

# 平成23年度環境測定分析統一精度管理調査結果 説明会

土壌試料  
(ダイオキシン類の分析)

平成24年7月12日 東京  
平成24年7月18日 大阪  
平成24年7月25日 福岡

# 調査対象

**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-PCBs 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-PCBs 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)

(注) \* 印の項目は簡易測定法では対象外である。

# 試料

## 共通試料3 : 土壌試料

### 土壌の採取

土壌(関東ローム)を採取  
(簡易測定法で測定可能な濃度の土壌)

### 調製方法

50 において乾燥後、夾雑物を除去  
150 $\mu$ m(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30g以上

### 配布

参加機関へは瓶を1個送付

# 分析方法(推奨方法)

- ・「ダイオキシン類による大気の汚染、水質の汚濁（水底の底質の汚染を含む。）及び土壌の汚染に係る環境基準」（平成11年環境庁告示第68号）による。

詳細は、次の「簡易測定法マニュアル」又は「土壌マニュアル」による。

- ・「土壌のダイオキシン類簡易測定法マニュアル」（平成21年3月、環境省水・大気環境局土壌環境課）
- ・「ダイオキシン類に係る土壌調査マニュアル」（平成21年3月、環境省水・大気環境局土壌環境課）

# 分析方法(推奨方法)

試料の分取



< 前処理(抽出) >



< 前処理(クリーンアップ) >



< GC / MS分析(同定及び定量) >

「簡易測定法マニュアル」、 「土壌マニュアル」ともフローは同じ

# 分析方法 (推奨方法)

分析方法	前処理		測定 (同定と定量) (GC/MS)
	抽出	クリーンアップ(例) (A、B、Cの組み合わせによる)	
簡易測定法 マニュアル	ソックス レー抽出	A シリカカラム等の処理 (硫酸処理、シリカカラムグラフィー、多層 シリカカラムグラフィー等)  B GC/MS分析用試料液の調製方法 (活性炭カラムグラフィー:バース、活性 炭カラムグラフィー:バースしない、高速 液体カラムグラフィー:活性炭カラム、アルミカラム カラムグラフィー等)	GC/HRMS法 (1種類のカラムで測定)  GC/QMS法  GC/ITMS/MS法
	高圧流体 抽出	(活性炭カラムグラフィー:バース、活性 炭カラムグラフィー:バースしない、高速 液体カラムグラフィー:活性炭カラム、アルミカラム カラムグラフィー等)	GC/HRMS法  GC/QMS法  GC/ITMS/MS法
土壌マニ ュアル	ソックス レー抽出	C その他の処理 (ゲル浸透カラムグラフィー(GPC)、ヘキサジメ キシルオキシド (DMSO)分配等)	GC/HRMS法 (2種類以上のカラムで測定)

# 分析方法

分析方法	回答数
<b>簡易測定法マニュアルの方法</b>	
・ ソックスレ-抽出 -GC/HRMS法 (1種類のカラムで測定)	1
・ 高圧流体抽出 -GC/HRMS法 (2種類以上のカラムで測定)	3
・ 高圧流体抽出 -GC/HRMS法 (1種類のカラムで測定)	1
(全体)	5
<b>土壌マニュアルの方法</b>	
・ ソックスレ-抽出 -GC/HRMS法 (2種類以上のカラムで測定)	103
<b>その他の方法</b>	
・ ソックスレ-抽出 -GC/HRMS法 (2種類のカラムで測定) (活性炭カラムで分画しないでGC/MS分析用試料液を調製する) (分析項目は簡易測定法マニュアルの方法に該当する)	1
・ ソックスレ-抽出 -GC/HRMS法 (2種類のカラムで測定) (分析項目は簡易測定法マニュアルの方法に該当する)	1
(全体)	2

以降の集計などについては

回答数の多い「**土壌マニュアルの方法**」を主とする

# 分析方法

分析操作に関わった人

(土壌マニュアルによる方法)

操作			回答数		備考	
抽出	クローアップ	GC/MS			(関わった人数/関わり方)	
A	A	A	22		1人	すべての操作が同じ人
A	A	B	60	62	2人	ふたつの操作が同じ人
A	B	A	2			
A	B	B	0			
A	B	C	19		3人	すべての操作が異なる人
計			103			

# 分析方法

## < 前処理(抽出)例 >

### (ソックレー抽出)

試料の分取

内標準(クリーンアップスパイク) \*  
トルエン

ソックレー抽出 16時間以上

抽出液

濃縮

(内標準(クリーンアップスパイク)  
[\*で添加しない場合])

濃縮

### (**高压流体抽出**)

試料の分取

内標準(クリーンアップスパイク) \*  
アセトン又はトルエン

高压流体抽出

抽出液

濃縮

(内標準(クリーンアップスパイク)  
[\*で添加しない場合])

濃縮

高压流体抽出は、**簡易測定法**である。  
高压流体抽出は、**高速溶媒抽出(ASE)**、**高压液体抽出**  
又は**加圧流体抽出**とも呼ばれている。

# 分析方法

## < 抽出方法と溶媒 >

抽出溶媒	回答数				
	簡易測定法等(注)		土壌マニュアル		計
	ソックスレー	高压流体	ソックスレー		
			ソックスレー	ソックスレー -ディンスターク	
トルエン	3	4	66	37	110
その他	0	0	0	0	0
計	3	4	66	37	110

(注) 「その他の方法」を含む。

# 分析方法

< 試料量 >

( 土壤マニュアルによる方法 )

試料量 ( g )	回答数
1. 1.0未満	1
2. 1.0 ~ 2.5	13
3. 2.5 ~ 5.0	16
4. 5.0 ~ 10	44
5. 10 ~ 25	28
6. 25以上	0

# 分析方法

<クリーンアップスパイク> (土壤マニュアルによる方法)

スパイクの添加箇所 平均的な回収率 ( % )	PCDDs + PCDFs	DL-PCBs
1. 抽出前に添加 ( 試料に添加 )		
1-1. 70未満	0	2
1-2. 70以上80未満	13	10
1-3. 80以上90未満	33	35
1-4. 90以上100未満	20	19
1-5. 100以上110未満	2	2
1-6. 110以上	1	0
1. 全体	70	70
2. 抽出後に添加 ( 抽出液に添加 )		
2-1. 70未満	1	0
2-2. 70以上80未満	3	7
2-3. 80以上90未満	12	8
2-4. 90以上100未満	14	14
2-5. 100以上110未満	1	2
2-6. 110以上	1	0
2. 全体	32	32
3. その他の添加 ( 抽出液を分割して添加 )	1	1

# 分析方法

## < 抽出方法と抽出時間 >

抽出時間	回答数				
	簡易測定法等(注)		土壌マニュアル		計
	ソックスレー	高圧流体	ソックスレー		
			ソックスレー	ソックスレー -ディースターク	
1未満	0	3	0	0	
1～4	0	0	1	0	1
4～8	0	0	0	0	0
8～16	0	0	0	0	0
16～24	3	0	56	31	90
24以上	0	0	9 (最大47時間)	6 (最大25時間)	15
計	3	3	66	37	109

(注) 「その他の方法」を含む。

# 分析方法

## < 抽出方法と溶媒の使用量 >

溶媒量(mL)	回答数				
	簡易測定法等(注)		土壌マニュアル		計
	ソックスレー	高圧流体	ソックスレー		
			ソックスレー	ソックスレー -デ ィ-ンスターク	
50以下	0	2	0	0	2
50 ~ 100	0	0	0	0	0
100 ~ 200	1	1	15	4	21
200 ~ 300	2	0	33	13	48
300 ~ 400	0	0	11	6	17
400 ~ 500	0	0	7	14	21
500を超える			(最大500mL)	(最大1000mL)	
計	3	3	66	37	109

(注) 「その他の方法」を含む。

# 分析方法

< ろ紙の種類 >

(土壤マニュアルによる方法)

ろ紙の種類	回答数
セロース	5
ガラス繊維	82
石英	16
その他	0
計	103

# 分析方法

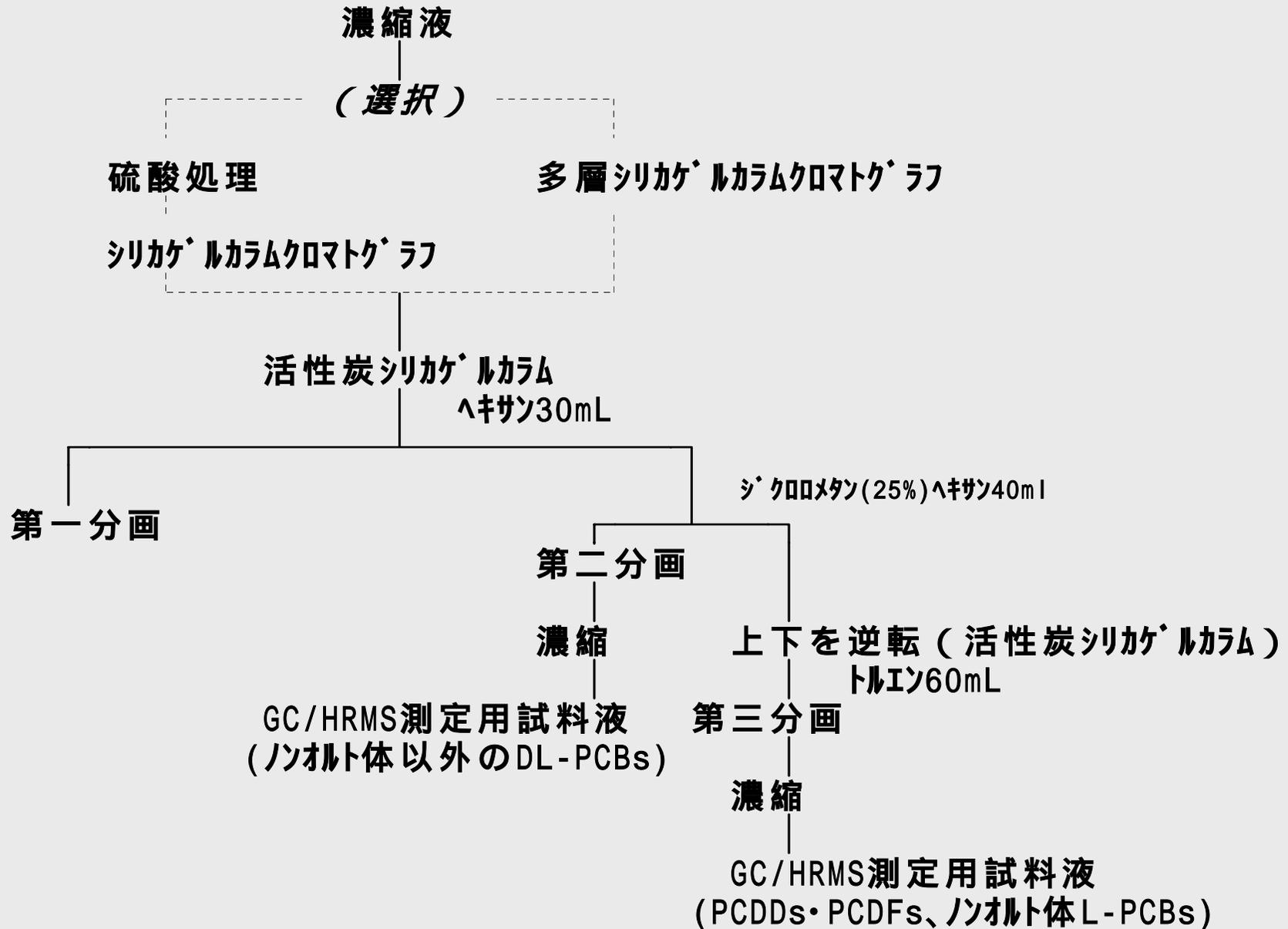
## < 濃縮器 >

(土壌マニュアルによる方法)

濃縮器の種類	回答数
KD	2
ロータバポレータ	100
その他(多検体濃縮機等)	1
計	103

# 分析方法

< 前処理(クリーンアップ)例 : 活性炭リバーシカラムによる例 >



# 分析方法

< 前処理(クリーンアップ)例 : 活性炭リバースカラムによる例 >

必要に応じて と を混合して、測定することができる。

と を混合して

GC/HRMS測定用試料液

(DL-PCBsを測定)

と を混合して

GC/HRMS測定用試料液

(PCDDs・PCDFs、DL-PCBsを測定)

(DL-PCBsを測定)

# 分析方法

< 前処理(クリーンアップ) >

(土壤マニュアルによる方法)

分析方法：クリーンアップ操作(1) 硫酸処理、シガール、多層シガールの組み合わせ方法	回答数
1. 硫酸処理 シガール 多層シガール	2
2. 硫酸処理 シガール	5
3. 硫酸処理 多層シガール	27
4. 硫酸処理	2
5. シガール 多層シガール	0
6. 多層シガール	66
7. その他(自動前処理装置)	1

# 分析方法

< 前処理(クリーンアップ) >  
( 土壌マニュアルによる方法 )

分析方法：クリーンアップ操作(2) クリーンアップ操作(1)後の処理方法 (GC/MS分析用試料液の調製方法)	回答数
1. 活性炭カラムクロマトグラフィー(リハース)	61
2. 活性炭カラムクロマトグラフィー(リハースしない)	21
3. 高速液体クロマトグラフィー(活性炭カラム)	5
4. アルミナカラムクロマトグラフィー(PCDDs及びPCDFs測定用とDL-PCBs測定用に2分割して操作する)	4
5. アルミナカラムクロマトグラフィー(PCDDs及びPCDFs測定用とDL-PCBs測定用に2分割しないで操作する)	3
6. 活性炭カラムクロマトグラフィーでPCDDs及びPCDFs測定用、アルミナカラムクロマトグラフィーでDL-PCBs測定用を調製(PCDDs及びPCDFs測定用とDL-PCBs測定用に2分割後操作する)	3
7. 上記1&4	1
8. 上記1&5	3
9. 上記2&4	1
10. その他(自動前処理装置)	1

# 分析方法

<前処理(クリーンアップ)> (土壤マニュアルによる方法)

分析方法：クリーンアップ操作(3) 硫黄に対する処理	回答数
1. 多層シリカゲルカラムによる処理	54
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	4
4. 銅(チップ又は粒状)カラムによる処理	1
5. 銅線(コイル状)を浸す方法	0
上記1~5の組み合わせ	
6. 上記1&2	26
7. 上記1&3	4
8. 上記1&4	3
9. 上記1&5	2
10. 上記2&3	3
11. 上記1, 2&3	2
12. 上記2, 2&5	1
13. 上記1, 3&4	1
14. その他(自動前処理装置)	1

# 分析方法

< 前処理(クリーンアップ) >

( 土壌マニュアルによる方法 )

分析方法：クリーンアップ操作(4) その他の処理	回答数
1. GPC	
行う	0
行わない	103
2. DMSO分配	
行う	1
行わない	102

# 分析方法

< 前処理 (クリーンアップ) >

GC/MS分析用試料液の溶媒の種類  
(土壌マニュアルによる方法)

溶媒の種類	回答数
ノナン	70
トルエン	6
デカン	26
イソオクタン	0
その他	0
計	102

# 分析方法

< 前処理(クリーンアップ) >

GC/MS分析用試料液の量

(土壌マニュアルによる方法)

区分		回答数	平均値 ( $\mu\text{L}$ )	最小値 ( $\mu\text{L}$ )	最大値 ( $\mu\text{L}$ )	中央値 ( $\mu\text{L}$ )
個別に調製	POCDs・PCDFs用	69	41.4	10	150	40
	DL-PCBs用	70	40.8	10	150	38
上記を混合	POCDs・PCDFs・DL-PCBs用	2	50.0	50	50	50
同時に溶出 させて調製	POCDs・PCDFs・DL-PCBs用 (注)	33	33.6	10	100	25

(注) 極端に大きい値1回答(値: 40300)を除いている。

# 分析方法

< 分析(同定及び定量)例 >

分析方法
<b>簡易測定法マニュアルの方法</b> ・ 5 回答、 すべてGC/HRMS法
<b>土壌マニュアルの方法</b> ・ 1 0 3 回答、 すべてGC/HRMS法
<b>その他の方法</b> ・ 2 回答、 すべてGC/HRMS法

# 分析方法

< 分析(同定及び定量) >

( 土壌マニュアルによる方法 )

使用した分離カラム数 (ダイオキシン類のカラム数)	回答数
1. 1	0
2. 2	39
3. 3	59
4. 4	3
5. 5	2

# 分析方法

< 分析(同定及び定量) >

(土壤マニュアルによる方法)

使用した分離カラム数 (PCDDs+PCDFs、DL-PCBs別のカラム数)	回答数	
	PCDDs+PCDFs	DL-PCBs
1. 1	0	80
2. 2	98	22
3. 3	4	1
4. 4	1	0
5. 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

(土壌マニュアルによる方法)

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)
PCODs及びPCDFs	下限	101	0.263	0.040	0.50	0.20
	上限	102	802	80	5000	500
DL-PCBs	下限	101	0.350	0.033	1.0	0.20
	上限	102	318	20	2500	200

# 分析方法

## < 分析(同定及び定量) >

検量線の作成：作成点数

( 土壌マニュアルによる方法 )

検量線の作成点数	回答数	
	PCCDs及びPCDFs	DL-PCBs
1	0	0
2	0	0
3	0	0
4	1	1
5	58	58
6	18	18
7	2	1
8以上	23 ( 最大25 )	24 ( 最大25 )
計	102	102

# 分析方法

## < 分析(同定及び定量) >

検量線の作成：繰り返し数

(土壌マニュアルによる方法)

繰り返し数	回答数	
	PCCDs及びPCDFs	DL-PCBs
1	2	2
2	0	0
3	94	92
4	3	4
5	3	4
6以上	0	0
計	102	102

# 分析方法

## < 分析(同定及び定量) >

標準液：開封後の月数

(土壤マニュアルによる方法)

開封後の月数	回答数	
	PCCDs及びPCDFs	DL-PCBs
3以下	46	43
3~6	18	17
6~9	6	6
9~12	8	10
12~24	11	11
24を超える	9 (最大88月)	11 (最大62月)
計	98	98

# 回答数

## < 全体の回答数 >

簡易測定法マニュアル	5
土壌マニュアル	103
その他	2

## < 「ND」等の回答数 >

PCDFsの異性体(1,2,3,7,8,9-HxCDF) : 1回答

試料中の異性体濃度は、1 ~ 10000pg/gレベルであり、  
ND等の回答は少ない

# 回答数

< 外れ値の回答数 >

TEQ

< 土壌マニュアルによる方法 >

PCDDs &PCDFs	DL-PCBs	PCDDs&PCDFs + DL-PCBs
3	4	5

# 回答数

< 外れ値の回答数 >

異性体 (異性体数別)

< 土壌マニュアルによる方法 >

異性体数	PCDDs&PCDFs			DL-PCBs			PCDDs&PCDFs + DL-PCBs
	PCDDs	PCDFs	PCDDs &PCDFs	ノオルト	モノオルト	ノオルト &モノオルト	
1	2	5	6	3	4	7	13
2	2	3	1	2	1	1	2
3	1	0	1	0	1	0	1
4	2	0	3	1	1	1	3
5	0	0	1	-	0	1	1
6	0	0	0	-	0	0	0
7	1	0	0	-	0	0	0
8	-	0	0	-	2	0	0
9	-	0	0	-	-	0	1
10以上	-	1	1	-	-	2	2
計	8	9	13	6	9	12	23

# 室間精度等の例 ( P C D D s 異性体 )

( 土壌マニュアルの方法 )

区分	分析項目	棄却	回答数	平均値 (pg/g)	室間精度		最小値 (pg/g)	最大値 (pg/g)	中央値 (pg/g)
					S.D. (pg/g)	CV %			
P	2,3,7,8	前後	103	3.61	1.26	34.9	2.0	14	3.50
	-TeCDD		100	3.46	0.630	18.2	2.0	5.5	3.45
D	1,2,3,7,8	前後	103	35.0	10.2	29.0	22	97	33.0
	-PeCDD		99	33.4	4.52	13.6	22	48	33.0
異性	1,2,3,4,7,8	前後	103	47.7	12.4	26.0	34	140	46.0
	-HxCDD		97	45.3	5.00	11.0	34	58	45.0
-	1,2,3,6,7,8	前後	103	144	19.6	13.7	105	270	140
	-HxCDD		101	142	14.3	10.0	105	180	140
-	1,2,3,7,8,9	前後	103	86.2	31.6	36.6	59	320	82.0
	-HxCDD		97	80.4	9.14	11.4	59	110	81.0
-	1,2,3,4,6,7,8	前後	103	3860	618	16.0	35	5500	3850
	-HpCDD		102	3900	489	12.5	2400	5500	3850
O	OCDD	前後	103	61500	10800	17.5	550	110000	61000
			101	61700	7910	12.8	36000	85000	61000

