

平成14年度環境測定分析統一精度 管理調査結果説明会

模擬水質試料

(内分泌攪乱作用が疑われている物質の分析)

平成15年7月18日 福岡

平成15年7月23日 東京

平成15年7月29日 大阪

水質試料

- ・ 高等精度管理調査
原則として 1 回の測定

- ・ 分析対象項目と調製濃度（分析試料中）

フタル酸ジ-n-ブチル 5.5 $\mu\text{g/l}$ （目標検出下限の10倍程度）

アルキルフェノール類の 3 項目

ノニルフェノール 0.75 $\mu\text{g/l}$ （目標検出下限の10倍程度）

4-t-オクチルフェノール 0.18 $\mu\text{g/l}$ （目標検出下限の10倍程度）

4-n-オクチルフェノール 0.14 $\mu\text{g/l}$ （目標検出下限の10倍程度）

エンドスルファン 0.034 $\mu\text{g/l}$ （目標検出下限程度）

- ・ 共通試料 1

メタノール溶液。水で 1 0 0 0 倍希釈して分析用試料とする。

なお、ノニルフェノールについては異性体が存在し、異性体の混合物を使用。

また、エンドスルファンも異性体が存在し、 体と 体を等量使用。

分析方法（推奨方法）

- ・「外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル（水質、底質、水生生物）」
（平成10年環境庁水質保全局水質管理課）
- ・フタル酸ジ-n-ブチル及びノニルフェノールは、昨年度に調査した項目
昨年度の調査結果を踏まえた追跡調査
分析方法を限定した調査

共通試料2（水質試料）に関する分析方法の概要

分析方法	フタル酸ジ-n-ブチル	アルキルフェノール類	エンドスルファン
溶媒抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法			
固相抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法			
固相抽出-エシル誘導体化-ガスクロマトグラフ質量分析法		*	

注1) : 外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル

注2) アルキルフェノール類：ニルフェノール、4-t-オクチルフェノール及び4-n-オクチルフェノール

注3) *：外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアルに定められている方法であるが、今年度の調査では適用しない。

分析方法の限定

追跡調査の概要

昨年度実施した項目	追跡調査の概要
フタル酸ジ-n-ブチル	<ul style="list-style-type: none">・ 試験操作については、試料95mlをとり、サロゲート物質を添加し、ヘキサン2.5mlによる抽出、窒素により1mlに濃縮、GC/MS測定・ 空試験値の低減に留意
ノニルフェノール	<ul style="list-style-type: none">・ 試験操作については、試料1000mlをとり、溶媒抽出(ジクロロメタン50ml、2回)又は固相抽出(酢酸メチルによる溶出)を行った後、内標準を加え、GC/MSによる測定・ 誘導体化(17β誘導体化等)は行わない。(注)・ GC/MSにおける定量は、ピーク3本以上の面積(又は高さ)を用いた内標準法

