

平成20年度環境測定分析統一精度管理調査結果 説明会

廃棄物（ばいじん）試料
(ダイオキシン類の分析)

平成21年7月 7日 福岡
平成21年7月14日 仙台
平成21年7月22日 大阪
平成21年7月28日 東京
平成21年8月 4日 岡山

ばいじん試料

・高等精度管理調査

測定回数1～5回

・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 (2006提案)

ばいじん試料

・共通試料4 : 廃棄物 (ばいじん) 試料

・焼却施設においてばいじんを採取

50℃において乾燥後、夾雑物を除去

100メッシュのふるいを通過した部分

混合・均質化

100mlのガラス製の瓶に約50g

・参加機関へは瓶を1個送付

分析方法 (推奨方法)

- ・「特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法」
(平成4年厚生省告示第192号)

なお、「特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法」に定める方法以外の抽出方法（高速溶媒抽出等）も可能とする。

分析方法 (推奨方法)

試料の分取



＜前処理 (抽出)＞ (塩酸処理、抽出)



＜前処理 (クリーンアップ)＞



＜GC／MS分析 (同定及び定量)＞

分析方法

分析操作に関わった人

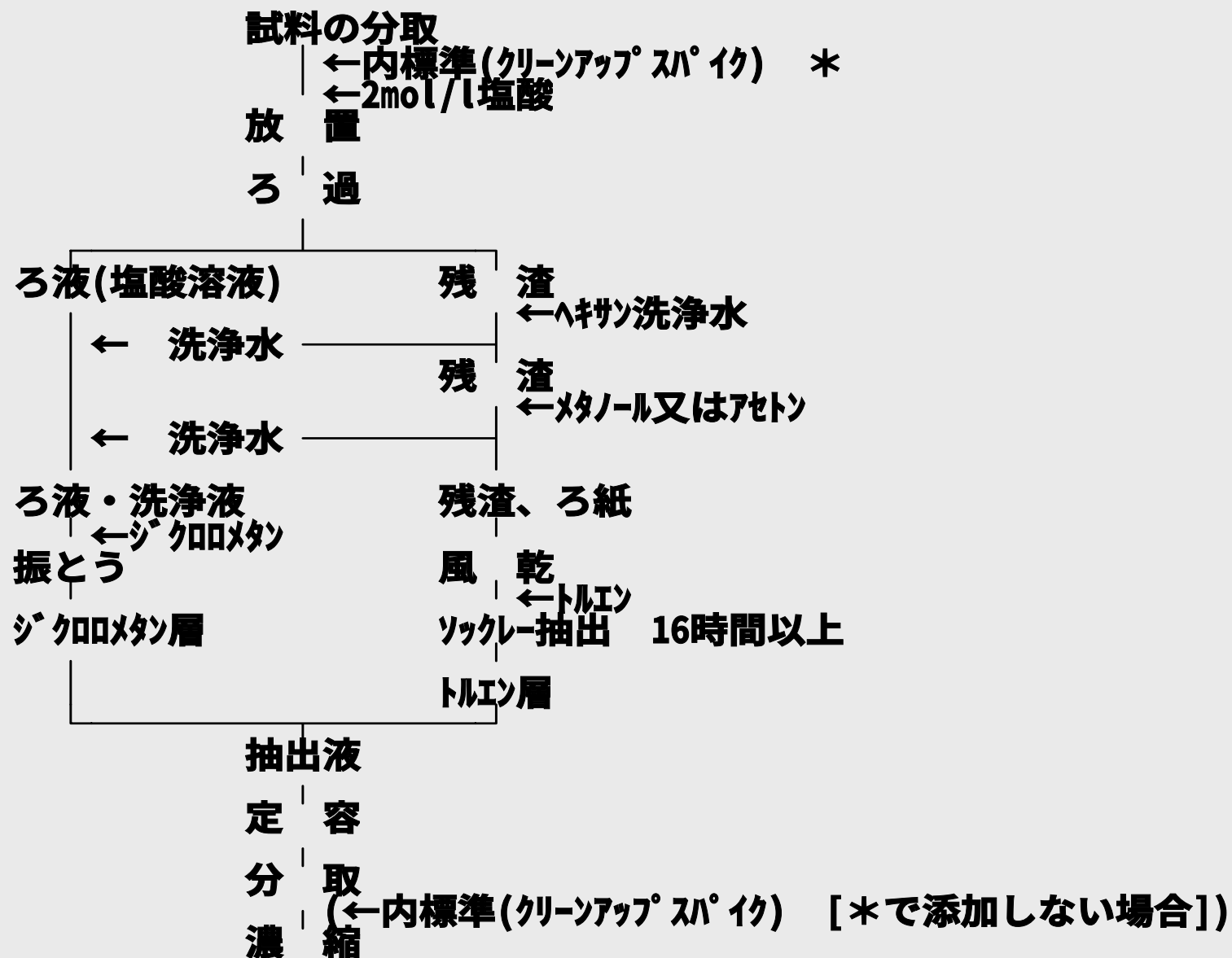
(公定法による抽出)

操作			回答数		備考 (関わった人数／関わり方)	
抽出	クリーンアップ°	GC/MS				
A	A	A	30		1人	すべての操作が同じ人
A	A	B	65	68	2人	ふたつの操作が同じ人
A	B	A	2			
A	B	B	1			
A	B	C	28		3人	すべての操作が異なる人
計			126			

分析方法

<前処理 (抽出) 例>

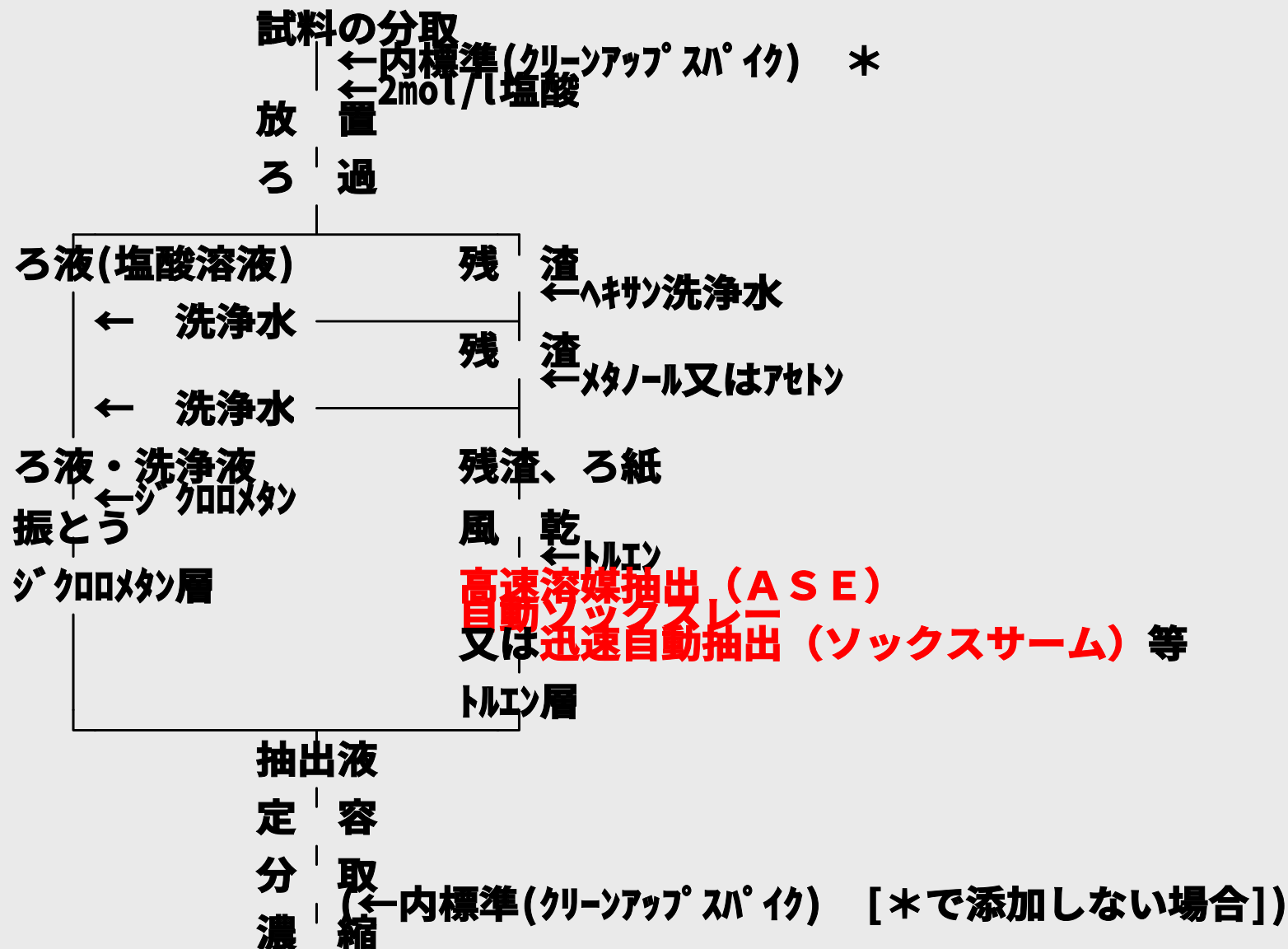
「特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法」に規定する抽出方法



分析方法

＜前処理 (抽出) 例＞

「特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法」に規定以外の抽出方法



分析方法

<試料量>

試料量 (g)	回答数	
	PCDDs+PCDFs	DL-PCB
1. 1.0未満	8	8
2. 1.0～2.5	41	40
3. 2.5～5.0	15	15
4. 5.0～10	42	43
5. 10～25	20	21
6. 25以上	0	0

分析方法

<クリーンアップスパイク>

スパイクの添加箇所 平均的な回収率 (%)	回答数	
	PCDDs+PCDFs	DL-PCB
1.抽出前に添加（試料に添加）		
1-1. 70未満	7	7
1-2. 70以上80未満	14	13
1-3. 80以上90未満	41	35
1-4. 90以上100未満	23	28
1-5. 100以上110未満	2	5
1-6. 110以上	1	0
1. 全体	88	88
2.抽出後に添加（抽出液に添加）		
2-1. 70未満	0	3
2-2. 70以上80未満	3	5
2-3. 80以上90未満	17	11
2-4. 90以上100未満	16	16
2-5. 100以上110未満	1	2
2-6. 110以上	0	0
2. 全体	37	37
3.その他の添加	2	2
4.添加しない	0	0

分析方法

<抽出方法と溶媒の種類>

抽出溶媒	回答数				
	公定法による抽出	公定法以外の抽出			計
	塩酸処理、残さはソックスレー抽出	塩酸処理、残さはASE	塩酸処理、残さは迅速自動抽出	塩酸処理、残さは加熱流下抽出	
トルエン	127	2	4	1	134
その他	0	0	0	0	0
計	127	2	4	1	134

分析方法

<抽出方法と時間>

抽出方法と抽出時間（残さの抽出）

抽出時間	回答数				
	公定法による抽出	公定法以外の抽出			計
	ソックスレー抽出	A S E	迅速自動抽出	加熱流下抽出	
1未満	0	2	0	0	2
1～4	0	0	2	1	3
4～8	0	0	2	0	2
8～16	0	0	0	0	0
16～24	110	0	0	0	110
24以上	17	0	0	0	17
	(最大48時間)				
計	127	2	4	1	134

分析方法

<抽出方法と溶媒の使用量>

抽出方法と溶媒の使用量（残さの抽出）

溶媒量 (mL)	回答数				
	公定法による抽出	公定法以外の抽出			計
	ソックスレー抽出	A S E	迅速自動抽出	加熱流下抽出	
50以下	1	0	0	0	1
50～100	0	2	0	0	2
100～200	22	0	3	0	25
200～300	46	0	0	0	46
300～400	28	0	0	0	28
400～500	29	0	1	1	31
500を超える	1	0	0	0	1
計	127	2	4	1	134

分析方法

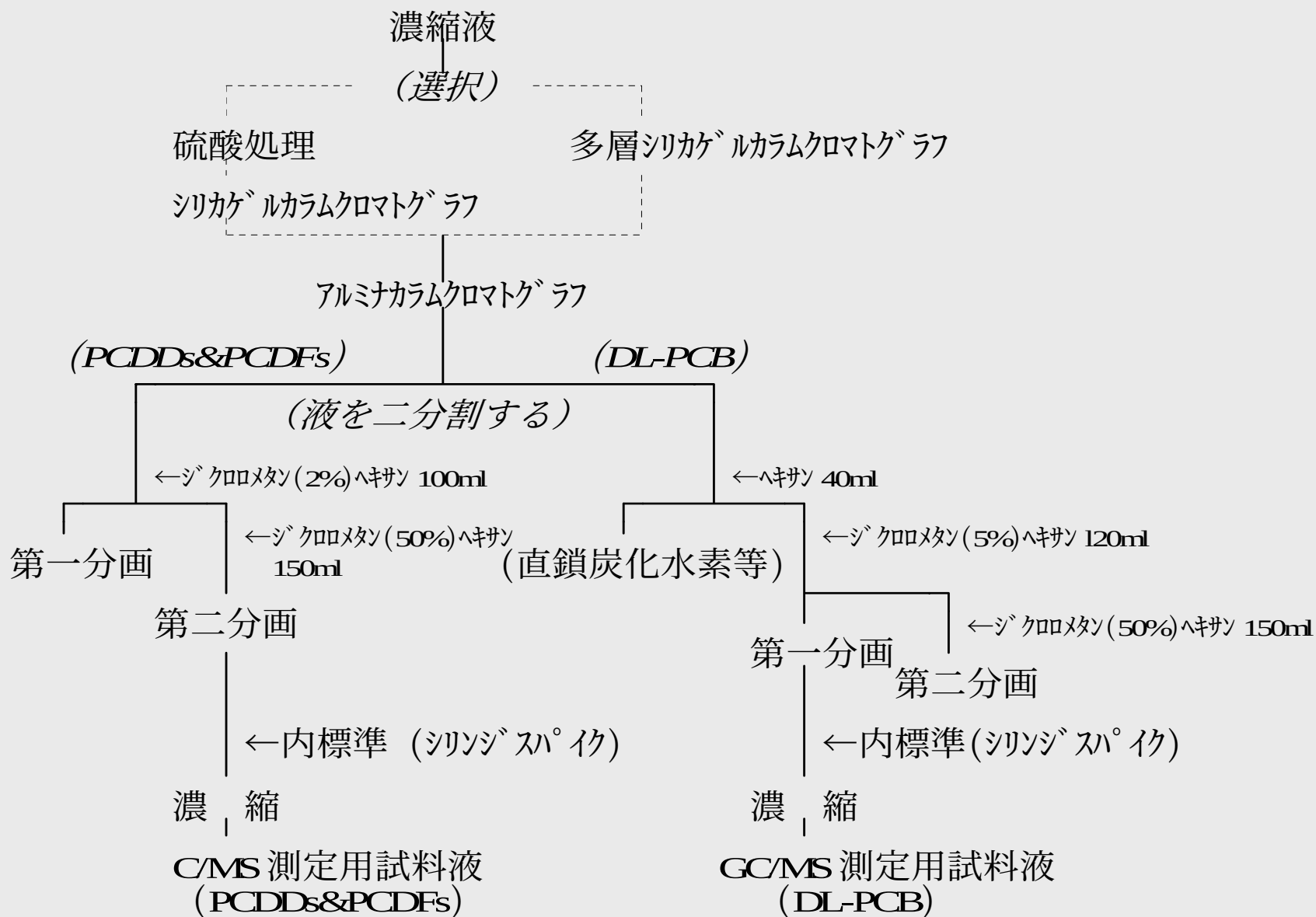
<濃縮器>

(公定法による抽出)

濃縮器の種類	回答数
KD	2
ロータリーエバポレーター	121
その他	3
計	126

分析方法

＜前処理 (クリーンアップ) 例 : (JIS K 0311-6.4.5-a)を例示)＞
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方法



分析方法

<前処理 (クリーンアップ)>

(公定法による抽出)

分析方法（クリーンアップ操作）			回答数
シリカゲルクロマトの処理方法：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			
硫酸処理	シリカゲルクロマト	多層シリカゲルクロマト	
○	○	○	0
○	○	×	9
○	×	○	3 7
○	×	×	1
×	○	○	3
×	×	○	7 6
その他（自動前処理装置）			1
計			1 2 7

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)>

(公定法による抽出)

分析方法 (クリーンアップ操作) シリカゲルカラム後の処理方法：「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))	13
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))	5
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))	19
4. 活性炭カラムにより「PCDDs+PCDFs用」と「DL-PCB用」溶液を調製する (活性炭リバーサカラム使用)	63
5. ジメチルスルホキシド (DMSO) による分配処理 (JIS K 0311-6.4.5-d))	0
6. アルミナカラムにより「PCDDs+PCDFs用」と「DL-PCB用」溶液を調製する (2分割しない)	4
7. 活性炭カラム及びアルミナカラムにより「ダイキシル類用」と「DL-PCB用」溶液を調製する	3
8. 自動前処理装置	2
上記の組み合わせ	18
9. 上記1と3の組み合わせ	(4)
10. 上記1と4の組み合わせ	(3)
11. その他の組み合わせ	(11)
計	127

分析方法

＜前処理 (クリーンアップ)＞

(公定法による抽出)

分析方法（クリーンアップ操作） 硫黄分除去の処理方法	回答数
1.多層シリカゲルカラムによる処理	6 0
2.抽出液中に銅（チップ又は粉状等）を入れる	1
3.硝酸銀シリカゲルカラムによる処理	8
4.銅（チップ又は粒状）カラムによる処理	4
5.銅線（コイル状）を浸す方法	1
6.自動前処理装置	1
上記1～5の組み合わせ	4 8
7.上記1、2の組み合わせ	(3 2)
8.上記1、3の組み合わせ	(8)
9.その他の組み合わせ	(8)
15.行わない	4
計	1 2 7

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

(公定法による抽出)

溶媒の種類	回答数
ノナン	89
トルエン	4
デカン	32
イソオクタン	0
その他	0
計	125

分析方法

<前処理 (クリーンアップ)>

GC/MS測定用の試料液の量

(公定法による抽出)

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	127	47.8	10	100	50
DL-PCB	127	45.3	10	150	50

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 2 7
その他	0
計	1 2 7

分析方法

<分析 (同定及び定量) >

G C カラム 数

公定法による抽出

使用した分離カラム数 (ダイオキシン類の 分析カラム数)	回答数
1	0
2	18
3	101
4	7
5	1

分析方法

<分析(同定及び定量)>

G C カラム 数

公定法による抽出

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	回答数
1	0	117
2	121	10
3	5	0
4	1	0
5	0	0

分析方法

<分析(同定及び定量)>

検量線の作成：濃度範囲 (公定法による抽出)

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	125	1.83	0.04	200	0.20
	上限	125	490	50	4850	250
DL-PCB	下限	125	1.90	0.05	200	0.20
	上限	125	239	20	2000	200

(注) 各2回答を除いている。

分析方法

<分析 (同定及び定量)>

検量線の作成：作成点数 (公定法による抽出)

検量線の作成点数	回答数	
	PCCDs及びPCDFs	DL-PCB
1	0	0
2	0	0
3	0	0
4	1	1
5	80	80
6	18	16
7	1	4
8以上	27 (最大25)	26 (最大25)
計	127	127

分析方法

<分析(同定及び定量)>

検量線の作成：繰り返し数（公定法による抽出）

繰り返し数	回答数	
	PCCDs及びPCDFs	DL-PCB
1	4	4
2	1	0
3	103	101
4	4	5
5	15	15
6以上	0	1
計	127	126

分析方法

<分析 (同定及び定量)>

標準液：開封後の月数 (公定法による抽出)

開封後の月数	回答数	
	PCCDs及びPCDFs	DL-PCB
3以下	57	54
3～6	18	20
6～9	9	11
9～12	17	14
12～24	13	15
24を超える	12 (最大75月)	12 (最大81月)
計	126	126

回答数

<全体の回答数>

「公定法による抽出」 127

「公定法以外の抽出」 7

全体 134

(両方法 (両方の抽出操作) により回答した機関 1)

全回答機関数 133

試料中の異性体濃度

PCDDs及びPCDFs:0.001~1ng/gレベル

DL-PCB :0.001~1ng/gレベル

回答数

<「ND」等の回答数>

なし

回答数

<外れ値の回答数>

<公定法による抽出>

TEQ

PCDDs &PCDFs	DL-PCB	PCDDs&PCDFs + DL-PCB
4	4	4

回答数

<外れ値の回答数>

<公定法による抽出>

異性体（異性体数別）

異性体数	PCDDs&PCDFs			DL-PCB			PCDDs&PCDFs + DL-PCB
	PCDDs	PCDFs	PCDDs &PCDFs	ノゾルト	モノゾルト	ノゾルト &モノゾルト	
1	0	1	1	4	5	9	10
2	0	0	0	1	1	2	2
3	0	0	0	0	1	1	1
4	0	0	0	3	2	1	1
5	0	0	0	-	0	0	0
6	2	0	0	-	2	1	1
7	1	0	0	-	0	0	0
8	-	0	0	-	1	1	0
9	-	2	0	-	-	0	0
10以上	-	1	3	-	-	2	3
計	3	4	4	8	12	17	18

室間精度等の例 (PCDDs異性体)

(公定法による抽出)

区分	分析項目	棄却*	回答数	平均値 (ng/g)	室間精度		最小値 (ng/g)	最大値 (ng/g)	中央値 (ng/g)
					S.D. (ng/g)	CV %			
PCDDs異性体	2,3,7,8-TeCDD	前	127	0.0952	0.0151	15.9	0.040	0.20	0.0945
		後	124	0.0951	0.0100	10.6	0.071	0.13	0.0948
	1,2,3,7,8-PeCDD	前	127	0.362	0.0581	16.0	0.14	0.79	0.370
		後	124	0.362	0.0356	9.8	0.25	0.45	0.370
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	前	127	0.467	0.0734	15.7	0.16	0.92	0.475
		後	124	0.468	0.0509	10.9	0.31	0.60	0.480
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	前	127	0.956	0.160	16.8	0.30	2.0	0.970
		後	124	0.958	0.107	11.2	0.59	1.2	0.970
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	前	127	0.615	0.108	17.5	0.17	1.1	0.635
		後	124	0.618	0.0848	13.7	0.33	0.82	0.640
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	前	127	4.71	1.07	22.7	1.1	11	4.85
		後	124	4.71	0.816	17.3	2.3	6.9	4.90
	OCDD	前	127	4.51	1.41	31.3	0.61	11	4.70
		後	126	4.46	1.29	29.0	1.4	7.0	4.80

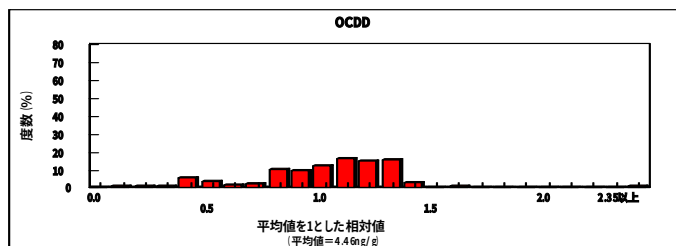
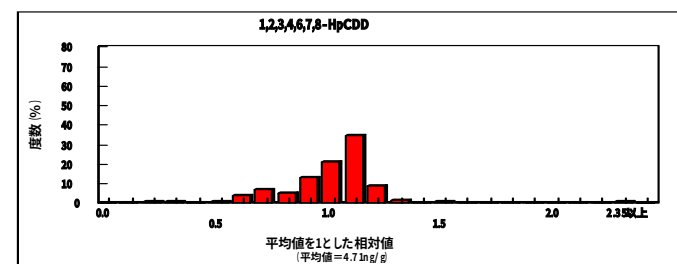
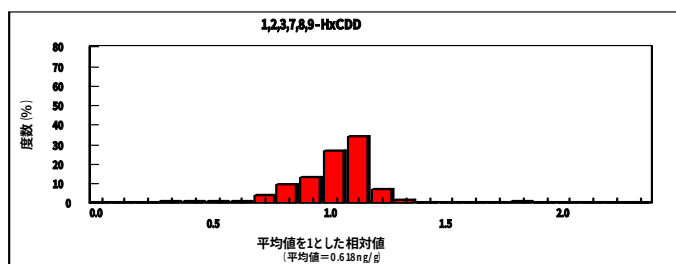
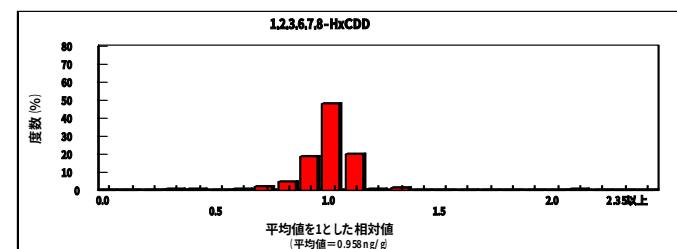
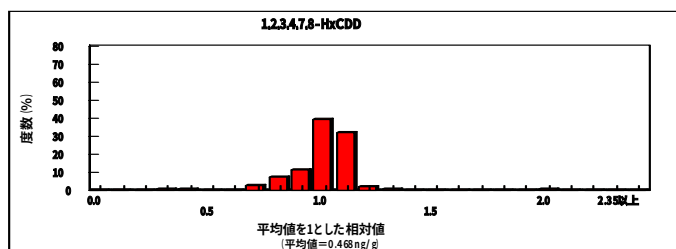
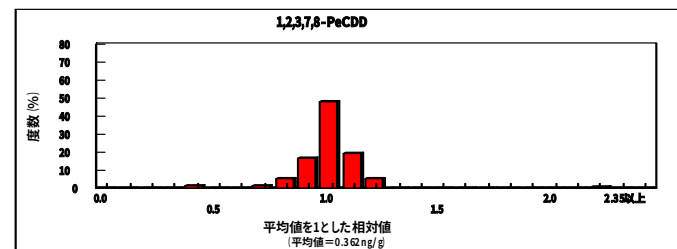
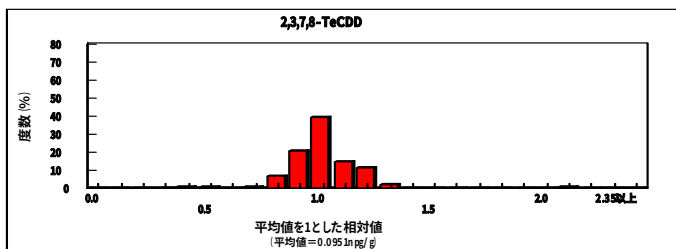
室間精度等の例 (P C D F s 異性体)