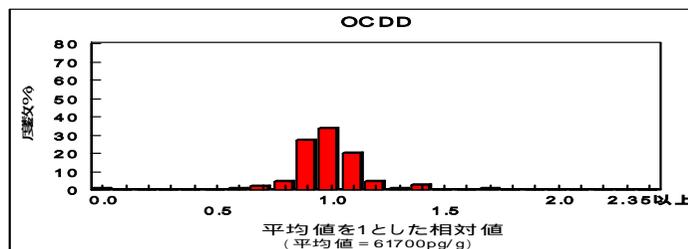
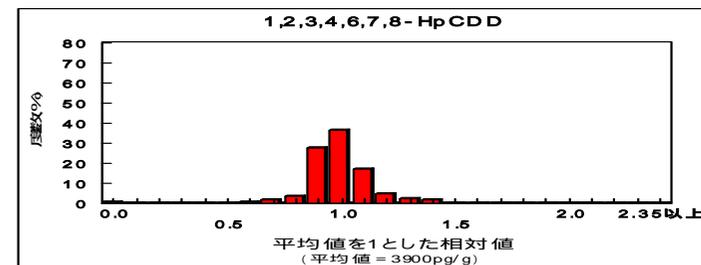
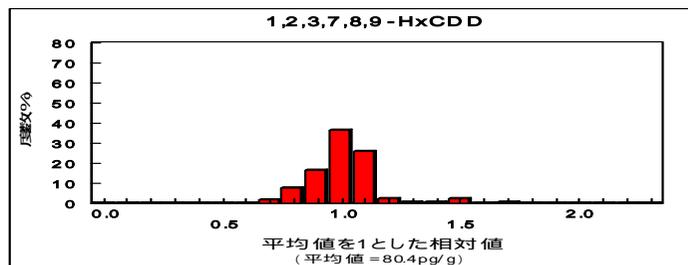
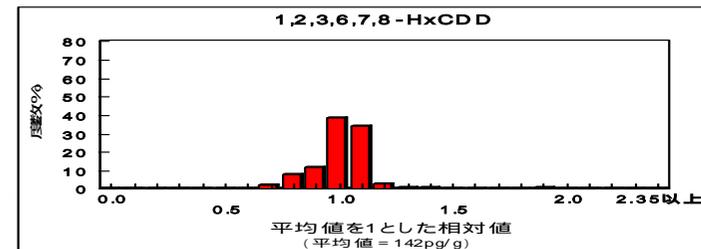
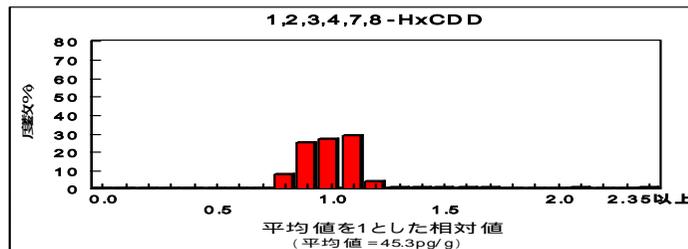
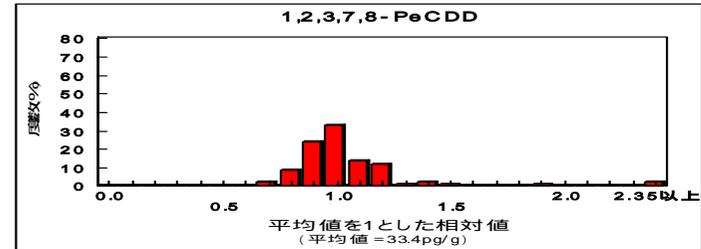
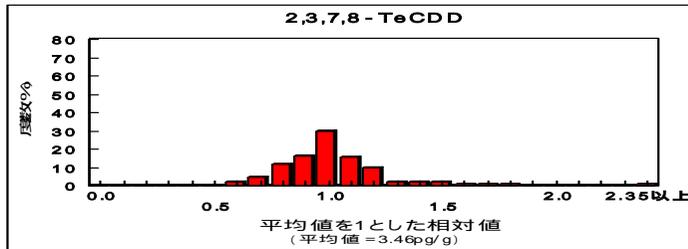
# 室間精度等の例 (PCDFs 異性体)

(土壌マニュアルの方法)

区分	分析項目	棄却	回答数	平均値 (pg/g)	室間精度		最小値 (pg/g)	最大値 (pg/g)	中央値 (pg/g)
					S.D. (pg/g)	CV %			
P C D F s 異 性 体	2, 3, 7, 8	前後	103	17.4	3.03	17.4	12	30	17.5
	-TeCDF		102	17.3	2.78	16.0	12	27	17.5
	1, 2, 3, 7, 8	前後	103	30.3	8.28	27.3	19	86	29.0
	-PeCDF		102	29.7	6.19	20.8	19	43	29.0
	2, 3, 4, 7, 8	前後	103	36.6	7.58	20.7	26	99	36.0
	-PeCDF		101	35.8	4.13	11.5	26	50	35.5
	1, 2, 3, 4, 7, 8	前後	103	58.1	8.05	13.9	42	110	57.5
	-HxCDF		102	57.6	5.85	10.2	42	74	57.5
	1, 2, 3, 6, 7, 8	前後	103	54.7	7.60	13.9	40	110	55.0
	-HxCDF		101	53.9	5.32	9.9	40	65	55.0
	1, 2, 3, 7, 8, 9	前後	102	4.85	7.50	155	2.0	78	3.75
	-HxCDF		96	3.81	0.832	21.8	2.0	6.3	3.68
	2, 3, 4, 6, 7, 8	前後	103	69.1	10.6	15.4	24	120	69.0
	-HxCDF		100	68.7	7.87	11.4	51	89	68.5
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8	前後	103	420	63.3	15.1	4.0	720	420
	-HpCDF		101	421	38.2	9.1	300	510	420
1, 2, 3, 4, 7, 8, 9	前後	103	52.7	14.9	28.3	0.63	180	52.0	
-HpCDF		101	52.0	6.15	11.8	36	72	52.0	
OCDF	前後	103	1250	168	13.4	12	1600	1300	
		102	1260	115	9.1	930	1600	1300	

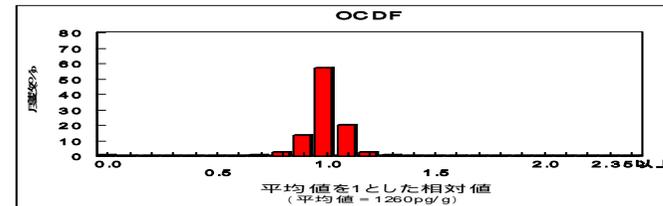
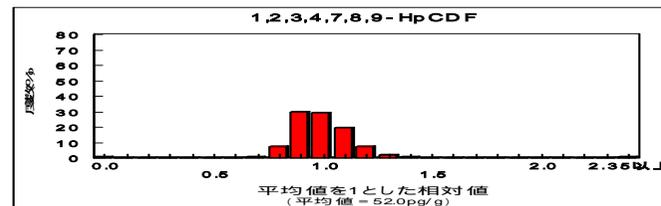
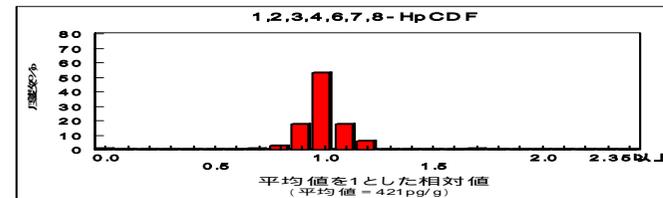
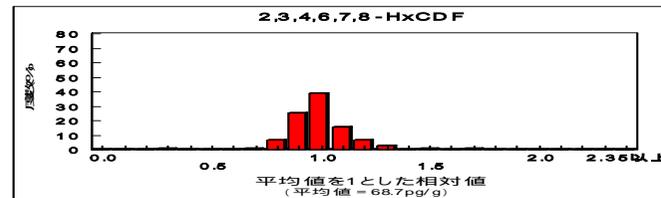
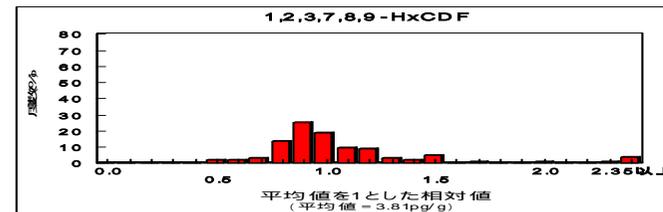
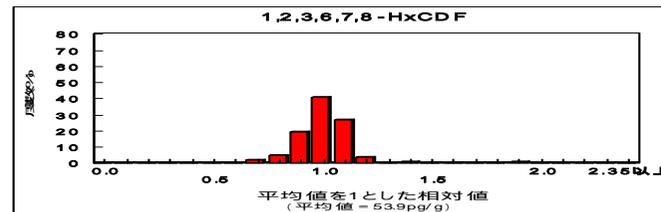
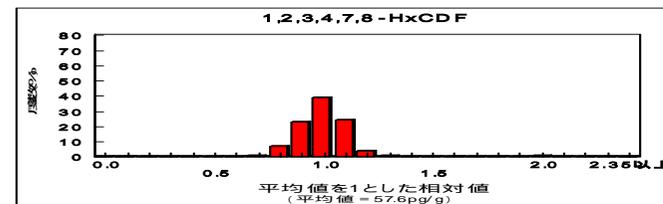
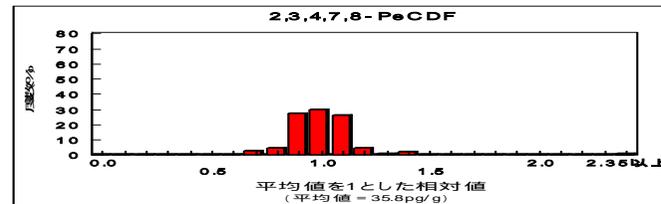
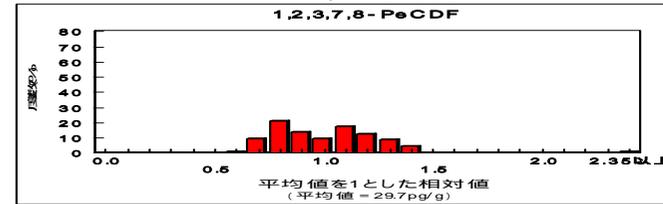
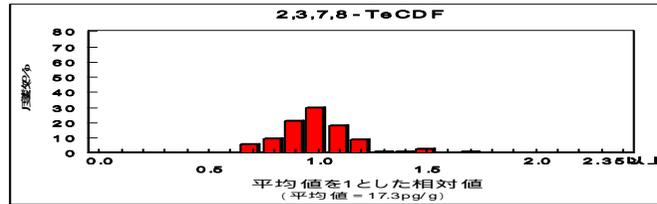
# ヒストグラムの例 (PCDDs 異性体)

(土壌マニュアルの方法)



# ヒストグラムの例 (PCDFs 異性体)

(土壌マニュアルの方法)





# 室間精度の例

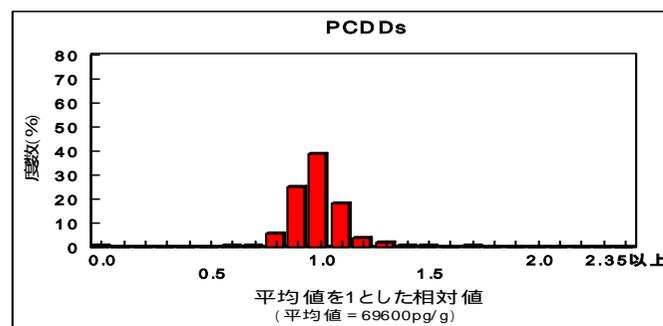
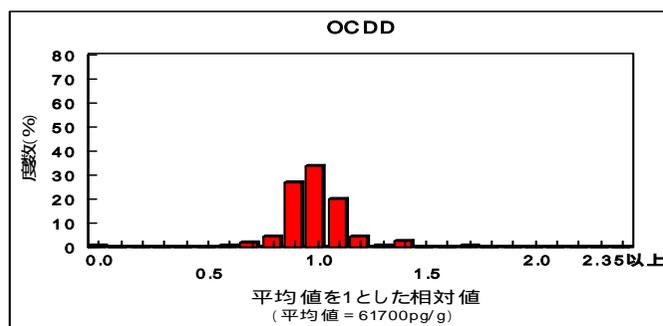
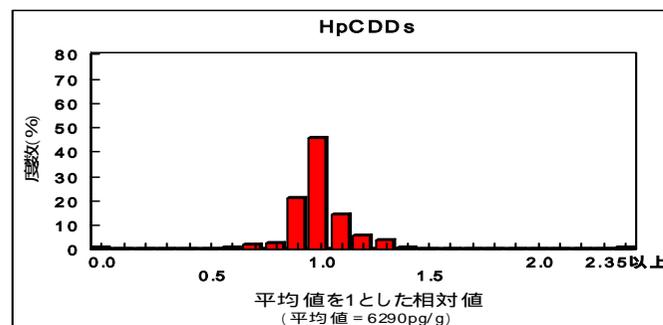
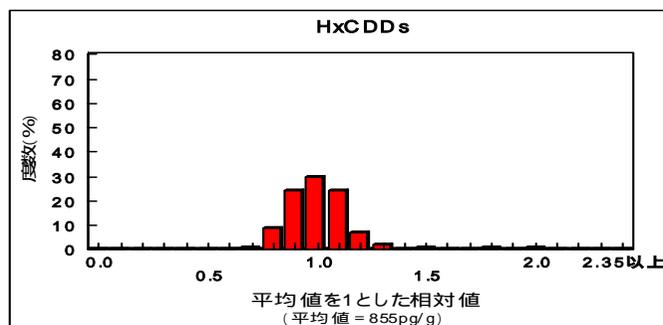
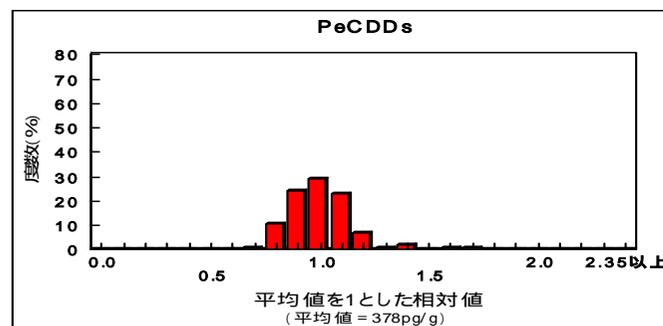
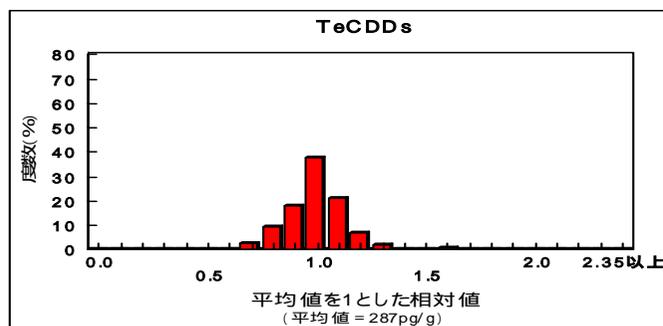
(土壌マニュアルの方法)

## (PCDFs、PCDDs & PCDFs 同族体)

区分	分析項目	棄却	回答数	平均値 (pg/g)	室間精度		最小値 (pg/g)	最大値 (pg/g)	中央値 (pg/g)	
					S.D. (pg/g)	CV %				
PCDFs 同族体	TeCDFs	前	103	433	64.6	14.9	300	730	440	
		後	102	430	57.7	13.4	300	560	440	
	PeCDFs	前	103	548	80.7	14.7	360	930	540	
		後	100	538	58.0	10.8	360	700	533	
	HxCDFs	前	103	734	99.7	13.6	540	1200	720	
		後	101	726	81.1	11.2	540	980	720	
	HpCDFs	前	103	1270	174	13.7	12	1700	1300	
		後	101	1270	115	9.0	920	1600	1300	
	OCDF	前	103	1250	168	13.4	12	1600	1300	
		後	102	1260	115	9.1	930	1600	1300	
	PCDFs	前	103	4230	416	9.8	2300	5400	4200	
		後	102	4250	371	8.7	3100	5400	4200	
	同族体の合計		前	103	73600	11900	16.2	4800	120000	73000
	(PCDDs + PCDFs)		後	99	73900	7950	10.8	55000	100000	73000

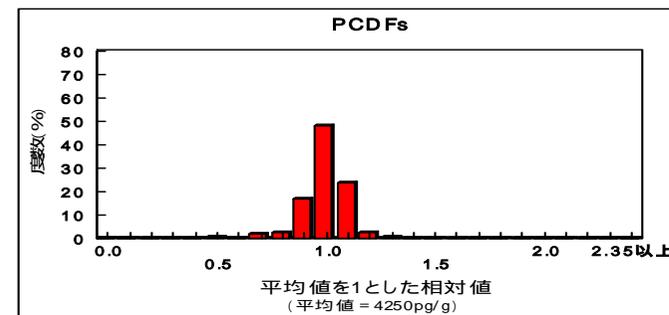
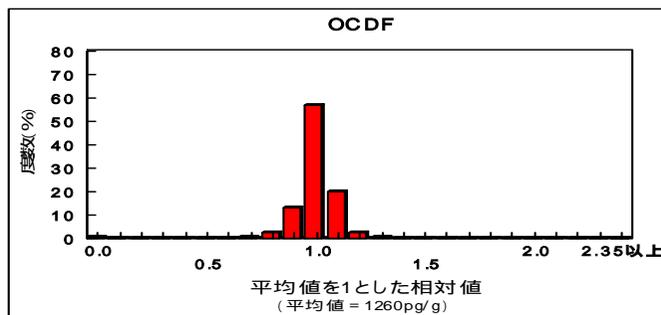
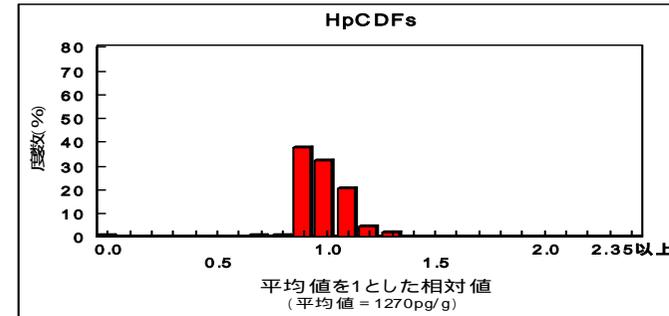
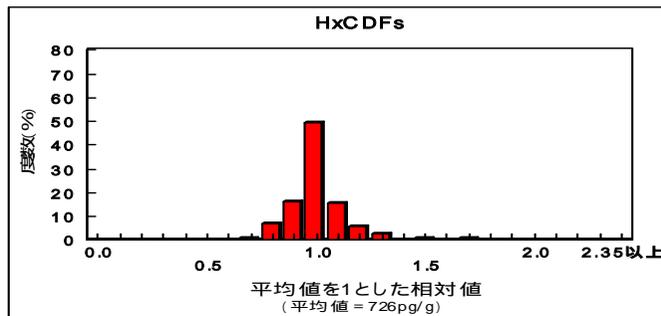
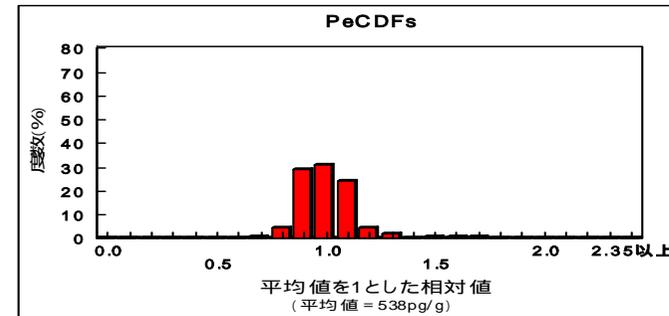
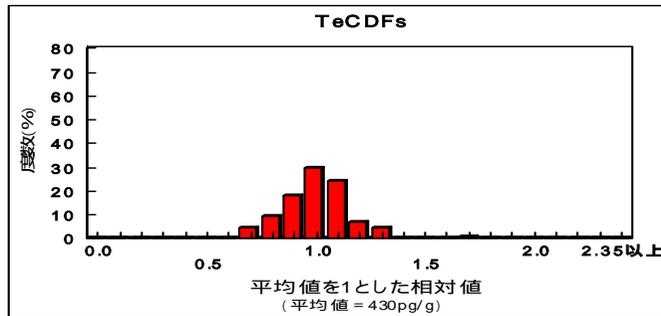
# ヒストグラムの例 (PCDDs 同族体)

(土壌マニュアルの方法)



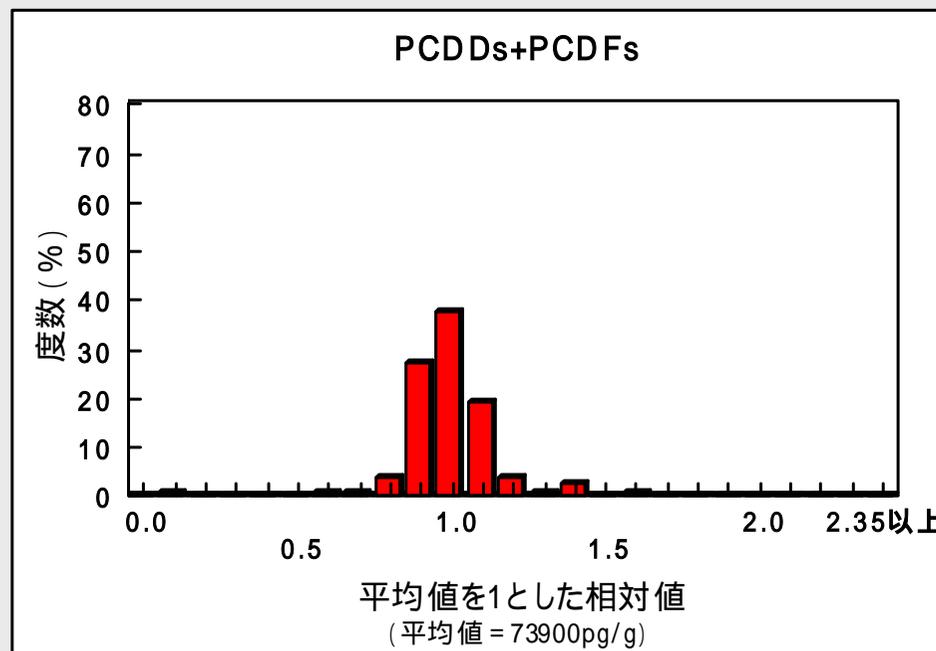
# ヒストグラムの例 (PCDFs 同族体)

