平成24年度環境測定分析統一精度管理調查結果 説明会

底質試料 (PCBの分析)

平成25年7月12日 東京平成25年7月23日 福岡平成25年7月29日 大阪

調查対象

·高等精度管理調查 測定回数1~5回

·分析対象項目 PCB

ただし、ガスクロマトグラフ質量分析法(GC/MS)を適用する場合には、 一塩素化ビフェニル~十塩素化ビフェニルの各塩素化ビフェニル濃度を分析する。

ガスクロマトグラフ法(GC/ECD)を適用する場合にも、一塩素化ビフェニル~十塩素化ビフェニルの各塩素化ビフェニル濃度を分析することも可。

試料

- ·共通試料2 : 底質試料1
- 海域において底質を採取
 50 において乾燥後、夾雑物を除去
 100メッシュのふるいを通過した部分 混合・均質化
 100mLのガラス製の瓶に約50g
- ・参加機関へは瓶を1個送付

分析方法(推奨方法)

- ・「底質調査方法」 (平成24年8月、環境省水・大気環境局) 又は
- ・「外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル (水質、底質、水生生物)」 (平成10年10月、環境庁水質保全局水質管理課)

*:本調査の参加機関募集時(平成24年7月)では、「底質調査方法」(昭和63年9月又は平成13年3月)としていた。

「底質調査方法」は平成24年8月に改正されたが、PCBは内容的な変更がみられていない。

分析方法(推奨方法)

分析方法	前処理		測定方法	,
	抽出操作	クリーンアップ・操作	複数の場合にはいずれた	かを選択
		()内は必要に応じて行う	する	
底質調査方法	アルかり分解	硫酸処理	パ [°] ックト [*] カラム - GC / ECD	係数法
	ヘキサン抽出	シリカゲルカラムによる処理	キャピ。ラリーカラム-GC/ECD	
		(硫黄処理)	キャピ。ラリーカラム-GC/QMS	
		(アセトニトリル・ヘキサン分配処理)	キャピ。ラリーカラム-GC/HRMS	
外因性内分泌	アルかり分解	硫酸処理	キャピ。ラリーカラム-GC/QMS	
攪乱化学物質	ヘキサン抽出	シリカゲルカラムによる処理	キャピ。ラリーカラム-GC/HRMS	
調査暫定マニ		(HPLCによる処理)		
ュアル		(硫黄処理)		

追跡調査

平成22年度の追跡調査(その概要)

年度	H22	H24
概要	分析方法によって精度の違いがみられた	同左の確認を行う
	(パックドカラム-GC/ECDの精度は良くなかっ	
	<i>た</i>)	
試料	海域底質	海域底質(H22と類似した底質を採取
		し、同様に調製する)
	水分 :2.1%	水分 :1.1%
	強熱減量 :12.8%、	強熱局量 :10.1%
	PCB :140 µg/kg	PCB :121 µg/kg
分析方法	底質調査方法又は	同左
(推奨方法)	外因性内分泌質化学物質調查暫定マニ	
	ュアル	

<全体>

分析操作に関わった人

操作	回答数	備考		
前処理		(関わ	った人数	
(アルカリ分解、	GC/MS			/ 関わり方]
クリーンアップ 等)				
Α	A	139	1人	同じ人
Α	В	24	2人	異なる人
計		163		

<前処理(抽出)>

分析方	分析方法(抽出操作)			
アルカリ分角	アルカリ分解 - ヘキサン抽出			
その他	トルエン(ソックスレー等)抽出	6		
	ASE抽出	2		
	アセトン・トルエン(ソックスレー)抽出	1		
	アセトン・ヘキサン(振とう、超音波)抽出	1		
合計		163		

<前処理(クリーンアップ)>

分析方法(クリーンアップ操作)	回答数
硫酸処理	3
硫酸処理、シリカゲル	101
硫酸処理、分配、シリカゲル	2
硫酸処理、シリカゲル、硫黄処理	15
シリカケ゛ル	14
<u>(推奨方法以外)</u>	4
硫酸処理、多層	5
シリカゲル、硫黄処理、多層	3
硫酸処理、シリカゲル、硫黄処理、フロリジル	3
硫酸処理、分配、フロリジル	2
その他	10
合計	163

<前処理(クリーンアップ)>

GC/ECD又はGC/MS測定用試料液の調製方法(溶媒の種類)

溶媒の種類		回答数					
		パックト	キャヒ゜ラリー	キャヒ [°] ラリー			
		ECD	ECD	QMS	HRMS		
				(四重極)	(高分解能)		
ヘキサン	/	97	53	1	1	152	
その他	トルエン	0	1	1	1	3	
	ノナン	0	0	0	5	5	
	デカン	0	0	0	2	2	
不明		1	0	0	0	1	
計		98	54	2	9	163	

<前処理(クリーンアップ)>

GC/ECD又はGC/MS測定用試料液の調製方法(試料液の量)

区分	回答数					
	パックト	キャヒ゜ラリー	•		全体	
		ECD	ECD	QMS	HRMS	
				(四重極)	(高分解能)	
回答数		96	54	2	9	161
試料液の量	平均值	2.6	1.7	0.35	0.056	2.1
(mL)	最小值	0.5	0.3	0.2	0.01	0.01
	最大値	20	10	0.5	0.1	20
	中央値	1.5	1.0	0.35	0.050	1.0

< 測定 >

分析方法(測定操作)	回答数
1 . パ゜ックト゛カラム - GC / ECD	98
2.キャヒ [°] ラリーカラム-GC/ECD	54
3.キャピラリーカラム-GC/QMS(四重極型)	2
4.キャピラリーカラム-GC/HRMS(高分解能型)	9
5. その他	0
合計	163

回答数

分析方法 (測定操作)	回答	棄却る	幹却された回答数					
	数	ND等	Grubbs	計				
			小さい値	大きな値				
1 . /\ ያ ሃ / አ ታ አ - GC / ECD	98	0	0	1	1			
2. キャピラリーカラム -GC/ECD	54	0	0	1	1			
3. キャヒ゜ラリーカラム -GC/QMS	2	0	0	0	0			
4. キャヒ[°] ラリーカラム -GC/HRMS	9	0	0	0	0			
5. その他	0	_	_	_	_			
合計	163	0	0	2	2			

棄却限界値と平均値

分析項目	Grubbs07	錠	(参考)
	下限值	上限直	外加美型
			後の平均値
	µg/kg	µg/kg	µg/kg
PCB	0	303	121

回答数

```
<全体の回答数>
163回答
```

```
<<u>外れ値等</u>>
2回答
ND等 0回答
Grubbs(大きい値) 2回答
```

<極端に小さい値(平均値の0.113倍以下)> 5回答

室間精度等

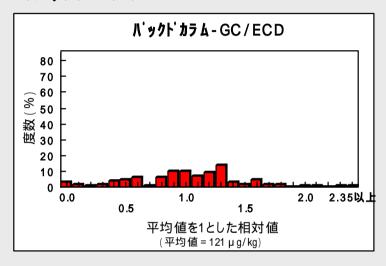
分析方法 (測定操作)	回答	平均值	室間精度	
	数	(µ g/kg)	S.D.(µg/kg)	CV %
1 . /\^ ックト ፞ 	97	123	56.3	45.9
2. キャヒ[°] ラリーカラム -GC/ECD	53	115	46.3	40.4
3. キャヒ[®]ラリーカラム -GC/QMS	2	109	-	-
4. キャヒ[®] ラリーカラム -GC/HRMS	9	136	18.5	13.6
5,その他	0	-	-	-
全体	161	121	51.6	42.8

(注)偏り(平均値の差)はみられないが、精度の違いは下記の水準間に認められる (危険率5%)。

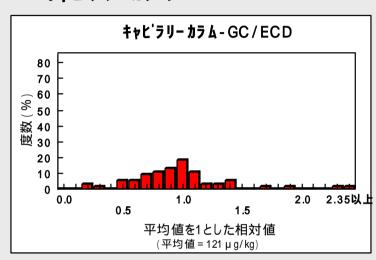
精度:1と4、2と4

ヒストグラムの例(PCB)

パックト カラム-GC/ECD

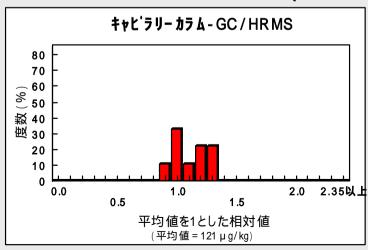


キャピラリーカラム-GC/ECD



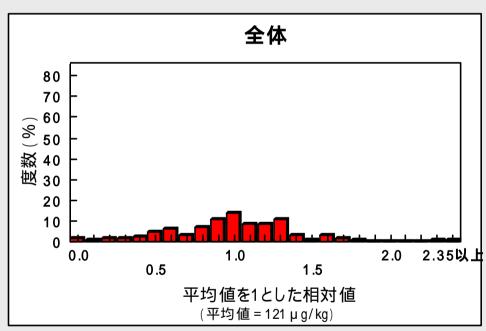
キャピラリーカラム-GC/QMS(四重極型) 回答数が少ない(2回答)ため、 ヒストグラムは省略

キャピラリーカラム-GC/HRMS(高分解能型)



ヒストグラム

全体(すべての方法を含む)



全体(すべての方法を含む) 室間精度の例(同族体)