(公定法による抽出)

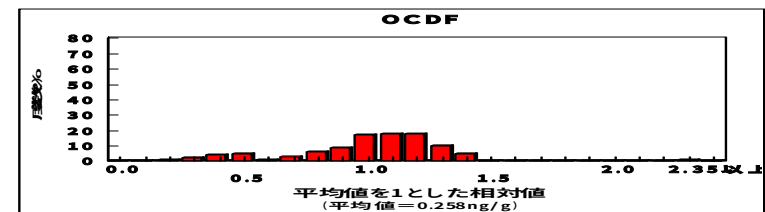
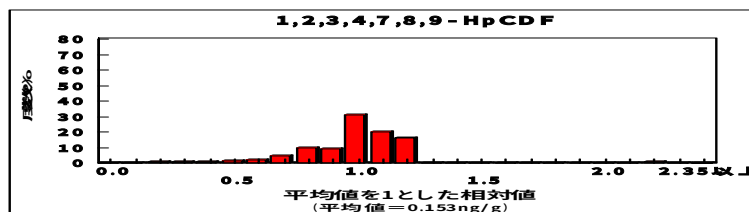
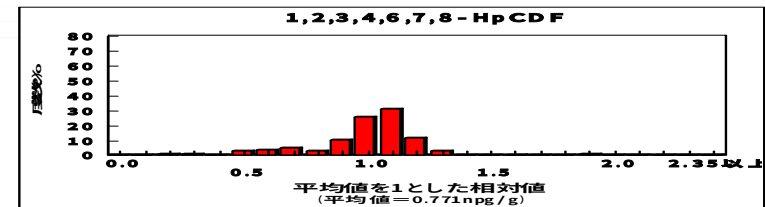
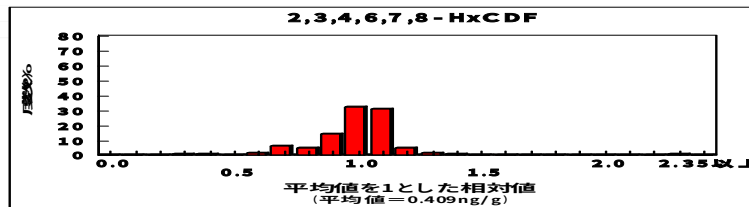
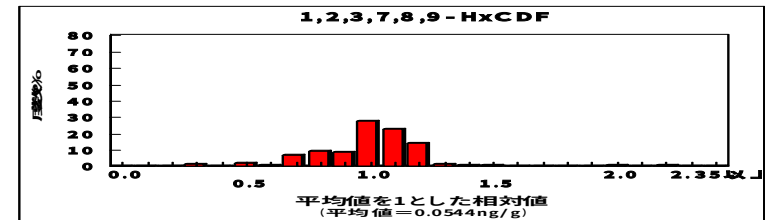
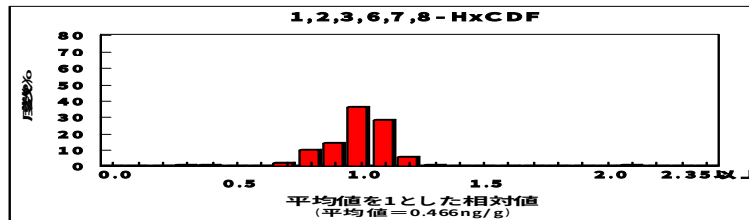
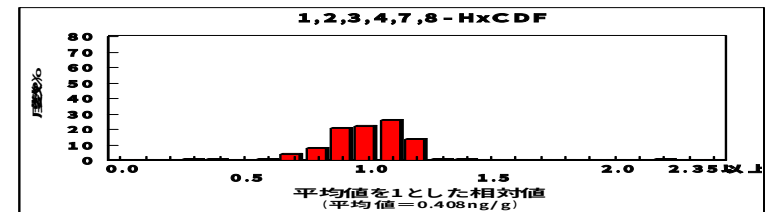
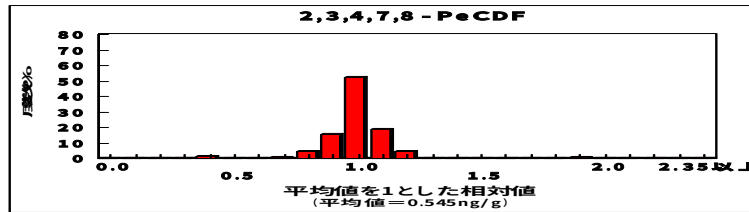
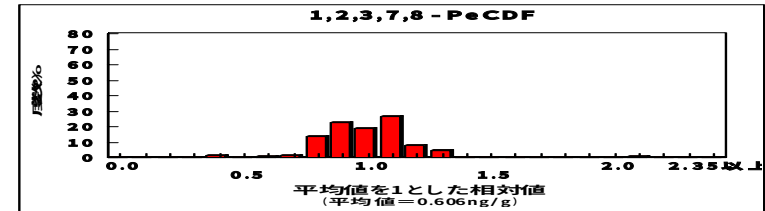
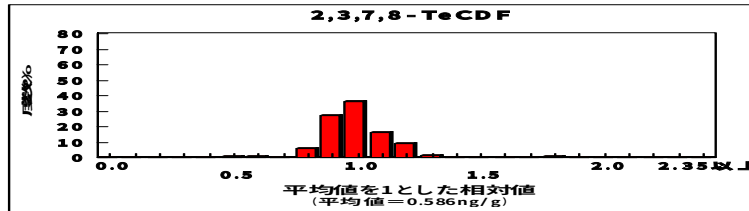
区分	分析項目	棄却 *	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		最小値 (ng/g)	最大値 (ng/g)	中央値 (ng/g)
					S.D. (ng/g)	CV %			
P C D F s 異 性 体	2,3,7,8-TeCDF	前	127	0.586	0.0832	14.2	0.29	1.1	0.580
		後	124	0.586	0.0640	10.9	0.45	0.79	0.580
	1,2,3,7,8-PeCDF	前	127	0.606	0.118	19.5	0.23	1.3	0.610
		後	124	0.606	0.0897	14.8	0.35	0.81	0.610
	2,3,4,7,8-PeCDF	前	127	0.544	0.0767	14.1	0.22	1.1	0.550
		後	124	0.545	0.0484	8.9	0.41	0.68	0.550
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	前	127	0.408	0.0782	19.2	0.14	0.92	0.400
		後	124	0.408	0.0552	13.5	0.25	0.56	0.400
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	前	127	0.465	0.0782	16.8	0.15	0.97	0.470
		後	124	0.466	0.0530	11.4	0.31	0.59	0.470
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	127	0.0548	0.0132	24.1	0.015	0.12	0.056
		後	123	0.0544	0.00983	18.1	0.025	0.084	0.056
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	前	127	0.409	0.0798	19.5	0.13	0.93	0.410
		後	124	0.409	0.0560	13.7	0.24	0.58	0.415
	1,2,3,4,6,7,8 -HpCDF	前	127	0.767	0.167	21.8	0.15	1.5	0.800
		後	124	0.771	0.138	18.0	0.35	1.0	0.800
	1,2,3,4,7,8,9 -HpCDF	前	127	0.153	0.0335	21.9	0.037	0.34	0.160
		後	124	0.153	0.0259	16.9	0.065	0.19	0.160
	OCDF	前	127	0.261	0.0760	29.1	0.046	0.60	0.280
		後	126	0.258	0.0700	27.1	0.083	0.36	0.280

ヒストグラムの例 (PCDDs異性体)

(公定法による抽出)



ヒストグラムの例 (P C D F s 異性体) (公定法による抽出)



室間精度の例 (P C D D s 同族体)

(公定法による抽出)

区分	分析項目	棄却 *	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		最小値 (ng/g)	最大値 (ng/g)	中央値 (ng/g)
					S.D. (ng/g)	CV %			
P C D D s 同 族 体	TeCDDs	前	127	6.04	0.929	15.4	2.9	14	6.00
		後	125	6.01	0.589	9.8	4.5	7.3	6.00
	PeCDDs	前	127	12.0	1.82	15.2	4.8	26	12.0
		後	124	12.0	1.09	9.1	9.6	16	12.0
	HxCDDs	前	127	15.2	2.38	15.7	5.0	29	15.0
		後	124	15.2	1.69	11.1	10	20	15.0
	HpCDDs	前	127	9.37	2.11	22.6	2.2	22	9.70
		後	124	9.37	1.59	17.0	5.1	13	9.80
	OCDD	前	127	4.51	1.41	31.3	0.61	11	4.70
		後	126	4.46	1.29	29.0	1.4	7.0	4.80
	PCDDs	前	127	47.1	7.67	16.3	16	100	48.0
		後	124	47.1	4.96	10.5	34	61	48.0

室間精度の例

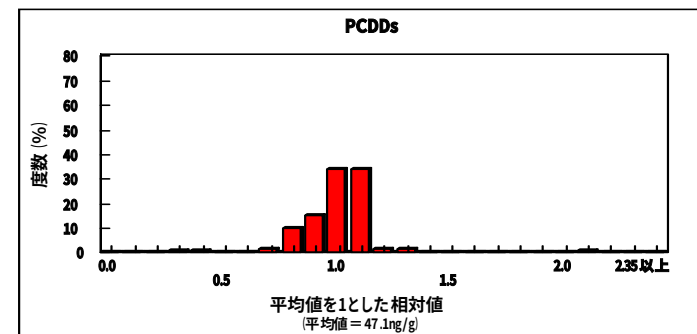
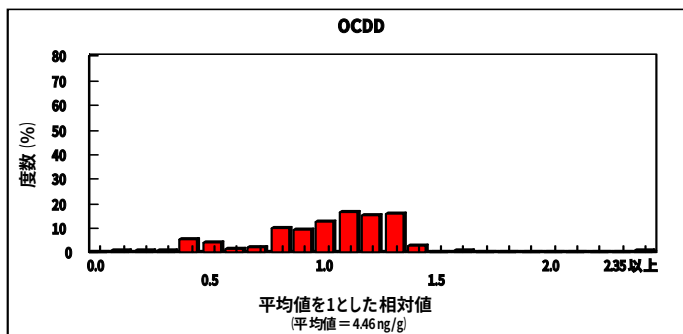
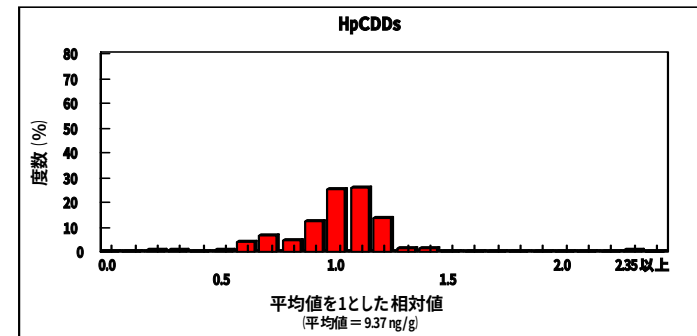
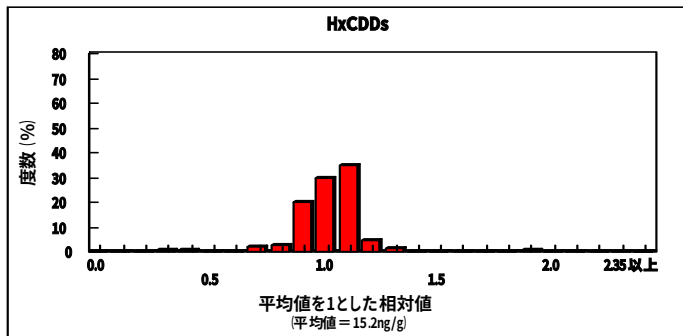
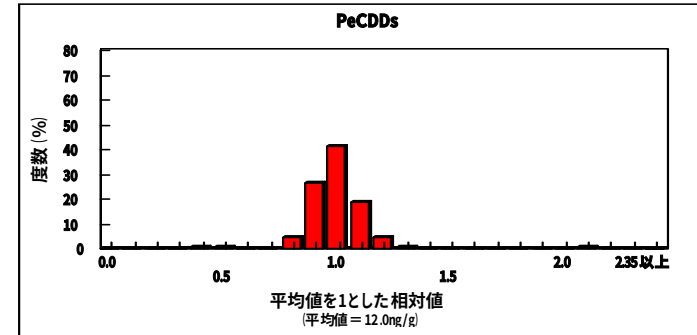
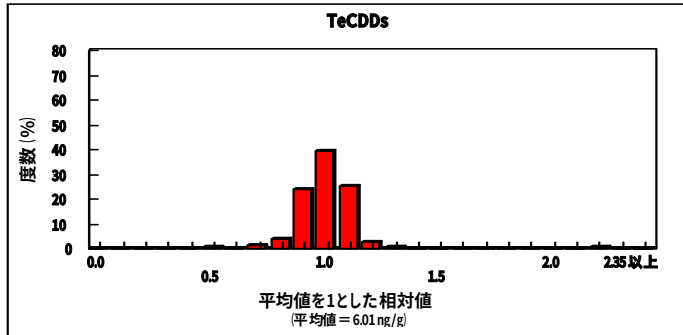
(公定法による抽出)

(PCDFs、PCDDs & PCDFs 同族体)

区分	分析項目	棄却 *	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		最小値 (ng/g)	最大値 (ng/g)	中央値 (ng/g)
					S.D. (ng/g)	CV %			
PCDFs 同族体	TeCDFs	前	127	12.9	1.86	14.5	6.5	24	13.0
		後	124	12.9	1.40	10.9	9.0	17	13.0
	PeCDFs	前	127	7.46	1.14	15.2	2.7	15	7.60
		後	123	7.50	0.722	9.6	5.5	9.5	7.60
	HxCDFs	前	127	3.92	0.667	17.0	1.2	8.1	4.00
		後	124	3.92	0.458	11.7	2.7	5.2	4.00
	HpCDFs	前	127	1.37	0.292	21.2	0.28	2.7	1.45
		後	124	1.38	0.237	17.2	0.66	1.8	1.45
	OCDF	前	127	0.263	0.0772	29.4	0.046	0.60	0.280
		後	126	0.260	0.0714	27.5	0.083	0.41	0.280
	PCDFs	前	127	25.9	3.61	13.9	11	50	26.0
		後	124	26.0	2.38	9.2	20	32	26.0
同族体の合計		前	127	73.0	11.1	15.2	26	150	74.2
(PCDDs+PCDFs)		後	124	73.1	6.94	9.0	55	91	74.8

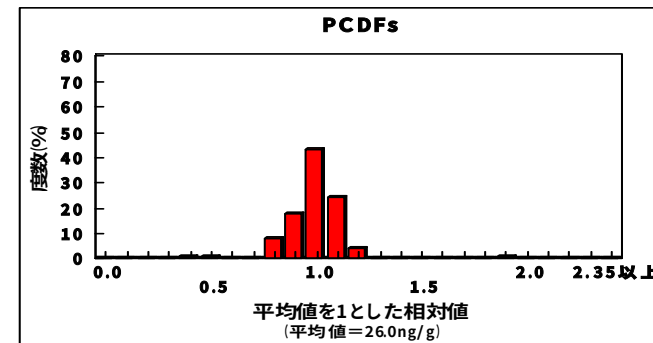
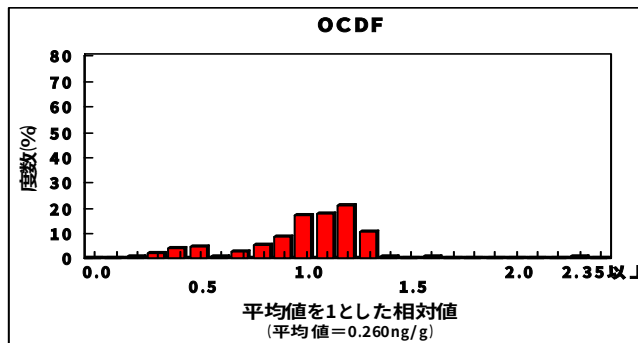
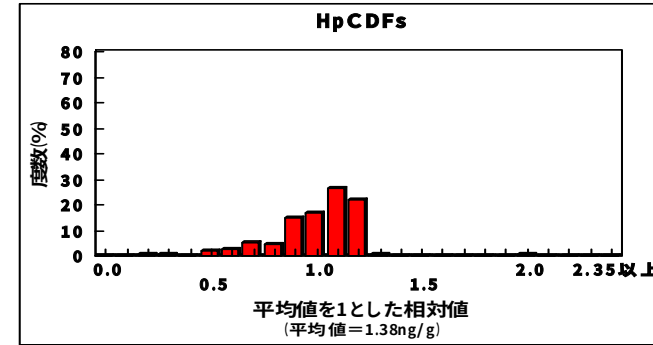
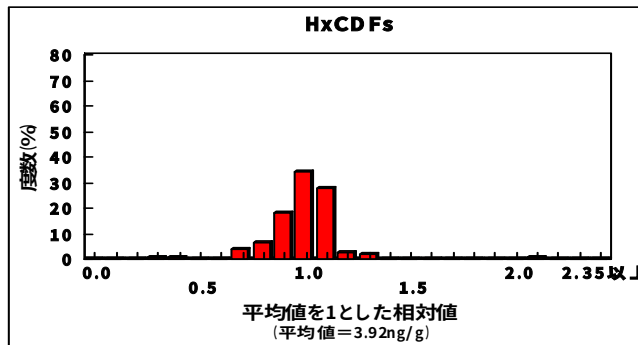
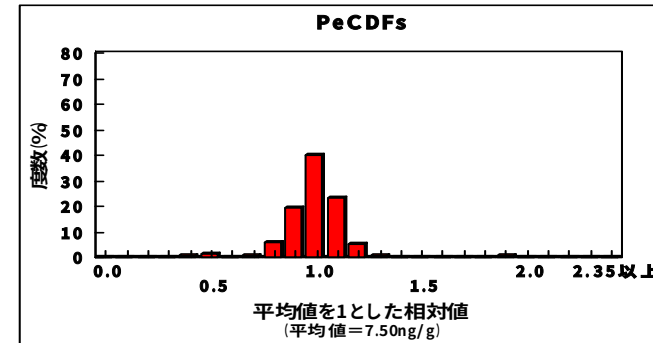
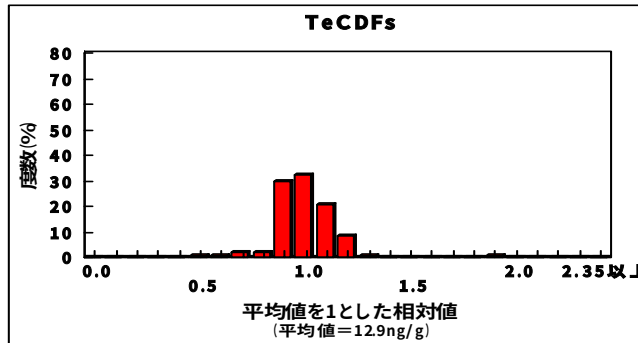
ヒストグラムの例 (PCDDs同族体)

(公定法による抽出)



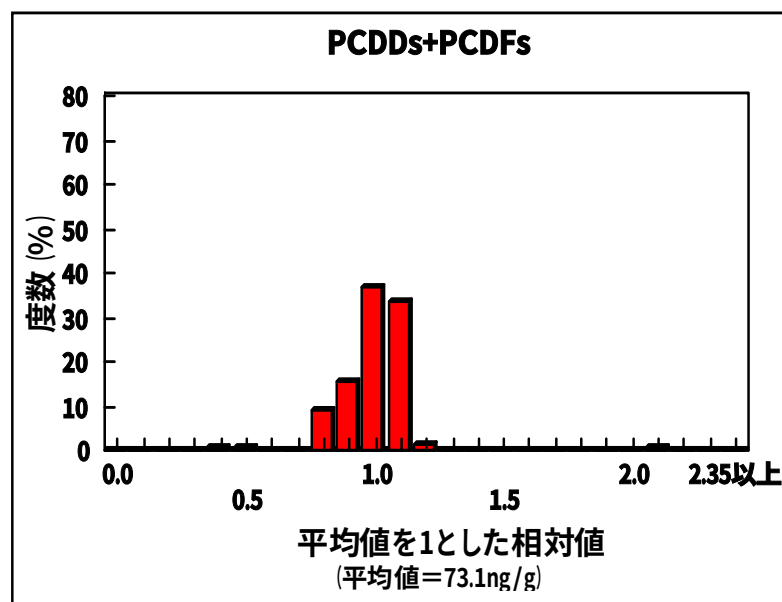
ヒストグラムの例 (PCDFs同族体)

(公定法による抽出)



ヒストグラムの例 (PCDDs & PCDFs 同族体)

(公定法による抽出)



室間精度の例 (DL-PCB:ノンオルト)

(公定法による抽出)

区分	分析項目	棄却 *	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		最小値 (ng/g)	最大値 (ng/g)	中央値 (ng/g)
					S.D. (ng/g)	CV %			
ノン オル ト 異 性 体	3,4,4',5-TeCB	前	127	0.0692	0.00906	13.1	0.030	0.13	0.0695
		後	123	0.0694	0.00604	8.7	0.056	0.087	0.0700
	3,3',4,4'-TeCB	前	127	0.276	0.0362	13.1	0.12	0.54	0.280
		後	123	0.277	0.0209	7.6	0.23	0.34	0.275
	3,3',4,4',5-PeCB	前	127	0.213	0.0309	14.5	0.098	0.41	0.210
		後	124	0.213	0.0220	10.3	0.17	0.28	0.210
	3,3',4,4',5,5'- HxCB	前	127	0.0832	0.0144	17.3	0.036	0.18	0.0820
		後	120	0.0819	0.00739	9.0	0.062	0.099	0.0820

室間精度の例 (D L-P C B : モノオルト)

(公定法による抽出)

区分	分析項目	棄却 *	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		最小値 (ng/g)	最大値 (ng/g)	中央値 (ng/g)
					S.D. (ng/g)	CV %			
モノ オル ト 異 性 体	2',3,4,4',5-PeCB	前	127	0.0327	0.00468	14.3	0.014	0.067	0.0330
		後	125	0.0326	0.00319	9.8	0.024	0.044	0.0330
	2,3',4,4',5-PeCB	前	127	0.142	0.0626	44.1	0.071	0.60	0.130
		後	123	0.132	0.0190	14.4	0.11	0.19	0.130
	2,3,3',4,4'-PeCB	前	127	0.115	0.0378	32.9	0.049	0.33	0.110
		後	122	0.109	0.0185	17.1	0.086	0.17	0.102
	2,3,4,4',5-PeCB	前	127	0.0271	0.00395	14.6	0.011	0.053	0.0270
		後	124	0.0269	0.00265	9.9	0.019	0.033	0.0270
	2,3',4,4',5,5' -HxCB	前	127	0.0470	0.00745	15.8	0.022	0.096	0.0460
		後	122	0.0465	0.00399	8.6	0.038	0.058	0.0460
	2,3,3',4,4',5 -HxCB	前	126	0.0896	0.0198	22.1	0.038	0.20	0.0858
		後	114	0.0855	0.00604	7.1	0.071	0.11	0.0850
	2,3,3',4,4',5' -HxCB	前	127	0.0596	0.00830	13.9	0.025	0.12	0.0590
		後	123	0.0593	0.00459	7.7	0.049	0.069	0.0585
	2,3,3',4,4',5,5' -HpCB	前	127	0.0825	0.0121	14.7	0.043	0.19	0.0820
		後	124	0.0823	0.00669	8.1	0.065	0.10	0.0820