(注) 昨年度においては分析実施が少なかったため、誘導体化(17β誘導体化等)は行わない。

分析方法（推奨方法）

（フタル酸ジ-n-ブチル）

< 溶媒抽出 - GC / MS 法 >

試料の分取 95ml

（サロゲート物質）

塩化ナトリウム 15g

ヘキサン 2.5ml

抽出

ヘキサン層

濃縮・脱水

（選択）

クリーンアップ

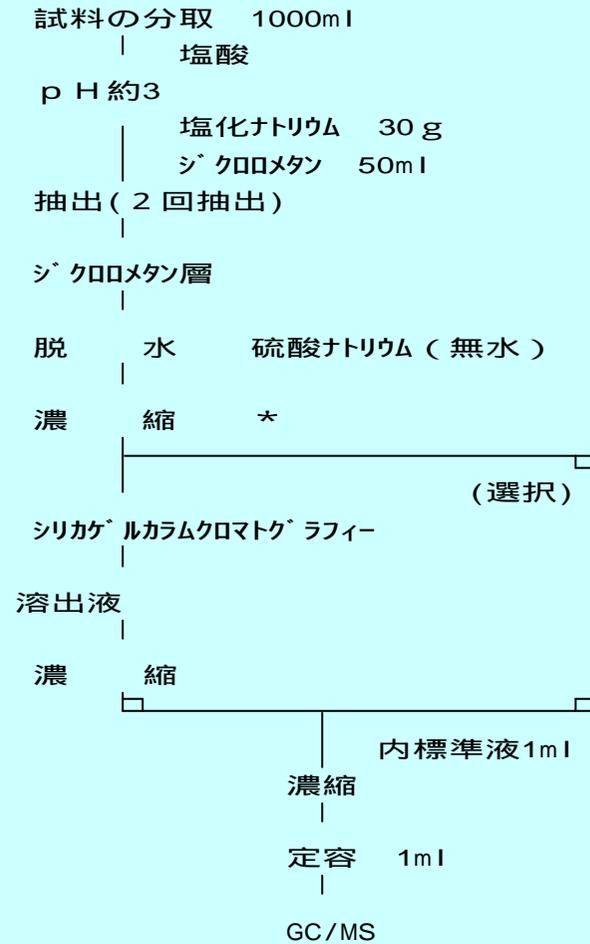
内標準

定容 1ml

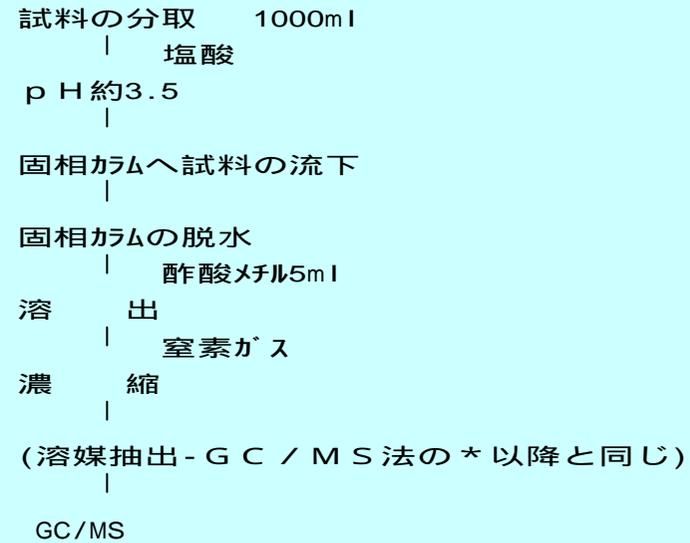
GC/MS

分析方法（推奨方法） （アルキルフェノール類）

< 溶媒抽出 - GC / MS 法 >



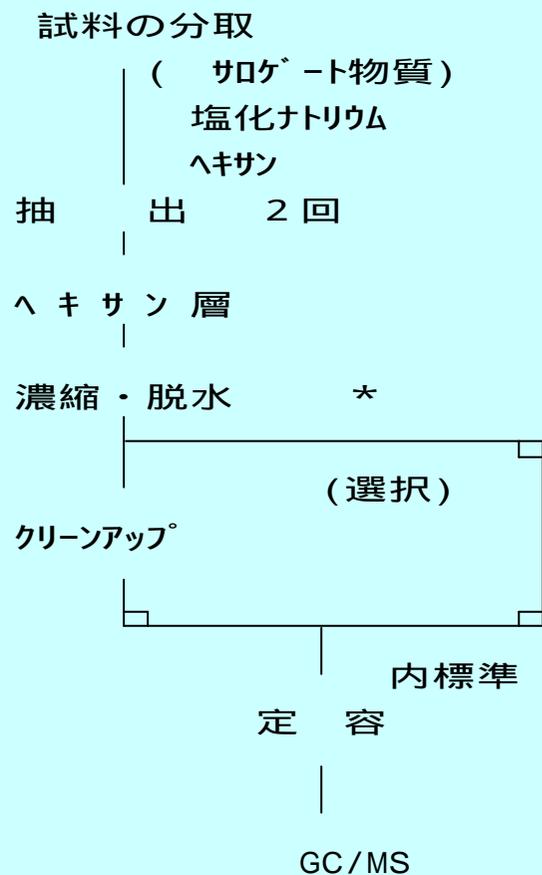
< 固相抽出 - GC / MS 法 >



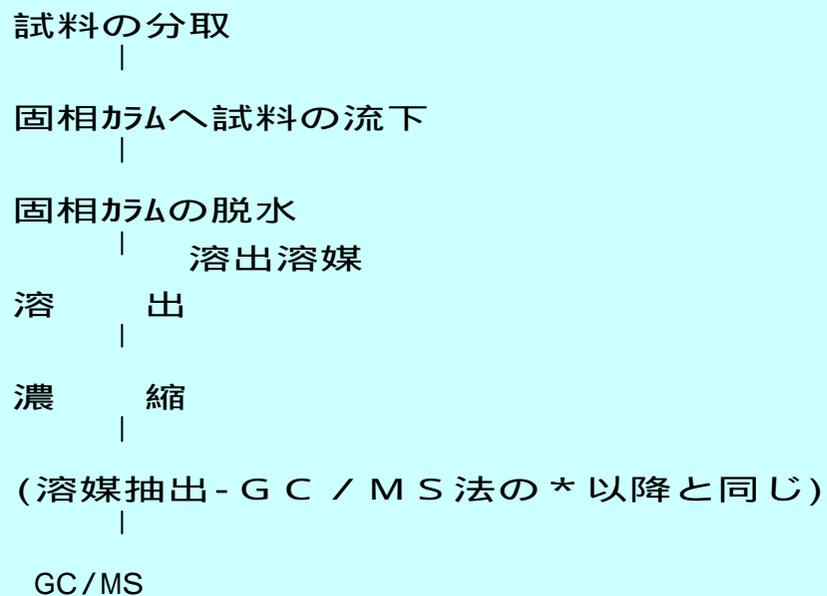
分析方法（推奨方法）

（エンドスルファン）

< 溶媒抽出 - GC / MS 法 >



< 固相抽出 - GC / MS 法 >



回答数等

外れ値等により棄却した回答数（水質試料）

分析項目	回答数	棄却数			棄却率
		N D等	Grubbs	計	%
フタル酸ジ ^レ -n-ブ ^ル チル	90	0	9	9	10.0(10.0)
ニルフェノール	113	0	1	1	0.9(0.9)
4-t-オクチルフェノール	107	0	7	7	6.5(6.5)
4-n-オクチルフェノール	98	0	0	0	0.0(0.0)
インド ^ル スルファン	26	1	1	2	7.7(3.8)

注1) 棄却率 = (棄却数 ÷ 回答数) × 100。

注2) () 内は統計的外れ値 (Grubbsの方法による外れ値) の棄却率を示す。

棄却限界値と平均値、調製濃度

棄却限界値（水質試料）

分析項目	Grubbsの方法		（参考） 外れ値棄却 後の平均値	（参考） 調製濃度 （設定値）
	下限値	上限値		
フタル酸ジ-n-ブチル ニルフェノール	2.91	7.30	5.10	5.5
4-t-オクチルフェノール	0.0263	1.41	0.708	0.75
4-n-オクチルフェノール	0.0420	0.287	0.164	0.18
インドスルファン	0	0.305	0.145	0.14
	0.00305	0.0733	0.0382	0.034

