpCDDs	421.7796	423.7766*	425.7737**
		¹² C ₁₂ -OCDD	455.7407	457.7377**	459.7348*
	¹³ C ₁₂	¹³ C ₁₂ -TeCDDs	331.9368**	333.9339*	335.9309
		¹³ C ₁₂ -PeCDDs	365.8978	367.8949*	369.8919**
		¹³ C ₁₂ -HxCDDs	399.8589	401.8559*	403.8530**
		¹³ C ₁₂ -HpCDDs	433.8199	435.8169*	437.8140**
		¹³ C ₁₂ -OCDD	467.7809	469.7779	471.7750*
PCDFs	¹² C ₁₂	¹² C ₁₂ -TeCDFs	303.9016**	305.8987*	307.8957
		¹² C ₁₂ -PeCDFs	337.8627	339.8597*	341.8567**
		¹² C ₁₂ -HxCDFs	371.8237	373.8208*	375.8178**
		¹² C ₁₂ -HpCDFs	405.7847	407.7818*	409.7789**
		¹² C ₁₂ -OCDF	439.7457	441.7428**	443.7399*
	¹³ C ₁₂	¹³ C ₁₂ -TeCDFs	315.9419**	317.9389*	319.9360
		¹³ C ₁₂ -PeCDFs	349.9029	351.9000*	353.8970**
		¹³ C ₁₂ -HxCDFs	383.8639	385.8610*	387.8580**
		¹³ C ₁₂ -HpCDFs	417.8250	419.8220*	421.8191**
		¹³ C ₁₂ -OCDF	451.7860	453.7830**	455.7801*
Co-PCBs	¹² C ₁₂	¹² C ₁₂ -TeCBs	289.9224**	291.9194*	293.9165
		¹² C ₁₂ -PeCBs	323.8834	325.8804*	327.8775**
		¹² C ₁₂ -HxCBs	357.8444	359.8415*	361.8385**
		¹² C ₁₂ -HpCBs	391.8054	393.8025*	395.7995**
	¹³ C ₁₂	¹³ C ₁₂ -TeCBs	301.9626**	303.9597*	305.9567
		¹³ C ₁₂ -PeCBs	335.9236	337.9207*	339.9177**
		¹³ C ₁₂ -HxCBs	369.8847	371.8817*	373.8788**
		¹³ C ₁₂ -HpCBs	403.8457	405.8428*	407.8398**

*: 存在比が最も高い塩素同位体の質量数

** : 存在比が2番目に高い塩素同位体の質量数

(1)及び(2) : 試料中のPCB濃度が高い場合, この質量数は妨害を受ける可能性がある.

表-6. PCDDs, PCDFs及びCo-PCBsの塩素同位体の理論天然存在比.

化合物の名称等		理論天然存在比				
		M	M+2	M+4	M+6	M+8
PCDDs	TeCDDs	77.43	100.00	48.74	10.72	0.94
	PeCDDs	62.06	100.00	64.69	21.08	3.50
	HxCDDs	51.79	100.00	80.66	34.85	8.54
	HpCDDs	44.43	100.00	96.64	52.03	16.89
	OCDDs	34.54	88.80	100.00	64.48	26.07
PCDFs	TeCDDs	77.55	100.00	48.61	10.64	0.92
	PeCDDs	62.14	100.00	64.57	20.98	3.46
	HxCDDs	51.84	100.00	80.54	34.72	8.48
	HpCDDs	44.47	100.00	96.52	51.88	16.80
	OCDDs	34.61	88.89	100.00	64.39	25.98
Co-PCBs	TeCBs	76.67	100.00	49.11	10.83	0.93
	PeCBs	61.42	100.00	65.29	21.43	3.56
	HxCBs	51.22	100.00	81.48	35.51	8.75
	HpCBs	43.93	100.00	97.67	53.09	17.38

各塩素数毎に存在比が最も高い質量数の存在比を100として示してある.

表-7. TEQ算出の為のTEF.

化合物の名称等		IUPAC Number	WHO, 1997-TEF
PCDDs	2,3,7,8-TeCDD	-	1
	1,2,3,7,8-PeCDD	-	1
	1,2,3,4,7,8-HCDD	-	0.1
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	-	0.1
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	-	0.1
	1,2,3,4,6,7,8-HpC	-	0.01
	OCDD	-	0.0001
PCDFs	2,3,7,8-TeCDF	-	0
	1,2,3,7,8-PeCDF	-	0.05
	2,3,4,7,8-PeCDF	-	0.5
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	-	0.1
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	-	0.1
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	-	0.1
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	-	0.1
	1,2,3,4,6,7,8-HpC	-	0.01
	1,2,3,4,7,8,9-HpC	-	0.01
OCDF	-	0.0001	
Co-PCBs	<i>non-orth</i> 3,3',4,4'-TeCB	# 77	0.0001
	3,4,4',5'-TeCB	# 81	0.0001
	3,3',4,4',5'-PeCB	#126	0.1
	3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.01
	<i>mono-ort</i> 2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.0001
	2,3,4,4',5'-PeCB	#114	0.001
	2,3',4,4',5'-PeCB	#118	0.0001
	2',3,4,4',5'-PeCB	#123	0.0001
	2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	0.001
	2,3,3',4,4',5',5'-HxCB	#157	0.001
	2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167	0.00001
	2,3,3',4,4',5,5'-Hp	#189	0.0001