

平成21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22年7月 8日 岡山
平成22年7月14日 東京
平成22年7月21日 大阪
平成22年7月26日 仙台
平成22年8月 3日 福岡

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)**

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

追跡調査

試料	項目	追跡調査の概要
廃棄物（ばいじん）	ダイオキシン類	・昨年度よりも低濃度である。（注）

（注）昨年度の参加機関の平均値は1.11ng-TEQ/gであり、室間精度(CV)は9.0%と良好な結果であった。

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

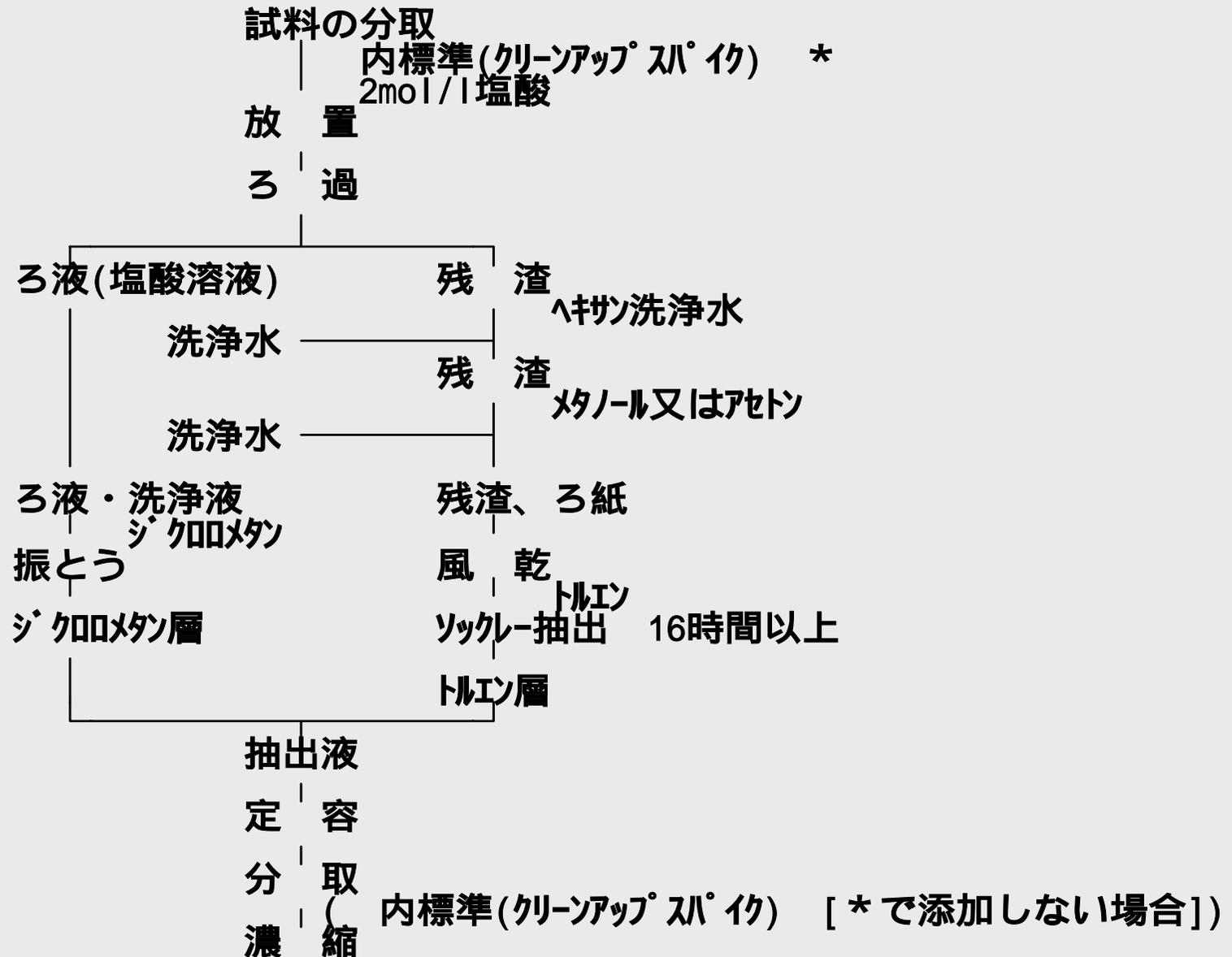
(公定法による抽出)

操作			回答数		備考	
抽出	クリーンアップ	GC/MS			(関わった人数 / 関わり方)	
A	A	A	25		1人	すべての操作が同じ人
A	A	B	71	75	2人	ふたつの操作が同じ人
A	B	A	1			
A	B	B	3			
A	B	C	23		3人	すべての操作が異なる人
計			123			

分析方法

< 前処理(抽出)例 >

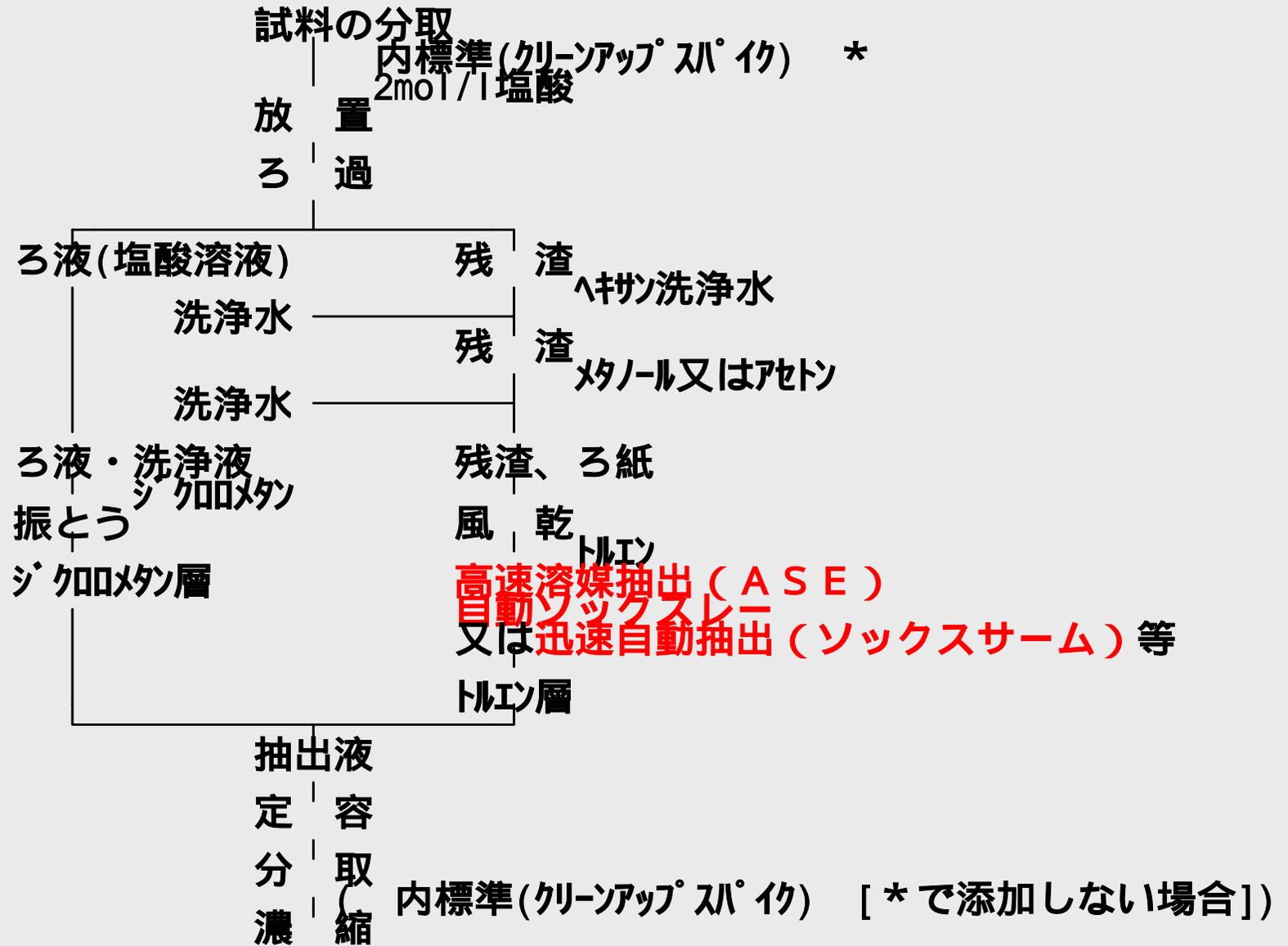
「特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法」に規定する抽出方法



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	2	2
2. 1.0 ~ 2.5	8	8
3. 2.5 ~ 5.0	10	10
4. 5.0 ~ 10	41	39
5. 10 ~ 25	57	60
6. 25以上	4	4

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	1	7
1-2. 70以上80未満	18	14
1-3. 80以上90未満	37	29
1-4. 90以上100未満	33	37
1-5. 100以上110未満	4	7
1-6. 110以上	0	0
1. 全体	94	94
2. 抽出後に添加 (抽出液に添加)		
2-1. 70未満	0	0
2-2. 70以上80未満	2	2
2-3. 80以上90未満	7	14
2-4. 90以上100未満	16	6
2-5. 100以上110未満	3	5
2-6. 110以上	0	0
2. 全体	27	27
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A S E	
トルエン	123	2	125
その他	0	0	0
計	123	2	125

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	
1未満	0	2	2
1～4	0	0	0
4～8	0	0	0
8～16	0	0	0
16～24	105	0	105
24以上	18 (最大48時間)	0	18
計	123	2	125

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	
50以下	0	1	1
50 ~ 100	0	1	1
100 ~ 200	22	0	21
200 ~ 300	51	0	51
300 ~ 400	23	0	23
400 ~ 500	25	0	25
500を超える	2	0	2
計	123	2	125

分析方法

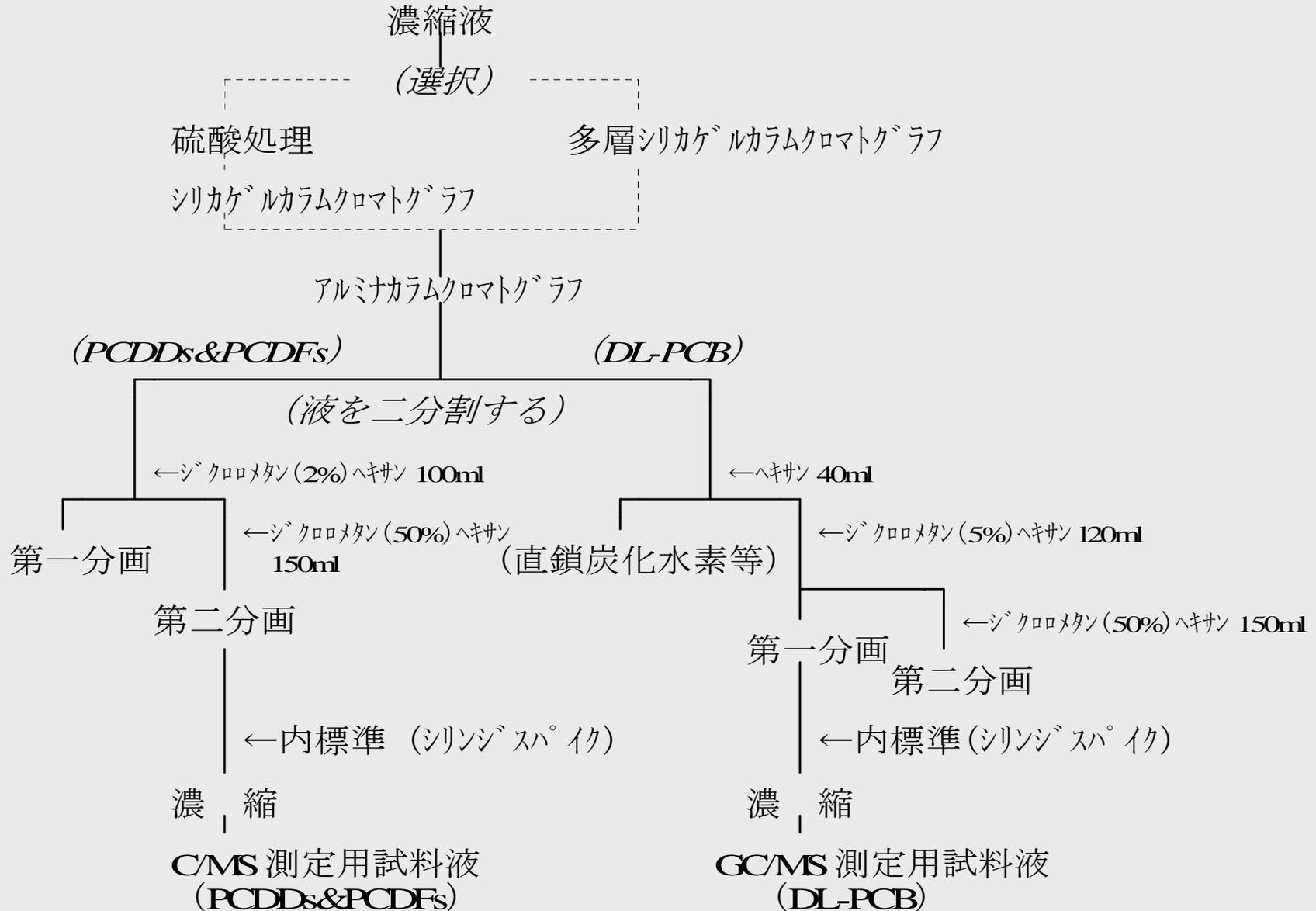
< 濃縮器 >

濃縮器の種類 (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	119
その他 (多検体濃縮機等)	2
計	123

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
シカゲルコットの処理方法：硫酸処理、シカゲルコット、多層シカゲルコットの組み合わせ			
硫酸処理	シカゲルコット	多層シカゲルコット	
			1
		×	9
	×		3 2
	×	×	2
×			1
×	×		7 8
計			1 2 3

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)	回答数
シリカゲル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	
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))	1 3
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))	4
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))	2 4
4. 活性炭カラムにより「PCDDs+PCDFs用」と「DL-PCB用」溶液を調製する (活性炭カラム使用)	6 0
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)	5
7. 活性炭カラム及びアルミナカラムにより「ダイキシン類用」と「DL-PCB用」溶液を調製する	2
8. 自動前処理装置	1
9. シリカゲルによる処理	1
上記の組み合わせ	1 3
10. 上記1と3の組み合わせ	(3)
11. 上記1と4の組み合わせ	(4)
12. 上記2と3の組み合わせ	(2)
13. 上記3と4の組み合わせ	(2)
14. 上記4と5の組み合わせ	(2)
計	1 2 3

分析手法

＜ 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 (表 1 - 3 - 1 - 1 (2) の「多層シリカゲルカラム」と重複)		6 4
2. 抽出液中に銅 (チップ又は粉状等) を入れる		2
3. 硝酸銀シリカゲルカラムによる処理		6
4. 銅 (チップ又は粒状) カラムによる処理		5
5. 銅線 (コイル状) を浸す方法		0
6. 多層シリカゲルカラムに銅添加による処理		1
上記1～5の組み合わせ等		4 4
7. 上記1、2の組み合わせ		(2 3)
8. 上記1、3の組み合わせ		(4)
9. 上記1、4の組み合わせ		(3)
10. 上記1、5の組み合わせ		(6)
11. その他の組み合わせ		(4)
15. 行わない		0
計		1 2 3

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	84
トルエン	7
デカン	29
イソオクタン	0
その他	0
計	120

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	122	42.1	10	150	50
DL-PCB	122	40.4	10	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 2 3
その他	0
計	1 2 3

分析方法

< 分析(同定及び定量) >

GCカラム数 公定法による抽出

(ガスクロマトグラフの分析条件を変えて測定した数)

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	28
3	81
4	12
5	3

分析方法

< 分析(同定及び定量) >

GC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	1	83
2	114	39
3	8	1
4	0	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	121	0.24	0.040	0.50	0.20
	上限	122	560	50	4850	400
DL-PCB	下限	121	0.29	0.033	1.0	0.20
	上限	122	240	20	1000	200

(注) 下限2回答、上限1回答を除いている。

除いた値は、下限では「0」と「0.0001」、上限では「0.05」である。

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	0	0
5	79	79
6	20	17
7	1	3
8以上	23 (最大18)	24 (最大21)
計	123	123

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	3	3
2	0	0
3	106	104
4	3	5
5	11	10
6以上	0	1
計	123	123

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	56	50
3～6	22	26
6～9	3	4
9～12	14	12
12～24	17	18
24を超える	11 (最大87月)	13 (最大113月)
計	123	123

回答数

< 全体の回答数 >

「公定法による抽出」 1 2 3

「公定法以外の抽出」 2

全体 1 2 5

(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 1 2 4

試料中の異性体濃度

PCDDs及びPCDFs: 0.001 ~ 0.1ng/gレベル

DL-PCB : 0.001 ~ 0.01ng/gレベル

回答数

< 「ND」等の回答数 >

- ・PCDFの4異性体 (1,2,3,7,8,9-HxCDFが10回答
1,2,3,6,7,8-HxCDF、1,2,3,4,7,8,9-HpCDF、OCDFが各1回答)
- ・ノンオルトのDL-PCBの2異性体 (3,3',4,4',5,5'-HxCBが4回答、
3,3',4,4',5-PeCBが1回答)
- ・モノオルトのDL-PCBの6異性体 (2,3',4,4',5,5'-HxCB、2,3,3',4,4',5'-HxCBが各5回答、
2,3,3',4,4',5,5'-HpCBが4回答、2',3,4,4',5-PeCB、2,3,4,4',5-PeCBが各3回答、
2,3',4,4',5-PeCB、2,3,3',4,4'-PeCBが各1回答)
- ・「ND」等であった異性体濃度は0.001 ~ 0.01ng/gレベル
- ・「ND」等が多かった異性体
いずれの項目も0.001ng/gレベルであり、0.001ng/gに近い濃度
PCDF (1,2,3,7,8,9-HxCDF)
ノンオルトのDL-PCB (3,3',4,4',5,5'-HxCBが4回答)
モノオルトのDL-PCBの5異性体 (2,3',4,4',5,5'-HxCB、2,3,3',4,4',5'-HxCB各5回答、
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB4回答、2',3,4,4',5-PeCB、2,3,4,4',5-PeCB各3回答)

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
1	4	1

回答数

< 公定法による抽出 >

< 外れ値の回答数 >

DL-PCBが多い

異性体 (異性体数別)

異性体数	PCDDs&PCDFs			DL-PCB			PCDDs&PCDFs + DL-PCB
	PCDDs	PCDFs	PCDDs &PCDFs	ノオルト	モノオルト	ノオルト &モノオルト	
1	5	5	9	13	9	15	16
2	0	3	2	4	4	8	9
3	0	0	1	0	0	1	2
4	0	0	0	0	0	0	1
5	0	1	1	-	2	1	1
6	0	0	0	-	2	2	2
7	0	0	0	-	0	1	1
8	-	0	0	-	1	0	0
9	-	0	0	-	-	0	0
10以上	-	0	0	-	-	1	2
計	5	9	13	17	18	29	34

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 %			
P	2,3,7,8-TeCDD	前	123	0.182	0.0157	8.6	0.15	0.23	0.180
		後	123	0.182	0.0157	8.6	0.15	0.23	0.180
C	1,2,3,7,8-PeCDD	前	123	0.114	0.0113	9.9	0.077	0.16	0.115
		後	121	0.114	0.0101	8.8	0.086	0.14	0.115
D	1,2,3,4,7,8-HxCDD	前	123	0.0183	0.00716	39.2	0.013	0.094	0.0180
		後	122	0.0176	0.00196	11.1	0.013	0.023	0.0180
異	1,2,3,6,7,8-HxCDD	前	123	0.0629	0.00653	10.4	0.045	0.081	0.0630
		後	123	0.0629	0.00653	10.4	0.045	0.081	0.0630
性	1,2,3,7,8,9-HxCDD	前	123	0.0605	0.00635	10.5	0.039	0.080	0.0605
		後	122	0.0607	0.00605	10.0	0.043	0.080	0.0605
体	1,2,3,4,6,7,8 -HpCDD	前	123	0.164	0.0210	12.9	0.11	0.25	0.165
		後	122	0.163	0.0196	12.0	0.11	0.20	0.165
	OCDD	前	123	0.141	0.0241	17.1	0.062	0.22	0.140
		後	123	0.141	0.0241	17.1	0.062	0.22	0.140

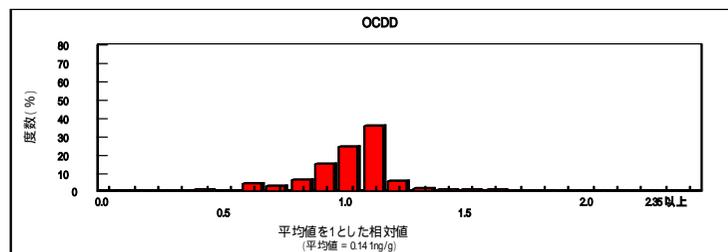
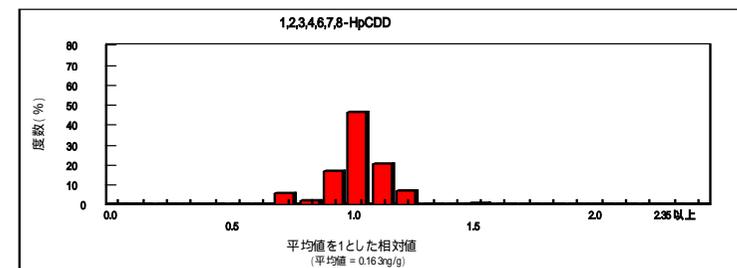
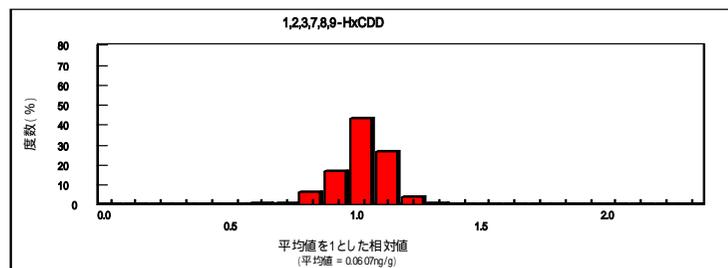
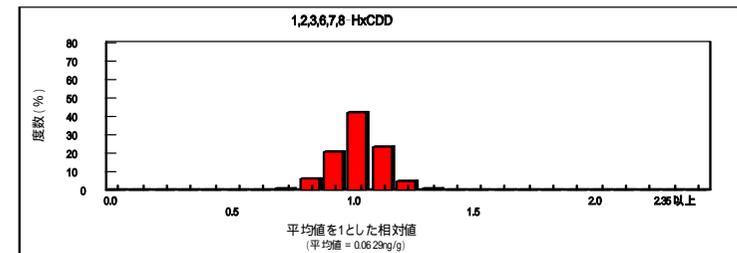
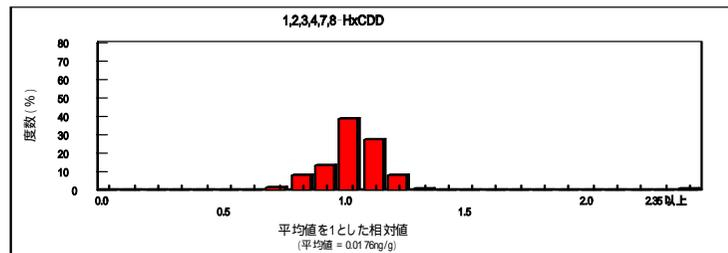
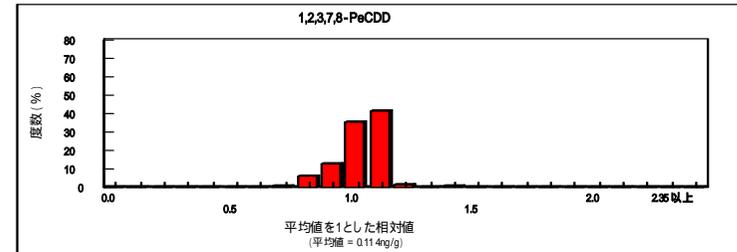
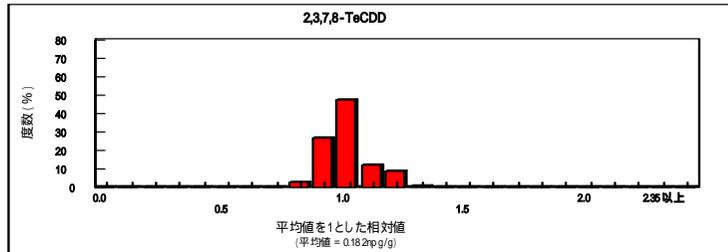
室間精度等の例 (PCDFs 異性体)

(公定法による抽出)