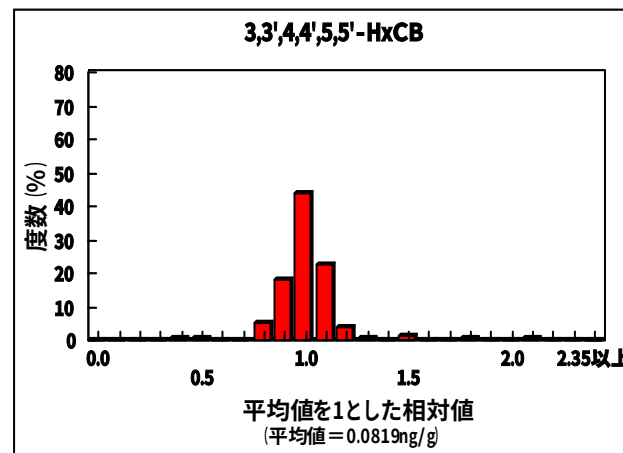
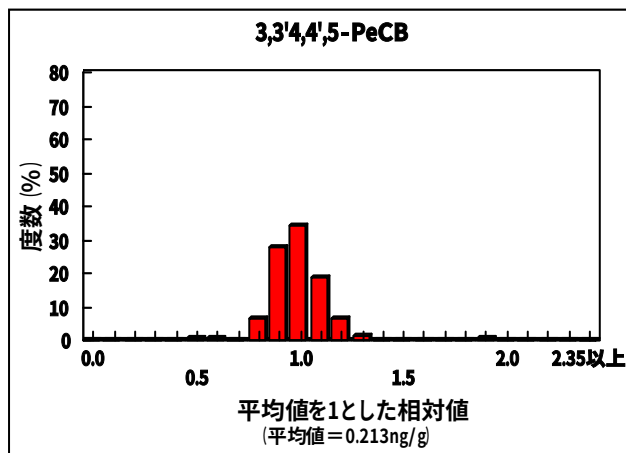
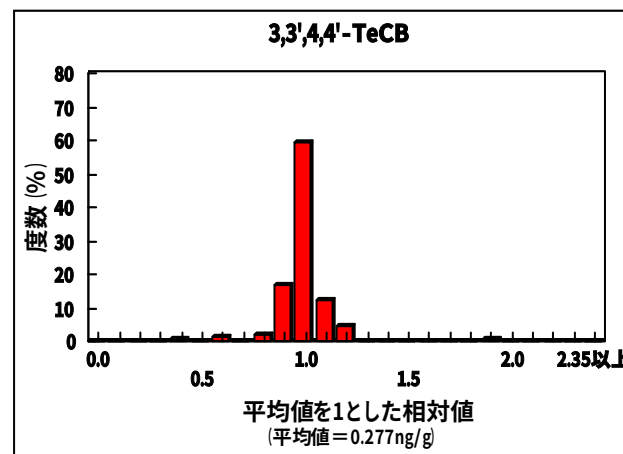
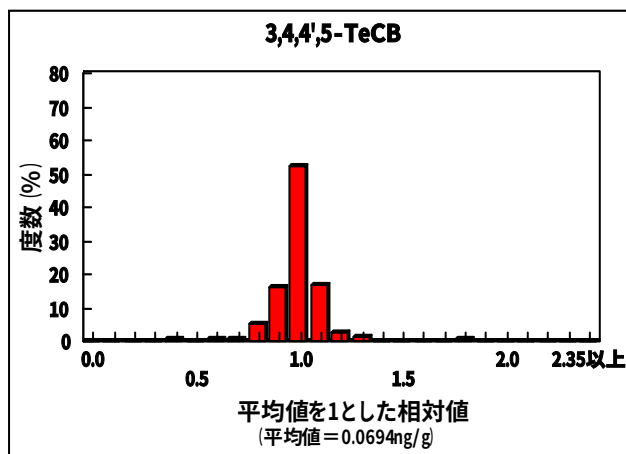
室間精度の例 (D L - P C B)

(公定法による抽出)

区分	分析項目	棄却 *	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		最小値 (ng/g)	最大値 (ng/g)	中央値 (ng/g)
					S.D. (ng/g)	CV %			
その他	ノンオルト	前	127	0.642	0.0825	12.8	0.28	1.3	0.640
		後	123	0.644	0.0462	7.2	0.54	0.76	0.640
	モノオルト	前	127	0.595	0.135	22.6	0.27	1.4	0.570
		後	120	0.576	0.0419	7.3	0.50	0.72	0.570
	計 (DL-PCB)	前	127	1.24	0.188	15.2	0.56	2.6	1.20
		後	121	1.22	0.0813	6.7	1.1	1.4	1.20

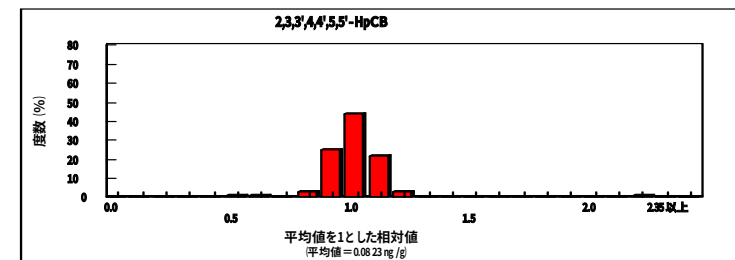
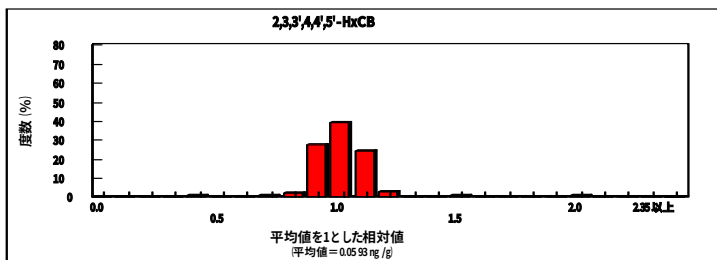
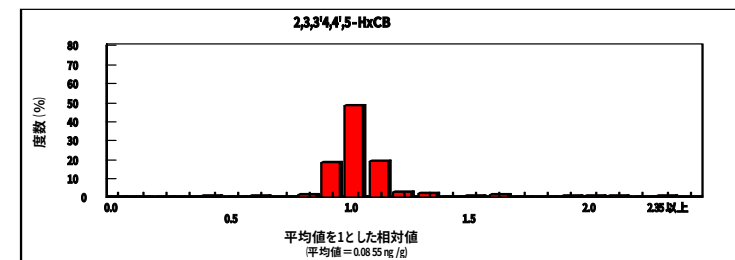
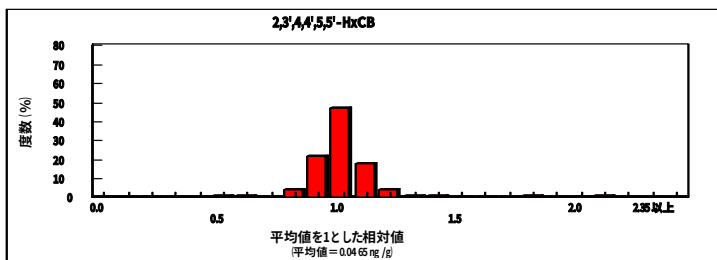
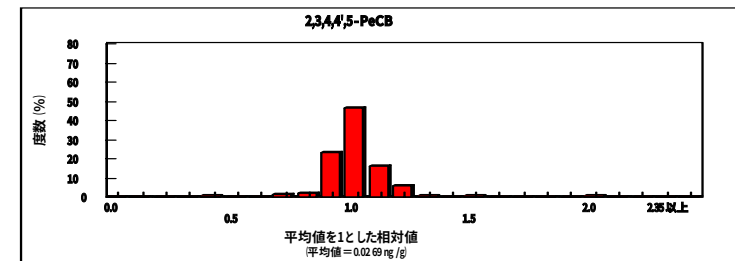
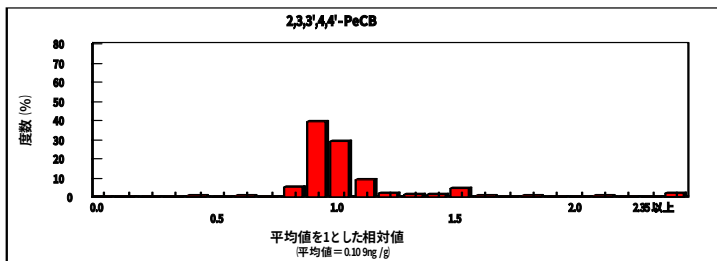
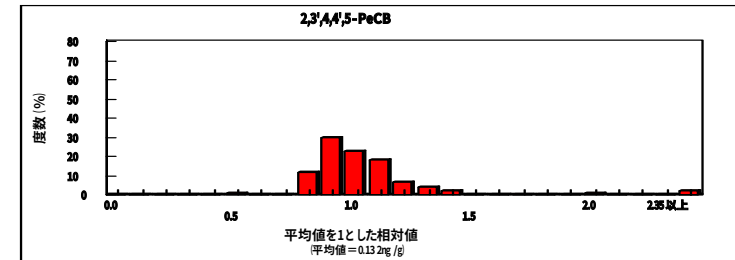
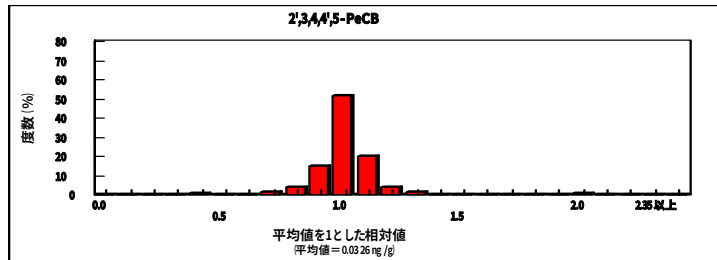
ヒストグラムの例 (DL-PCB:ノンオルト)

(公定法による抽出)



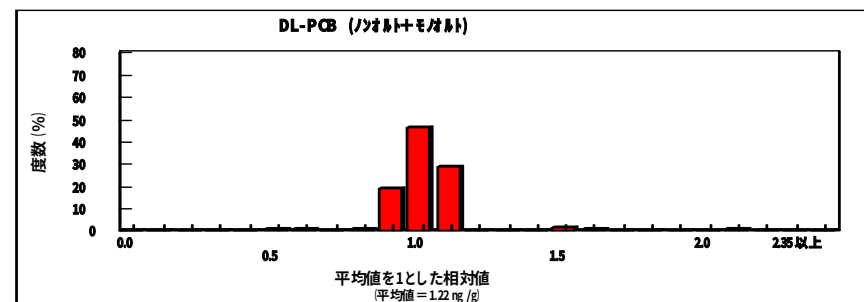
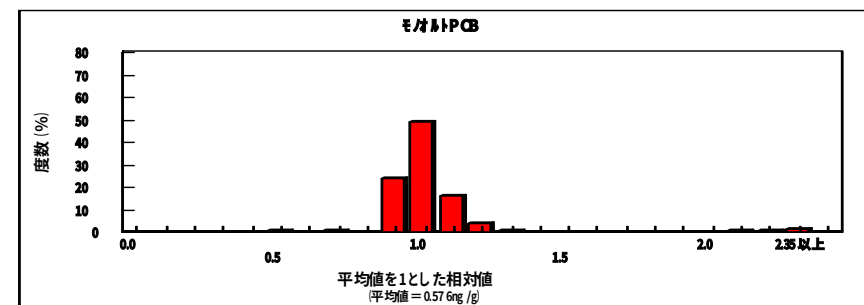
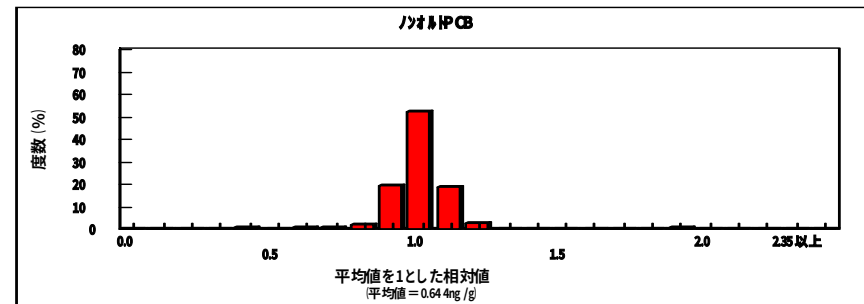
ヒストグラムの例 (DL-PCB:モノオルト)

(公定法による抽出)



ヒストグラムの例 (DL-PCB)

(公定法による抽出)



室間精度等の例 (T E Q)

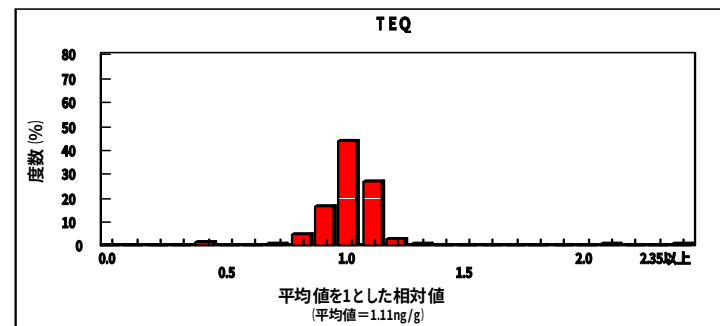
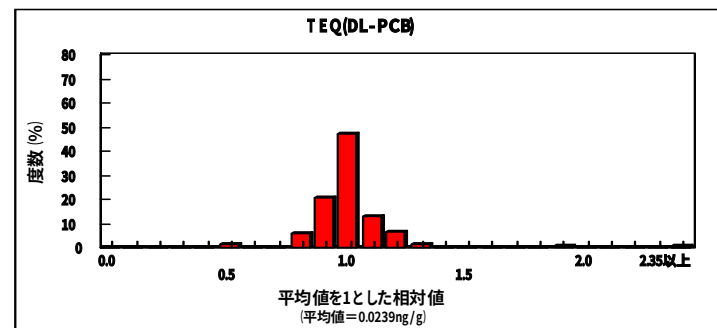
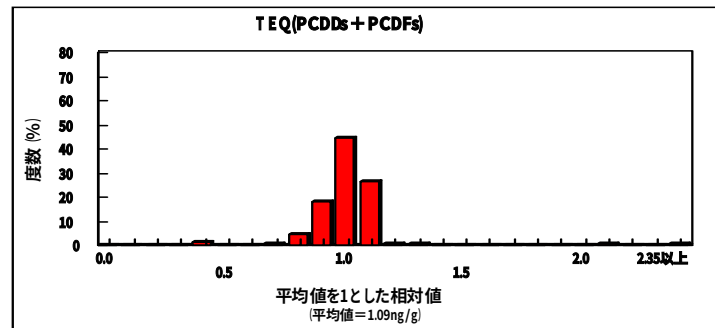
(公定法による抽出)

区分	分析項目	棄却 *	回 答 数	平均值 (ng/g)	室間精度		最小値 (ng/g)	最大値 (ng/g)	中央値 (ng/g)
					S.D. (ng/g)	CV %			
TEQ	PCDDs+PCDFs	前	127	1.66	6.38	385	0.40	73	1.10
		後	123	1.09	0.0972	8.9	0.78	1.4	1.10
	DL-PCB	前	127	0.0324	0.0956	295	0.011	1.1	0.0240
		後	123	0.0239	0.00238	9.9	0.018	0.030	0.0240
	(PCDDs+PCDFs)+ (DL-PCB)	前	127	1.69	6.56	387	0.41	75	1.10
		後	123	1.11	0.0998	9.0	0.80	1.4	1.10

1 回答：T E Q計算間違っ、極端な大きな値

その他：TEFはWHO/IPCS（2006提案）を使用して算出、古いTEFの使用はなかった

ヒストグラムの例 (TEQ)



(公定法による抽出)

外れ値の原因

(アンケート調査、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)

- ・抽出・クリーンアップ
汚染

除去しきれなかった夾雑物と分析対象の異性体ピークの重なり 等

- ・GC/MS測定での不適切

カラムの種類や劣化等によるピーク分離の不十分 等

共存物ピークとの分離の不十分の例

3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)に関するものが多くみられる

- ・同定・計算が不適切

ピーク面積の取り方の間違い

計算間違い (試料量の間違い、抽出液の分取補正の間違い等) 等

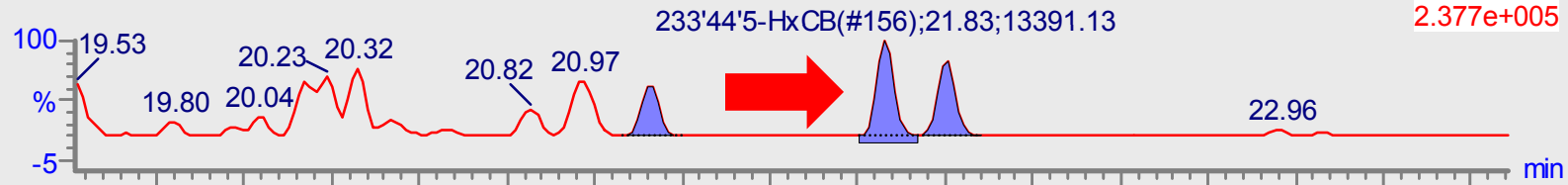
以上の外れ値の原因うち、ピーク分離に関するものが多い

悪いクロマトグラム例

#156のピークベースの取り方が過剰 (カラム: HT-8)

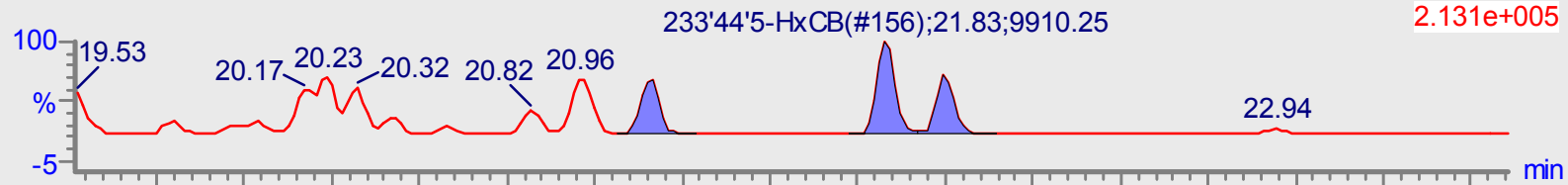
081109_H2Oseido_A1_01_fr2 Smooth(Mn,1x1)
H2Oseido A1 0.1g fr2

Voltage SIR, EI+
359.8415
2.377e+005



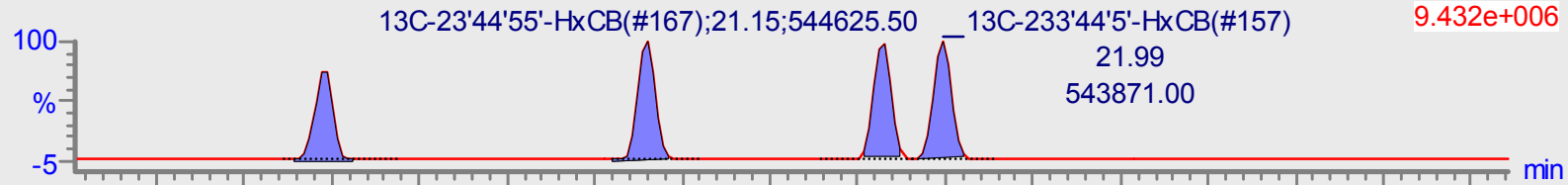
081109_H2Oseido_A1_01_fr2 Smooth(Mn,1x1)
H2Oseido A1 0.1g fr2

Voltage SIR, EI+
361.8385
2.131e+005



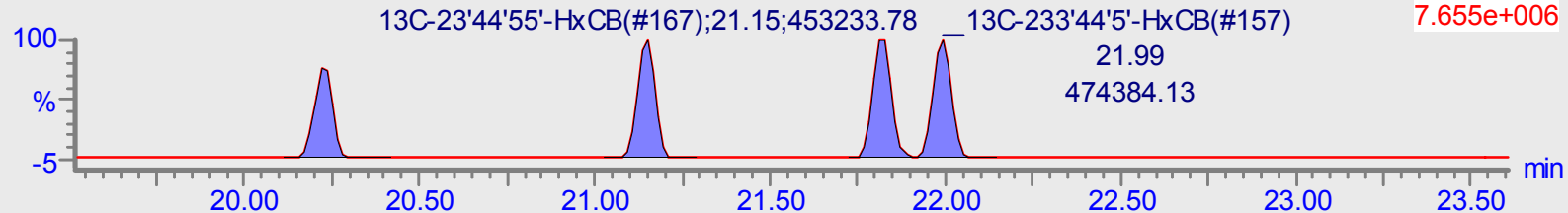
081109_H2Oseido_A1_01_fr2 Smooth(Mn,1x1)
H2Oseido A1 0.1g fr2

Voltage SIR, EI+
371.8817
9.432e+006



081109_H2Oseido_A1_01_fr2 Smooth(Mn,1x1)
H2Oseido A1 0.1g fr2

Voltage SIR, EI+
373.8788
7.655e+006



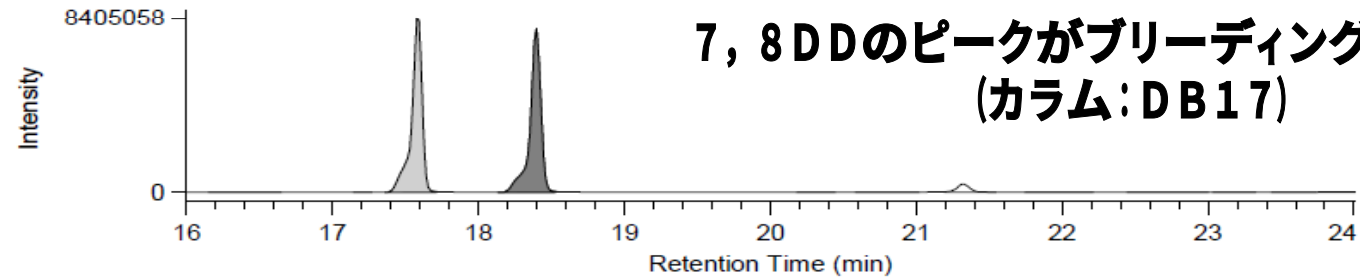
Compound View

Page 1

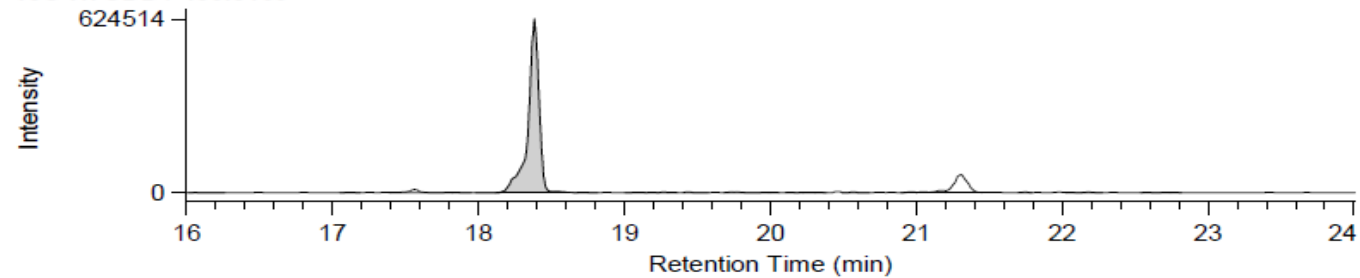
DqData : C:\kg\c\ff [f^%008 ĩftf@fCf\Method Data\H20\78PCDDF081105-001\78PCDDF081105-001

