

平成17年度環境測定分析統一精度管理調査結果 説明会

ばいじん抽出液試料
(ダイオキシン類の分析)

平成18年8月	8日	仙台
平成18年8月	23日	東京
平成18年8月	29日	大阪
平成18年9月	5日	岡山
平成18年9月	13日	福岡

ばいじん抽出液試料

・**高等精度管理調査**

・**分析対象項目**

PCDDs & PCDFs 異性体: 2,3,7,8-位塩素置換異性体 (17 異性体)

PCDDs 7項目

PCDFs 10項目

PCDDs & PCDFs 同族体: 四～八塩素化物の各同族体、それらの総和

DL-PCB 異性体: ノンオルト及びモノオルト異性体 (12 異性体)

ノンオルト 4項目

モノオルト 8項目

DL-PCB その他: ノンオルト、モノオルト異性体の合計、それらの総和

TEQ (毒性当量)

異性体の分析結果にTEF (毒性等価係数) を乗じて算出

TEFは、WHO/IPCS (1997)

・**共通試料4 (ばいじん抽出液試料: 模擬排ガス試料として)**

焼却施設のばいじん→乾燥→トルエンで24時間ソックスレー抽出

→抽出液→混合・均質化→5mlのガラス製のアンプルに分注

アンプル各2個配布 (試料量としては約10ml)

分析方法 (推奨方法)

- ・「排ガス中のダイオキシン類の測定方法 (JIS K 0311)」

ただし、試料は抽出液であり、JIS K 0311の6.4.4以降の操作
(クリーンアップ以降の操作) を行う

- ・操作
前処理 (クリーンアップ) ーガスクロマトグラフ質量分析法

分析方法 (推奨方法)

試料の分取 1mlを推奨



クリーンアップスパイクを添加



<前処理 (クリーンアップ) >



<GC / MS分析 (同定及び定量) >

分析方法

操作		回答数	備考	
クリーンアップ°	GC/MS		(関わった人数／関わり方)	
A	A	45	1人	同じ人
A	B	112	2人	異なる人
A B	A B	1		同じ人（複数）
A	B C	1	3人	異なる人（複数）
計		159		

分析方法

<前処理 (クリーンアップ) 例>

試料 (ばいじん抽出液)

←内標準 (クリーンアップ スパイク)

(選択)

硫酸処理

多層シリカゲルカラムクロマトグラフィ

シリカゲルカラムクロマトグラフィ

(PCDDs, PCDFs)

(DL-PCB)

(二分割する)

アルミナカラムクロマトグラフィ

アルミナカラムクロマトグラフィ

2%ジクロロメタン/ヘキサン100ml

ヘキサン30~40ml

50%ジクロロメタン/ヘキサン150ml

5%ジクロロメタン/ヘキサン120ml

第一分画

第一分画

第二分画

第二分画

←内標準 (シンジ スパイク)

←内標準 (シンジ スパイク)

濃縮

濃縮

GC-MS分析用溶液

GC-MS分析用溶液

分析方法

< 試料量 >

試料量 (ml)	回答数
1. 1未満 (最小量は0.5ml)	3
2. 1	126
3. 1~2	4
4. 2~5	25
5. 5以上 (最大量は5ml)	2

分析方法

＜内標準 (クリーンアップスパイク) の添加＞

添加位置	回答数
抽出液試料に添加	1 5 0
その他の添加 (硫酸処理時、多層シリカゲル クロマト操作時に添加)	4
添加しない	0

分析方法

<前処理 (クリーンアップ)>

分析方法（クリーンアップ操作）			回答数
シリカゲルラム等の処理方法：硫酸処理、シリカゲルラム、多層シリカゲルラム組み合わせ			
硫酸処理	シリカゲルラム	多層シリカゲルラム	
○	○	○	1
○	○	×	16
○	×	○	30
○	×	×	2
×	○	○	4
×	×	○	107
計			160

注) ○は該当する処理操作であり、×は該当しない操作である。

分析方法

<前処理 (クリーンアップ)>

分析方法（クリーンアップ操作） シリカゲルクロマト後の処理方法：「PCDDs+PCDFs用」と「DL-PCB用」の試料溶液 の調製方法とその後の処理等	回答数
1. 「PCDDs+PCDFs用」と「DL-PCB用」に液を2分割後、アルミナカラム分画を行う (JIS K 0311-6.4.5-a))	2 5
2. HPLCにより「PCDDs+PCDFs用」と「DL-PCB用」溶液を調製する (JIS K 0311-6.4.5-b))	1 1
3. 活性炭カラムにより「PCDDs+PCDFs用」と「DL-PCB用」溶液を調製する (JIS K 0311-6.4.5-c) (注)	8 9
4. ジメチルスルオキシド (DMSO) による分配処理 (JIS K 0311-6.4.5-d))	0
5. アルミナカラムにより「PCDDs+PCDFs用」と「DL-PCB用」溶液を調製する	5
6. 活性炭カラム及びアルミナカラムにより「ダイオキシン類用」と「DL-PCB用」溶液を調製する	1 4
7. その他 フロッグシリカラムにより「ダイオキシン類用」と「DL-PCB用」溶液を調製する	1
8. 上記1～6組み合わせ	1 5
1、3の組み合わせ	(4)
1、5の組み合わせ	(1)
2、3の組み合わせ	(2)
3、4の組み合わせ	(1)
3、5の組み合わせ	(3)
3、6の組み合わせ	(4)
計	1 6 0

(注) 「3. 活性炭カラムにより「PCDDs+PCDFs用」と「DL-PCB用」溶液を調製する」には、活性炭リバースカラムを含む。

分析方法

<前処理 (クリーンアップ)>

分析方法（クリーンアップ操作）	回答数
硫黄分除去の処理方法	
1.多層シリカゲルカラムによる処理 （前記表の「多層シリカゲルカラム」と重複）	8 3
2.硝酸銀シリカゲルカラムによる処理	1 0
3.銅（チップ又は粒状）カラムによる処理	1
4.銅線（コイル状）を浸す方法	4
5.その他	0
6.上記1～5の組み合わせ	5 9
1、2の組み合わせ	（ 4 4 ）
1、3の組み合わせ	（ 1 1 ）
1、4の組み合わせ	（ 3 ）
2、3の組み合わせ	（ 1 ）
7.行わない	3
計	1 6 0

分析方法

<前処理 (クリーンアップ)>

分析方法（クリーンアップ操作）	回答数
その他の処理方法	
1.行わない	1 5 6
2.行う （「その他の処理」とは前記表に示す操作以外のもの ：「簡易多層シリカゲルカラム」、「シリカゲルカラム」等）	4
計	1 6 0

分析方法

<前処理 (クリーンアップ)>

GC/MS測定用の試料液の調整に使用した溶媒の種類

溶媒の種類	回答数
ノナン	116
トルエン	8
デカン	35
イソオクタン	0
その他 ヘキサン	1
計	160

GC/MS測定用の試料液の量

区分		回答数	平均値 (μ l)	最小値 (μ l)	最大値 (μ l)	中央値 (μ l)
PCCDs及びPCDFs	4～6塩素化物	160	40.6	0.5	150	40
	7、8塩素化物	160	40.7	0.5	150	40
DL-PCB		160	40.0	1	150	40

分析方法

<分析 (同定及び定量) 例>

GC/MS測定用試料液



同 定



定 量

(公定法による抽出)

分析方法 (ガスクロマトグラフ質量分析による測定操作)	回答数
高分解能のガスクロマトグラフ質量分析による測定	1 6 0
その他	0
計	1 6 0

分析方法

<分析 (同定及び定量)>

検量線の作成：濃度範囲

区分	検量線の範囲	回答数	平均値 (ng/ml)	最小値 (ng/ml)	最大値 (ng/ml)	中央値 (ng/ml)
PCCDs及びPCDFs	下限	121	0.23	0.050	0.50	0.20
	上限	121	430	20	4850	250
DL-PCB	下限	121	0.31	0.050	1.0	0.20
	上限	121	210	25	1000	200

(注) 下限「0」の回答は、除いている。

回答数

＜全体の回答数＞160

試料中の異性体濃度

PCDDs及びPCDFs:0.01~0.1ng/mlレベル

DL-PCB :0.001~0.1ng/mlレベル

＜「ND」等の回答数＞

8項目で77回答

DL-PCB (2,3,4,4',5-PeCB:41回答、2',3,4,4',5-PeCB:17回答、
3,4,4',5-TeCB:12回答、2,3',4,4',5,5'-HxCB:3回答、
3,3',4,4'-TeCB:1回答、2,3',4,4',5-PeCB:1回答、
PCDFs (2,3,3',4,4',5'-HxCB:1回答)

回答の多い2,3,4,4',5-PeCB、2',3,4,4',5-PeCB及び3,4,4',5-TeCBについては、いずれも他の異性体に比べて濃度は低い (0.001ng/mlのレベル)

TEQ (DL-PCB) :「ND」等とする1回答あり

回答数

<外れ値の回答数>

TEQ

PCDDs &PCDFs	DL-PCB	PCDDs&PCDFs + DL-PCB
5	7	5

回答数

<外れ値の回答数>

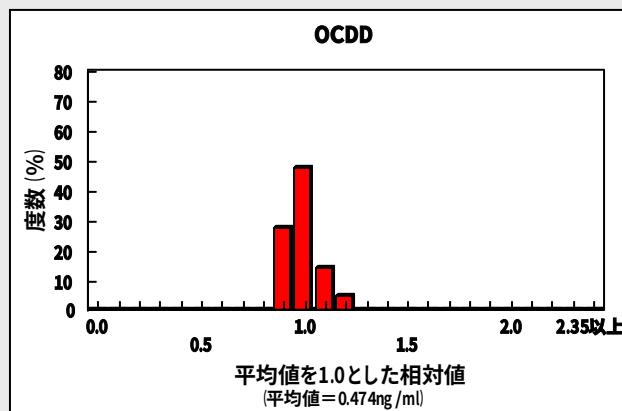
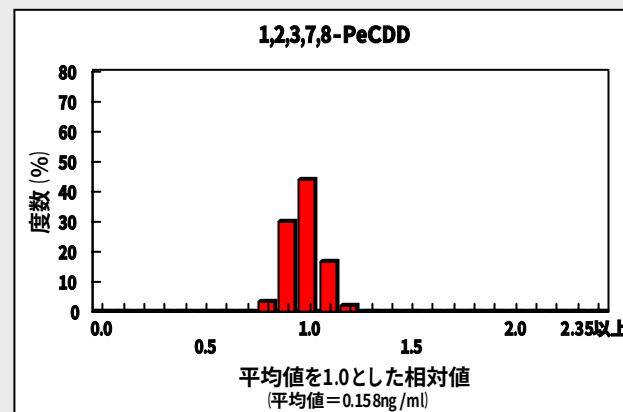
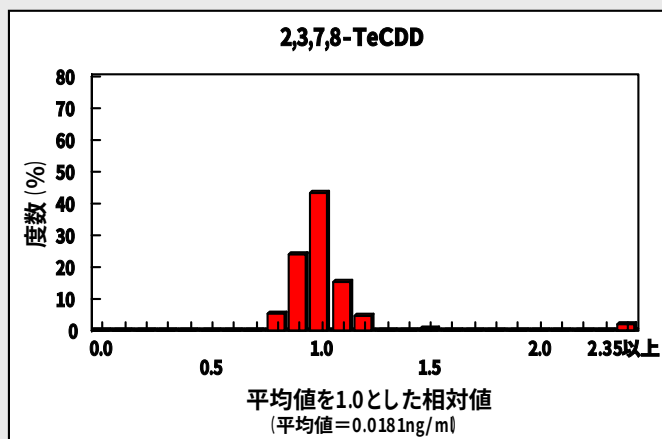
異性体（異性体数別）

異性体数	PCDDs&PCDFs			DL-PCB			PCDDs&PCDFs + DL-PCB
	PCDDs	PCDFs	PCDDs &PCDFs	ノンオルト	モノオルト	ノンオルト &モノオルト	
1	6	9	11	5	11	12	17
2	3	5	7	0	4	3	10
3	1	2	2	2	0	1	3
4	0	0	1	3	0	0	0
5	0	0	1	-	2	1	1
6	0	0	0	-	1	0	1
7	3	1	0	-	0	1	1
8	-	1	0	-	2	1	1
9	-	0	0	-	-	1	1
10以上	-	1	3	-	-	2	3
計	13	19	25	10	20	21	38