			<u> </u>				<u>'T'</u>	
分析項目	棄		平均值	室間精度		最小值	最大値	中央値
(PCB)	却	答		S.D.	CV %			
		数	(μg/kg)	(μg/kg)		(µ g/kg)	(µ g/kg)	(µg/kg)
1塩素化物	前	10	1.02	0.282	27.4	0.589	1.31	1.09
	後	10	1.02	0.282	27.4	0.589	1.31	1.09
2塩素化物	前	26	6.26	9.61	153	0.347	49.8	3.42
	後	25	4.52	3.74	82.8	0.347	14.4	3.40
3塩素化物	前	31	23.4	22.8	97.4	0.573	121	17.2
	後	28	17.1	8.21	48.0	0.573	38.0	16.7
4塩素化物	前	31	30.5	11.7	38.3	1.47	54.0	32.4
	後	31	30.5	11.7	38.3	1.47	54.0	32.4
5塩 素 化 物	前	31	34.4	11.4	33.2	2.11	65.2	34.7
	後	31	34.4	11.4	33.2	2.11	65.2	34.7
6塩素化物	前	31	21.6	8.17	37.8	1.31	36.4	20.6
	後	31	21.6	8.17	37.8	1.31	36.4	20.6
7塩 素 化 物	前	31	10.7	4.72	44.0	0.813	25.4	10.7
	後	30	10.2	3.93	38.4	0.813	18.7	10.5
8塩 素 化 物	前	30	2.32	1.94	83.6	0.213	10.7	2.19
	後	29	2.03	1.14	56.3	0.213	4.29	2.10
9塩素化物	前	16	0.267	0.174	65.0	0.0414	0.744	0.268
	後	15	0.235	0.122	52.0	0.0414	0.470	0.247
10塩 素 化 物	前	9	0.351	0.0759	21,6	0.261	0.532	0.342
	後	8	0.329	0.0366	11.1	0.261	0.370	0.339

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

GC/HRMS 室間精度の例(同族体)

			<u> </u>			J 137 1 1		
分析項目	棄	回	平均値	室間精度		最小值	最大値	中央値
(PCB)	却	答		S.D.	CV %			
		数	(µ g/kg)	(µ g/kg)		(µ g/kg)	(µ g/kg)	(µ g/kg)
1塩素化物	前	9	1.00	0.286	28.5	0.589	1.31	1.05
	後	9	1.00	0.286	28.5	0.589	1.31	1.05
2塩素化物	前	9	2.94	0.605	20.6	1.71	3.85	2.96
	後	9	2.94	0.605	20.6	1.71	3.85	2.96
3塩素化物	前	9	16.7	5.11	30.6	11.6	28.8	15.4
	後	8	15.2	2.54	16.7	11.6	18.7	15.0
4塩 素 化 物	前	9	34.8	7.95	22.9	26.9	54.0	33.1
	後	8	32.4	3.59	11.1	26.9	36.5	33.1
5塩素化物	前	9	36.6	4.27	11.7	30.8	43.7	35.6
	後	9	36.6	4.27	11.7	30.8	43.7	35.6
6塩素化物	前	9	30.0	4.36	14.5	23.5	36.4	30.5
	後	9	30.0	4.36	14.5	23.5	36.4	30.5
7塩 素 化 物	前	9	10.9	1.64	15.1	7.82	13.5	10.9
	後	9	10.9	1.64	15.1	7.82	13.5	10.9
8塩素化物	前	9	2.48	0.632	25.5	1.54	3.96	2.35
	後	7	2.41	0.122	5.1	2.28	2.62	2.34
9塩素化物	前	8	0.259	0.0936	36.1	0.0414	0.326	0.290
	後	7	0.291	0.0342	11.8	0.244	0.326	0.291
10塩 素 化 物	前	8	0.350	0.0809	23.1	0.261	0.532	0.339
	後	7	0.323	0.0359	11.1	0.261	0.346	0.321

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

外れ値の原因

機	分析結果	分析方法	アンケート調査での当該機	添付資料などから推測され
関		・抽出・クリーンアップ・測定	関の回答	た外れ値等の原因
Α	平均値の	・アルカリ分解-ヘキサン抽出	標準液の管理が不十分であ	表示より高濃度になった標
	0.113倍以	・硫酸処理、シリカゲルカラム	った。	準液により、定量した可能
	下(小さい	・ハ゛ックト゛カラム-GC/ECD		性があるが、確証はない。
	値)			
В	平均値の	・アルカリ分解-ヘキサン抽出	報告をmg/kgで行った。	アンケートのとおりと考え
	0.113倍以	・シリカケ・ルカラム		られる。実計算では、「mg/
	下(小さい	・ハ゜ックト゛カラム-GC/ECD		kg」とあり、「μg/kg」と
	値)			報告しなければならなかっ
С	Grubbs	・アルカリ分解-ヘキサン抽出	0.173mg/kgを1730 μ g/kgと報	アンケートのとおりと考え
	(大きい値)	・硫酸処理	告した。	られる。ただし、シリカゲル
		・ハ゜ックト゛カラム - GC / ECD		等のカラムクリーンアップが
				されていないので(プレセッ
				プ-C:シリカゲルを行って
				いる)、大きい値となったこ
				とも考えられる。

外れ値の原因

			,	
機	分析結果	分析方法	アンケート調査での当該機	添付資料などから推測され
関		・抽出 ・クリーンアップ・測定	関の回答	た外れ値等の原因
D	平均値の	・アルカリ分解 - ヘキサン抽出	不明	アンケートの対応にも、
	0.113倍	・硫酸処理、シリカゲルカラム		「前処理に問題があった可能
	以下(小	・ハ°ックト°カラム-GC/ECD		性がある」クリーンアップで
	さい値)			はロスによる小さい値とな
				ったことが考えられる。
Е	平均値の	・アルカリ分解 - ヘキサン抽出	報告結果の単位をmg/kgと勘	アンケートのとおりと考え
	0.113倍以	・硫酸処理、シリカゲルカラム	違いしていた。	られる。実計算では、「mg/
	下(小さい	・ハ°ックト°カラム-GC/ECD		kg」とあり、「μg/kg」と
	値)			報告しなければならなかっ
				た。
F	平均値の	・アルカリ分解 - ヘキサン抽出	(回答なし)	不明
	0.113倍以	・硫酸処理、シリカゲルカラム		
	下 (小さい	・ハ°ックト°カラム-GC/ECD		
	値)			
G	Grubbs	・アルカリ分解 - ヘキサン抽出	操作をやり直したために、	不明
	(大きい値)	・硫酸処理、シリカゲルカラム	試料の量が少なくなり、試	
		'キャヒ゜ラリーカラム-GC/ECD	料量を少なくした。そのた	
			めに、感度不足となり、チ	
			ャートの読み違いをしてい	
			ると思われる。	

クロマトグラムの例 1

パックカラムを用いたGC/ECD

(OV-1)

クロマトグラムの例 0 V-1

(JIS K 0093:2006) より引用

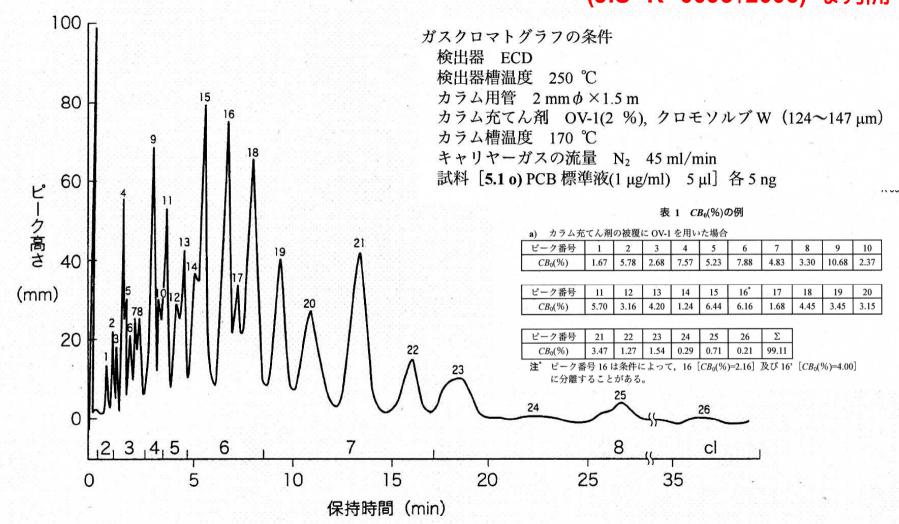
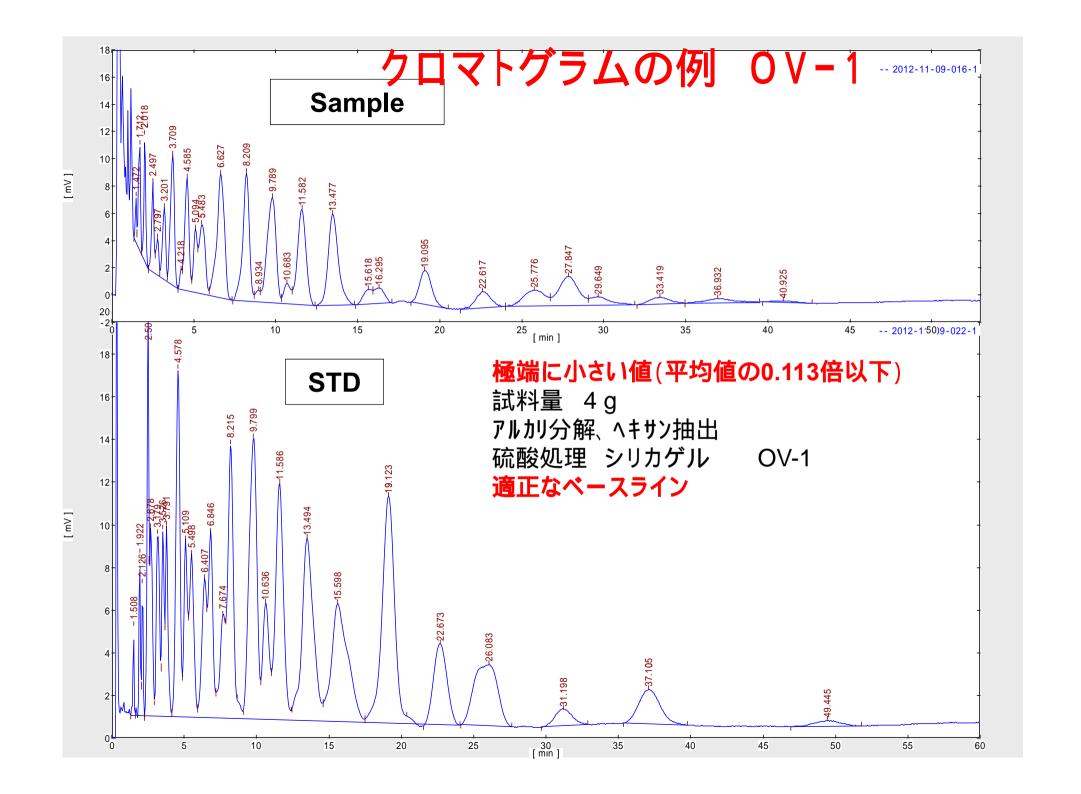
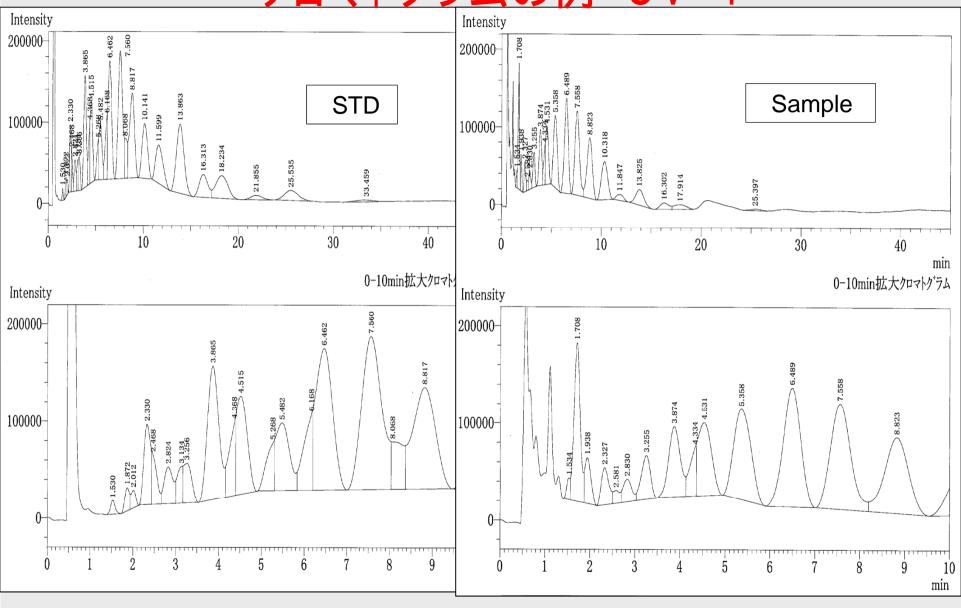


