

平成28年度環境測定分析統一精度管理調査結果 説明会

底質試料
(ダイオキシン類の分析)

平成29年2月22日 福岡
平成29年3月 1日 大阪
平成29年3月 9日 東京

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)

(注) * 印の項目は簡易測定法では対象外である。

- ・共通試料3

底質試料 (実試料)

試料

○底質試料(共通試料3)

- ・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）

- ・「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」
（平成21年3月、環境省水・大気環境局水環境課）

＊ 以下、「底質調査測定マニュアル」という

- ・「底質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・大気環境局水環境課）

＊ 以下、「簡易測定法マニュアル」という

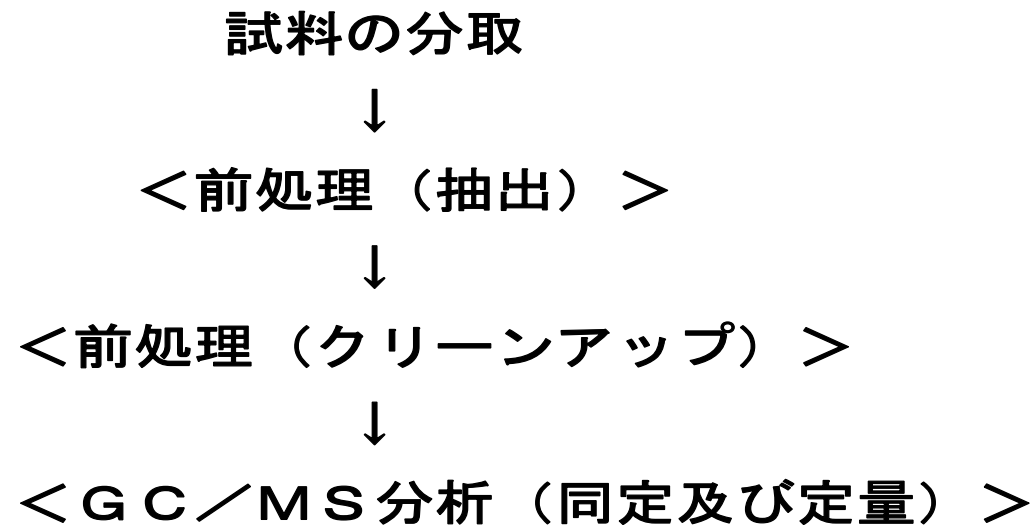
による高圧流体抽出等、他の抽出方法も可能

分析方法(推奨方法)

分析方法	ダイオキシン類
溶媒抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法 ソックスレー抽出-GC/HRMS法(2種類以上のカラムで測定)	○

(注)○：底質環境基準告示に規定する方法（「底質調査測定マニュアル」に規定する方法）

分析方法(推奨方法)



「底質調査測定マニュアル」、「簡易測定法マニュアル」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)	
底質調査測定マニュアル	ソックスレー抽出	A シリカゲルカラム等の処理 (硫酸処理、シリカゲルクロマトグラフィー、多層シリカゲルクロマトグラフィー等)	GC/HRMS法 (2種類以上のカラムで測定)
簡易測定法マニュアル	ソックスレー抽出	B GC/MS分析用試料液の調製方法 (活性炭カラムクロマトグラフィー:リバーシ、活性炭カラムクロマトグラフィー:リバーシしない、高速液体クロマトグラフィー:活性炭カラム、アルミナカラムクロマトグラフィー等)	GC/HRMS法 (2種類以上のカラムで測定) 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		
		C その他の処理 (ゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)、ヘキサン・ジメチルスルホキシド(DMSO)分配等)	

「底質調査測定マニュアル」、「簡易測定法マニュアル」ともフローは同じ

分析方法

分析方法	回答数
「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」による方法 ・ ソックスレー抽出-GC/HRMS法（2種類以上のカラムで測定）	71
「底質のダイオキシン類簡易測定法マニュアル」による方法 ・ 高圧流体抽出-GC/HRMS法（2種類以上のカラムで測定）	1
合計	72

以降の集計などについては、
回答数の多い「底質調査測定マニュアル」を主とする

分析方法

分析操作に関わった人

(底質調査測定マニュアルによる方法)

操作			回答数		備考 (関わった人数/関わり方)	
抽出	クリーン アップ ^o	GC/ MS				
A	A	A	20		1人	すべての操作が同じ人
A	A	B	33	36	2人	二つの操作が同じ人
A	B	B	3			
A	B	C	15		3人	すべての操作が異なる人
計			71			

分析方法

<前処理(抽出)例>

(ソックスレー抽出)

試料の分取

↓ ←内標準(クリーンアップスパイク)*

↓ ←トルエン

ディーンスターク・ソックスレー抽出、ソックスレー抽出

↓ 16時間以上

抽出液

↓

濃縮

↓

分取 (←内標準(クリーンアップスパイク))

[*で添加しない場合]

(高圧流体抽出)

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

高圧流体抽出

↓

抽出液

↓

濃縮

↓

分取 (←内標準(クリーンアップスパイク))

[*で添加しない場合]