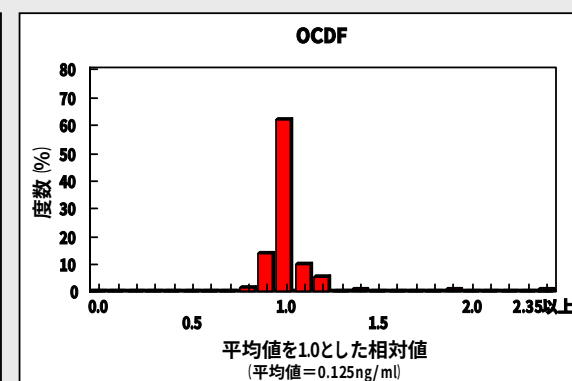
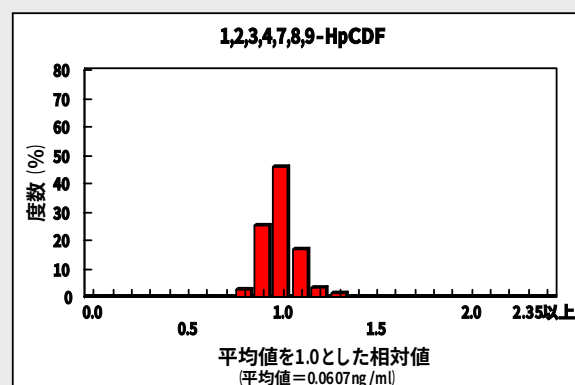
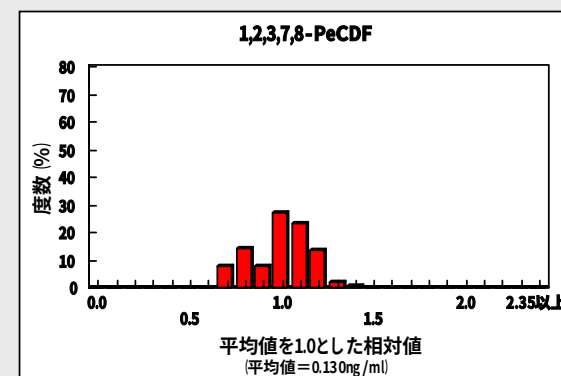
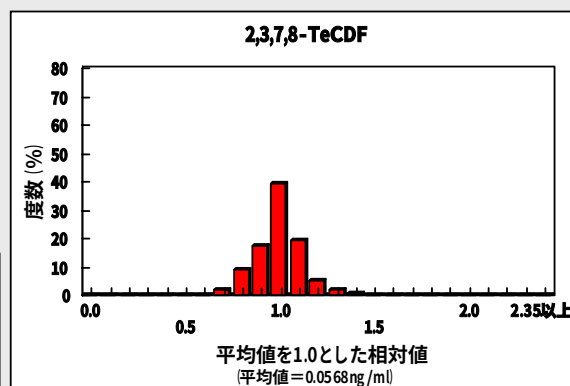
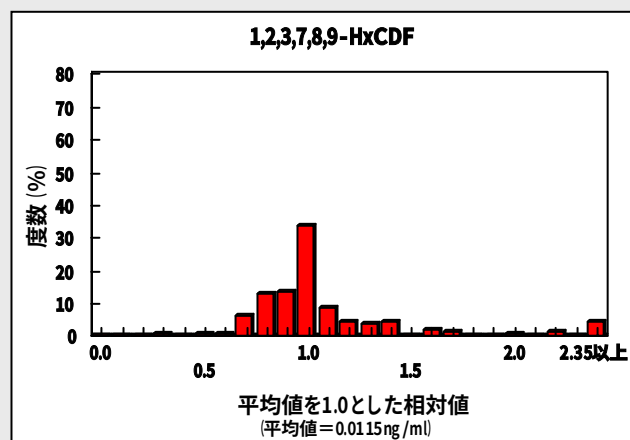
室間精度等の例 (PCDDs & PCDFs異性体)

区分	分析項目	棄却	回答数	平均値 (ng/ml)	室間精度		最小値 (ng/ml)	最大値 (ng/ml)	中央値 (ng/ml)
					S.D. (ng/ml)	CV %			
PCDDs	2,3,7,8-TeCDD	前	160	0.129	1.38	1070	0.0109	17.5	0.0180
		後	151	0.0181	0.00165	9.1	0.0140	0.0220	0.0180
	1,2,3,7,8-PeCDD	前	160	1.06	11.5	1080	0.130	145	0.160
		後	157	0.158	0.0123	7.8	0.130	0.200	0.160
	OCDD	前	160	3.20	34.4	1080	0.345	435	0.470
		後	154	0.474	0.0349	7.4	0.400	0.580	0.470
PCDFs	2,3,7,8-TeCDF	前	160	0.366	3.91	1070	0.0440	49.5	0.0568
		後	156	0.0568	0.00716	12.6	0.0383	0.0805	0.0568
	1,2,3,7,8-PeCDF	前	160	0.911	9.87	1080	0.0880	125	0.130
		後	159	0.130	0.0194	14.9	0.0880	0.180	0.130
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	159	0.0857	0.911	1060	0.00400	11.5	0.0110
		後	149	0.0115	0.00248	21.6	0.00400	0.0200	0.0110
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	前	160	0.455	4.98	1090	0.0395	63.0	0.0610
		後	156	0.0607	0.00528	8.7	0.0480	0.0770	0.0608
	OCDF	前	160	0.881	9.48	1080	0.0730	120	0.123
		後	150	0.125	0.0105	8.4	0.100	0.160	0.123

ヒストグラムの例 (P C D D s 異性体)



ヒストグラムの例 (PCDFs異性体)



室間精度の例

(PCDDs & PCDFs 同族体)

区分	分析項目	棄却	回答数	平均値 (ng/ml)	室間精度		最小値 (ng/ml)	最大値 (ng/ml)	中央値 (ng/ml)
					S.D. (ng/ml)	CV %			
PCDDs	TeCDDs	前	160	4.87	40.4	829	0.212	375	0.340
		後	153	0.340	0.0315	9.2	0.253	0.450	0.340
	OCDD	前	160	5.98	48.4	809	0.345	435	0.470
		後	153	0.473	0.0365	7.7	0.345	0.580	0.470
	PCDDs	前	160	66.0	543	823	3.80	5000	5.05
後		155	5.07	0.293	5.8	4.25	6.00	5.05	
PCDFs	TeCDFs	前	160	21.4	176	824	1.03	1750	1.70
		後	154	1.72	0.187	10.8	1.10	2.35	1.70
	OCDF	前	160	1.63	13.4	822	0.0730	120	0.123
		後	150	0.125	0.0105	8,4	0.100	0.160	0.123
	PCDFs	前	160	93.3	769	824	5.80	7250	7.10
後		156	7.09	0.490	6.9	5.80	8.70	7.07	
同族体の合計 (PCDDs + PCDFs)		前	160	156	128	822	9.60	12000	12.0
		後	155	12.1	0.742	6.1	9.60	14.5	12.0

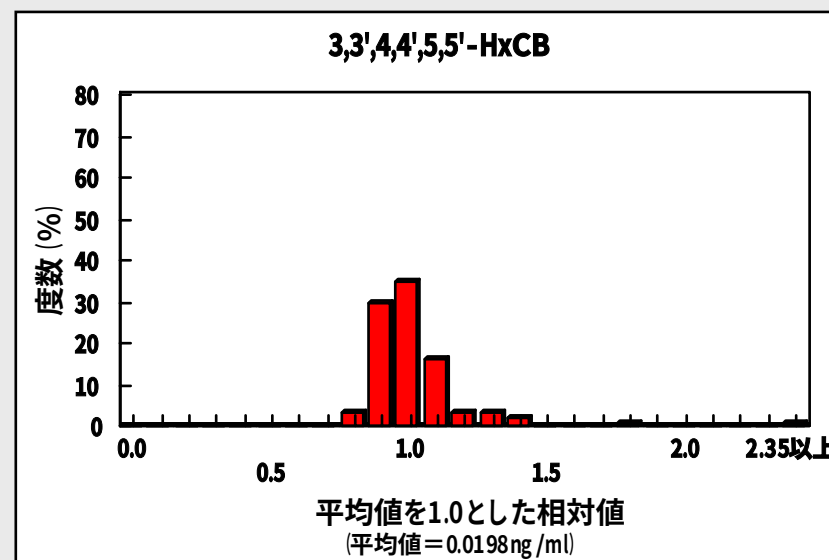
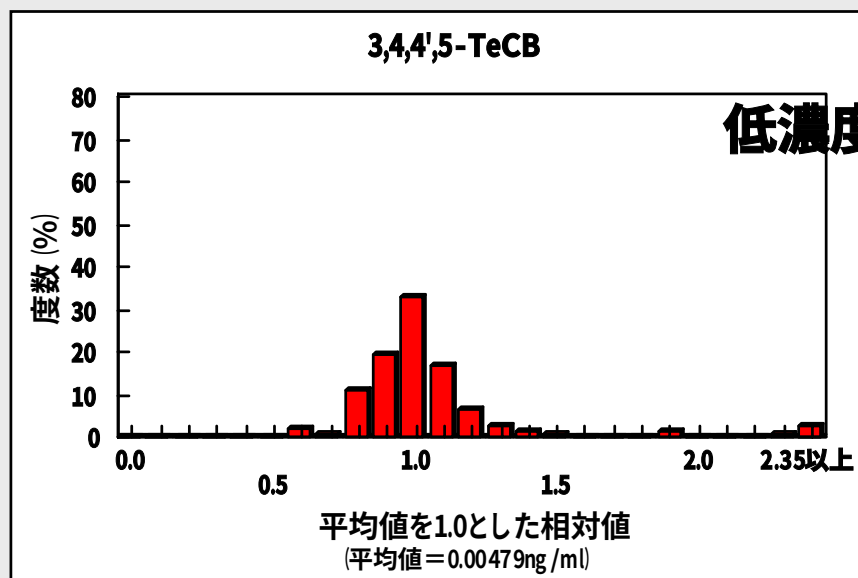
室間精度の例 (DL-PCB)

区分	分析項目	棄却	回答数	平均値 (ng/ml)	室間精度		最小値 (ng/ml)	最大値 (ng/ml)	中央値 (ng/ml)
					S.D. (ng/ml)	CV %			
ノン オ ル ト	3,4,4',5-TeCB	前	148	0.0340	0.349	1030	0.00300	4.25	0.00485
		後	141	0.00479	0.000700	14.5	0.00300	0.00700	0.00483
	3,3',4,4',5,5' -HxCB	前	160	0.142	1.54	1080	0.0140	19.5	0.0194
		後	154	0.0198	0.00261	13.2	0.0140	0.0290	0.0192
モ ノ オ ル ト	2',3,4,4',5-PeCB	前	143	0.0411	0.434	1060	0.00200	5.2	0.00418
		後	132	0.00423	0.000510	12.1	0.00300	0.00600	0.00416
	2,3,4,4',5-PeCB	前	119	0.0129	0.119	921	0.00100	1.30	0.00170
		後	113	0.00178	0.000450	25.2	0.00100	0.00305	0.00170
	2,3,3',4,4',5,5' -HpCB	前	160	0.124	1.34	1080	0.0115	17.0	0.0180
		後	157	0.0177	0.00175	9.9	0.0115	0.0233	0.0178
そ の 他	ノンオルト **	前	160	0.728	7.90	1080	0.0100	100	0.100
		後	153	0.102	0.00823	8.0	0.0740	0.120	0.100
	モノオルト **	前	160	0.712	7.62	1070	0.0100	96.5	0.105
		後	150	0.105	0.0114	10.8	0.0800	0.140	0.103
	計 ** (DL-PCB)	前	160	1.58	15.4	978	0.021	195	0.210
		後	152	0.208	0.0183	8.8	0.150	0.270	0.210

注) **: 「ノンオルト」はノンオルトの4異性体濃度の和、「モノオルト」はモノオルトの8異性体濃度の和、「DL-PCB」は「ノンオルト」と「モノオルト」の和を示す。

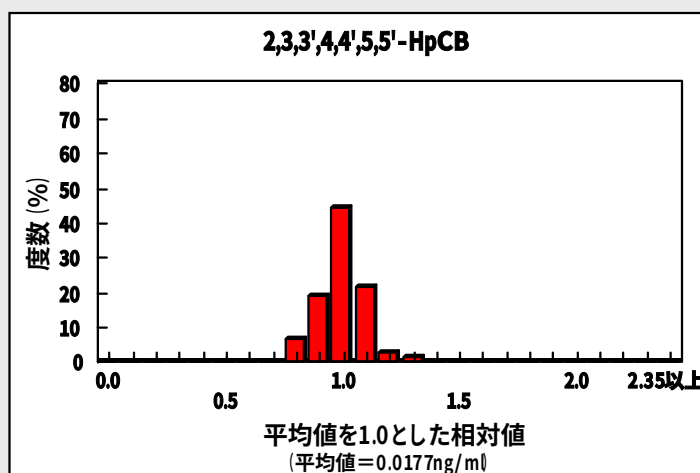
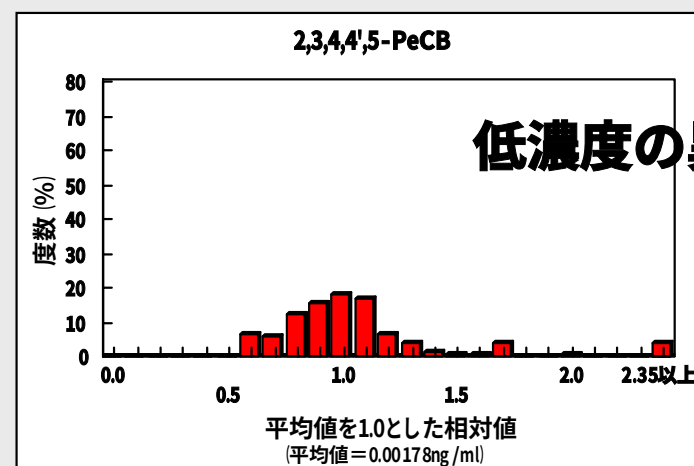
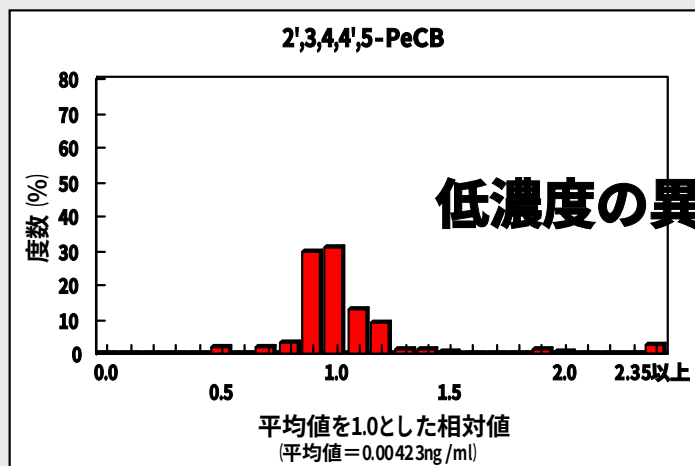
ヒストグラムの例 (コプラナー PCB)

ノンオルト体



ヒストグラムの例 (コプラナーPCB)