Injection : sample3

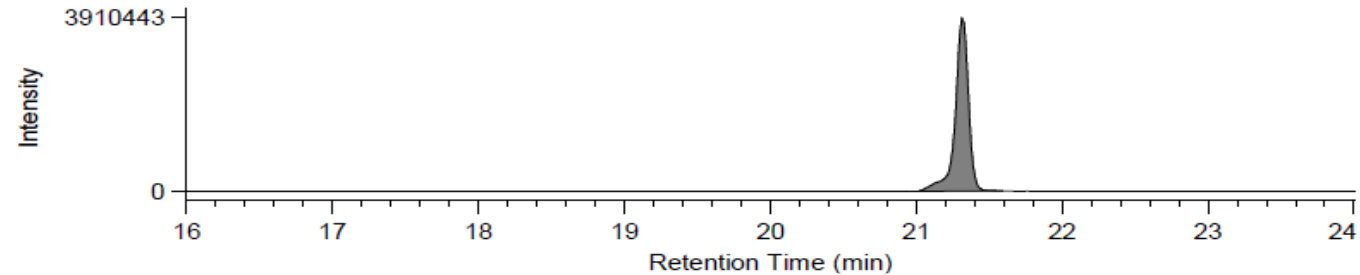
H7CDD / 423.7766



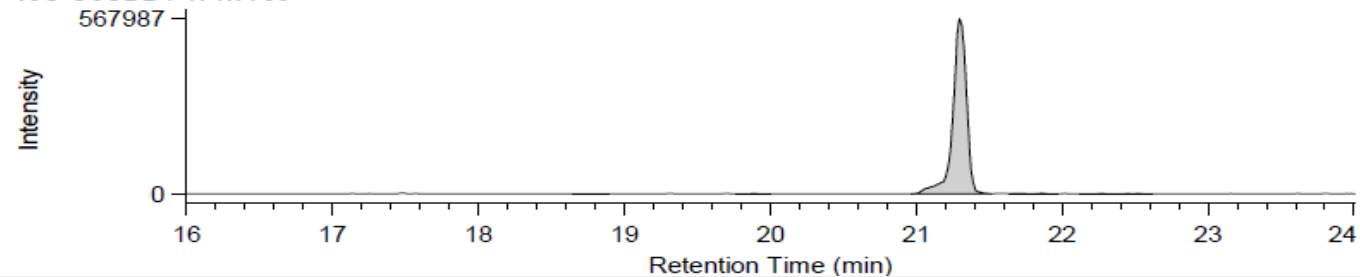
13C-H7CDD / 435.8169



O8CDD / 459.7348

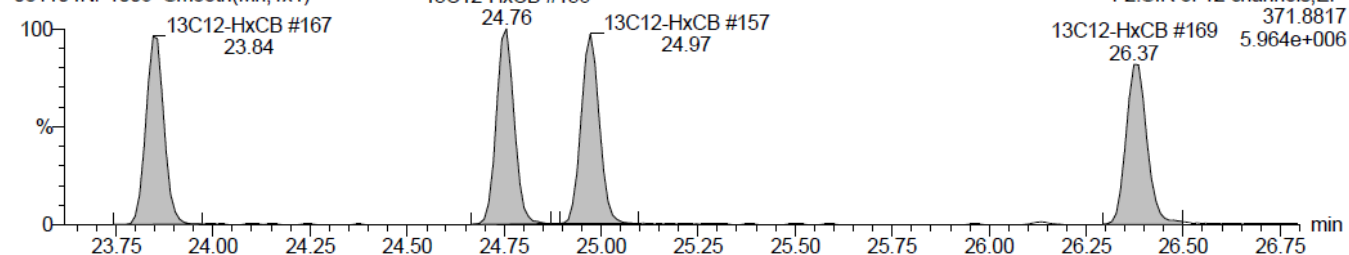


13C-O8CDD / 471.7750



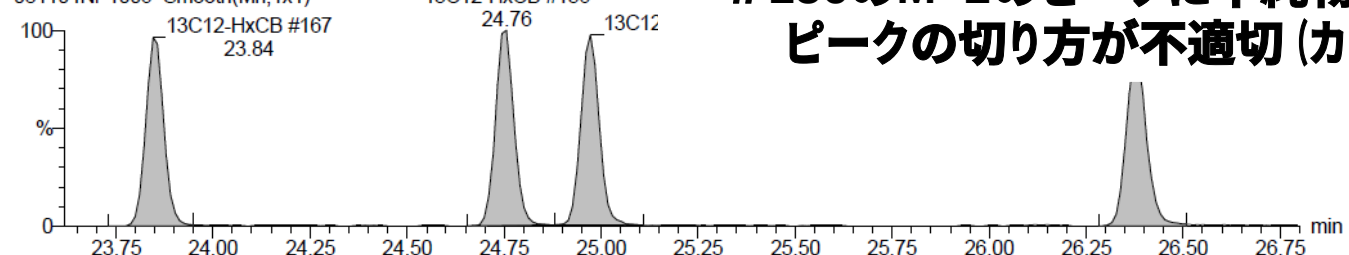
13C12-HxCB IS.

081104NP1006 Smooth(Mn,1x1)



13C12-HxCB IS.

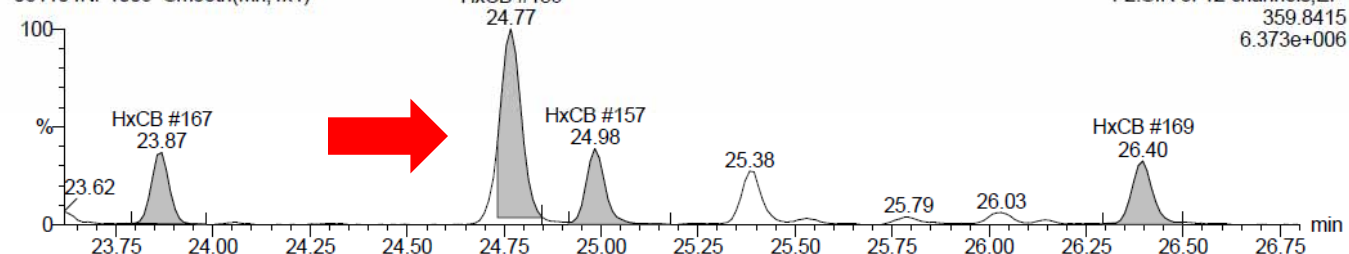
081104NP1006 Smooth(Mn,1x1)



**#156のM+2のピークに不純物が混ざるため、
ピークの切り方が不適切 (カラム:HT-8)**

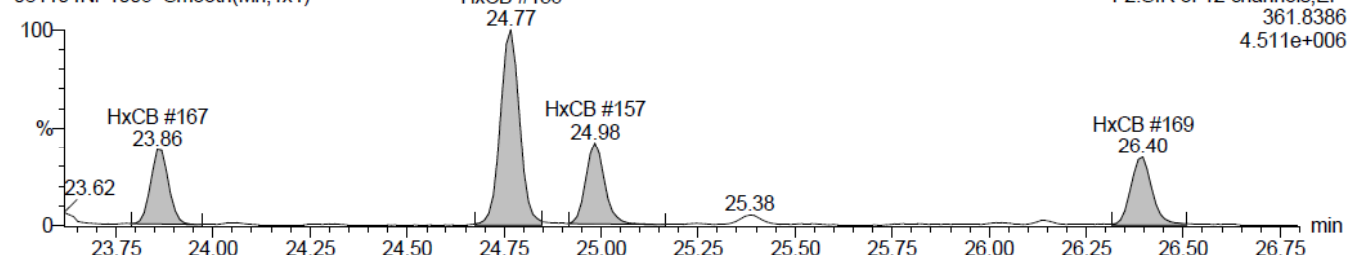
HxCBs Native

081104NP1006 Smooth(Mn,1x1)

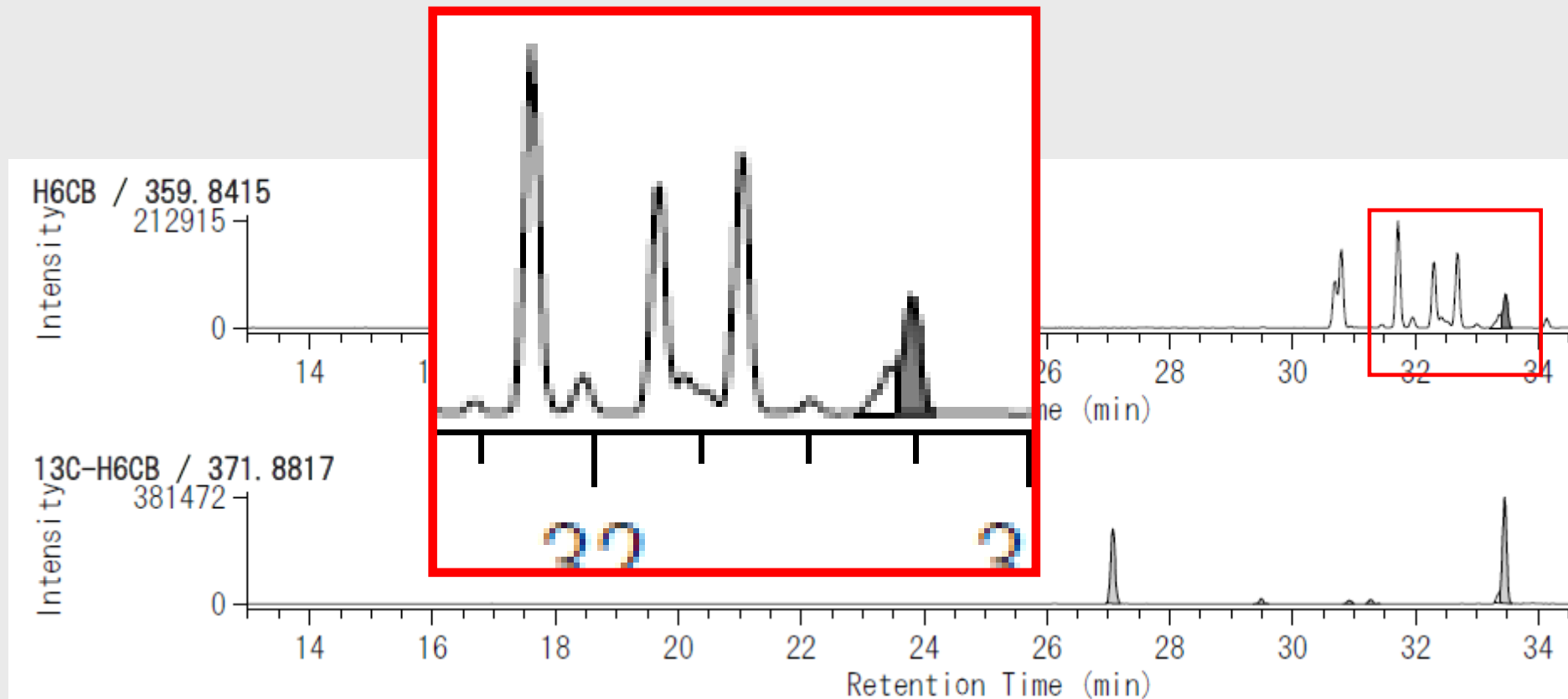


HxCBs Native

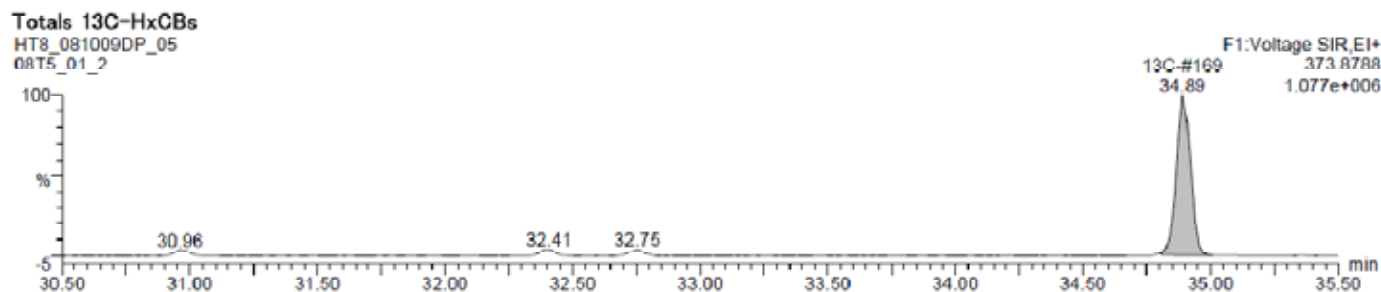
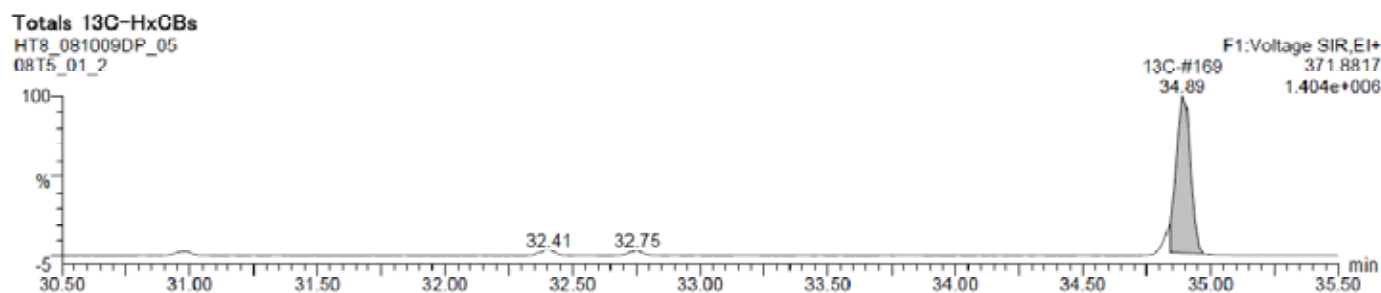
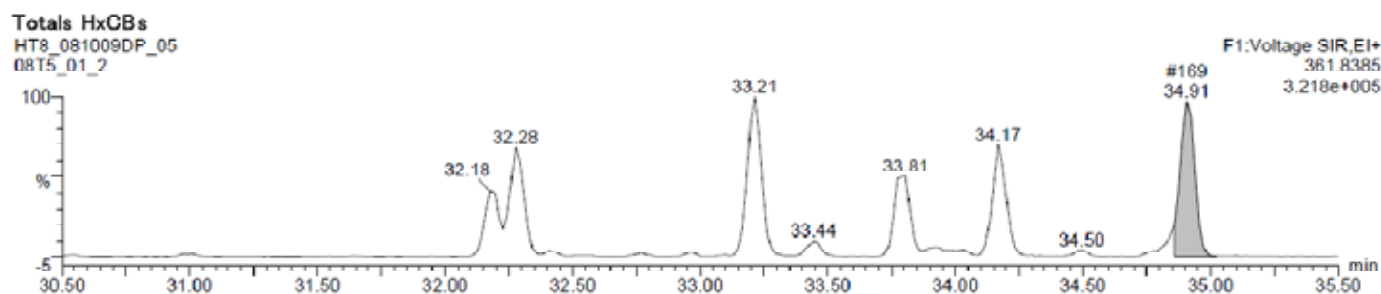
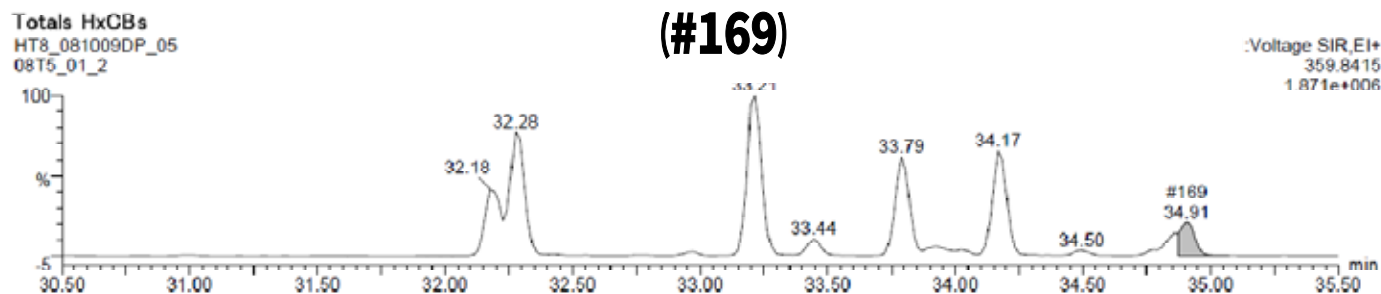
081104NP1006 Smooth(Mn,1x1)



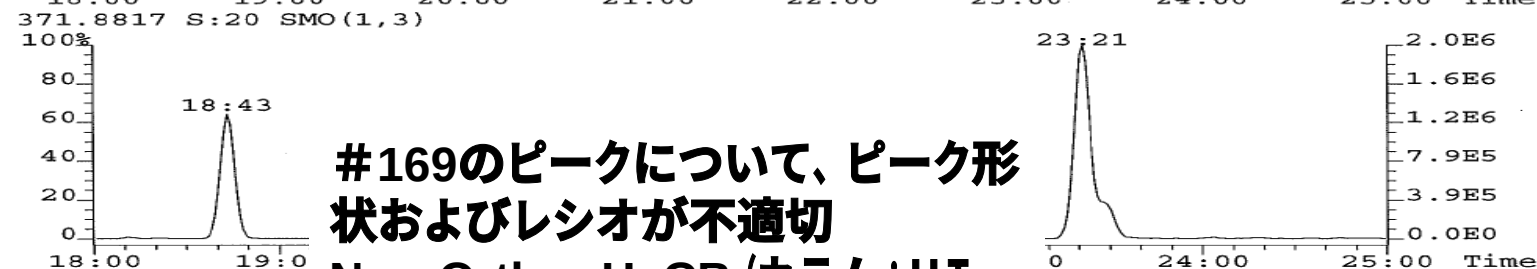
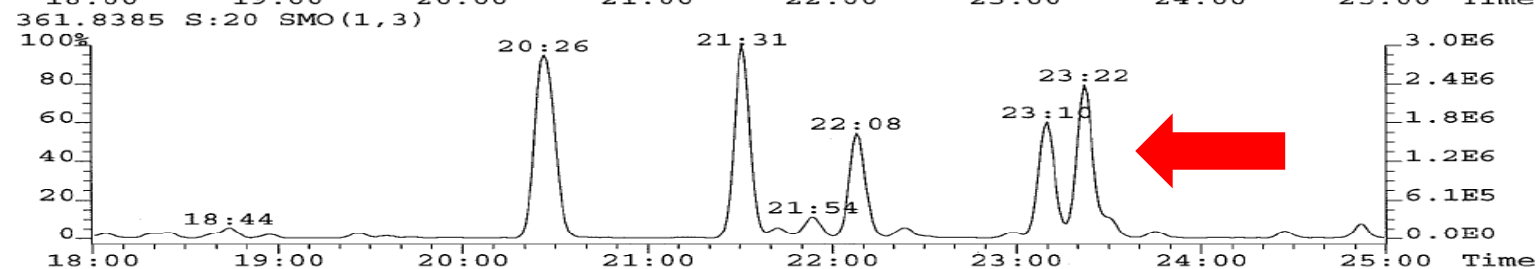
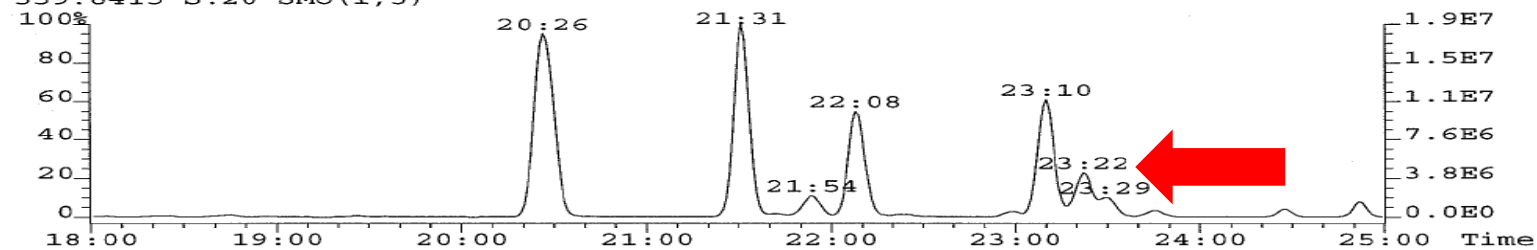
Co-HxCB(#169)のクロマトグラムが不純物も混ざって形状が違う (カラム:HT-8)



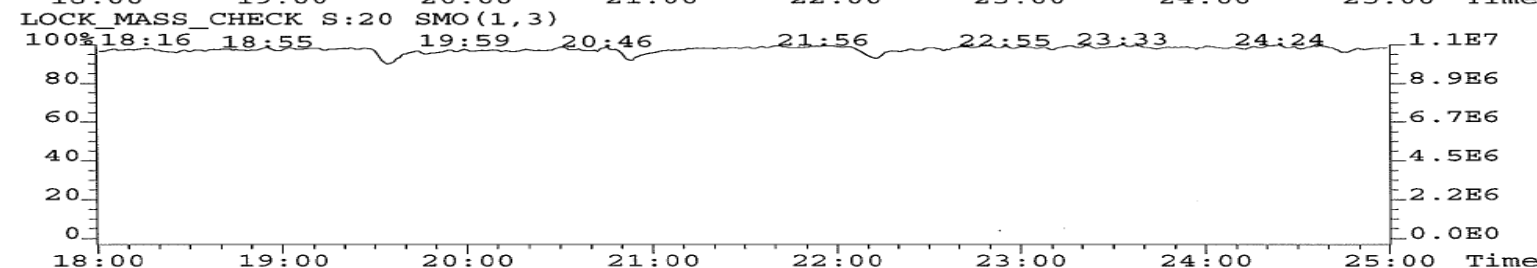
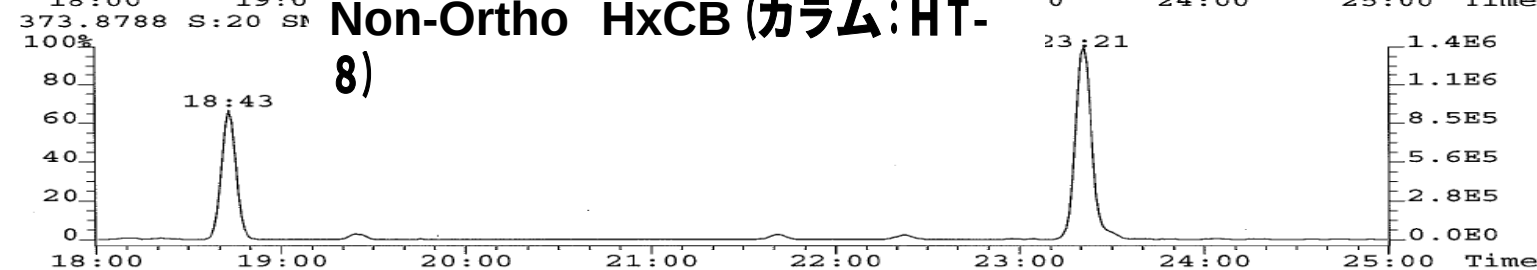
ピークを取り方不適切 (カラム:HT-8) (#169)



File:081021 #1-1135 Acq:22-OCT-2008 06:46:01 GC EI+ Voltage SIR Autospec-UltimaE
Sample#20 File Text:DB-17 Text:TE-0060 xd 3 Exp:PD04
359.8415 S:20 SMO(1,3)



#169のピークについて、ピーク形状およびレシオが不適切
Non-Ortho HxCB (カラム:HT-8)



DL-PCBクロマトグラム
(Non-ortho HxCBs)