高圧流体抽出は、簡易測定法である。
高圧流体抽出は、高速溶媒抽出(ASE)、高圧液体抽出又は、加圧流体抽出とも呼ばれている。

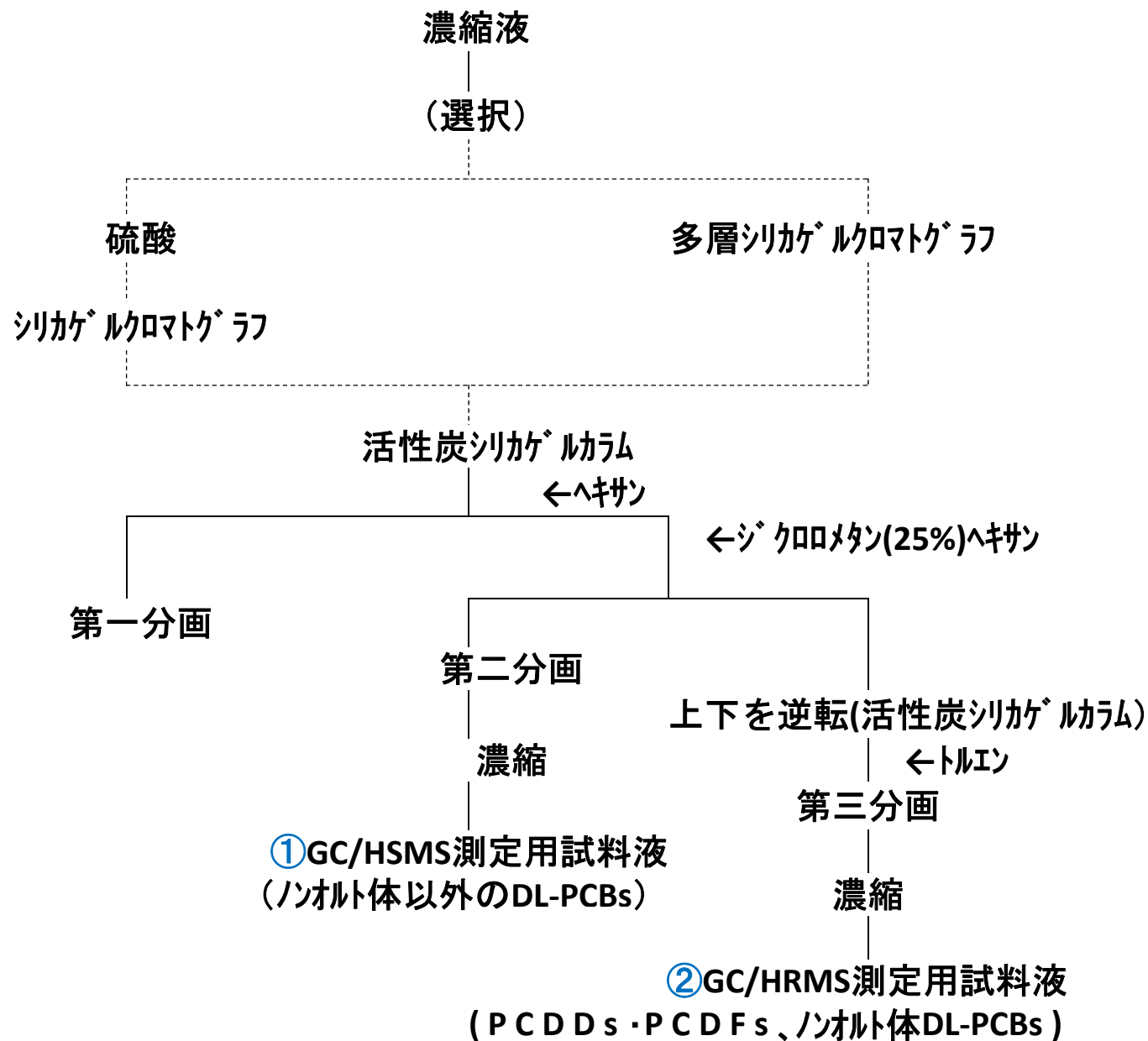
分析方法

<前処理(抽出)例>

分析方法(抽出方法)	回答数
1. ソックスレー抽出	42
2. ソックスレー・ディーンスターク抽出	29
3. 高圧流体抽出	1
計	72

分析方法

＜クリーンアップ(例): 活性炭リバーサカラムによる例＞



分析方法

＜クリーンアップ(例): 活性炭リバーサカラムによる例＞

必要に応じて、①と②を混合して、測定することもできる。

①と②を混合して、
GC/HRMS測定用試料液
(DL-PCBsを測定)

①と②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）＞

分析方法（クリーンアップ操作）			回答数
シリカゲルクロマトの処理方法：硫酸処理、シリカゲルクロマト、多層シリカゲルクロマトの組み合わせ			
硫酸処理	シリカゲルクロマト	多層シリカゲルクロマト	
○	○	○	1
○	○	×	3
○	×	○	16
○	×	×	0
×	○	○	1
×	×	○	51
計			72

（注）○は該当する処理操作であり、×は該当しない処理操作である。

分析方法

<前処理(クリーンアップ)>

分析方法（クリーンアップ操作） シリカゲルクロマト後の処理方法：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（リバーズ）	47
2. 活性炭カラムクロマトグラフィー（リバーズしない）	14
3. 高速液体クロマトグラフィー（活性炭カラム）	1
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）	3
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）	0
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）	1
7. 上記1&2	2
8. 上記1&4	1
9. 上記1&6	1
10. 上記2&6	1
11. 上記2&4&5	1
計	72

分析方法

<前処理(クリーンアップ)>

分析方法（クリーンアップ操作） 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	20
2. 抽出液中に銅（チップ又は粉状等）を入れる	6
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	2
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	20
7. 上記1&3	5
8. 上記1&4	2
9. 上記1&5	2
10. 上記2&3	2
11. 上記3&4	1
12. 上記1&2&3	3
13. 上記1&2&4	1
14. 上記1&2&5	1
15. 上記1&3&5	1
16. 上記1&2&4&5	1
17. 何もしない	1
計	72

回答数

分析方法	回答数	棄却された回答数（TEQ）			
		ND等	Grubbs		計
			小さい値	大きな値	
「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」による方法 ・ ソックスレー抽出-GC/HRMS法（2種類以上のカラムで測定） 「底質のダイオキシン類簡易測定法マニュアル」による方法 ・ 高圧流体抽出-GC/HRMS法（2種類以上のカラムで測定）	71 (1)	0	1	1	2
合計	72	0	1	1	2

（注）分析方法別に棄却検定を行うこととし、その他の方法に関しては、回答数1であったため、棄却検定を行っていない。

回答数

<外れ値の回答数>

TEQ

<底質調査方法マニュアルによる方法>

PCDDs &PCDFs	DL-PCBs	PCDDs&PCDFs + DL-PCBs
2	2	2

回答数

<外れ値の回答数>

異性体（異性体数別）

<底質調査方法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	3	12	7	5	1	5	11
2	1	2	3	1	2	2	4
3	1	2	3	1	0	2	4
4	2	2	3	0	0	0	4
5	1	0	1	—	0	0	2
6	0	0	0	—	0	0	0
7	0	0	0	—	0	0	0
8	—	0	0	—	0	0	0
9	—	0	1	—	—	0	1
10以上	—	0	0	—	—	0	0
計	8	18	15	7	3	9	26

室間精度等の例(PCDDs異性体)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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 %			
PCDDs異性体	2, 3, 7, 8-TeCDD	前	68	0.594	0.285	47.9	0.12	2.1	0.543
		後	65	0.544	0.143	26.4	0.12	0.96	0.540
	1, 2, 3, 7, 8-PeCDD	前	71	3.21	1.53	47.7	1.0	13	3.00
		後	63	2.92	0.392	13.4	2.0	3.9	2.95
	1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD	前	71	4.35	2.54	58.4	2.0	21	3.80
		後	67	3.84	0.853	22.2	2.0	6.5	3.70
	1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD	前	71	25.6	5.20	20.3	17	50	25.0
		後	70	25.3	4.32	17.1	17	39	25.0
	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD	前	71	9.67	5.60	57.9	5.0	50	8.60
		後	66	8.53	1.57	18.4	5.0	13	8.50
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD	前	71	1060	171	16.2	580	1500	1020
		後	71	1060	171	16.2	580	1500	1020
	OCDD	前	71	11700	2294	19.7	5200	17000	11500
		後	71	11700	2294	19.7	5200	17000	11500