(土壌マニュアルの方法)



# ヒストグラムの例 (PCDDs & PCDFs 同族体)

(土壌マニュアルの方法)



# 室間精度等の例(ノンオルトPCBs異性体)

(土壌マニュアルの方法)

区分	分析項目	棄却	回答数	平均値 (pg/g)	室間精度		最小値 (pg/g)	最大値 (pg/g)	中央値 (pg/g)
					S.D. (pg/g)	CV %			
ノ ン	3,4,4',5 -TeCB	前	103	9.29	1.81	19.5	0.024	17	9.20
		後	98	9.16	1.12	12.2	6.4	12	9.15
オ ル	3,3',4,4' -TeCB	前	103	112	25.3	22.6	0.22	310	110
		後	101	111	11.6	10.5	76	140	110
ト 異	3,3',4,4',5 -PeCB	前	103	48.0	7.66	16.0	0.12	78	47.5
		後	100	48.0	4.92	10.2	34	62	47.5
性 体	3,3',4,4',5,5 '-HxCB	前	103	13.5	2.08	15.4	0.022	18	13.5
		後	102	13.7	1.59	11.7	9.9	18	13.5

# 室間精度等の例(モノオルトPCBs異性体)

(土壌マニュアルの方法)

区分	分析項目	棄却	回答数	平均値 (pg/g)	室間精度		最小値 (pg/g)	最大値 (pg/g)	中央値 (pg/g)
					S.D. (pg/g)	CV %			
モノ	2',3,4,4',5 -PeCB	前	103	32.2	6.24	19.4	0.069	69	32.0
		後	99	31.8	3.25	10.2	24	41	32.0
オ	2,3',4,4',5 -PeCB	前	103	636	216	33.9	1.5	2600	620
		後	100	620	63.1	10.2	420	790	618
ルト	2,3,3',4,4' -PeCB	前	103	301	80.7	26.8	0.71	1000	300
		後	100	296	27.2	9.2	220	370	300
異	2,3,4,4',5 -PeCB	前	103	15.3	5.71	37.2	0.029	65	14.5
		後	96	14.6	1.78	12.2	11	20	14.5
性	2,3',4,4',5,5 '-HxCB	前	103	98.5	17.2	17.4	0.25	180	98.0
		後	100	98.0	9.76	10.0	74	130	98.0
体	2,3,3',4,4',5 -HxCB	前	103	190	35.0	18.5	0.48	390	190
		後	100	188	18.6	9.9	140	230	190
	2,3,3',4,4',5 '-HxCB	前	103	70.7	11.8	16.6	0.18	120	71.0
		後	100	70.5	6.90	9.8	53	88	71.0
	2,3,3',4,4', 5,5'-HpCB	前	103	29.8	5.30	17.8	0.070	56	30.0
		後	98	29.4	2.71	9.2	22	37	30.0

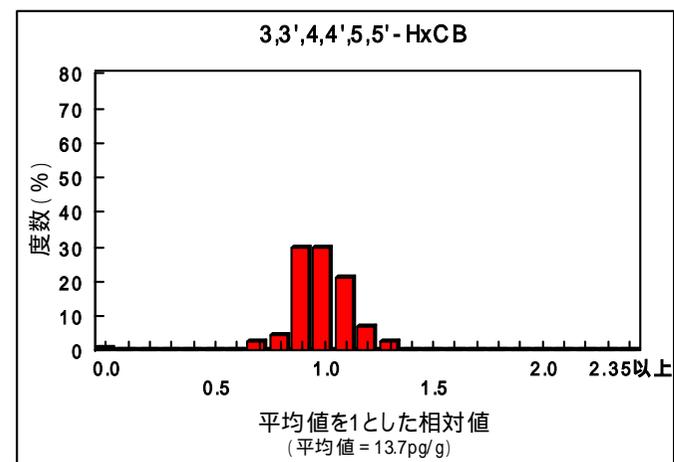
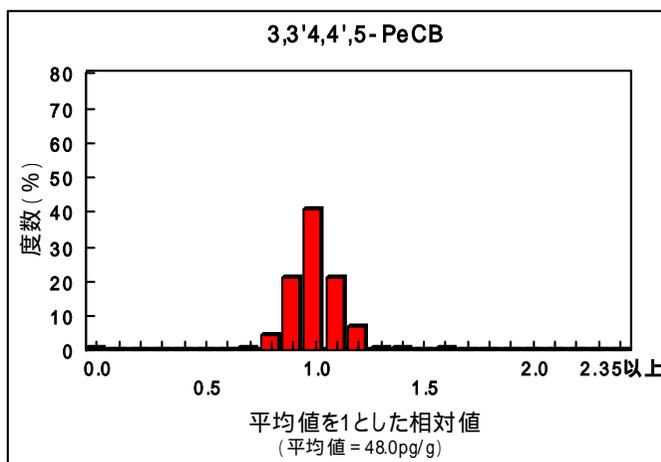
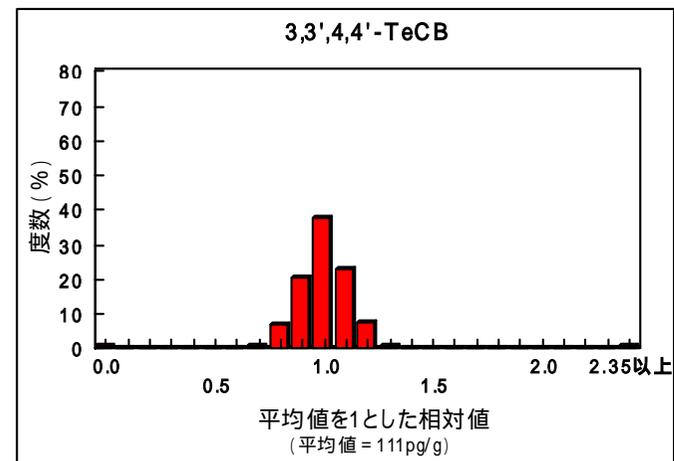
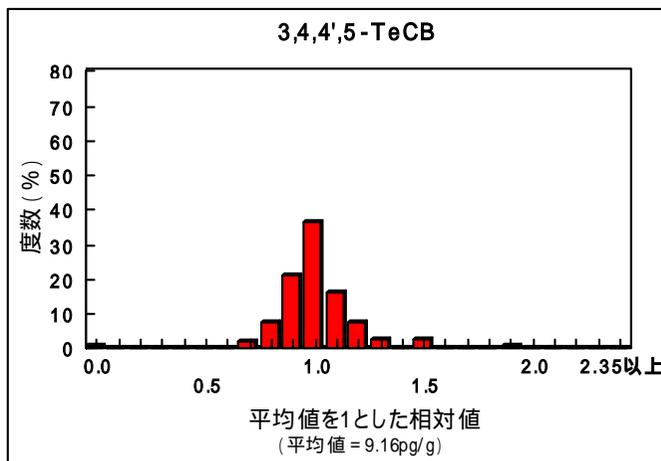
# 室間精度等の例(ノンオルト、モノオルトPCBs)

(土壤マニュアルの方法)

区分	分析項目	棄却回数	回答数	平均値 (pg/g)	室間精度		最小値 (pg/g)	最大値 (pg/g)	中央値 (pg/g)
					S.D. (pg/g)	CV %			
その他	ノンオルト	前	103	183	32.6	17.8	0.38	390	185
		後	101	183	18.0	9.8	130	240	185
	モノオルト	前	103	1380	366	26.6	3.2	4500	1350
		後	99	1350	120	8.9	1000	1700	1350
	計 (DL-PCBs)	前	103	1560	386	24.8	3.6	4800	1550
		後	99	1530	129	8.4	1200	1900	1500

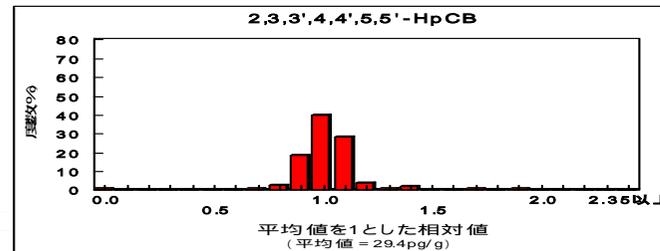
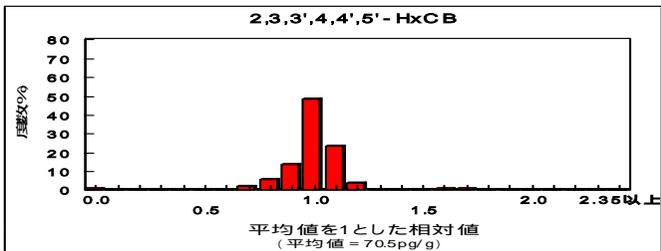
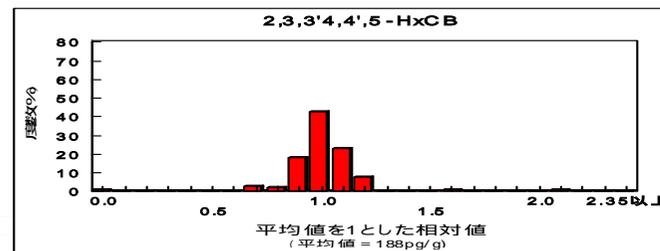
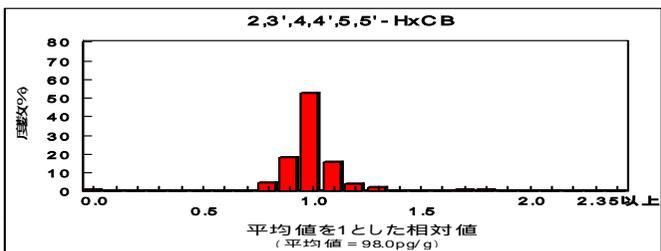
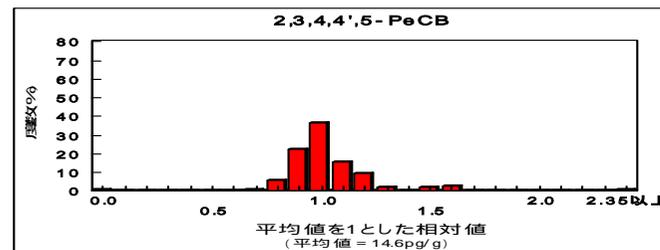
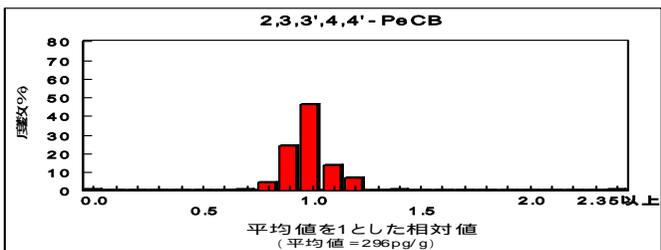
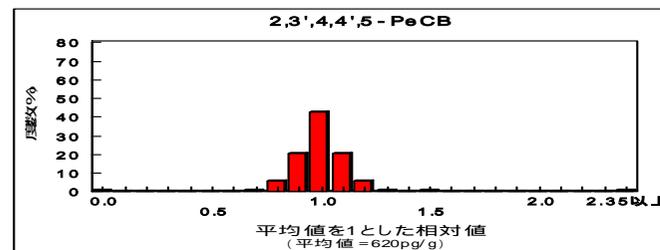
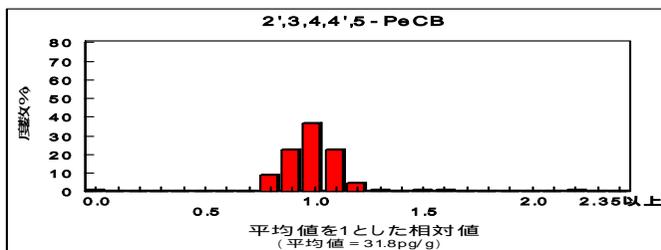
# ヒストグラムの例(ノンオルトPCBs異性体)

(土壌マニュアルの方法)



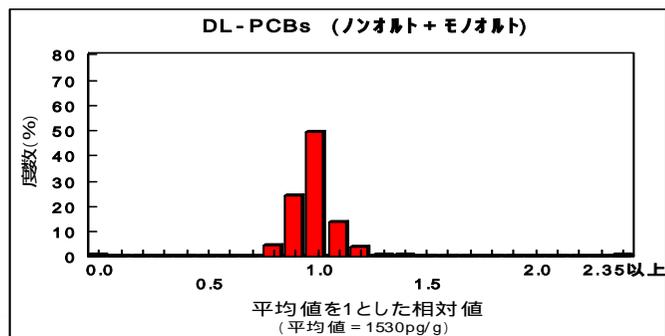
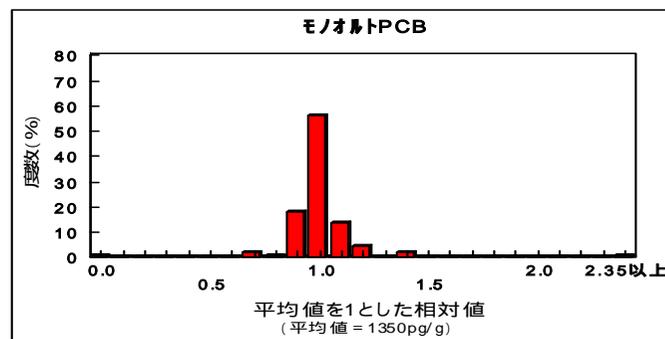
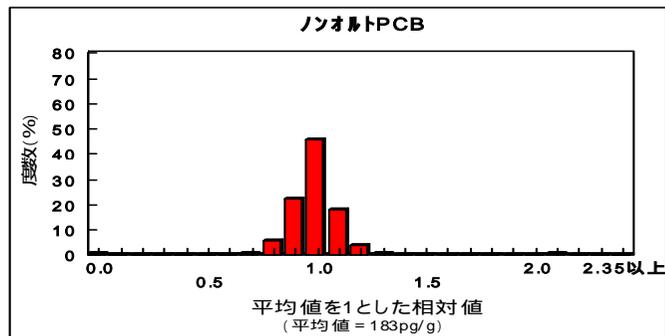
# ヒストグラムの例(モノオルトPCBs異性体)

(土壌マニュアルの方法)



# ヒストグラムの例(ノンオルト、モノオルトPCBs)

(土壌マニュアルの方法)



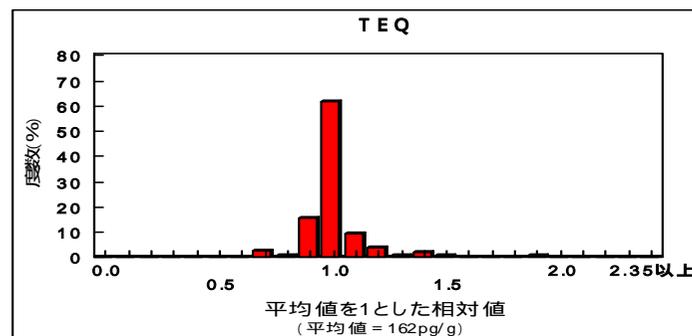
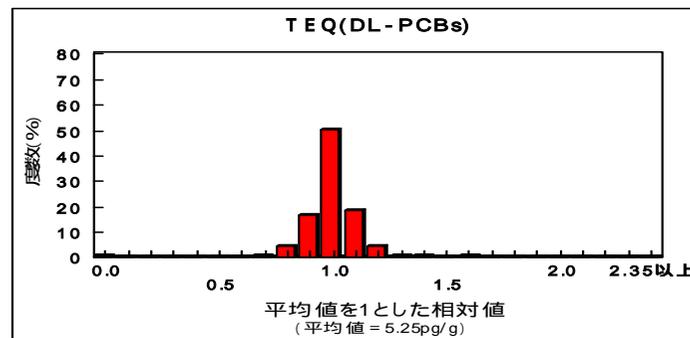
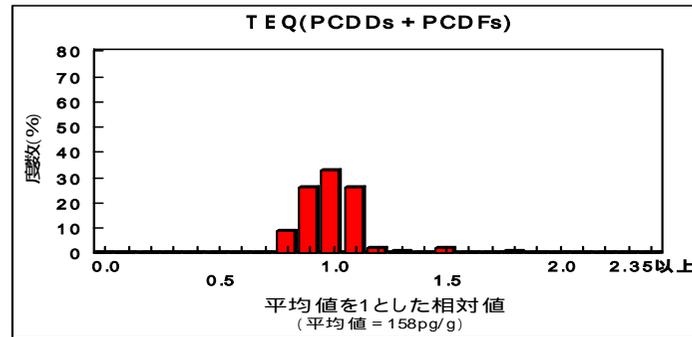
# 室間精度等の例 (TEQ)

(土壤マニュアルの方法)

区分	分析項目	棄却回数	平均値 (pg/g)	室間精度		最小値 (pg/g)	最大値 (pg/g)	中央値 (pg/g)	
				S.D. (pg/g)	CV %				
T	PCDDs + PCDFs	前	103	160	22.3	13.9	120	290	160
		後	100	158	15.5	9.8	120	210	160
Q	DL-PCBs	前	103	5.25	0.815	15.5	0.013	8.3	5.20
		後	100	5.25	0.521	9.9	3.8	6.7	5.20
	(PCDDs + PCDFs) + (DL-PCBs)	前	103	166	22.8	13.8	120	300	165
		後	99	162	14.8	9.1	120	210	160

# ヒストグラムの例 (TEQ)

(土壌マニュアルの方法)



# ヒストグラムの例 (TEQ)

(土壌マニュアルの方法)

TEQ(PCDDs+PCDFs)と全体のTEQについては、統計量(室間精度等)はほとんど異ならないが、ヒストグラムが異なった形状となった理由

階級	TEQ(PCDDs+PCDFs)		TEQ	
	濃度 (pg/g)	度数 (%)	濃度 (pg/g)	度数 (%)
.....	.....	.....	.....	.....
0.85 ~ 0.95	134.3 ~ 150.1	26.2	137.7 ~ 153.9	15.5
0.95 ~ 1.05	150.1 ~ 165.9 <b>(160が該当)</b>	33.0	153.9 ~ 170.1 <b>(160、170が該当)</b>	62.1
1.05 ~ 1.15	165.9 ~ 181.7	26.2	170.1 ~ 186.3	9.7
.....	.....	.....	.....	.....

\* : 分析結果を有効数字2桁としているため、同じ階級(相対値0.95~1.05)でも大きく度数が異なる。

# 空間精度等の例(簡易測定法等)

外れ値棄却後の解析 ( T E Q )

分析方法	回答数	平均値 (pg/g)	室間精度	
			S.D. (pg/g)	CV %
<b>簡易測定法マニュアルの方法</b>	5	193	28.8	15.0
ソックスレ-抽出-GC/HRMS法 (1種類のカラムで測定)	1	170	-	-
高圧流体抽出-GC/HRMS法 (2種類以上のカラムで測定)	3	204	33.6	16.4
高圧流体抽出-GC/HRMS法 (1種類のカラムで測定)	1	180	-	-
<b>土壌マニュアルの方法</b>				
ソックスレ-抽出-GC/HRMS法 (2種類以上のカラムで測定)	99	162	14.8	9.1
<b>その他の方法</b>	2	170		
ソックスレ-抽出-GC/HRMS法 (2種類のカラムで測定)(活性炭カラムで分画しないでGC/MS分析用試料液を調製する)(分析項目は簡易測定法マニュアルの方法に該当する)	1	180	-	-
ソックスレ-抽出-GC/HRMS法 (2種類のカラムで測定)(分析項目は簡易測定法マニュアルの方法に該当する)	1	160	-	-

(注)「土壌マニュアルによる方法」以外については、棄却検定を行っていない。

# 簡易測定法等と土壌マニュアルの結果の比

方法		分析結果 (pg-TEQ/g) A	土壌マニュアルと の比 A / B
簡易測定法マニュアル	ソックスレー抽出 - GC/HRMS法 (1種類のカラムで測定)	170	1.05
	高圧流体抽出 - GC/HRMS法 (2種類以上のカラムで測定)	180	1.11
		190	1.17
		243	1.50
	高圧流体抽出 - GC/HRMS法 (1種類のカラムで測定)	180	1.11
	平均値	193	1.19
その他の方法	ソックスレー抽出-GC/HRMS法 (2種類のカラムで測定)(活性炭カラムで分画しないでGC/MS分析用試料液を調製する)(分析項目は簡易測定法マニュアルの方法に該当する)	180	1.11
	ソックスレー抽出-GC/HRMS法 (2種類のカラムで測定)(分析項目は簡易測定法マニュアルの方法に該当する)	160	0.99
	平均値	170	1.05
土壌マニュアル	ソックスレー抽出-GC/HRMS法 (2種類以上のカラムで測定) 平均値	162 (B値)	(1.00)

# 外れ値の原因

(土壌マニュアルの方法)

(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)

- ・抽出操作

試料量の不足(クリーンアップスパイクとの相対誤差が大きくなる)  
クリーンアップスパイクの揮発等による回収率不足 など

- ・クリーンアップ操作

すべて共存物質の影響(多くはクリーンアップ不足によるもの)