図 1 カラム充てん剤の被覆に OV-1 を用いたときのクロマトグラムの例

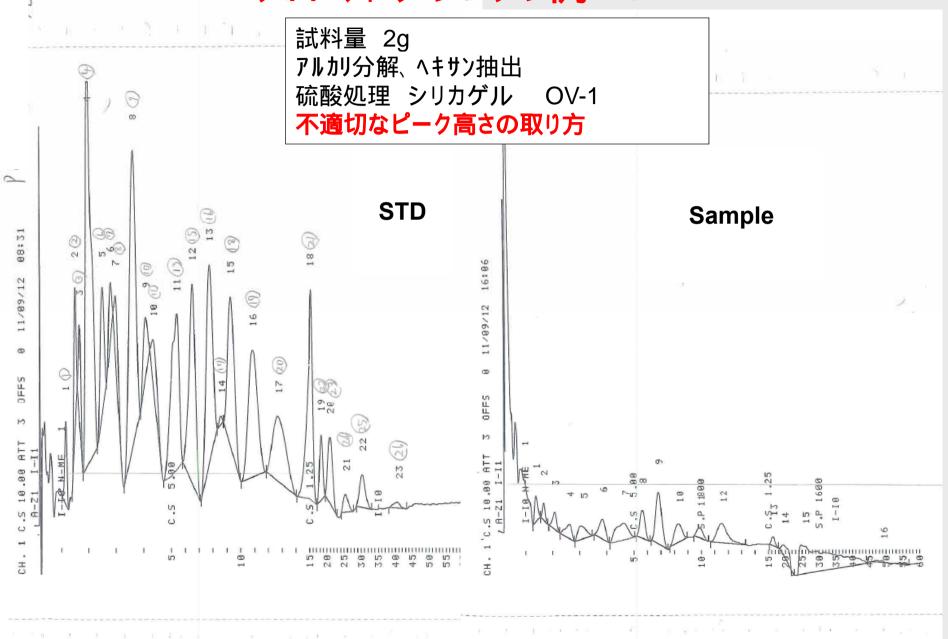


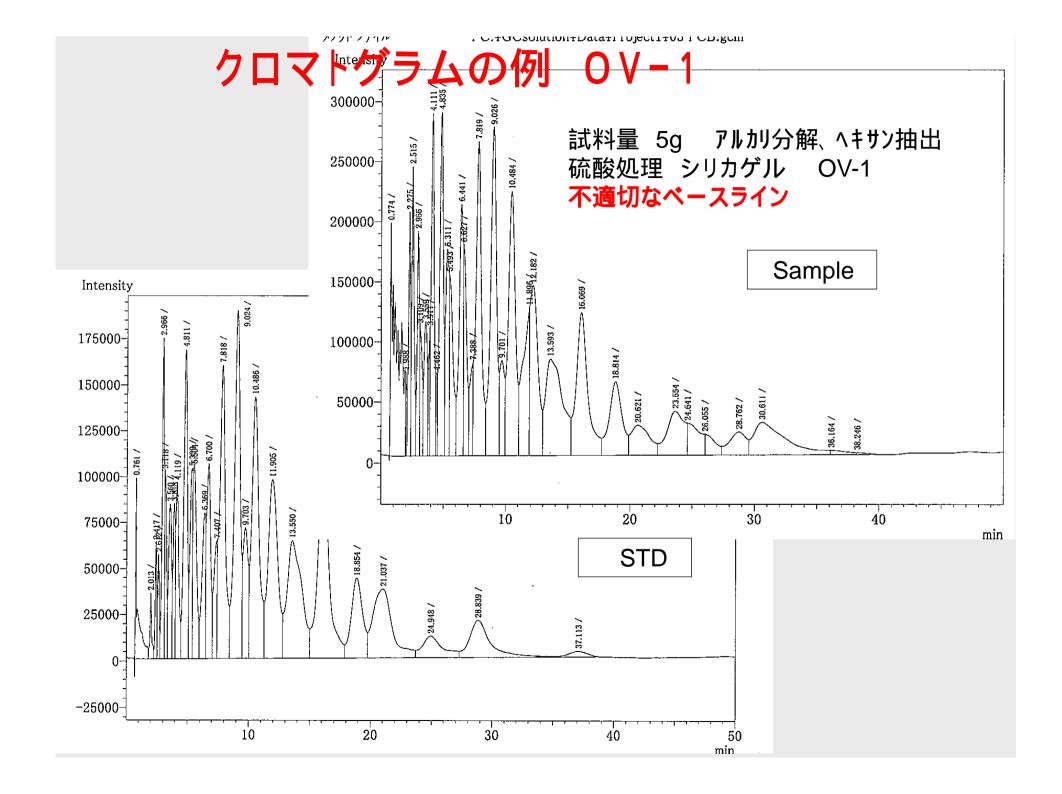
クロマトグラムの例 OV-1

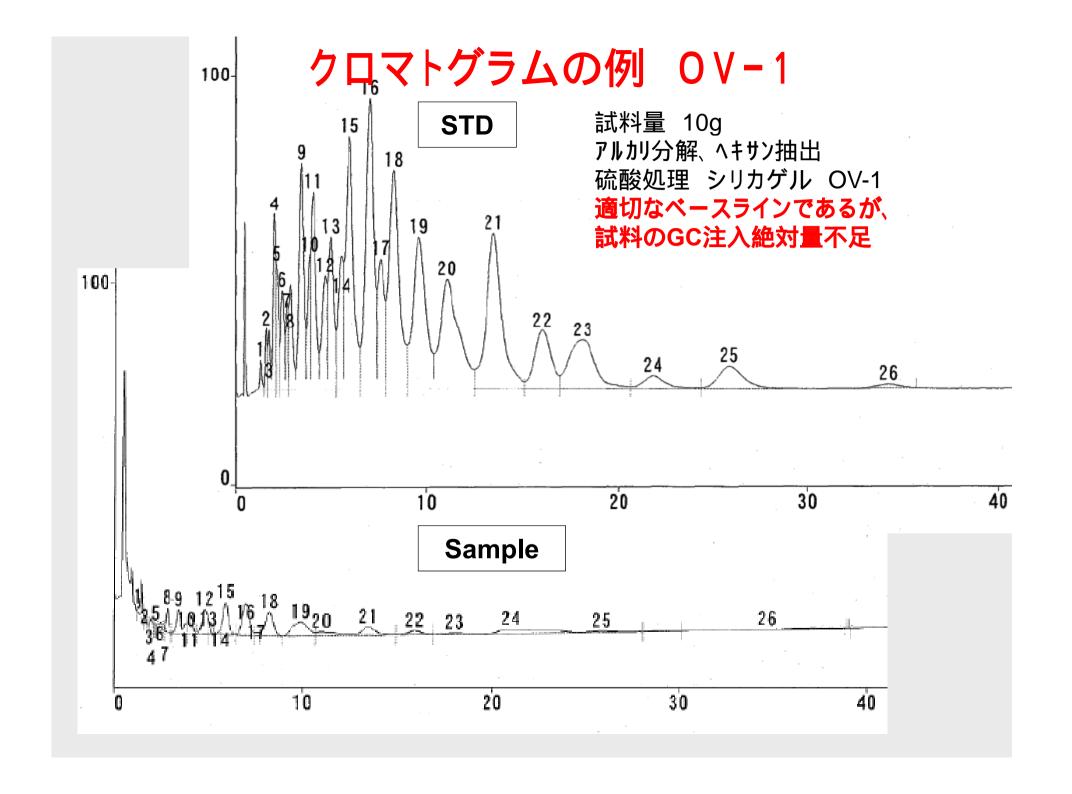


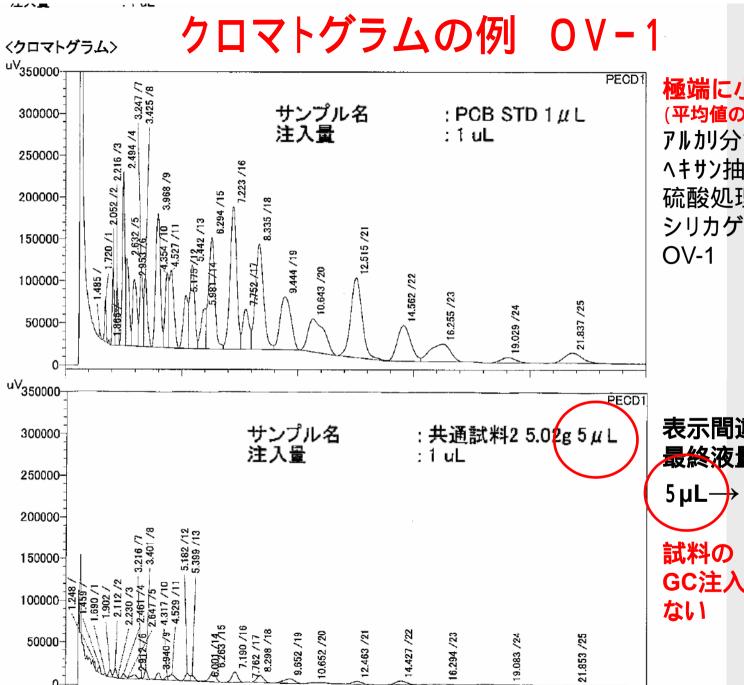
試料量 10g アルカリ分解、ヘキサン抽出 シリカゲル OV-1 適切なペースライン