(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。

室間精度等の例(PCDFs異性体)

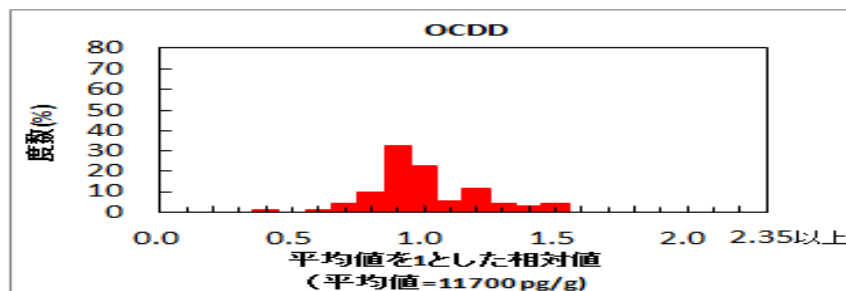
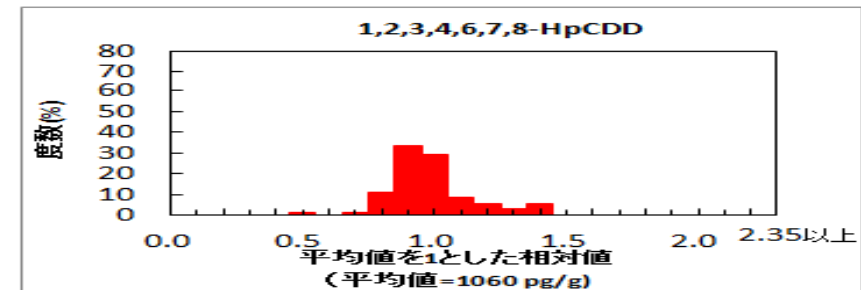
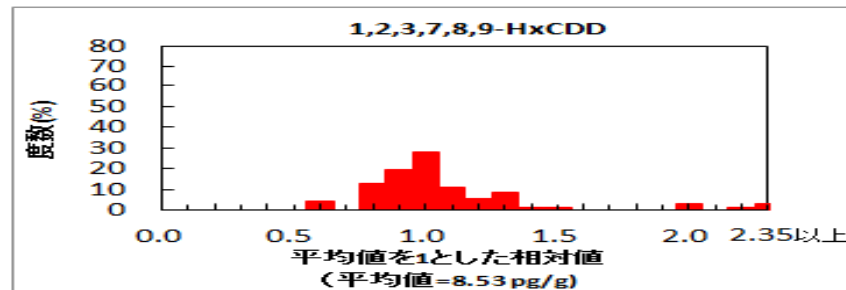
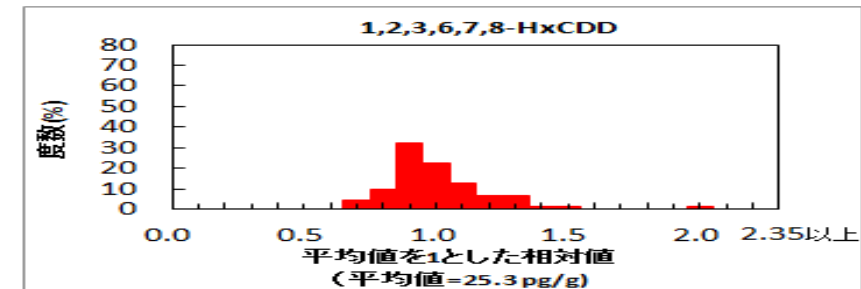
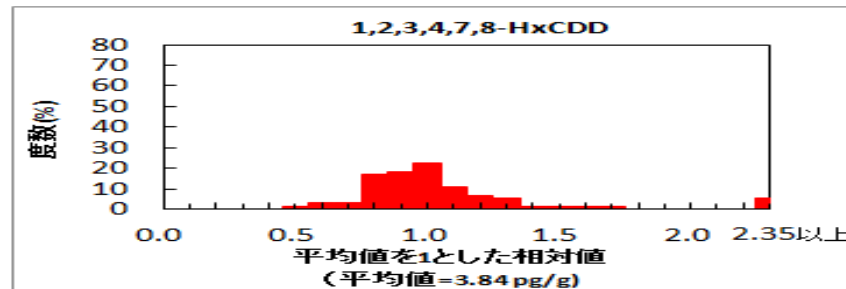
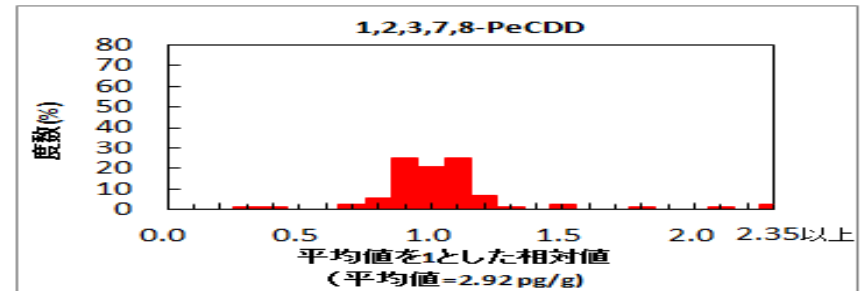
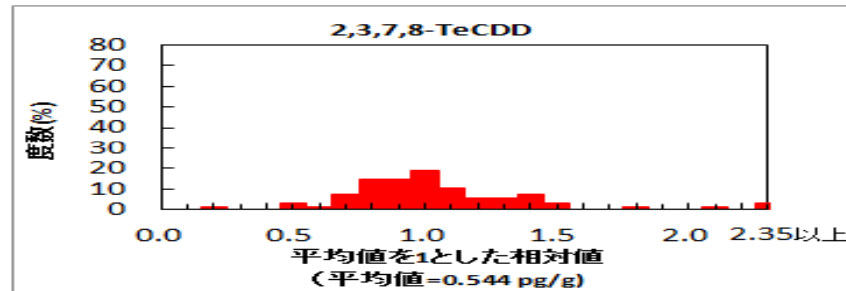
＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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-TeCDF	前	71	3.47	0.639	18.4	2.2	6.0	3.40
		後	70	3.43	0.566	16.5	2.2	5.1	3.40
	1, 2, 3, 7, 8-PeCDF	前	71	4.64	3.47	74.8	2.4	31	4.00
		後	69	4.15	0.961	23.1	2.4	6.9	4.00
	2, 3, 4, 7, 8-PeCDF	前	71	3.72	1.88	50.7	2.0	14	3.30
		後	66	3.25	0.488	13.8	2.0	4.2	3.20
	1, 2, 3, 4, 7, 8 -HxCDF	前	71	17.9	4.12	23.0	11	35	17.0
		後	67	17.1	2.54	14.8	11	24	16.5
	1, 2, 3, 6, 7, 8 -HxCDF	前	71	8.67	6.55	75.5	4.5	60	7.33
		後	65	7.40	1.25	16.9	4.5	10	7.20
	1, 2, 3, 7, 8, 9 -HxCDF	前	68	1.36	1.10	80.6	0.37	6.1	1.00
		後	58	0.981	0.234	23.8	0.37	1.6	0.950
	2, 3, 4, 6, 7, 8 -HxCDF	前	71	9.58	3.41	35.6	4.9	29	9.15
		後	70	9.30	2.51	26.9	4.9	17	9.08
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8 -HpCDF	前	71	262	43.8	16.7	150	370	255
		後	71	262	43.8	16.7	150	370	255
	1, 2, 3, 4, 7, 8, 9 -HpCDF	前	71	31.8	5.57	17.5	21	51	31.0
		後	70	31.5	5.10	16.2	21	46	31.0
	OCDF	前	71	1310	209	15.9	720	1800	1300
		後	71	1310	209	15.9	720	1800	1300