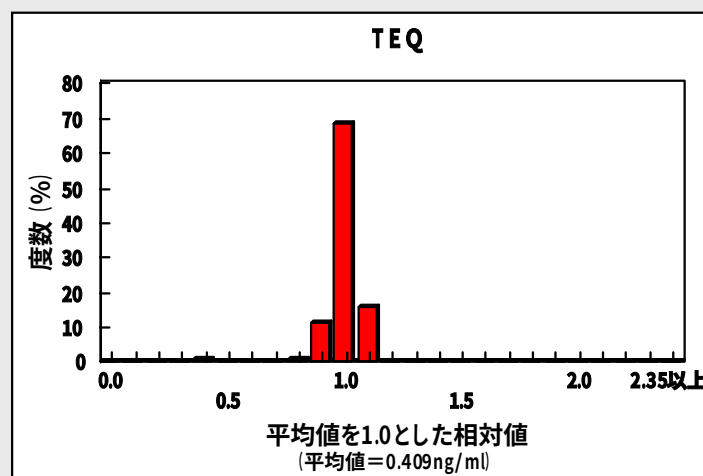
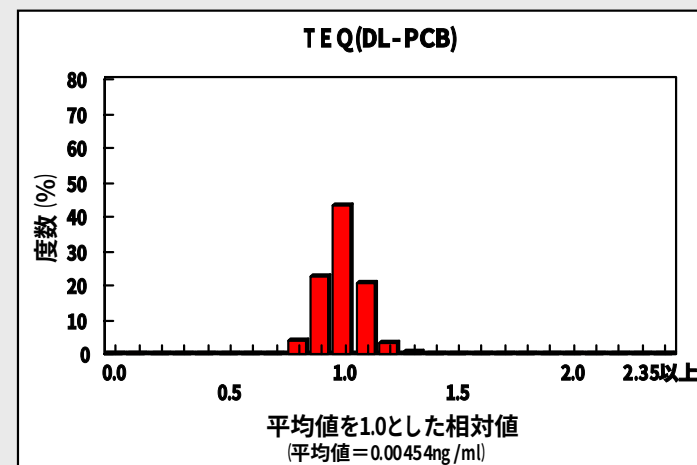
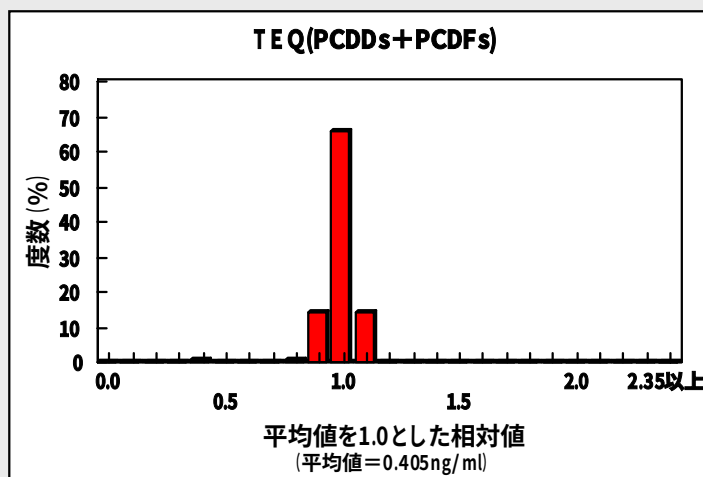
モノオルト体



室間精度等の例 (T E Q)

区分	分析項目	棄却	回答数	平均値 (ng/ml)	室間精度		最小値 (ng/ml)	最大値 (ng/ml)	中央値 (ng/ml)
					S.D. (ng/ml)	CV %			
T E Q	PCDDs+PCDFs	前	160	2.80	30.2	1080	0.170	383	0.405
		後	155	0.405	0.0238	5.9	0.330	0.470	0.405
	DL-PCB	前	159	0.0342	0.374	1090	0.00180	4.72	0.00450
		後	152	0.00454	0.000380	8.4	0.00350	0.00570	0.00450
	(PCDDs+PCDFs)+ (DL-PCB)	前	160	2.83	30.6	1080	0.170	388	0.410
		後	155	0.409	0.0233	5.7	0.340	0.470	0.410

ヒストグラムの例 (TEQ)



外れ値の原因

(アンケートの結果から) 34回答のうち主なもの

a. クリーンアップ操作 : 5件

- ・前処理中の汚染
- ・クリーンアップ不足

b. GC/MS測定操作 : 10件

- ・ピーク分離不十分
分離が不十分であった異性体
1,2,3,7,8,9-HxCDF、2,3,7,8-TCDF、2',3,4,4',5-PeCB(#123)など
- ・分析カラムの不良
- ・GC-MS装置の不調
- ・GC-MSの注入口汚染、イオン源汚染
- ・GC-MSインターフェースラインの不具合

外れ値の原因

(アンケートの結果から) 23回答のうち主なもの

d. 同定・計算 : 14件

- ・入力ミス
- ・計算間違い
- ・ピークのアサインミス
- ・濃度が低い場合に、ピークの切る位置が不適切
- ・自分が小さめにアサインしていることに気づく

e. その他: 4件、原因不明: 1件

- ・操作ブランク値が高く測定値が影響を受けた
- ・クリアアップスパイクが濃縮していた疑いがある

外れ値の原因

(分析条件、クロマトグラム等から)
代表的な例 (外れ値の原因: 推定を含む)

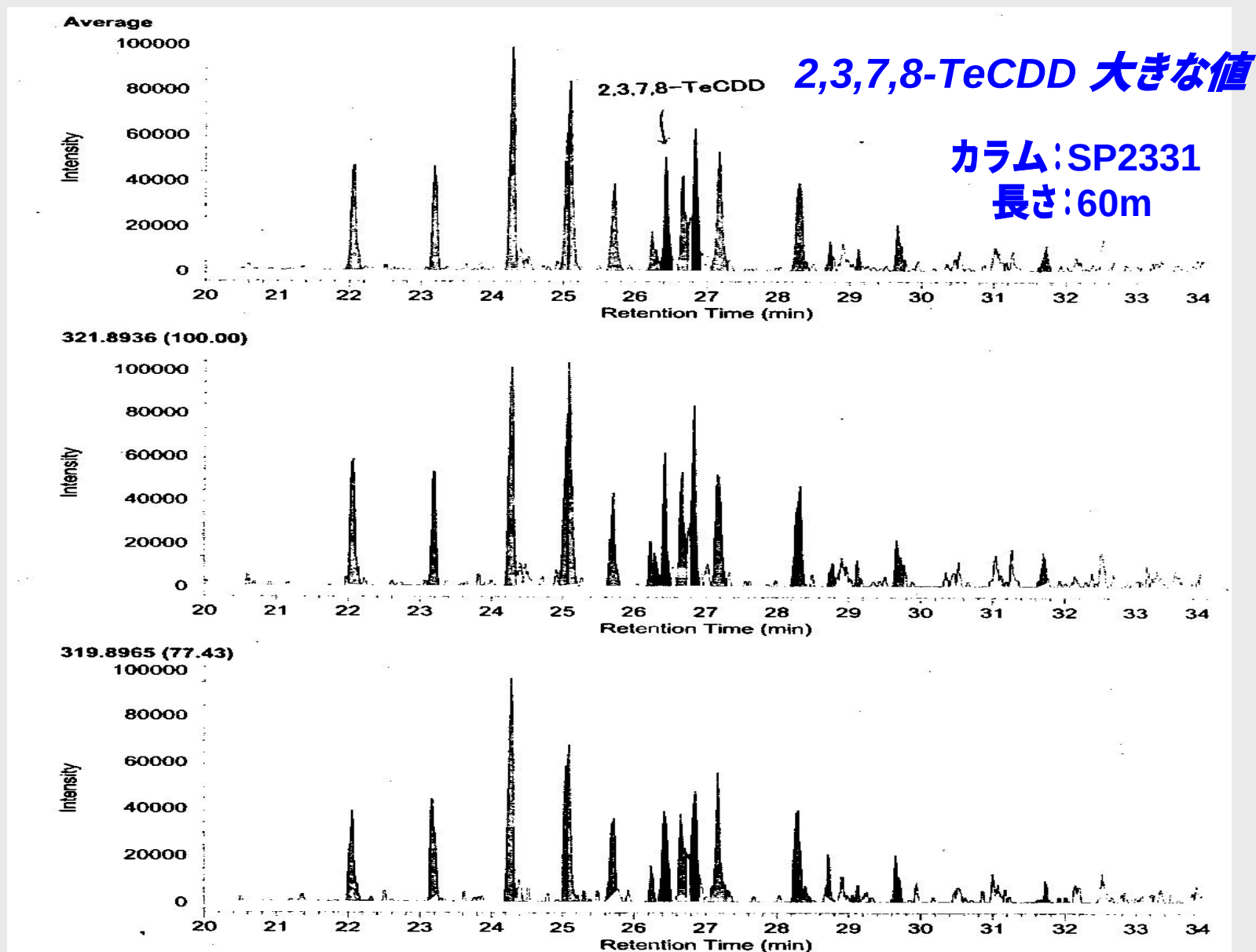
- ・GC/MS測定でのピーク処理等を原因とする回答
 - 「ピーク分離の不十分」
 - 「共存ピークとの重なり」
 - 「ピークの切り方が不適切」
 - (一部「クリーンアップ不足による共存物質のピークの重なり」としている回答もある)
- ・汚染を原因とする回答
 - 「ブランク値が大きい」
 - 「分析結果とブランク値が同程度である」等

外れ値の原因

(分析条件、クロマトグラム等から)
代表的な例 (外れ値の原因: 推定を含む)

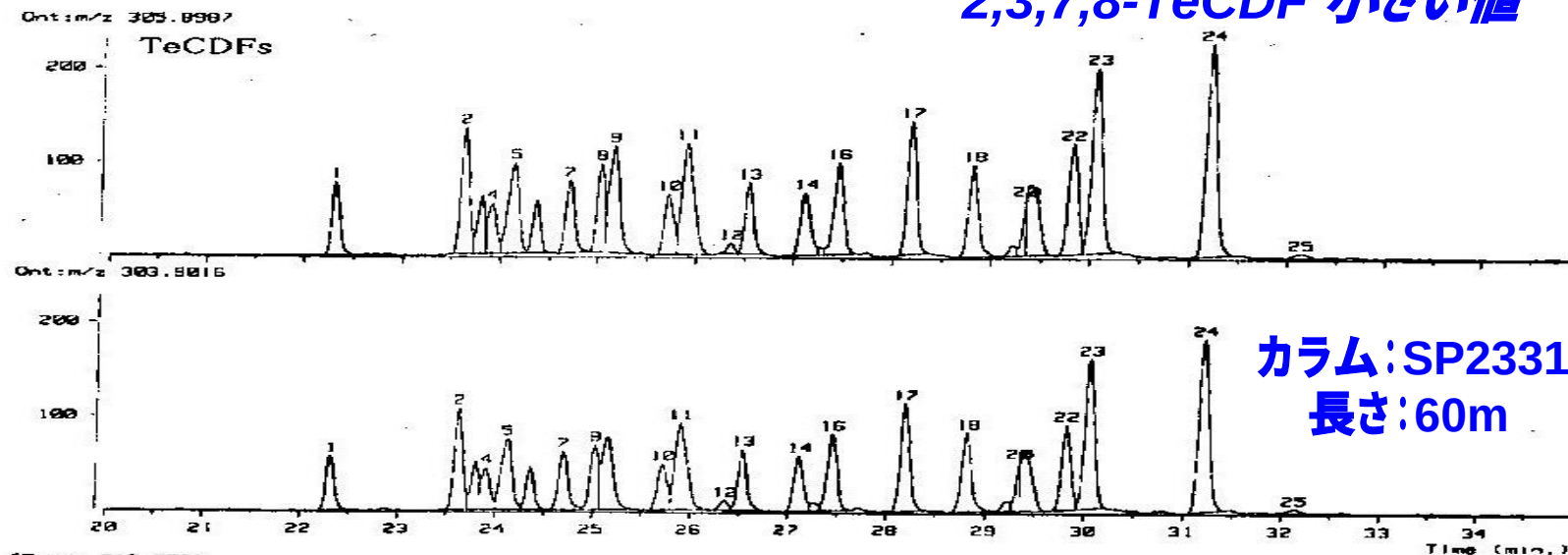
- ・記載間違い又は計算間違いを原因とする回答
 - 「ホームページ入力時桁数を間違う」
 - 「排ガス自動計算プログラムを使用し計算を間違う」等
- ・その他
 - 「クリーンアップスパイクの回収不足」
 - 「ピークのアサインミス」
 - 「感度不足」等