- ・GC/MS測定操作

機器の調整不足、汚染、分析カラムによる影響 など

- ・同定・計算

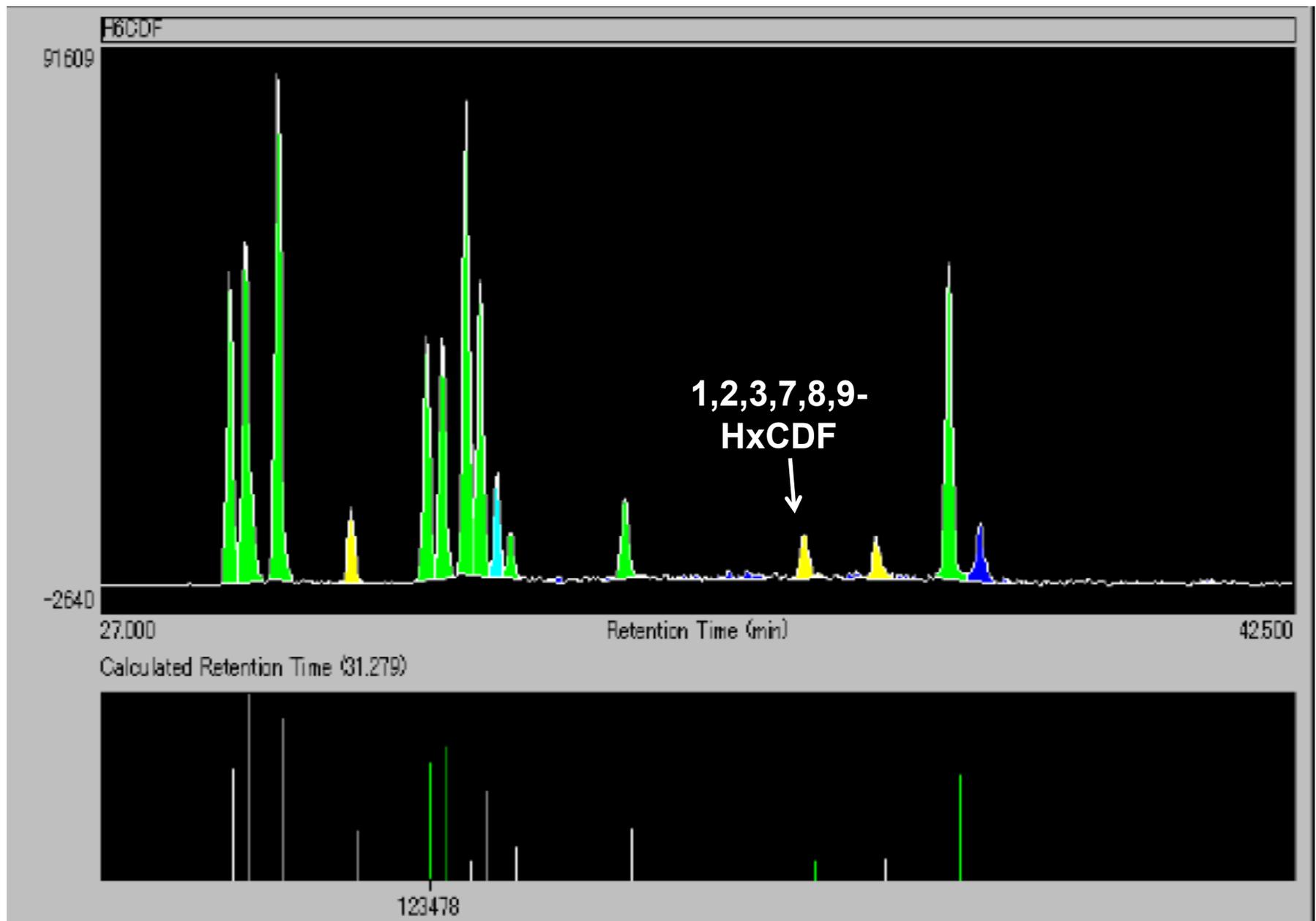
多くはピーク面積の取り方(共存物質のピークとともに読み取る)  
(3,4,4',5-TeCB(#81)、2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)の例が多い)

以上の外れ値の原因うち、抽出操作を除き、ピーク分離に関するものが多い。

異性体としては、1,2,3,4,7,8-HxCDF、1,2,3,7,8,9-HxCDF、3,4,4',5-TeCB(#81)、  
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189) など

**悪いクロマトグラム例**

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



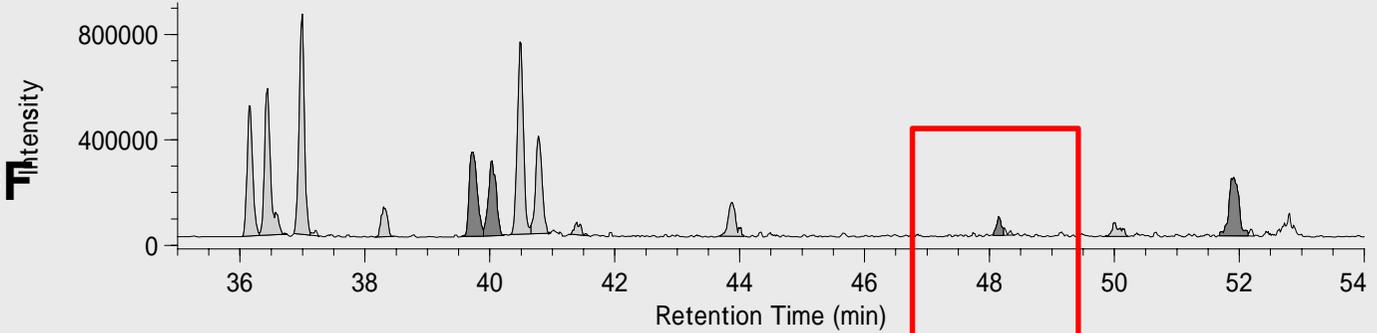
**外れ値: 1,2,3,7,8,9-HxCDF 大**  
**カラム: SP2331のみで測定、HpCDFの影響を受ける**

**1,2,3,7,8,9-HxCDF**  
外れ値 大

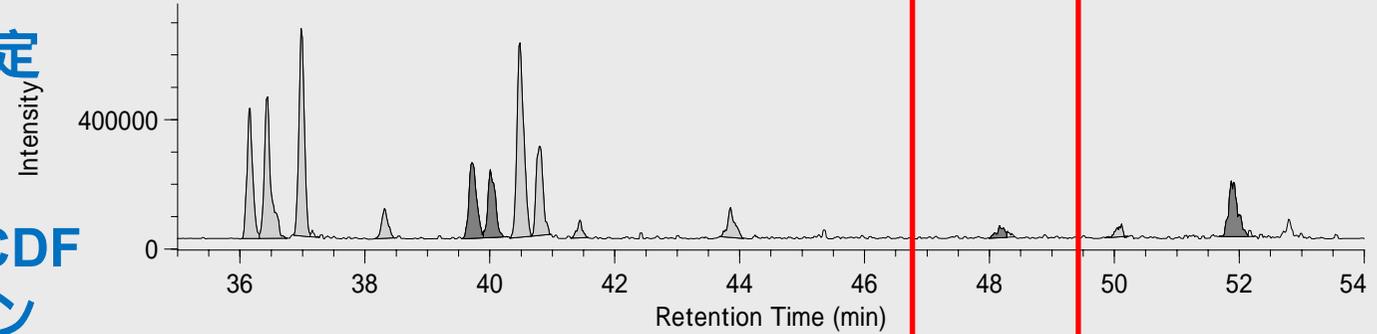
カラム：  
SP2331のみで測定

機関は認識。  
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF  
のフラグメントイオン  
ピークとの分離不十分  
のため、影響を受けた。

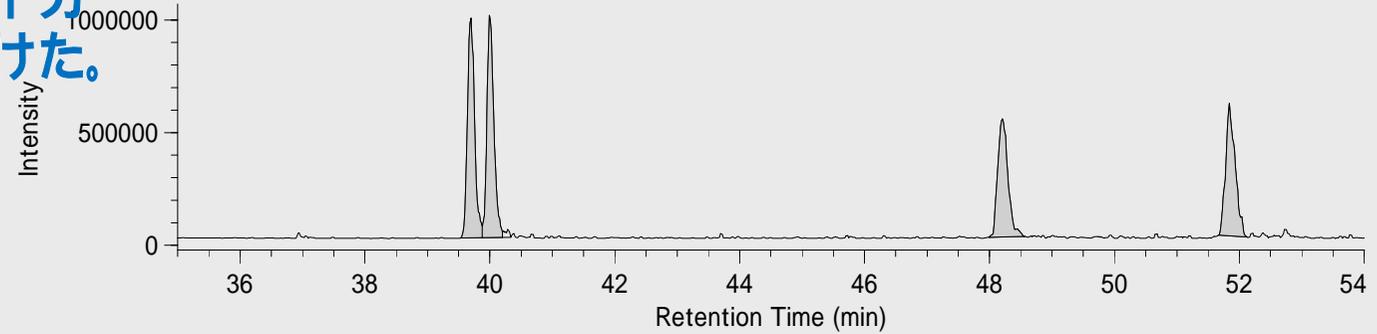
H6CDF / 373.8208



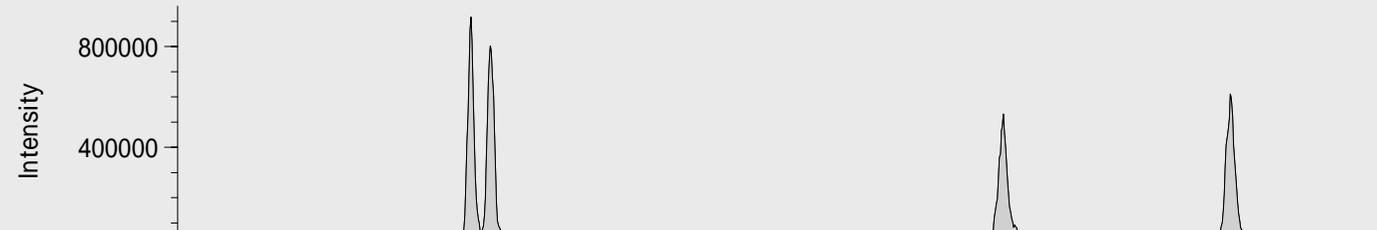
H6CDF / 375.8178



<sup>13</sup>C-H6CDF / 385.8610



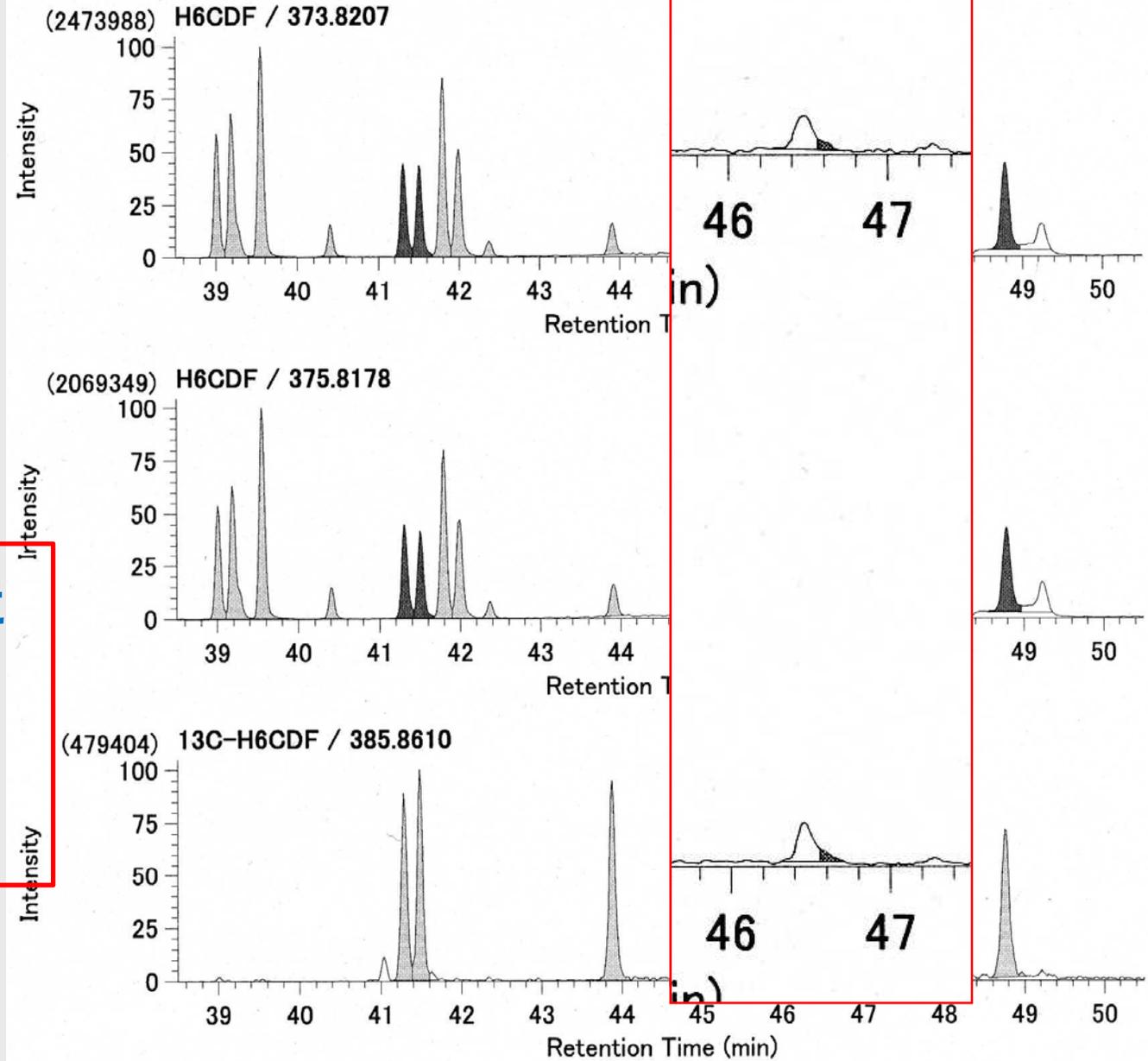
<sup>13</sup>C-H6CDF / 387.8580



1,2,3,7,8,9-HxCDF  
外れ値ではないが  
改善が望ましい

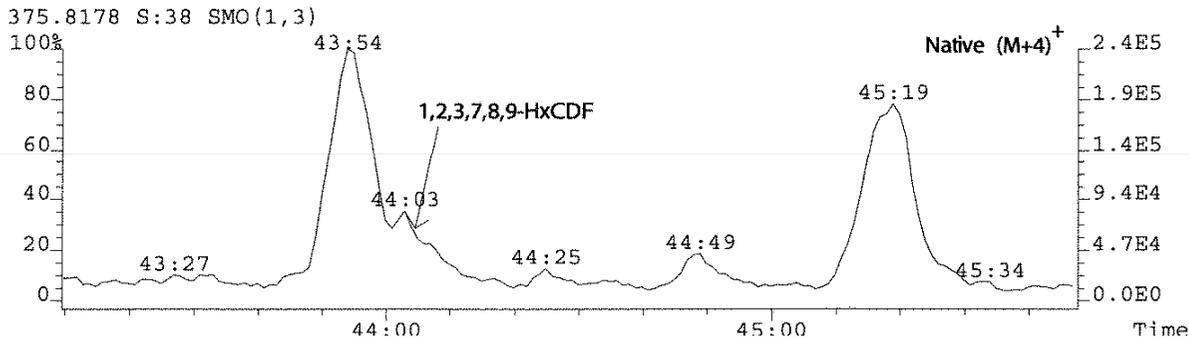
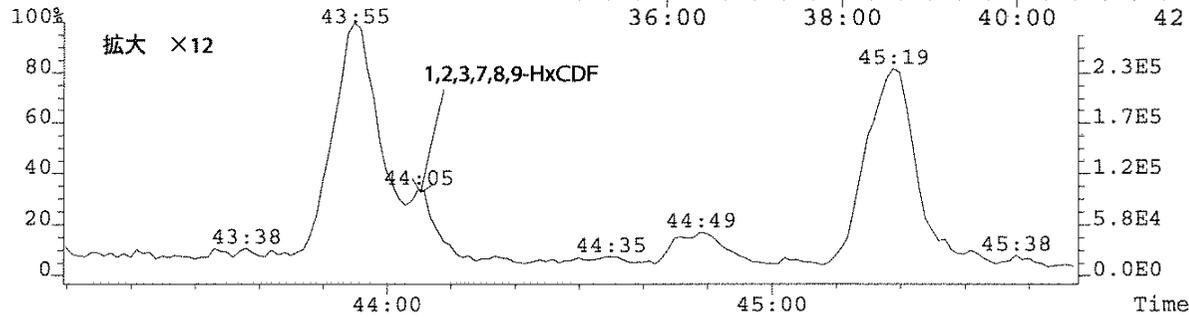
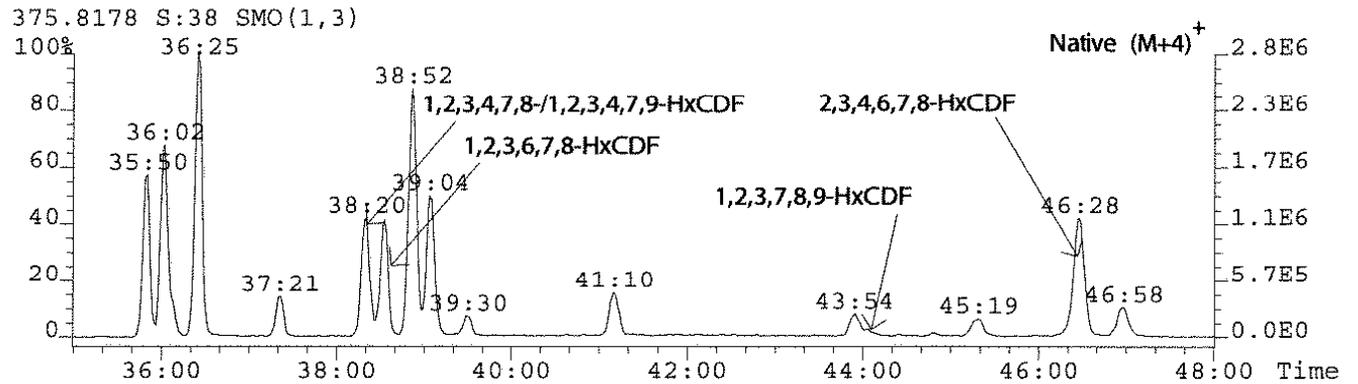
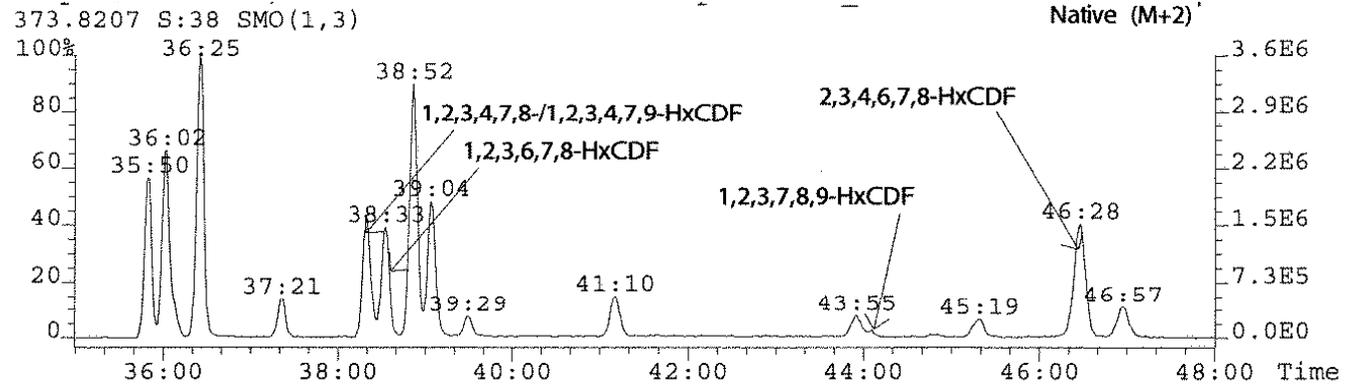
カラム: SP2331  
のみで測定