**#169のピークについて、ピーク形状不適切。
13C-STDのピークエリアの取り方が不適切 (カラム: DB17)**

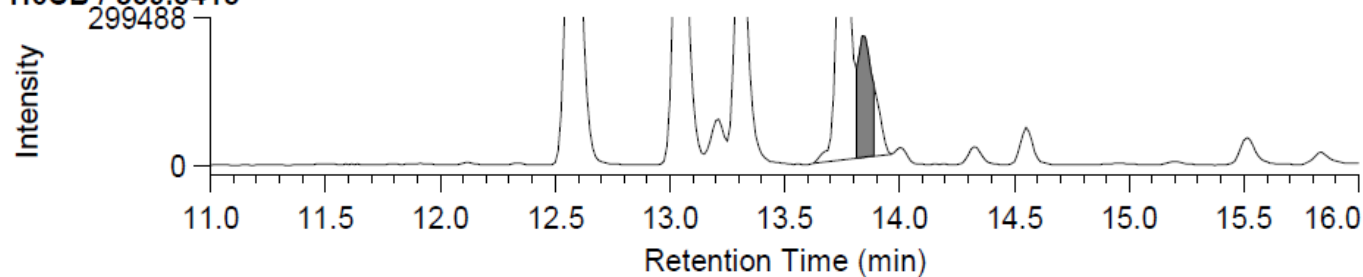
Compound View

Page 2

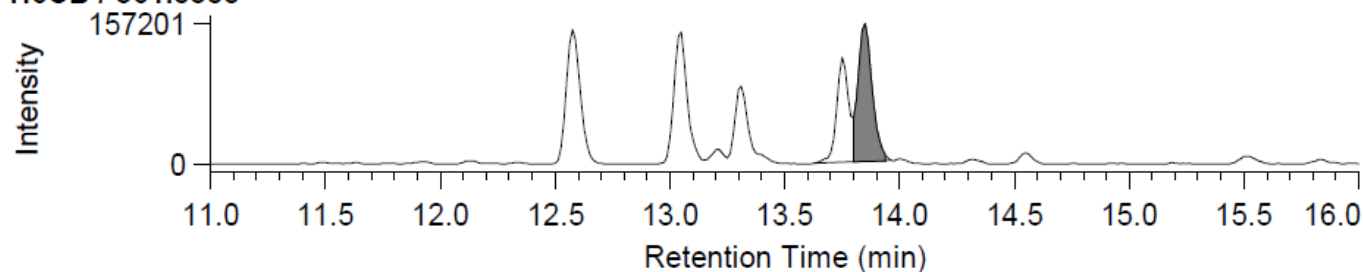
DqData : C:\Dioxin-Data\2008-10\MethodData\non-PCB081002\H201002

Injection : S-1

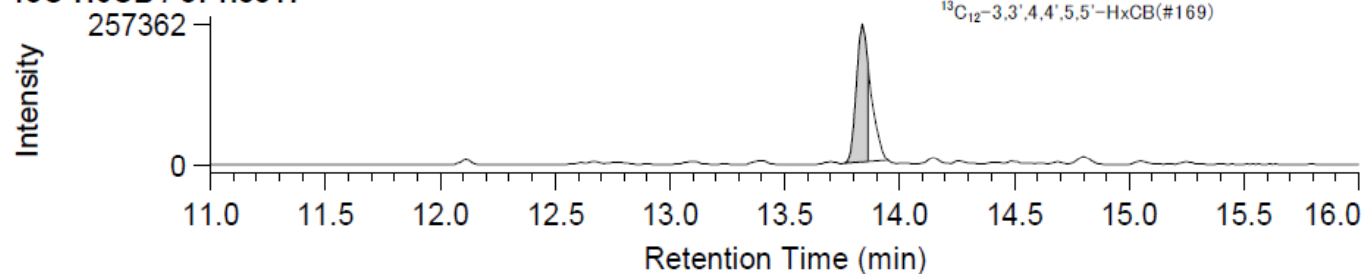
H6CB / 359.8415



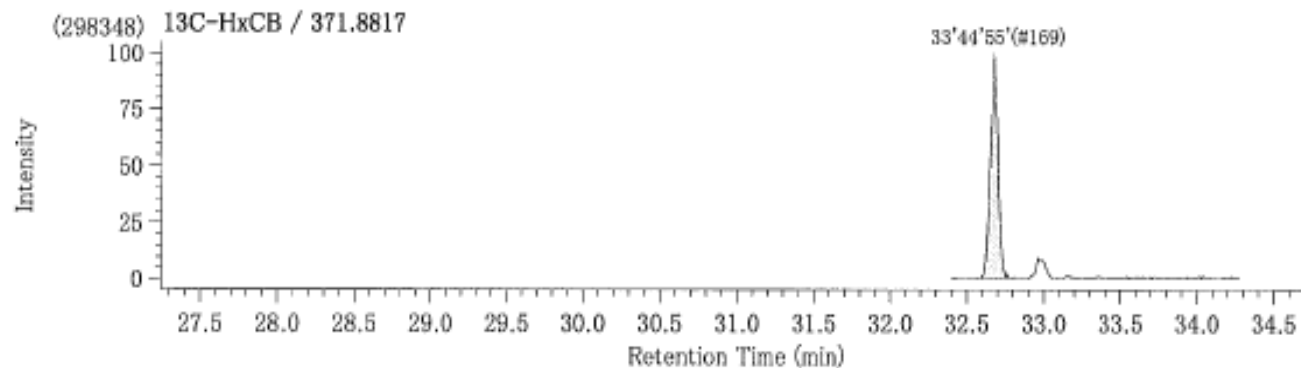
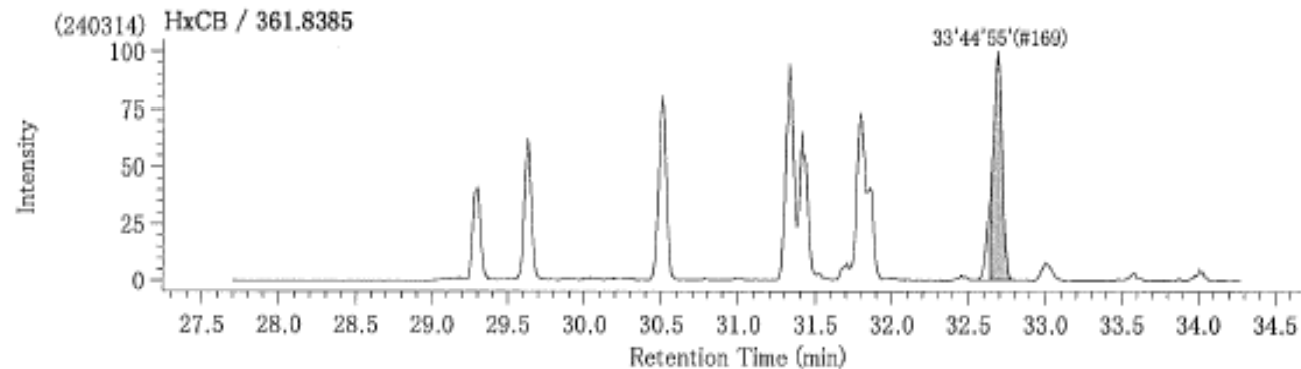
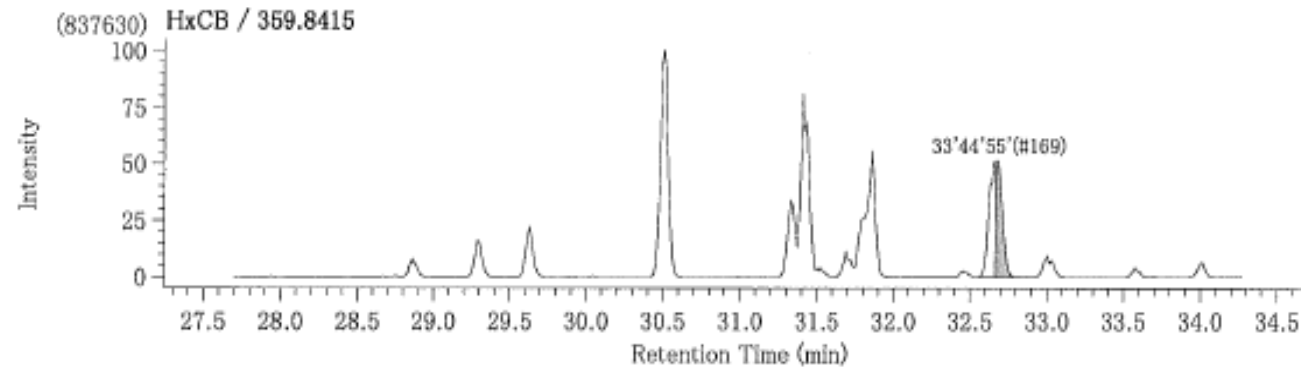
H6CB / 361.8385



13C-H6CB / 371.8817



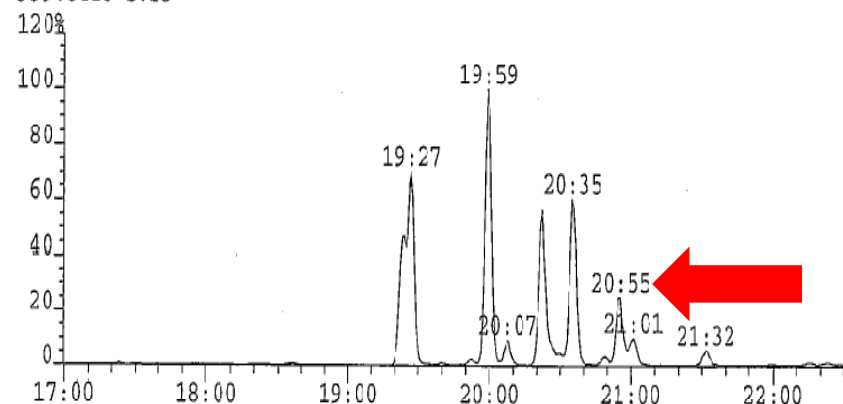
ピークを取り方不適切 (カラム:BPX-DXN II) (#169)



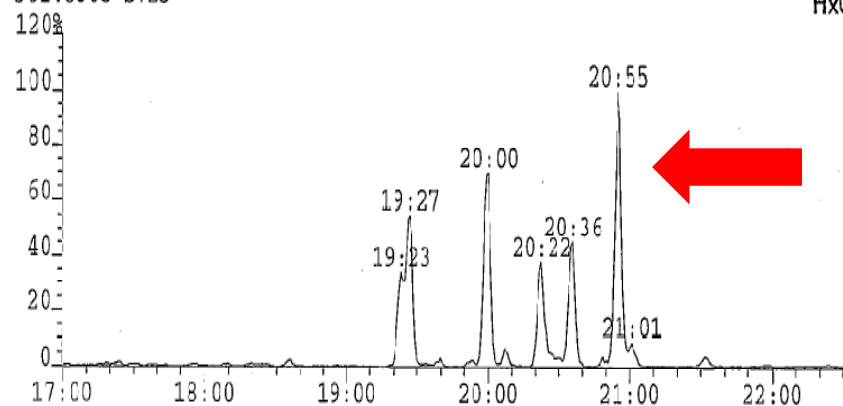
(298348) 13C-HxCB / 371.8817

File:081107CP #1-1320 Acq:
 Sample#23 File Text:KENRYC
 359.8415 S:23

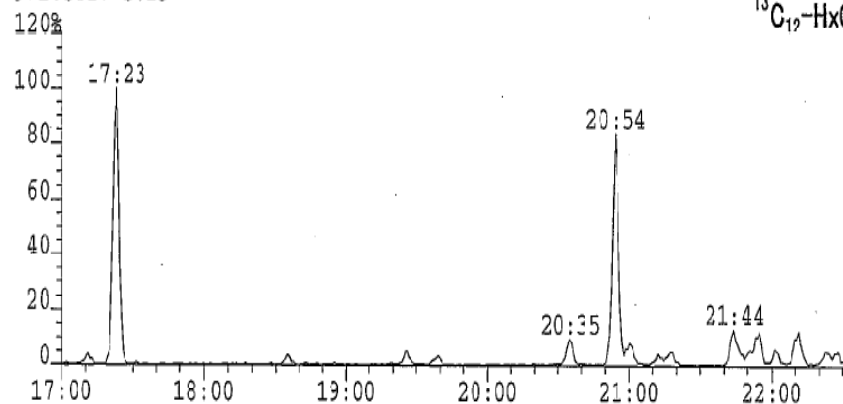
ピークを取り方不適切 (カラム:HT-8) (#169)



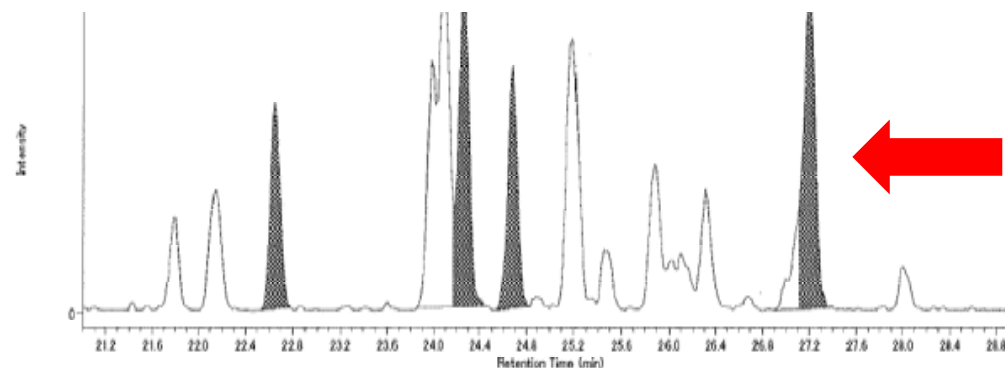
361.8385 S:23



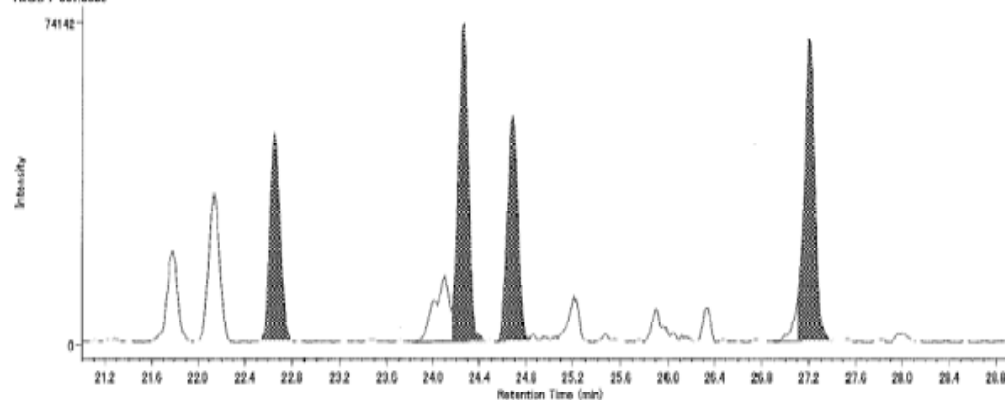
371.8817 S:23



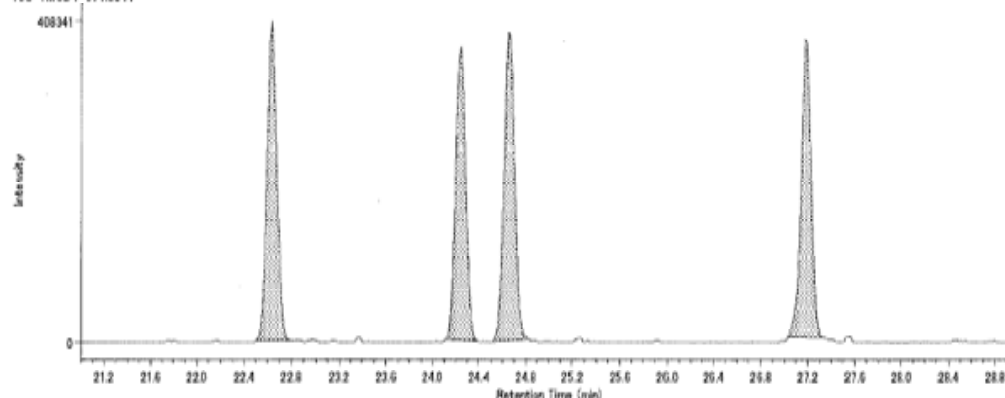
373.8788 S:23



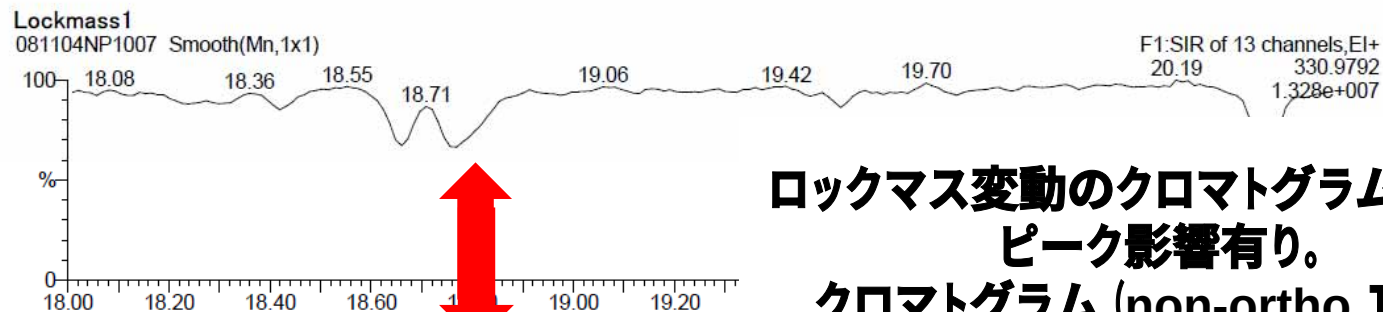
HxGB / 361.8385



13C12-HxGB / 371.8817

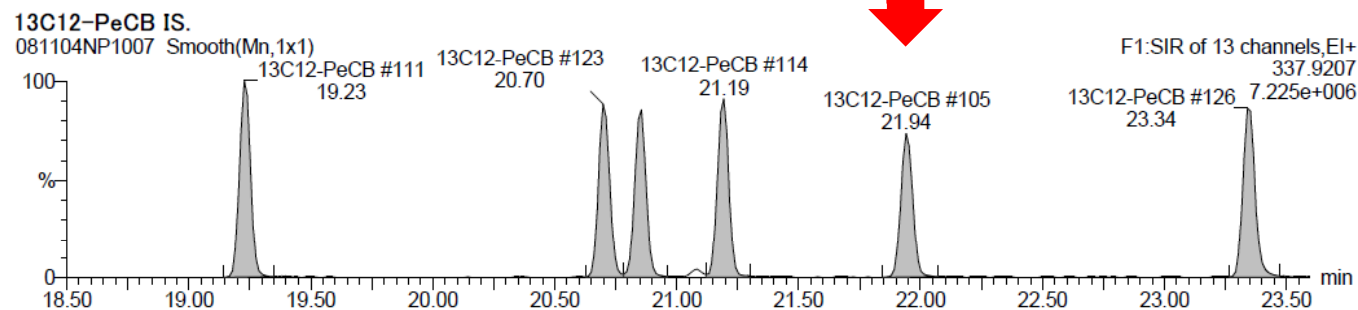
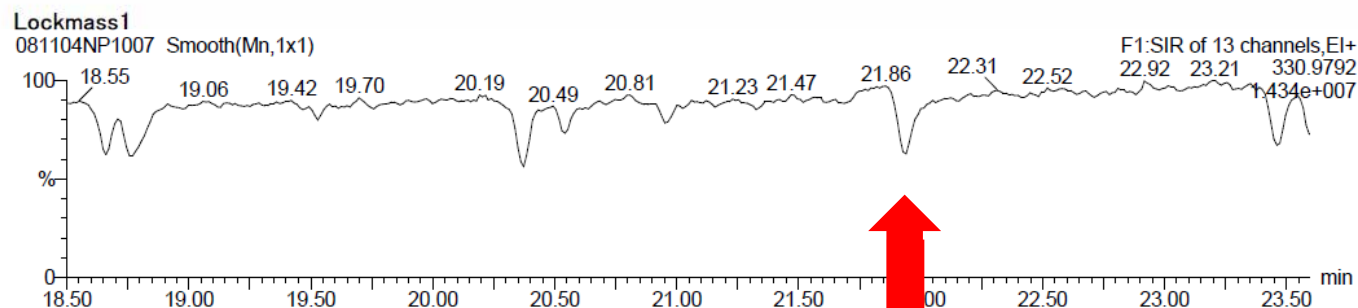
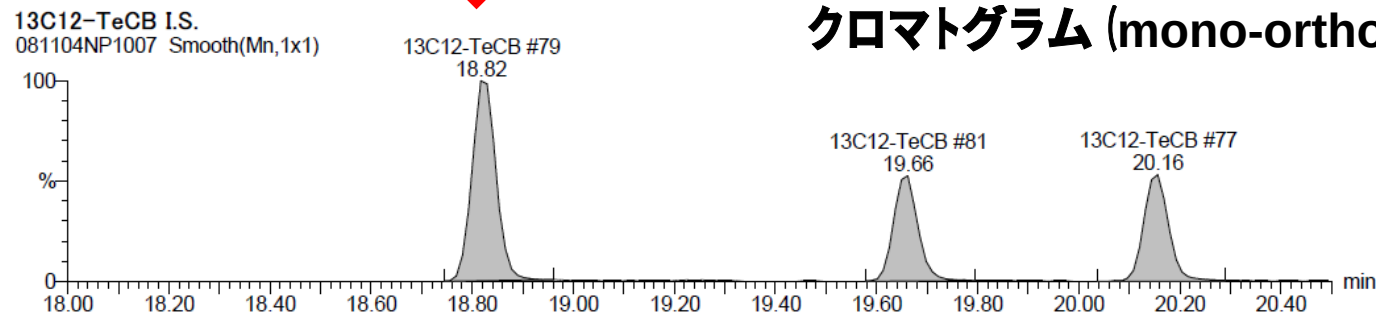


悪いクロマトグラム例 ロックマスの変動

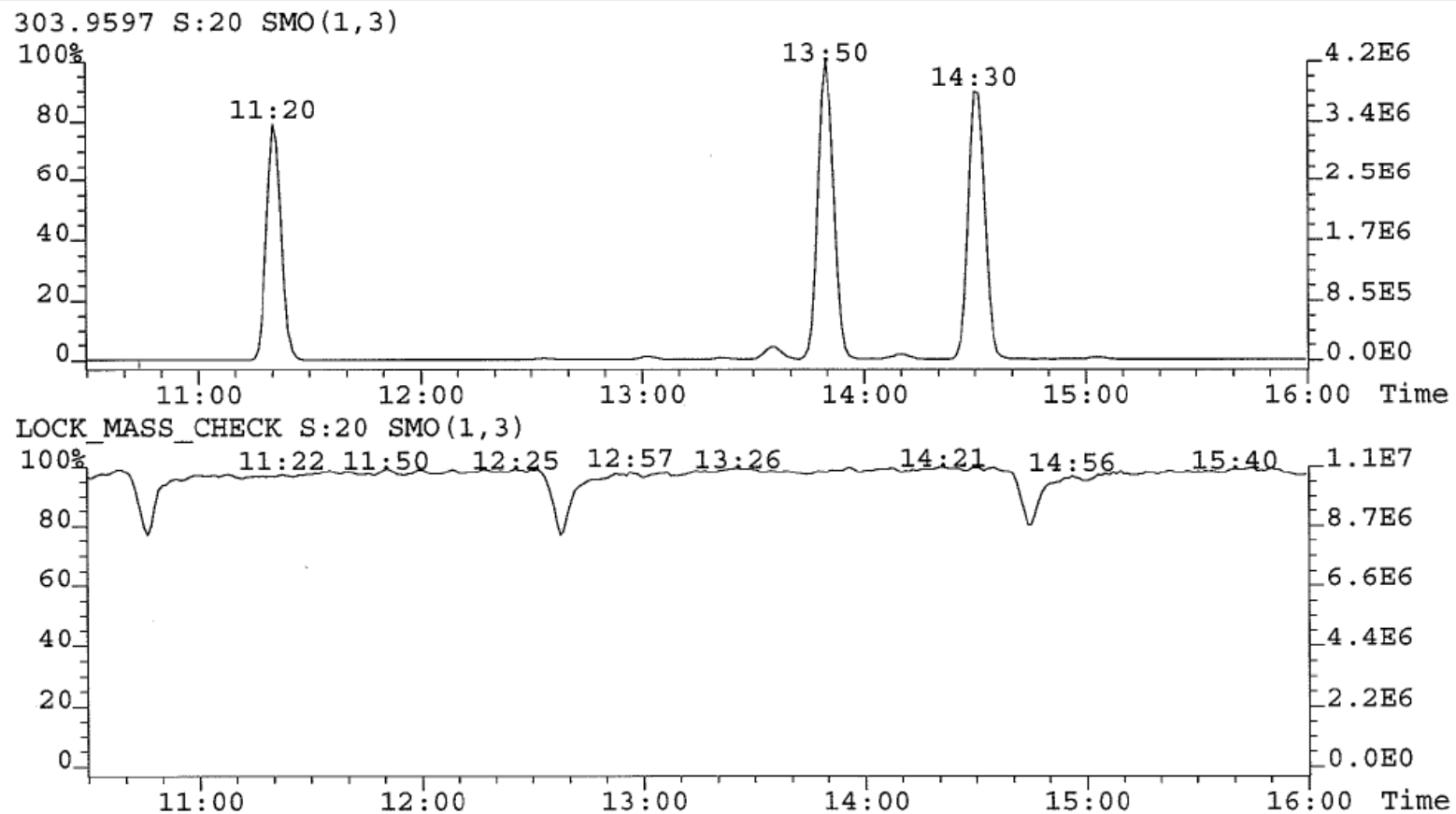


ロックマス変動のクロマトグラム (HT-8)
ピーク影響有り。

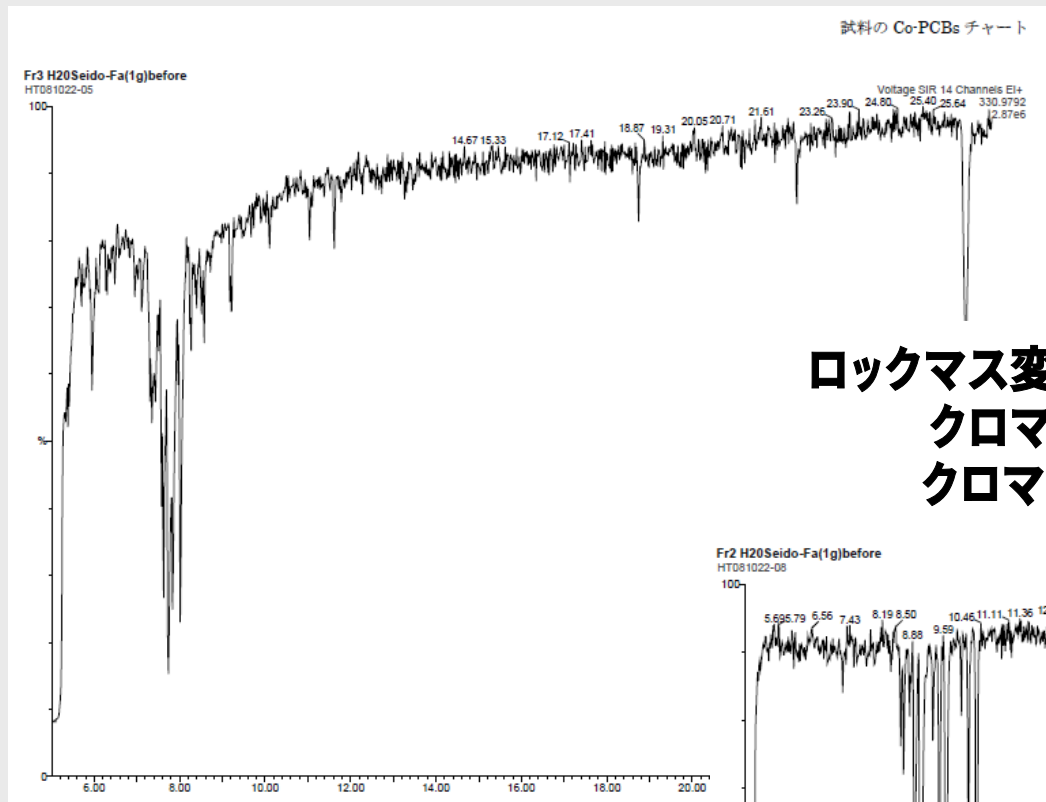
クロマトグラム (non-ortho TeCB)
クロマトグラム (mono-ortho PeCB)