クロマトグラム例1

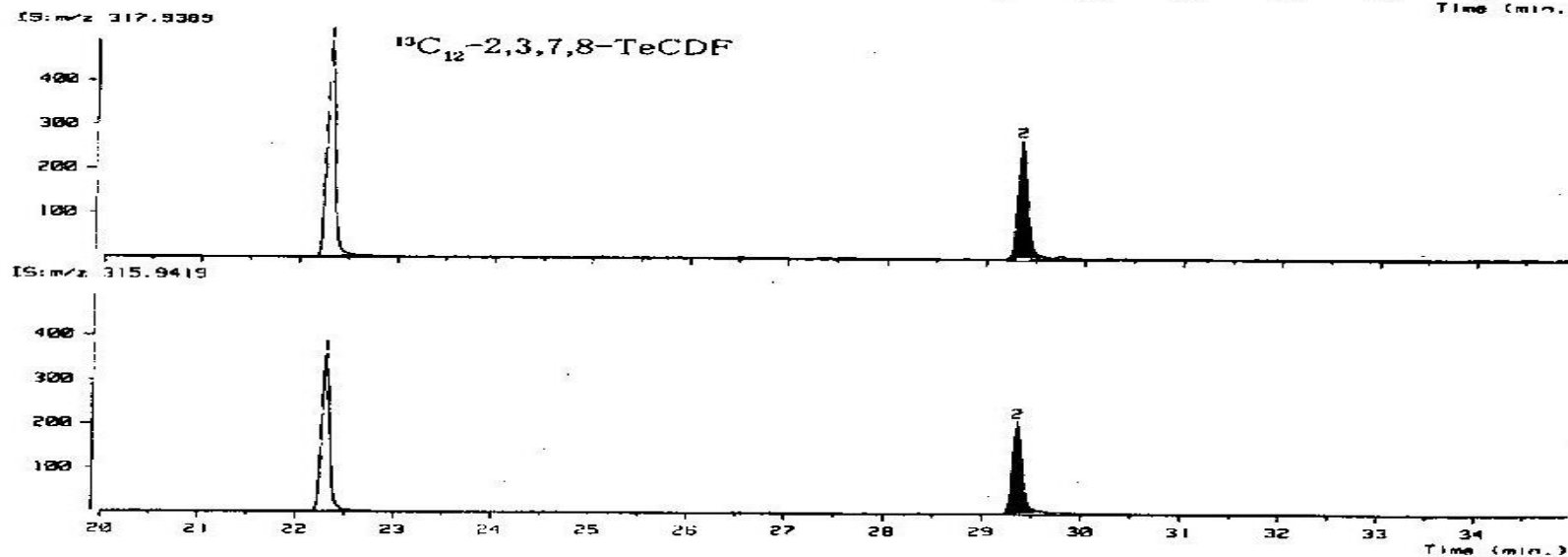


クロマトグラム例2

2,3,7,8-TeCDF 小さい値

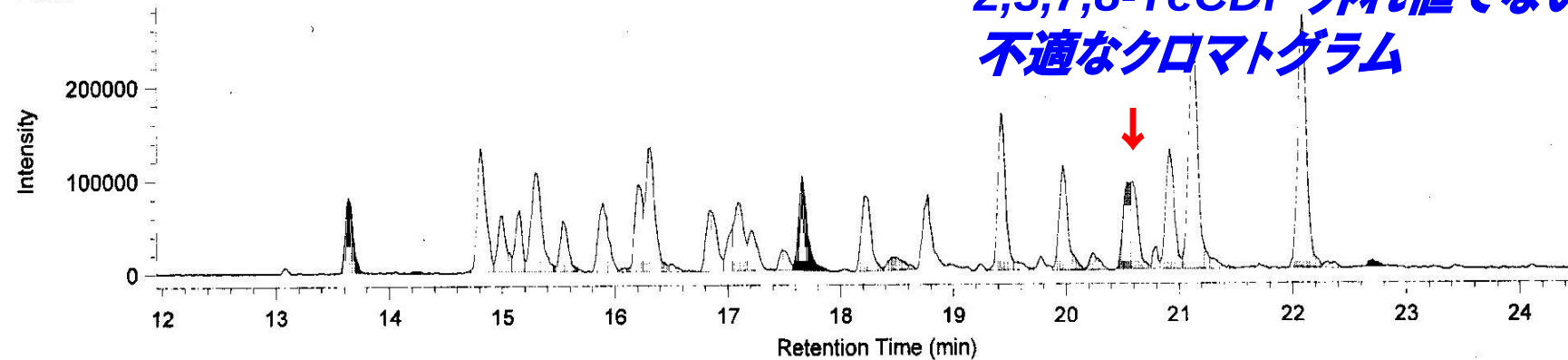


カラム: SP2331
長さ: 60m

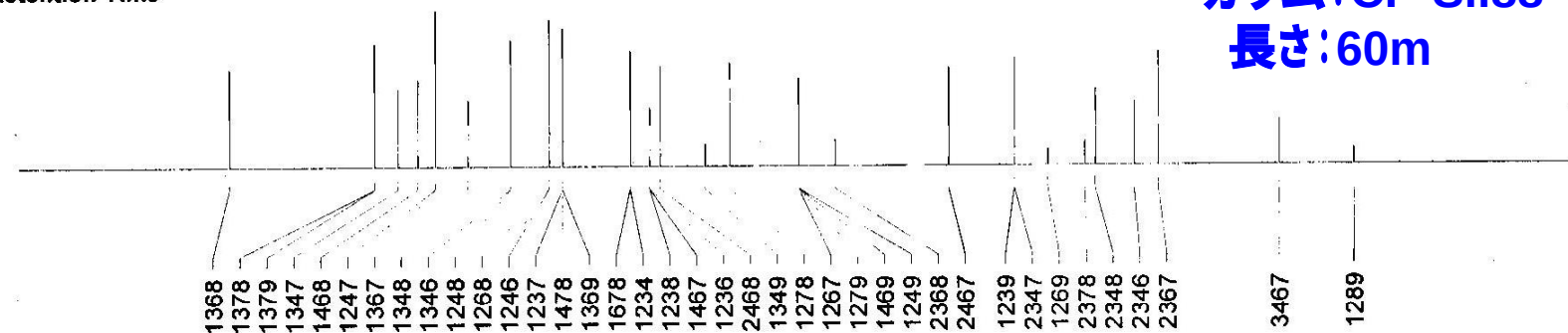


クロマトグラム例3

T4CDF

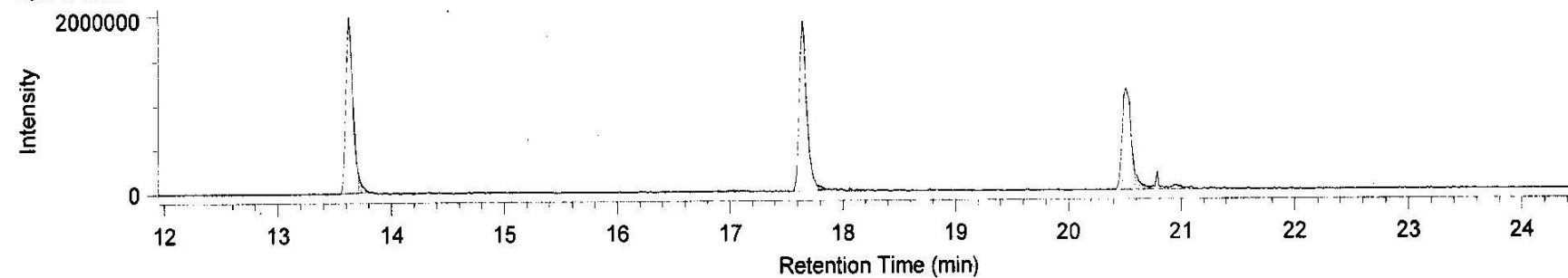


Calculated Retention Time



カラム:CP-Sil88
長さ:60m

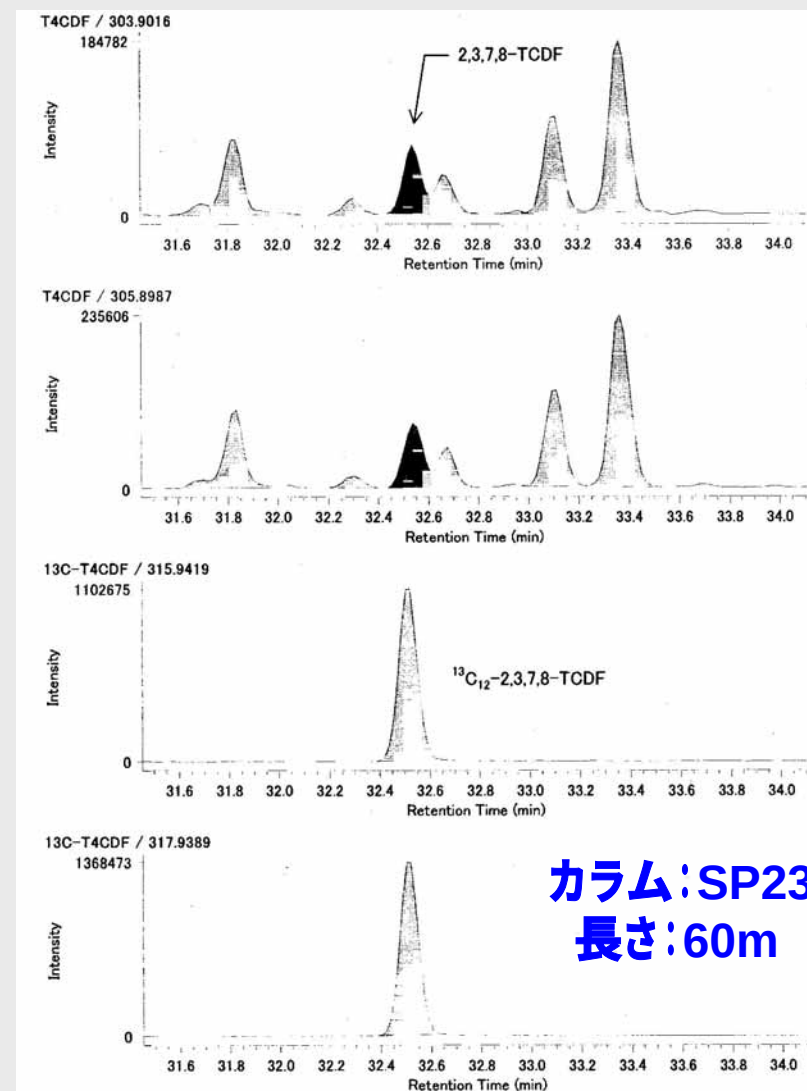
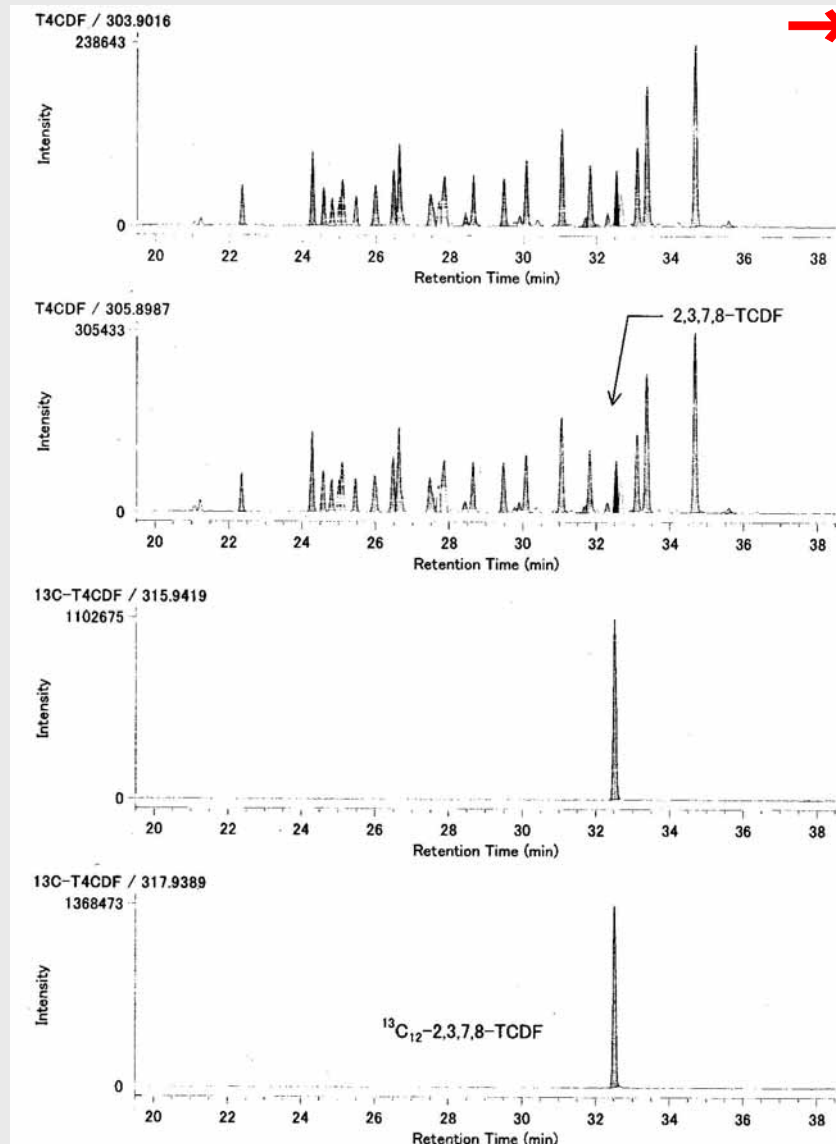
13C-T4CDF