カラムの種類、膜厚に  
より、1,2,3,7,8,9-  
HxCDF  
が前後に検出される。



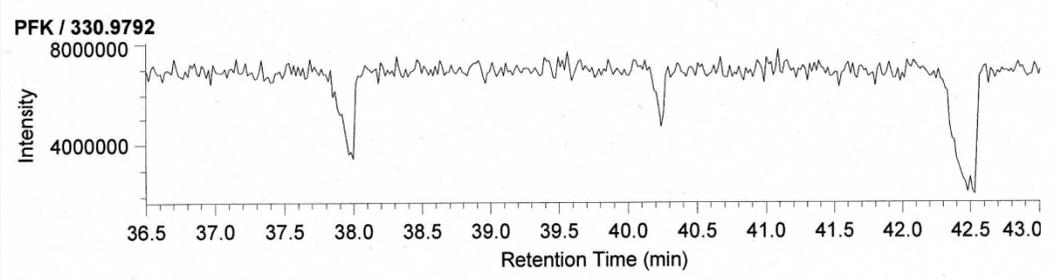
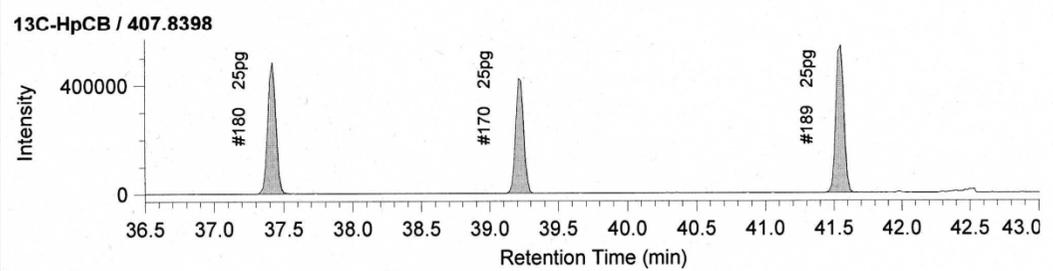
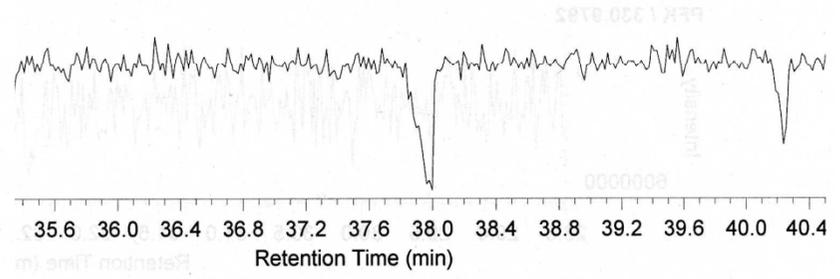
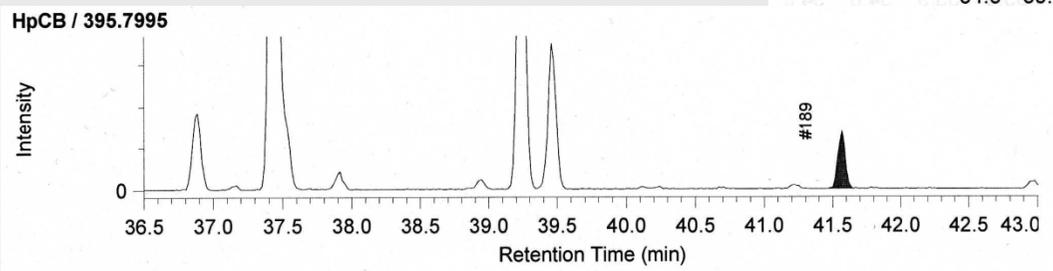
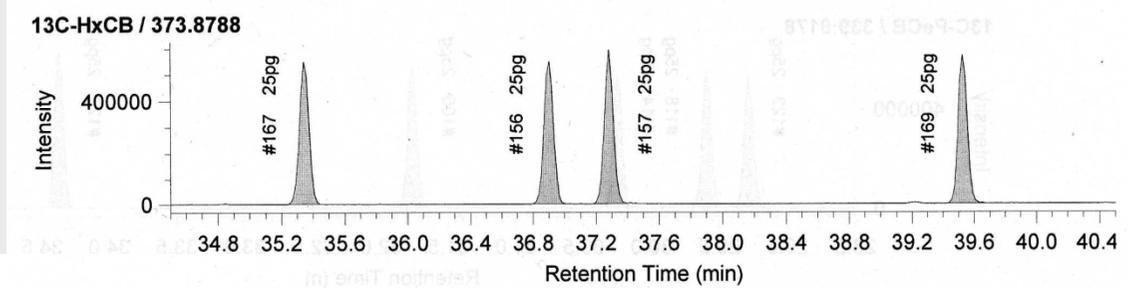
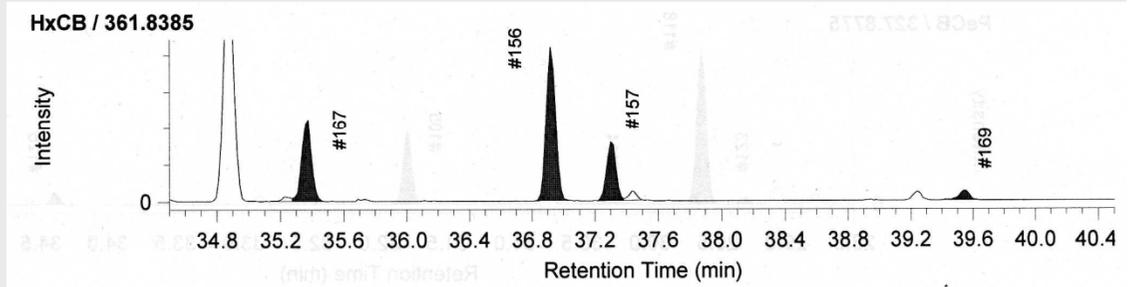
# 1,2,3,7,8,9 HxCDF SP2331のみで測定

外れ値ではないが、  
別カラムも使用して  
測定が望ましい。



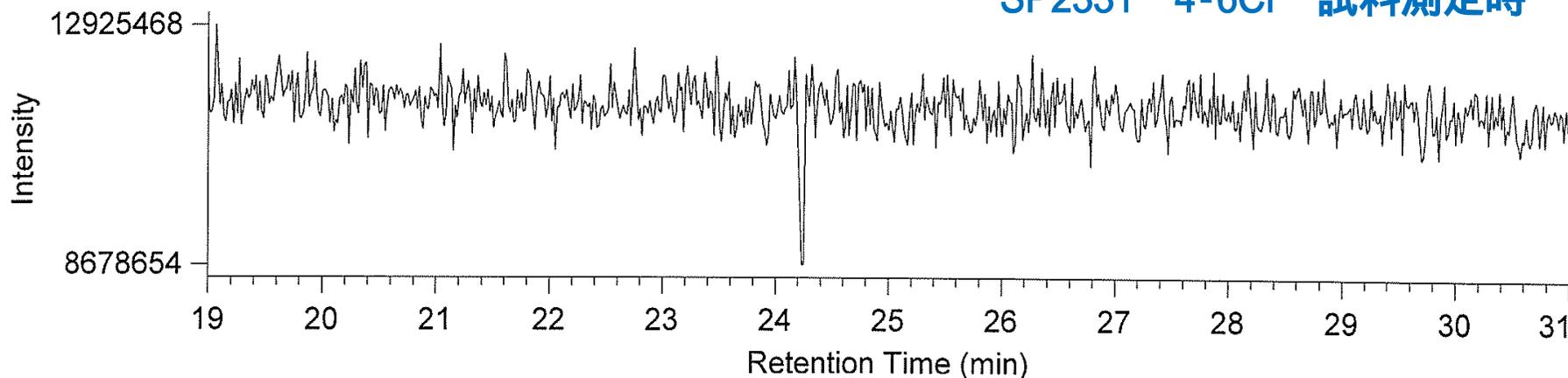
**悪いクロマトグラム例  
ロックマスキングクロマトグラム**

Lockmass落ち込み  
(カラム:HT8-PCB)  
測定ピークRTと  
ずれているが  
原因を要確認



LockMass / 330.9792

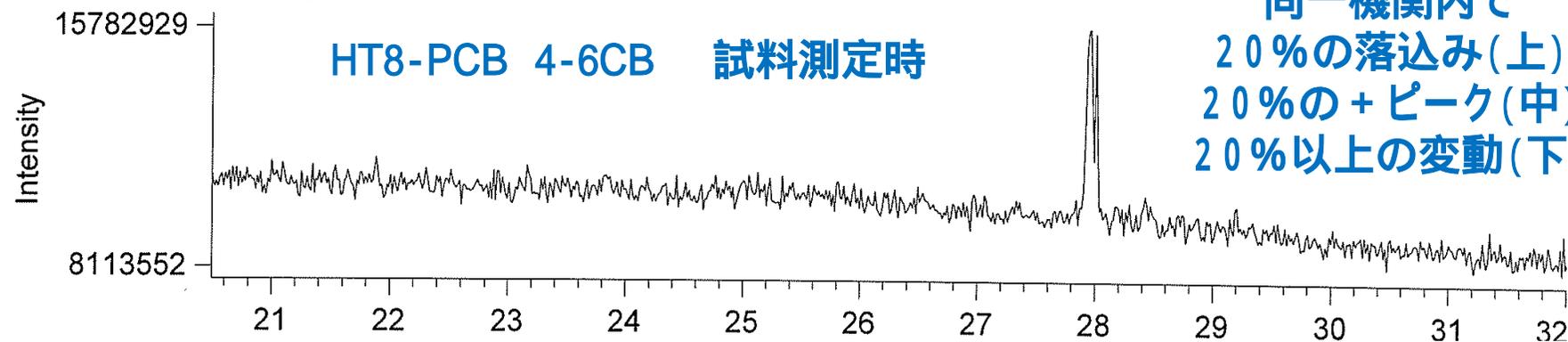
SP2331 4-6Cl 試料測定時



Lock Mass / 330.9792

HT8-PCB 4-6CB 試料測定時

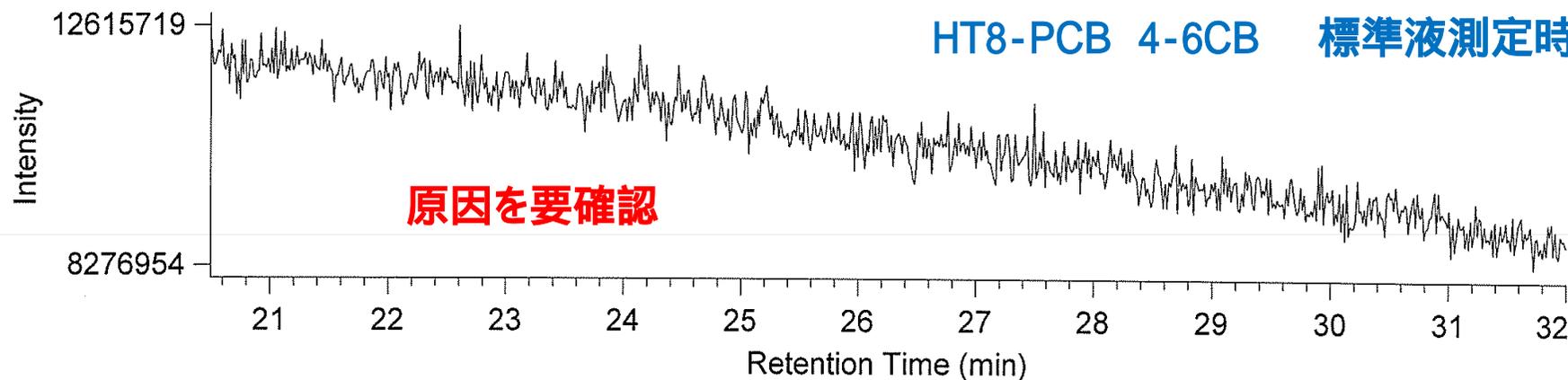
同一機関内で  
20%の落込み(上)  
20%の+ピーク(中)  
20%以上の変動(下)



Lock Mass / 330.9792

HT8-PCB 4-6CB 標準液測定時

原因を要確認



悪いクロマトグラム例  
その他

**DqData: 化け字注意**

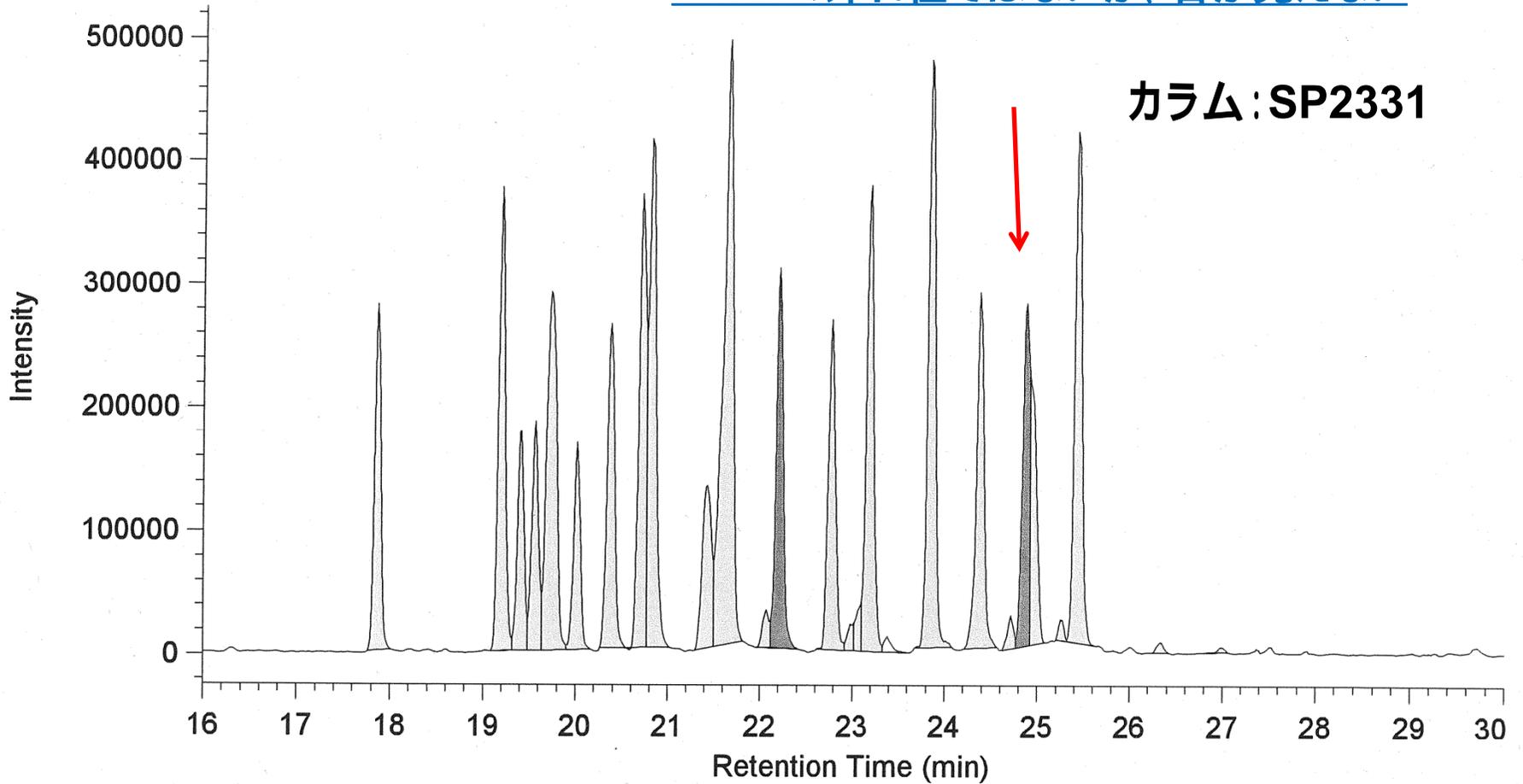
**DQ Main View**

DqData : k:\DXN\DXN2011\MethodData\, "xŠÇ—456CL\_T1,2,4,4-2\456CL

Injection : T1

**T4CDF**

**T4CDF: 外れ値ではないが、谷が見えない**



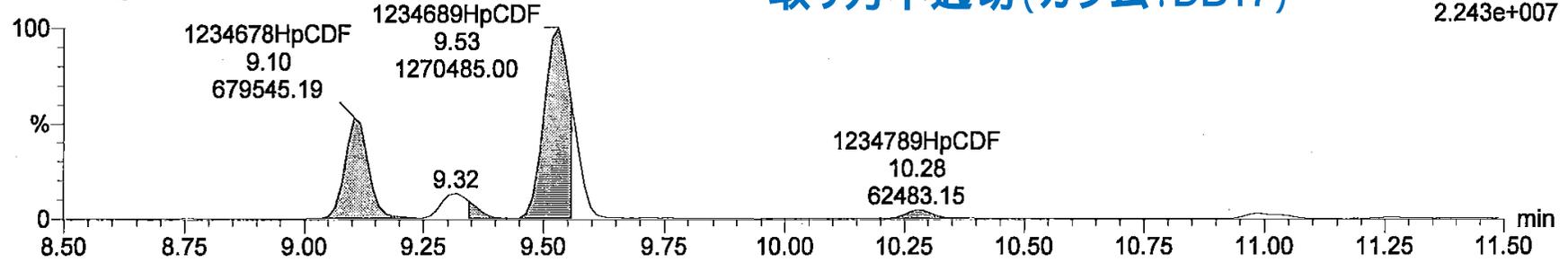
**Calculated Retention Time**

Totals HpCDF

WUY2137@76037 Smooth(Mn,1x1)  
WUY2137@76037

HpCDF;TEQに影響しないが、ピークの  
取り方不適切(カラム:DB17)

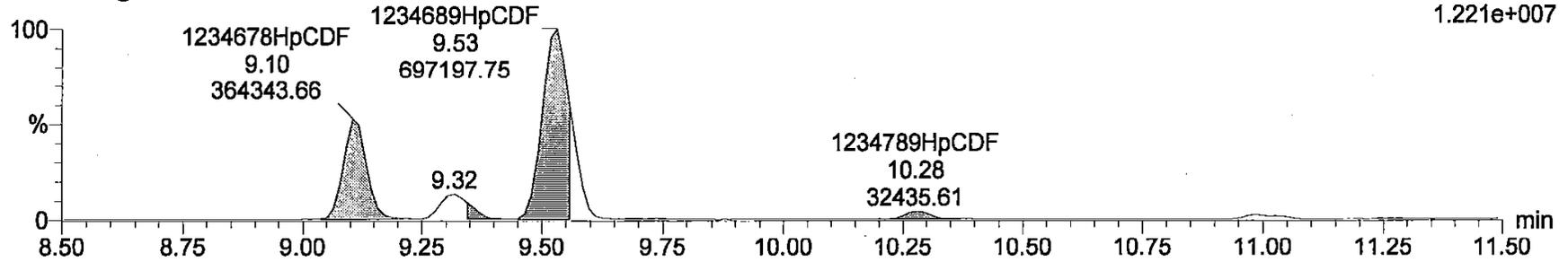
Voltage SIR,EI+  
409.7788  
2.243e+007



Totals HpCDF

WUY2137@76037 Smooth(Mn,1x1)  
WUY2137@76037

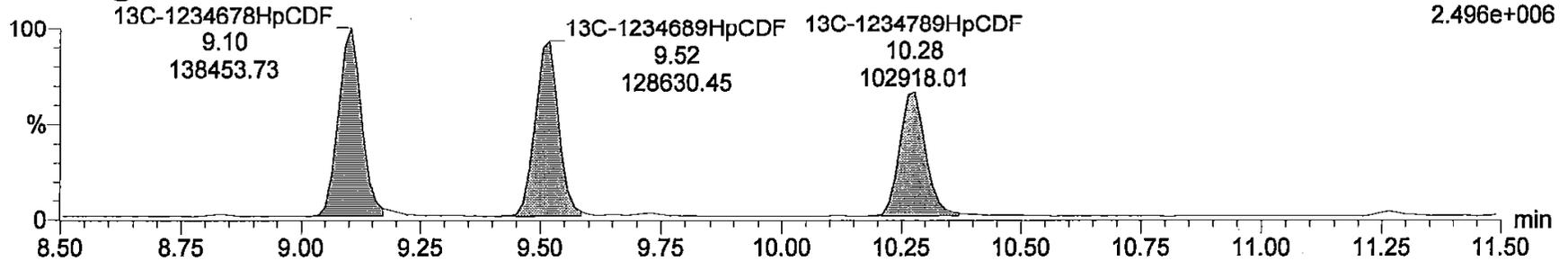
Voltage SIR,EI+  
411.7759  
1.221e+007



Totals 13C-HpCDF

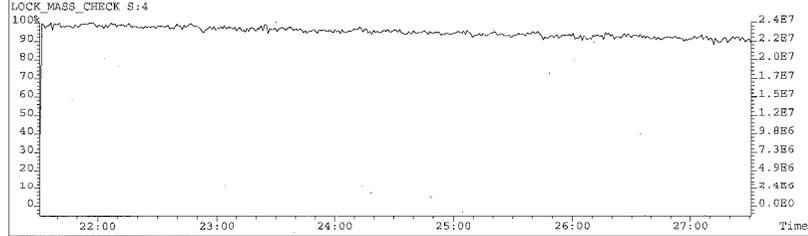
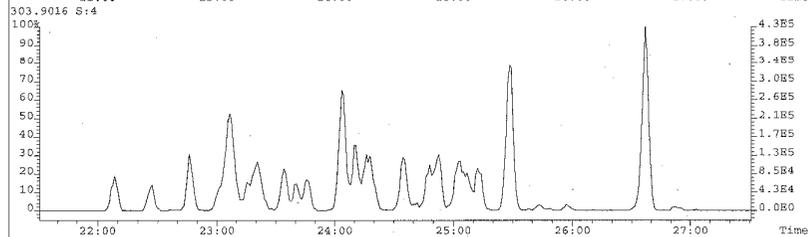
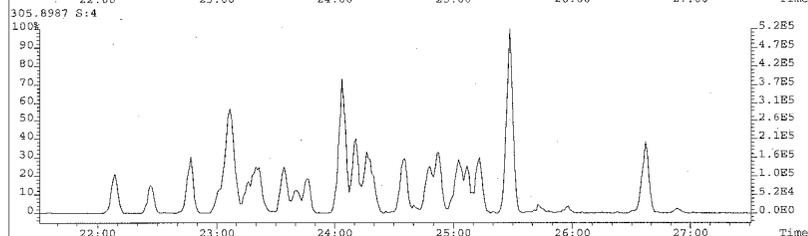
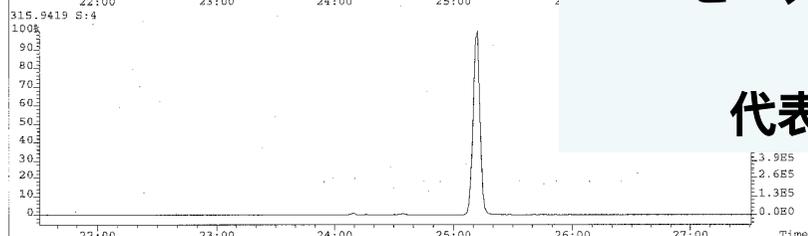
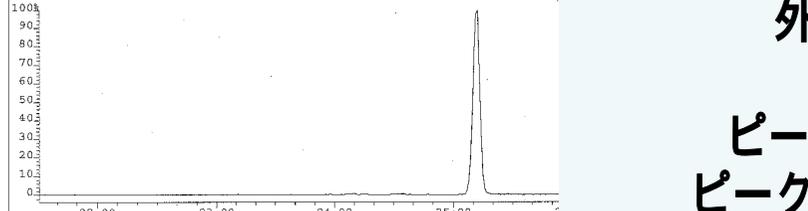
WUY2137@76037 Smooth(Mn,1x1)  
WUY2137@76037