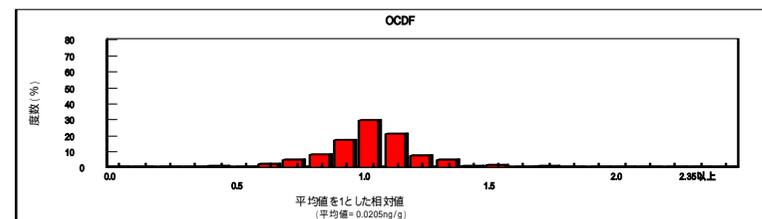
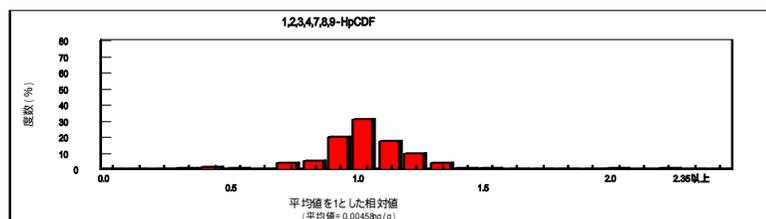
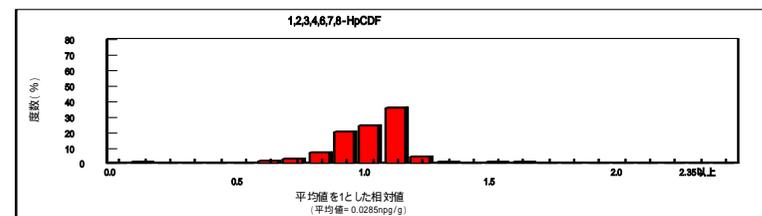
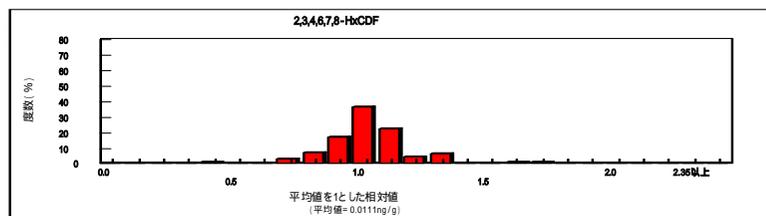
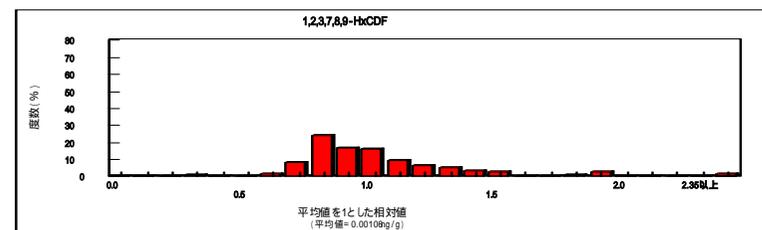
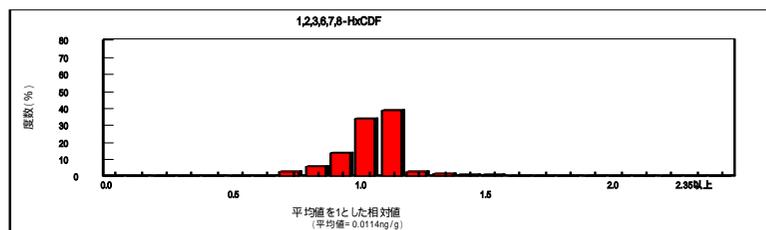
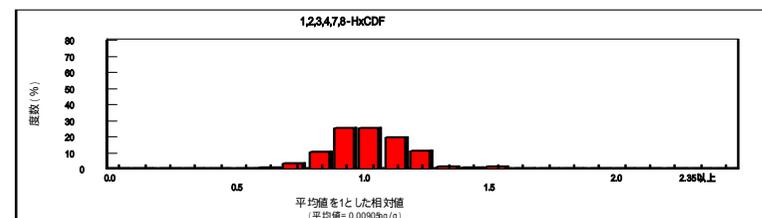
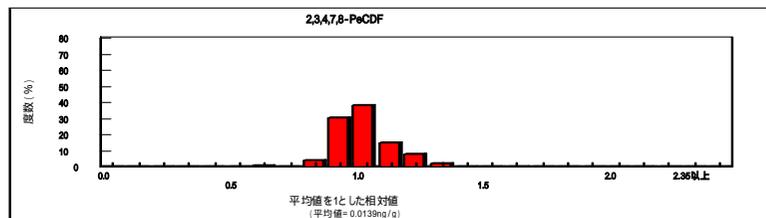
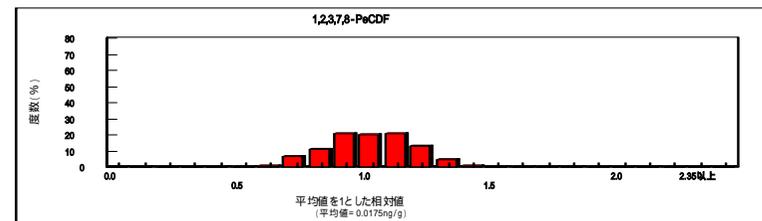
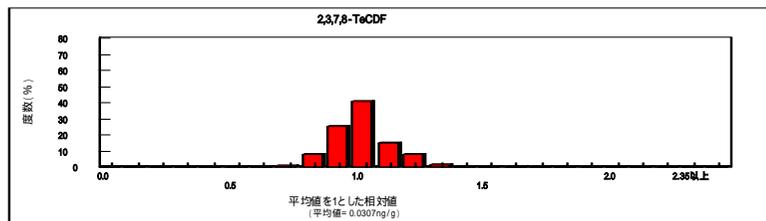
区分	分析項目	棄却	回答数	平均値 (ng/g)	室間精度		最小値 (ng/g)	最大値 (ng/g)	中央値 (ng/g)
					S.D. (ng/g)	CV %			
P	2,3,7,8-TeCDF	前	123	0.0307	0.00329	10.7	0.021	0.039	0.0310
		後	123	0.0307	0.00329	10.7	0.021	0.039	0.0310
D	1,2,3,7,8-PeCDF	前	123	0.0175	0.00280	16.0	0.011	0.024	0.0175
		後	123	0.0175	0.00280	16.0	0.011	0.024	0.0175
s	2,3,4,7,8-PeCDF	前	123	0.0139	0.00146	10.5	0.0084	0.018	0.0140
		後	122	0.0139	0.00137	9.9	0.011	0.018	0.0140
異	1,2,3,4,7,8-HxCDF	前	123	0.00905	0.00147	16.2	0.0054	0.014	0.00900
		後	123	0.00905	0.00147	16.2	0.0054	0.014	0.00900
性	1,2,3,6,7,8-HxCDF	前	122	0.0115	0.00143	12.4	0.0078	0.017	0.0114
		後	121	0.0114	0.00134	11.7	0.0078	0.015	0.0115
体	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	113	0.00111	0.000414	37.3	0.00037	0.0039	0.00100
		後	110	0.00106	0.000276	26.0	0.00037	0.0020	0.00100
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	前	123	0.0112	0.00177	15.8	0.0045	0.019	0.0110
		後	120	0.0111	0.00139	12.5	0.0075	0.015	0.0110
	1,2,3,4,6,7,8 -HpCDF	前	123	0.0285	0.00471	16.5	0.0033	0.047	0.0290
		後	119	0.0285	0.00344	12.1	0.018	0.037	0.0290
	1,2,3,4,7,8,9 -HpCDF	前	122	0.00464	0.00105	22.6	0.0015	0.010	0.00460
		後	119	0.00458	0.000793	17.3	0.0020	0.0070	0.00460
	OCDF	前	122	0.0206	0.00376	18.2	0.0090	0.034	0.0205
		後	121	0.0205	0.00357	17.4	0.0090	0.031	0.0205

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 (PCDFs 異性体) (公定法による抽出)



室間精度の例 (PCDDs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 %			
PCDDs同族体	TeCDDs	前	123	40.3	3.87	9.6	32	51	40.0
		後	123	40.3	3.87	9.6	32	51	40.0
	PeCDDs	前	123	7.93	0.906	11.4	5.4	12	7.85
		後	121	7.87	0.784	10.0	5.4	10	7.85
	HxCDDs	前	123	1.94	0.208	10.7	1.4	2.8	1.95
		後	122	1.93	0.194	10.0	1.4	2.4	1.95
	HpCDDs	前	123	0.309	0.0390	12.6	0.21	0.46	0.310
		後	122	0.308	0.0367	11.9	0.21	0.38	0.310
	OCDD	前	123	0.141	0.0241	17.1	0.062	0.22	0.140
		後	123	0.141	0.0241	17.1	0.062	0.22	0.140
	PCDDs	前	123	50.5	4.79	9.5	32	61	50.0
		後	122	50.6	4.50	8.9	41	61	50.0

室間精度の例

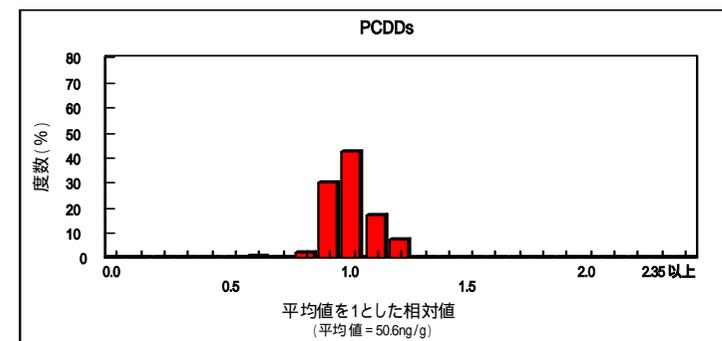
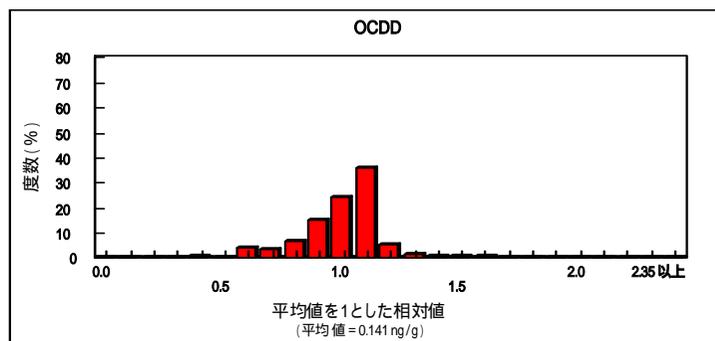
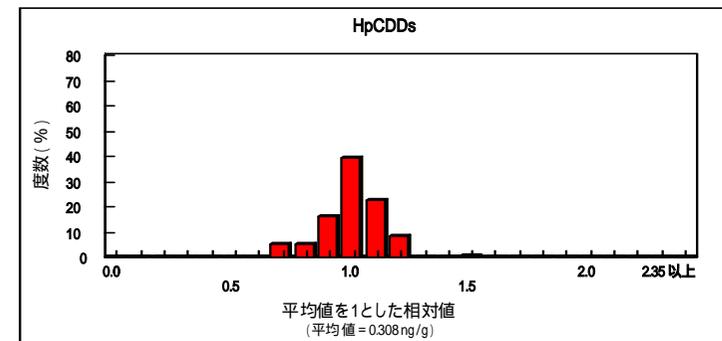
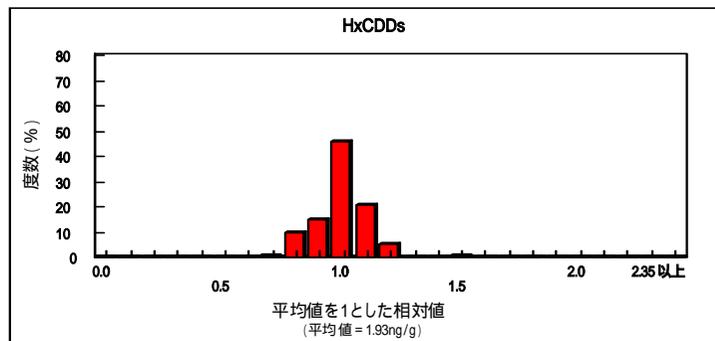
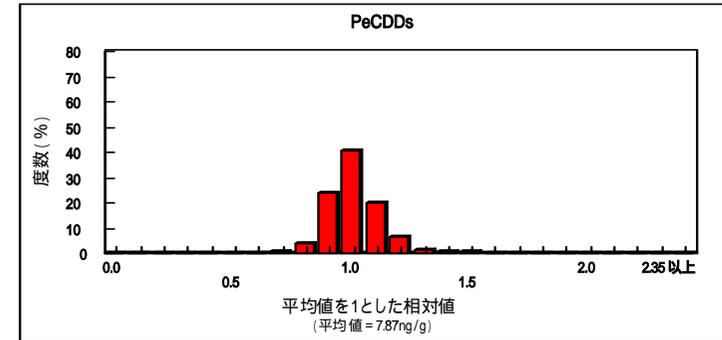
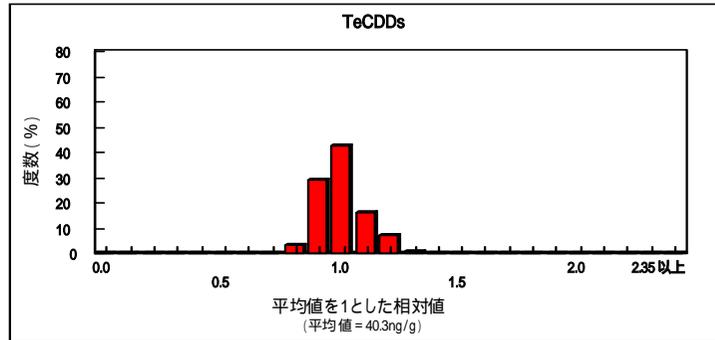
(公定法による抽出)

(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 %			
P	TeCDFs	前	123	1.67	0.217	13.0	1.2	2.9	1.65
		後	121	1.65	0.177	10.7	1.2	2.1	1.64
C	PeCDFs	前	123	0.316	0.0301	9.5	0.24	0.42	0.315
		後	121	0.314	0.0271	8.6	0.24	0.37	0.312
D	HxCDFs	前	123	0.108	0.0134	12.4	0.063	0.17	0.110
		後	121	0.108	0.0115	10.7	0.080	0.13	0.110
F	HpCDFs	前	123	0.0531	0.0228	43.0	0.028	0.29	0.0520
		後	121	0.0509	0.00726	14.3	0.033	0.067	0.0515
s	OCDF	前	122	0.0206	0.00376	18.2	0.0090	0.034	0.0205
		後	121	0.0205	0.00357	17.4	0.013	0.030	0.0205
同族体	PCDFs	前	123	2.16	0.247	11.4	1.6	3.4	2.13
		後	121	2.14	0.207	9.7	1.6	2.7	2.10
同族体の合計		前	123	52.7	4.86	9.2	35	63	52.0
(PCDDs + PCDFs)		後	122	52.8	4.59	8.7	43	63	52.0

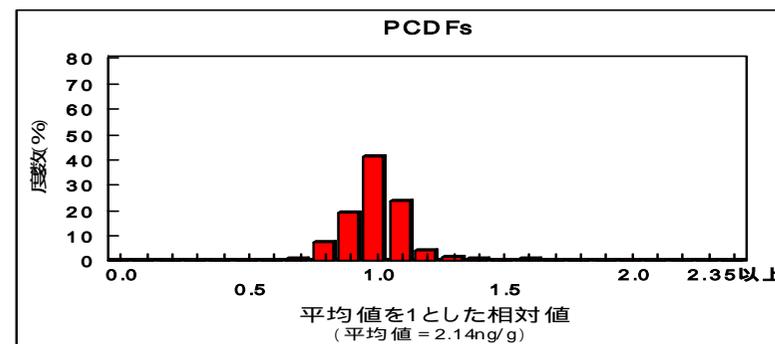
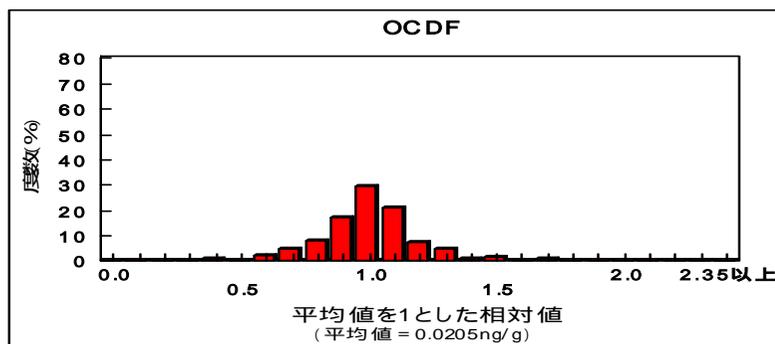
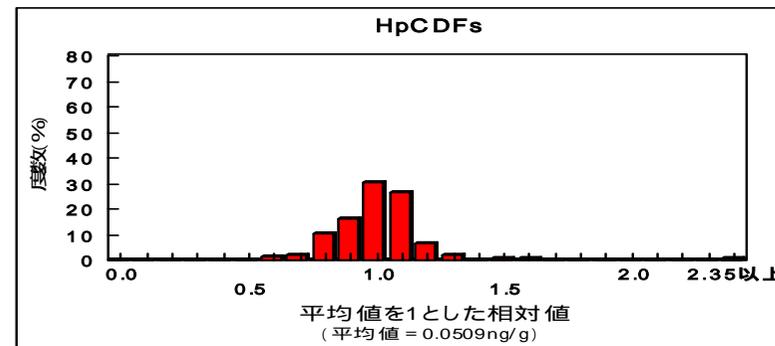
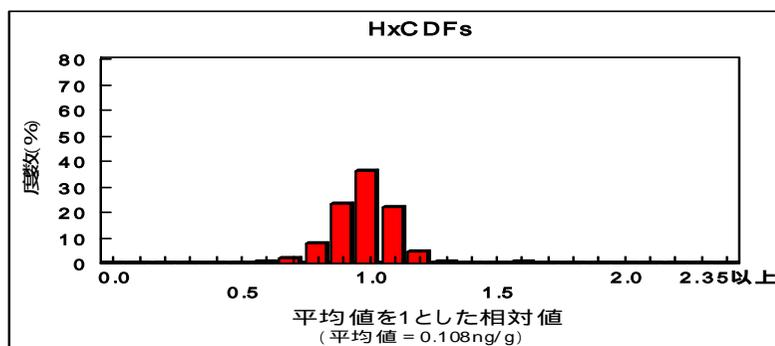
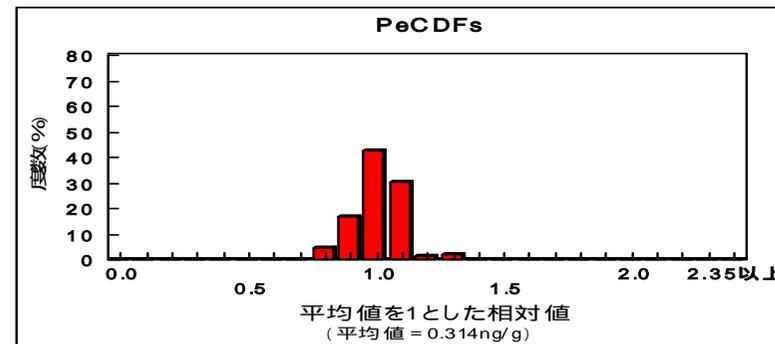
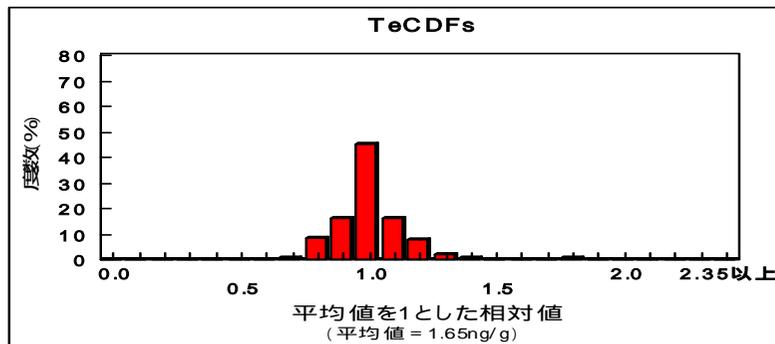
ヒストグラムの例 (PCDDs 同族体)

(公定法による抽出)



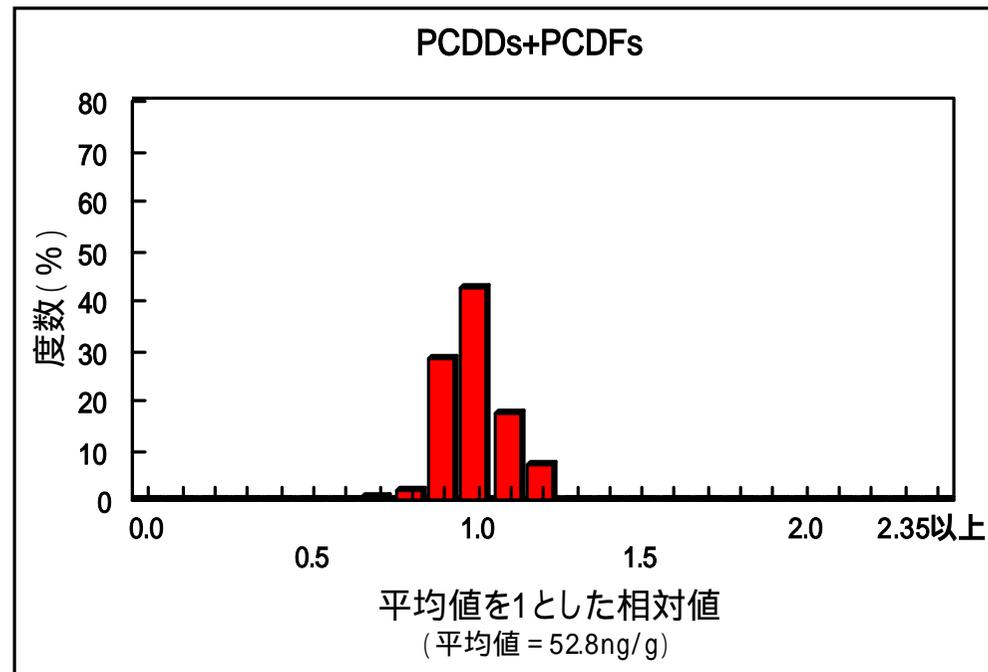
ヒストグラムの例 (PCDFs 同族体)

(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	3,4,4',5-TeCB	前	123	0.00752	0.00268	35.7	0.0042	0.035	0.00735
		後	119	0.00724	0.000812	11.2	0.0047	0.0089	0.00730
オル	3,3',4,4'-TeCB	前	123	0.0343	0.00798	23.3	0.020	0.11	0.0335
		後	118	0.0334	0.00314	9.4	0.026	0.043	0.0330
ト	3,3',4,4',5-PeCB	前	122	0.00991	0.00263	26.5	0.0069	0.036	0.00963
		後	121	0.00970	0.00113	11.7	0.0069	0.013	0.00960
異	3,3',4,4',5,5'	前	119	0.00285	0.00204	71.4	0.0015	0.023	0.00245
		後	108	0.00246	0.000384	15.6	0.0015	0.0037	0.00240
体	-HxCB	後	108	0.00246	0.000384	15.6	0.0015	0.0037	0.00240

空間精度の例 (DL-PCB: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	120	0.00201	0.000819	40.7	0.0009	0.010	0.00190
		後	113	0.00191	0.000216	11.3	0.0012	0.0025	0.00190
	2,3',4,4',5-PeCB	前	122	0.0377	0.0354	93.8	0.026	0.41	0.0330
		後	116	0.0330	0.00344	10.4	0.026	0.043	0.0324
	2,3,3',4,4'-PeCB	前	122	0.0165	0.0170	103	0.0079	0.20	0.0140
		後	116	0.0142	0.00221	15.6	0.0079	0.021	0.0140
	2,3,4,4',5-PeCB	前	120	0.00267	0.00179	67.0	0.0014	0.021	0.00240
		後	114	0.00242	0.000333	13.8	0.0014	0.0032	0.00240
	2,3',4,4',5,5' -HxCB	前	118	0.00216	0.00172	79.5	0.0013	0.020	0.00190
		後	110	0.00192	0.000229	11.9	0.0013	0.0025	0.00190
	2,3,3',4,4',5 -HxCB	前	121	0.00444	0.00590	133	0.0022	0.056	0.00350
		後	112	0.00352	0.000448	12.7	0.0022	0.0050	0.00350
	2,3,3',4,4',5' -HxCB	前	118	0.00216	0.000800	37.1	0.0014	0.0097	0.00200
		後	115	0.00206	0.000286	13.9	0.0014	0.0030	0.00200
	2,3,3',4,4',5,5' -HpCB	前	119	0.00232	0.000643	27.7	0.0014	0.0085	0.00225
		後	116	0.00224	0.000262	11.7	0.0014	0.0030	0.00222