注) 単位は「 $\mu\text{g/l}$ 」である。

室間精度等

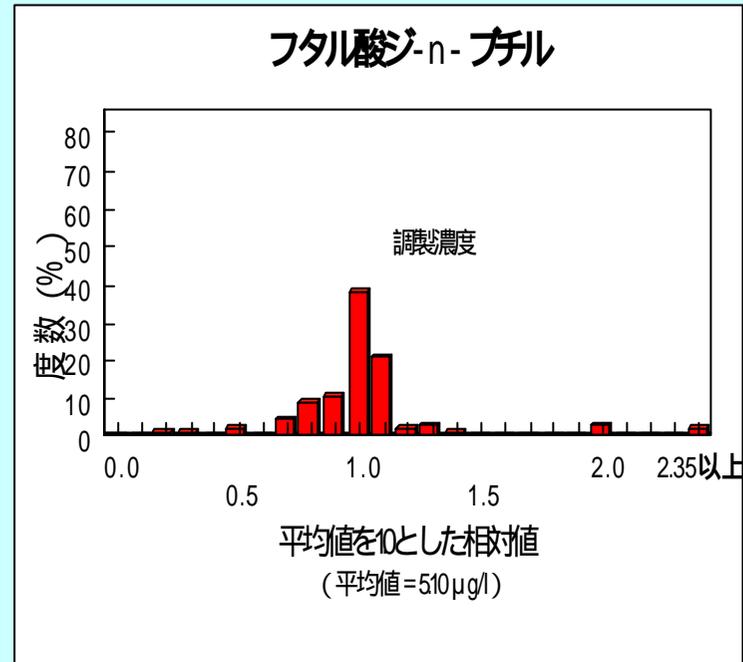
外れ値棄却前後の平均値及び精度等（水質試料）

分析項目	棄却 *	回答 数	平均値	室間精度		最小値 ($\mu\text{g/l}$)	最大値 ($\mu\text{g/l}$)	調製濃度 (設定値) ($\mu\text{g/l}$)
				S.D. ($\mu\text{g/l}$)	CV %			
フタル酸ジ [*] - n-ブチル	前	90	12.3	58.0	470.4	0.902	546	
	後	81	5.10	0.663	13.0	3.37	5.10	
フタル酸ジ [*] - n-ブチル**	前	71	13.8	64.0	462.4	0.902	546	5.5
	後	66	5.10	0.676	13.2	3.37	7.10	
ノルフェノール	前	113	0.716	0.218	30.5	0.129	1.60	
	後	112	0.708	0.203	28.7	0.129	1.24	
ノルフェノール **	前	103	0.722	0.221	30.6	0.129	1.60	0.75
	後	102	0.713	0.204	28.6	0.129	1.24	
4-t-オクチル フェノール	前	107	0.190	0.119	62.4	0.0780	0.904	0.18
	後	100	0.164	0.0362	22.0	0.0780	0.260	
4-n-オクチル フェノール	前	98	0.145	0.0476	32.8	0.0715	0.302	0.14
	後	98	0.145	0.0476	32.8	0.0715	0.302	
エンドスルファ ン	前	25	0.0589	0.104	176.9	0.0148	0.555	0.034
	後	24	0.0382	0.0127	33.2	0.0148	0.0669	

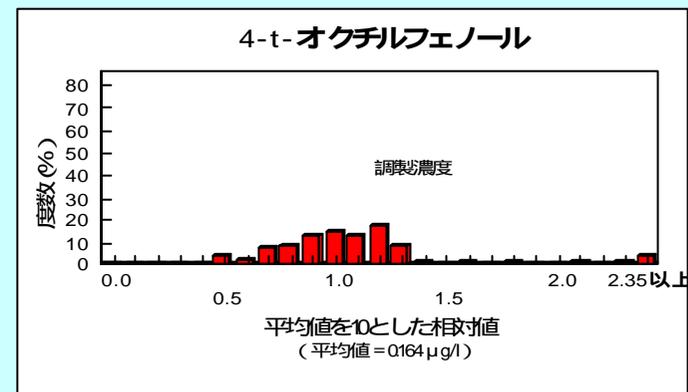
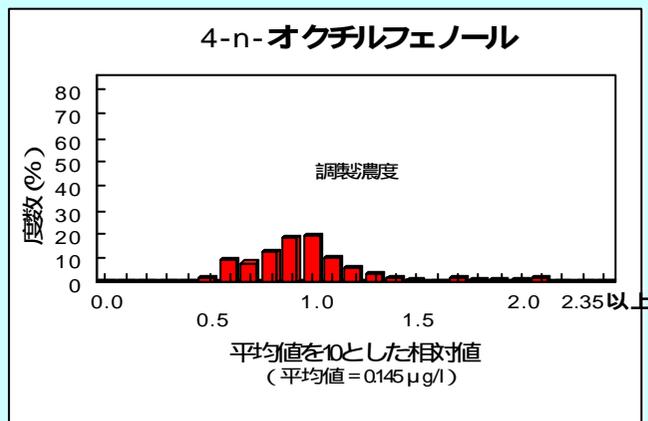
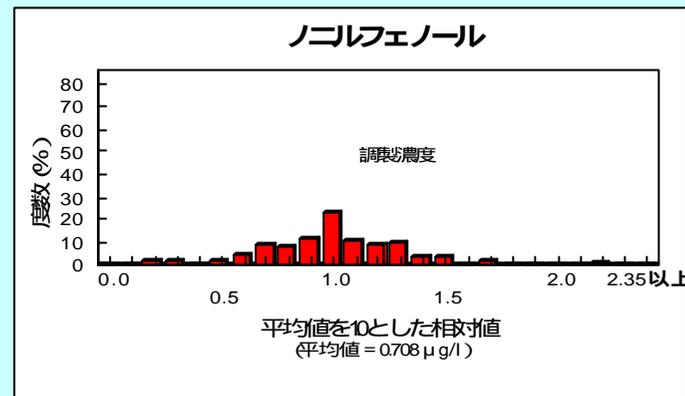
注1) *: 「棄却前」には統計的外れ値は含むが、結果が「ND等」で示されているものは含まない。