クロマトグラムの例 0 V-1









20

25 min

5

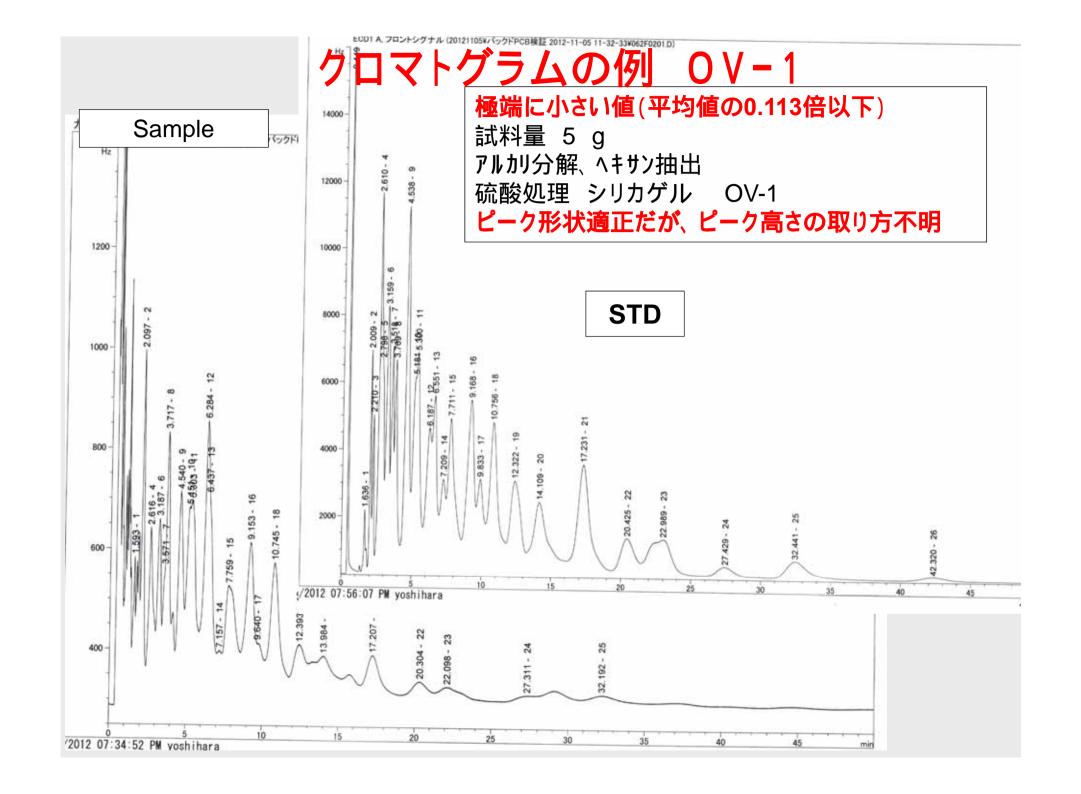
10

極端に小さい値 (平均値の0.113倍以下) アルかり分解、

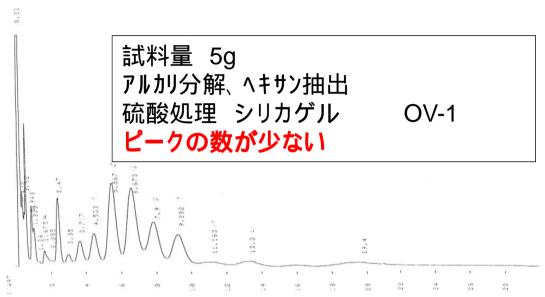
ヘキサン抽出 硫酸処理 シリカゲル

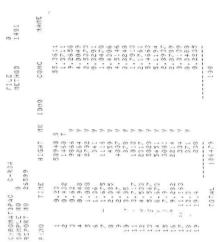
表示間違い 最終液量 5mL

GC注入絶対量が少

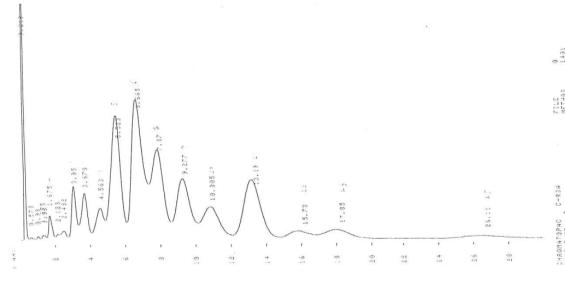


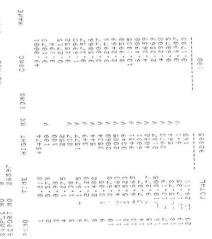
クロマトグラムの例 0 V-1





Sample





STD

クロマトグラムの例 2

パックカラムを用いたGC/ECD

(OV-17)

