

水道原水及び浄水中のダイオキシン類
調査マニュアル
(改訂版)

平成19年11月

厚生労働省健康局水道課

目 次

	ページ
I 測定マニュアル	
1 はじめに	1
2 用語の定義	1
3 略語の定義	2
4 調査対象物質	5
5 目標とする定量する下限値	5
6 調査に必要な施設・装置・機器・器材・試薬等	5
6.1 分析室	5
6.2 各種部材の洗浄方法	5
6.3 試薬類	6
6.4 器具・機材	8
6.4.1 試料採取装置	8
6.4.2 分析前処理工具・機材	10
6.4.3 GC-MS	11
7 調査計画	12
8 試料採取	12
8.1 試料採取方法	12
9 測定分析	13
9.1 測定方法の概要	13
9.2 抽出操作	14
9.2.1 試料	14
9.2.2 精製	14
9.3 測定	17
9.3.1 質量分析計の調整	17
9.3.2 検量線の作成	17
9.3.3 GC-MS 状態の確認	17
9.3.4 MS の調整と MS 分解能及び MS 透過率の確認	17
9.3.5 GC 分解能及び GC-MS 感度の確認	18
9.3.6 相対感度の算出	18
9.3.7 RRF の確認	18
9.3.8 標準物質 GC-MS 感度の確認	19
9.3.9 RRF 変動の確認	19
9.3.10 測定	19
9.3.11 ロックマスモニターの確認	20
9.3.12 標準物質同位対比の確認	20
9.3.13 計算	20
9.3.14 装置の検出下限	21
9.4 測定結果の表記方法	21
9.4.1 数値の採用	21
9.4.2 実測濃度	21
9.4.3 TEQ の算出	22
9.4.4 測定結果の表記方法	23
10 安全管理	23
10.1 実験室の構造	23
10.2 分析室への出入り	23
10.3 試薬の管理	23
10.4 標準物質の管理	23
10.5 分析者	23

10.6	測定分析機関の義務	24
10.7	GC-MS	24
10.8	その他の廃棄物の管理	24
11	QA/QC・内部精度管理	24
11.1	QA/QC・内部精度管理報告書	24
11.1.1	一般的な情報	24
11.1.2	QA/QC・内部精度管理報告書の説明	24
11.2	調査全体に関わる基本的な情報	24
11.2.1	計画書	25
11.2.2	仕様書・依頼書・指示書・契約書等	25
11.2.3	連絡調整情報の記録	25
11.2.4	SOPs	25
11.3	調査	25
11.3.1	使用調査機材の記録	25
11.3.2	現場調査の記録	25
11.3.3	試料確認の記録	25
11.4	測定分析	25
11.4.1	使用器具・機材・装置	25
11.4.2	使用試薬	25
11.4.3	標準物質・標準溶液	25
11.4.4	標準溶液調整記録	25
11.4.5	分析室の清浄度の記録	25
11.4.6	分析前処理記録	26
11.4.7	GC-MS の記録	26
11.5	計算	27
11.5.1	計算工程の記録	27
11.5.2	同位体比の確認記録	27
11.5.3	回収率の確認記録	27
11.6	ブランク試験	27
11.6.1	全操作ブランクの記録	27
11.6.2	トラベルブランク	27
11.6.3	同位体スパイクの検査記録	27
11.7	2重測定(試料採取から)	27
11.8	2重測定(GC-MS 測定)	28
11.9	QCCS の測定	28
11.10	外部機関とのインターキャリブレーション	28
11.11	個々の記録の検査	28
11.12	最終確認	28
12	参考文献	28
	図-1.試料採取装置の概念図(一例)	30
	写真-1.試料採取装置の例	31
	表-1.定量する化合物の名称等	32
	表-2.本マニュアルで規定する PCDDs , PCDFs 及びDL-PCBs 各化合物の目標とする定量する下限値	33
	表-3.測定に用いる標準物質	34
	表-4.測定に用いる同位体スパイク	35
	表-5.測定質量数の例	36
	表-6.PCDDs, PCDFs及びDL-PCBsの塩素同位体の理論天然存在比	37
	表-7.TEQ算出のための TEF	38
	表-8.PCDDs, PCDFs及びDL-PCBs測定分析結果の表記例	39
13	参考資料	40

参考資料-1	測定分析方法概略フロー	41
参考資料-2	PUFPホルダー内壁接液面積	42
参考資料-3	ガラス器具の例	44
参考資料-4	各種GC分離カラムによるクロマトグラム例	48
参考資料-5	PCB全化合物の構造式等とクロマトグラム例	90
II	測定結果の例	
1	測定地点等	106
2	分析法の概要	106
3	定量下限値	106
4	測定結果	107