注2) **: 追跡調査としての分析方法とおりでないものを除いている。

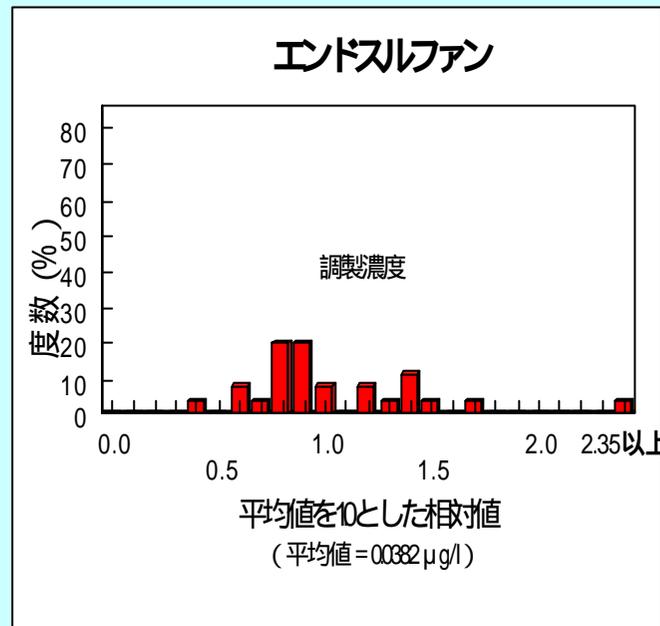
ヒストグラム (フタル酸ジ-n-ブチル)



ヒストグラム (アルキルフェノール類)



ヒストグラム (エンドスルファン)



分析方法別回答数（フタル酸ジ-n-ブチル）

分析方法	回答数	棄却された回答数		
		N D等	Grubbs	計
1. 溶媒抽出-G C / M S （推奨方法とおり）	74	0	8	8
2. その他 - 溶媒抽出-G C / M S （抽出条件等が異なる）	15	0	1	1
3. S P M E	1	0	0	0
合計	90	0	9	9

外れ値の原因（フタル酸ジ-n-ブチル）

設定値5.5 µg/l（大きな値）（小さな値）

機関	分析値 (µg/L)	考えられる棄却要因
A	546	設定値の100倍であることから，前処理における濃縮比（95倍）の補正または検量線溶液の桁間違いなどが考えられる．
B	2.57	添付資料だけでは判断できないが，希釈等の計算間違いまたは前処理操作における抽出効率が悪かった可能性がある．
C	10.0	添付資料に問題はなく，試料溶液の希釈や濃縮倍率，検量線溶液の作成時の希釈などでのケアレスミスによる可能性がある．（アンケートでは抽出時の汚染と推定している）
D	10.0	添付資料に問題はなく，試料溶液の希釈や濃縮倍率，検量線溶液の作成時の希釈などでのケアレスミスによる可能性がある．（アンケートでは、標準液濃度の間違いと推定している）
E	9.98	指定された抽出操作・濃縮倍率ではないが，添付資料からは特に問題はない．試料溶液や検量線溶液の作成時の希釈などでのケアレスミスによる可能性がある．（アンケートでは、試料溶液と検量線溶液に添加した内標準濃度が異なっていたことが原因であるとしている）
F	1.31	添付資料の検量線には特に問題はない．空試験の値が非常に高いことが影響している可能性がある．
G	114	添付資料がないため詳細は不明である．
H	2.48	添付資料がないため詳細は不明である．
I	0.902	クロマトグラムのベースが変動しており，分析条件に問題がある可能性がある．空試験の値も高めである．

要因別の解析（フタル酸ジ-n-ブチル）

外れ値等を棄却後の解析

「昨年度調査への参加に関する解析」を除き、推奨方法とおりに分析している結果を対象とする。

- ・ 分析機関区分
- ・ 分析機関の国際的な認証の取得
- ・ 分析者の経験度：昨年度分析を行った試料数
分析業務経験年数
- ・ **分析に要した日数**
- ・ 室内測定精度（CV%）
- ・ 室内測定回数
- ・ **分析方法**
- ・ クリーンアップの方法
- ・ GC / MS への注入量
- ・ 空試験と試料の指示値の比
- ・ 分析方法別の定量方法
- ・ 標準原液
- ・ サロゲート物質の使用
- ・ 測定質量数
- ・ 装置の型式
- ・ イオン検出法
- ・ 昨年度調査への参加

分析に要した日数に関する解析（フタル酸ジ-n-ブチル）

外れ値等を棄却後の解析

日数	回答数	平均値 ($\mu\text{g/l}$)	室間精度	
			S.D.	CV %
1. 1日	10	5.19	0.265	5.1
2. 2~5日	44	5.11	0.698	13.7
3. 6~10日	9	5.27	0.643	12.2
4. 11日以上	3	4.16	0.943	22.7