Voltage SIR,EI+  
421.8191  
2.496e+006



TeCDFs

File: S20111102BFX #1-404 Acq: 2-NOV-2011 12:22:09 GC RI+ Voltage SIR AutoCap  
Sample#4 Text: 11-105D Exp: FEB-BPX-DXN  
317.9389 S:4



**BPX-DXN、RH12ms使用**

**外れ値はない**

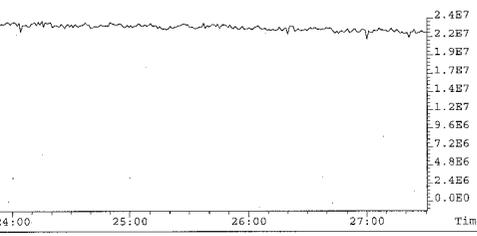
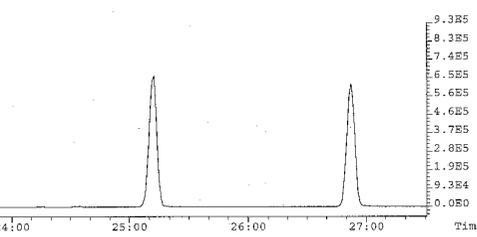
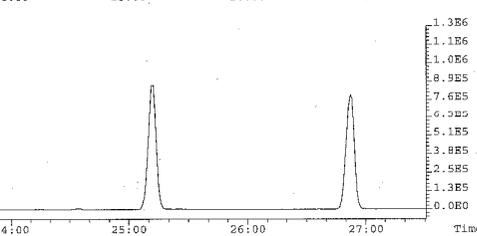
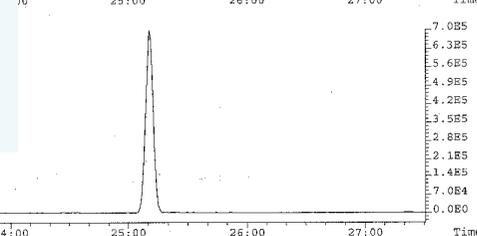
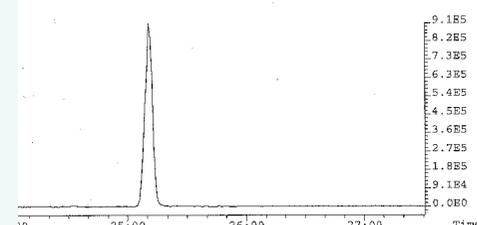
**ピークアサインなし  
ピーク判定取り方不明**

**など**

**代表例: TeCDF**

Column: BPX-DXN

File: 119 GC RI+ Voltage SIR Autospec-UltimaE  
S-BPX-DXN

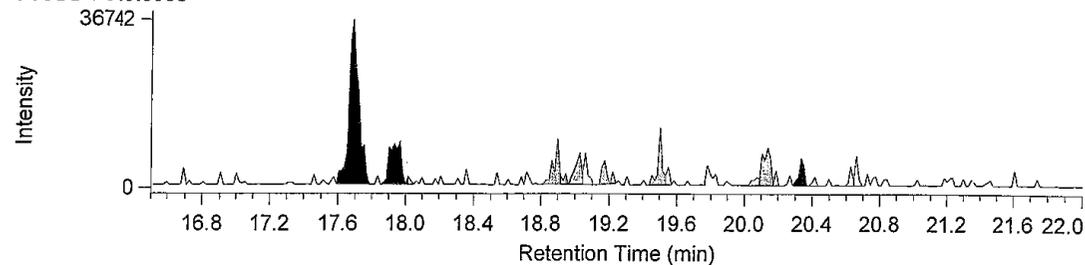


**試料クロマトグラム**

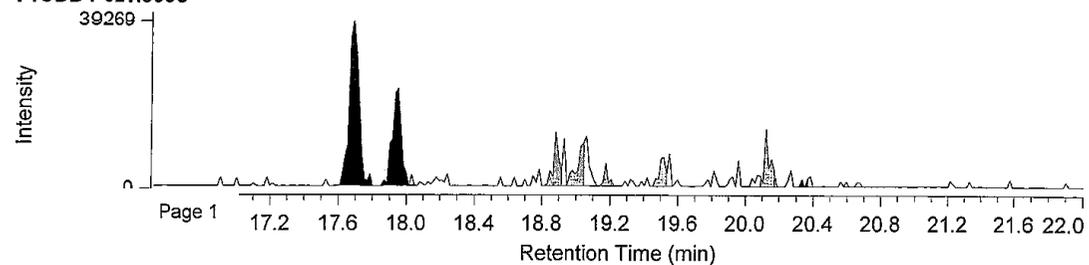
**標準クロマトグラム**

外れ値はなし  
TeCDD、TeCDF  
BPX-DXN  
注入絶対量が不足

T4CDD / 319.8965



T4CDD / 321.8936

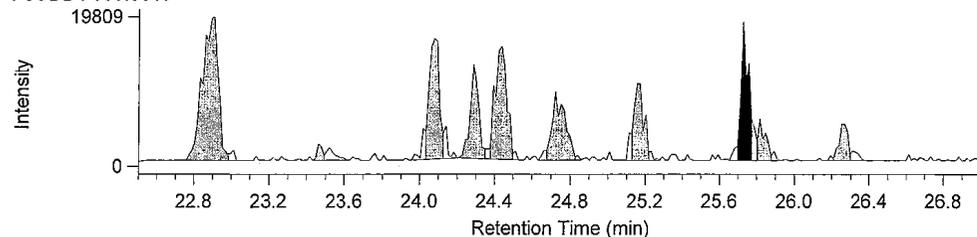


Compound View

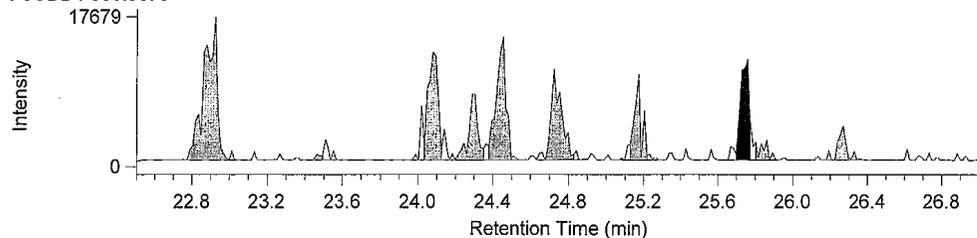
DqData : x:\Program Files\DioK\G-Labo\MethodData\BPH231108-1\BPH231108

Injection : G001-D134

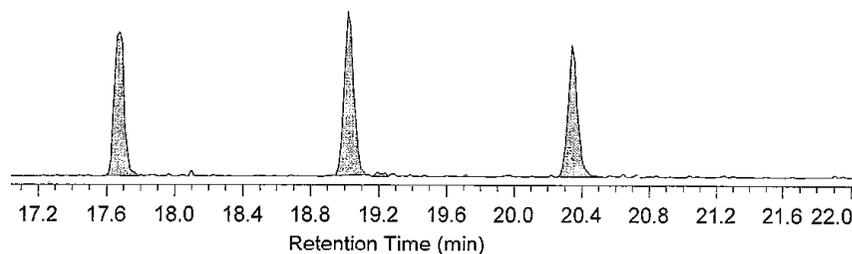
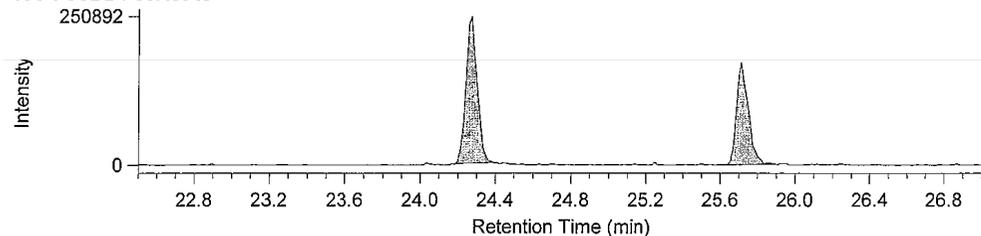
P5CDD / 355.8546