クロマトグラム例4

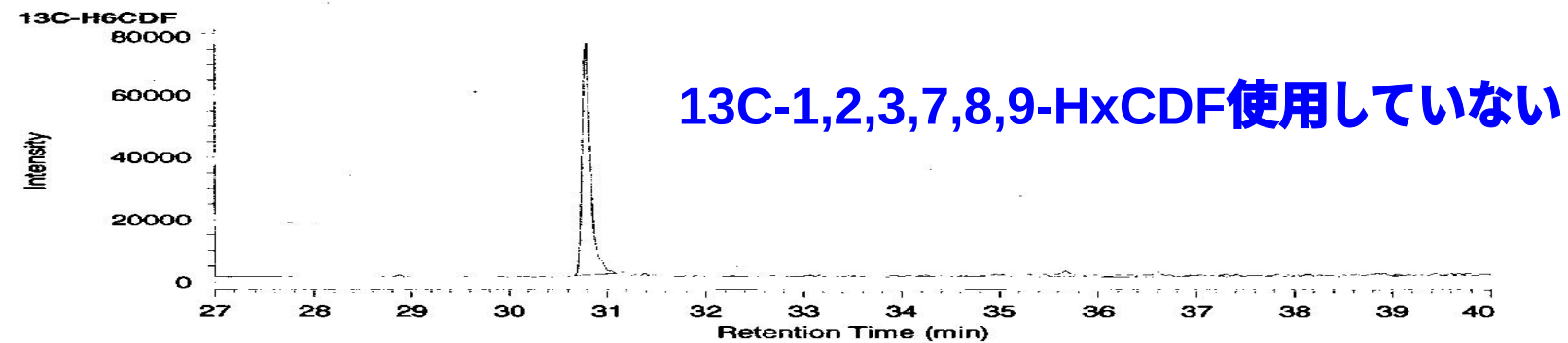
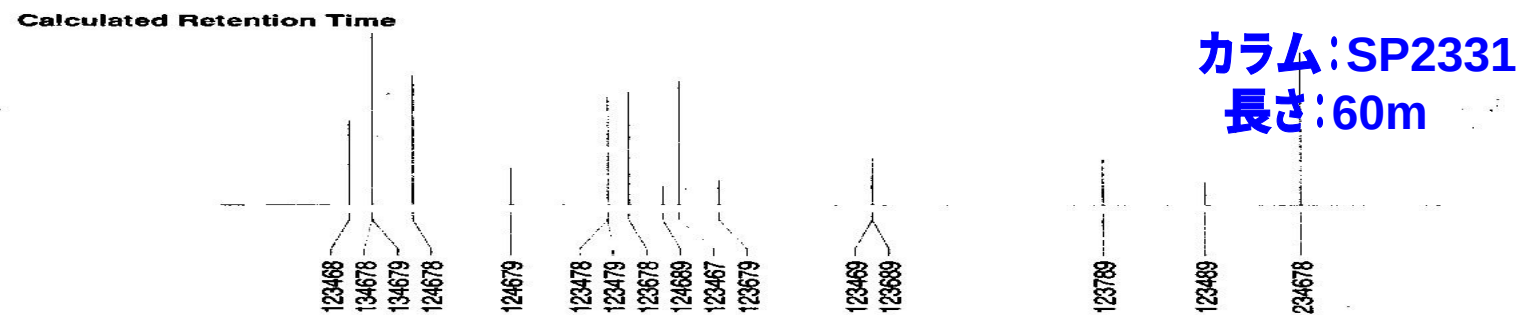
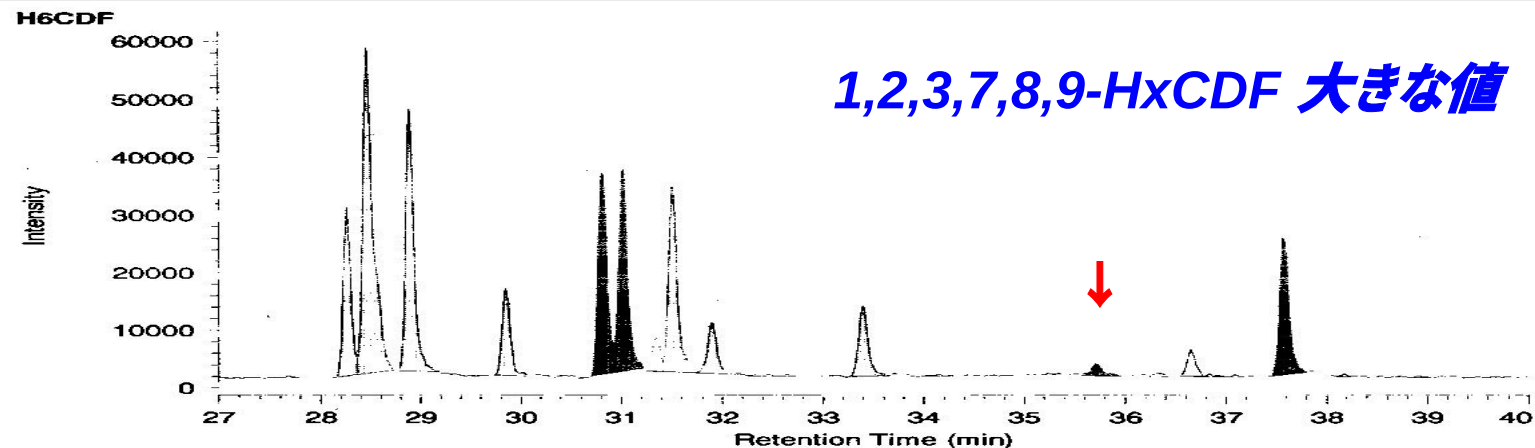
→拡大図↓