注) 偏り (平均値の差): 2と4、3と4

注) 精度の違い : 1と2、1と3、1と4

分析方法別の解析（フタル酸ジ-n-ブチル）

外れ値等を棄却後の解析

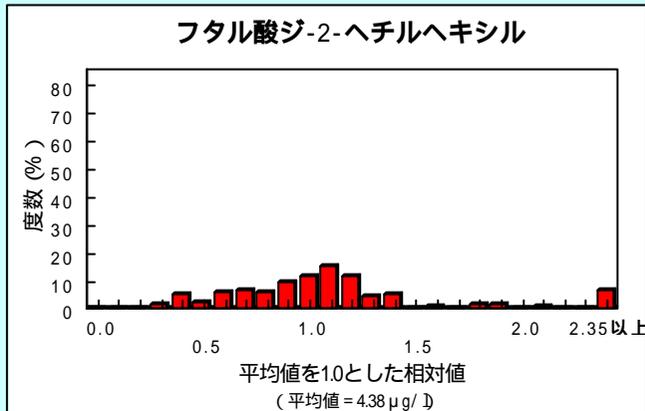
分析方法	回答数	平均値 ($\mu\text{g/l}$)	室間精度	
			S.D.	CV %
1. 溶媒抽出-GC / MS (推奨方法とおり)	66	5.10	0.676	13.2
2. その他 - 溶媒抽出-GC / MS (抽出条件等が異なる)	14	5.01	0.521	10.4
3. SPME	1	6.43	-	-

注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは水準間にみられない

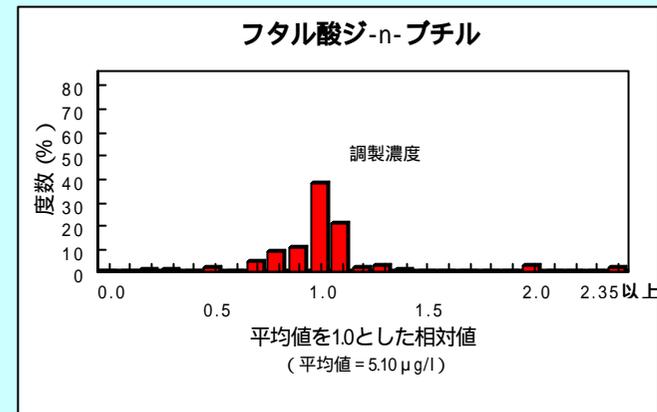
過去の結果との比較 (フタル酸ジ-n-ブチル)

	機関数	平均値	SD	CV%	%設定値
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル (平成11年度)	107	4.38	1.52	34.7	87.6
フタル酸ジ-n-ブチル (平成13年度)	103	5.51	1.18	21.5	91.8
フタル酸ジ-n-ブチル (平成14年度)	66	5.10	0.676	13.2	92.7

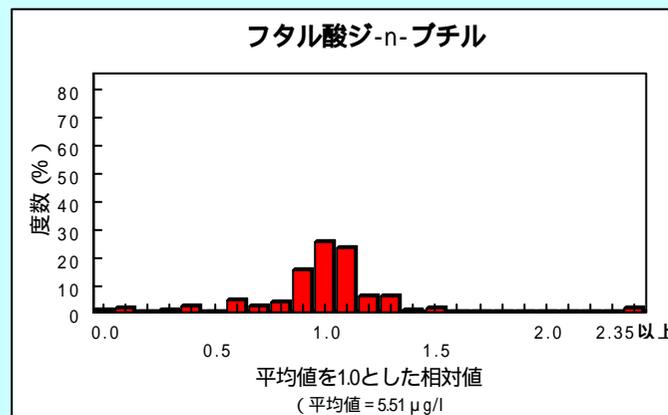
ヒストグラム (フタル酸エステル類)



11年度



14年度



13年度

平成13年度に見られたフタル酸ジ-n-ブチル測定における注意点

抽出濃縮比の解析（平成13年度の結果）

抽出濃縮比	機関数	平均値	S D	C V %
5.0以上	19	5.67	0.884	15.6
5.0未満	83	5.48	1.25	22.8

試料水相と抽出溶剤相の体積比を利用した濃縮は比率が高くても誤差要因になっていない

揮発濃縮比の解析（平成13年度の結果）

揮発濃縮比	機関数	平均値	S D	C V %
2.5超	8	5.58	1.26	22.6
2.5	41	5.40	1.17	21.7
2.5未満 (内1のもの)	51 (44)	5.59 (5.52)	1.19 (1.20)	21.3 (21.7)

抽出溶剤相を揮発させることによる濃縮操作は誤差要因になっていない

代表的な分析実施上の留意点等（フタル酸ジ-n-ブチル）

「試験溶液の調製について」

- ・ 室内及び器具からの汚染の低減
- ・ ヘキサン洗浄したミネラルウォーターを使用
ヘキサン洗浄した超純水を使用
- ・ 使用する器具を200℃で空焼き

「測定操作について」

- ・ サロゲート法により測定
- ・ ヘキサン分取時の水分除去
- ・ 汚染を避けるため濃縮しない

「空試験値を低くするために注意した点について」

- ・ 使用器具の加熱
- ・ 使用器具の溶媒による洗浄
- ・ フタル酸エステル分析用試薬の使用
- ・ ミネラルウォーターの使用
- ・ 抽出溶媒は使用直前に開封したものを使用