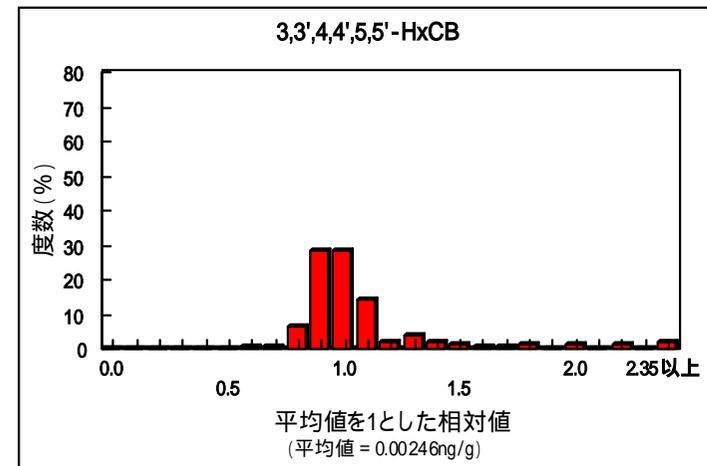
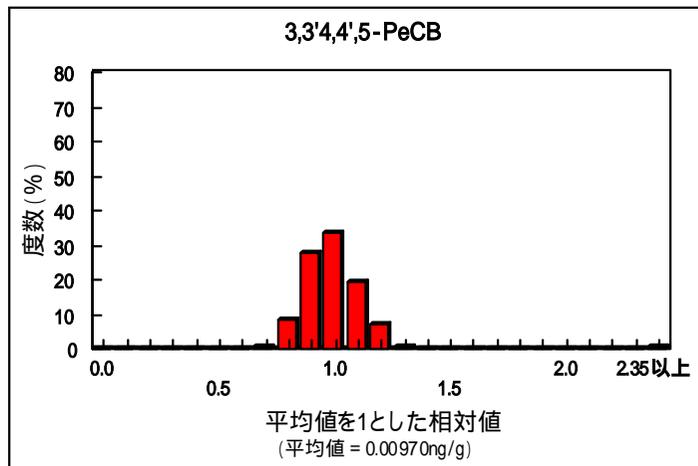
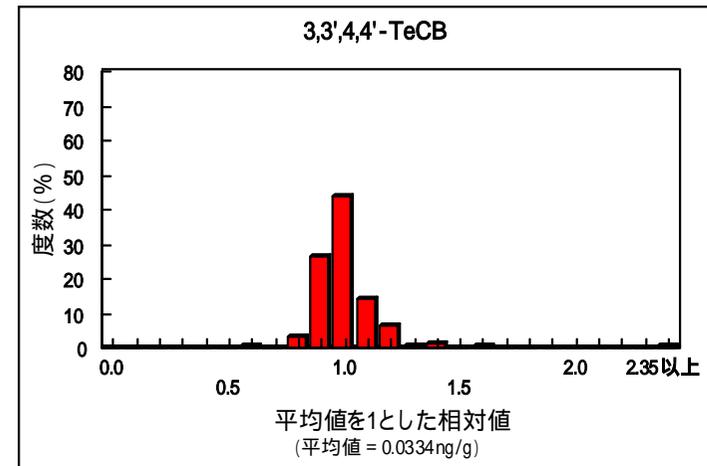
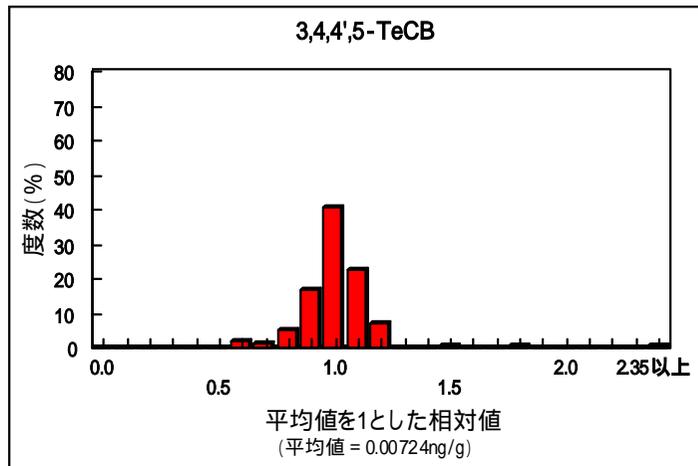
室間精度の例 (DL-PCB)

(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	123	0.0536	0.00979	18.3	0.033	0.14	0.0530
		後	117	0.0529	0.00420	7.9	0.043	0.065	0.0530
	モノオルト *	前	122	0.0701	0.0635	90.7	0.035	0.73	0.0610
		後	114	0.0611	0.00633	10.4	0.045	0.083	0.0605
	計 (DL-PCB) *	前	123	0.124	0.0712	57.6	0.058	0.87	0.110
		後	115	0.114	0.0105	9.2	0.078	0.14	0.110

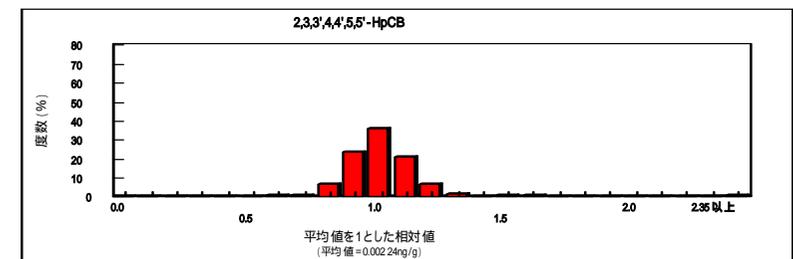
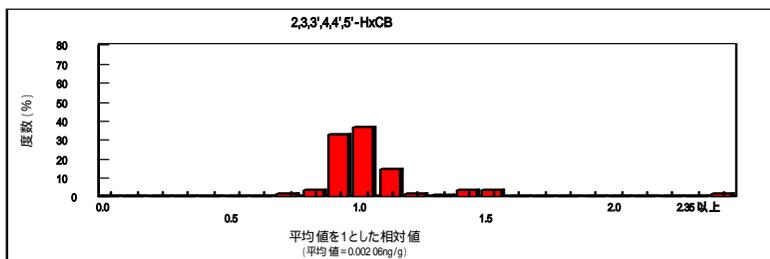
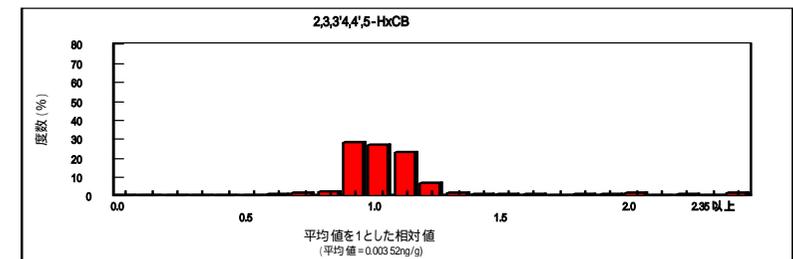
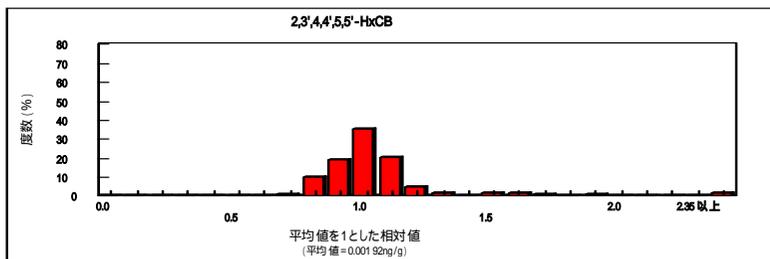
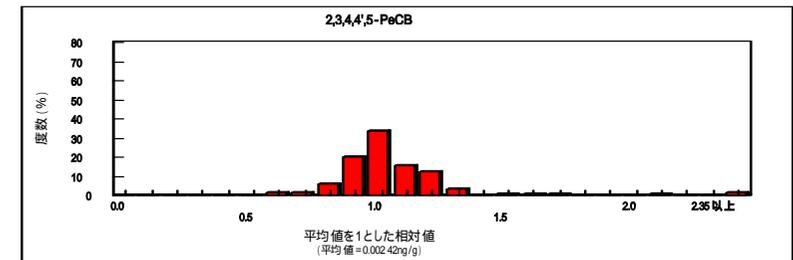
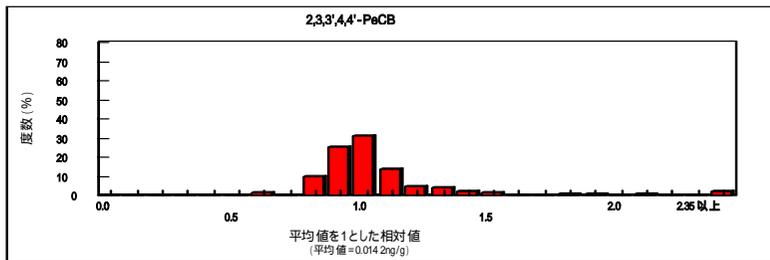
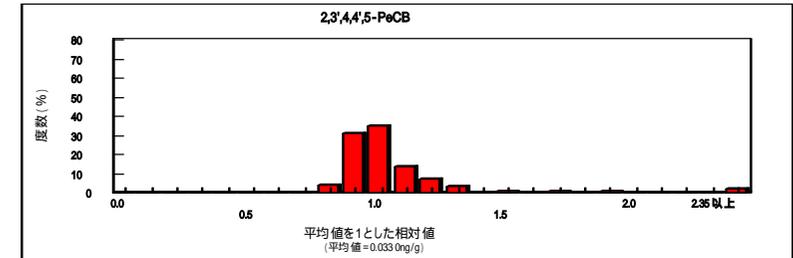
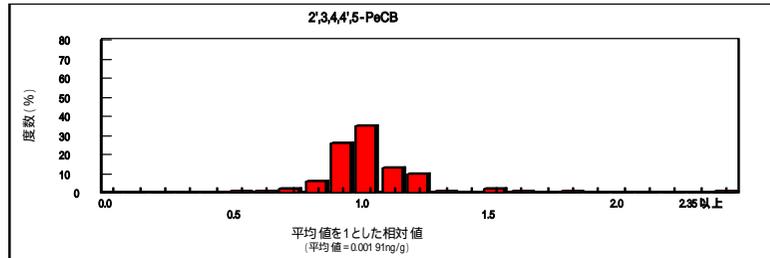
ヒストグラムの例 (DL-PCB:ノンオルト)

(公定法による抽出)



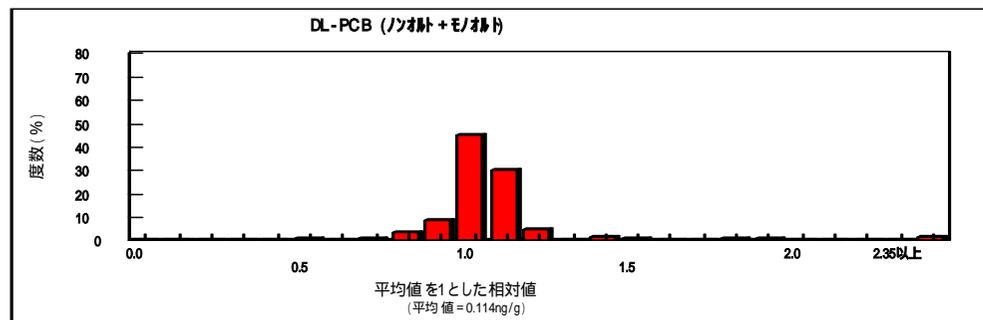
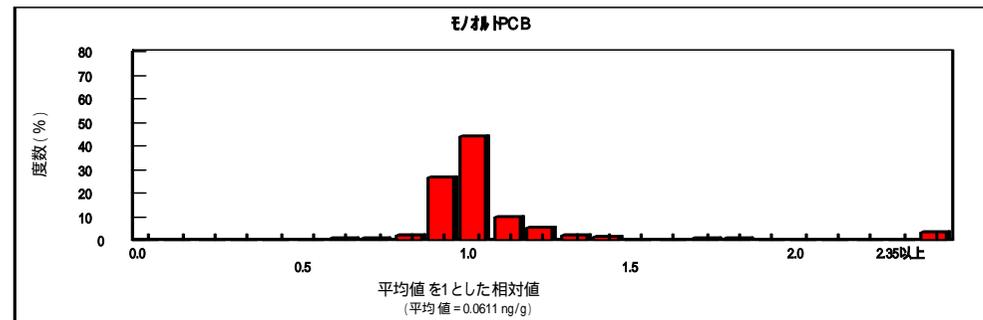
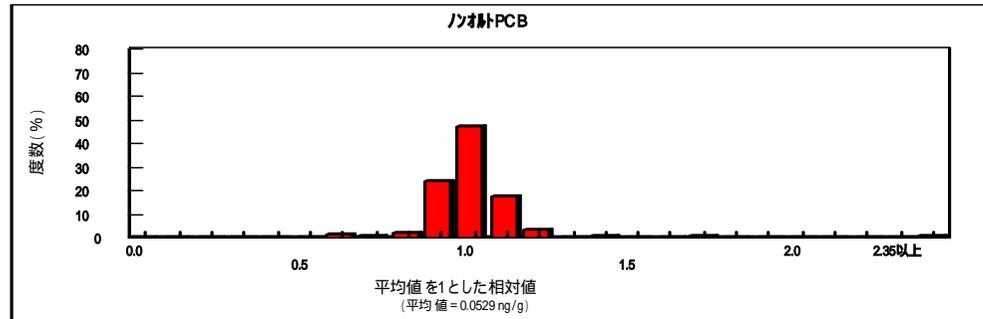
ヒストグラムの例 (DL-PCB:モノオルト)

(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)

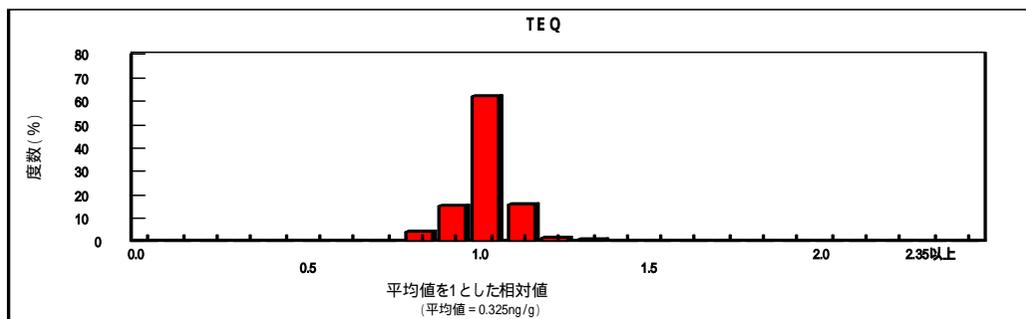
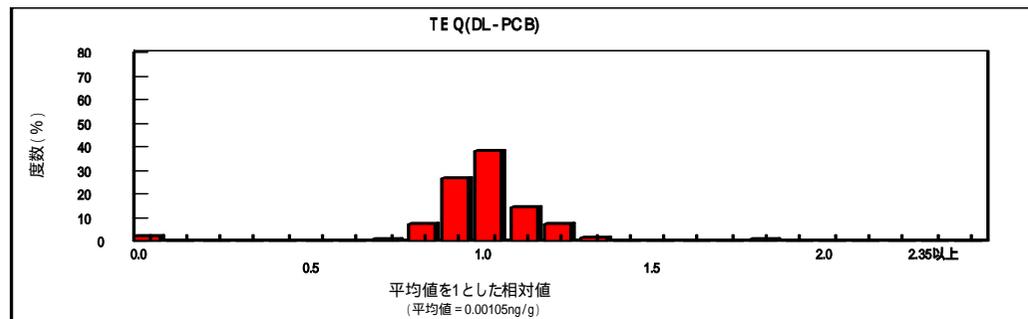
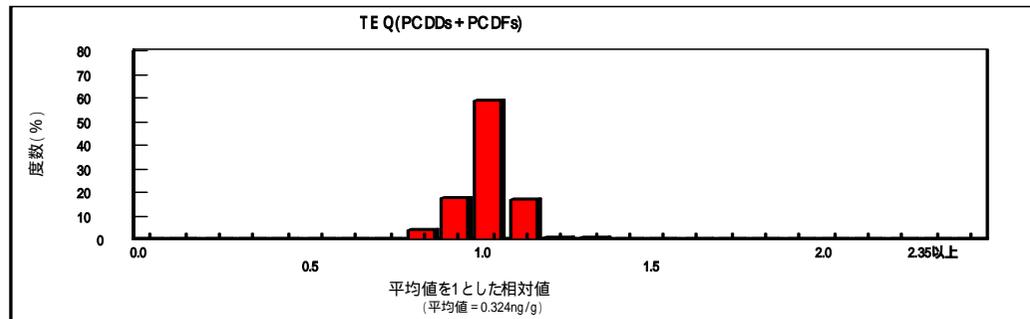


室間精度等の例 (TEQ)

(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 %			
T	PCDDs + PCDFs	前	123	0.325	0.0242	7.5	0.27	0.41	0.325
		後	122	0.324	0.0230	7.1	0.27	0.38	0.325
Q	DL-PCB	前	123	0.00103	0.000219	21.1	0.00036	0.0019	0.00100
		後	119	0.00105	0.000128	12.2	0.00077	0.0014	0.00103
	(PCDDs + PCDFs) + (DL-PCB)	前	123	0.326	0.0241	7.4	0.27	0.41	0.325
		後	122	0.325	0.0230	7.1	0.27	0.38	0.325

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

大きい値の外れ値の原因 : 試料量の不足(定量下限値の設定が大きくなる)
クリーンアップが不十分、器具からの汚染 等

小さい値の外れ値の原因 : 試料量不足による感度不足、
ブランク値を差し引いた影響、カラムからの溶出不足 等

・GC/MS測定操作

大きい値の外れ値の原因 : ピークの分離不良、
クロスコンタミ(直前にPCB濃度の高い試料の影響) 等

小さい値の外れ値の原因 : 感度不足 等

・同定・計算

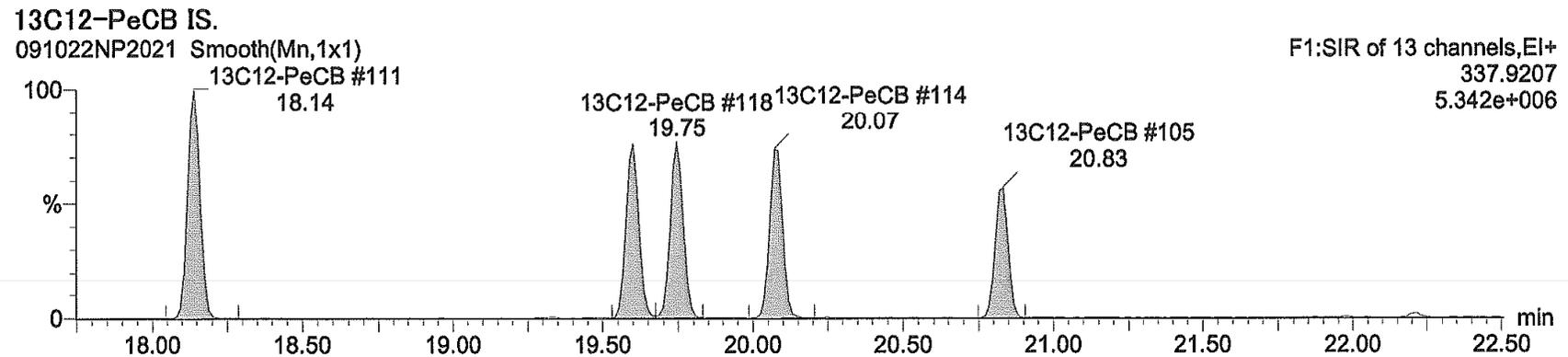
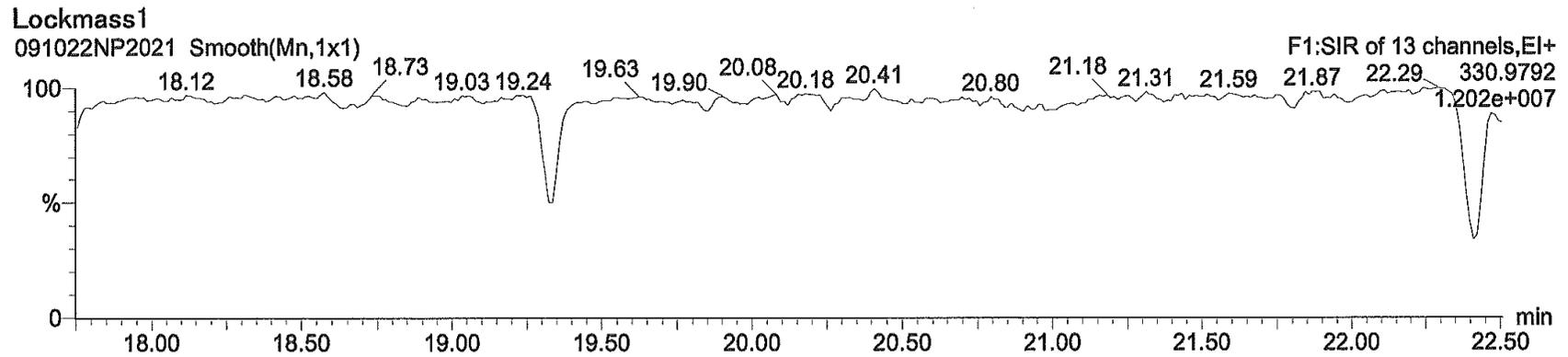
ピーク面積の取り方 : 共存物質の影響でピーク面積の取り方が過小 等
転記ミス : 桁数を間違えるケース 等

今年度の濃度(平均値TEQ 0.325ng/g)は昨年度(平均値TEQ1.11ng/g)の1/3程度、
低濃度となったためか、外れ値の機関数36は昨年度の19に比べて2倍と多かった。特
に、DL-PCBに関するものが多かった。また、感度不足も多かった。

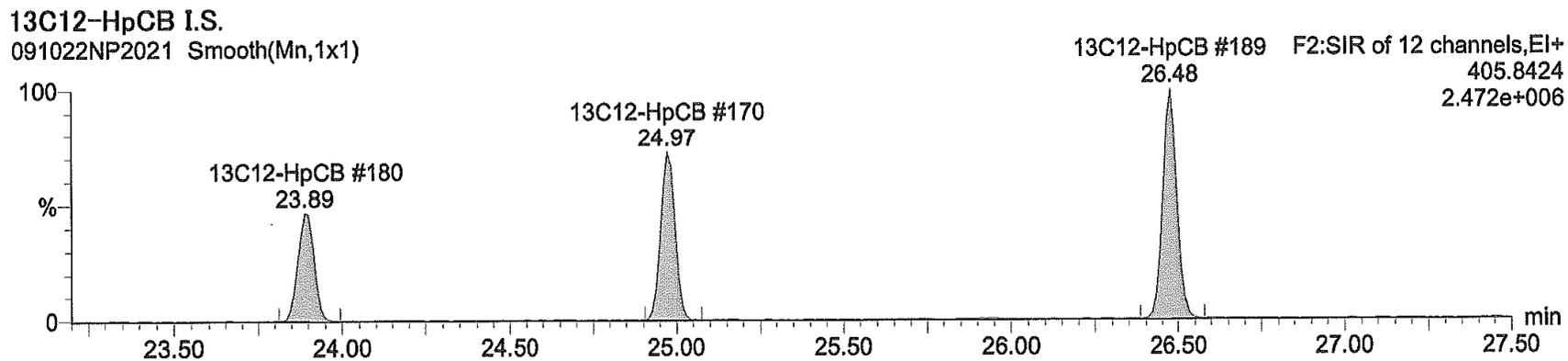
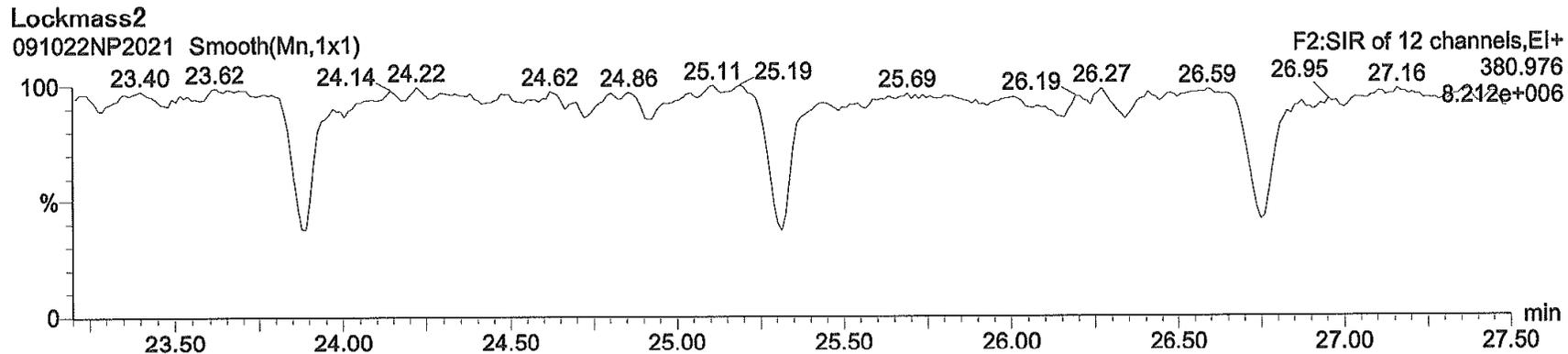
* DL-PCBのTEQは昨年度0.0239ng/g、今年度0.00123ng/g(昨年度の1/20程度)