(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。

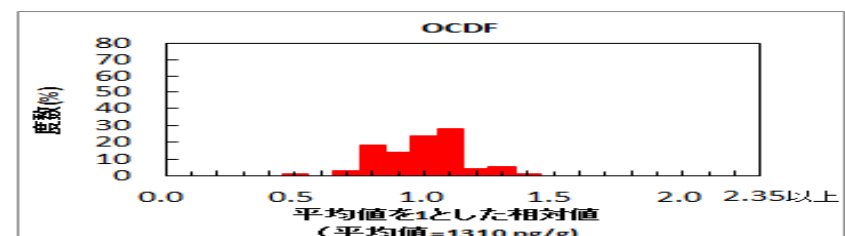
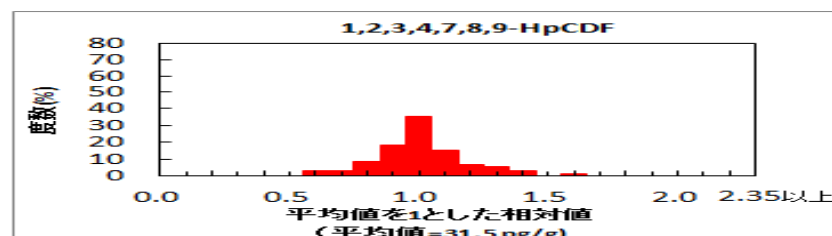
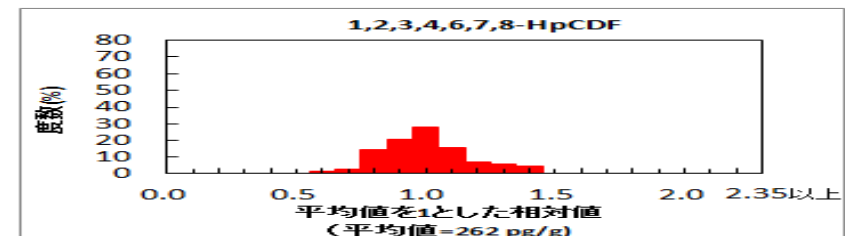
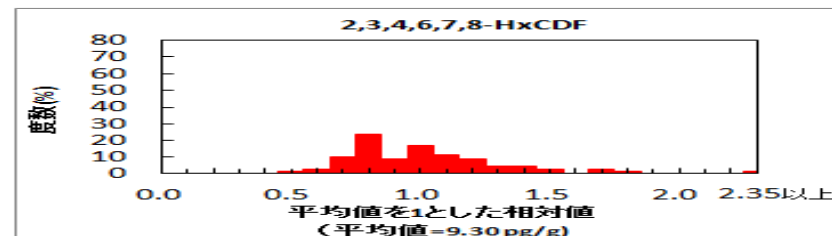
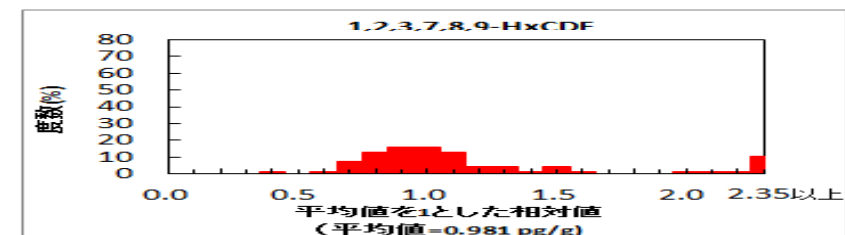
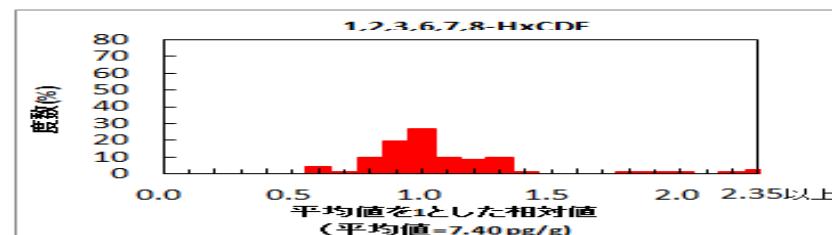
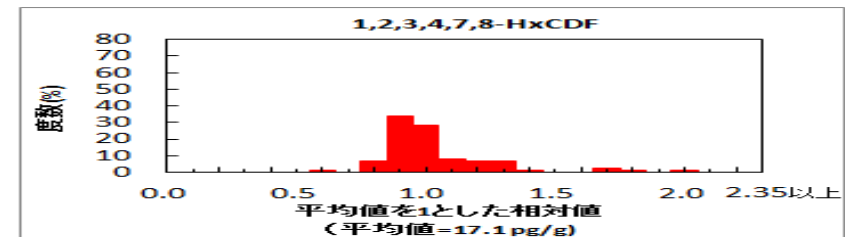
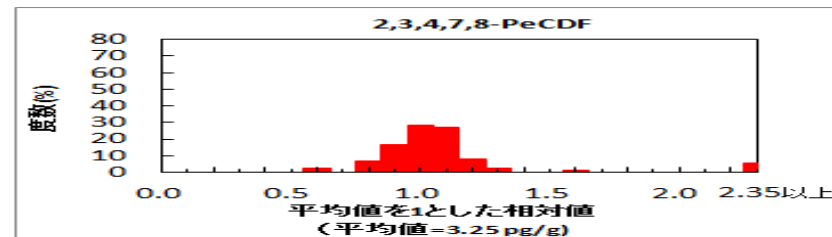
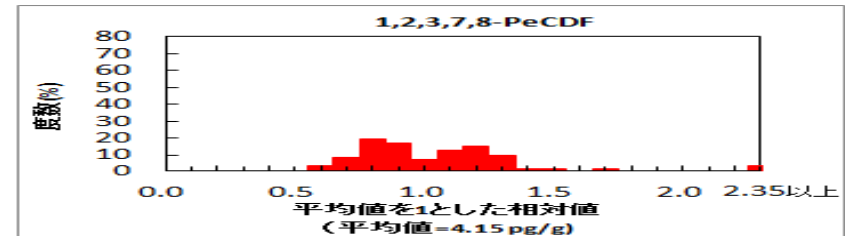
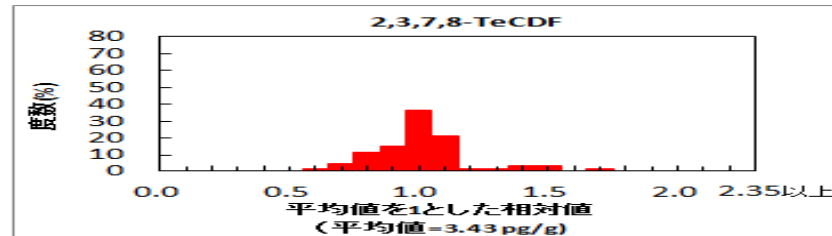
ヒストグラムの例(PCDDs異性体)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞



ヒストグラムの例(PCDFs異性体)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞



室間精度等の例(PCDDs同族体)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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 %			
PCDDs同族体	TeCDDs	前	71	2070	289	13.9	1200	2800	2100
		後	71	2070	289	13.9	1200	2800	2100
	PeCDDs	前	71	344	42.2	12.3	250	440	340
		後	71	344	42.2	12.3	250	440	340
	HxCDDs	前	71	186	82.5	44.4	110	770	167
		後	68	173	36.8	21.2	110	280	166
	HpCDDs	前	71	1700	310	18.2	960	2600	1650
		後	71	1700	310	18.2	960	2600	1650
	OCDD	前	71	11700	2290	19.7	5200	17000	11500
		後	71	11700	2290	19.7	5200	17000	11500
	PCDDs	前	71	16000	2730	17.1	8800	23000	15500
		後	71	16000	2730	17.1	8800	23000	15500

(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。

室間精度等の例

(PCDFs、PCDDs&PCDFs同族体)

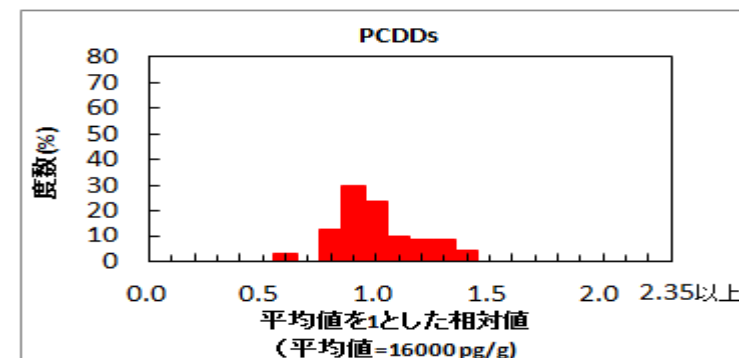
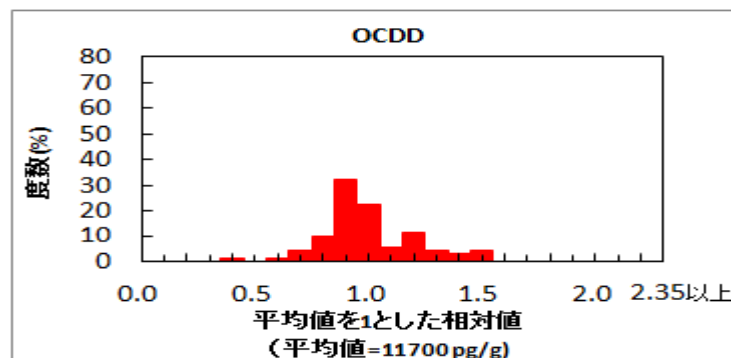
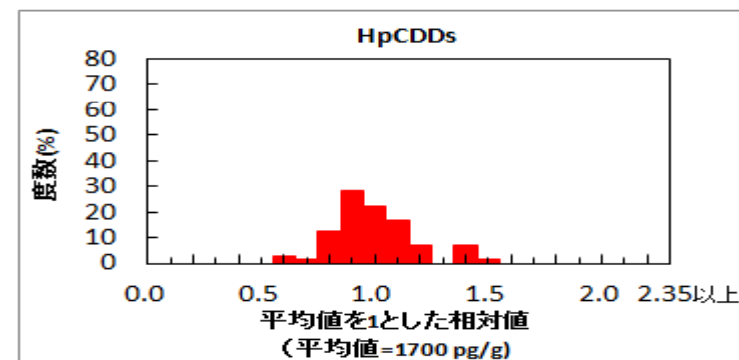
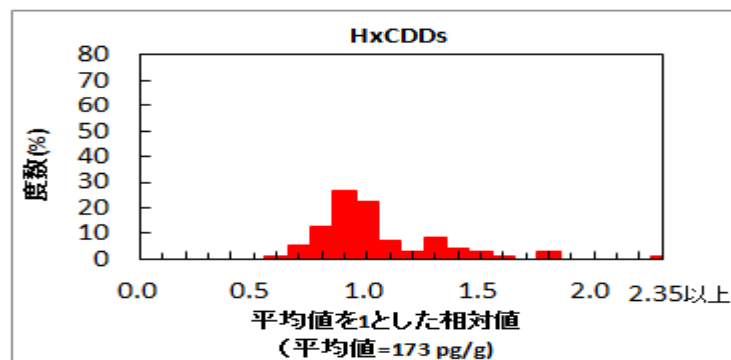
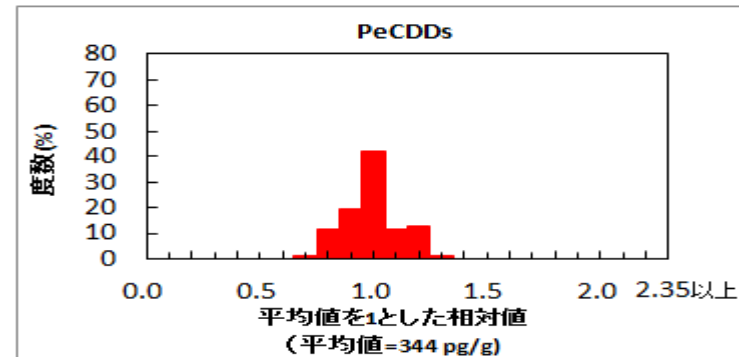
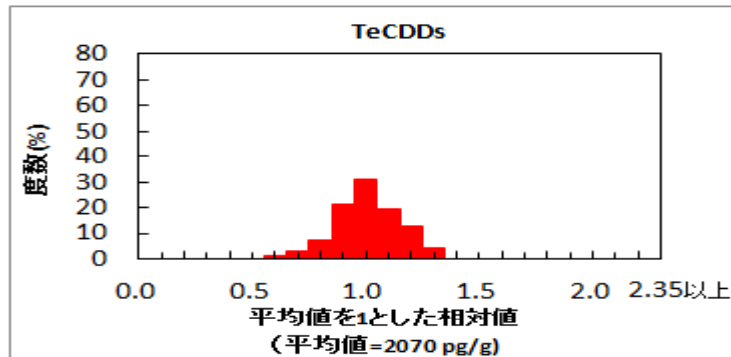
＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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 同 族 体	TeCDFs	前	71	141	38.8	27.6	95	320	130
		後	67	133	19.6	14.7	95	180	130
	PeCDFs	前	71	224	69.6	31.0	45	530	210
		後	65	212	35.1	16.6	130	320	205
	HxCDFs	前	71	524	126	24.1	360	1100	495
		後	68	503	80.5	16.0	360	730	494
	HpCDFs	前	71	1190	215	18.0	270	1800	1200
		後	70	1210	185	15.4	780	1800	1200
	OCDF	前	71	1310	208	15.8	720	1800	1300
		後	71	1310	208	15.8	720	1800	1300
	PCDFs	前	71	3400	533	15.7	2200	4900	3350
		後	71	3400	533	15.7	2200	4900	3350
同族体の合計 (PCDDs+PCDFs)		前	71	19400	3220	16.6	11000	28000	19000
		後	71	19400	3220	16.6	11000	28000	19000