分析方法別回答数（アルキルフェノール類）

（ノニルフェノール）

分析方法	回答数	棄却された回答数		
		N D等	Grubbs	計
1. 溶媒抽出-G C / M S	63	0	0	0
2. 固相抽出-G C / M S	40	0	1	1
3. その他 - 溶媒抽出-TMS誘導体化-G C / M S	5	0	0	0
4. 溶媒抽出-IFl誘導体化-G C / M S	1	0	0	0
5. 固相抽出-TMS誘導体化-G C / M S	1	0	0	0
6. 固相抽出-IFl誘導体化-G C / M S	2	0	0	0
7. 固相抽出-LC / M S	1	0	0	0
合計	113	0	1	1

分析方法別回答数（アルキルフェノール類）

（4-t-オクチルフェノール）

分析方法	回答数	棄却された回答数		
		N D 等	Grubbs	計
1. 溶媒抽出-G C / M S	61	0	4	4
2. 固相抽出-G C / M S	37	0	3	3
3. その他 - 溶媒抽出-TMS誘導体化-G C / M S	5	0	0	0
4. 溶媒抽出-IFl誘導体化-G C / M S	1	0	0	0
5. 固相抽出-TMS誘導体化-G C / M S	1	0	0	0
6. 固相抽出-IFl誘導体化-G C / M S	2	0	0	0
7. 固相抽出-LC / M S	0	-	-	-
合計	107	0	7	7

分析方法別回答数（アルキルフェノール類）

（4-n-オクチルフェノール）

分析方法	回答数	棄却された回答数		
		N D 等	Grubbs	計
1. 溶媒抽出-G C / M S	58	0	0	0
2. 固相抽出-G C / M S	31	0	0	0
3. その他 - 溶媒抽出-TMS誘導体化-G C / M S	5	0	0	0
4. 溶媒抽出-IH誘導体化-G C / M S	1	0	0	0
5. 固相抽出-TMS誘導体化-G C / M S	1	0	0	0
6. 固相抽出-IH誘導体化-G C / M S	2	0	0	0
7. 固相抽出-LC / M S	0	-	-	-
合計	98	0	0	0

外れ値の原因（ノニルフェノール）

棄却された機関の分析値と設定値に対する比

NP=ノニルフェノール、t-OP=4-t-オクチルフェノール、n-OP=4-n-オクチルフェノール

ノニルフェノール

機関	分析値 (μg/l)			分析値の設定値に対する比		
	NP	t-OP	n-OP	NP	t-OP	n-OP
a	<u>1.60</u>	0.120	0.0900	<u>2.13</u>	0.667	0.642

3つのアルキルフェノールを分析しているが、分析値の設定値に対する比はノニルフェノールのみ高くなっている。このことから、棄却原因としてはノニルフェノールの検量線溶液の調製ミスの可能性が高いと考えられる。

外れ値の原因（4-t-オクチルフェノール）

棄却された機関の分析値と設定値に対する比

NP=ノニルフェノール、t-OP=4-t-オクチルフェノール、n-OP=4-n-オクチルフェノール

4-t-オクチルフェノール

機関	分析値 (μg/l)			分析値の設定値に対する比		
	NP	t-OP	n-OP	NP	t-OP	n-OP
A	0.999	<u>0.299</u>	-	1.33	1.66	-
B	1.22	<u>0.349</u>	0.265	1.63	1.94	1.89
C	0.552	<u>0.373</u>	0.125	0.74	2.07	0.89
D	0.129	<u>0.588</u>	0.096	0.17	<u>3.27</u>	0.69
E	0.224	<u>0.608</u>	0.161	0.30	<u>3.38</u>	1.15
F	0.143	<u>0.812</u>	0.144	0.19	<u>4.51</u>	1.03
G	0.221	<u>0.904</u>	0.147	0.29	<u>5.02</u>	1.05

A、B：すべてのアルキルフェノールが設定値より高い。

汚染か検量線溶液の調製間違いと推定。

C：4-t-オクチルフェノールの分析値のみ高い。

クロマトグラム等が添付されていなかったため不明。

D～G：4-t-オクチルフェノールが3.27～5.02と高く、ノニルフェノールが0.17～0.30と低い。4-n-オクチルフェノールが1に近い値。

ノニルフェノールと4-t-オクチルフェノールの分析値を逆に記入。

外れ値の原因（4-t-オクチルフェノール）

外れ値等の原因及びその対応・改善例（Grubbs方法による外れ値（すべて大きい値））
（アンケート結果）

原因	回答数		対応・改善例
ノニルフェノールとの記載間違い	3	3	複数人によるチェックをする 再確認をする 注意する
標準液調製時に希釈倍率を間違う	1	2	標準液の二重チェックを行う 結果に差が生じた場合には確認し、相談して判断する。 市販の標準液で現有のものを確認をする。
2回測定の結果が異なる	1		
不明		1	回収率が100%近くなるように、精度管理の向上に取り組む
回答なし		1	
計		7	

要因別の解析（アルキルフェノール類）

外れ値等を棄却後の解析

ノニルフェノールについては、「昨年度調査への参加に関する解析」を除き、推奨方法とおり分析している結果を対象とする。

- ・ 分析機関区分
- ・ 分析機関の国際的な認証の取得
- ・ 分析者の経験度：昨年度分析を行った試料数
分析業務経験年数
- ・ **分析に要した日数**
- ・ 室内測定精度（CV%）
- ・ 室内測定回数
- ・ **分析方法（ノニルフェノールを除く）**
- ・ クリーンアップの方法
- ・ 固相カラムの種類と充てん剤の種類
- ・ 濃縮方法
- ・ GC / MS への注入量
- ・ 空試験と試料の指示値の比
- ・ 分析方法別の定量方法
- ・ 標準原液
- ・ 測定質量数
- ・ 装置の型式
- ・ イオン検出法
- ・ 昨年度調査への参加（ノニルフェノール）