不適切なロックマスの例

ロックマス落ち込み定量に影響ないが、**フタル酸エステル**妨害と思われる。
HT8-PCB

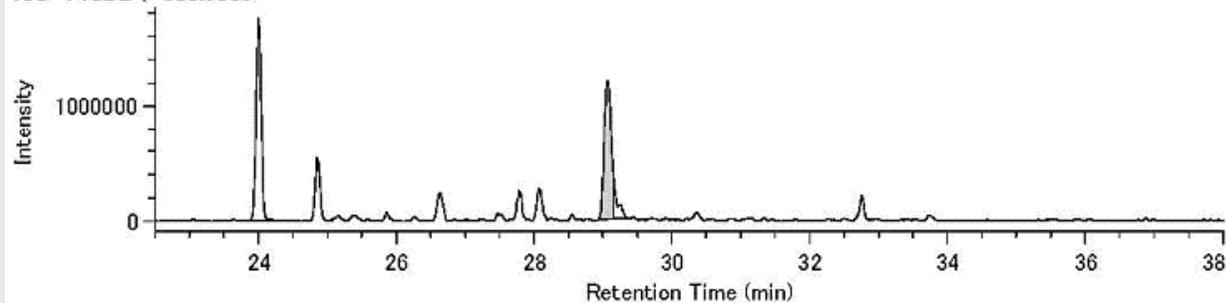


ロックマス落ち込み。定量対象ではないが、#180に影響あり。
HT8PCB

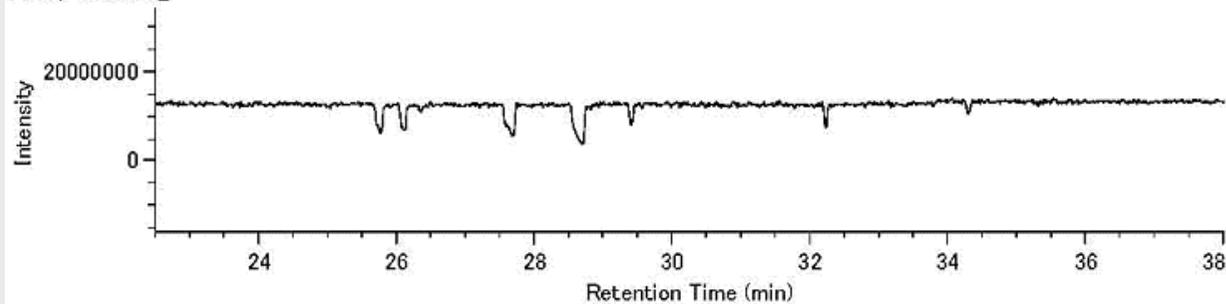


**TeCDD、TeCDFの
ロックマス変動
DB 5ms**

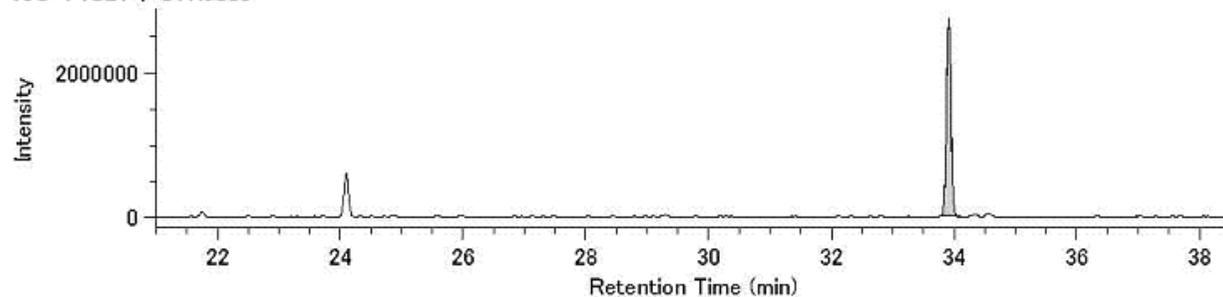
¹³C-T4CDD / 333.9339



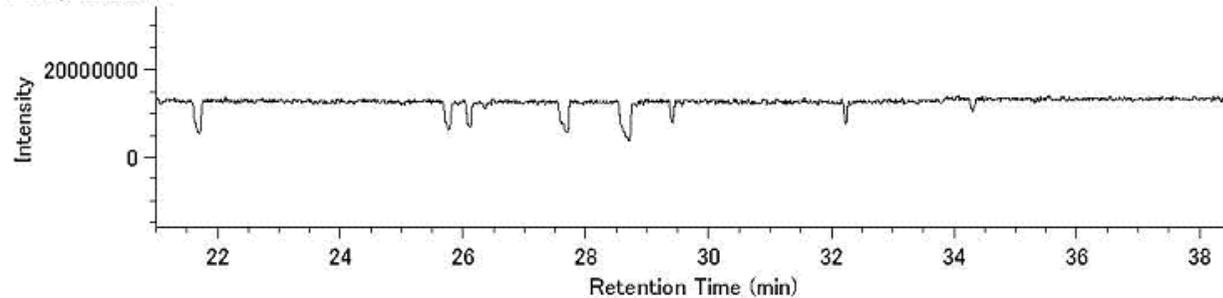
PFK / 330.9792

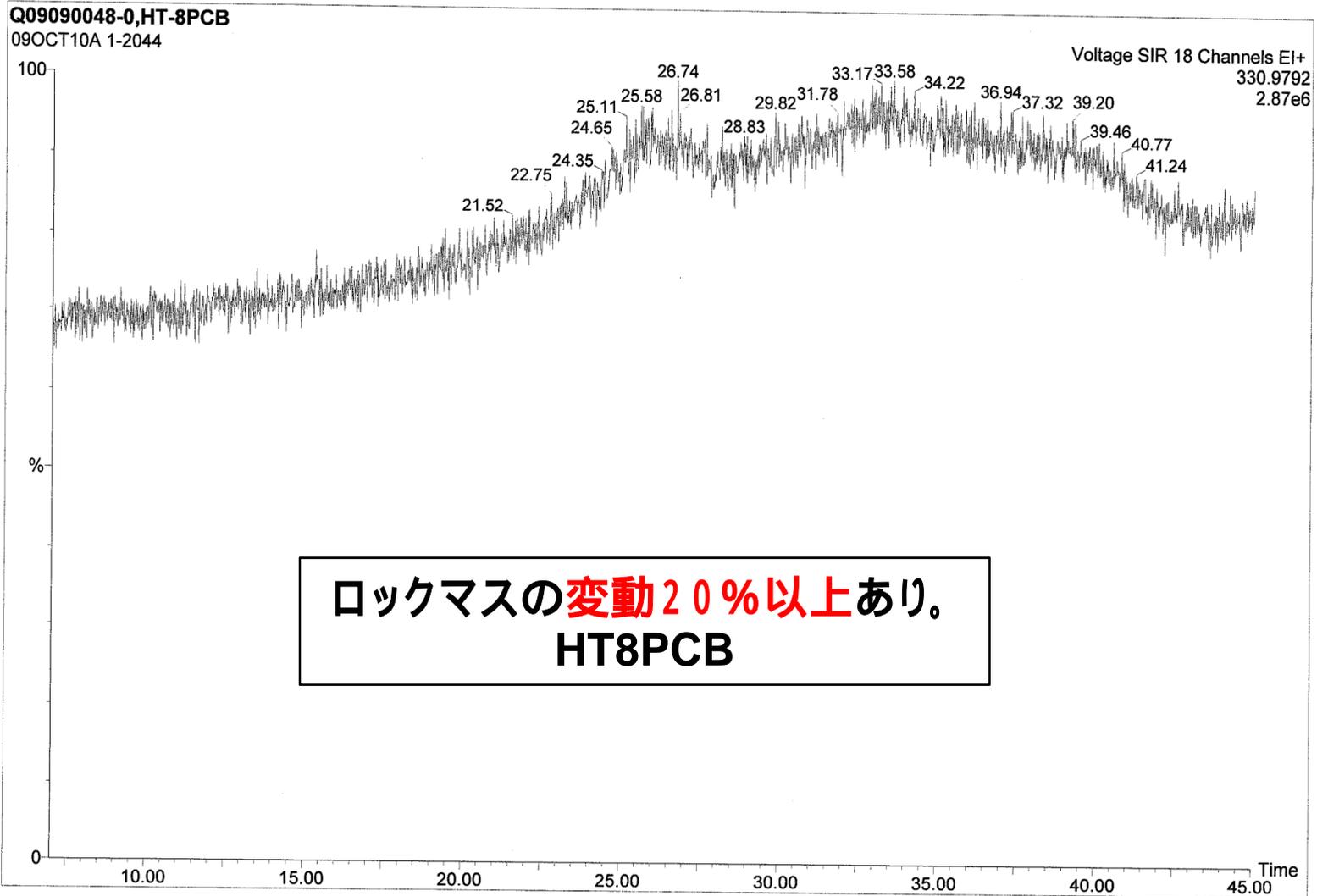


¹³C-T4CDF / 317.9389



PFK / 330.9792

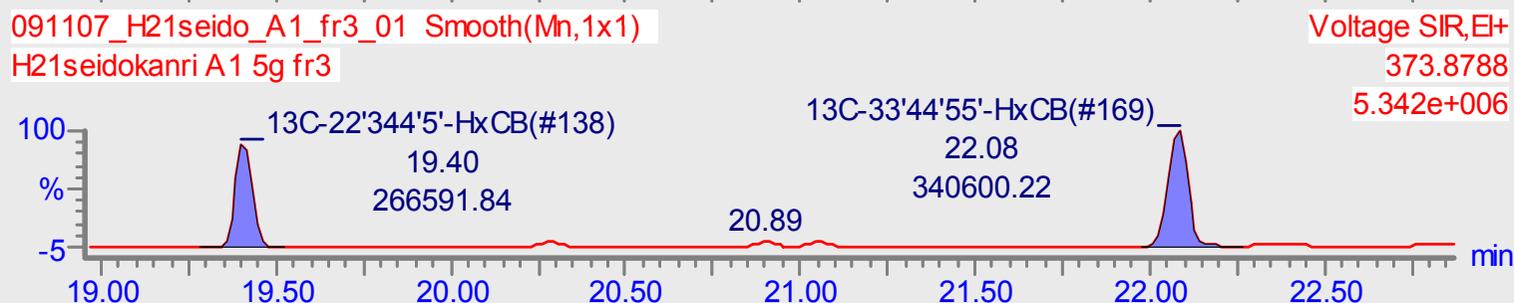




ロックマスの変動20%以上あり。
HT8PCB

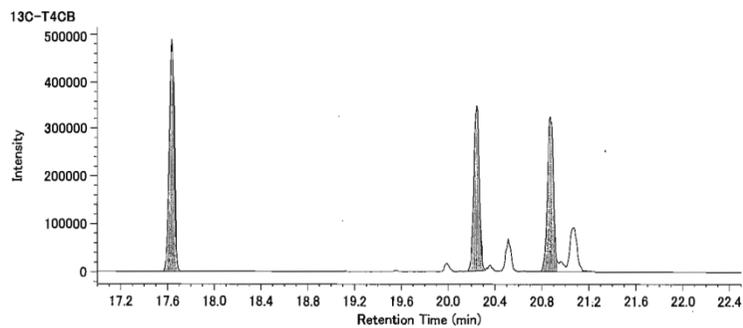
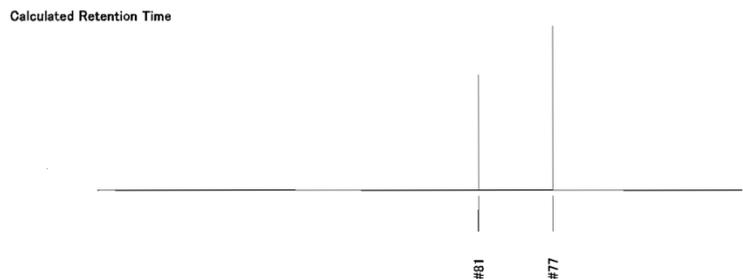
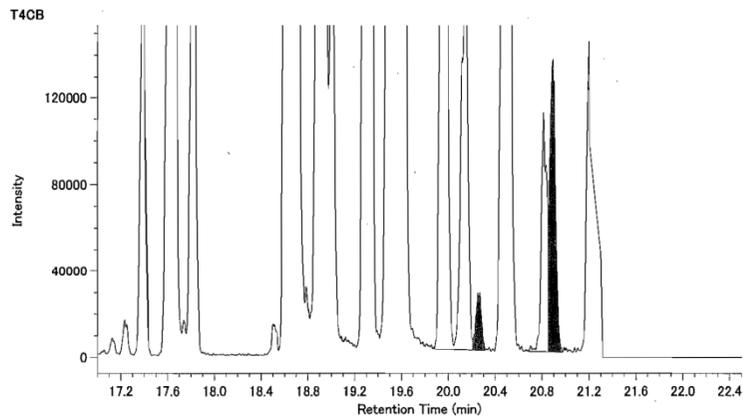
**ピークエリアの不適切な取り方、
その他の不適切な例**

外れ値ではない(#169)が、ピークエリアの取り方不適切 HT8-PCB

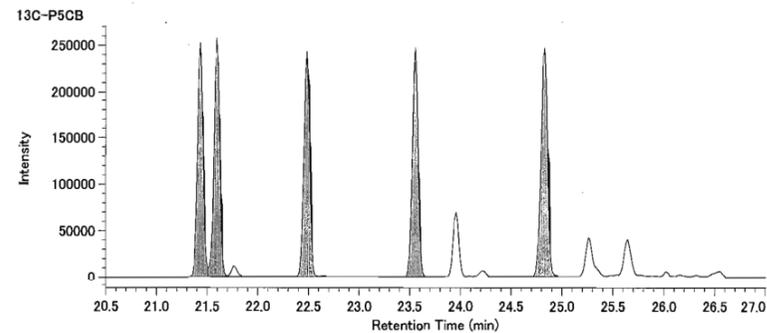
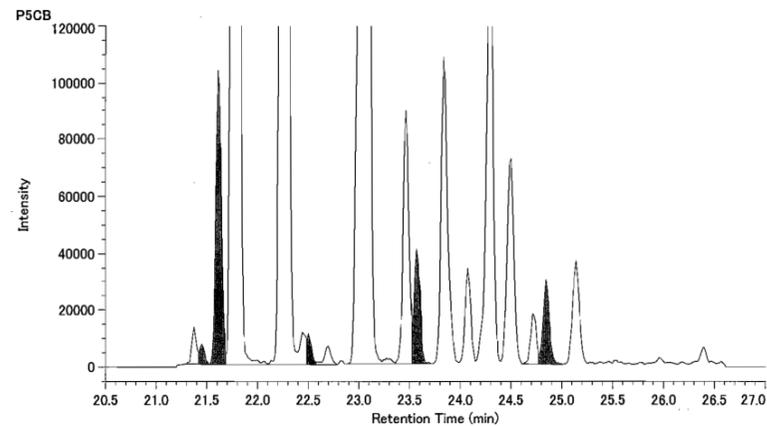


いずれも外れ値ではないが、12Cのクロマトに妨害ピーク(他のPCB)多い RH12ms

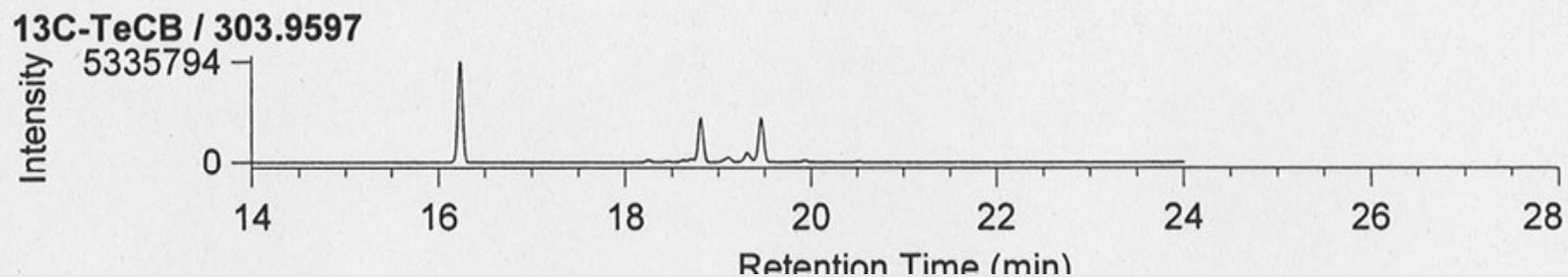
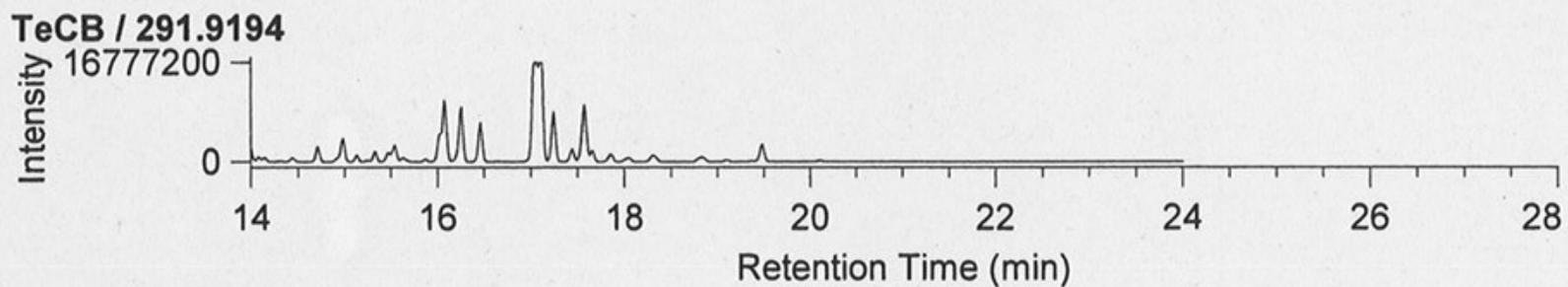
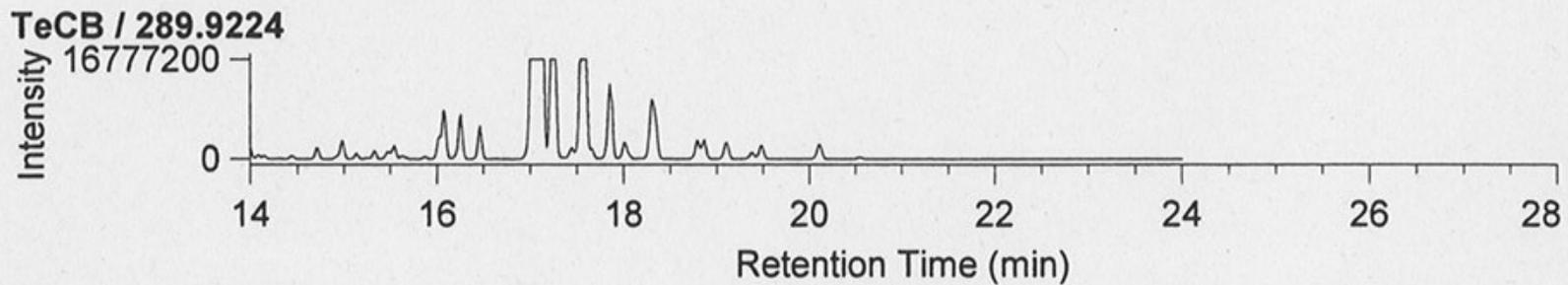
DQ Main View
 DqData : d:\diok\2009-11\RH11.09\RH11.09
 Injection : VSE09021
 Page 1



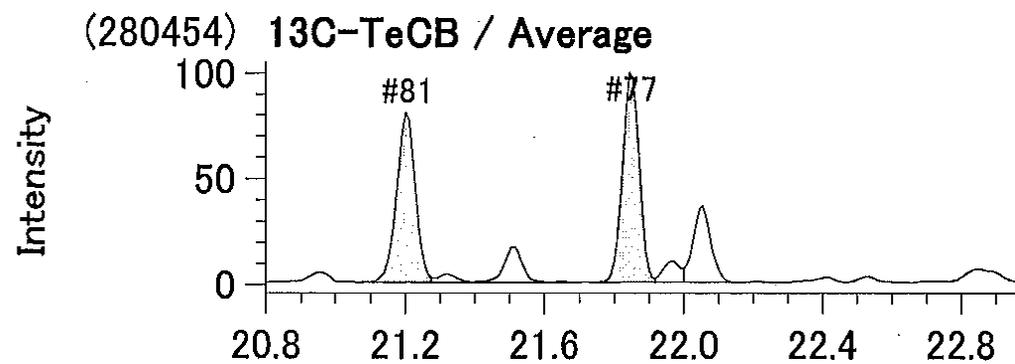
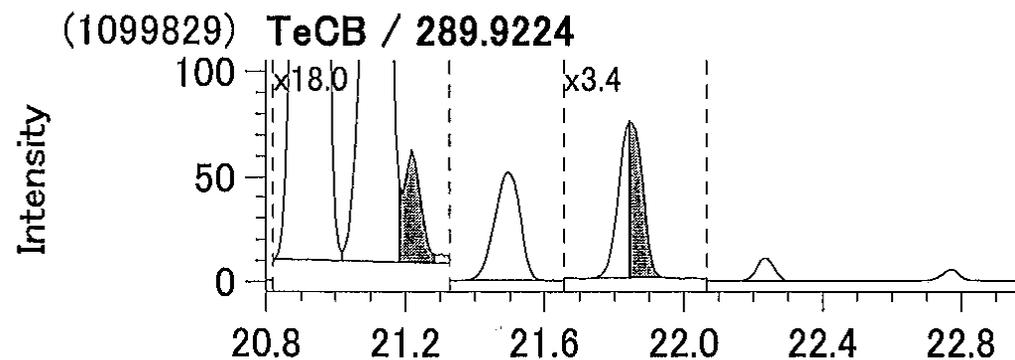
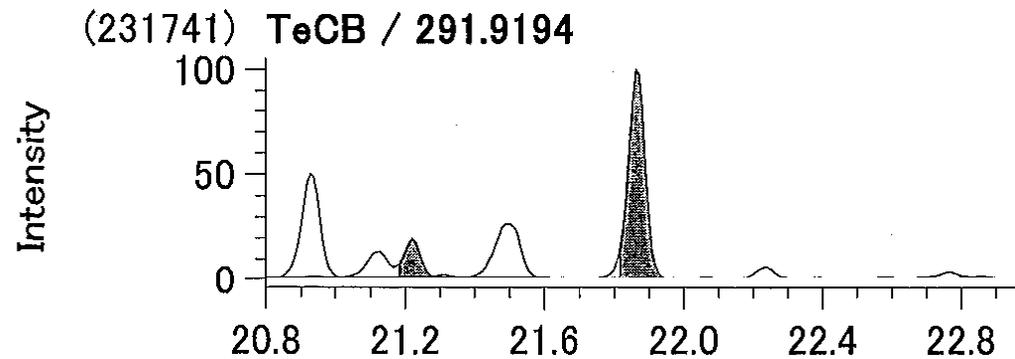
DQ Main View
 DqData : d:\diok\2009-11\RH11.09\RH11.09
 Injection : VSE09021
 Page 1