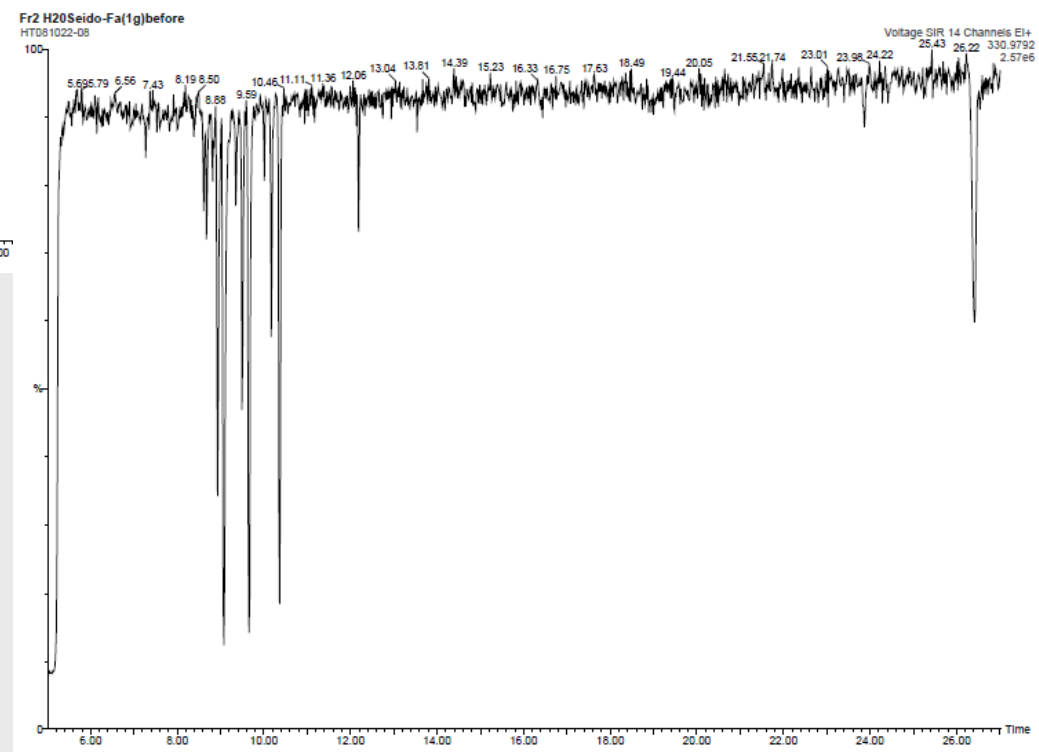
ロックマス変動のクロマトグラム
目的ピークにはかぶっていないが、炭化水素系の不純物有り。
Non-Ortho TeCBs (カラム:DB-17)



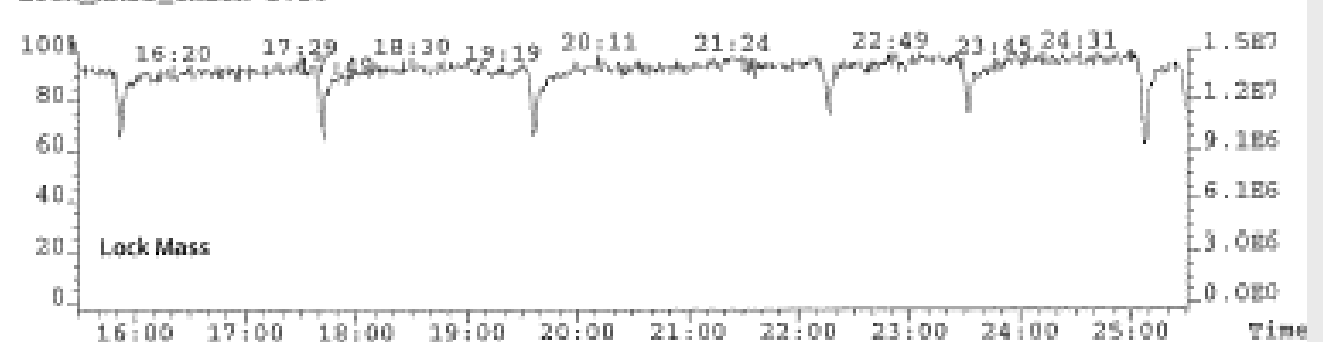
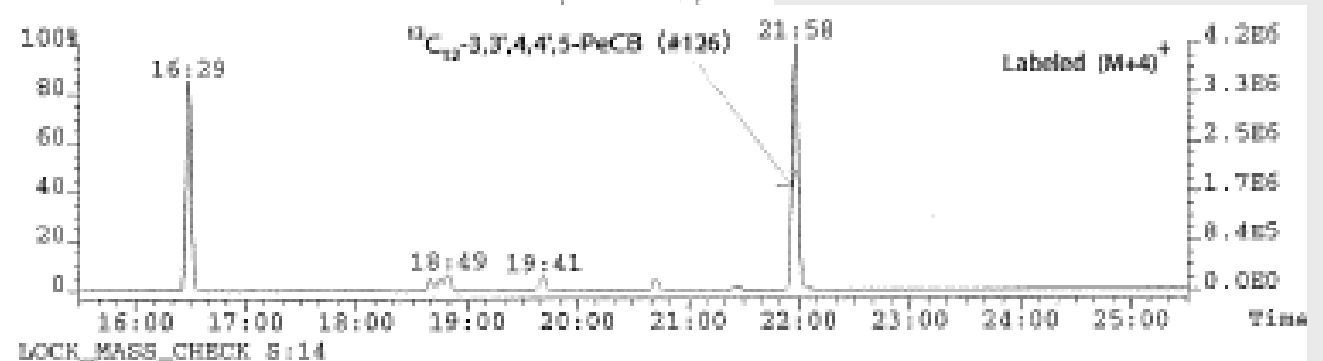
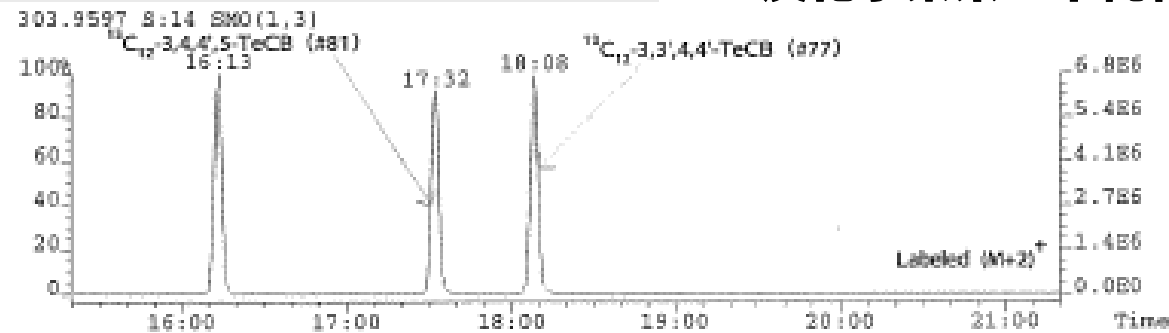
DL-PCBクロマトグラム
(Non-ortho ^{47,52}TeCBs)



ロックマス変動のクロマトグラム (カラム: HT-8)
クロマトグラム (non-ortho TeCB)
クロマトグラム (mono-ortho PeCB)



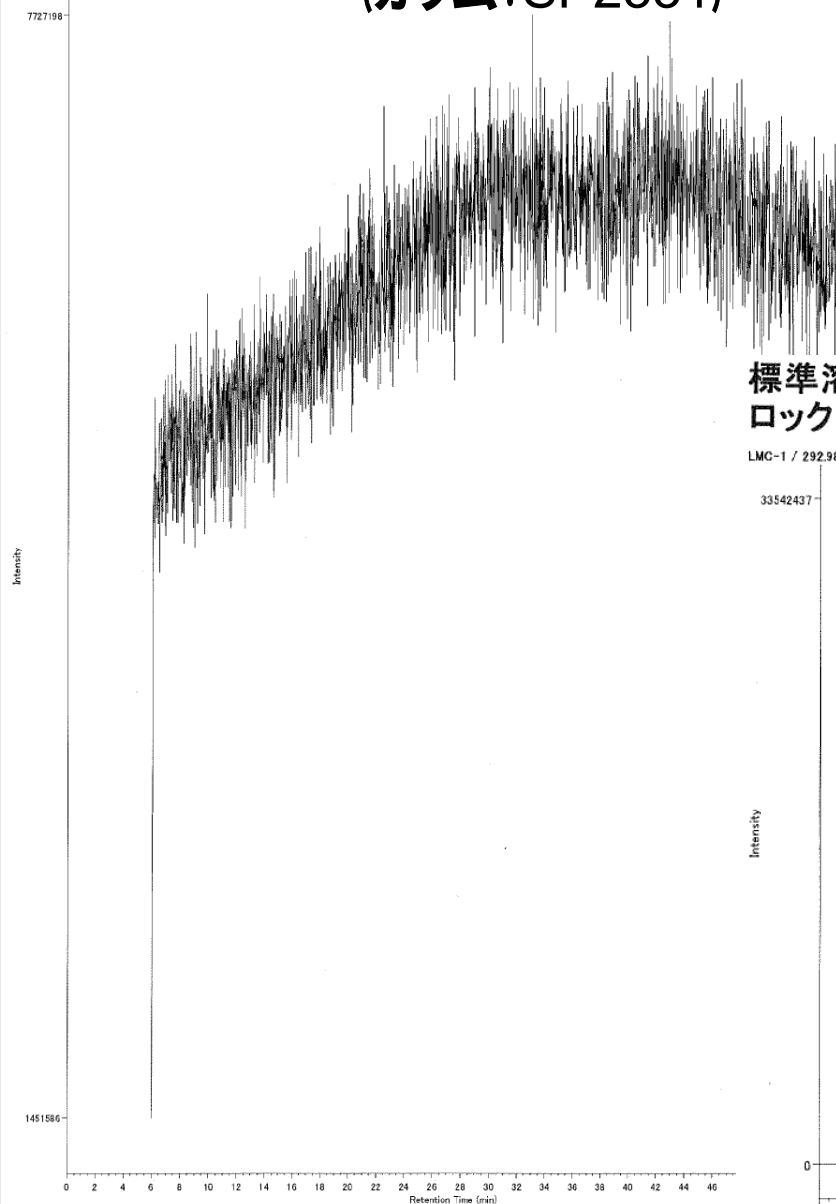
ロックマス変動のクロマトグラム (カラム: RH12ms) 炭化水素系の不純物有り。 (non-ortho TeCB)



共通試料4 廃棄物(ばいじん)試料
ロックマスモニターチャンネルクロマトグラム(4~6塩化物)

LMC-1 / 330.9792

(カラム:SP2331)

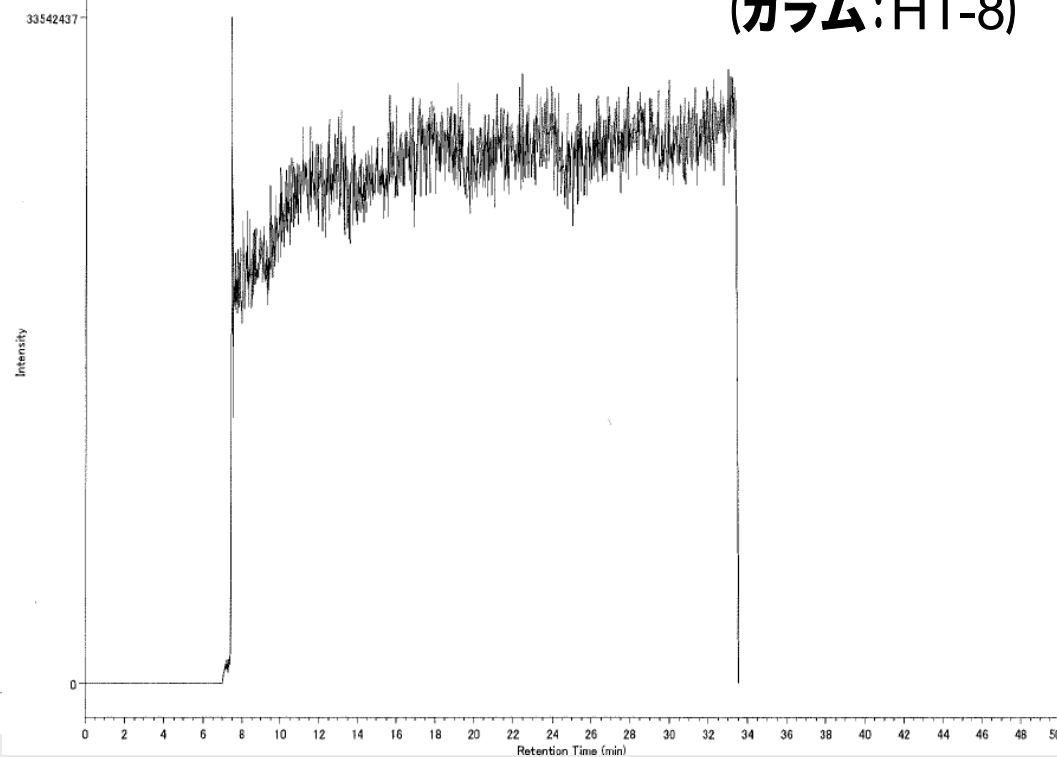


ロックマス変動のクロマトグラム

標準溶液
ロックマスモニターチャンネルクロマトグラム(7~8塩化物+DL-PCB)

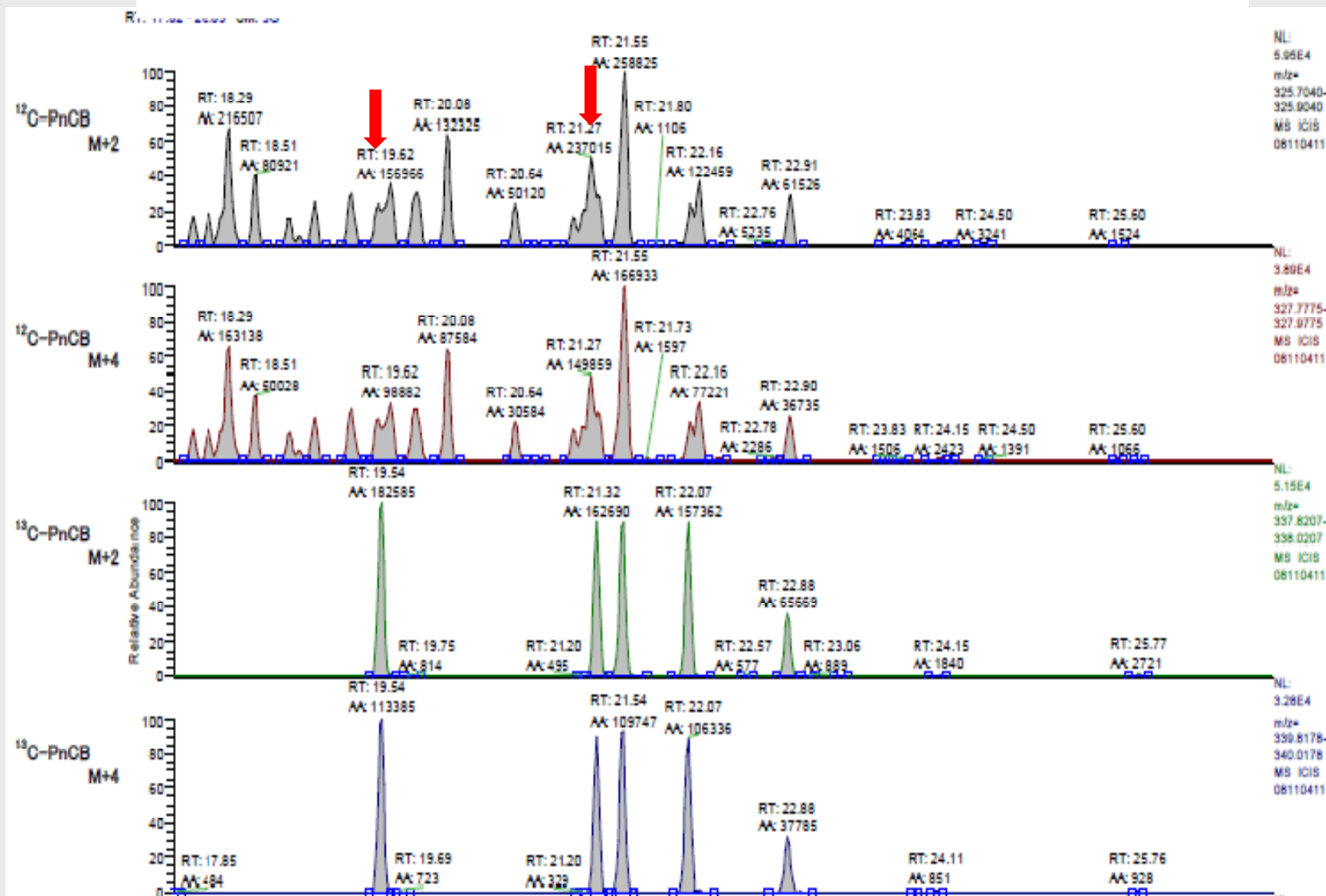
LMC-1 / 292.9824

(カラム:HT-8)

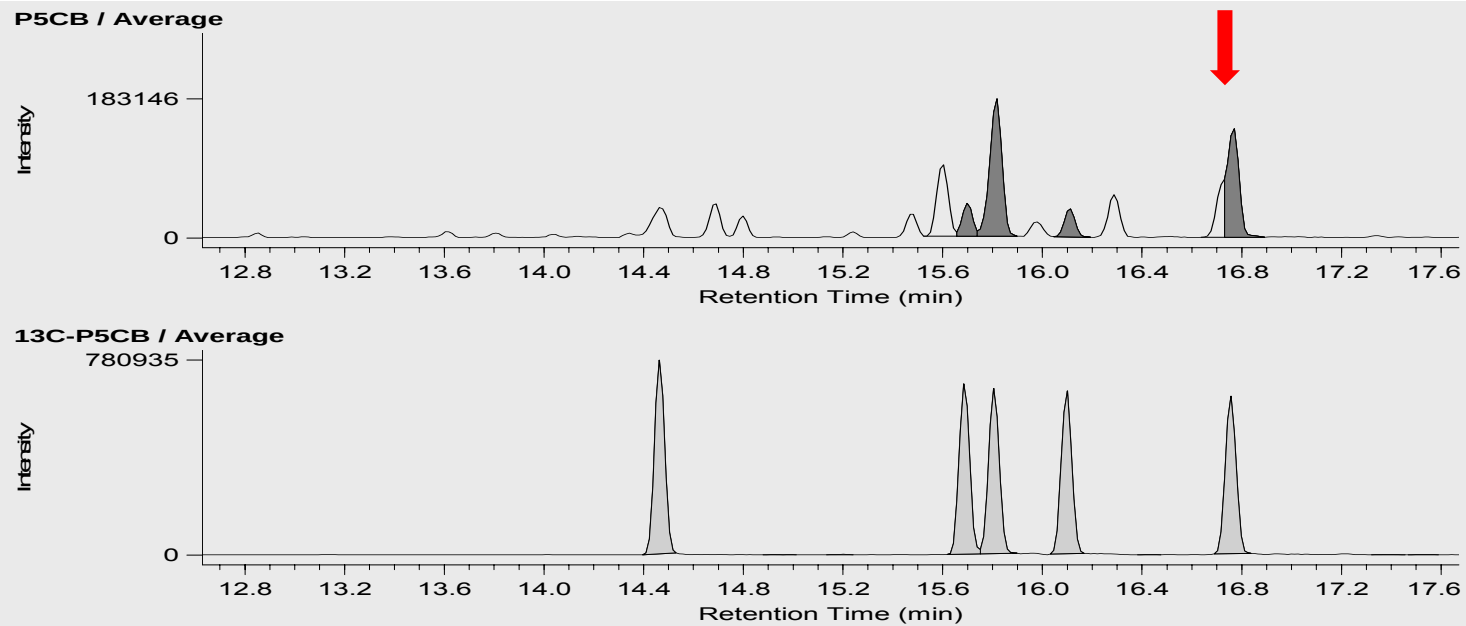


悪いクロマトグラム例
Mono-ortho PeCB

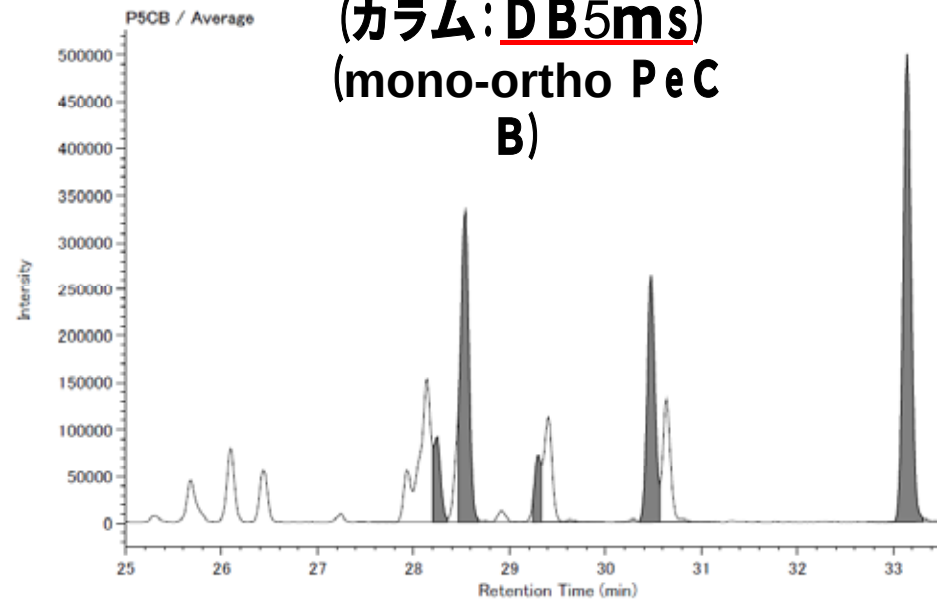
ピークを取り方不適切 (カラム: InertCap 5MS) (mono-ortho PeCB)