(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。

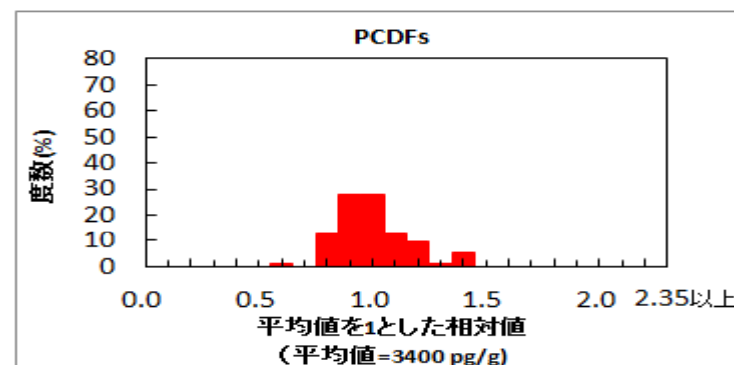
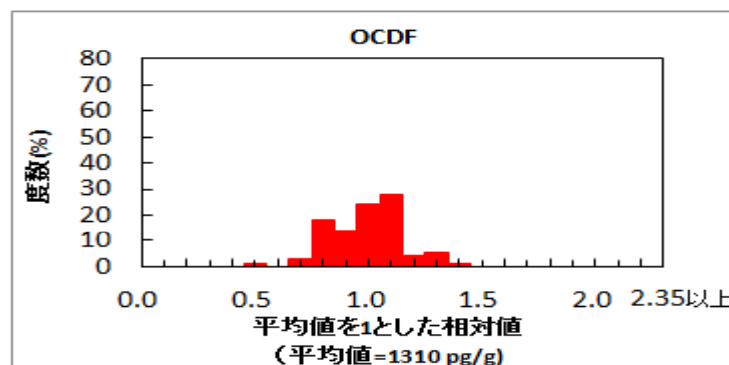
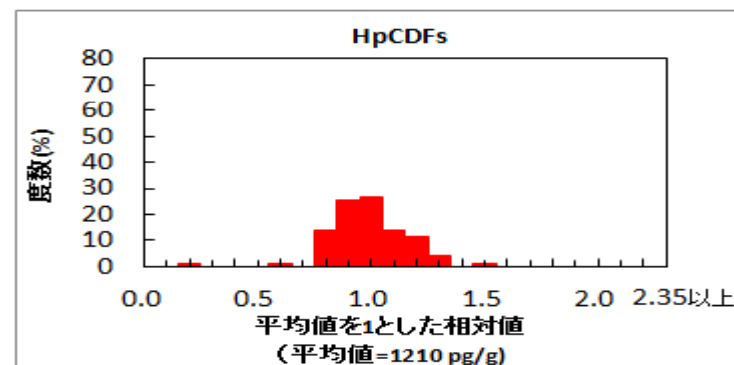
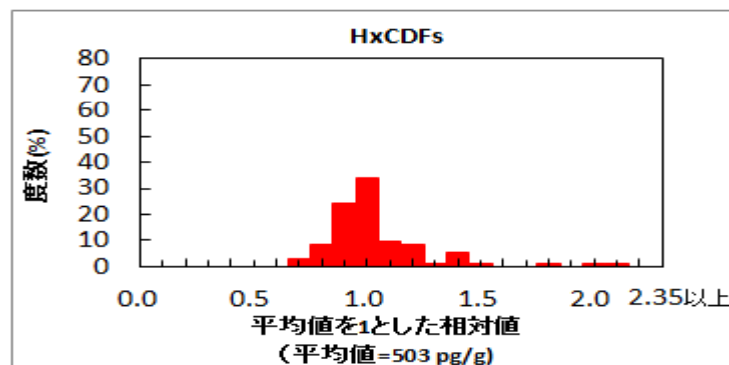
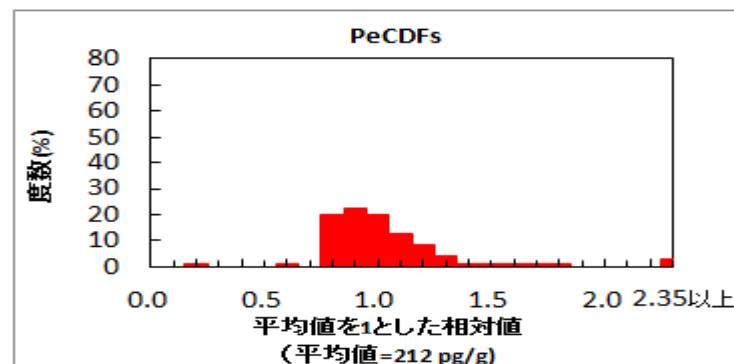
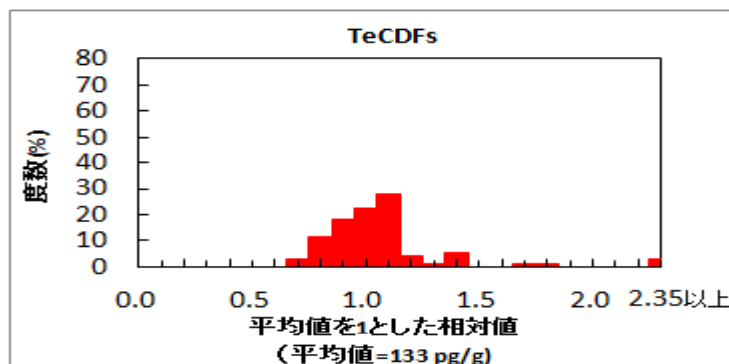
ヒストグラムの例(PCDDs同族体)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞



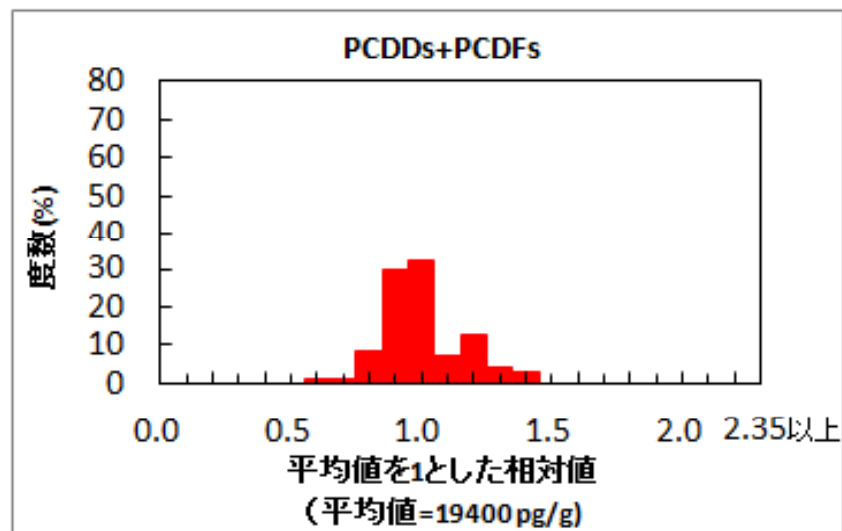
ヒストグラムの例(PCDFs同族体)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞



ヒストグラムの例 (PCDDs&PCDFs同族体)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞



室間精度等の例 (ノンオルトDL-PCBs異性体)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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 オル ト 異 性 体	3, 4, 4', 5-TeCB (#81)	前	71	13.7	1.65	12.0	10	20	13.0
		後	68	13.4	1.18	8.8	10	17	13.0
	3, 3', 4, 4'-TeCB (#77)	前	71	441	41.7	9.5	310	520	445
		後	71	441	41.7	9.5	310	520	445
	3, 3', 4, 4', 5-PeCB (#126)	前	71	11.5	1.66	14.4	8.8	21	11.0
		後	69	11.3	1.06	9.4	8.8	14	11.0
	3, 3', 4, 4', 5, 5' -HxCB (#169)	前	70	1.33	0.547	41.2	0.80	4.8	1.20
		後	65	1.20	0.173	14.4	0.80	1.7	1.20

(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。

室間精度等の例 (モノオルトDL-PCBs異性体)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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 %			
モノオルト異性体	2', 3, 4, 4', 5-PeCB (#123)	前	71	33.9	3.99	11.8	21	43	34.5
		後	71	33.9	3.99	11.8	21	43	34.5
	2, 3', 4, 4', 5-PeCB (#118)	前	71	1900	163	8.6	1100	2300	1900
		後	70	1910	132	6.9	1600	2300	1900
	2, 3, 3', 4, 4'-PeCB (#105)	前	71	843	52.3	6.2	650	930	840
		後	70	846	47.2	5.6	720	930	845
	2, 3, 4, 4', 5-PeCB (#114)	前	71	35.8	3.12	8.7	28	42	36.0
		後	71	35.8	3.12	8.7	28	42	36.0
	2, 3', 4, 4', 5, 5'-HxCB (#167)	前	71	68.3	5.62	8.2	57	85	68.0
		後	71	68.3	5.62	8.2	57	85	68.0
	2, 3, 3', 4, 4', 5-HxCB (#156)	前	71	158	20.5	13.0	39	210	160
		後	69	159	13.6	8.5	130	190	160
	2, 3, 3', 4, 4', 5'-HxCB (#157)	前	71	38.9	4.23	10.9	30	60	38.7
		後	70	38.6	3.41	8.8	30	46	38.6
	2, 3, 3', 4, 4', 5, 5'-HpCB (#189)	前	71	18.2	1.88	10.3	14	23	18.0
		後	71	18.2	1.88	10.3	14	23	18.0

(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。

室間精度等の例 (ノンオルト、モノオルトDL-PCBs)