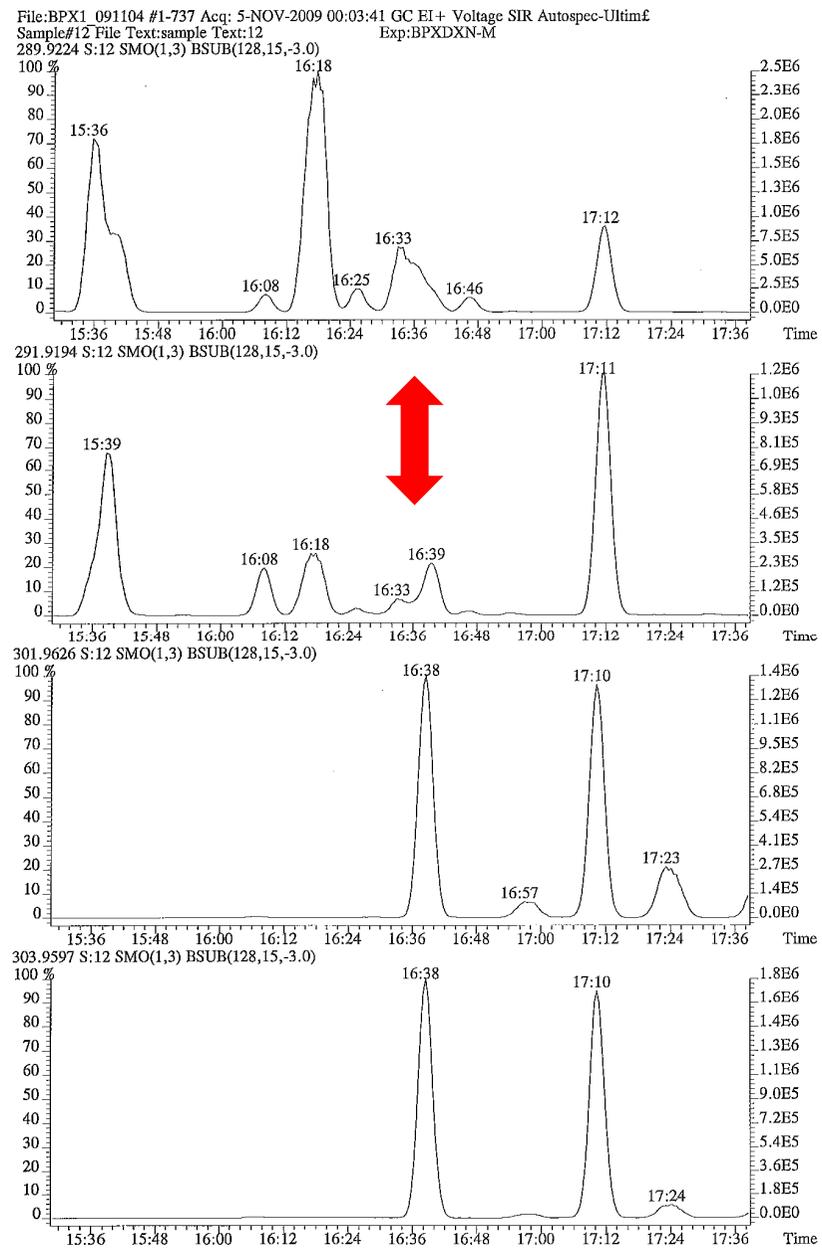
TeCBの絶対量がGC-MS負荷量を超える(試料量15g) HT8-PCB



外れ値 (# 81 大きい値)
外れ値ではない (# 77)
エリアの取り方不適切
RH12ms



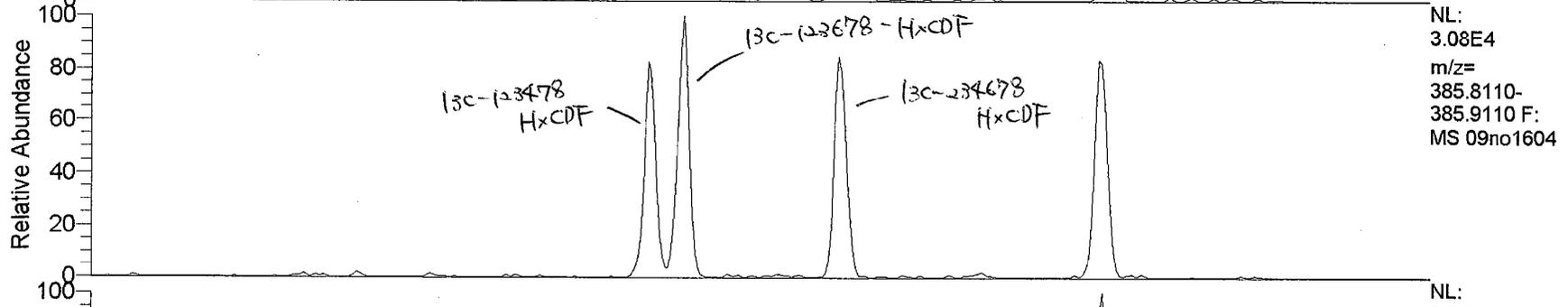
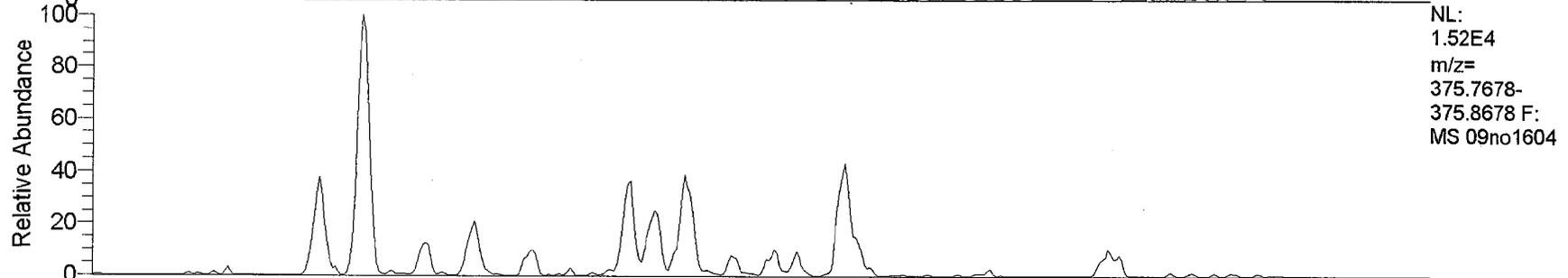
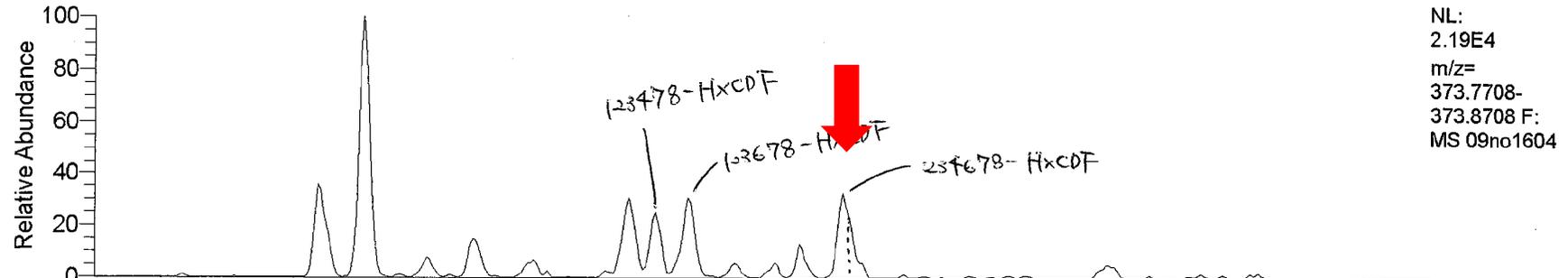
外れ値ではない(#81)
ピーク形が不適切
BPX-DXN



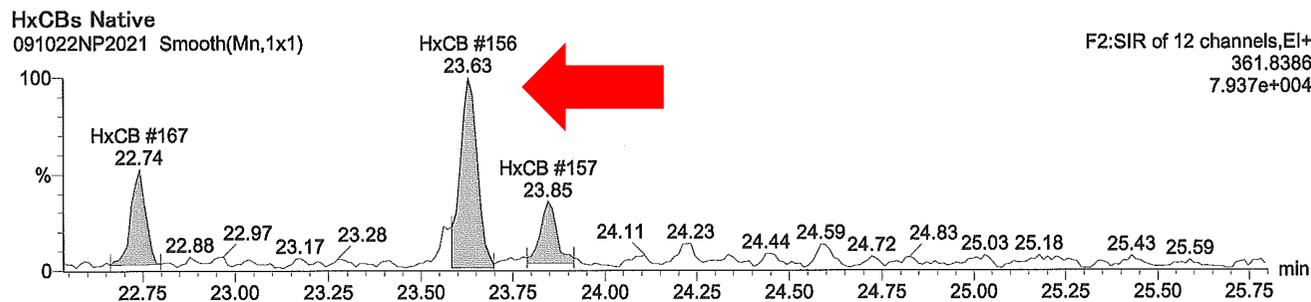
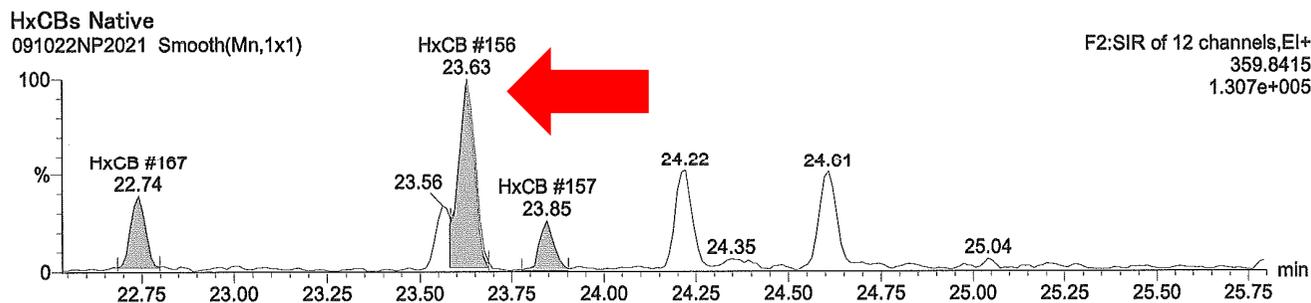
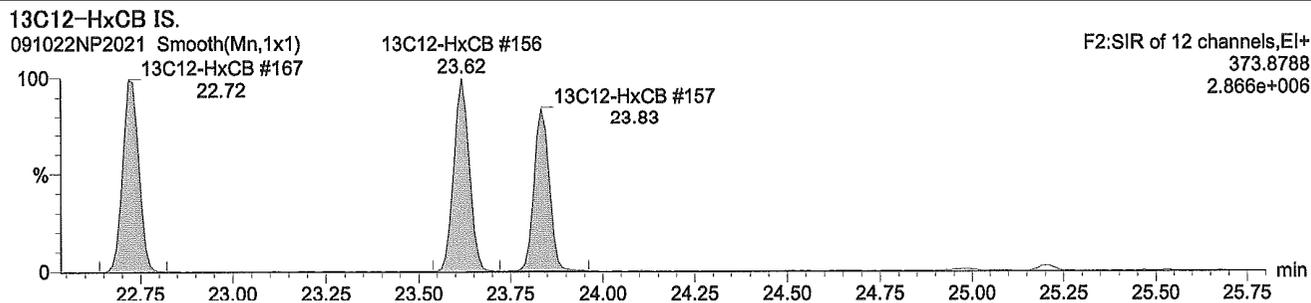
外れ値ではない(2,3,4,6,7,8,-HxCDF)
ピークエリア取り方中途半端
BPX-DXN

BPX-DXN

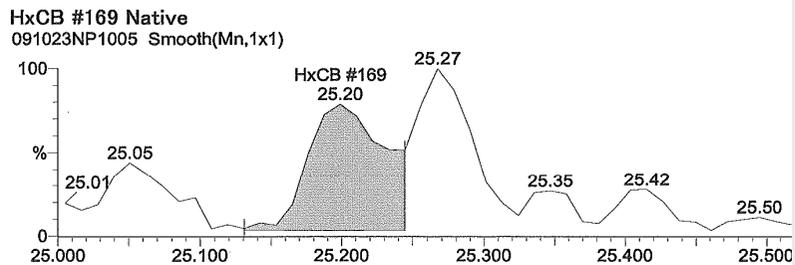
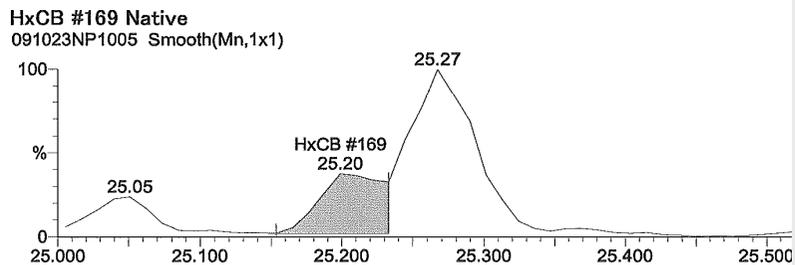
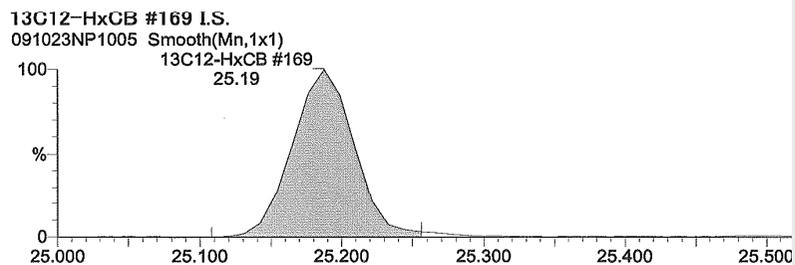
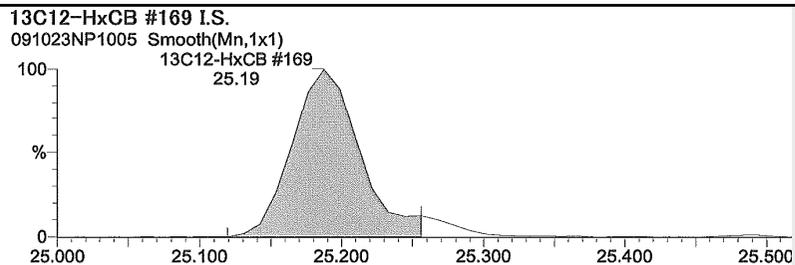
RT: 31.30 - 37.75 SM: 5G



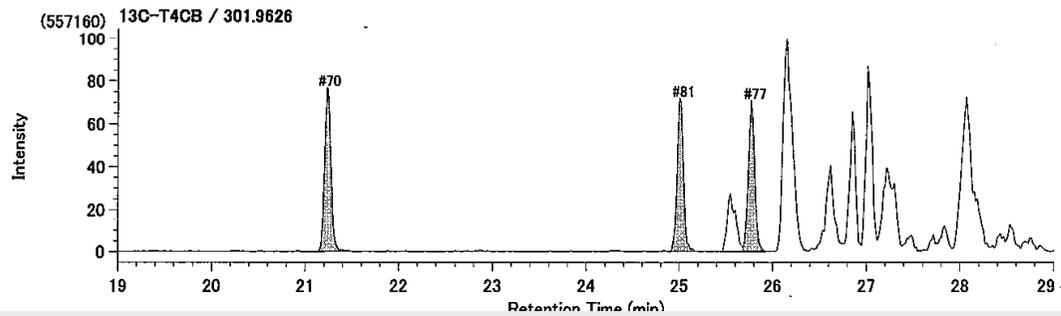
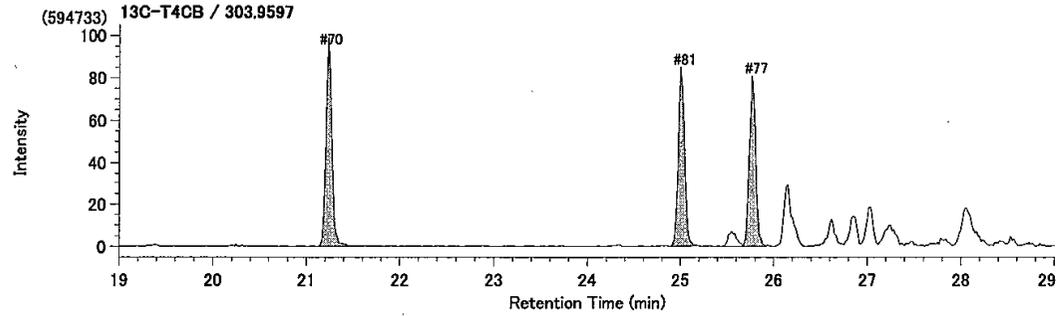
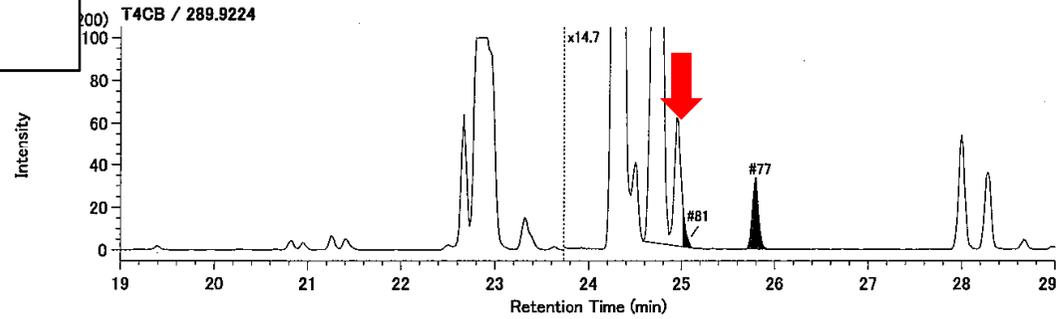
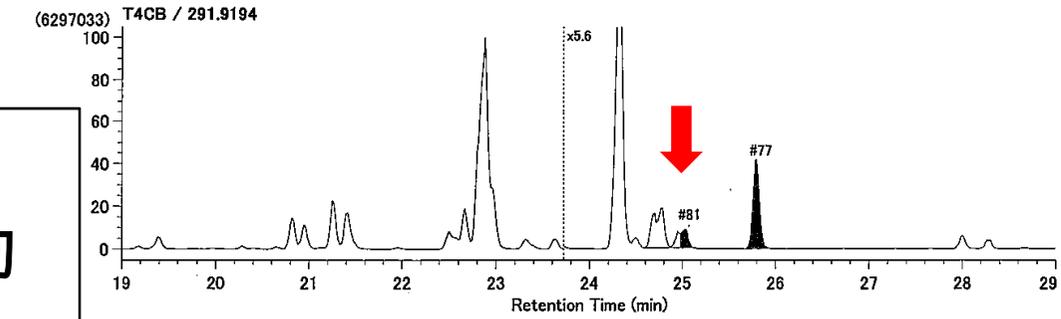
外れ値 (#156 大きい値) ピークエリア取り方不適切 HT8-PCB



外れ値 (#169 大きい値) ピークエリア取り方不適切 HT8-PCB

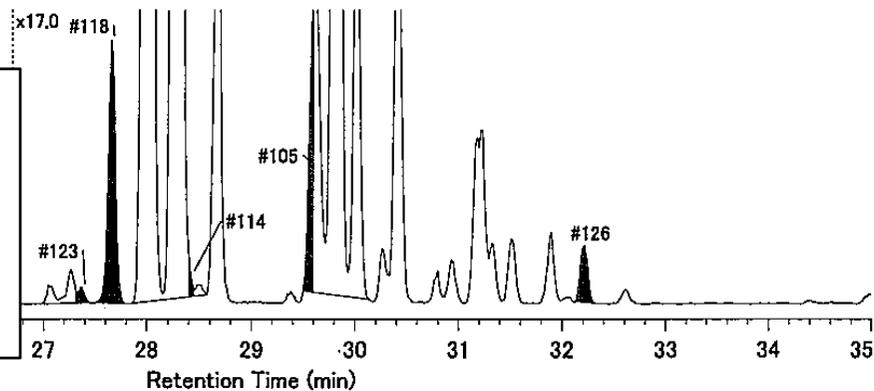


外れ値ではない(#81)
ピークエリア取り方不適切
HT8-PCB



(8833650) P5CB / 325.8804

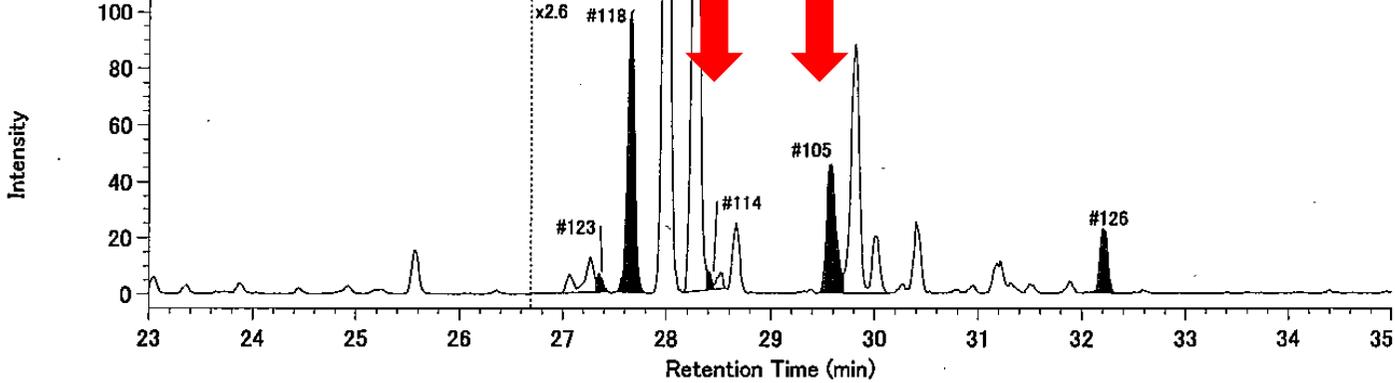
100



外れ値ではない(#114、#105)
ピークエリア取り方不適切
HT8-PCB

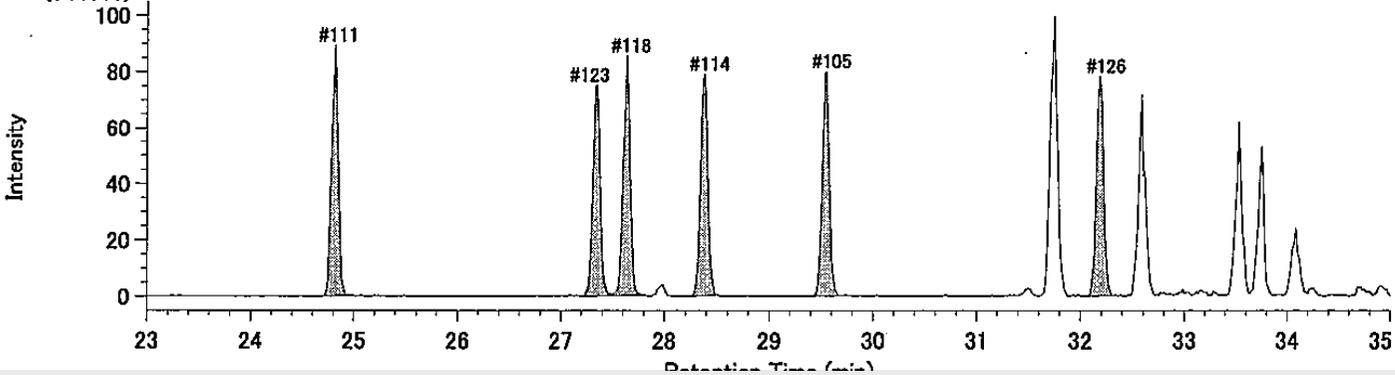
(771969) P5CB / 327.8775

100



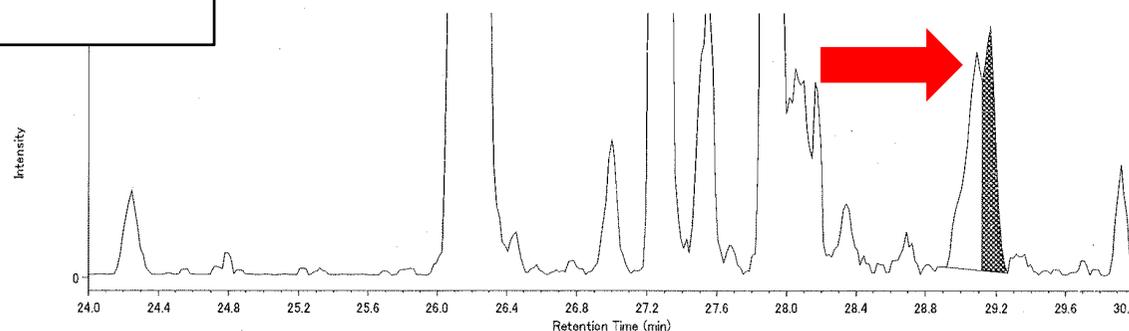
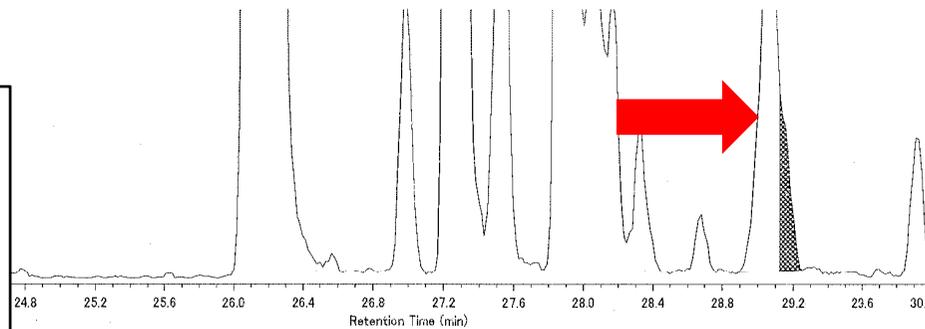
(544303) 13C-P5CB / 337.9207