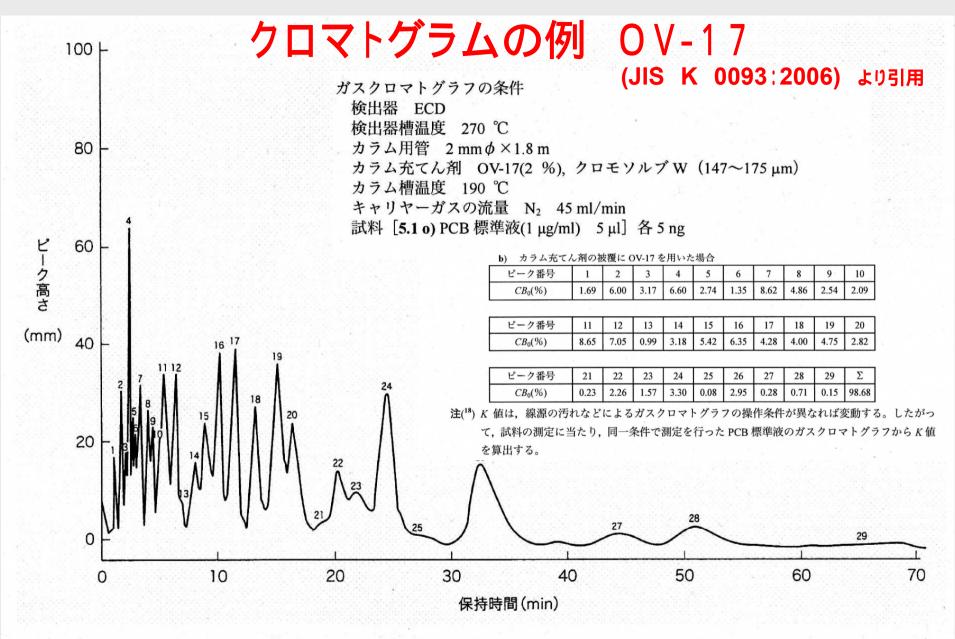
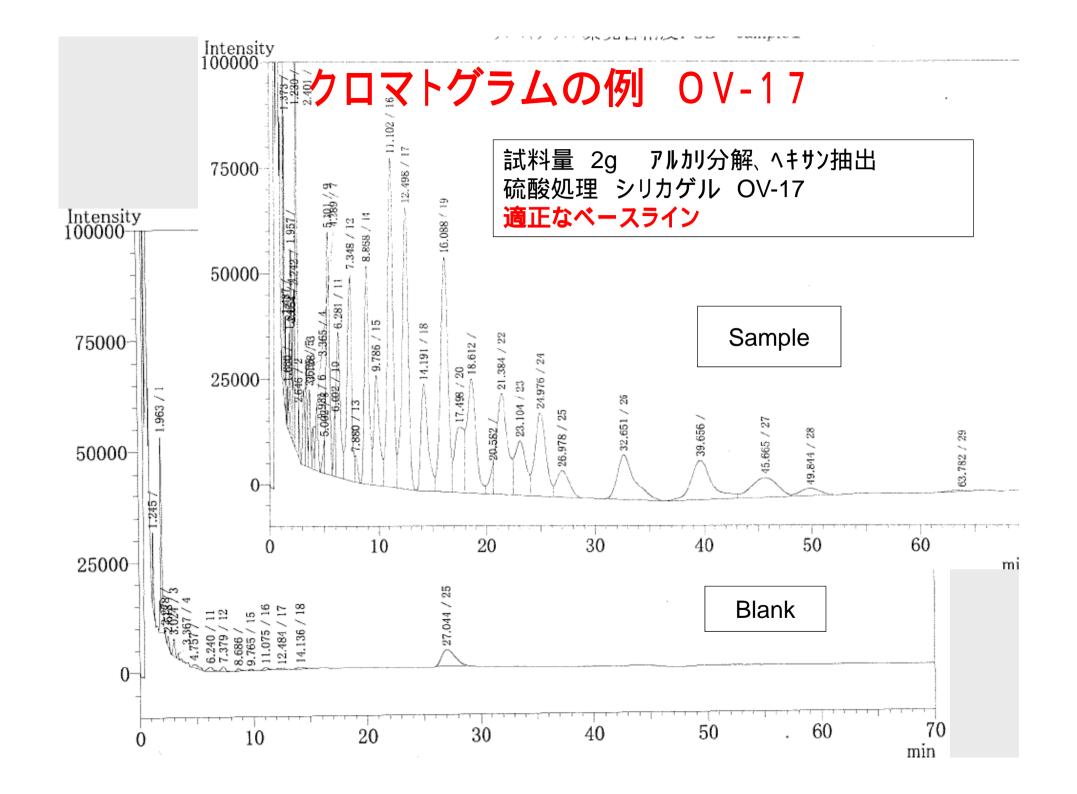
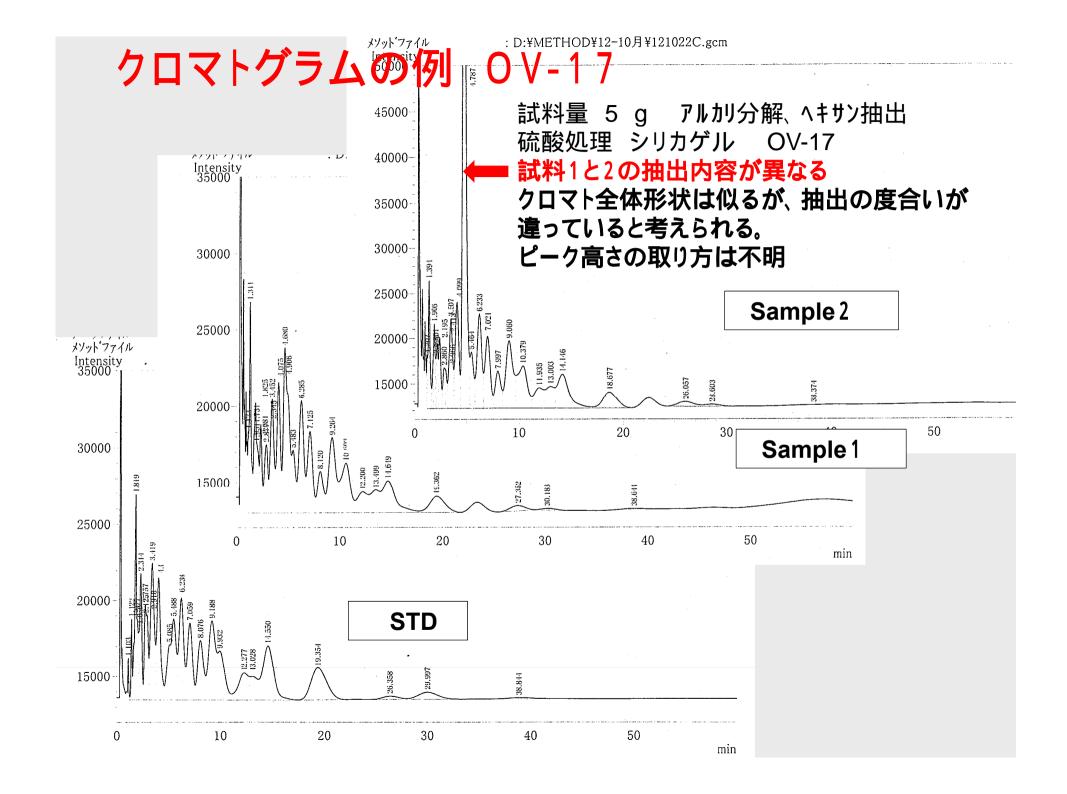
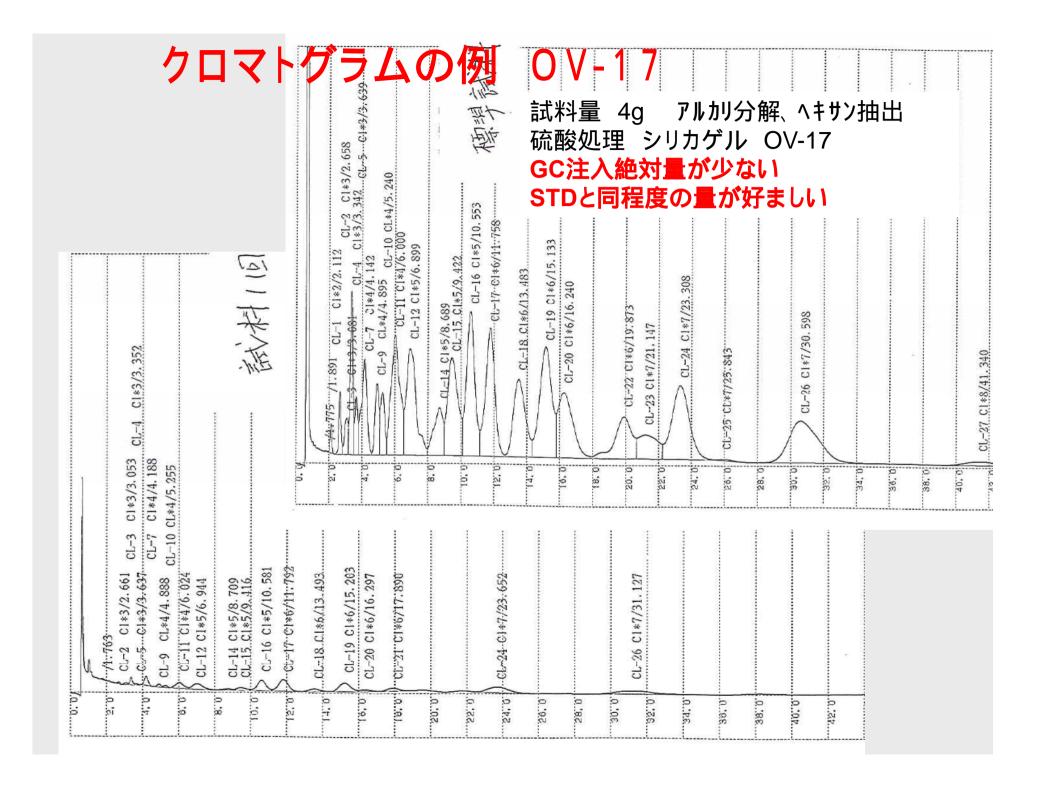


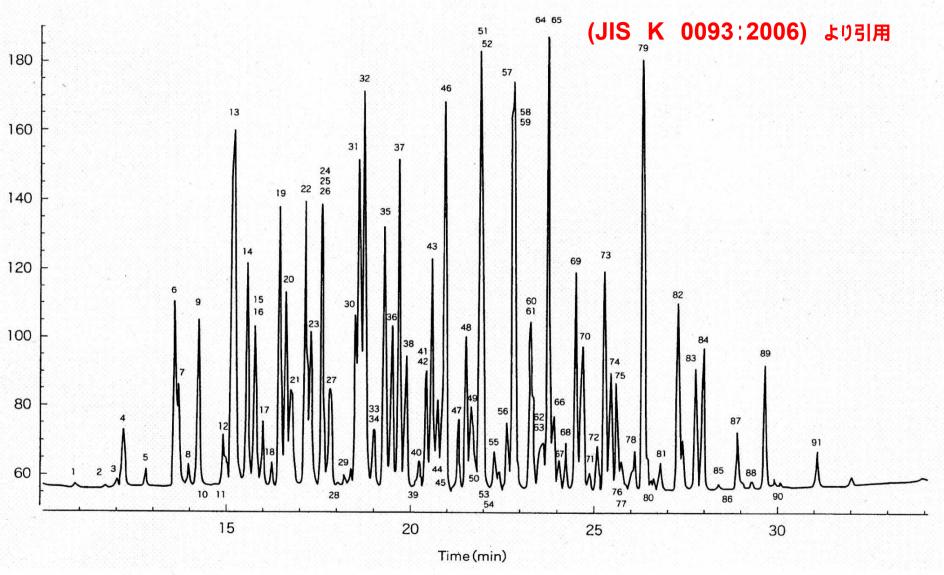
図 2 カラム充てん剤の被覆に OV-17 を用いたときのクロマトグラムの例







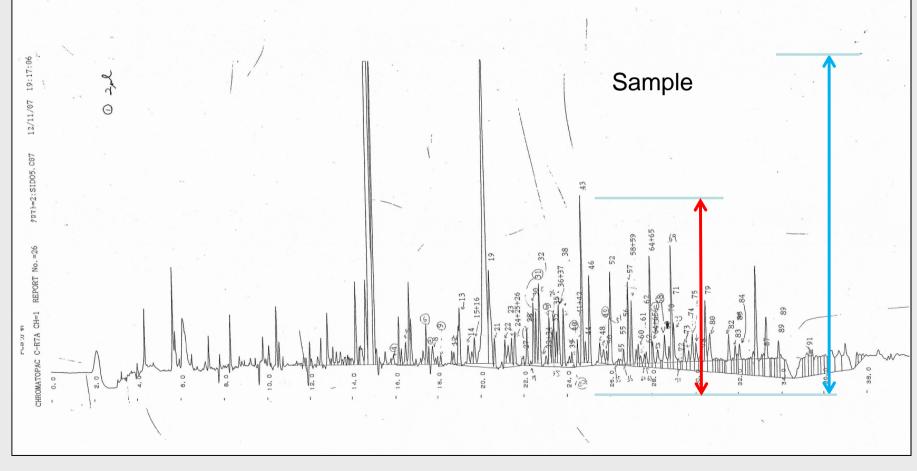
キャピラリーカラムを用いた GC/ECD , GC/MS



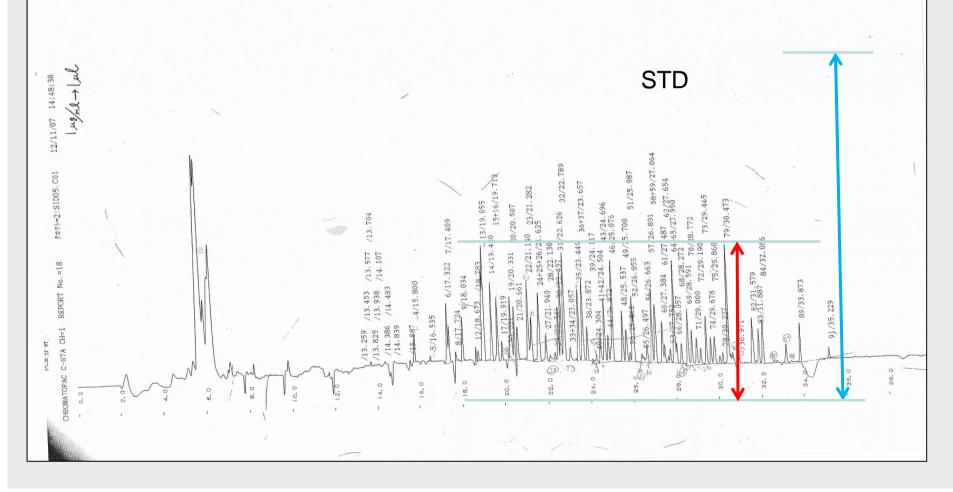
附属書2図1 キャピラリーカラム(5 %フェニルメチルシリコーン)を用いた場合のクロマトグラムの例