P5CDD / 353.8576

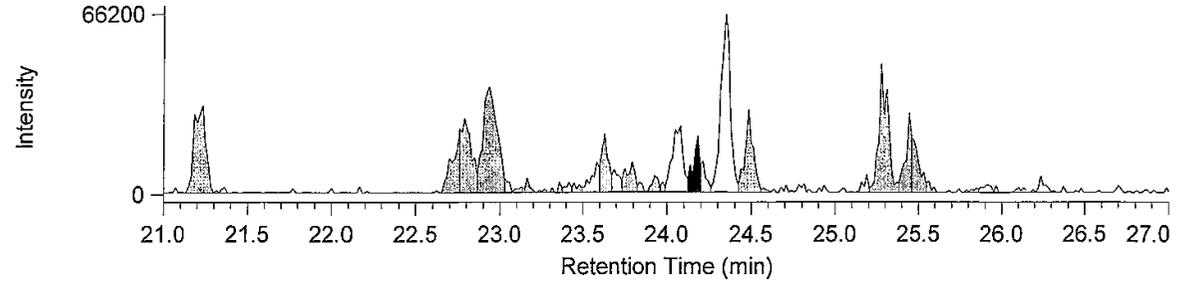


13C-P5CDD / 367.8949

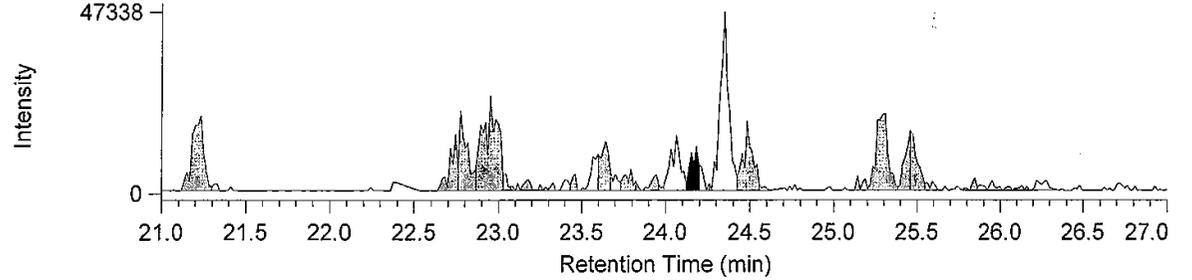


外れ値はなし  
PeCDF  
BPX-DXN、  
RH12ms  
注入絶対量が不足

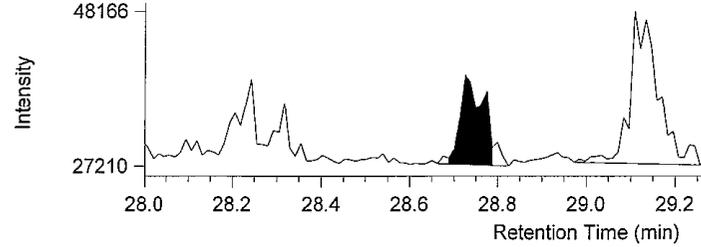
P5CDF / 339.8598



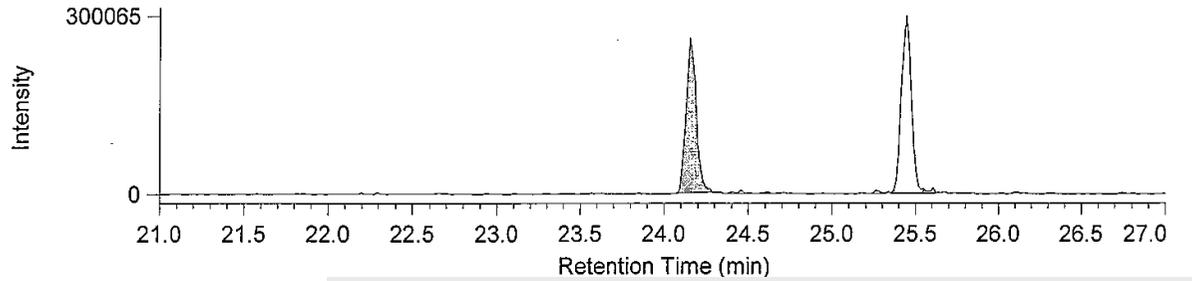
P5CDF / 341.8568



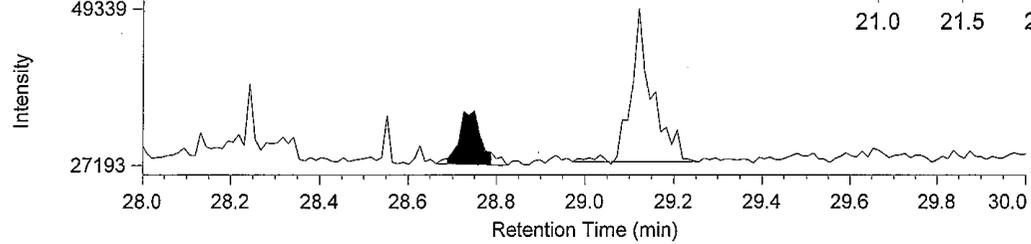
P5CDF / 339.8598



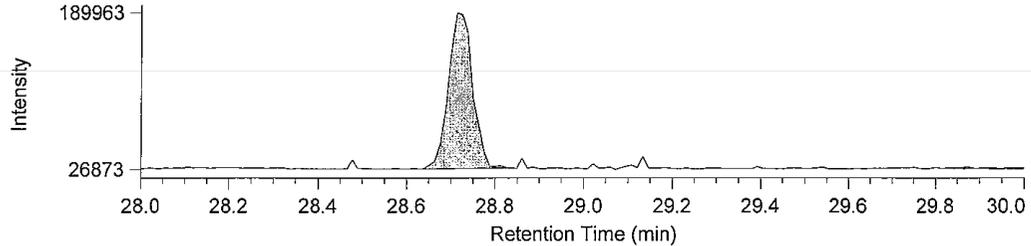
13C-P5CDF / 351.9000



P5CDF / 341.8568



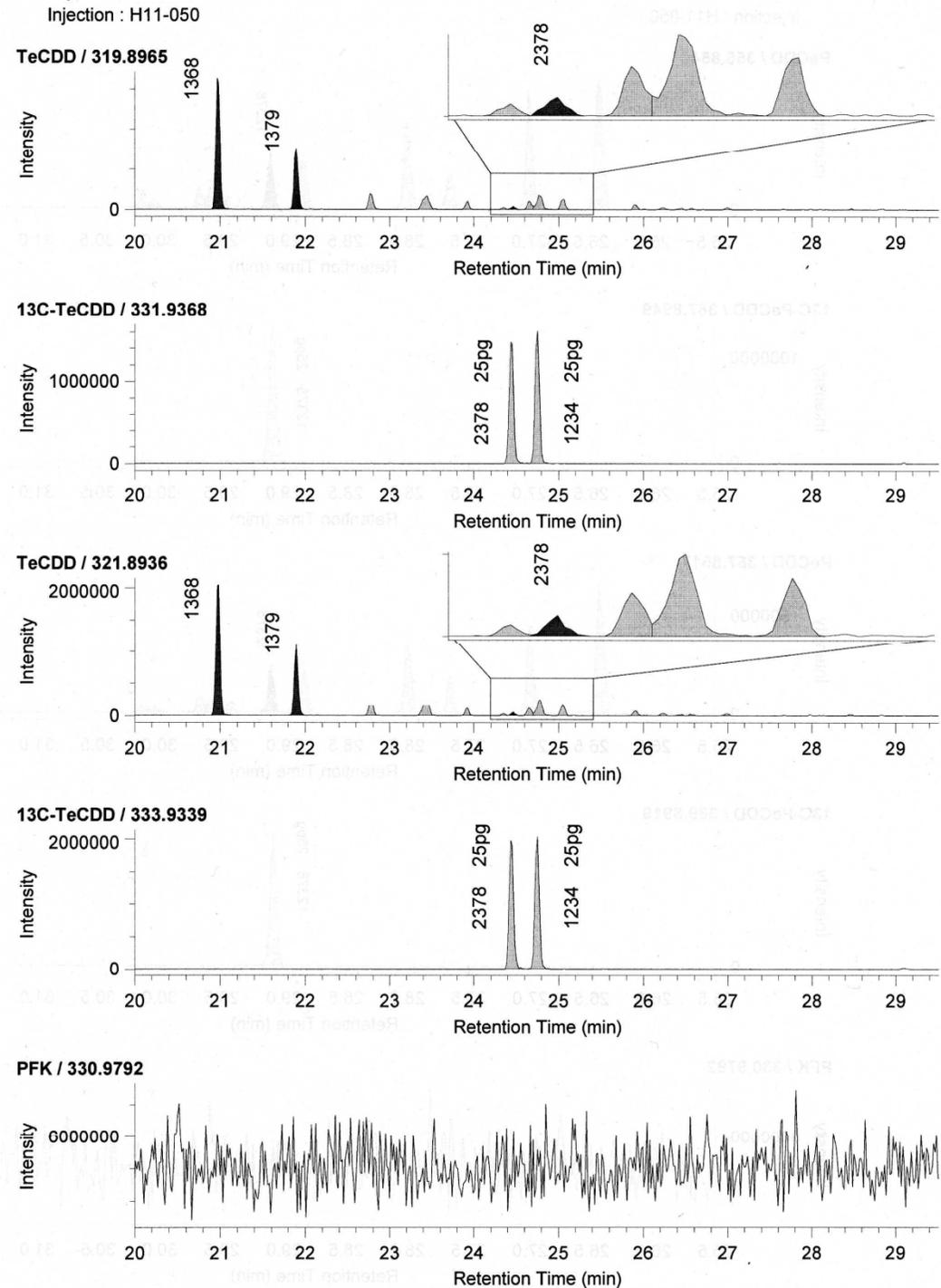
13C-P5CDF / 351.9000



# 模範的なクロマトグラム例

## 模範的クロマトグラム

1. 主な異性体名称を明記
2.  $^{13}\text{C}$ 化合物の量を明記
3. 同一頁にロックマス掲載
4. 必要なら拡大図を補足

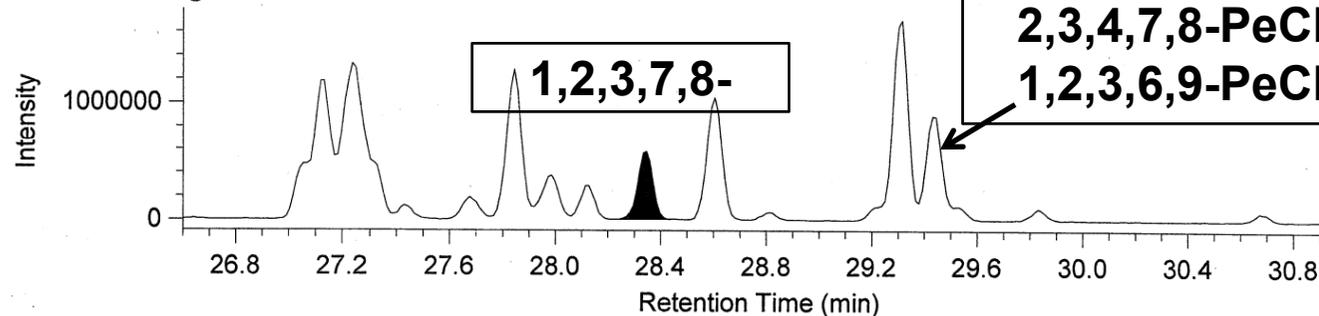


**2つのカラムを使った測定例 1**  
**PeCDF, HxCDD, HxCDF**

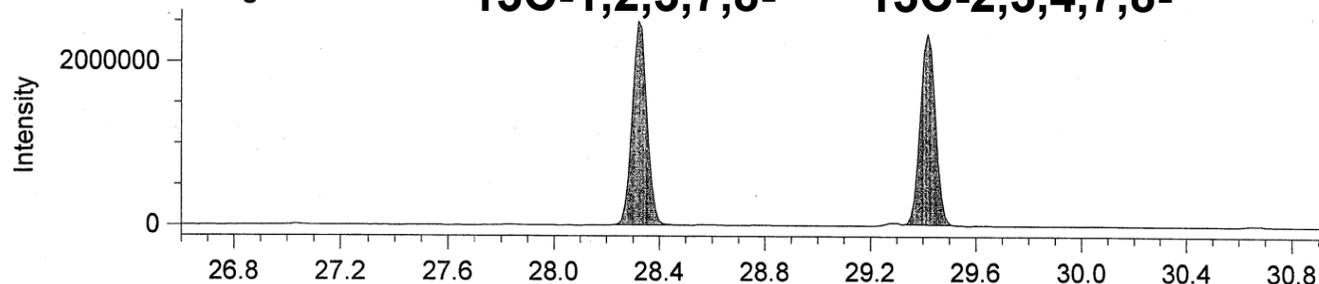
カラム:  
BPX-DXN

1,2,3,7,8,-  
PeCDFを  
測定

P5CDF / Average



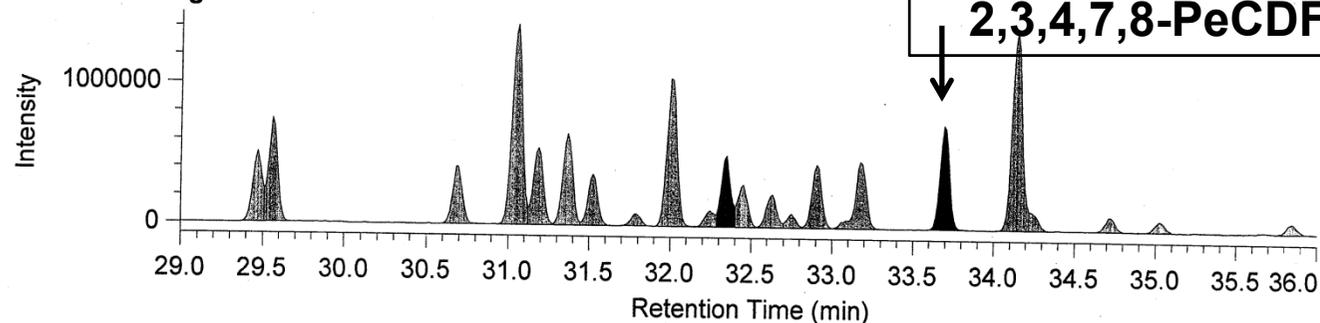
<sup>13</sup>C-P5CDF / Average



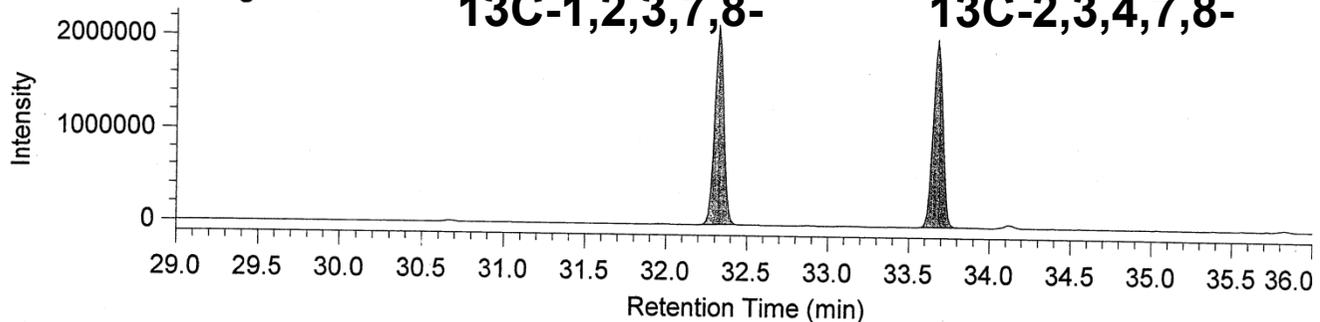
カラム:  
RH12ms

2,3,4,7,8,-  
PeCDFを  
測定

P5CDF / Average



<sup>13</sup>C-P5CDF / Average

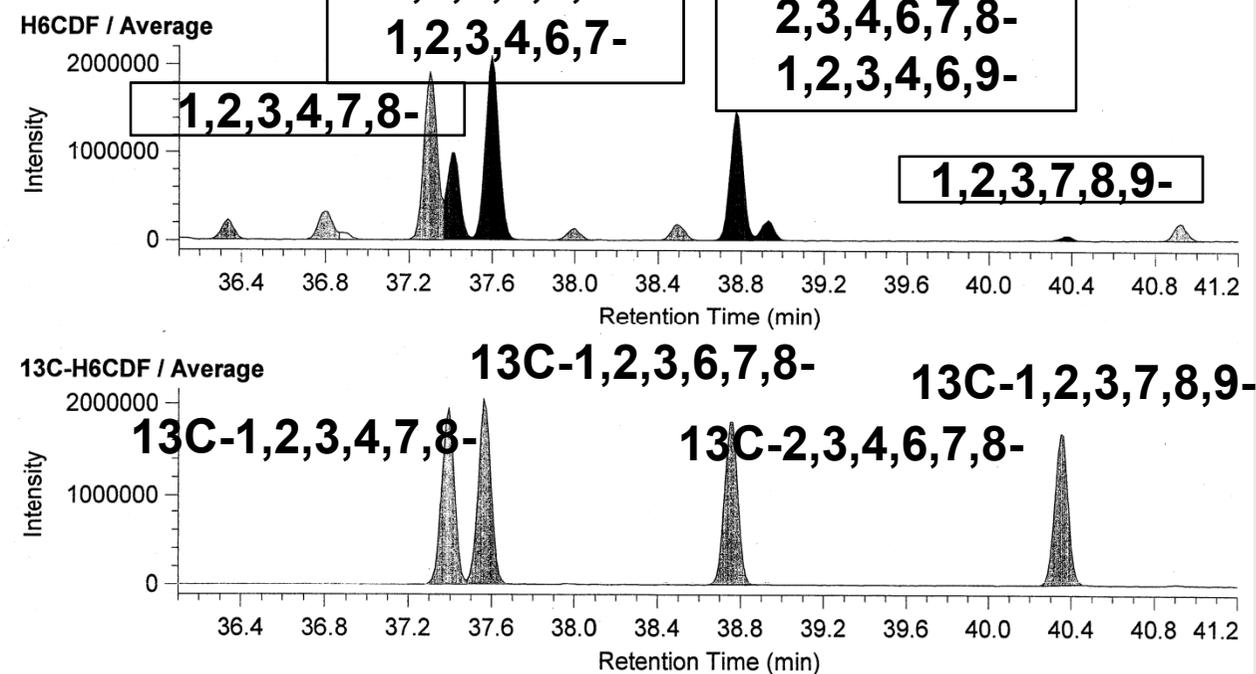
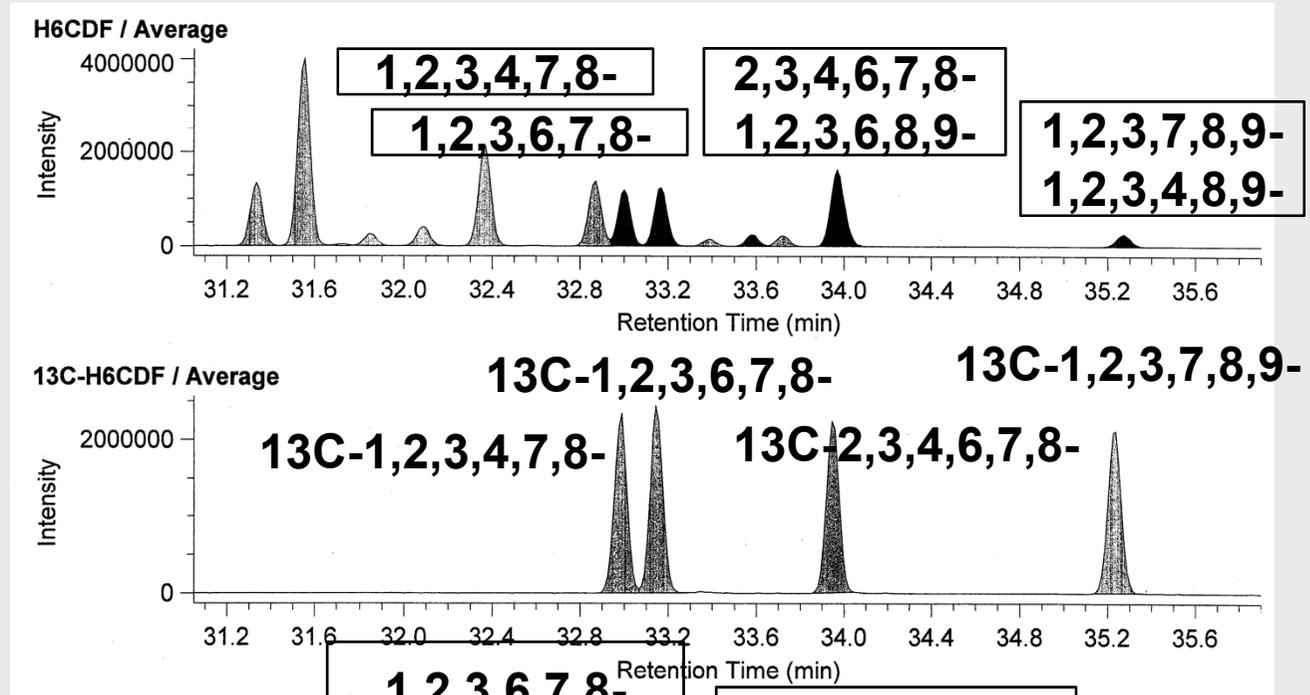


カラム:  
BPX-DXN

1,2,3,4,7,8  
-HxCDF  
1,2,3,6,7,8  
-HxCDF  
を  
測定

カラム:  
RH12ms

2,3,4,6,7,8,  
-HxCDF  
1,2,3,7,8,9  
-HxCDFを  
測定

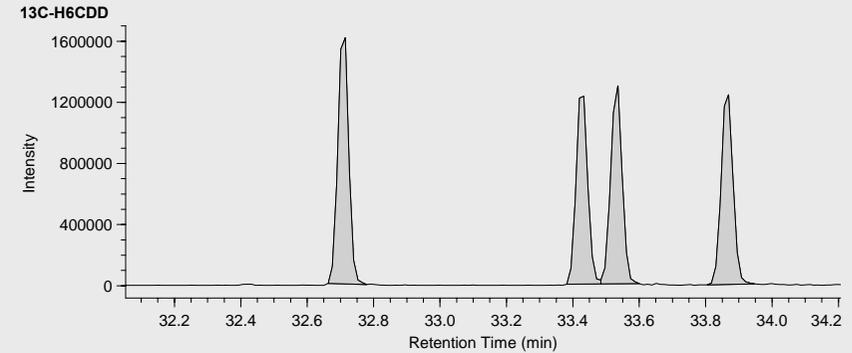
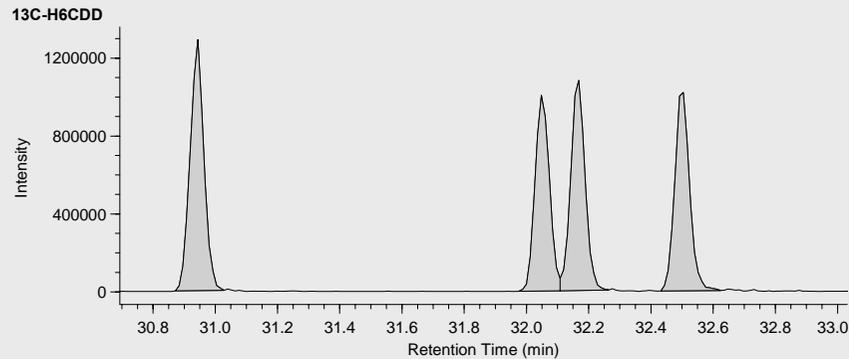
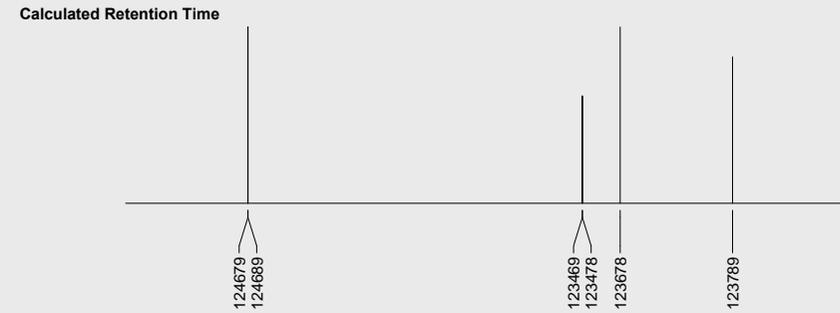
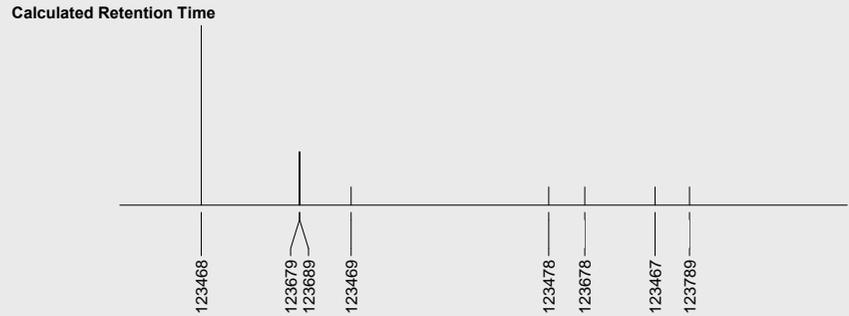
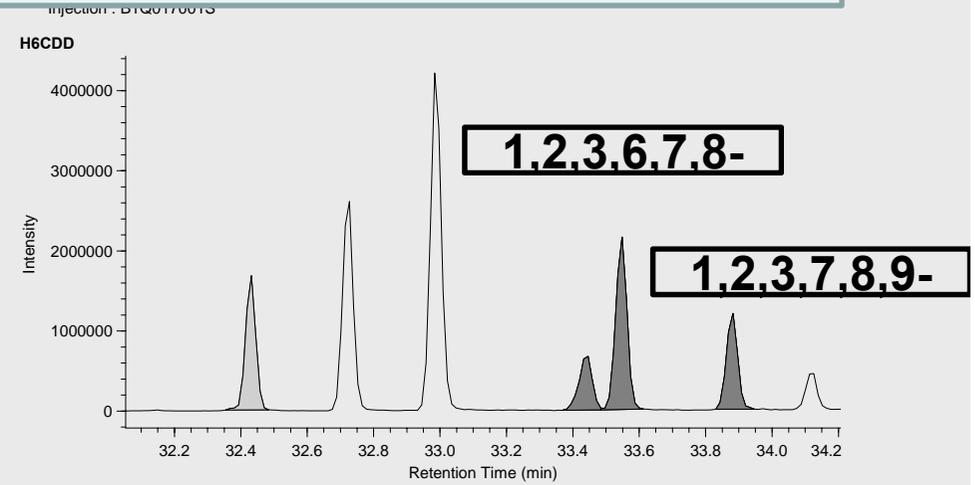
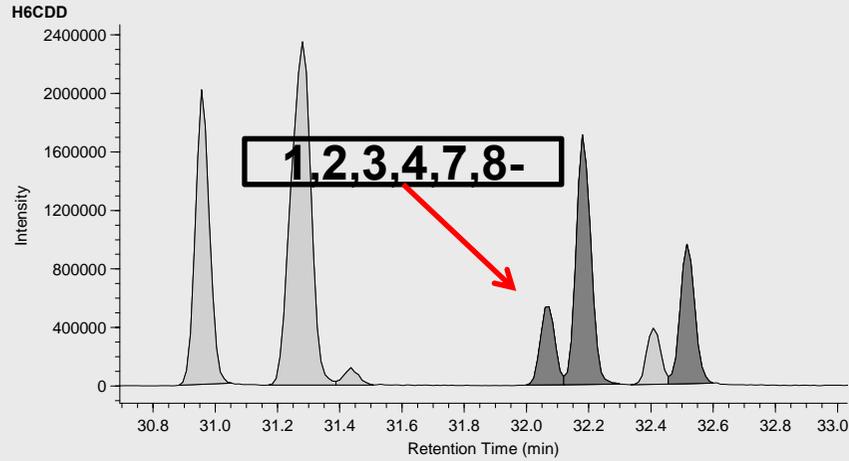


**2つのカラムを使った測定例 2**  
**PeCDF, HxCDD, HxCDF**

カラム:BPX-DXN

PeCDD

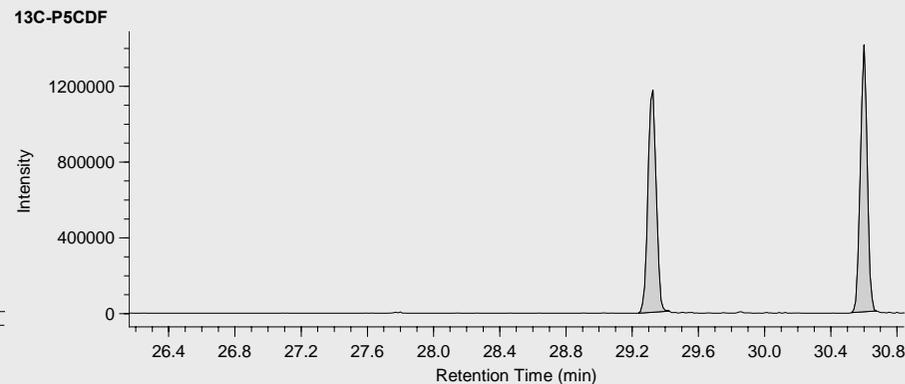
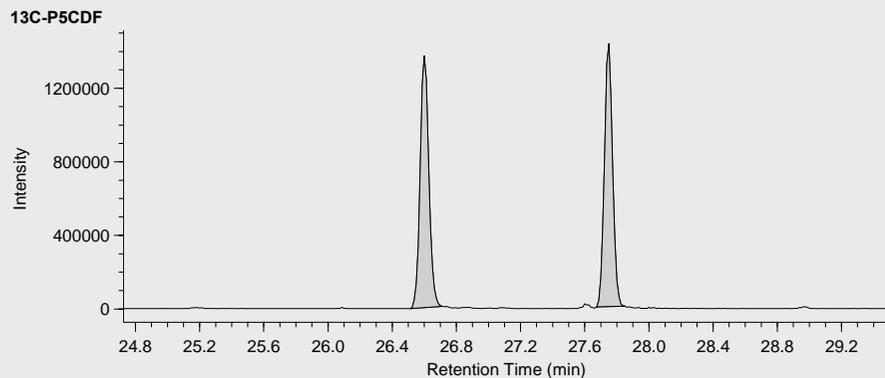
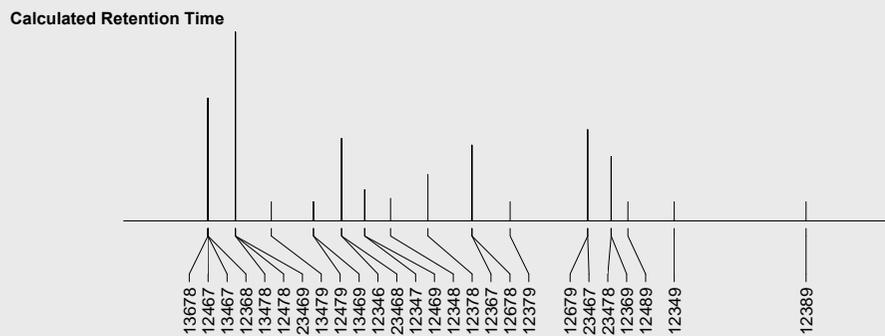
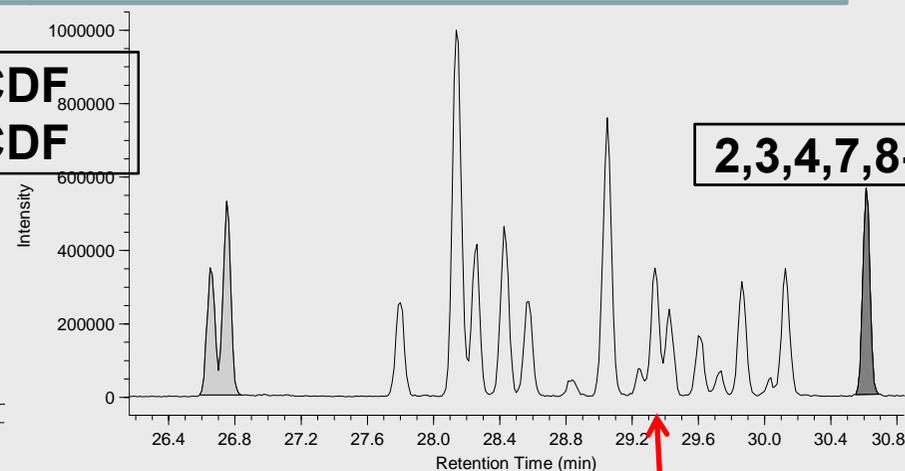
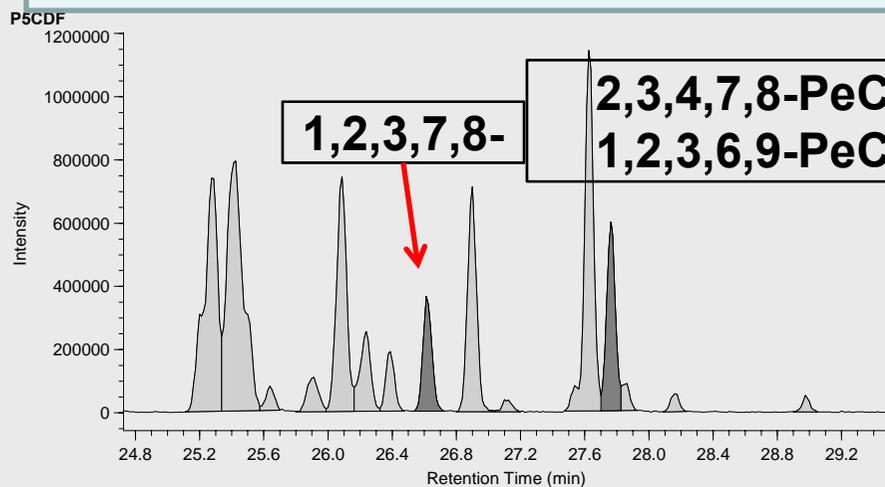
カラム:RH12ms