100

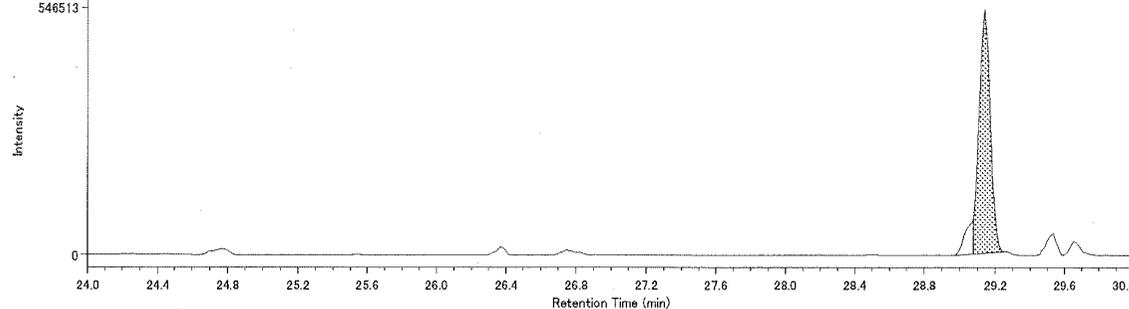


外れ値ではない(#169)
ピークエリア取り方不適切
HT8-PCB

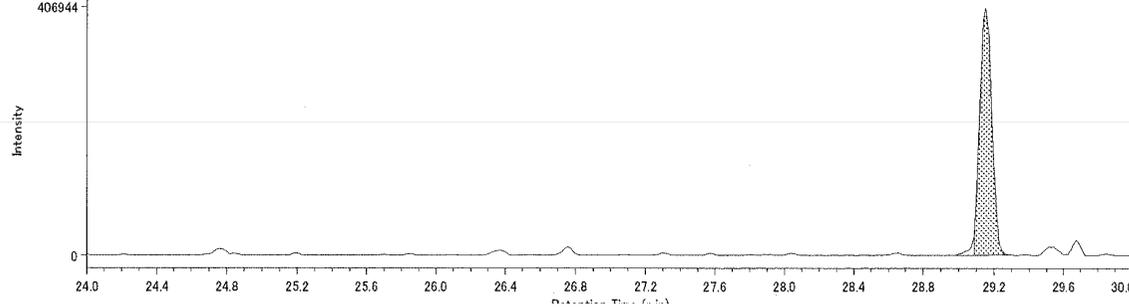
HxCB / 359.9415
121424



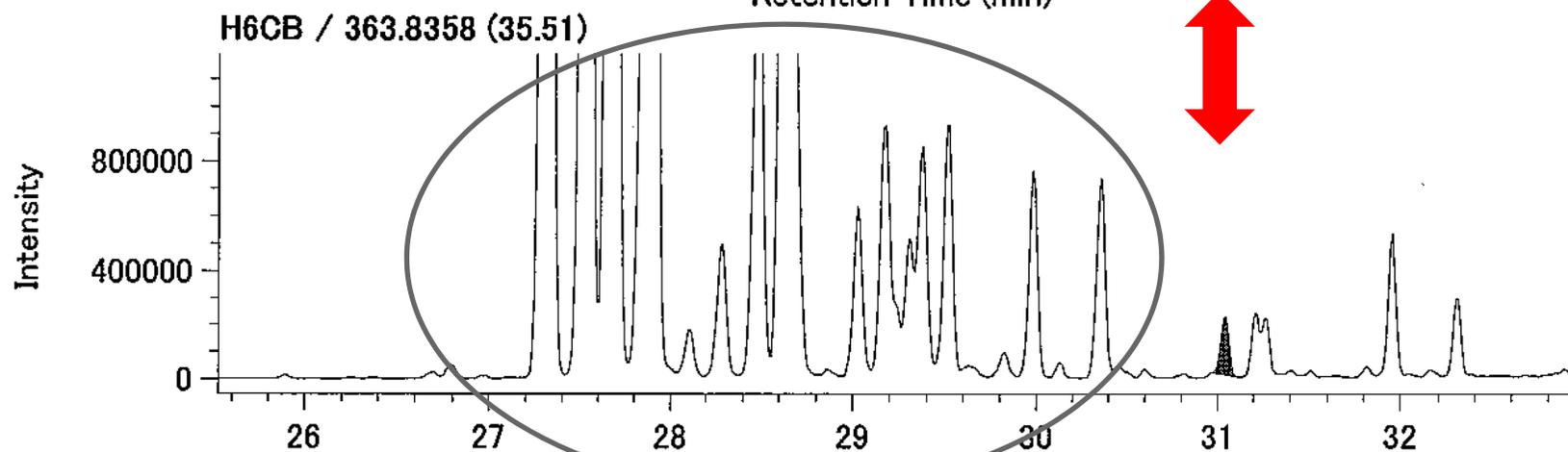
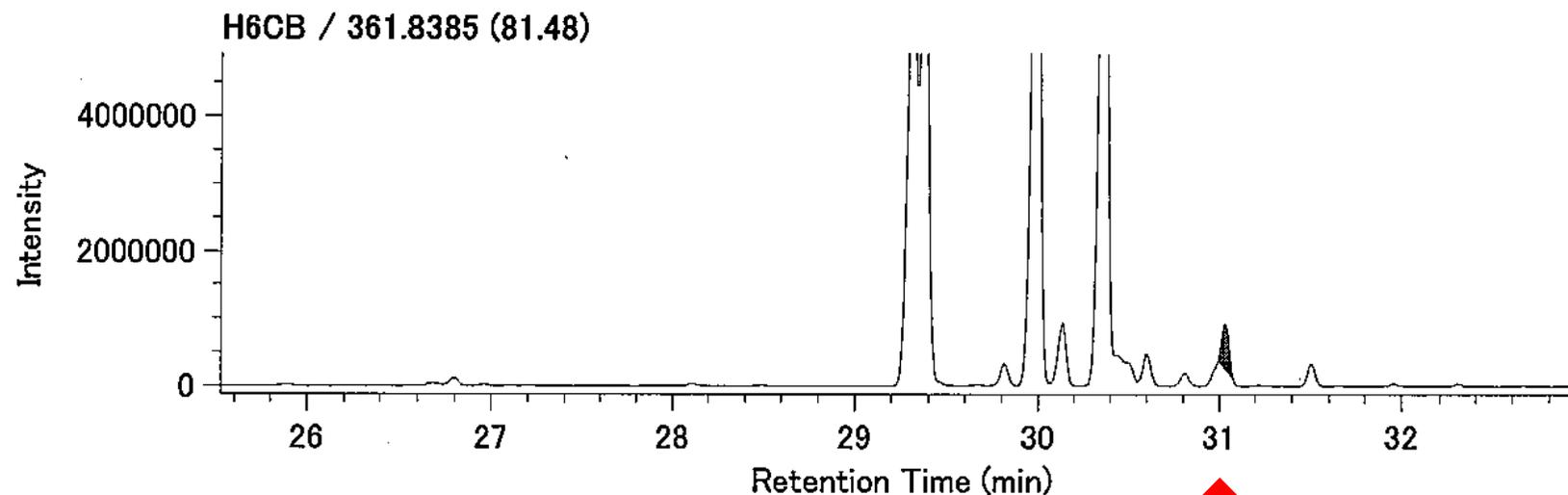
¹³C-HxCB / 371.8817
546513



¹³C-HxCB / 373.8788
406944

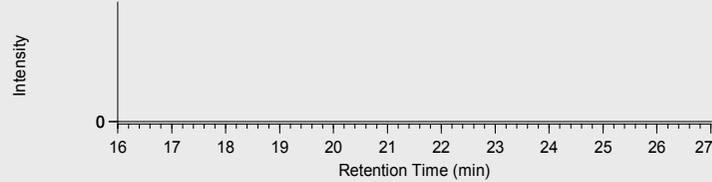


外れ値ではない(#169)
(M+6)363.8358では妨害ピーク多い。(M+2)359.8415を選択すべき。
HT8-PCB

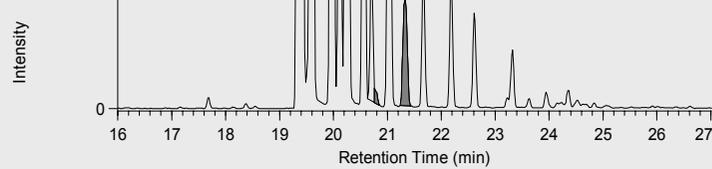


外れ値ではない(**TeCB, PeCB**) 12C, 13Cのどちらのクロマトにも妨害ピークがみられる RH12ms

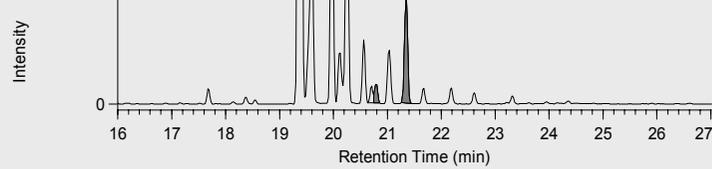
PFK Mass Lock2 / Average



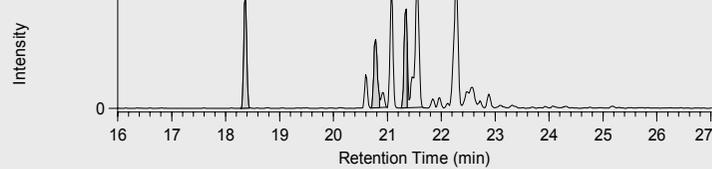
T4CB / 289.9224
67504



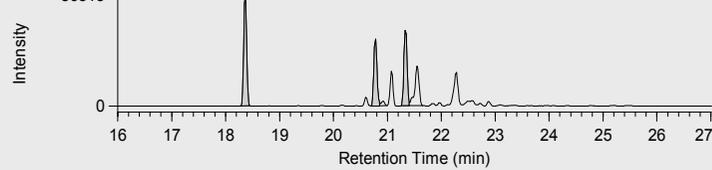
T4CB / 291.9194
58512



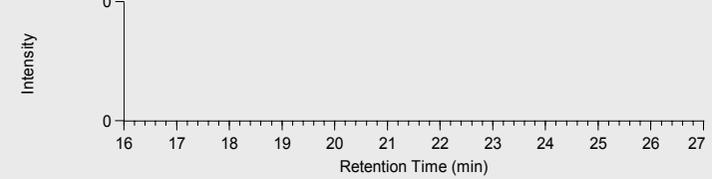
13C-T4CB / 301.9626
69322



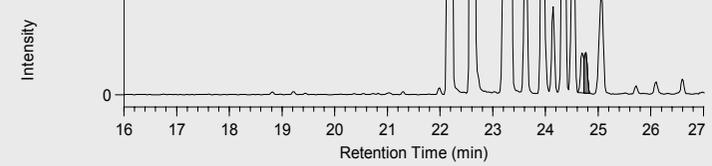
13C-T4CB / 303.9597
86313



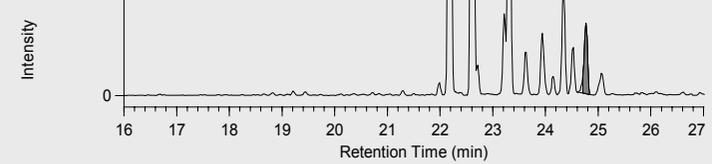
PFK Mass Lock / Average



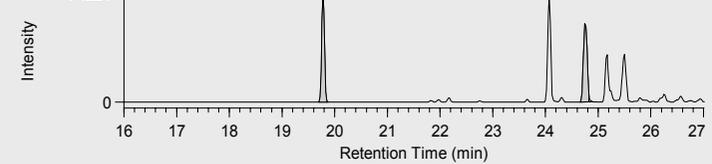
P5CB / 325.8804
28146



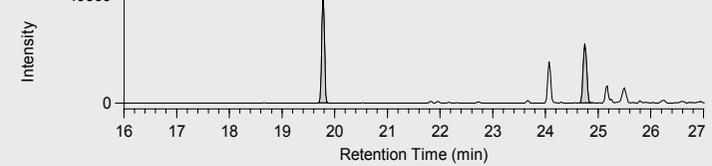
P5CB / 327.8775
11361



13C-P5CB / 337.9207
74221

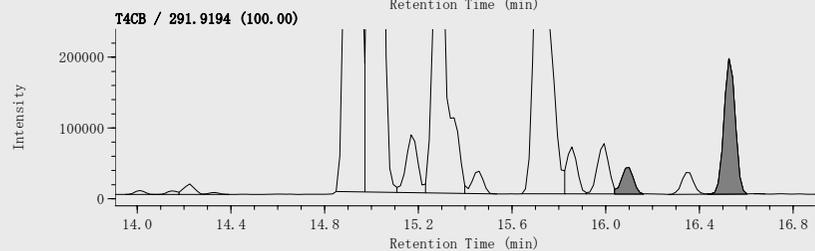
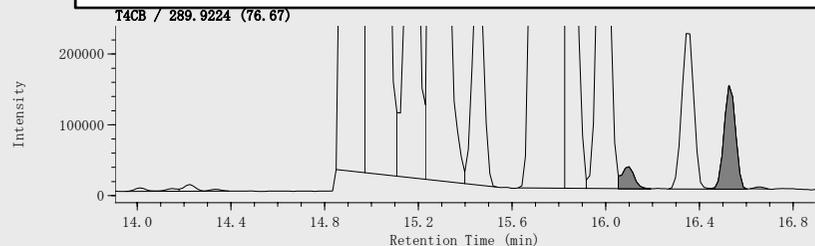


13C-P5CB / 339.9178
49369

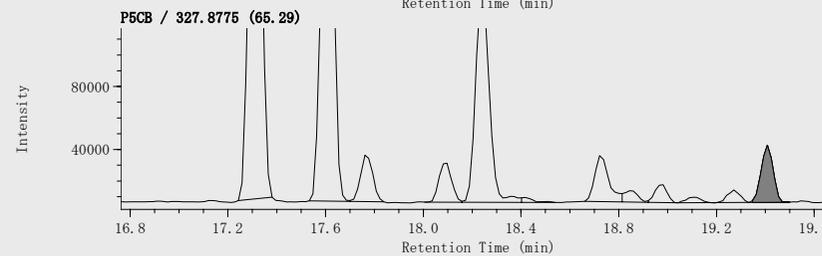
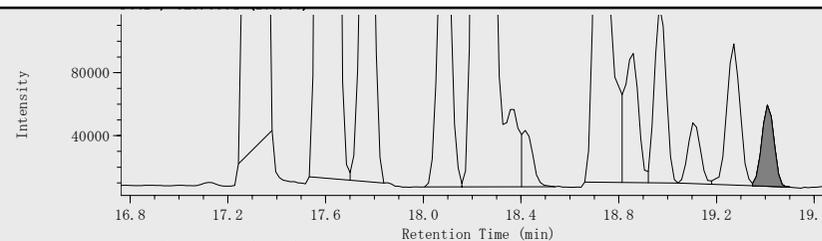
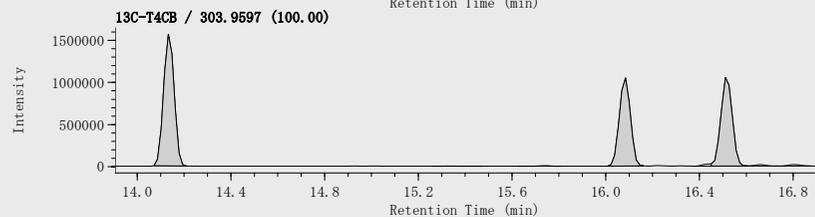
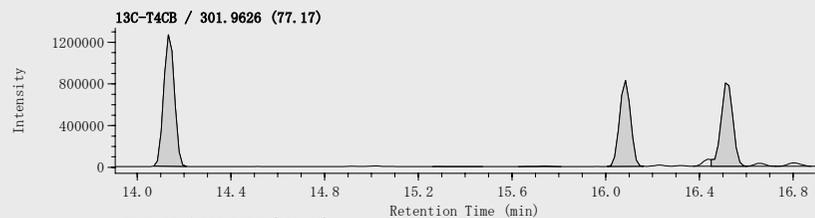
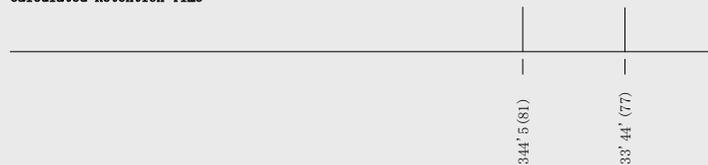


外れ値ではない (TeCB, PeCB) 12C のクロマトに妨害ピークがみられる HT8-PCB

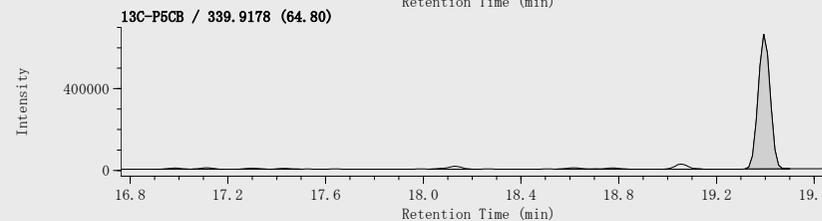
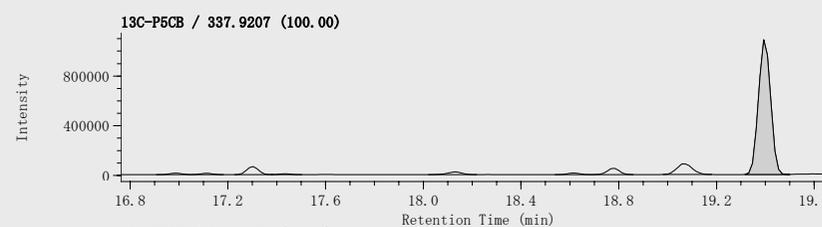
DQ Main
DqDat
Injec



Calculated Retention Time

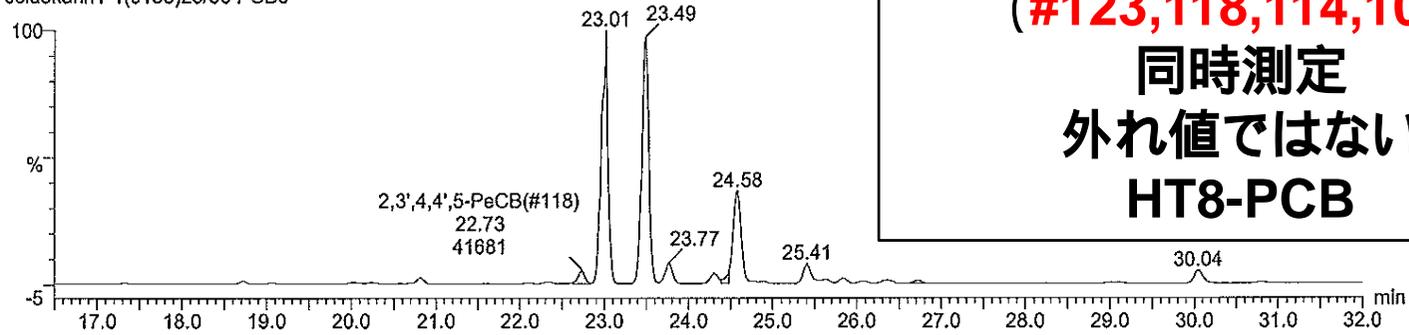


Calculated Retention Time



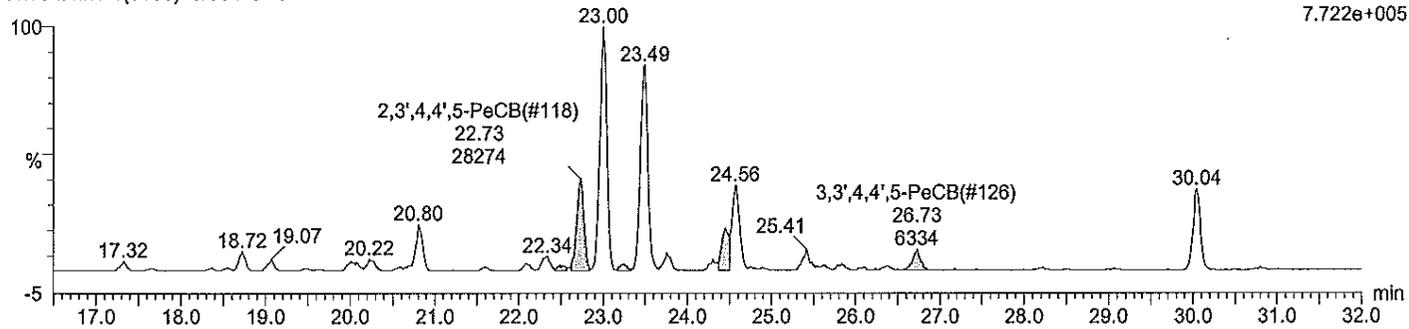
ノンオルト(#126)と
モノオルト
(#123,118,114,105)
同時測定
外れ値ではない
HT8-PCB

Totals-PeCBs
091020-A08
seidokanri1-1(0133)25/50 PCB3



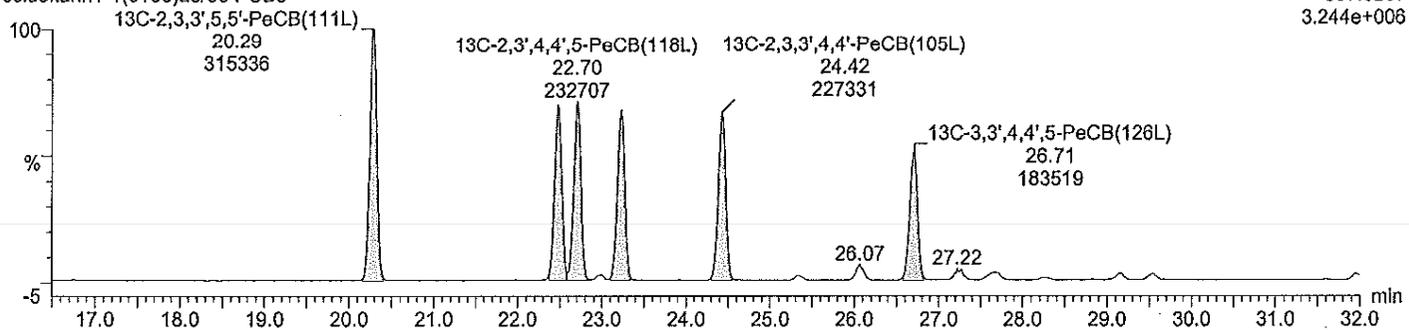
Totals-PeCBs
091020-A08
seidokanri1-1(0133)25/50 PCB3

Voltage SIR,EI+
327.8775
7.722e+005



Totals 13C PeCB
091020-A08
seidokanri1-1(0133)25/50 PCB3

Voltage SIR,EI+
337.9207
3.244e+006

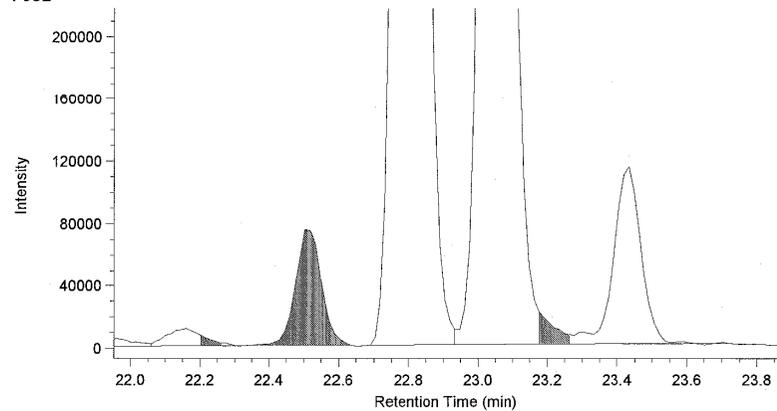


外れ値ではない(#123,114)
エリアの取り方不適切
DB5

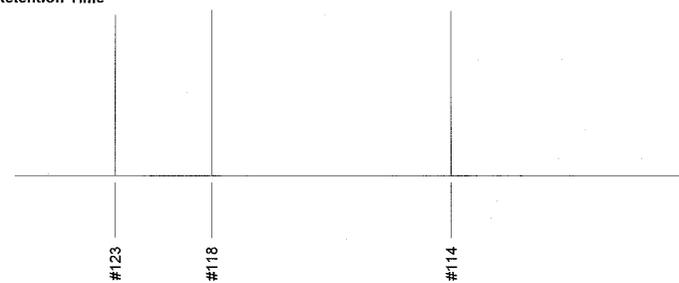
DQ Main View

DqData : C:\DioK\2009-Sep\MethodData\10-27-PCB\10-27-PCB
Injection : L715

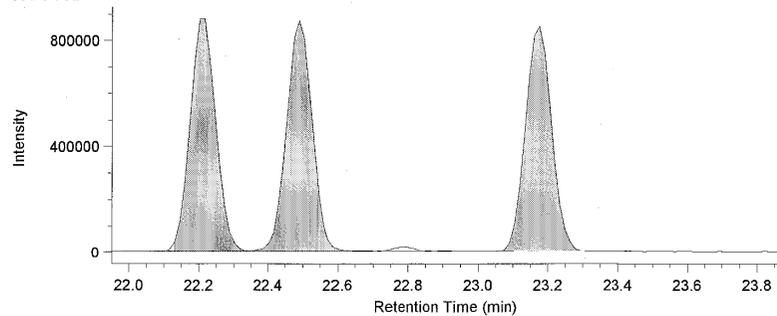
P5CB



Calculated Retention Time

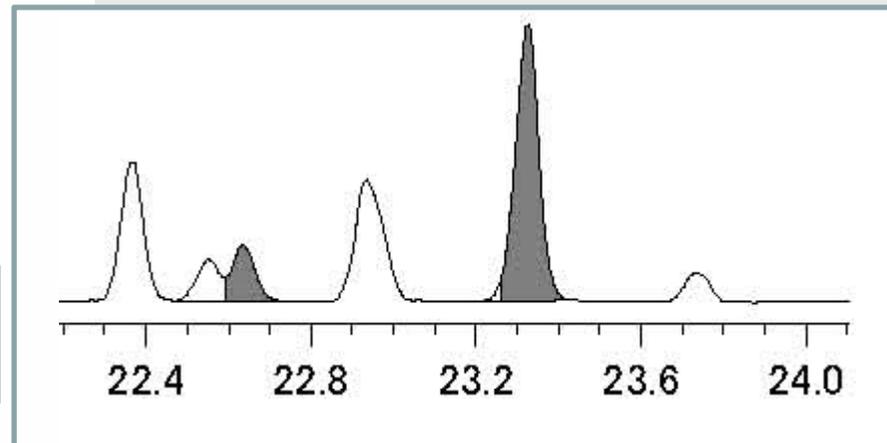
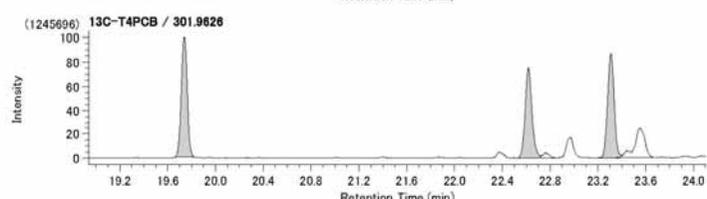
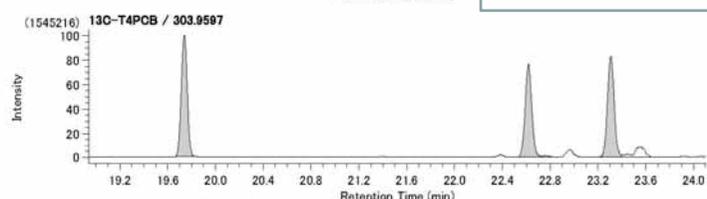
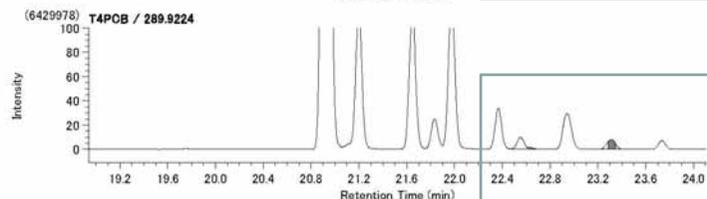
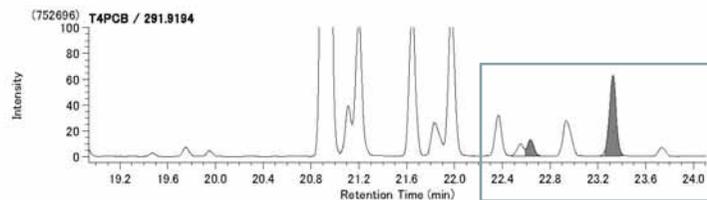
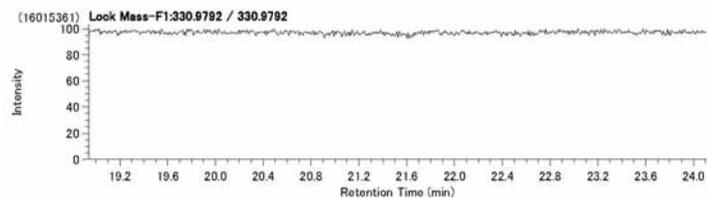