2,3,7,8-TeCDF 外れ値でない
適切なクロマトグラム例

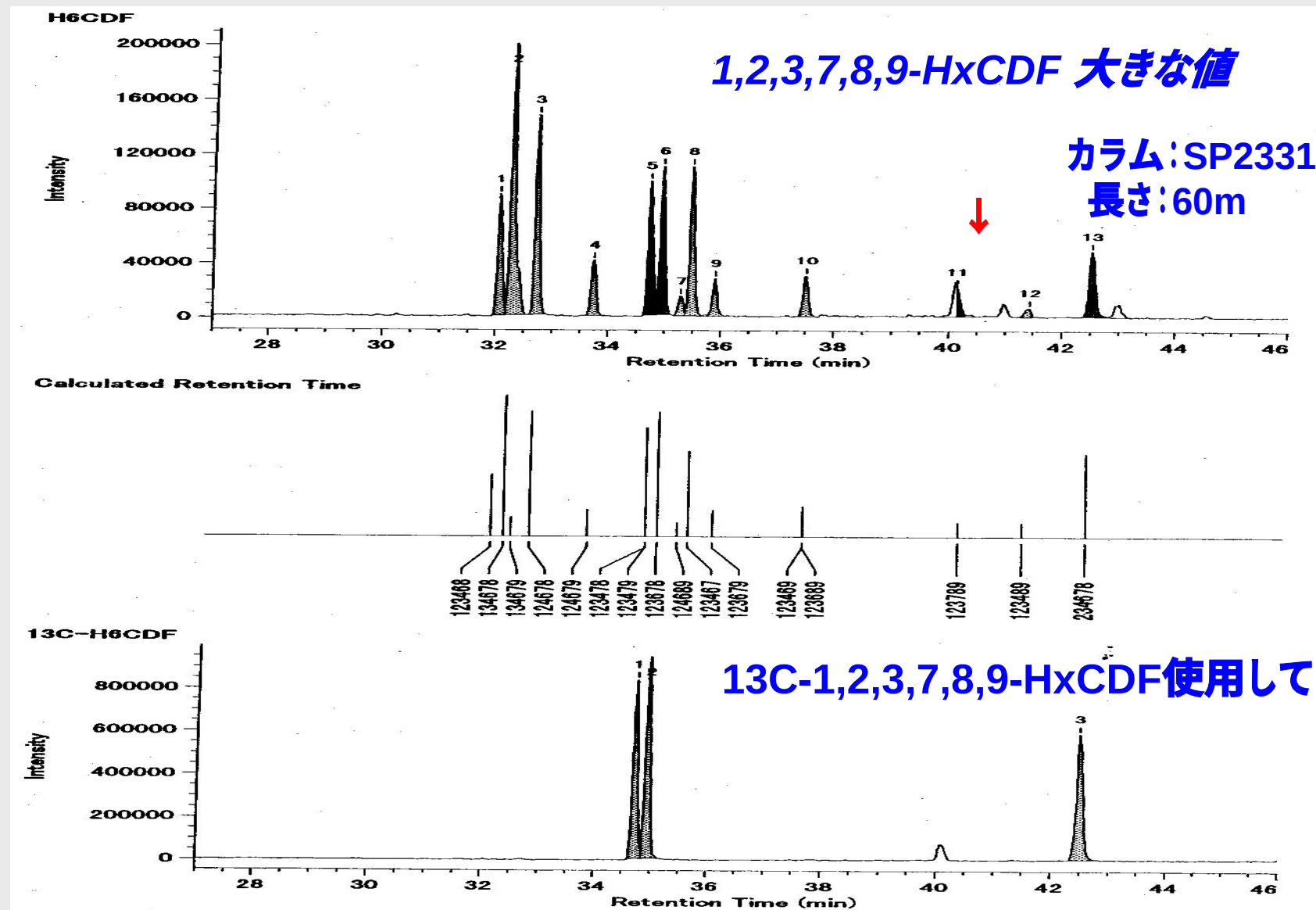


カラム: SP2331
長さ: 60m

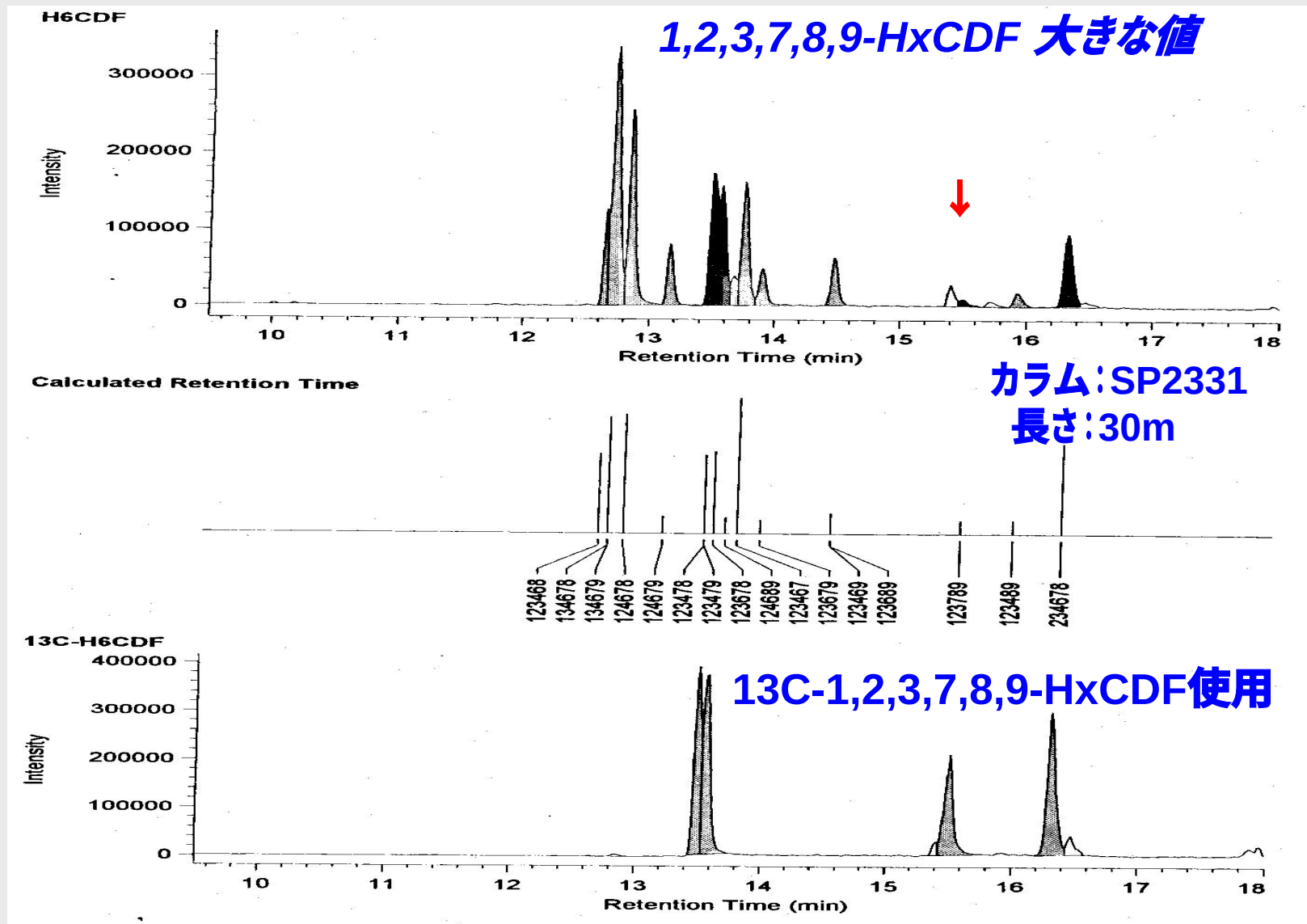
クロマトグラム例5



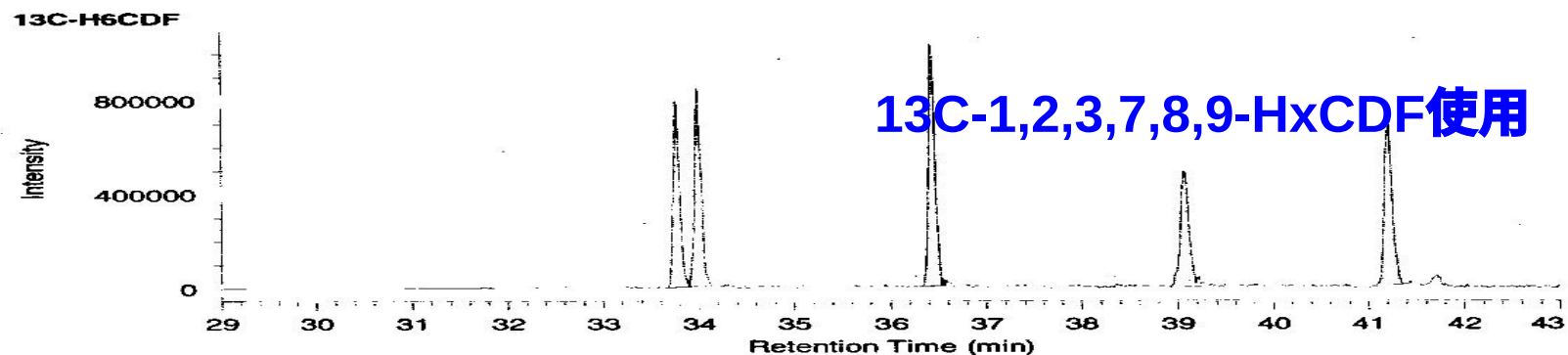
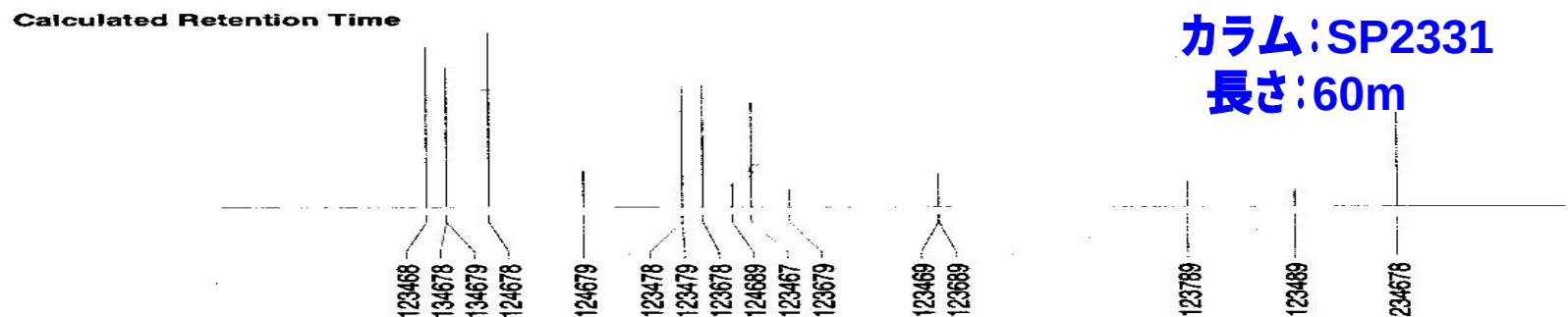
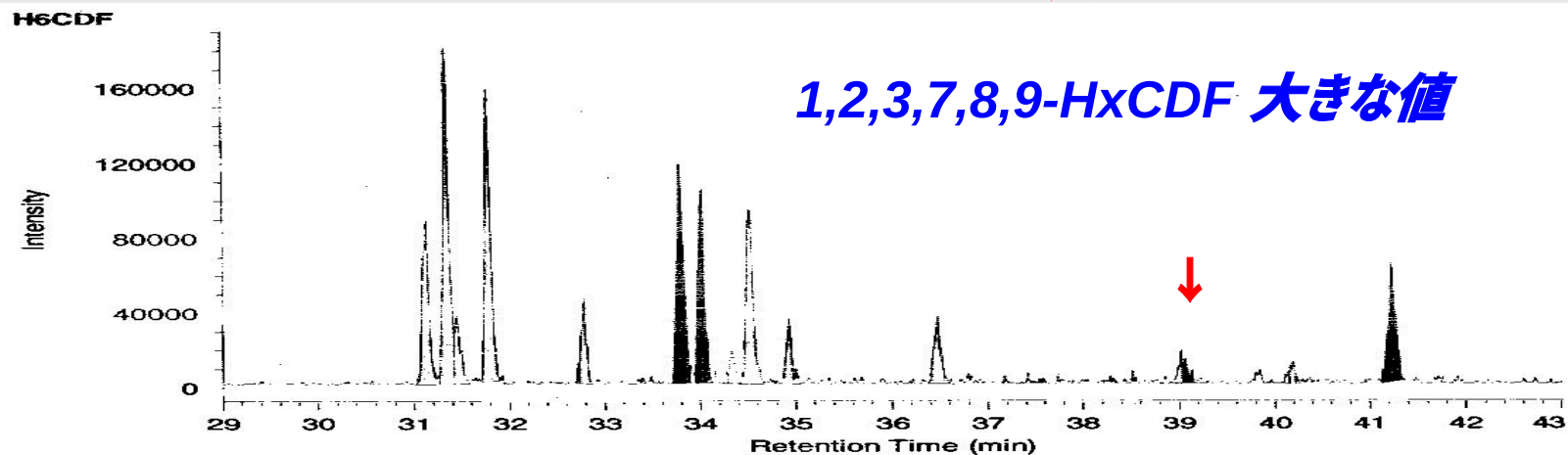
クロマトグラム例6



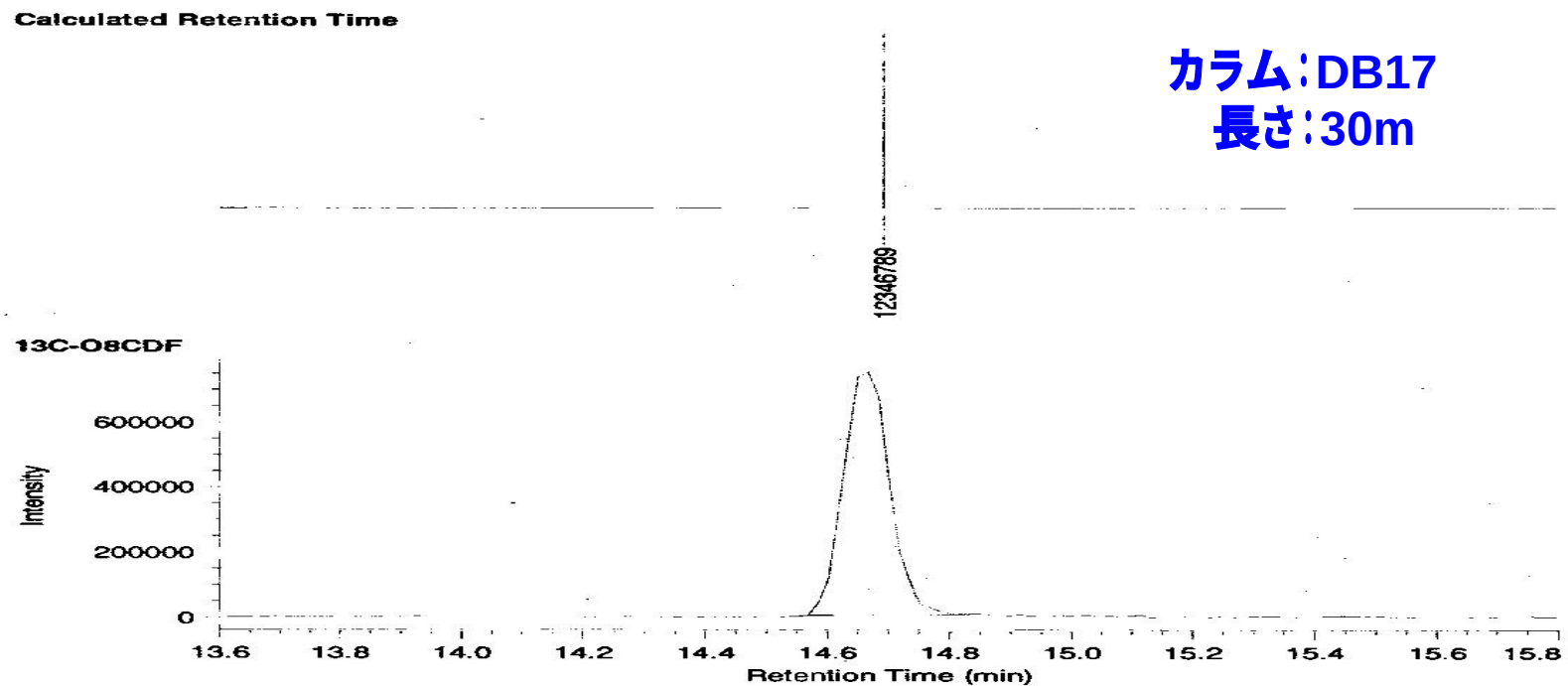
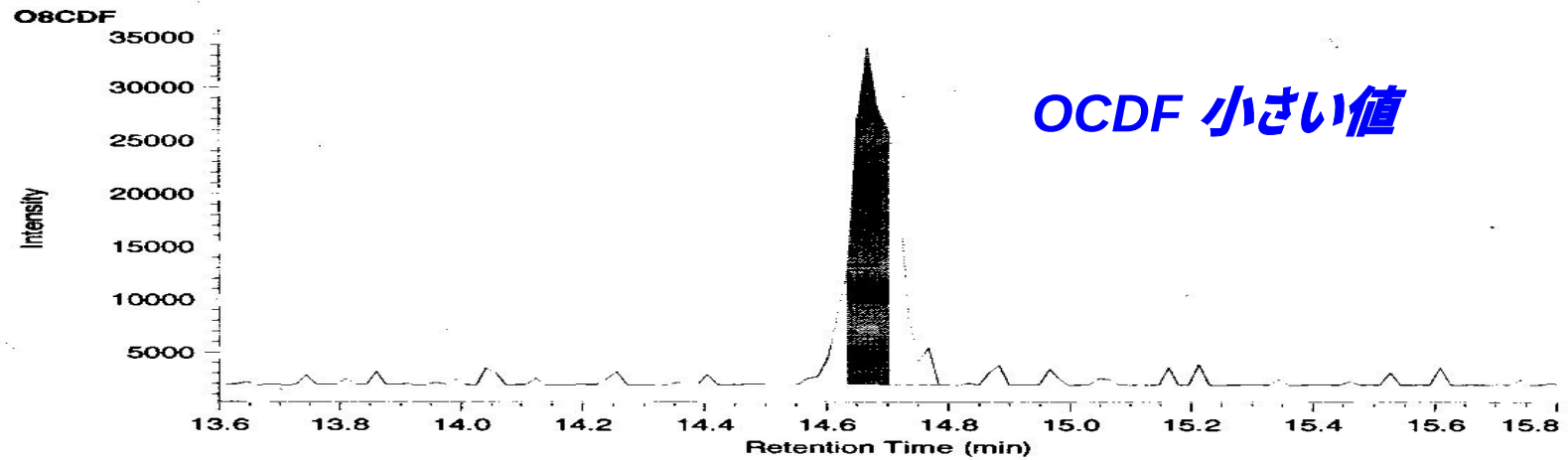
クロマトグラム例7



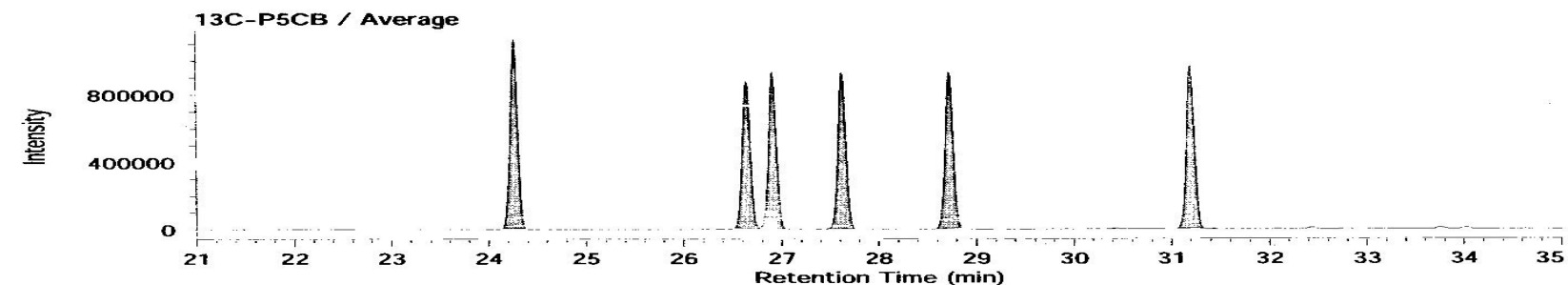
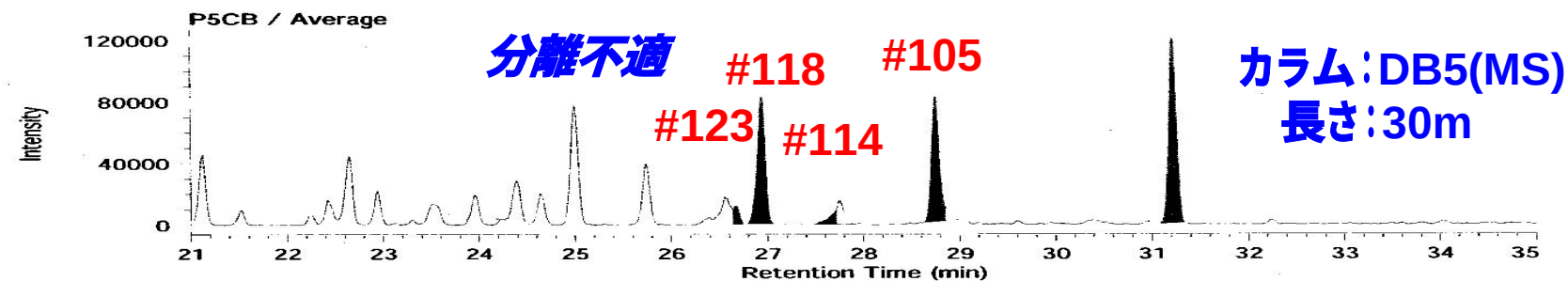
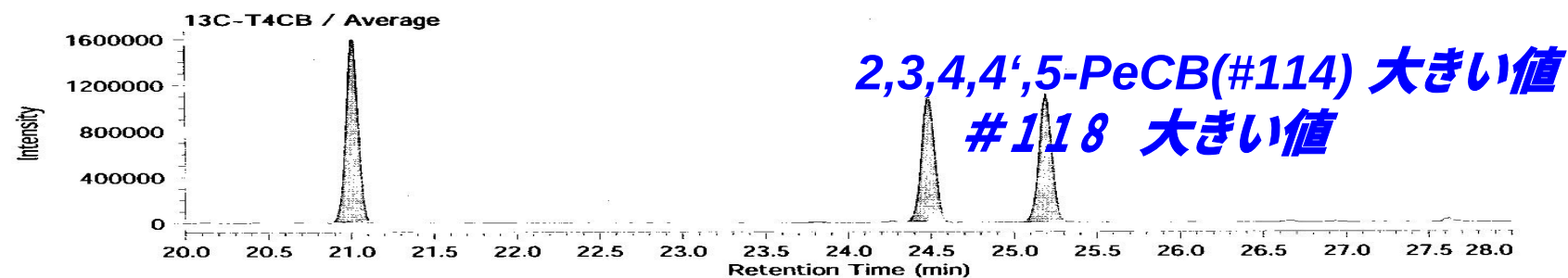
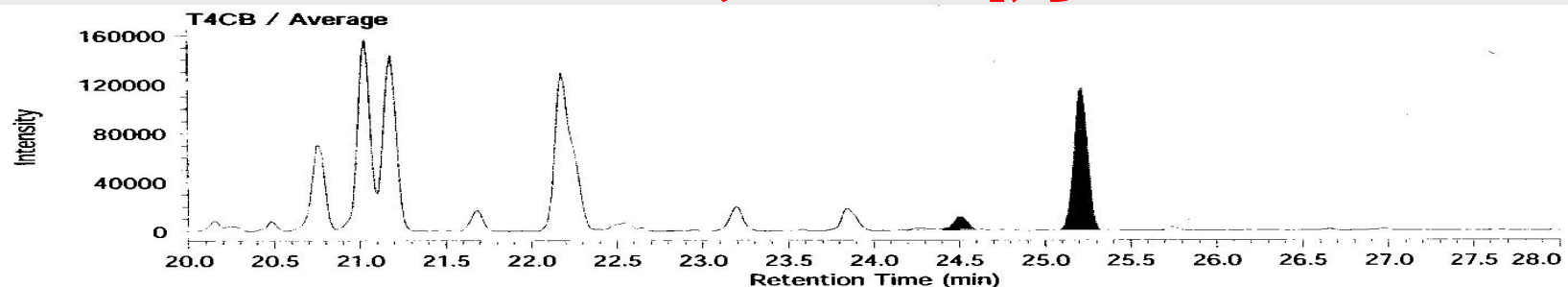
クロマトグラム例8