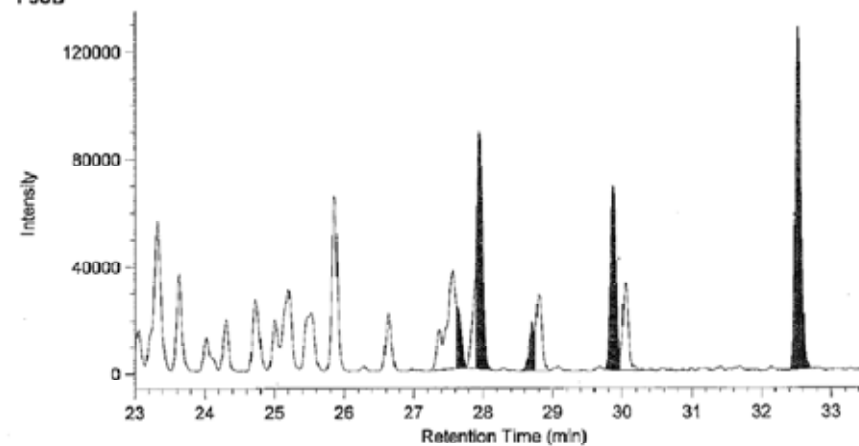
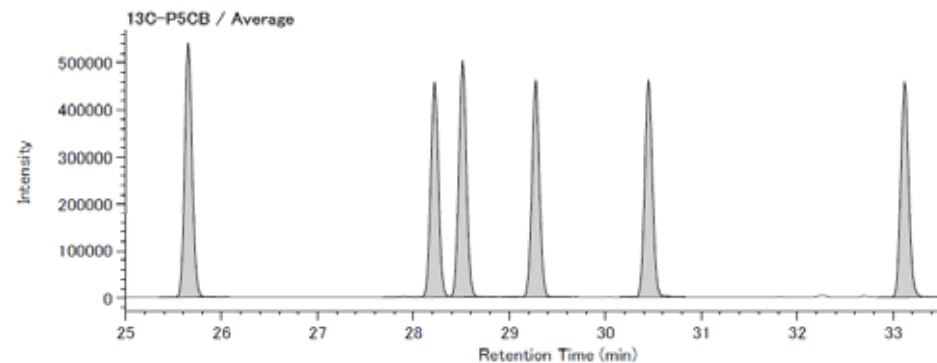
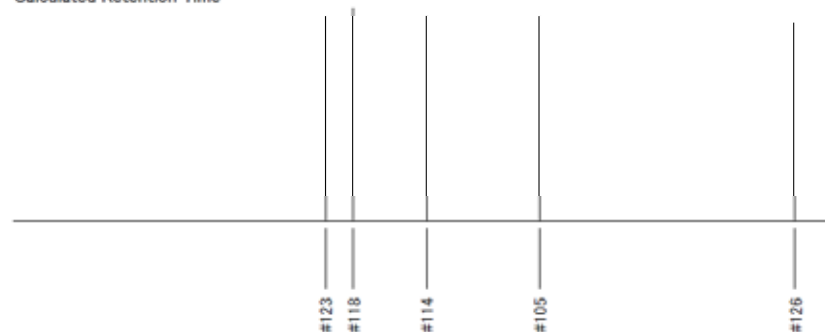
ピークの取り方不適切 (カラム: HT-8) (mono-ortho PeCB)



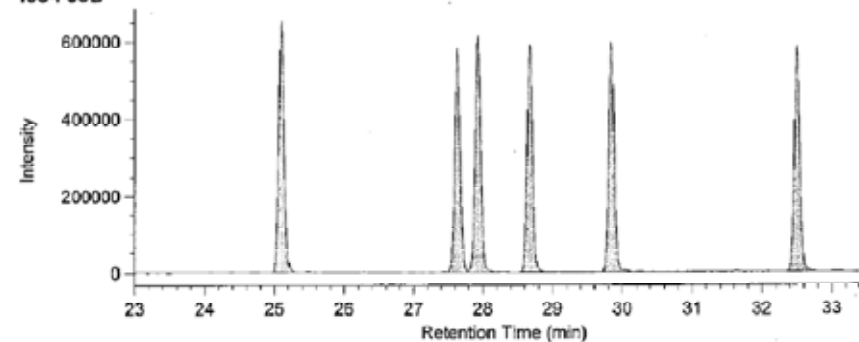
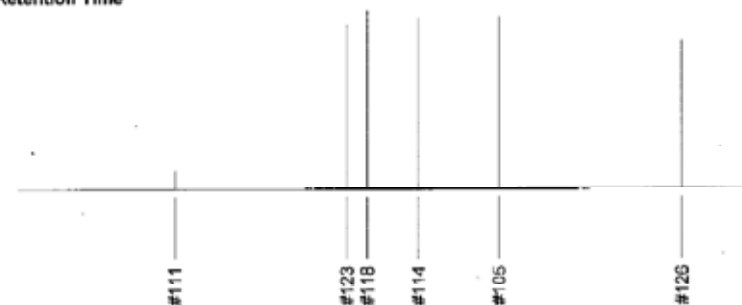
ピークを取り方不適切
(カラム: DB5ms)
(mono-ortho PeC
B)



Calculated Retention Time

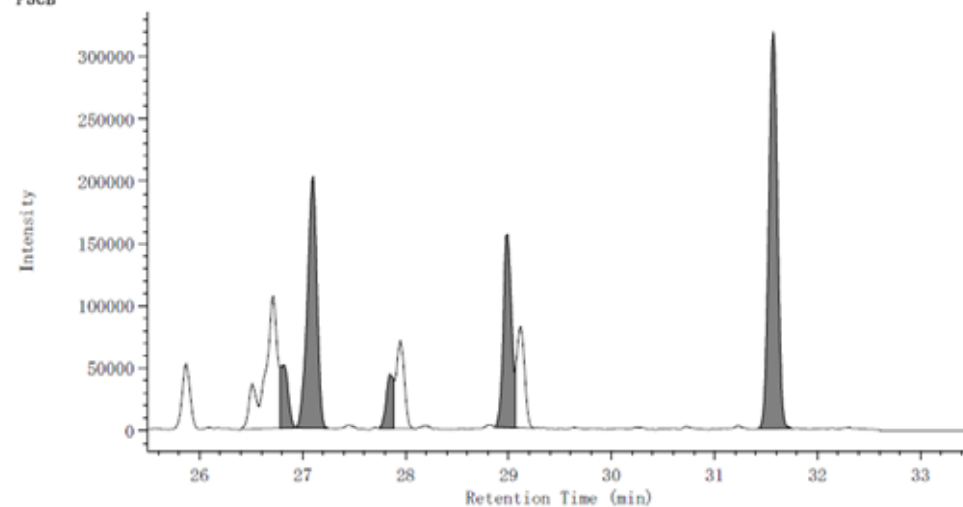


Calculated Retention Time

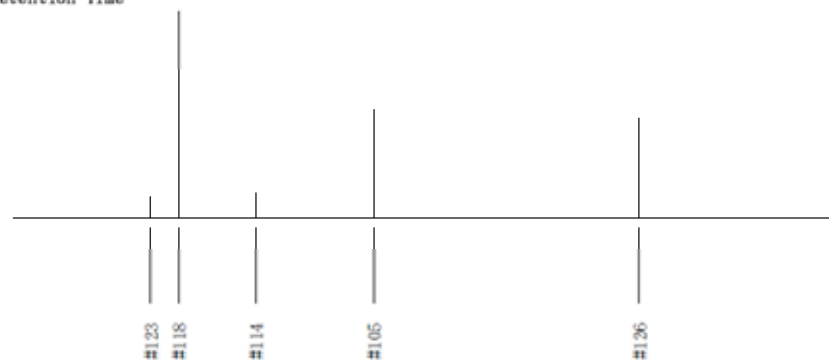


DqData : C:\VDiok関係\VDiokデータ\社外技能試験\平成20年度 環境省精度管理(集塵灰) VD-08A23\VD-08A23 (Co-P
Injection : D-08A23-1

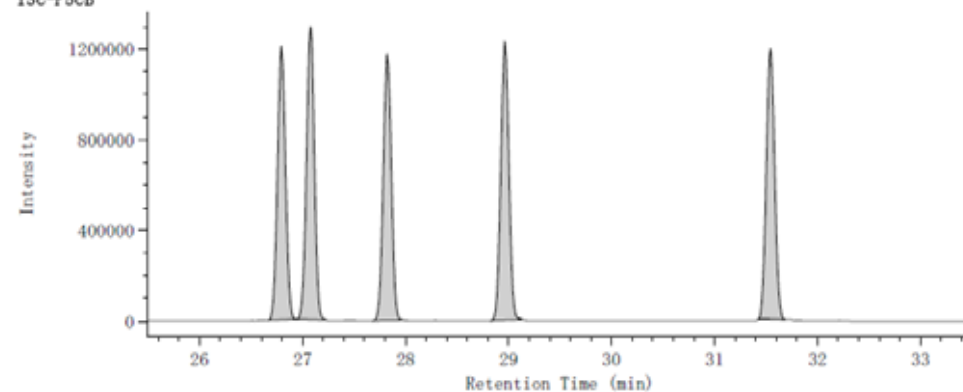
P5CB



Calculated Retention Time

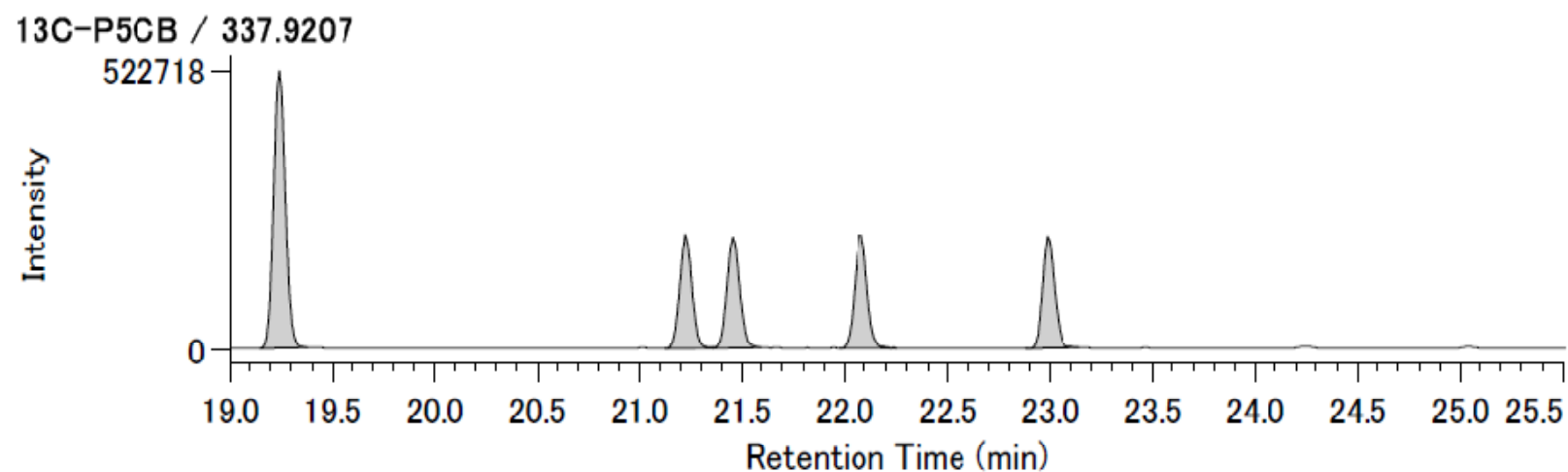
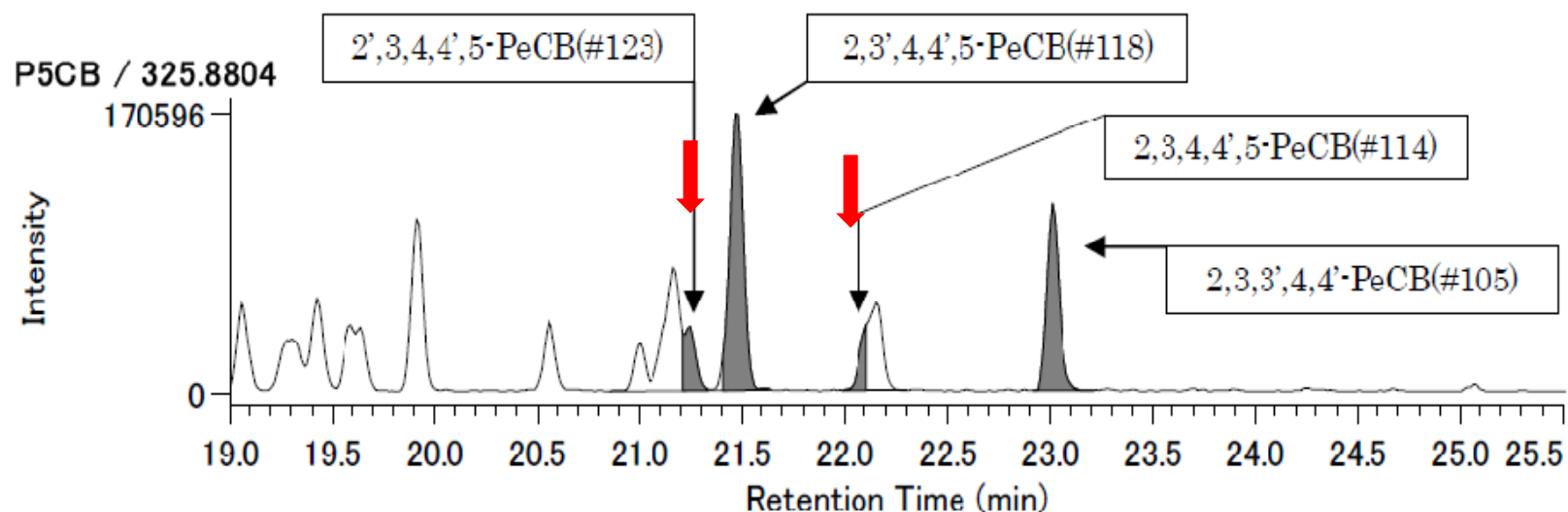


13C-P5CB

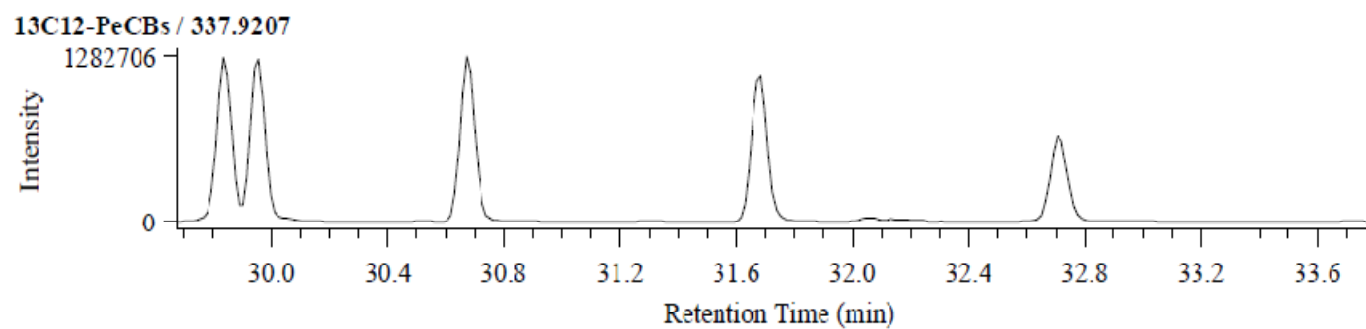
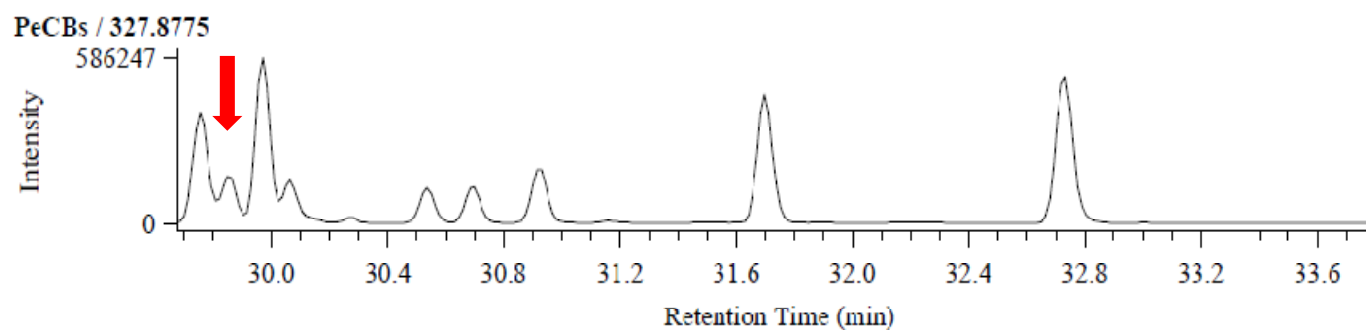
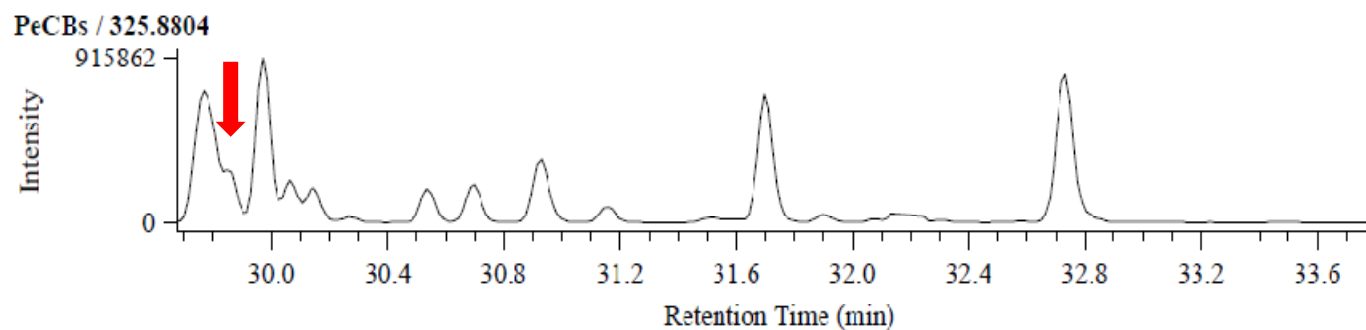


ピークを取り方不適切
(カラム: DB 5ms)
(mono-ortho PeCB)

ピークを取り方不適切 (カラム:BPX-5) (mono-ortho PeCB)



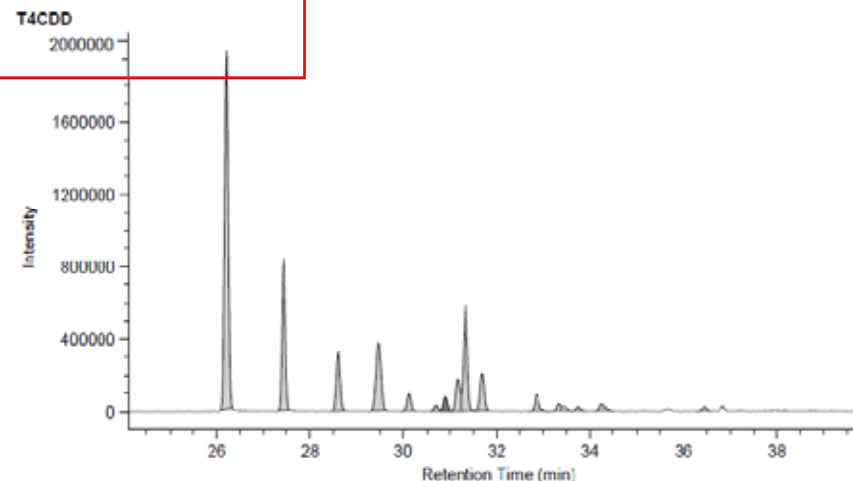
ピークを取り方不適切 (カラム: BPX-DXN II) (#123 :mono-ortho PeCB)



悪いクロマトグラム例 その他

提出資料名が
底質試料になっている。
外れ値なし。

共通試料 4 (底質試料 2)

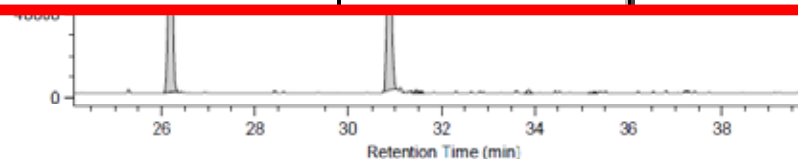


Calculated Retention Time

共通試料 4 (底質試料 2)

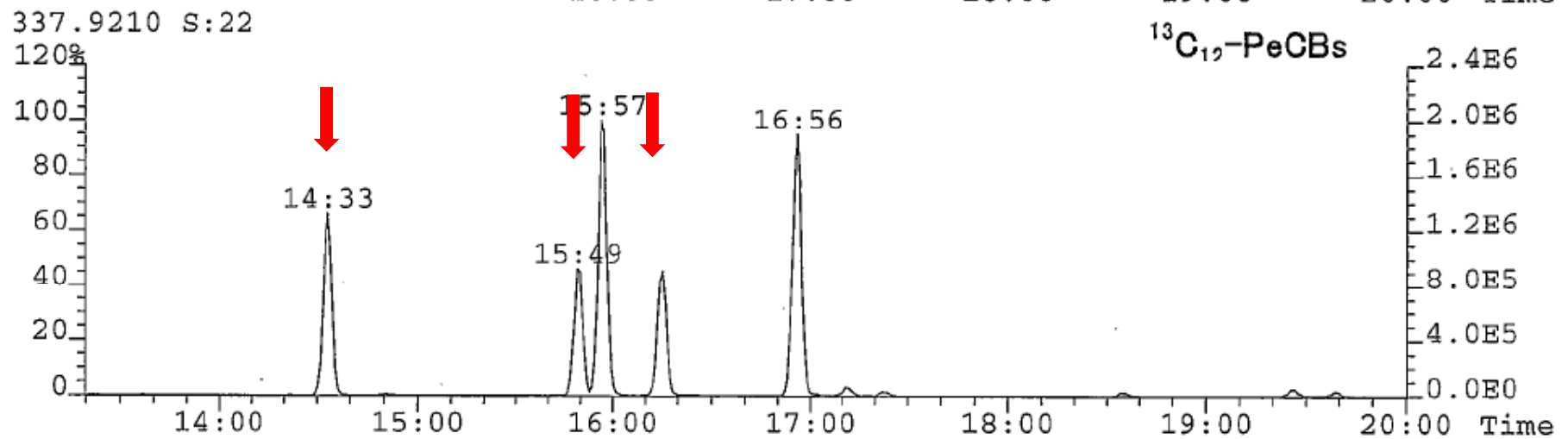
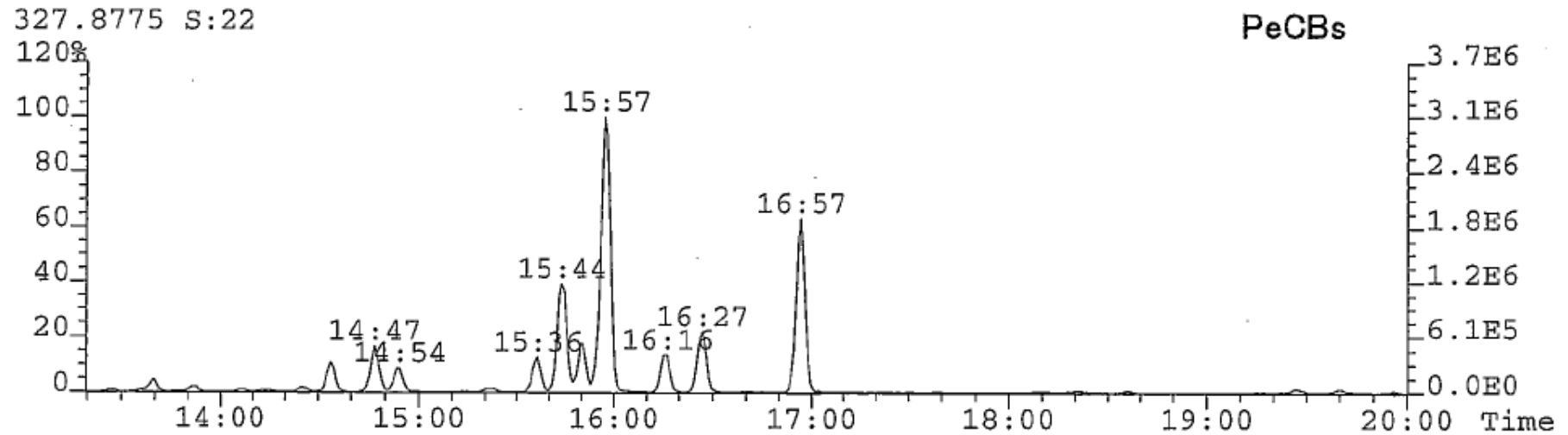
T4CDD