13C-P5CB



Compound View

DqData: N09OCT22 0. Injection= VL59DR (UNK)
Original: n09oct22s003.cdf. InjectionNo= 3. Sample= . Date= 2009/10/22 13:8:54



外れ値ではない(#81,77)
エリアの取り方不適切
RH12ms

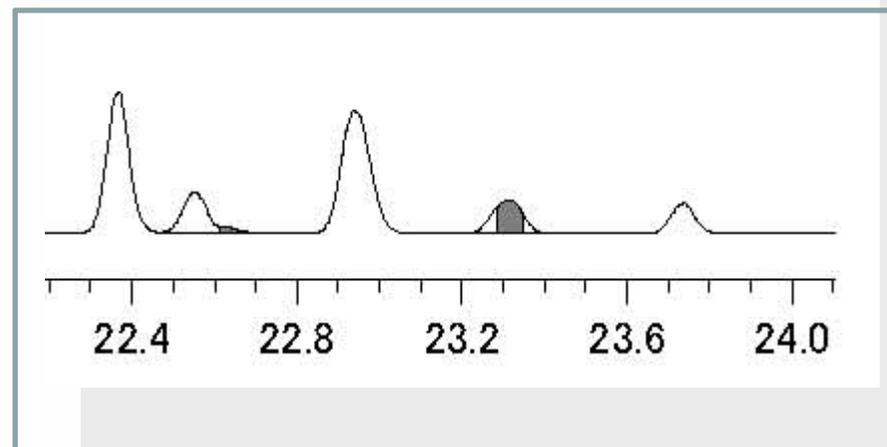
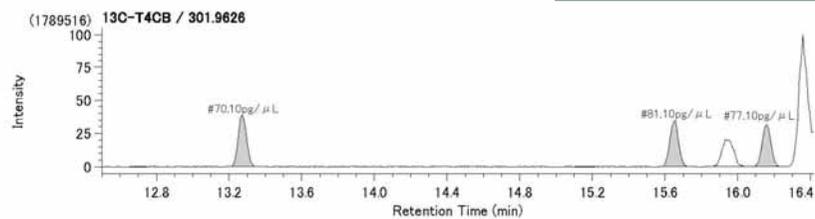
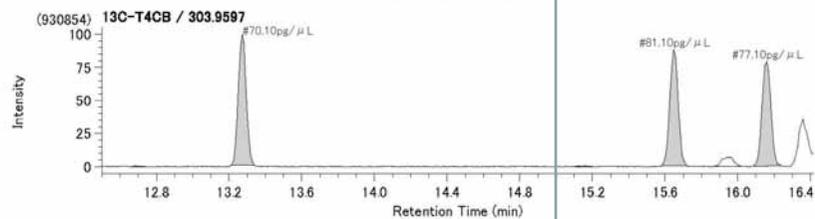
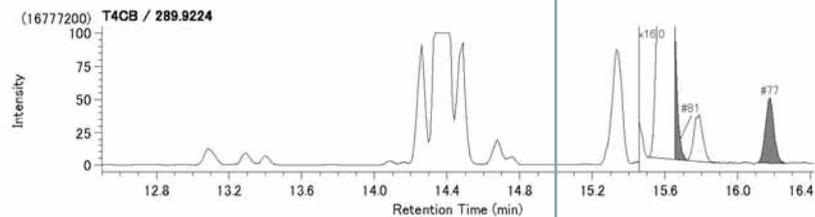
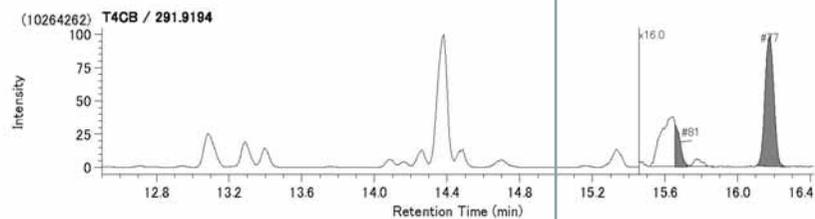


図 廃棄物(ばいじん)試料 TeCBs の S I M クロマトグラム
測定条件: <GC/MS 2>

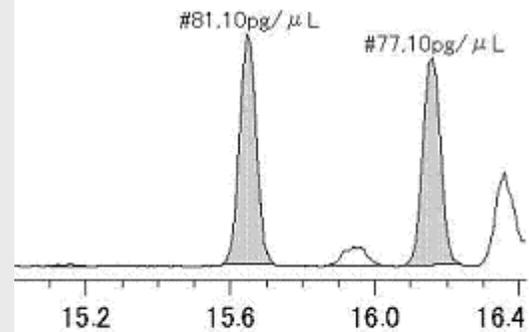
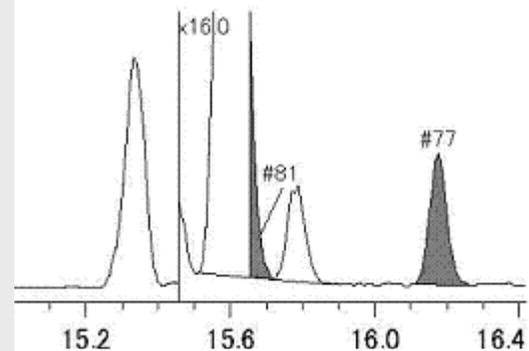
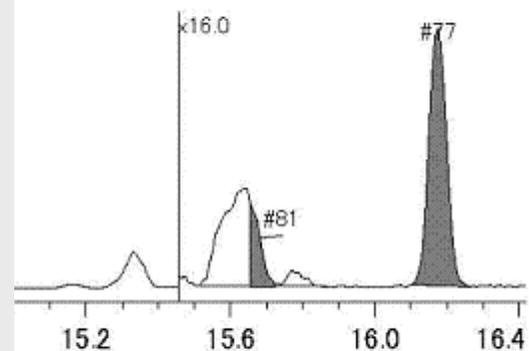
試料：廃棄物（ばいじん）試料

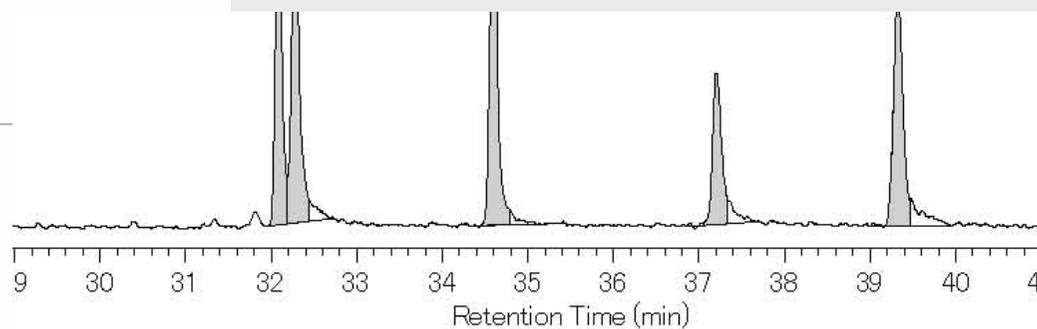
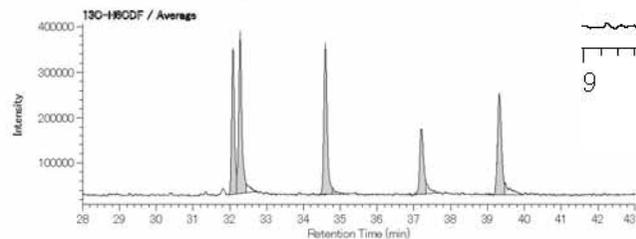
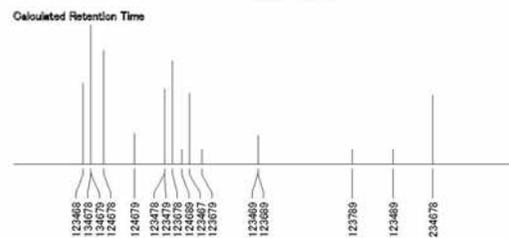
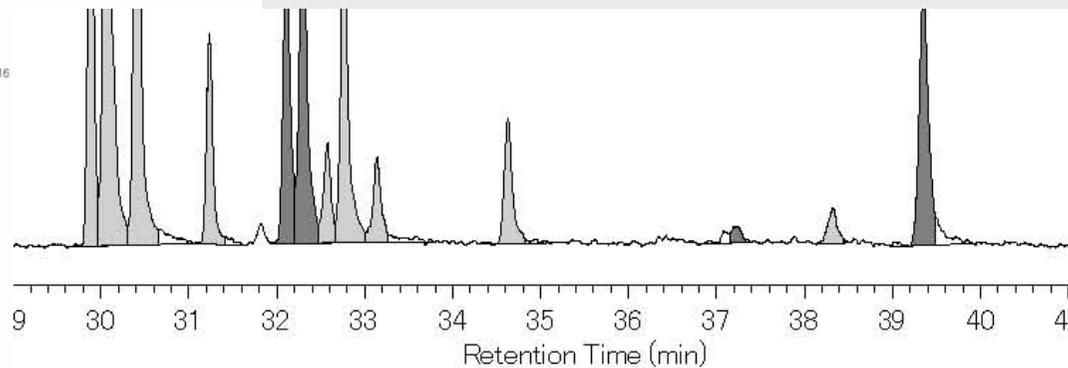
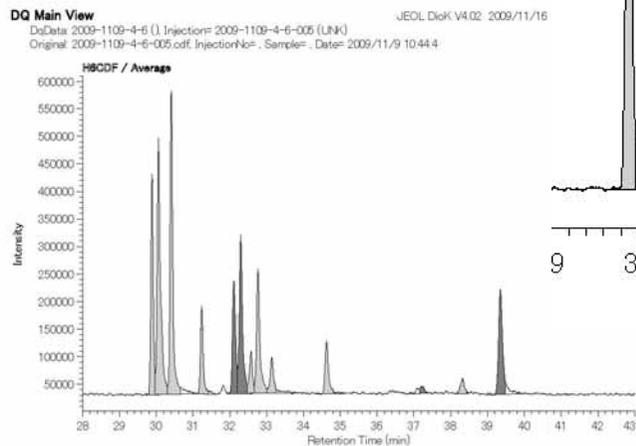
注入量 1 μ L

カラム：BPX-DXN(GC/MS1)



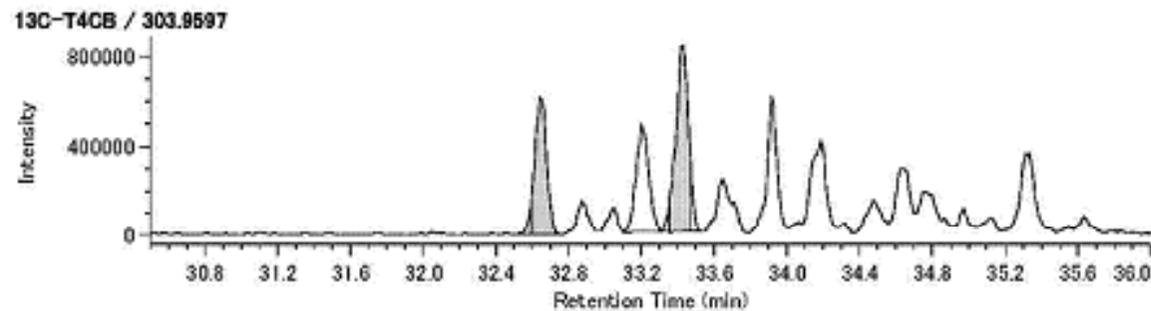
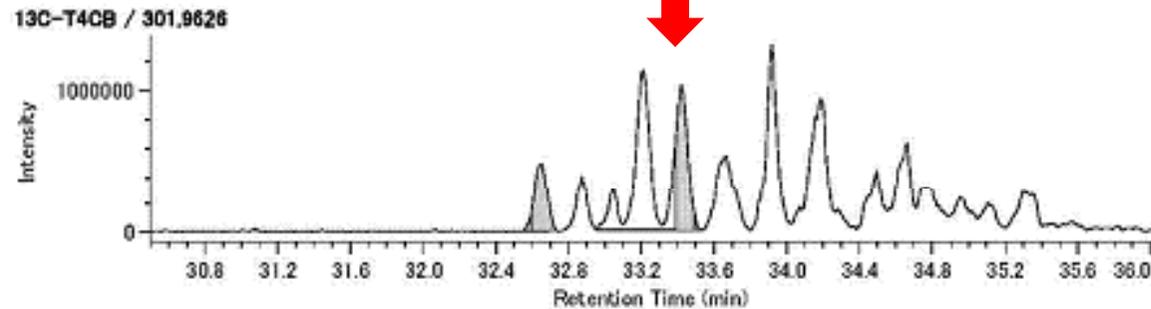
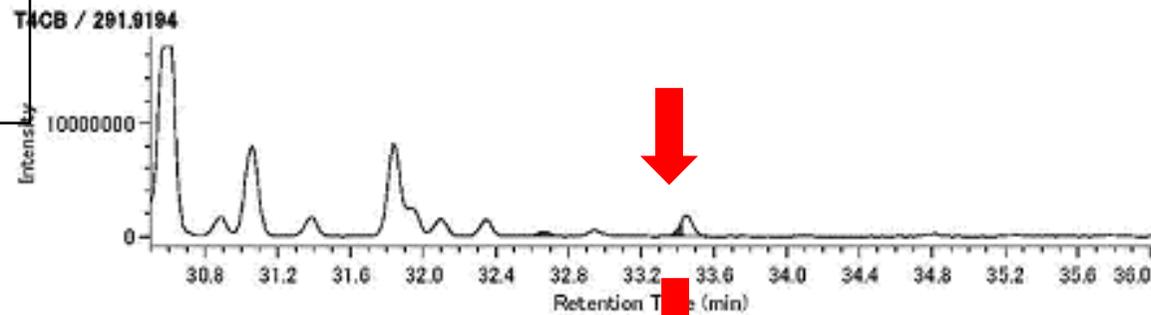
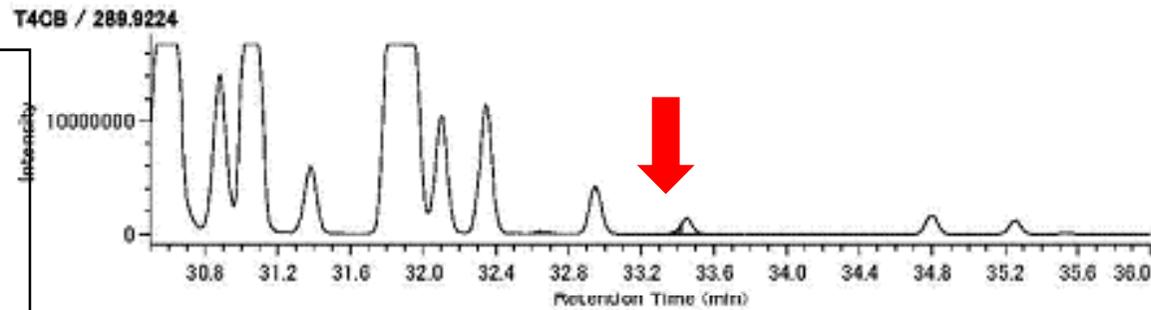
外れ値ではない(#81)
エリアの取り方不適切
RH12ms





**テーリング(カラムの劣化、昇温条件の再考など)
RH12ms**

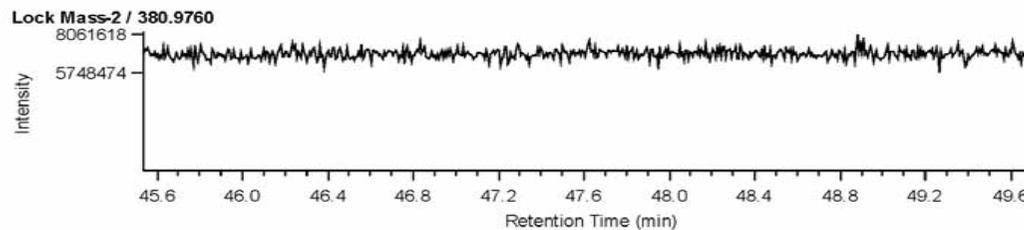
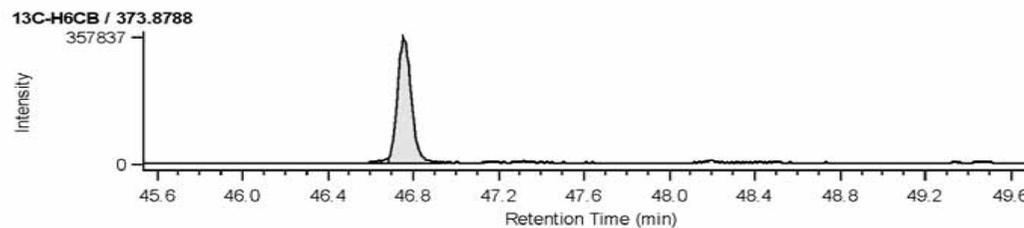
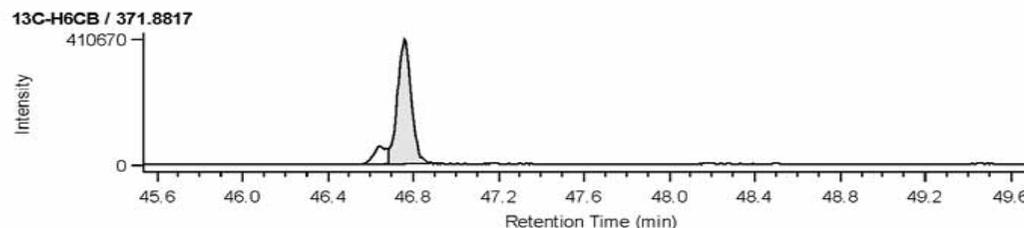
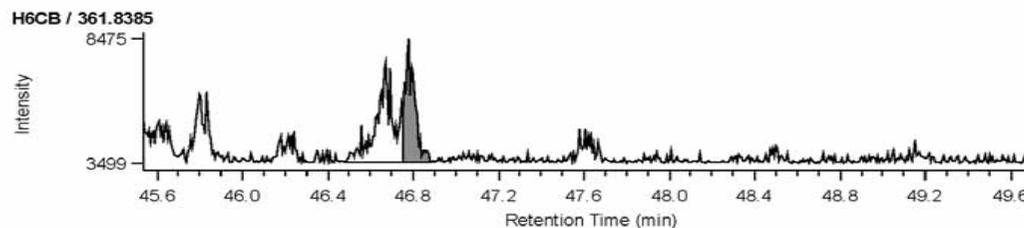
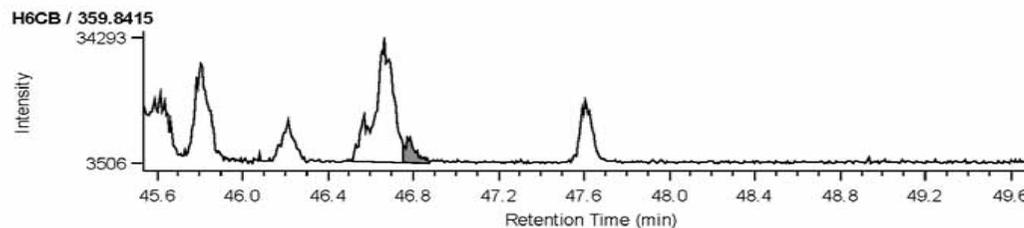
外れ値 (#77 大きい値)
12Cと13Cでの
ピークエリアの
取り方が不適切
HT8-PCB



外れ値ではない(#169)
ピーク形状が違う
HT8-PCB

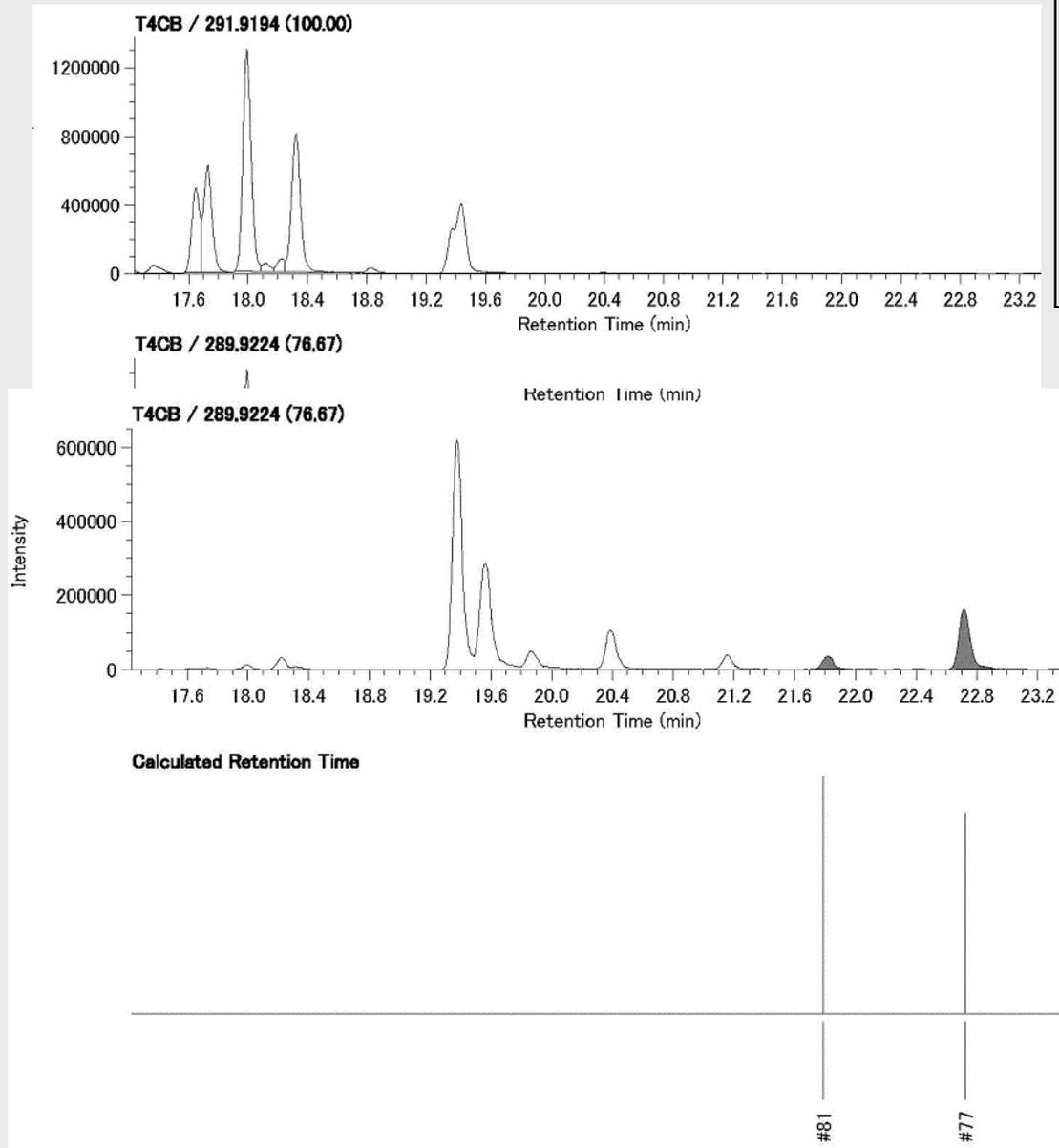
Compound View

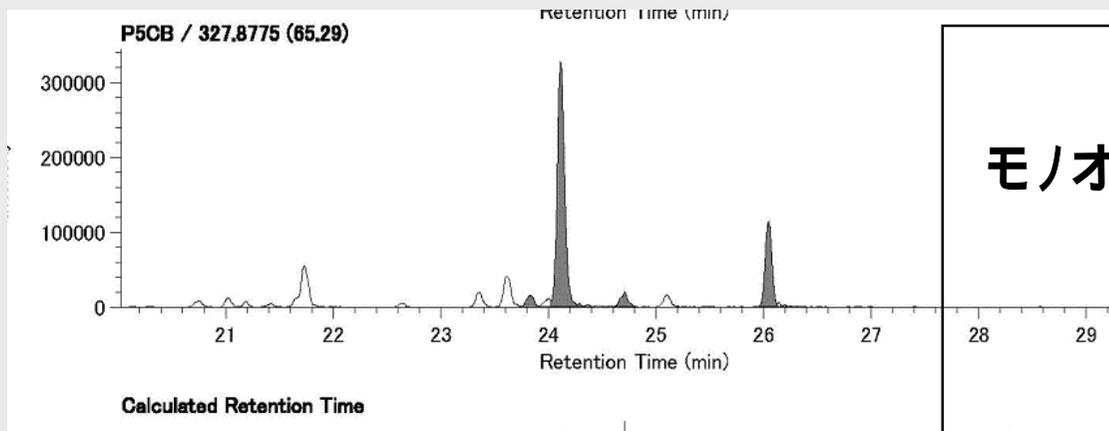
DqData : C:\DiokData\Sample\2009-10\Fr-DL-PCBs7\6-091027-001
Injection : A-0924-1