クロマトグラム例9

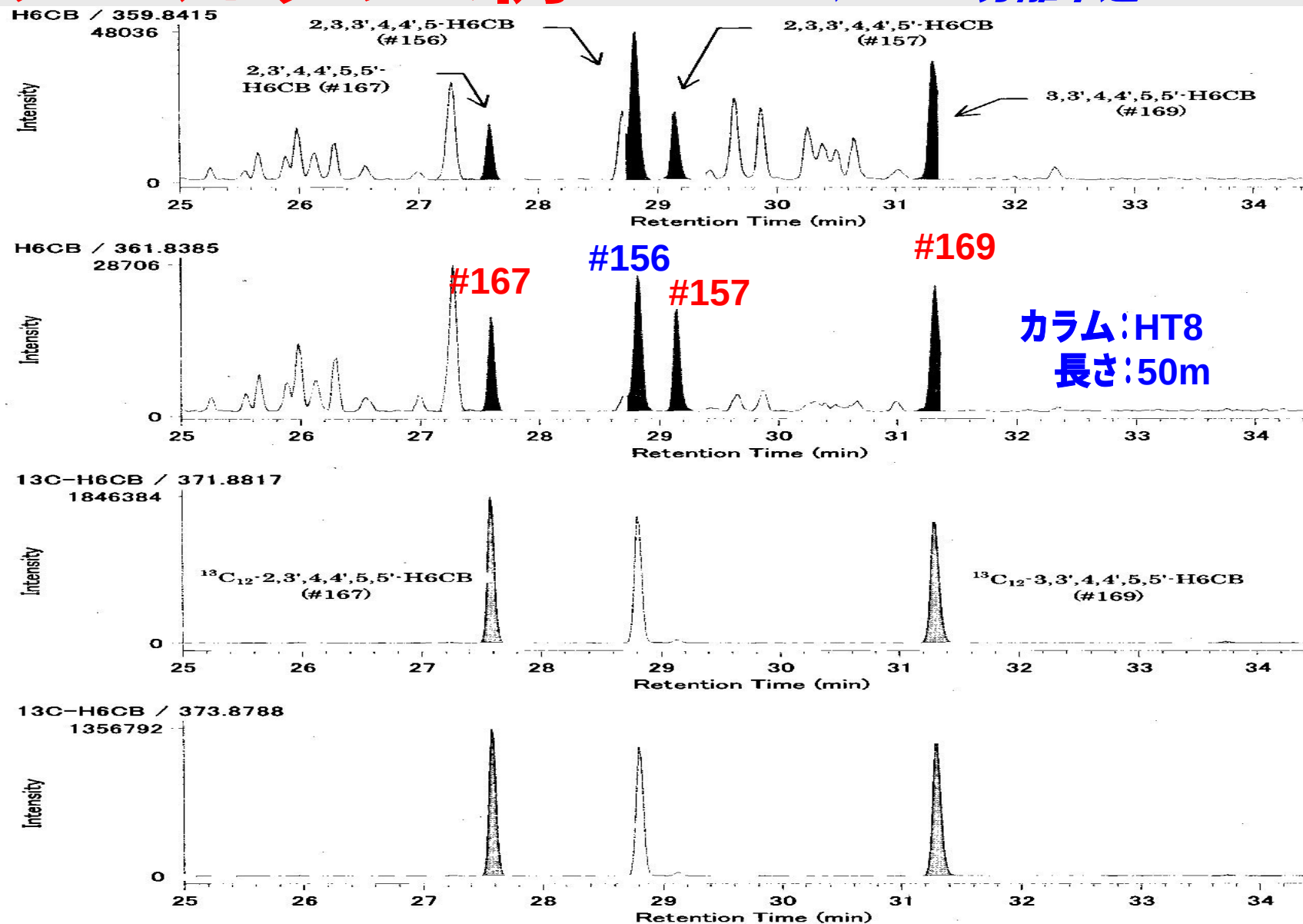


クロマトグラム例10



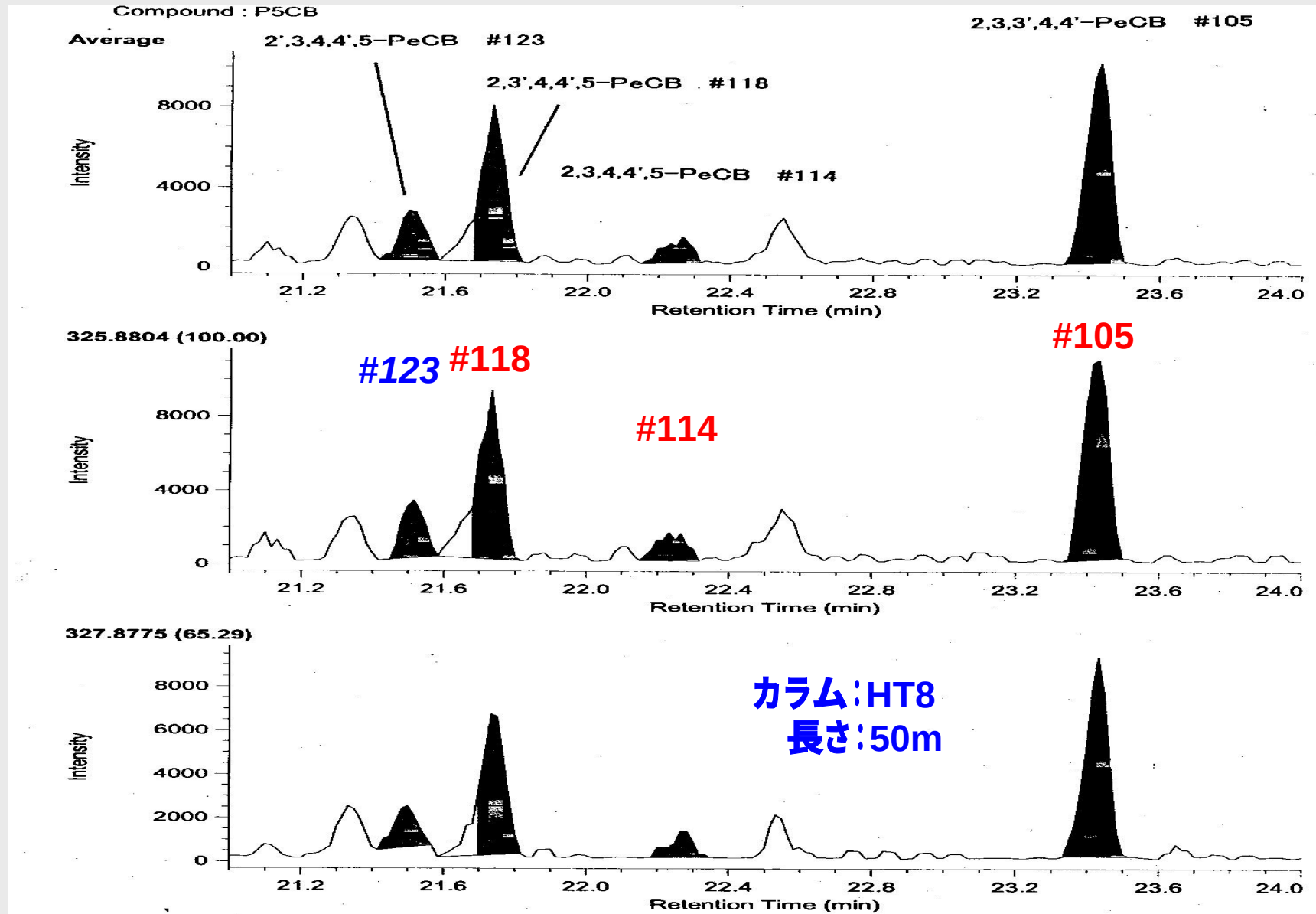
クロマトグラム例11

2,3,3',4,4',5-HxCB(#156) 大きい値
#156、#169 分離不適



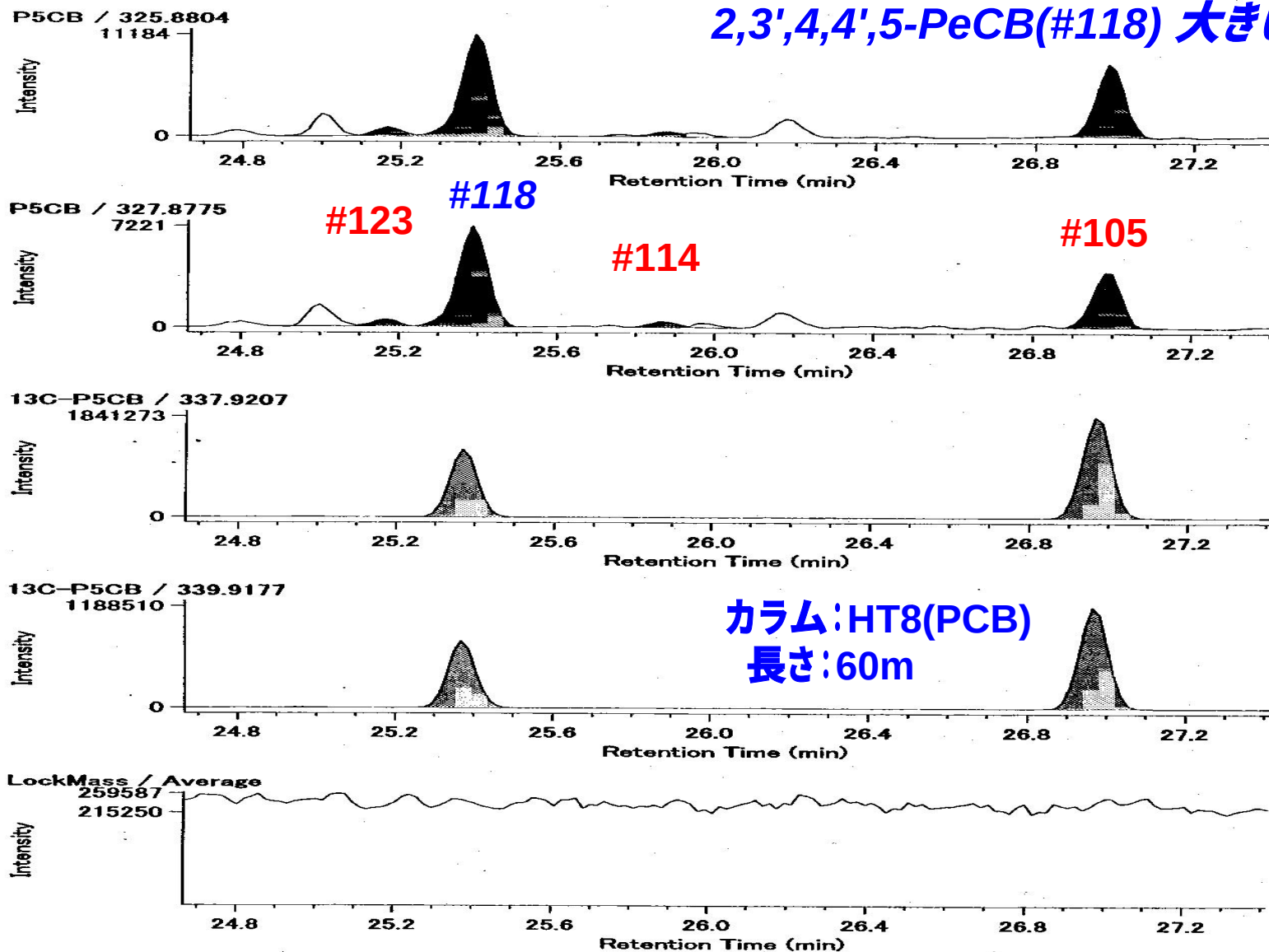
クロマトグラム例12

2',3,4,4',5-PeCB(#123) 大きい値

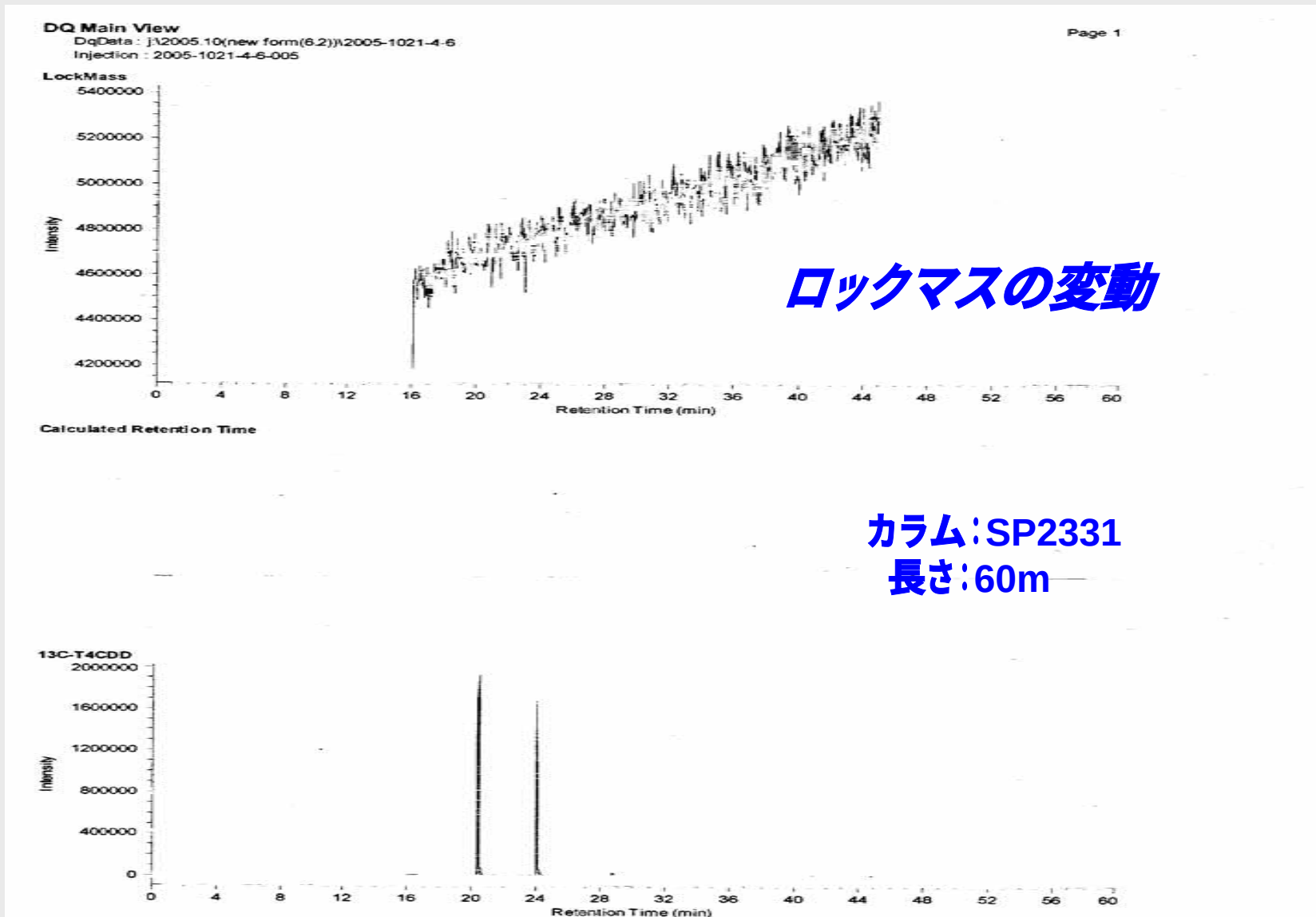


クロマトグラム例13

2,3',4,4',5-PeCB(#118) 大きい値



クロマトグラム例14



要因別の解析

外れ値等を棄却後のTEQに関する解析

分析結果に影響がみられた要因

- ・分析機関区分
- ・**分析機関の国際的な認証等の取得**
- ・分析者の経験度（クリーンアップ、GC／MSの操作別）に関する解析
試料数、経験年数
- ・室内回数測定に関する解析
- ・分析方法に関する解析
クリーンアップ操作
「硫酸処理、シリカゲルクロマト、多層シリカゲルクロマト」の組み合わせ方法
「PCDDs及びPCDFs用」と「DL-PCB用」の試料液の調製方法
硫黄に対する処理の方法
その他の処理の方法
- ・**クリーンアップスパイクの添加位置と回収率**
- ・試料のはかり取り量（分取量）
- ・**ガスクロマトグラフの分離カラム数**
- ・GCへの注入量
- ・ガスクロマトグラフ質量分析計の分解能及びイオン化電圧

分析機関の国際的な認証等の取得 に関する解析

国際的な認証等の取得	回答数	外れ値の回答数			
		PCDDs+PCDFs		DL-PCB	
		異性体	T E Q	異性体	T E Q
1.1 ISO 9001～9003 有	63	7	4	8	4
1.2 無	97	19	1	14	3
2.1 ISO 14001 有	70	14	3	9	4
2.2 無	90	12	2	13	3
3.1 ISO 17025 有	36	4	1	1	1
3.2 無	124	22	4	21	6
4.1 MLAP 有	123	14	3	16	5
4.2 無	37	12	1	6	2
5.1 環境省受注資格 有	80	9	3	9	3
5.2 無	80	17	2	13	4
6.1 1～5のいずれかを取得	140	20	5	19	7
6.2 いずれもなし	20	6	0	3	0

注) 「異性体」は、外れ値である異性体を含む回答数を示す。

分析方法に関する解析

＜クリーンアップスパイクの添加位置と回収率＞

スパイクの添加箇所 平均的な回収率 (%)	PCDDs+PCDFs			DL-PCB		
	回答 数	外れ値の回答数		回答 数	外れ値の回答数	
		異性体	T E Q		異性体	T E Q
1. 抽出液試料に添加						
1-1. 70未満	5	3	0	6	2	0
1-2. 70以上80未満	14	2	2	21	5	3
1-3. 80以上90未満	62	6	1	68	8	3
1-4. 90以上100未満	65	9	2	48	4	0
1-5. 100以上110未満	9	1	0	9	1	0
1-6. 110以上	0	-	-	3	1	1
1-7. 不明	1	0	0	1	0	0
1. 全体	156	25	5	156	21	7
2. その他の添加						
2-1. 70未満	0	-	-	0	-	-
2-2. 70以上80未満	0	-	-	0	-	-
2-3. 80以上90未満	1	1	0	1	1	0
2-4. 90以上100未満	3	0	0	3	0	0
2-5. 100以上110未満	0	-	-	0	-	-
2-6. 110以上	0	-	-	0	-	-
2. 全体	4	1	0	4	1	0
3. 添加しない	0	-	-	-	-	-

注1) 「異性体」は、外れ値である異性体を含む回答数を示す。

注2) 「3.その他」は、「硫酸処理時に添加」等を示す。

GC分離カラム数に関する解析

使用した分離カラム数 (ダイオキシン類のカラム数)	回答 数	外れ値の回答数			
		PCDDs+PCDFs		DL-PCB	
		異性体	T E Q	異性体	T E Q
1. 1	0	-	-	-	-
2. 2	2	2	1	2	2
3. 3	133	18	2	13	2
4. 4	23	6	2	7	3
5. 5	2	0	0	0	0

使用した分離カラム数 (PCDDs+PCDFs、DL-PCB別のカラム数)	PCDDs+PCDFs			DL-PCB		
	回答 数	外れ値の回答数		回答 数	外れ値の回答数	
		異性体	T E Q		異性体	T E Q
1. 1	2	2	1	143	17	5
2. 2	149	21	3	17	5	2
3. 3	8	3	1	0	-	-
4. 4	1	0	0	0	-	-
5. 5	0	-	-	0	-	-

注) 「異性体」は、外れ値である異性体を含む回答数を示す。

過去の結果との比較 (機関数)

年度	試料	回答 機関数	参加 機関数	備考
10	ばいじん試料	61	75	ダイオキシン類
	底質試料(海域)	59		
11	ノン溶液調製試料	97	112	ダイオキシン類、標準液試料
	土壌試料	96		
12	標準液試料 A	62	140	A、Bのうち1試料を配布 ダイオキシン類
	標準液試料 B	64		
	底質試料(湖沼)	126		
13	ばいじん試料	153	165	
14	ばいじん試料 A	77	176	A～Dのうち2試料を配布
	ばいじん試料 B	81		
	ばいじん試料 C	83		
	ばいじん試料 D	73		
15	土壌試料 A	87	175	A～Dのうち2試料を配布
	土壌試料 B	88		
	土壌試料 C	88		
	土壌試料 D	87		
16	土壌試料	180	182	公定法による抽出が178 回答、その他13
17	ばいじん抽出液 試料	160	167	トルエン抽出液

液体試料 固形試料

過去の結果との比較 (TEQ)

TEQの結果 (液体試料)

(外れ値等を棄却前後の平均値及び精度)

年度	試料	項目	回答数	平均値 (中央値) ng/ml	室間精度 CV%
11年	ナソ溶液調製試料	PCDDs & PCDFs	93	28.9 (29)	11.8
12年	標準液試料 A	PCDDs & PCDFs	58	12.1 (12)	10.3
	標準液試料 B	PCDDs & PCDFs	61	10.2 (10)	9.7
17年	ばいじん抽出液試料	PCDDs & PCDFs	155	0.405 (0.41)	5.9
		DL-PCB	152	0.00454 (0.0045)	8.4
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	155	0.409 (0.41)	5.7