クロマトグラムの例3

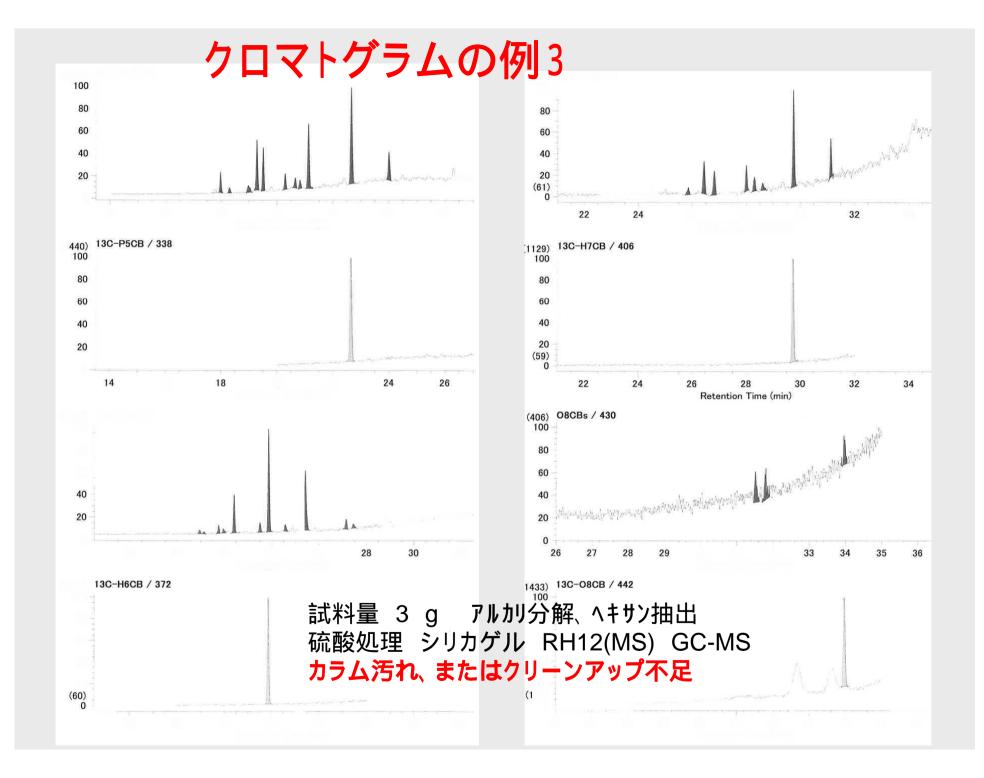
試料量 3g アルカリ分解、ヘキサン抽出 硫黄処理 硫酸シリカゲル RH12(MS) ECD汚れあり(マイナスピーク)。 検出レンジ幅を有効に使う必要あり。



試料量 3g アルカリ分解、ヘキサン抽出 硫黄処理 硫酸シリカゲル RH12(MS) ECD汚れあり(マイナスピーク)。 検出レンジ幅を有効に使う必要あり。

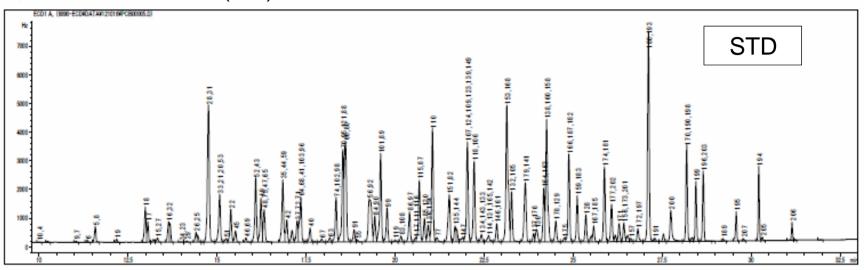


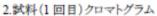
クロマトグラムの例3 試料量 3 g アルかり分解、ヘキサン抽出 硫酸処理 シリカゲル RH12(MS) GC-MS 80 カラム汚れ、またはクリーンアップ不足 13C-M1CB / 200 13C-T3CB / 268 Retention Time (min) D2CBs / 222 Retention Time (min) (1332) 13C-D2CB / 234 13C-T4CB / 304 20 (53)

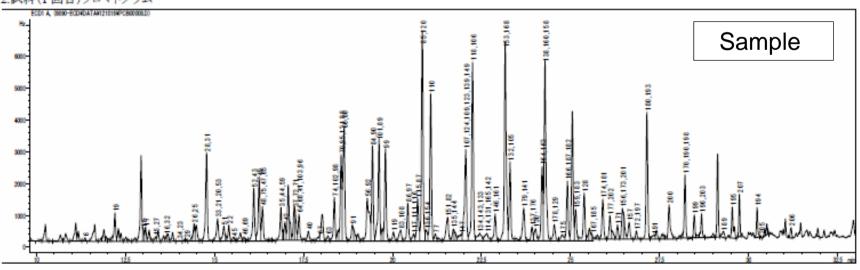


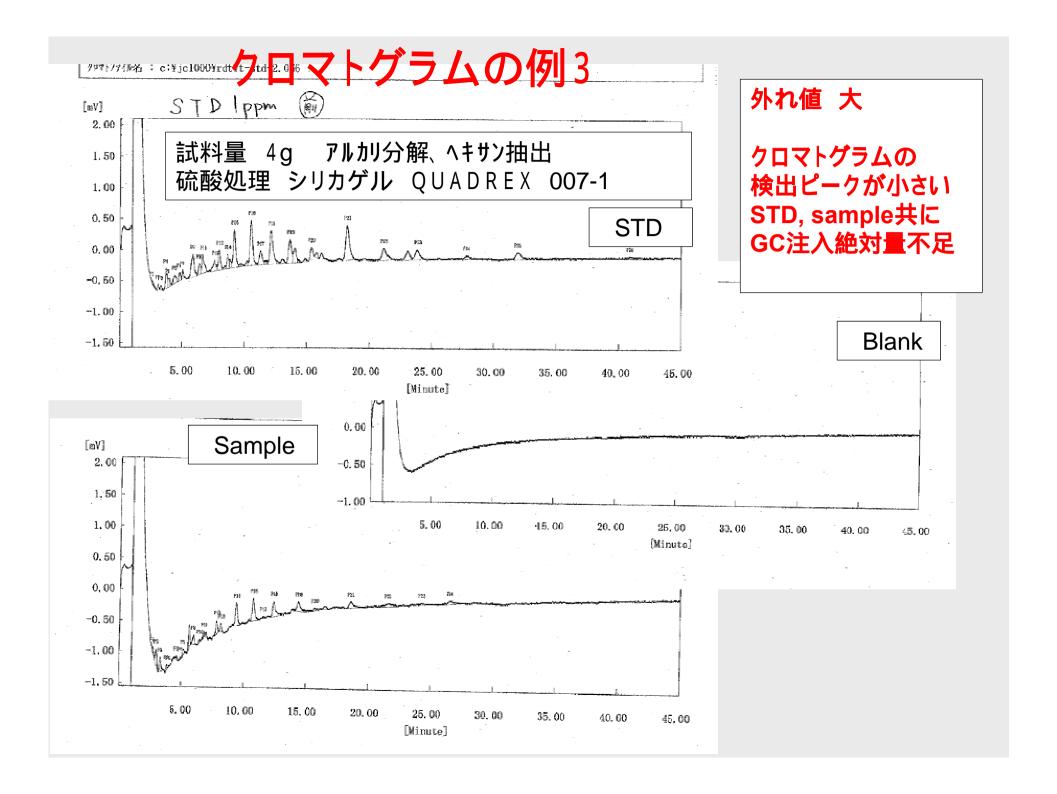
試料量 2g アルカリ分解、ヘキサン抽出 多層カラム RH12(MS) GC-MS **適切なクロマトグラム**