分析に要した日数に関する解析（アルキルフェノール類）

外れ値等を棄却後の解析

（例示：4-t-オクチルフェノール）

日数	回答数	平均値 ($\mu\text{g/l}$)	室間精度	
			S.D.	CV %
1. 1日	6	0.184	0.0331	18.0
2. 2~5日	67	0.168	0.0338	20.1
3. 6~10日	17	0.162	0.0372	22.9
4. 11日以上	10	0.133	0.0395	29.6

注) 偏り (平均値の差): 1と4、2と4

分析方法別の解析（アルキルフェノール類）

外れ値等を棄却後の解析

（例示：4-t-オクチルフェノール）

分析方法	回答数	平均値 ($\mu\text{g/l}$)	室間精度	
			S.D.	CV %
1. 溶媒抽出-GC/MS	57	0.169	0.0355	21.0
2. 固相抽出-GC/MS	34	0.159	0.0373	23.4
3. その他 - 溶媒抽出-TMS誘導体化-GC/MS	5	0.174	0.0298	17.1
4. 溶媒抽出-ITL誘導体化-GC/MS	1	0.140	-	-
5. 固相抽出-TMS誘導体化-GC/MS	1	0.142	-	-
6. 固相抽出-ITL誘導体化-GC/MS	2	0.119	-	-
7. 固相抽出-LC/MS	0	-	-	-

高度解析（ノニルフェノール）

溶媒抽出 - GC / MS 法に適用

1) 極端な分析結果（外れ値等）の原因解析

「標準原液を購入した」回答は、分析結果が小さくなる傾向
理由は不明

2) システマティックな誤差要因解析

「試料と検量線の最高濃度の指示値が0.0612以下」の回答は分析結果が小さくなる傾向
「試料と検量線の最高濃度の指示値が0.999以上」の回答は分析結果が大きくなる傾向
常識的なこと

3) ばらつきの発生原因解析

ばらつきが大きくなる要因

「検量線の最高濃度が4ng以上」、「検量線の最高濃度が1ng以下」

検量線作成のための適切な濃度の設定の必要性

「試料と検量線の最高濃度の指示値の比が0.348以上0.656未満」

理由は不明

「分析に要した日数が5日以上」

分析に要した日数が多いとガラス容器への吸着や分解が考えられる

過去の結果との比較（アルキルフェノール類）

（ノニルフェノール）

実施年度	回答数	平均値 ($\mu\text{g/l}$)	室間精度		設定値 %
			S.D.	CV %	
平成14年度	112	0.708	0.203	28.7	94.4
平成13年度	116	0.567	0.0967	17.0	94.5
平成11年度	86	0.763	0.246	32.3	84.8

（4-t-オクチルフェノール）

実施年度	回答数	平均値 ($\mu\text{g/l}$)	室間精度		設定値 %
			S.D.	CV %	
平成14年度	100	0.164	0.0362	22.0	91.1
平成11年度	95	0.135	0.0393	29.2	90.0

代表的な分析実施上の留意点等（アルキルフェノール類）

「試験溶液の調製について」

- ・ 抽出時のPH調整
- ・ ジクロロメタンの濃縮時の突沸
- ・ 室内及び器具からの汚染の低減
- ・ ミネラルウォーターの使用
- ・ ジクロロメタンで洗浄した水の使用

「測定操作について」

- ・ 分析前にインサートを交換

「分析全般について」

- ・ 器具の溶媒による洗浄
- ・ 器具、試薬等からの汚染の低減
- ・ 誘導化による測定
- ・ 検量線の2次曲線化

(13年度の結果)

・GC/MS測定時のピーク処理をどのように行うのか。

異性体の混合物を定量する際にどのように積分するのか？

ピークの積分方法と分析結果との関係

積分方法	回答数	平均値 (μg/l)	S.D.	CV %
全ピークを一括して積分	30	0.558	0.122	21.9
1本のみ積分	4	0.511	0.0785	15.4
3本以上を個別に積分	36	0.555	0.0774	14.0