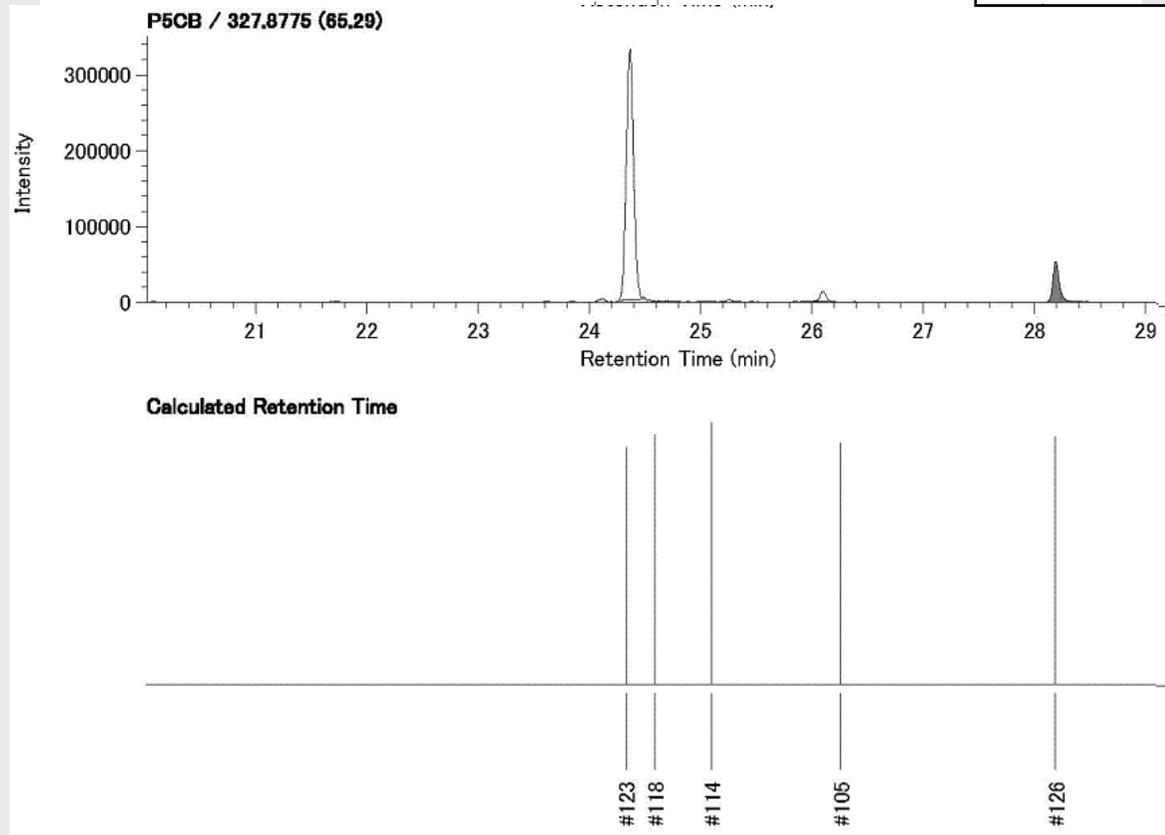
適切なクロマトグラムの例

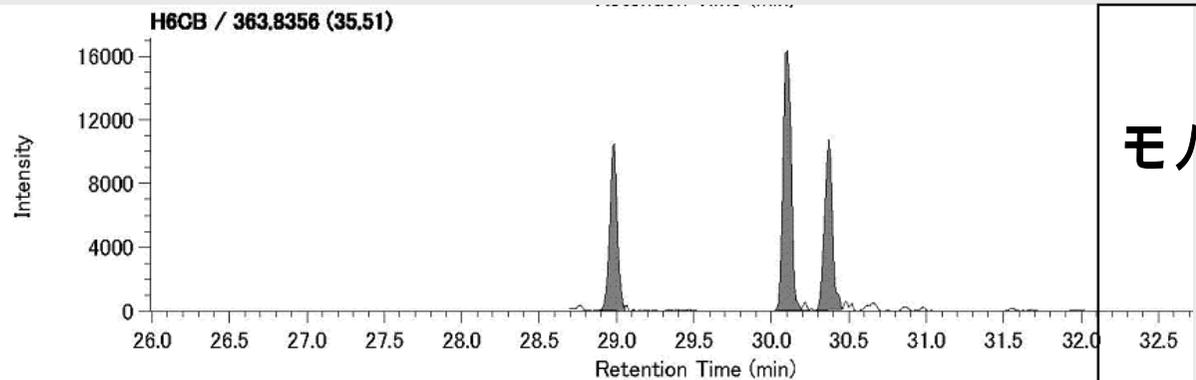
適切なクロマトグラム
一般**TeCB**と
ノンオルト(**#81,77**)を
分画したもの
HT8-PCB



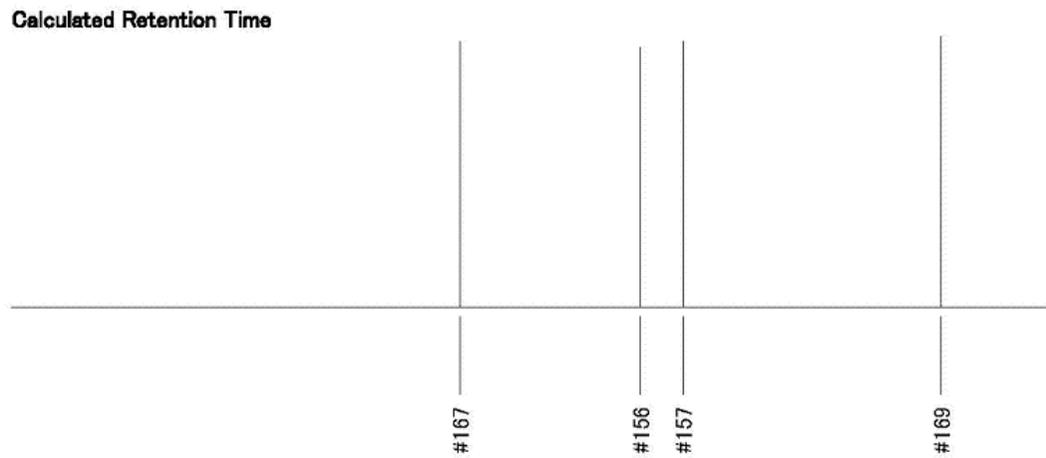
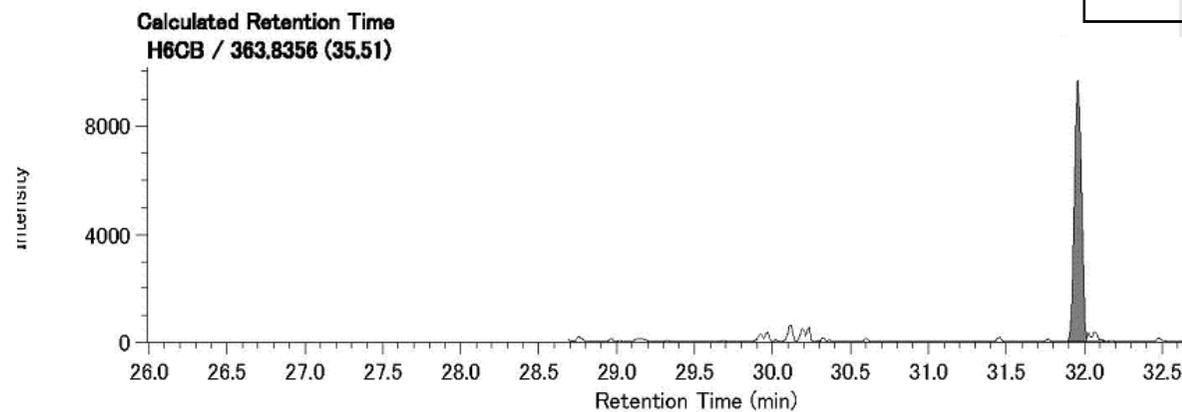


適切なクロマトグラム
 モノオルト(#123,118,114,105)と
 ノンオルト(#126)を
 分画したものの
 HT8-PCB





適切なクロマトグラム
モノオルト(#167,156,157)と
ノンオルト(#169)を
分画したものの
HT8-PCB



要因別の解析:TEQに関する解析

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	56	1	5	2	9
1.2 無	67	0	8	2	20
2.1 ISO 14001 有	58	1	7	1	13
2.2 無	65	0	6	3	16
3.1 ISO 17025 有	45	0	1	1	8
3.2 無	78	1	12	3	21
4.1 MLAP 有	100	1	8	2	21
4.2 無	23	0	5	2	8
5.1 環境省受注資格 有	56	0	3	0	8
5.2 無	67	1	10	4	21
6.1 1~5のいずれかを取得	108	1	11	2	24
6.2 いずれもなし	15	0	2	2	5

要因別の解析: 異性体濃度に関する解析

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-PCDFs (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10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
PCDFs	1,2,3,7,8-PeCDF	43	75
	2,3,4,7,8-PeCDF	112	2
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	44	74
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	112	2
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	104	10
DL-PCB ノンオルト	3,3',4,4',5-PeCB	113	1
	3,3',4,4',5,5'-HxCB	113	2
DL-PCB モノオルト	2,3',4,4',5-PeCB	112	3
	2,3,3',4,4'-PeCB	110	4
	2,3,4,4',5-PeCB	110	4

異性体濃度に関する解析

1,2,3,7,8-PeCDF

ピーク分離・定量	外れ値棄却後の結果				外れ値 回答数
	回答 数	平均値 (ng/g)	室内精度		
			S.D. (ng/g)	CV %	
1. 単独で定量	43	0.0150	0.00181	12.1	0
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)	75	0.0189	0.00209	11.1	0

注) 精度の違いは水準間みられないが、偏り(平均値の差)は以下の水準間認められる(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	外れ値棄却後の結果				外れ値 回答数
		回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		
				S.D. (ng/g)	CV %	
単独で定量	1.BPX-DXN	34	0.0149	0.00191	12.9	0
	2.BPX-DXN1	3	0.0141	0.00142	10.1	0
	3.DB5(MS)	2	0.0153	-	-	0
	4.RH12(MS)	4	0.0163	0.000957	5.9	0
重なっている 異性体あり	5.CP-Si I 88	8	0.0195	0.00199	10.2	0
	6.RTX-2330	1	0.0180	-	-	0
	7.SP2331	66	0.0189	0.00212	11.2	0

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5、1と7、2と5、2と7、4と5、4と7

異性体濃度に関する解析

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

ピーク分離・定量	外れ値棄却後の結果				外れ値 回数
	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		
			S.D. (ng/g)	CV %	
1. 単独で定量	44	0.00822	0.00132	16.0	0
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)	74	0.00954	0.00119	12.5	0

注)精度の違いは水準間みられませんが、偏り(平均値の差)は以下の水準間認められる(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	外れ値棄却後の結果				外れ値 回答数
		回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		
				S.D. (ng/g)	CV %	
単独で定量	1. BPX-DXN	34	0.00819	0.00129	15.8	0
	2. BPX-DXN1	3	0.00792	0.000693	8.8	0
	3. DB5 (MS)	2	0.00808	-	-	0
	4. DB17 (MS, HT)	1	0.00760	-	-	0
	5. RH12 (MS)	3	0.00787	0.00119	15.1	0
	6. SP2331	1	0.0120	-	-	0
重なっている 異性体あり	7. BPX-DXN	1	0.00900	-	-	0
	8. CP-Sil88	8	0.00968	0.00124	12.9	0
	9. Rtx2330	1	0.00960	-	-	0
	10. SP2331	64	0.00953	0.00121	12.7	0

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8、1と10、2と8、2と10、5と10

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	外れ値棄却後の結果				外れ値 回答数
	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		
			S.D. (ng/g)	CV %	
1. 単独で定量	102	0.0111	0.00130	11.7	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(1例)、不 明(2例))	9	0.0117	0.00200	17.1	1

注) 偏り (平均値の差) は水準間みられませんが、精度の違いは以下の水準間認められる (両側危険率5%)。

精度: 1と2

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	外れ値棄却後の結果				外れ値 回答数
		回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		
				S.D. (ng/g)	CV %	
単独で定量	1.BPX-DXN	17	0.0108	0.00137	12.7	0
	2.BPX-DXN	1	0.0120	-	-	0
	3.CP-Si188	9	0.0112	0.00115	10.2	0
	4.DB17(MS、HT)	4	0.0109	0.000943	8.6	0
	5.RH12(MS)	5	0.0110	0.000743	6.8	1
	6.Rt2330	1	0.0120	-	-	0
	7.SP2331	65	0.0112	0.00138	12.4	1
重なっている 異性体あり	8.BPX-DXN	7	0.0118	0.00190	16.1	1
	9.BPX-DXN1	1	0.00870	-	-	0
	10.DB17(MS、HT)	1	0.0140	-	-	0
	11.RH12(MS)	1	0.0120			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

1,2,3,7,8,9-HxCDF

: 重なっている異性体は少ない

ピークの分離・定量	外れ値棄却後の結果				外れ値 回答数
	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		
			S.D. (ng/g)	CV %	
1. 単独で定量	110	0.00107	0.000279	28.1	2
2. 重なっている異性体あり (異性体名 : 1,2,3,6,8,9-HxCDF * 1,2,3,4,6,9-HxCDF **)	1	0.00100	-	-	1

*使用カラムは、BPX-DXNである。 **使用カラムはBPX-DXNであり、外れ値となっている。

異性体濃度に関する解析

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

: 重なっている異性体は少ない

ピークの変離・定量	外れ値棄却後の結果				外れ値 回答数
	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		
			S.D. (ng/g)	CV %	
1. 単独で定量	112	0.00969	0.00114	11.8	1
2. 重なっている異性体あり (異性体名: 1,2,7,8-TeCDD) *	1	0.0110	-	-	0

*使用カラムは、BPX-DXNである。

異性体濃度に関する解析

3,3',4,4',5,5'-HxCB

: 重なっている異性体は少ない

ピークの分離・定量	外れ値棄却後の結果				外れ値 回答数
	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		
			S.D. (ng/g)	CV %	
1. 単独で定量	104	0.00247	0.000375	15.2	10
2. 重なっている異性体あり (異性体名：不明が2回答) *	1	0.00230	-	-	1

* : 使用カラムはHT8(PCB)である。

異性体濃度に関する解析

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

: 重なっている異性体は少ない

ピークの分離・定量	外れ値棄却後の結果				外れ値 回答数
	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		
			S.D. (ng/g)	CV %	
1. 単独で定量	108	0.0329	0.00331	10.1	4
2. 重なっている異性体あり (異性体名: すべての回答とも #106(2,3,3',4,5-PeCB) *	2	0.0365	-	-	1

* : 使用カラムはすべてHT8(PCB)である。

異性体濃度に関する解析

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

: 重なっている異性体は少ない

ピークの変離・定最	外れ値棄却後の結果				外れ値 回答数
	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		
			S.D. (ng/g)	CV %	
1. 単独で定最	105	0.0141	0.00211	15.0	5
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) *)	3	0.0158	0.00226	14.2	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) *: 使用カラムはすべてHT8(PCB)である。

異性体濃度に関する解析

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

: 重なっている異性体は少ない

ピーク分離・定量	外れ値棄却後の結果				外れ値 回答数
	回答 数	平均値 (ng/g)	室間精度		
			S.D. (ng/g)	CV %	
1. 単独で定量	104	0.00241	0.000337	14.0	6
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	0.00253	0.0000577	2.3	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) *: 使用カラムはすべてRH12(MS)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	ナノ溶液調製試料	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(ナノ溶液) 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
21	ばいじん試料	124	129	公定法による抽出が123回答 その他2

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	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	61	25.9 (26)	22.7
			後	61	25.9 (26)	22.7
13	ばいじん試料	PCDDs & PCDFs	前	153	73.7 (74)	12.5
			後	148	74.1 (74)	9.0
		DL-PCB	前	153	0.463 (0.44)	67.1
			後	151	0.467 (0.44)	12.9
	PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前	153	74.2 (75)	12.3	
		後	148	74.5 (75)	9.0	
14	ばいじん試料 A	PCDDs & PCDFs	前	77	0.0278 (0.031)	32.4
			後	77	0.0278 (0.031)	32.4
		DL-PCB	前	77	0.000861 (0.00079)	86.4
			後	74	0.000758 (0.00079)	19.6
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前	77	0.0288 (0.031)	32.3
			後	77	0.0288 (0.031)	32.3
	ばいじん試料 B	PCDDs & PCDFs	前	81	0.0207 (0.021)	31.9
			後	79	0.0200 (0.021)	24.1
		DL-PCB	前	81	0.000546 (0.00048)	57.1
			後	75	0.000486 (0.00048)	12.9
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前	81	0.0214 (0.022)	32.2
			後	79	0.0206 (0.021)	23.8
	ばいじん試料 C	PCDDs & PCDFs	前	83	0.0144 (0.015)	28.5
			後	83	0.0144 (0.015)	28.5
		DL-PCB	前	83	0.000346 (0.00034)	31.4
			後	80	0.000347 (0.00034)	20.3
	PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前	83	0.0147 (0.015)	28.0	
		後	83	0.0147 (0.015)	28.0	
ばいじん試料 D	PCDDs & PCDFs	前	73	0.0137 (0.013)	33.4	
		後	70	0.0129 (0.013)	20.2	
	DL-PCB	前	73	0.000348 (0.00028)	119	
		後	66	0.000284 (0.00028)	18.0	
	PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前	73	0.0140 (0.013)	33.3	
		後	70	0.0133 (0.013)	20.2	
20	ばいじん試料 (公定法による抽出)	PCDDs & PCDFs	前	127	1.66 (1.1)	385
			後	123	1.09 (1.1)	8.9
		DL-PCB	前	127	0.0324 (0.024)	295
			後	123	0.0239 (0.024)	9.9
	PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前	127	1.69 (1.1)	387	
		後	123	1.11 (1.1)	9.0	
21	ばいじん試料 (公定法による抽出)	PCDDs & PCDFs	前	123	0.325 (0.33)	7.5
			後	122	0.324 (0.33)	7.1
		DL-PCB	前	123	0.00103 (0.0010)	21.1
			後	119	0.00128 (0.0010)	12.2
	PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前	123	0.326 (0.33)	7.4	
		後	122	0.325 (0.33)	7.1	

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	回答数	平均値 (中央値) ng/g	室間精度 CV%
10	底質試料 (海域)	PCDDs & PCDFs	前	59	0.112 (0.096)	81.1
			後	54	0.0946(0.095)	19.2
12	底質試料 (湖沼)	PCDDs & PCDFs	前	126	0.00960 (0.0084)	111.1
			後	121	0.00839 (0.0084)	14.6
		DL-PCB	前	123	0.000636(0.00047)	263.6
			後	116	0.000474(0.00047)	18.8
PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前	123	0.0102 (0.0089)	107.3		
	後	118	0.00887(0.0088)	14.9		
18	底質試料 (海域) (公定法による抽出)	PCDDs & PCDFs	前	147	0.584 (0.12)	944
			後	144	0.123 (0.12)	9.4
		DL-PCB	前	147	0.860 (0.041)	1150
			後	142	0.0409 (0.041)	9.7
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前	147	1.47 (0.16)	1070
			後	144	0.164 (0.16)	8.6
19	底質試料 (海域) (公定法による抽出)	PCDDs & PCDFs	前	145	0.0388 (0.038)	21.7
			後	143	0.0380 (0.038)	8.4
		DL-PCB	前	145	0.0144 (0.014)	8.4
			後	145	0.0144 (0.014)	8.4
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前	145	0.0532 (0.053)	15.6
			後	143	0.0524 (0.052)	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 回数	回答 数	平均値 (中央値) ng/ml	室間精度 CV%
11	17溶液 調製試料 (標準液 試料)	PCDDs & PCDFs	前	96	29.3 (29)	20.0
			後	93	28.9 (29)	11.8
12	標準液試 料 A	PCDDs & PCDFs	前	62	15.5 (12)	171.1
			後	58	12.1 (12)	10.3
	標準液試 料 B	PCDDs & PCDFs	前	64	10.0 (10)	16.8
			後	61	10.2 (10)	9.7
17	ばいじん 抽出液試 料	PCDDs & PCDFs	前	160	2.80 (0.41)	1081.3
			後	155	0.405 (0.41)	5.9
		DL-PCB	前	159	0.0342 (0.0045)	1093.0
			後	152	0.00454 (0.0045)	8.4
		PCDDs & PCDFs + DL-PCB	前	160	2.83 (0.41)	1081.6
			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	61	3.39 (2.3)	97.7
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	後	59	2.89 (2.3)	66.5
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	23.4 ~ 84.3
			後	-	-	20.8 ~ 33.6
13	ばいじん 試料	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	153	4.09 (3.2)	73.8
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	後	136	3.18 (3.2)	30.1
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	14.3 ~ 81.5
			後	-	-	11.8 ~ 22.8
14	ばいじん 試料 A	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	63	0.00153 (0.0014)	66.6
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	後	60	0.00136 (0.0014)	47.0
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	29.2 ~ 146.0
			後	-	-	22.4 ~ 68.0
	ばいじん 試料 B	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	63	0.00159 (0.00095)	234.7
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	後	60	0.000916 (0.00093)	41.9
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	29.3 ~ 132.4
			後	-	-	22.0 ~ 57.1
	ばいじん 試料 C	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	52	0.000938 (0.00081)	76.6
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	後	49	0.000783 (0.00080)	39.7
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	24.8 ~ 63.0
			後	-	-	18.1 ~ 57.7
	ばいじん 試料 D	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	54	0.000962 (0.00091)	52.5
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	後	52	0.000882 (0.00090)	33.4
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	28.1 ~ 64.8
			後	-	-	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	127	0.0548 (0.056)	24.1
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	後	123	0.0544 (0.056)	18.1
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	14.2 ~ 31.3
			後	-	-	8.9 ~ 29.0
21	ばいじん 試料 (公定法による抽出)	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	113	0.00111 (0.00100)	37.3
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	後	110	0.00106 (0.00100)	26.01
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	8.6 ~ 39.2
			後	-	-	8.6 ~ 17.4

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 以外の16異性体	前	-	-	26.3 ~ 246.3
		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 の15異性体	前	-	-	24.9 ~ 247.4
		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 以外の16異性体	前	-	-	52.5 ~ 107
		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 以外の16異性体	前	-	-	10.0 ~ 416
		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	73	0.0127 (0.0078)	124.8
			後	67	0.00870 (0.0060)	93.3
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	26.4 ~ 77.0
		後	-	-	21.4 ~ 31.6	
15	土壌試料 A	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	87	0.00403 (0.0036)	57.6
			後	83	0.00366 (0.0035)	25.0
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	16.0 ~ 25.9
			後	-	-	12.9 ~ 25.9
	土壌試料 B	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	88	0.00371 (0.0032)	59.1
			後	84	0.00334 (0.0032)	26.2
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	17.2 ~ 24.2
			後	-	-	10.8 ~ 24.2
	土壌試料 C	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	86	0.00280 (0.0024)	60.5
			後	81	0.00249 (0.0023)	34.4
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	14.2 ~ 26.8
			後	-	-	10.6 ~ 26.3
土壌試料 D	1,2,3,7,8,9-HxCDF	前	86	0.00231 (0.0017)	72.5	
		後	76	0.00177 (0.0016)	32.2	
	1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	14.6 ~ 29.5	
		後	-	-	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	177	0.00211 (0.0017)	84.8
			後	170	0.00185 (0.0017)	31.1
		1,2,3,7,8,9-HxCDF 以外の16異性体	前	-	-	14.3 ~ 31.9
		後	-	-	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	ナソ溶液 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 以外の16異性体	前	-	-	17.0 ~ 28.2
			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 以外の16異性体	前	-	-	156.8 ~ 203.9
			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
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 以外の16異性体	前	-	-	1068.8 ~ 1094.5
			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	63.5 ~ 261.1
		後	12.2 ~ 21.6
14	ばいじん 試料 A	前	23.1 ~ 115.0
		後	19.8 ~ 32.3
	ばいじん 試料 B	前	47.5 ~ 679.1
		後	13.1 ~ 43.9
ばいじん 試料 C	前	23.8 ~ 712.4	
	後	17.5 ~ 40.2	
ばいじん 試料 D	前	38.1 ~ 179.8	
	後	15.8 ~ 50.3	
20	ばいじん 試料	前	13.1 ~ 44.1
		後	7.1 ~ 17.1
21	ばいじん 試料	前	23.3 ~ 133
		後	9.4 ~ 15.6

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	19.7 ~ 509.9
		後	13.6 ~ 29.9
18	底質試料 (海域)	前	57.7 ~ 419
		後	9.0 ~ 14.4
19	底質試料 (海域)	前	9.8 ~ 41.3
		後	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(土壤試料)

(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	土壤試料	前	45.7 ~ 152.7
		後	21.1 ~ 64.8
15	土壤試料 A	前	14.8 ~ 29.2
		後	10.6 ~ 22.2
	土壤試料 B	前	16.7 ~ 34.7
		後	12.0 ~ 21.1
土壤試料 C	前	14.9 ~ 122.0	
	後	13.3 ~ 23.9	
土壤試料 D	前	16.5 ~ 65.5	
	後	13.2 ~ 23.1	
16	土壤試料	前	13.1 ~ 49.4
		後	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