過去の結果との比較

TEQの結果 (固形試料)

外れ値等を棄却後の平均値及び精度

年度	試料	項目	回答数	平均値 (中央値) ng/g	室間精度 C V %
10	ばいじん試料	PCDDs&PCDFs	61	25.9 (26)	22.7
	底質試料(海域)	PCDDs&PCDFs	54	0.0946 (0.095)	19.2
11	土壌試料	PCDDs&PCDFs	93	0.0785 (0.081)	21.1
		DL-PCB	74	0.00125 (0.0013)	27.3
		PCDDs&PCDFs + DL-PCB	76	0.0792 (0.082)	21.2
12	底質試料(湖沼)	PCDDs&PCDFs	121	0.00839 (0.0084)	14.6
		DL-PCB	116	0.000474 (0.00047)	18.8
		PCDDs&PCDFs + DL-PCB	118	0.00887 (0.0088)	14.9
13	ばいじん試料	PCDDs&PCDFs	148	74.1 (74)	9.0
		DL-PCB	151	0.467 (0.44)	12.9
		PCDDs&PCDFs + DL-PCB	148	74.5 (75)	9.0
14	ばいじん試料 A	PCDDs&PCDFs	77	0.0278 (0.031)	32.4
		DL-PCB	74	0.000758 (0.00079)	19.6
		PCDDs&PCDFs + DL-PCB	77	0.0288 (0.031)	32.3
	ばいじん試料 B	PCDDs&PCDFs	79	0.0200 (0.021)	24.1
		DL-PCB	75	0.000486 (0.00048)	12.9
		PCDDs&PCDFs + DL-PCB	79	0.0206 (0.021)	23.8
	ばいじん試料 C	PCDDs&PCDFs	83	0.0144 (0.015)	28.5
		DL-PCB	80	0.000347 (0.00034)	20.3
		PCDDs&PCDFs + DL-PCB	83	0.0147 (0.015)	28.0
	ばいじん試料 D	PCDDs&PCDFs	70	0.0129 (0.013)	20.2
		DL-PCB	66	0.000284 (0.00028)	18.0
		PCDDs&PCDFs + DL-PCB	70	0.0133 (0.013)	20.2
15	土壌試料 A	PCDDs&PCDFs	87	0.0955 (0.094)	20.2
		DL-PCB	85	0.00503 (0.00504)	16.9
		PCDDs&PCDFs + DL-PCB	87	0.101 (0.099)	19.8
	土壌試料 B	PCDDs&PCDFs	88	0.0840 (0.083)	19.1
		DL-PCB	87	0.00404 (0.0041)	17.1
		PCDDs&PCDFs + DL-PCB	88	0.0880 (0.087)	19.0
	土壌試料 C	PCDDs&PCDFs	88	0.0661 (0.066)	21.3
		DL-PCB	85	0.00239 (0.0024)	17.9
		PCDDs&PCDFs + DL-PCB	88	0.0685 (0.068)	21.0
	土壌試料 D	PCDDs&PCDFs	84	0.0493 (0.050)	20.1
		DL-PCB	86	0.00123 (0.0012)	19.6
		PCDDs&PCDFs + DL-PCB	84	0.0505 (0.051)	19.9
16	土壌試料 (公定法による)	PCDDs&PCDFs	177	0.0442 (0.045)	14.8
		DL-PCB	176	0.00236 (0.0024)	14.2

過去の結果との比較 (ダイオキシン類)

PCDDs及びPCDFs異性体 (液体試料)

(外れ値等を棄却前後の平均値及び精度)

年度	試料	項目	回答数	平均値 (中央値) ng/ml	室間精度 CV%
11年	ノン溶液 調製試料	1,2,3,7,8,9-HxCDF	94	7.74 (7.6)	20.5
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	-	-	13.5～ 18.6
12年	標準液試 料 A	1,2,3,7,8,9-HxCDF	60	1.91 (1.2)	85.3
		他の16異性体	-	-	8.5～ 21.8
	標準液試 料 B	1,2,3,7,8,9-HxCDF	60	1.65 (1.2)	64.9
		他の16異性体	-	-	8.1～ 14.9
17年	ばいじん 抽出液試 料	1,2,3,7,8,9-HxCDF	149	0.0115 (0.011)	21.6
		他の16異性体	-	-	6.5～ 14.9

過去の結果との比較 (ダイオキシン類)

PCDDs & PCDFs 異性体 (固形試料：土壌)

外れ値等を棄却後の平均値及び精度

年度	試料	項目	回答数	平均値 (中央値) ng/g	室間精度 CV%
11	土壌試料	1,2,3,7,8,9-HxCDF	67	0.00870 (0.0060)	93.3
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	-	-	21.4～31.6
15	土壌試料 A	1,2,3,7,8,9-HxCDF	83	0.00366 (0.0035)	25.0
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	-	-	12.9～25.9
	土壌試料 B	1,2,3,7,8,9-HxCDF	84	0.00334 (0.0032)	26.2
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	-	-	10.8～24.2
	土壌試料 C	1,2,3,7,8,9-HxCDF	81	0.00249 (0.0023)	34.4
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	-	-	10.6～26.3
	土壌試料 D	1,2,3,7,8,9-HxCDF	76	0.00177 (0.0016)	32.2
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	-	-	13.8～29.5
16	土壌試料 *	1,2,3,7,8,9-HxCDF	170	0.00185 (0.0017)	31.1
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	-	-	10.2～20.9

* : 公定法による抽出