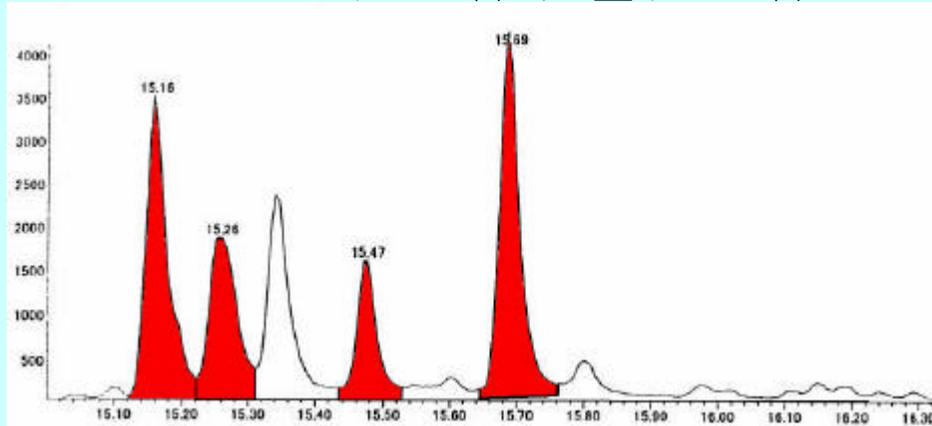
・試料を誘導体化すべきか。

誘導体化して測定した方が良い結果を得られるのか？

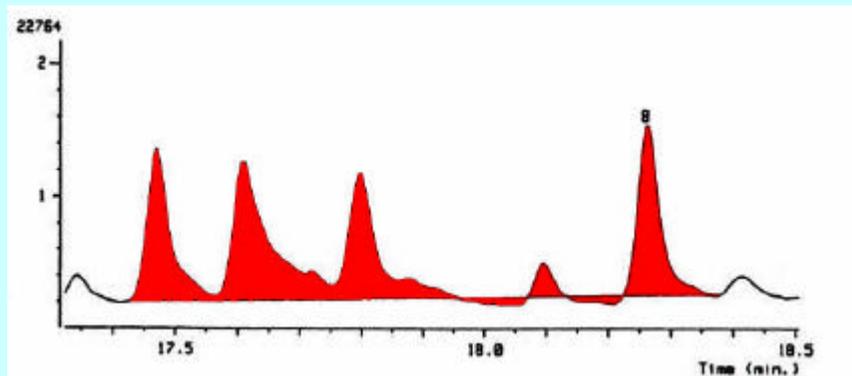
誘導体化の有無と分析結果との関係

分析操作	回答数	平均値 (μg/l)	S.D.	CV %
誘導体化なし	83	0.567	0.101	17.9
誘導体化あり	30	0.565	0.0763	13.5

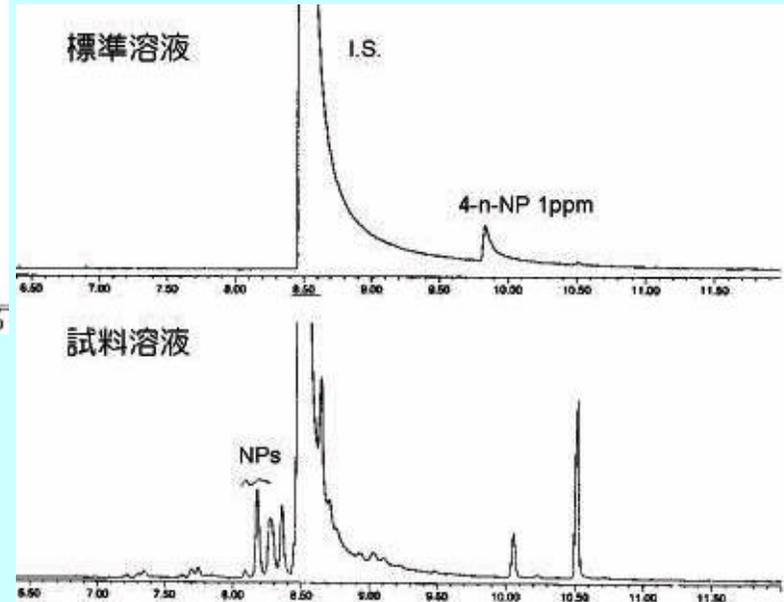
ノニルフェノールのクロマトグラム の例



良好なクロマトグラム(4本のピークを積分)



分離の悪いクロマトグラム(一括して積分)



誤解により4-n-ノニルフェノール
を標準物質とした機関

(13年度の例)

分析方法別回答数（エンドスルファン）

分析方法	回答数	棄却された回答数		
		ND等	Grubbs	計
1. 溶媒抽出-GC / MS	24	0	1	1
2. 固相抽出-GC / MS	1	0	0	0
3. その他 - SPME法	1	1	0	1
合計	26	1	1	2

外れ値の原因（エンドスルファン）

設定値0.034 $\mu\text{g/l}$

機関	分析値 ($\mu\text{g/L}$)	考えられる棄却要因
A	0.555	報告書の記載では前処理に問題はなかった。アンケートの結果では、「データファイルを間違っていた」。なお、GC/MS測定においてサンプルの 体が検出されていないことの検討が必要と思われる。
B	< 1.0	試料溶液の希釈や濃縮などの操作を指定された方法で行っていない。SPMEでの抽出を行っているが、報告されている検出下限が1.0 $\mu\text{g/L}$ と非常に高いため測定不可能となっている。推奨法では試料を1000倍に濃縮することとなっており、SPMEでの濃縮倍率が低かったことが考えられる。また、 体が検出されていないことも検討を要する。

要因別の解析（エンドスルファン）

外れ値等を棄却後の解析

- ・ 分析機関区分
- ・ 分析機関の国際的な認証の取得
- ・ 分析者の経験度：昨年度分析を行った試料数
分析業務経験年数
- ・ **分析に要した日数**
- ・ 室内測定精度（CV%）
- ・ 室内測定回数
- ・ 分析方法
- ・ クリーンアップの方法
- ・ 抽出溶媒の種類
- ・ 濃縮方法
- ・ GC / MS への注入量
- ・ 空試験と試料の指示値の比
- ・ 分析方法別の定量方法
- ・ 標準原液
- ・ 測定質量数
- ・ 装置の型式
- ・ イオン検出法
- ・ サロゲートの使用

分析に要した日数に関する解析（エンドスルファン）

外れ値等を棄却後の解析

日数	回答数	平均値 ($\mu\text{g/l}$)	室間精度	
			S.D.	CV %
1. 1日	0	-	-	-
2. 2~5日	14	0.0361	0.0100	27.7
3. 6~10日	6	0.0488	0.0145	29.7
4. 11日以上	3	0.0286	0.0120	42.1

代表的な分析実施上の留意点等（エンドスルファン）

- ・使用する水
- ・低濃度への対応
- ・装置の感度と注入量