2000000



TeCDDs のクロマトグラム

内標準物質の量が不適切 (カラム: HT-8)
(mono-ortho PeCB)



339.9177 S:22

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 (抽出、クリーンアップ、GC／MSの操作別)
試料数、経験年数
- ・室内測定 測定回数、測定精度 (CV%)
- ・分析方法
 - 抽出操作
 - 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
- ・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 分解能、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	
		T E Q	異性体	T E Q	異性体
1.1 ISO 9001～9003 有	60	2	2	2	5
1.2 無	67	2	2	2	12
2.1 ISO 14001 有	67	1	2	1	9
2.2 無	60	3	2	3	8
3.1 ISO 17025 有	42	2	2	2	4
3.2 無	85	2	4	2	13
4.1 MLAP 有	107	4	4	4	12
4.2 無	20	0	0	0	5
5.1 環境省受注資格 有	66	1	1	1	6
5.2 無	61	3	3	3	11
6.1 1～5のいずれかを取得	115	4	4	4	14
6.2 いずれもなし	12	0	0	0	3

注) 「異性体」は、外れ値である異性体を含む回答数を示す。

要因別の解析

異性体濃度に関する解析

分析条件（GCカラム等）から、

「単独で定量できているか、または重なっている異性体があるか」

「それはカラムの種類と関係するか」

これらを要因として、異性体濃度を対象として解析を行う。

結果

2,3,7,8-PCDDs(7異性体)、2,3,7,8-PeCDFs(10異性体)及びDL-PCB(12異性体)の合計29異性体のうち、

「重なっている異性体あり」の回答は14異性体

異性体濃度に関する解析

分析項目		回答数	
		単独で定量	重なっている異性体あり
P C D D s	2,3,7,8-TeCDD	123	1
P C D F s	2,3,7,8-TeCDF	123	1
	1,2,3,7,8-PeCDF	40	86
	2,3,4,7,8-PeCDF	122	2
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	41	85
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	124	1
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	122	2
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	114	10
DL-PCB ノンオルト	3,3',4,4',5,5'-HxCB	123	1
DL-PCB モノオルト	2',3,4,4',5-PeCB	123	1
	2,3',4,4',5-PeCB	119	5
	2,3,3',4,4'-PeCB	120	4
	2,3,4,4',5-PeCB	122	2
	2,3,3'4,4',5-HxCB	123	1

異性体濃度に関する解析

1,2,3,7,8-PeCDF

ピークの分離・定量	回答 数	外れ値棄却後の結果			外れ値 回答数
		平均値 (ng/g)	室間精度		
			S.D.(ng/g)	CV %	
1. 単独で定量	40	0.520	0.0594	11.5	1
2. 重なっている異性体あり (異性体名：すべての回答とも 1,2,3,4,8-PeCDF)	86	0.646	0.0719	11.4	2

注) 精度の違いは水準間にみられないが、偏り（平均値の差）は以下の水準間に認められる（両側危険率5%）。

平均値：1と2

異性体濃度に関する解析

1,2,3,7,8-PeCDF

ピークの分離 ・ 定量	GCカラム	回答 数	外れ値棄却後の結果			外れ値 回答数
			平均値 (ng/g)	室間精度		
				S.D.(ng/g)	CV %	
単独で定量	1.BPX5	1	0.350	-	-	0
	2.BPX-DXNI	18	0.496	0.0438	8.8	1
	3.InertCap5(MS)	1	0.560	-	-	0
	4.RH12(MS)	4	0.578	0.0287	5.0	0
	5.BPX-DXN	16	0.538	0.0537	10.0	0
重なっている 異性体あり	6.CP-Sil88	8	0.658	0.102	15.5	0
	7.SP2331	77	0.644	0.0692	10.7	2
	8.RTX-2330	1	0.640	-	-	0

注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは、以下の水準間に認められる
(両側危険率 5%)。

平均値 : 2と4、2と5、2と6、2と7、5と6、5と7

精度 : 2と6、2と7、5と6

異性体濃度に関する解析

1,2,3,4,7,8-HxCDF

ピークの分離・定量	回答数	外れ値棄却後の結果			外れ値回答数
		平均値 (ng/g)	室間精度		
			S.D. (ng/g)	CV %	
1. 単独で定量	40	0.364	0.0409	11.3	1
2. 重なっている異性体あり (異性体名：すべての回答とも 1,2,3,4,7,9-HxCDF)	83	0.429	0.0485	11.3	2

注) 精度の違いは水準間にみられないが、偏り（平均値の差）は以下の水準間に認められる（両側危険率5%）。

平均値：1と2

異性体濃度に関する解析

1,2,3,4,7,8-HxCDF

ピークの分離 ・ 定量	GCカラム	回答 数	外れ値棄却後の結果			外れ値 回答数
			平均値 (ng/g)	室間精度		
				S.D. (ng/g)	CV %	
単独で定量	1.BPX5	1	0.250	-	-	0
	2.BPX-DXN I	19	0.362	0.0347	9.6	0
	3.InertCap5 (MS)	1	0.410	-	-	0
	4.RH12 (MS)	2	0.390	-	-	0
	5.SP2331	1	0.330	-	-	0
	6.BPX-DXN	16	0.369	0.0412	11.2	0
重なっている 異性体あり	7.CP-Sil88	8	0.445	0.0406	9.1	0
	8.DB17 (MS、HT)	1	0.375	-	-	0
	9.SP2331	74	0.428	0.0491	11.5	2

注) 精度の違いは水準間にみられないが、偏り（平均値の差）は以下の水準間に認められる（両側危険率5%）。

平均値：2と7、2と9、6と7、6と9

異性体濃度に関する解析

2,3,4,6,7,8-HxCDF

ピークの分離・定量	回答 数	外れ値棄却後の結果			外れ値 回答数
		平均値 (ng/g)	室間精度		
			S.D. (ng/g)	CV %	
1. 単独で定量	114	0.406	0.0560	13.8	2
2. 重なっている異性体あり 異性体名：1,2,3,6,8,9-HxCDF(8例) 1,2,3,4,6,9-HxCDF(2例)	10	0.438	0.0569	13.0	0

注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは、水準間に認められない
(両側危険率 5%)。

異性体濃度に関する解析

2,3,4,6,7,8-HxCDF

ピークの分離 ・ 定量	GCカラム	回答 数	外れ値棄却後の結果			外れ値 回答数
			平均値 (ng/g)	室間精度		
				S.D. (ng/g)	CV %	
単独で定量	1.BPX-DXNI	4	0.417	0.0291	7.0	0
	2.BPX-DXNII	3	0.390	0.0854	21.9	0
	3.CP-Sil88	9	0.424	0.0517	12.2	0
	4.DB17(MS、HT)	3	0.370	0.115	31.2	1
	5.RH12(MS)	4	0.424	0.0189	4.5	0
	6.SP2331	88	0.406	0.0549	13.5	1
	7.HP50+	1	0.305	-	-	
重なっている 異性体あり	8.BPX-DXNI	6	0.459	0.0448	9.7	0
	9.RH12(MS)	2	0.408	-	-	0
	10.BPX-DXN	2	0.403	-	-	0

注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは、以下の水準間に認められる
(両側危険率5%)。

平均値：6と8

精度：2と5、4と5、4と6

○重なっている異性体のうち、1,2,3,4,6,9-HxCDF(2例)はRH12(MS)

その他は、1,2,3,6,8,9-HxCDF(8例)である。

異性体濃度に関する解析

2,3',4,4',5-PeCB

ピークの分離・定量	回答 数	外れ値棄却後の結果			外れ値 回答数
		平均値 (ng/g)	室間精度		
			S.D. (ng/g)	CV %	
1. 単独で定量	119	0.132	0.0182	13.8	3
2. 重なっている異性体あり (異性体名：#106(2,3,3',4,5-PeC B)4回答、不明1回答) *	5	0.140	0.0162	11.6	0

注1) 偏り（平均値の差）及び精度の違いは、水準間に認められない
（両側危険率5％）。

注2) *：使用カラムはHT8(PCB)である。

異性体濃度に関する解析

2,3,3',4,4'-PeCB

ピークの分離・定量	回答 数	外れ値棄却後の結果			外れ値 回答数
		平均値 (ng/g)	室間精度		
			S.D. (ng/g)	CV %	
1. 単独で定量	120	0.109	0.0175	16.0	3
2. 重なっている異性体あり (異性体名：すべての回答とも #127(3,3',4,5,5'-PeCB) *	4	0.123	0.0321	26.1	1

注1) 偏り（平均値の差）及び精度の違いは、水準間に認められない
（両側危険率5％）。

注2) *：使用カラムはHT8(PCB)である。

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	PCDDs & PCDFs
	底質試料(海域)	59		
11	ノナン溶液調製試料	97	112	(標準液試料) PCDDs & PCDFs
	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(ノナン溶液) PCDDs & PCDFs
	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
18	底質試料(海域)	152	158	公定法による抽出が147回答 その他7
19	底質試料(海域)	148	153	公定法による抽出が145回答 その他4
20	ばいじん試料	133	140	公定法による抽出が127回答 その他7

過去の結果との比較 (TEQ)

TEQの結果 (ばいじん試料)

年度	試料	項目	棄却 前後	回答 数	平均値 (中央値) ng/g	室間精度 CV%
10	ばいじん 試料	PCDDs & PCDFs	前後	61 61	25.9 (26) 25.9 (26)	22.7 22.7
13	ばいじん 試料	PCDDs & PCDFs	前後	153 148	73.7 (74) 74.1 (74)	12.5 9.0
		DL-PCB	前後	153 151	0.463 (0.44) 0.467 (0.44)	67.1 12.9
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後	153 148	74.2 (75) 74.5 (75)	12.3 9.0
14	ばいじん 試料 A	PCDDs & PCDFs	前後	77 77	0.0278 (0.031) 0.0278 (0.031)	32.4 32.4
		DL-PCB	前後	77 74	0.000861 (0.00079) 0.000758 (0.00079)	86.4 19.6
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後	77 77	0.0288 (0.031) 0.0288 (0.031)	32.3 32.3
	ばいじん 試料 B	PCDDs & PCDFs	前後	81 79	0.0207 (0.021) 0.0200 (0.021)	31.9 24.1
		DL-PCB	前後	81 75	0.000546 (0.00048) 0.000486 (0.00048)	57.1 12.9
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後	81 79	0.0214 (0.022) 0.0206 (0.021)	32.2 23.8
	ばいじん 試料 C	PCDDs & PCDFs	前後	83 83	0.0144 (0.015) 0.0144 (0.015)	28.5 28.5
		DL-PCB	前後	83 80	0.000346 (0.00034) 0.000347 (0.00034)	31.4 20.3
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後	83 83	0.0147 (0.015) 0.0147 (0.015)	28.0 28.0
	ばいじん 試料 D	PCDDs & PCDFs	前後	73 70	0.0137 (0.013) 0.0129 (0.013)	33.4 20.2
		DL-PCB	前後	73 66	0.000348 (0.00028) 0.000284 (0.00028)	119 18.0
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後	73 70	0.0140 (0.013) 0.0133 (0.013)	33.3 20.2
20	ばいじん 試料 (公定法に よる抽出)	PCDDs & PCDFs	前後	127 123	1.66 (1.1) 1.09 (1.1)	385 8.9
		DL-PCB	前後	127 123	0.0324 (0.024) 0.0239 (0.024)	295 9.9
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後	127 123	1.69 (1.1) 1.11 (1.1)	387 9.0

過去の結果との比較 (TEQ)

TEQの結果 (底質試料)

(外れ値等を棄却前後の平均値及び精度)

年度	試料	項目	棄却 回数	平均値 (中央値) ng/g	室間精度 CV%
10	底質試料 (海域)	PCDDs & PCDFs	前後 59 54	0.112 (0.096) 0.0946 (0.095)	81.1 19.2
12	底質試料 (湖沼)	PCDDs & PCDFs	前後 126 121	0.00960 (0.0084) 0.00839 (0.0084)	111.1 14.6
		DL-PCB	前後 123 116	0.000636 (0.00047) 0.000474 (0.00047)	263.6 18.8
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後 123 118	0.0102 (0.0089) 0.00887 (0.0088)	107.3 14.9
18	底質試料 (海域) (公定法に よる抽出)	PCDDs & PCDFs	前後 147 144	0.584 (0.12) 0.123 (0.12)	944 9.4
		DL-PCB	前後 147 142	0.860 (0.041) 0.0409 (0.041)	1150 9.7
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後 147 144	1.47 (0.16) 0.164 (0.16)	1070 8.6
19	底質試料 (海域) (公定法に よる抽出)	PCDDs & PCDFs	前後 145 143	0.0388 (0.038) 0.0380 (0.038)	21.7 8.4
		DL-PCB	前後 145 145	0.0144 (0.014) 0.0144 (0.014)	8.4 8.4
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後 145 143	0.0532 (0.053) 0.0524 (0.052)	15.6 7.1

過去の結果との比較 (TEQ)

TEQの結果 (土壌試料)

(外れ値等を棄却前後の平均値及び精度)

年度	試料	項目	棄却	回答数	平均値 (中央値) ng/g	室間精度 CV%
11	土壌試料	PCDDs & PCDFs	前後	96	0.0835 (0.081)	46.9
			前後	93	0.0785 (0.081)	21.1
		DL-PCB	前後	78	0.00139 (0.0013)	73.7
			前後	74	0.00125 (0.0013)	27.3
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後	78	0.0804 (0.082)	23.7
			前後	76	0.0792 (0.082)	21.2
15	土壌試料 A	PCDDs & PCDFs	前後	87	0.0955 (0.094)	20.2
			前後	87	0.0955 (0.094)	20.2
		DL-PCB	前後	87	0.00502 (0.0050)	20.2
			前後	85	0.00503 (0.0050)	19.6
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後	87	0.101 (0.099)	19.8
			前後	87	0.101 (0.099)	19.8
	土壌試料 B	PCDDs & PCDFs	前後	88	0.0840 (0.083)	19.1
			前後	88	0.0840 (0.083)	19.1
		DL-PCB	前後	88	0.00399 (0.0041)	19.8
			前後	87	0.00404 (0.0041)	17.1
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後	88	0.0880 (0.087)	19.0
			前後	88	0.0880 (0.087)	19.0
	土壌試料 C	PCDDs & PCDFs	前後	88	0.0661 (0.066)	21.3
			前後	88	0.0661 (0.066)	21.3
		DL-PCB	前後	88	0.00243 (0.0024)	25.7
			前後	85	0.00239 (0.0024)	17.9
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後	88	0.0685 (0.068)	21.0
			前後	88	0.0685 (0.068)	21.0
	土壌試料 D	PCDDs & PCDFs	前後	87	0.0505 (0.051)	23.4
			前後	84	0.0493 (0.050)	20.1
		DL-PCB	前後	87	0.00125 (0.0013)	23.0
			前後	86	0.00123 (0.0012)	19.6
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後	87	0.0518 (0.052)	23.3
			前後	84	0.0505 (0.051)	19.9
16	土壌試料 (公定法による抽出)	PCDDs & PCDFs	前後	178	0.0441 (0.045)	15.6
			前後	177	0.0442 (0.045)	14.8
		DL-PCB	前後	178	0.00235 (0.0024)	15.5
			前後	176	0.00236 (0.0024)	14.2
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後	178	0.0464 (0.047)	15.4
			前後	177	0.0466 (0.047)	14.6

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	棄却	回答数	平均値 (中央値) ng/ml	室間精度 CV%
11	ノン溶液 調製試料 (標準液 試料)	PCDDs & PCDFs	前後	96	29.3 (29)	20.0
			前後	93	28.9 (29)	11.8
12	標準液試 料 A	PCDDs & PCDFs	前後	62	15.5 (12)	171.1
			前後	58	12.1 (12)	10.3
	標準液試 料 B	PCDDs & PCDFs	前後	64	10.0 (10)	16.8
			前後	61	10.2 (10)	9.7
17	ばいじん 抽出液試 料	PCDDs & PCDFs	前後	160	2.80 (0.41)	1081.3
			前後	155	0.405 (0.41)	5.9
		DL-PCB	前後	159	0.0342 (0.0045)	1093.0
			前後	152	0.00454 (0.0045)	8.4
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前後	160	2.83 (0.41)	1081.6
			前後	155	0.409 (0.41)	5.7

過去の結果との比較

(PCDDs & PCDFs異性体:ばいじん)

年度	試料	項目	棄却	回答数	平均値 (中央値) ng/g	室間精度 CV%
10	ばいじん 試料	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前後	61 59	3.39 (2.3) 2.89 (2.3)	97.7 66.5
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前後	- -	- -	23.4~84.3 20.8~33.6
13	ばいじん 試料	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前後	153 136	4.09 (3.2) 3.18 (3.2)	73.8 30.1
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前後	- -	- -	14.3~81.5 11.8~22.8
14	ばいじん 試料 A	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前後	63 60	0.00153 (0.0014) 0.00136 (0.0014)	66.6 47.0
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前後	- -	- -	29.2~146. 0 22.4~ 68. 0
	ばいじん 試料 B	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前後	63 60	0.00159 (0.00095) 0.000916 (0.00093)	234.7 41.9
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前後	- -	- -	29.3~132. 4 22.0~ 57. 1
	ばいじん 試料 C	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前後	52 49	0.000938 (0.00081) 0.000783 (0.00080)	76.6 39.7
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前後	- -	- -	24.8~63.0 18.1~57.7
	ばいじん 試料 D	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前後	54 52	0.000962 (0.00091) 0.000882 (0.00090)	52.5 33.4
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前後	- -	- -	28.1~64.8 17.7~50.1
20	ばいじん 試料 (公定法に よる抽出)	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前後	127 123	0.0548 (0.056) 0.0544 (0.056)	24.1 18.1
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前後	- -	- -	14.2~31.3 8.9~29.0

過去の結果との比較 (PCDDs & PCDFs異性体)

PCDDs及びPCDFs異性体 (底質試料)

(外れ値等を棄却前後の平均値及び精度)

年度	試料	項目	棄却	回答数	平均値 (中央値) ng/g	室間精度 CV%
10	底質試料 (海域)	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	32	0.0274 (0.012)	170.1
			後	31	0.0202 (0.011)	116.7
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	-	-	26.3~246.3
		以外の16異性体	後	-	-	18.9~38.2
12	底質試料 (湖沼)	2,3,7,8-TeCDD	前	87	0.000626 (0.00033)	270.1
			後	83	0.000413 (0.00033)	51.2
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	95	0.00160 (0.00090)	166.3
			後	86	0.000989(0.00080)	60.3
		上記の2項目以外	前	-	-	24.9~247.4
		の15異性体	後	-	-	10.2~ 26.2
18	底質試料 (海域) (公定法による抽出)	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	146	0.0254 (0.018)	246
			後	138	0.0177 (0.017)	20.7
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	-	-	52.5~107
		以外の16異性体	後	-	-	10.1~16.7
19	底質試料 (海域) (公定法による抽出)	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	145	0.00493 (0.0045)	31.0
			後	135	0.00459 (0.0045)	18.2
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	-	-	10.0~416
		以外の16異性体	後	-	-	9.6~16.4

過去の結果との比較 (PCDDs & PCDFs異性体)

PCDDs及びPCDFs異性体 (土壌試料)

(外れ値等を棄却前後の平均値及び精度)

年度	試料	項目	棄却	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	前後	73 67	0.0127 (0.0078) 0.00870 (0.0060)	124.8 93.3
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前後	- -	- -	26.4～77.0 21.4～31.6
15	土壌試料 A	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前後	87 83	0.00403 (0.0036) 0.00366 (0.0035)	57.6 25.0
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前後	- -	- -	16.0～25.9 12.9～25.9
	土壌試料 B	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前後	88 84	0.00371 (0.0032) 0.00334 (0.0032)	59.1 26.2
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前後	- -	- -	17.2～24.2 10.8～24.2
	土壌試料 C	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前後	86 81	0.00280 (0.0024) 0.00249 (0.0023)	60.5 34.4
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前後	- -	- -	14.2～26.8 10.6～26.3
	土壌試料 D	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前後	86 76	0.00231 (0.0017) 0.00177 (0.0016)	72.5 32.2
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前後	- -	- -	14.6～29.5 13.8～29.5
16	土壌試料 (公定法に よる抽出)	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前後	177 170	0.00211 (0.0017) 0.00185 (0.0017)	84.8 31.1
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前後	- -	- -	14.3～31.9 13.8～29.5

過去の結果との比較 (PCDDs & PCDFs異性体)

PCDDs及びPCDFs異性体の結果（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	棄却	回答数	平均値（中央値） ng/ml	室間精度 CV%
11	ナフ溶液 調製試料 (標準液 試料)	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	96	7.83 (7.6)	28.4
			後	94	7.74 (7.6)	20.5
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	-	-	17.0～ 28.2
		以外の16異性体	後	-	-	13.5～ 18.6
12	標準液試 料 A	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	62	4.01 (1.2)	377.8
			後	60	1.91 (1.2)	85.3
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	-	-	156.8～203.9
		以外の16異性体	後	-	-	8.5～ 21.8
	標準液試 料 B	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	64	1.98 (1.2)	84.6
			後	60	1.65 (1.2)	64.9
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	-	-	16.6～ 59.7
		以外の16異性体	後	-	-	8.1～ 14.9
17	ばいじん 抽出液試 料	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	159	0.0857 (0.011)	1063.3
			後	149	0.0115 (0.011)	21.6
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	-	-	1068.8～1094.5
		以外の16異性体	後	-	-	6.5～ 14.9

過去の結果との比較 (DL-PCB異性体:ばいじん)

年 度	試料	棄 却	室間精度 CV%
13	ばいじん 試料	前 後	63.5～261.1 12.2～21.6
14	ばいじん 試料 A	前 後	23.1～115.0 19.8～32.3
	ばいじん 試料 B	前 後	47.5～679.1 13.1～43.9
	ばいじん 試料 C	前 後	23.8～712.4 17.5～40.2
	ばいじん 試料 D	前 後	38.1～179.8 15.8～50.3
20	ばいじん 試料	前 後	13.1～44.1 7.1～17.1

過去の結果との比較 (DL-PCB異性体)

DL-PCB異性体の結果 (底質試料)

(外れ値等を棄却前後の精度：範囲)

年度	試料	棄却	室間精度 CV%
12	底質試料 (湖沼)	前後	19.7～509.9 13.6～29.9
18	底質試料 (海域)	前後	57.7～419 9.0～14.4
19	底質試料 (海域)	前後	9.8～41.3 6.9～12.9

過去の結果との比較 (DL-PCB異性体)

DL-PCB異性体の結果 (土壌試料)

(外れ値等を棄却前後の精度：範囲)

年 度	試料	棄 却	室間精度 CV%
11	土壌試料	前 後	45.7～152.7 21.1～64.8
15	土壌試料 A	前 後	14.8～29.2 10.6～22.2
	土壌試料 B	前 後	16.7～34.7 12.0～21.1
	土壌試料 C	前 後	14.9～122.0 13.3～ 23.9
	土壌試料 D	前 後	16.5～65.5 13.2～23.1
16	土壌試料	前 後	13.1～49.4 10.9～16.4

過去の結果との比較 (DL-PCB異性体)

DL-PCB異性体の結果 (液体試料)

(外れ値等を棄却前後の精度：範囲)

年 度	試料	棄 却	室間精度 CV%
17 年	ばいじん 抽出液試 料	前 後	921.2～1094.6 9.1～ 25.2