カラム:BPX-DXN

PeCDF

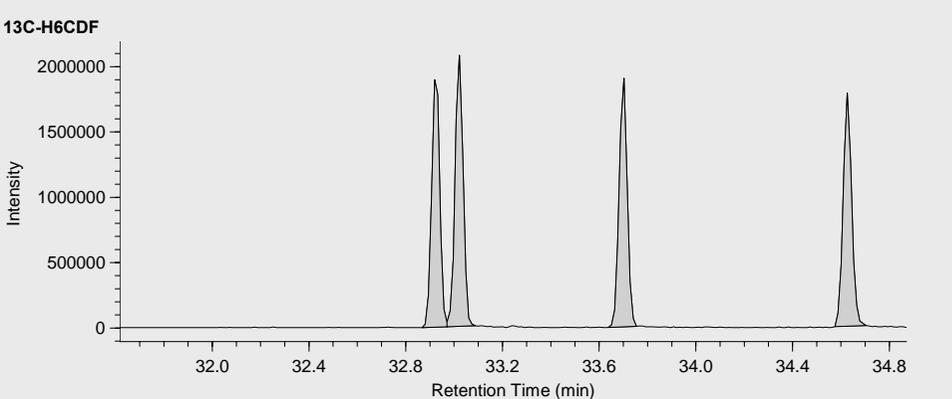
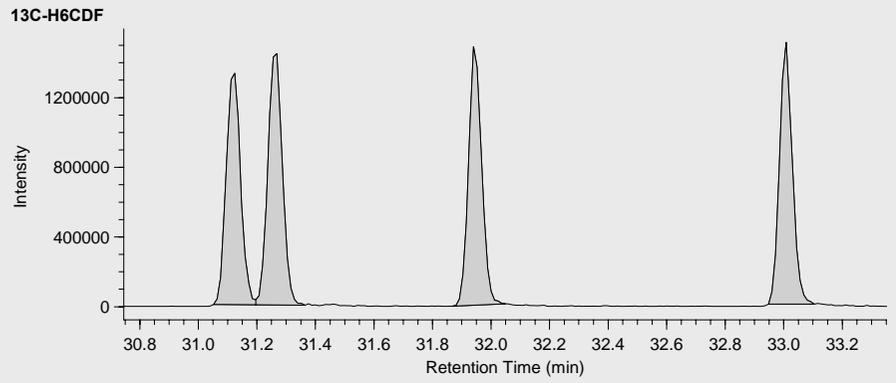
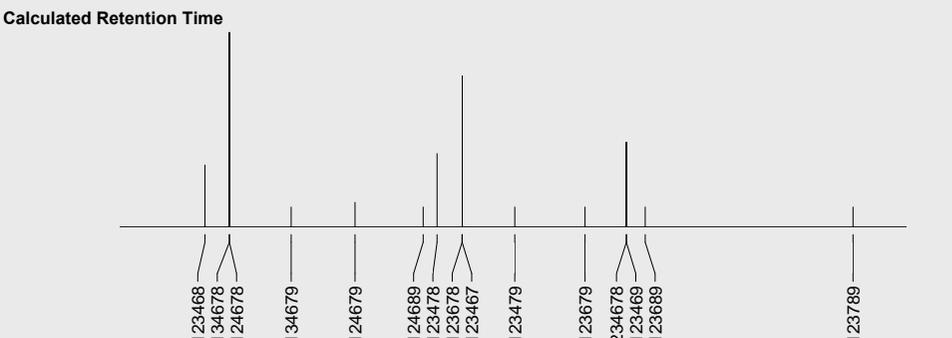
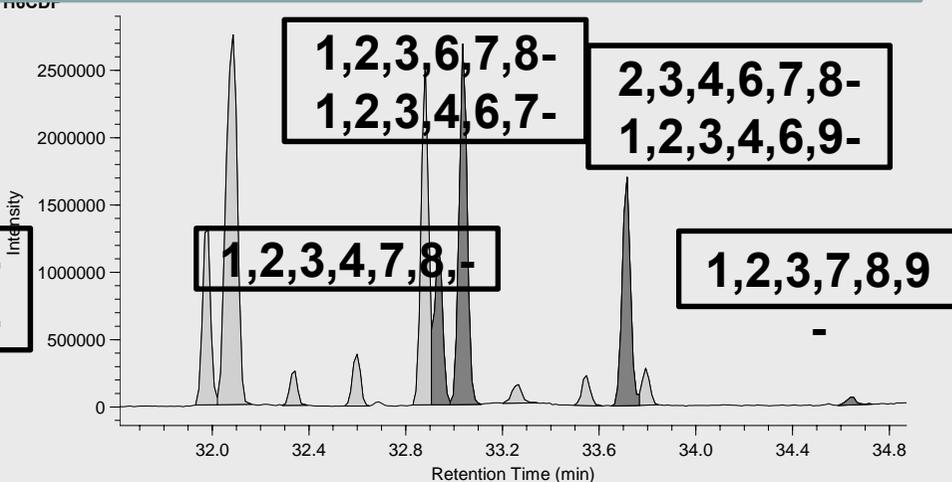
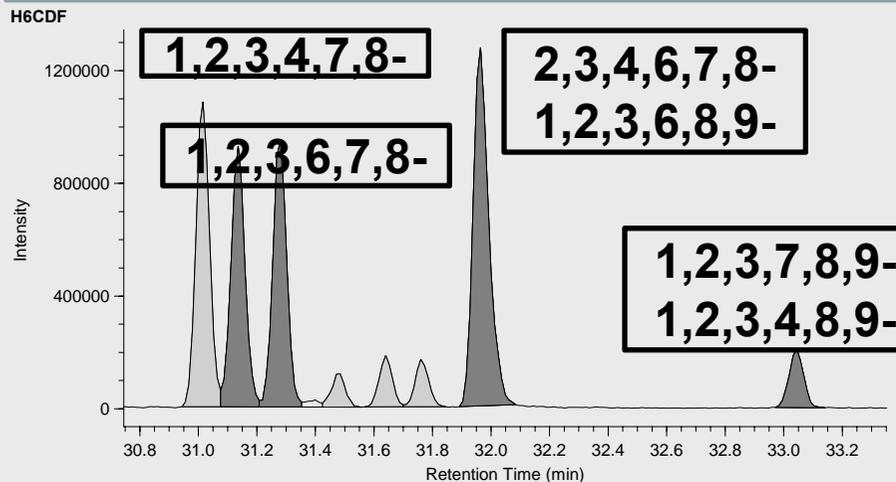
カラム:RH12ms



# カラム:BPX-DXN

# HxCDF

# カラム:RH12ms



# 要因別の解析 (TEQ)

外れ値等を棄却後のTEQに関する解析

(土壌マニュアルの方法)

分析結果に影響がみられた要因

- ・ **分析機関区分** : 次ページに例示
- ・ **分析機関の国際的な認証等の取得** : 次に例示
- ・ 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

# 分析機関区分に関する解析 (室間精度等)

(土壌マニュアルの方法)

分析 機関 区分	TEQ(PCDDs+PCDFs)				TEQ(DL-PCBs)			
	回答 数	平均値 (pg/g)	室間精度		回答 数	平均値 (pg/g)	室間精度	
			S.D. (pg/g)	CV %			S.D. (pg/g)	CV %
公的	13	162	24.3	15.0	11	5.09	0.681	13.4
民間	87	157	13.8	8.8	89	5.27	0.498	9.5
全体	100	158	15.5	9.8	100	5.25	0.521	9.9

注) 偏り及び精度に関する検査は行ってない!

# 分析機関区分に関する解析 (外れ値の回答数)

(土壌マニュアルの方法)

分析 機関 区分	回答 数	外れ値の回答数			
		PCDDs+PCDFs		DL-PCBs	
		TEQ	異性体	TEQ	異性体
公的	14	1	5	3	6
民間	89	2	8	0	6
全体	103	3	13	3	12

(注) 「異性体」は、外れ値である異性体を含む回答数を示す。

# 分析機関の国際的な認証等の取得に関する解析 (室間精度等)

(土壌マニュアルの方法)

国際的な認証等の取得	T E Q(PCDDs+PCDFs)				T E Q(DL-PCBs)			
	回 答 数	平均値 (pg/g)	室間精度		回 答 数	平均値 (pg/g)	室間精度	
			S.D. (pg/g)	CV %			S.D. (pg/g)	CV %
1.1 ISO 9001 ~9003 有	49	156	14.2	9.1	50	5.18	0.454	8.8
1.2 無	51	160	16.5	10.3	50	5.33	0.575	10.8
2.1 ISO 17025 有	35	160	12.8	8.0	35	5.35	0.424	7.9
2.2 無	65	157	16.7	10.7	65	5.20	0.561	10.8
3.1 MLAP 有	87	157	13.8	8.8	89	5.27	0.498	9.5
3.2 無	13	162	24.3	15.0	11	5.09	0.681	13.4
4.1 環境省受注資格 有	51	156	12.6	8.0	52	5.27	0.454	8.6
4.2 無	49	159	18.0	11.3	48	5.23	0.588	11.3
5.1 QMS構築	3	169	14.2	8.4	2	4.83	-	-
5.2 その他	97	157	15.5	9.8	98	5.26	0.522	9.9
6.1 1~5のいずれかあり	88	157	14.0	8.9	89	5.27	0.498	9.5
6.2 いずれもなし	12	160	24.5	15.3	11	5.09	0.681	13.4

# 分析機関の国際的な認証等の取得に関する解析 (外れ値の回答数)

(土壌マニュアルの方法)

国際的な認証等の取得			回答数	外れ値の回答数			
				PCDDs+PCDFs		DL-PCBs	
				T E Q	異性体	T E Q	異性体
1.1	ISO 9001 ~ 9003	有	50	1	2	0	3
1.2		無	53	2	11	3	9
2.1	ISO 17025	有	35	0	3	0	1
2.2		無	68	3	10	3	11
3.1	MLAP	有	89	2	8	0	5
3.2		無	14	1	5	3	7
4.1	環境省受注資格	有	52	1	3	0	2
4.2		無	51	2	10	3	10
5.1	QMS構築		3	0	0	1	1
5.2	その他		100	3	13	2	11
6.1	1~5のいずれかあり		90	2	8	1	8
6.2	いずれもなし		13	1	5	2	4

(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)

## 異性体濃度に関する解析

(土壌マニュアルの方法)

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8異性体

# 異性体濃度に関する解析

(土壌マニュアルの方法)

分析項目		回答数		
		単独で定量	重なっている異性体あり	不明
PCDDs		すべての回答とも「単独で定量」		
PCDFs	1,2,3,7,8-PeCDF	50	49	4
	2,3,4,7,8-PeCDF	98	2	3
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	51	48	4
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	97	3	4
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	84	16	3
DL-PCBs ノンオルト		すべての回答とも「単独で定量」		
DL-PCBs	2,3',4,4',5-PeCB(#118)	96	3	4
モノオルト	2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	95	4	4
	2,3,4,4',5-PeCB(#114)	92	8	3

# 異性体濃度に関する解析

(土壌マニュアルの方法)

「重なっている異性体あり」が**4回答**以上の異性体に関する解析結果の概要

対象項目	重なる異性体	使用GCカラムによる分析結果の違い
1,2,3,7,8-PeCDF	1,2,3,4,8-PeCDF	<b>今回の調査結果では、単独定量できるカラムと比較して大きい値となる</b>  <b>(この3例の詳細を以降に示す)</b>
1,2,3,4,7,8-HxCDF	1,2,3,4,7,9-HxCDF	
2,3,4,6,7,8-HxCDF	1,2,3,6,8,9-HxCDF	
2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	3,3',4,5,5'-PeCB (#127)	<b>今回の調査結果では、結果に違いはみられなかった</b>
2,3,4,4',5-PeCB (#114)	3,3',4,5,5'-PeCB (#127)	

# 異性体濃度に関する解析

1,2,3,7,8-PeCDF

(土壌マニュアルの方法)

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 (pg/g)	室間精度		
			S.D. (pg/g)	CV %	
1. 単独で定量	50	24.9	3.45	13.9	0
2. 重なっている異性体あり	49	34.7	4.18	12.0	0
3. 不明	3	29.8	4.65	15.6	1

(注1) 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（危険率5%）。

平均値：1と2

(注2) 重なっている異性体は、すべての回答とも「1,2,3,4,8-PeCDF」である。

# 異性体濃度に関する解析

1,2,3,7,8-PeCDF

(土壌マニュアルの方法)

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 (pg/g)	室間精度		
				S.D. (pg/g)	CV %	
単独で定量	1.BPX-DXN	40	24.8	3.56	14.3	0
	2.BPX-DXN1	2	23.8	-	-	0
	3.DB5(MS)	1	27.0	-	-	0
	4.RH12(MS)	7	25.4	3.65	14.4	0
重なっている 異性体あり	5.CP-Si188	8	33.4	5.29	15.8	0
	6.RTX-2330	1	30.5	-	-	0
	7.SP2331	40	35.1	3.94	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(危険率5%)。

平均値:1と5、1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

(土壌マニュアルの方法)

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 (pg/g)	室間精度		
			S.D. (pg/g)	CV %	
1. 単独で定量	51	55.7	5.56	10.0	0
2. 重なっている異性体あり	48	59.5	5.76	9.7	0
3. 不明	3	57.7	0.577	1.0	1

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

平均値:1と2

(注)重なっている異性体は、すべての回答とも「1,2,3,4,7,9-HxCDF」である。

# 異性体濃度に関する解析

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

(土壌マニュアルの方法)

ピークの変離 ・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 (pg/g)	室間精度		
				S.D. (pg/g)	CV %	
単独で定量	1.BPX-DXN	45	55.9	5.71	10.2	0
	2.BPX-DXN1	2	55.8	-	-	0
	3.DB5(MS)	1	59.0	-	-	0
	4.RH12(MS)	2	52.3	-	-	0
	5.SP2331	1	53.3	-	-	0
重なっている 異性体あり	6.CP-Sil88	8	59.5	6.32	10.6	0
	7.Rtx2330	1	54.0	-	-	0
	8.SP2331	39	59.6	5.74	9.6	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(危険率5%)。

平均値:1と8

# 異性体濃度に関する解析

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

(土壌マニュアルの方法)

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 (pg/g)	室間精度		
			S.D. (pg/g)	CV %	
1. 単独で定量	83	67.8	7.04	10.4	1
2. 重なっている異性体あり	15	72.8	10.5	14.4	1
3. 不明	2	77.3	-	-	1

(注1)精度の違いは水準間に見られなく、偏り(平均値の差)は以下の水準間認められる(危険率5%)。

平均値:1と2

(注2)重なっている異性体は、すべての回答とも「1,2,3,6,8,9-HxCDF」である。

# 異性体濃度に関する解析

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

(土壌マニュアルの方法)

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 (pg/g)	室間精度		
				S.D. (pg/g)	CV %	
単独で定量	1. BPX-DXN	19	66.6	6.63	10.0	0
	2. BPX-DXN	2	66.0	-	-	0
	3. CP-Si 188	8	65.5	8.54	13.0	0
	4. DB17 (MS、HT)	3	68.8	8.58	12.5	0
	5. RH12 (MS)	6	69.1	6.17	8.9	1
	6. Rt2330	1	62.5	-	-	0
	7. SP2331	44	68.7	6.99	10.2	1
重なっている 異性体あり	8. BPX-DXN	14	73.2	10.8	14.8	1
	9. RH12 (MS)	1	68.0	-	-	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 (危険率 5%)。

平均値 : 1と8

# 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
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
23	土壌試料	106	111	簡易測定法5回答 土壌マニュアル103、その他2

# 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) n g / g	室間精度 C V %	
1 1	土 壌 試 料	P C D D s & P C D F s	前	9 6	0 . 0 8 3 5 ( 0 . 0 8 1 )	4 6 . 9
			後	9 3	0 . 0 7 8 5 ( 0 . 0 8 1 )	2 1 . 1
		D L - P C B	前	7 8	0 . 0 0 1 3 9 ( 0 . 0 0 1 3 )	7 3 . 7
			後	7 4	0 . 0 0 1 2 5 ( 0 . 0 0 1 3 )	2 7 . 3
		P C D D s & P C D F s + D L - P C B	前	7 8	0 . 0 8 0 4 ( 0 . 0 8 2 )	2 3 . 7
			後	7 6	0 . 0 7 9 2 ( 0 . 0 8 2 )	2 1 . 2
1 5	土 壌 試 料 A	P C D D s & P C D F s	前	8 7	0 . 0 9 5 5 ( 0 . 0 9 4 )	2 0 . 2
			後	8 7	0 . 0 9 5 5 ( 0 . 0 9 4 )	2 0 . 2
		D L - P C B	前	8 7	0 . 0 0 5 0 2 ( 0 . 0 0 5 0 )	2 0 . 2
			後	8 5	0 . 0 0 5 0 3 ( 0 . 0 0 5 0 )	1 9 . 6
		P C D D s & P C D F s + D L - P C B	前	8 7	0 . 1 0 1 ( 0 . 0 9 9 )	1 9 . 8
			後	8 7	0 . 1 0 1 ( 0 . 0 9 9 )	1 9 . 8
	土 壌 試 料 B	P C D D s & P C D F s	前	8 8	0 . 0 8 4 0 ( 0 . 0 8 3 )	1 9 . 1
			後	8 8	0 . 0 8 4 0 ( 0 . 0 8 3 )	1 9 . 1
		D L - P C B	前	8 8	0 . 0 0 3 9 9 ( 0 . 0 0 4 1 )	1 9 . 8
			後	8 7	0 . 0 0 4 0 4 ( 0 . 0 0 4 1 )	1 7 . 1
		P C D D s & P C D F s + D L - P C B	前	8 8	0 . 0 8 8 0 ( 0 . 0 8 7 )	1 9 . 0
			後	8 8	0 . 0 8 8 0 ( 0 . 0 8 7 )	1 9 . 0
	土 壌 試 料 C	P C D D s & P C D F s	前	8 8	0 . 0 6 6 1 ( 0 . 0 6 6 )	2 1 . 3
			後	8 8	0 . 0 6 6 1 ( 0 . 0 6 6 )	2 1 . 3
		D L - P C B	前	8 8	0 . 0 0 2 4 3 ( 0 . 0 0 2 4 )	2 5 . 7
			後	8 5	0 . 0 0 2 3 9 ( 0 . 0 0 2 4 )	1 7 . 9
		P C D D s & P C D F s + D L - P C B	前	8 8	0 . 0 6 8 5 ( 0 . 0 6 8 )	2 1 . 0
			後	8 8	0 . 0 6 8 5 ( 0 . 0 6 8 )	2 1 . 0
	土 壌 試 料 D	P C D D s & P C D F s	前	8 7	0 . 0 5 0 5 ( 0 . 0 5 1 )	2 3 . 4
			後	8 4	0 . 0 4 9 3 ( 0 . 0 5 0 )	2 0 . 1
		D L - P C B	前	8 7	0 . 0 0 1 2 5 ( 0 . 0 0 1 3 )	2 3 . 0
			後	8 6	0 . 0 0 1 2 3 ( 0 . 0 0 1 2 )	1 9 . 6
		P C D D s & P C D F s + D L - P C B	前	8 7	0 . 0 5 1 8 ( 0 . 0 5 2 )	2 3 . 3
			後	8 4	0 . 0 5 0 5 ( 0 . 0 5 1 )	1 9 . 9
1 6	土 壌 試 料 (公定法による抽出)	P C D D s & P C D F s	前	1 7 8	0 . 0 4 4 1 ( 0 . 0 4 5 )	1 5 . 6
			後	1 7 7	0 . 0 4 4 2 ( 0 . 0 4 5 )	1 4 . 8
		D L - P C B	前	1 7 8	0 . 0 0 2 3 5 ( 0 . 0 0 2 4 )	1 5 . 5
			後	1 7 6	0 . 0 0 2 3 6 ( 0 . 0 0 2 4 )	1 4 . 2
		P C D D s & P C D F s + D L - P C B	前	1 7 8	0 . 0 4 6 4 ( 0 . 0 4 7 )	1 5 . 4
			後	1 7 7	0 . 0 4 6 6 ( 0 . 0 4 7 )	1 4 . 6
2 3	土 壌 試 料 (土壌モニタリング)	P C D D s & P C D F s	前	1 0 3	0 . 1 6 0 ( 0 . 1 6 )	1 3 . 9
			後	1 0 0	0 . 1 5 8 ( 0 . 1 6 )	9 . 8
		D L - P C B	前	1 0 3	0 . 0 0 5 2 5 ( 0 . 0 0 5 2 )	1 5 . 5
			後	1 0 0	0 . 0 0 5 2 5 ( 0 . 0 0 5 2 )	9 . 9
		P C D D s & P C D F s + D L - P C B	前	1 0 3	0 . 1 6 6 ( 0 . 1 7 )	1 3 . 8
			後	9 9	0 . 1 6 2 ( 0 . 1 6 )	9 . 1

# 過去の結果との比較 (PCDDs & PCDFs 異性体)

PCDDs 及び PCDFs 異性体 ( 土 壤 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 壤 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	
		1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	前 後	87 83	0.00403 (0.0036) 0.00366 (0.0035)	57.6 25.0	
15	土 壤 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 壤 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 壤 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 壤 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 壤 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
			1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	前 後	102 96	0.0157 (0.018) 0.0381 (0.037)	158 31.8
	23	土 壤 試 料 ( 土 壤 マニユ ール )	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	前 後	102 96	0.0157 (0.018) 0.0381 (0.037)	158 31.8
1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF 以 外 の 16 異 性 体			前 後	- -	- -	13.7 ~ 34.9 9.1 ~ 18.2	

# 過去の結果との比較 (DL-PCBs 異性体)

## DL-PCBs 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
		前後	21.1 ~ 64.8
15	土壌試料 A	前後	14.8 ~ 29.2
		前後	10.6 ~ 22.2
	土壌試料 B	前後	16.7 ~ 34.7
		前後	12.0 ~ 21.1
	土壌試料 C	前後	14.9 ~ 122.0
		前後	13.3 ~ 23.9
	土壌試料 D	前後	16.5 ~ 65.5
		前後	13.2 ~ 23.1
16	土壌試料	前後	13.1 ~ 49.4
		前後	10.9 ~ 16.4
23	土壌試料	前後	15.4 ~ 37.2
		前後	9.2 ~ 12.2