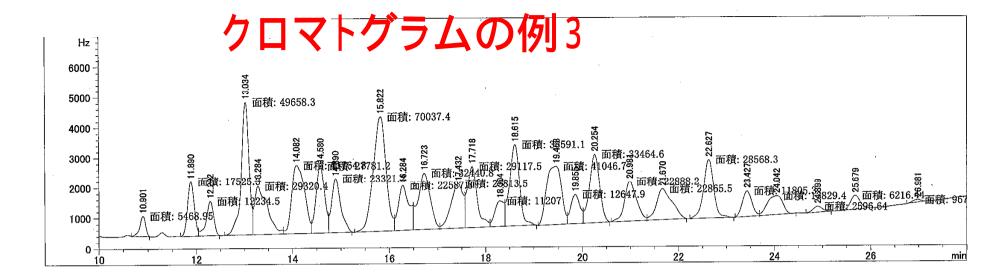
1.標準液クロマトグラム



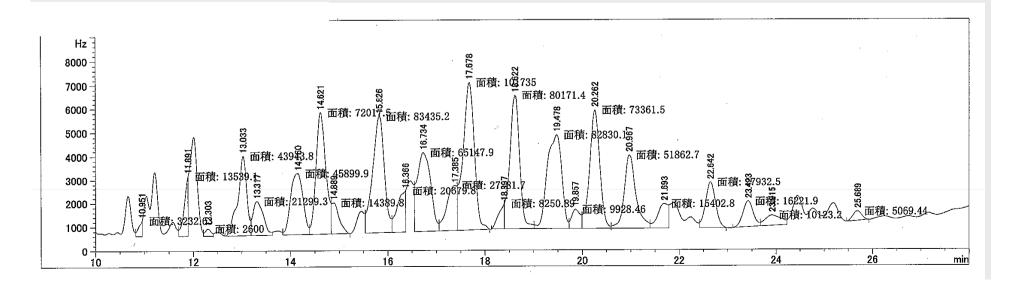


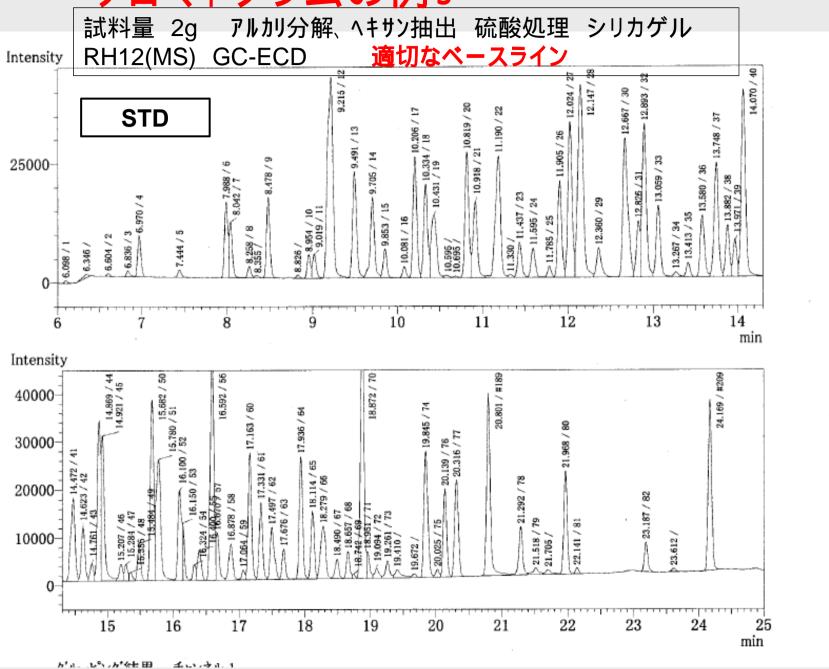






試料量 1.5g アルかり分解、ヘキサン抽出 硫酸処理 シリカゲル. HP1(5m) クロマトグラム表示が適切(RT,面積の表示) 判定されたピークNo.があれば、なお良し。





アルカリ分解、ヘキサン抽出 硫酸処理 シリカゲル 適切なベースライン RH12(MS) GC-ECD Intensity 14.074 / 40 10.971 Sample 50000 - 11.189 / 22 13,994 / 39 - 12.815 / 5 12387/29 25000 13,269 / 34 13 10 12 9 11 14 min Intensity 75000 + 16,599 / 56 50000 20,054 / 75 20,240 / 20,149 / 76 20,328 / 77 25000-19.620 / 21.645 / 20.579 /

15

16

17

18

19

20

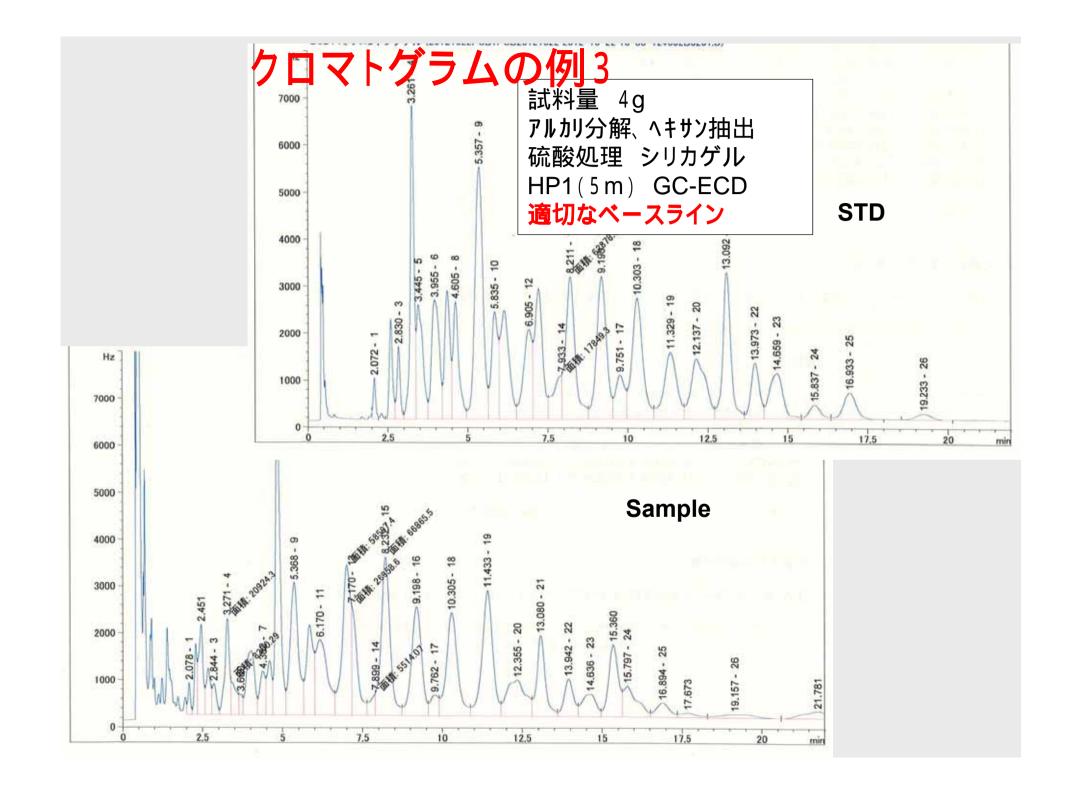
21

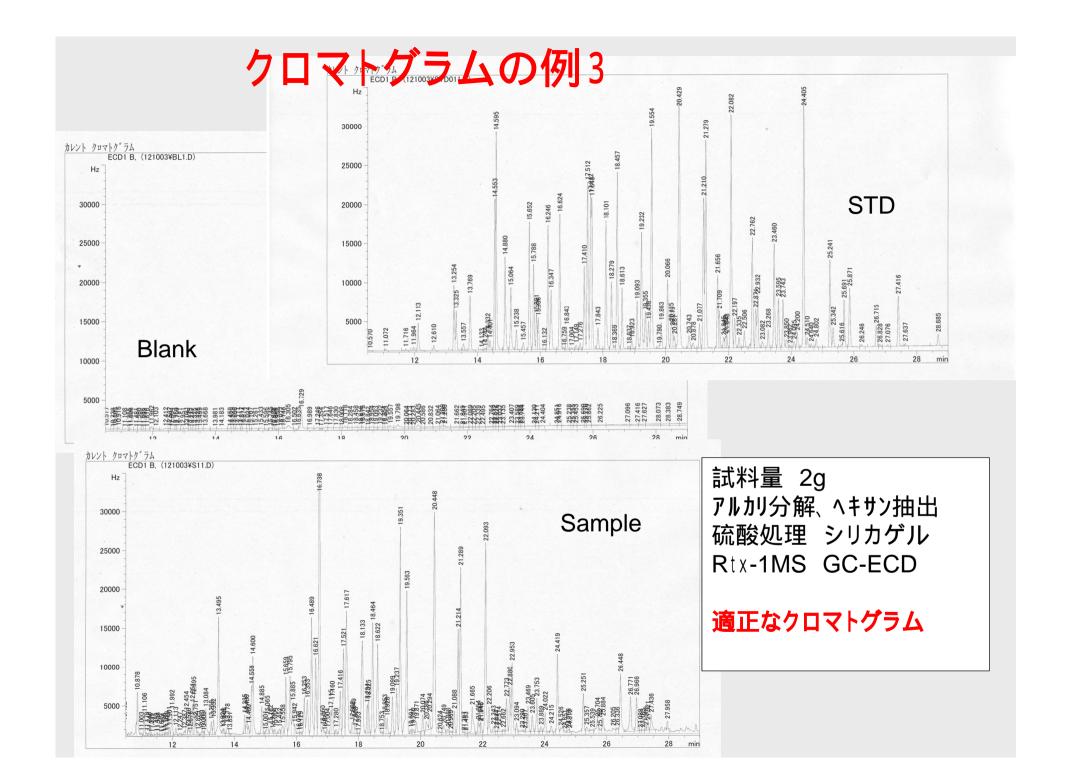
22

23

25 min

24





要因別の解析

外れ値等を棄却後の解析 (分析結果に影響のあった要因の例)

(操作順に記載)

- ・試料量
- ・分析方法(抽出操作)
- ・分析方法(クリーンアップ操作)
- ・分析方法(測定操作)・・・・既に掲載している
- ・サロゲート及びシリンジスパイクの添加
- ・標準物質の種類
- ・定量方法
- ・分析カラム

分析方法(測定操作)に関する解析 (再掲)

分析方法 (測定操作)	回答	平均值	室間精度	ŧ
	数	(µ g/kg)	S.D.(µg/kg)	CV %
1 . パ゚ックト˙ カラム -GC/ECD	97	123	56.3	45.9
2 . キャ ピ ラリーカラム - GC / ECD	53	115	46.3	40.4
3 . キャ ピ ラリーカラム - GC / QMS	2	109	-	-
4 . キャヒ[°] ラリーカラム - GC / HRMS	9	136	18.5	13.6
5,その他	0	-	-	-
全体	161	121	51.6	42.8

(注)偏り(平均値の差)はみられないが、精度の違いは下記の水準間に認められる (危険率5%)。

精度:1と4、2と4

分析方法(測定操作)別の要因解析の結果の概要1

分析方法(測定操作)	パックド カラム	キャピ [®] ラリーカラム					
	ECD	ECD	QMS(<mark>四重極</mark>)	HRMS(高分解能)			
分析方法(抽出操作)	アルかけ分解-ヘキザン	抽出		トルエン(ソックスレー			
				等)抽出			
	アルかけ分解-ヘキサン	抽出の方が室間精	渡良くない。				
分析方法(クリーン	「硫酸処理-沙加」	か取り又は「沙が」かに	Rh	「硫酸処理-多層)			
アップ操作)				リカゲルクロマトュ又は			
	「多層シリカケ・ルクロマ						
		t ₁					
	「硫酸処理-沙加」	かでいては「沙が、かた	RIJの方が室間	精度良くない。			

分析方法(測定操作)別の要因解析の結果の概要2

分析方法(測定操作)	ハ゜ックト゛カラム	キャヒ゜ラリーカラム				
	ECD	ECD	QMS(四重極)	HRMS(高分解能)		
サロゲートの添加	なし		あり			
	サロゲート添加	なしの方が室間	精度良くない。			
シリンジスパイクの	なし		あり			
添加	シリンジスパイ	(ク添加なしの方	が室間精度良く	ない。		
標準物質の種類	KC-300 ~ KC-60	0の等量混合物	1~10塩素化物を各ひとつ以上			
			含む混合物			
	KC-300 ~ KC-60	の等量混合物の	方が室間精度的	見くない。		
定量方法	検量線法(係数	法)	内標準法			
	検量線法(係数法)の方が室間精度良くない。					
分析カラム	0V-1、0V-17	DB1、DB5(MS)、	HP1、HP5、	HT8(PCB)		
	Rtx5(MS)、Rtx-1					
	0V-1、0V-17、	DB1、DB5(MS)の 国	室間精度良くな	l 1.		

分析方法(抽出操作)に関する解析

分析方法(抽出操作)		回答	平均值	室間積	隻
		数	(µg/kg)	S.D. (µg/kg)	CV %
1. 別別分消	解小批油出	151	119	52.6	44.3
2. その他	Hエン(ソックスレー等)抽出	6	149	19.8	13.3
3.	ASE 抽出	2	156	-	-
4.	アセトシ・トルエン(ソックスレー)抽出	1	147	-	-
5.	アルト・イザン(振とう、超音波)抽出	1	111	-	-

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

分析方法(主なクリーンアップ操作)に関する解析

分析方法(クリーンアップ操作)	鸣答	平均值	室間制	楚
	数	(µg/kg)	S.D. (µg/kg)	CV %
1. 硫酸処理	4	123	27.3	22.1
2. 硫酸処理、沙がル	99	120	55.9	46.5
3.硫酸処理、分配、沙がル	2	89.7	-	-
4.硫酸処理、沙狀、硫黄処理	15	122	43.4	35.5
5.シリカゲ ル	14	114	66.2	58.0
6.硫酸処理、多層	4	148	19.5	13.2
7. 硫酸処理、沙が ルフロリジル	5	135	38.6	28.6
10.硫黄処理、多層	3	138	15.8	11.4
14.多層	3	136	32.0	23.6

スパイクの添加に関する解析

サロゲートの使用	回答	平均值	室間精度	
	数	(µ g/kg)	S.D.(μg/kg)	CV %
1.あり	11	131	26.3	20.1
2.なし	150	120	53.0	44.2

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

精度:1と2

シリンジスパイク	回答	平均值	室間精度		
の使用	数	(µg/kg)	S.D.(µg/kg)	CV %	
1.あり	11	131	26.3	20.1	
2.なし	150	120	53.0	44.2	

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

標準物質の種類に関する解析

標準物質	鸣	平均值	室間積度	
	数	(µg/kg)	S.D. (µg/kg)	CV %
1.KC-300~KC-600の等量混合物	135	124	51.4	41.4
2.1~10塩素化物を各ひとつ以上	11	131	26.3	20.1
含む混合物				
3.その他	0	-	-	-

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

定量方法の種類に関する解析

定量方法	鸣答	平均値	室間積度	
	数	(µg/kg)	S.D. (µg/kg)	CV %
1.絶対検量線法(係数法を含む)	124	124	51.4	39.7
2.標準添加法	0	-	-	-
3. 内標準法	0	-	-	-
4. 地ゲートを用いた内標準法	11	131	26.3	20.1

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

分析カラムに関する解析

カラム	回答	平均值	室間精度	Į
	数	(µ g/kg)	S.D. (µ g/kg)	CV %
(パ゚ックド カラム)				
1.0V-1	61	120	58.7	48.7
2.0V-17	33	127	55.0	43.3
(キャヒ゜ラリーカラム)				
6.DB1	6	87.6	40.7	46.4
7.DB5(MS)	21	111	57.3	51.6
8.HP1	3	130	29.0	22.4
9.HP5(MS)	5	143	51.7	36.3
10.HT8(PCB)	7	139	19.8	14.3
13.Rtx5(MS)	11	108	30.3	27.9
15.Rtx1	3	135	30.6	22.6

HT8(PCB): GC/HRMSで使用

過去との比較 (底質試料:海域底質の乾燥試料)

分析方法			年度	回答数	平均值	室間
前処理		測定		(外れ値		精度
抽出	クリーンアップ [°]			棄却後)	μg/kg	CV%
大部分は、	大部分は、「硫酸処理-シリ	በ° ックト˙ カラム -GC/ECD	S59	57	98.6	50.5
アルカリ分解-	カゲルクロマト」又は「シリカゲルクロ	M 997 加加-GC/ECD S59、H22、H24 (係数法)	H22	92	140	43.7
ヘキサン抽出	रि। H22, H24	一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一	H24	97	123	45.9
	若干異なる	キャピ゜ラリーカラム - GC/ECD	H22	46	134	28.3
		(係数法)	H24	53	115	40.9
		キャピ。ラリーカラム-GC/QMS	H22	2	136	-
		(四重極型)	H24	2	109	-
大部分は、	大部分は、「硫酸処理-多	キャピ [®] ラリーカラム - GC/HRMS	H22	15	154	17.3
ソックスレー抽 出	層シリカケ・ルクロマト」又は「多層シリカケ・ルクロマト」	(高分解能型) ²⁴ 同様な結果	H24	9	136	13.6
全体			S59	57	98.6	50.5
			H22	155	140	37.5
			H24	161	121	42.8

過去との比較

追跡調査(H22とH24の比較)

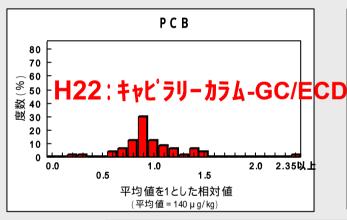
パックトカラム-GC/ECD・・・(H22とH24)同様な結果である

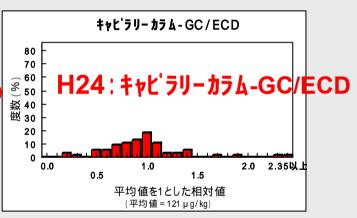
キャピラリーカラム-GC/ECD・・・(H22よりもH24は)室間精度悪〈なる・・・<u>下図参照</u>

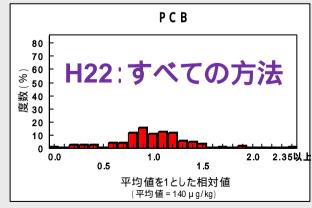
キャピラリーカラム-GC/QMS・・・(H22、H24)回答が少なく、わからない

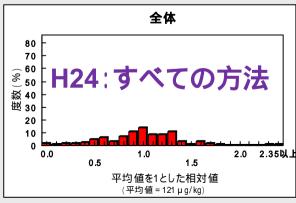
キャピラリーカラム-GC/HRMS・・・(H22とH24)同様な結果である

全体(すべての方法)・・・(H22とH24)同様な結果である・・・<u>下図参照</u>









過去との比較

(模擬試料:有機溶媒の試料)

年	分析方法	回答数	平均值	室間	平均値と調	(参考)
度		(外れ値		精度	製濃度の比	調製濃度
		棄却後)	A mg/L	CV%	A/B	B mg/L
S50	パックト・カラム-GC/ECD(係数法)	33	0.87	17	0.87	
	パックト、カラム-GC/ECD(パ・ターン合わせ法)	76	0.90	13	0.90	1.0
S51	パックト・カラム-GC/ECD(係数法)	67	0.577	12.0	0.96	
	パックド カテム-GC/ECD(パターン合わせ法)	54	0.562	11.0	0.94	0.60

過去との比較 (DL-PCB異性体)

キャピラリーカラム-GC/HRMS(高分解能型)

DL-PCB異性体の結果(底質試料)

(外れ値等を棄却前後の精度:12異性体の範囲)

年	試料	棄	室間精度
度		却	CV%
12	底質試料	前	19.7 ~ 509.9
	(湖沼)	後	13.6 ~ 29.9
18	底質試料	前	57.7 ~ 419
	(海域)	後	9.0 ~ 14.4
19	底質試料	前	9.8 ~ 41.3
	(海域)	後	6.9~12.9

過去との比較

(DL-PCB<mark>異性体</mark>) キャピラリーカラム-GC/HRMS(高分解能型)

DL-PCB異性体の結果(土壌試料)

(外れ値等を棄却前後の精度:12異性体の範囲)

年	試 料	棄	室間精度
度		却	CV %
11	土壌試料	前	45.7 ~ 152.7
		後	21.1 ~ 64.8
15	土壌試料	前	14.8 ~ 29.2
	Α	後	10.6 ~ 22.2
	土壌試料	前	16.7 ~ 34.7
	В	後	12.0 ~ 21.1
	土壌試料	前	14.9 ~ 122.0
	С	後	13.3 ~ 23.9
	土壌試料	前	16.5 ~ 65.5
	D	後	13.2 ~ 23.1
16	土壌試料	前	13.1 ~ 49.4
		後	10.9 ~ 16.4
23	土壤試料	前	15.4 ~ 37.2
		後	9.2 ~ 12.2