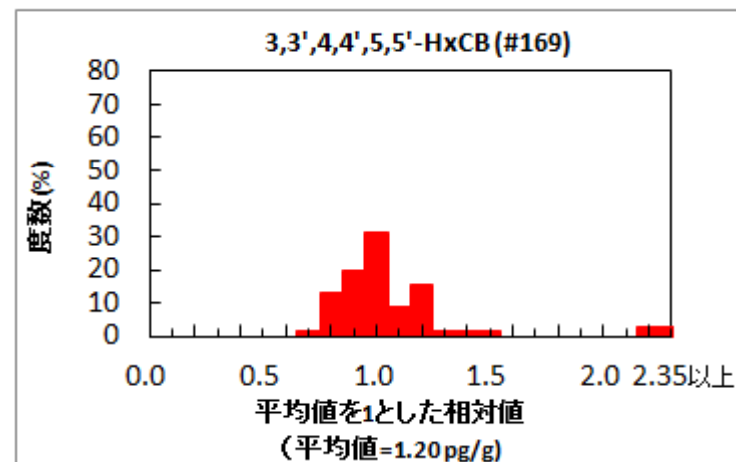
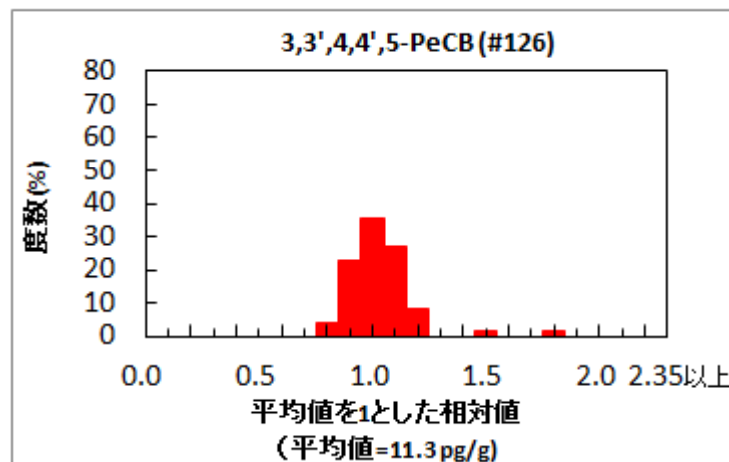
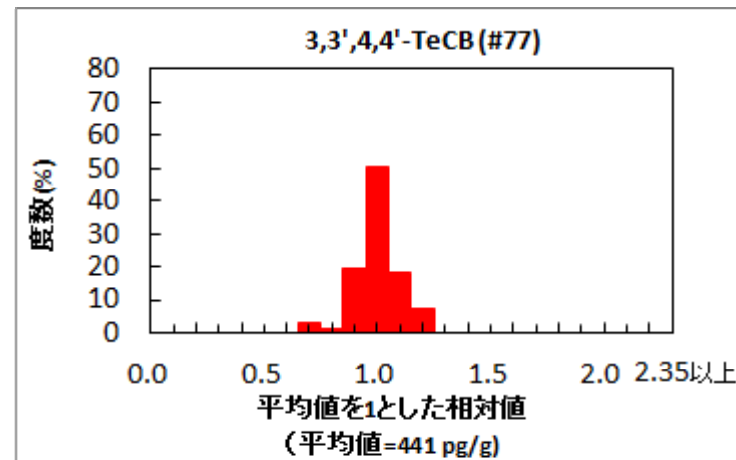
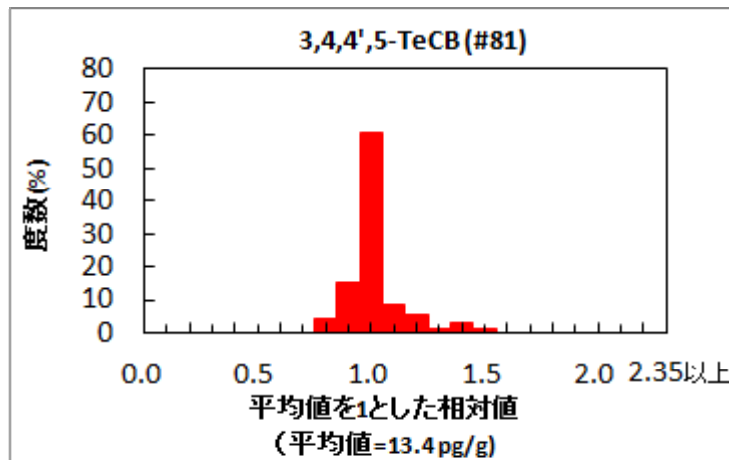
＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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 %			
その他	ノンオルト	前	71	468	42.9	9.2	340	550	470
		後	71	468	42.9	9.2	340	550	470
	モノオルト	前	71	3090	227	7.3	2000	3600	3100
		後	70	3110	186	6.0	2800	3600	3100
	計 (DL-PCBs)	前	71	3570	252	7.1	2400	4100	3550
		後	70	3580	210	5.9	3200	4100	3550

(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。

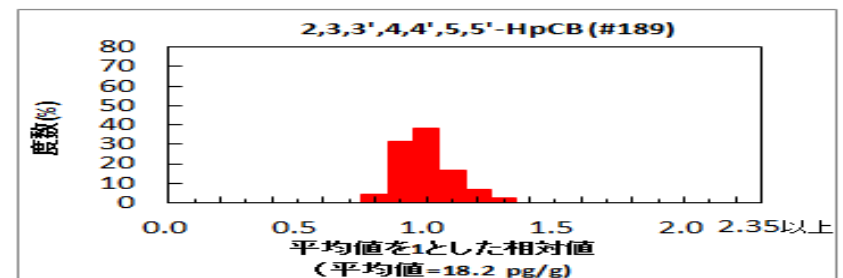
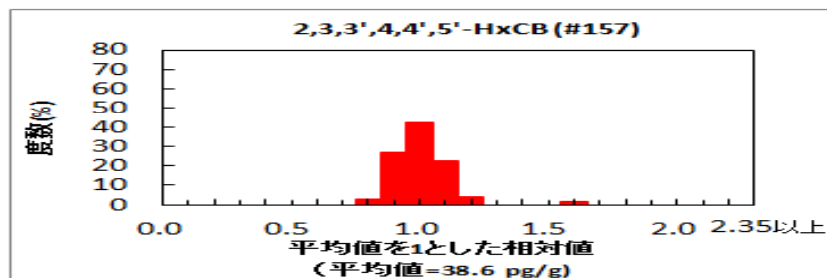
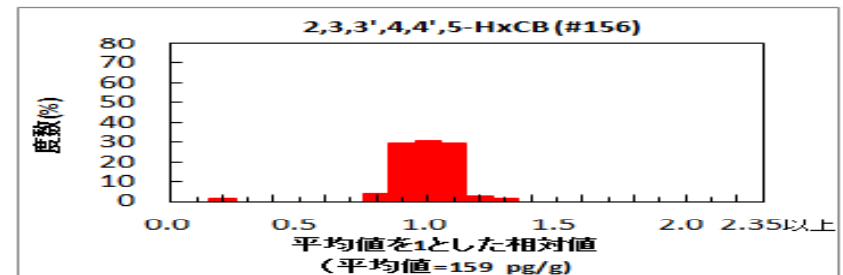
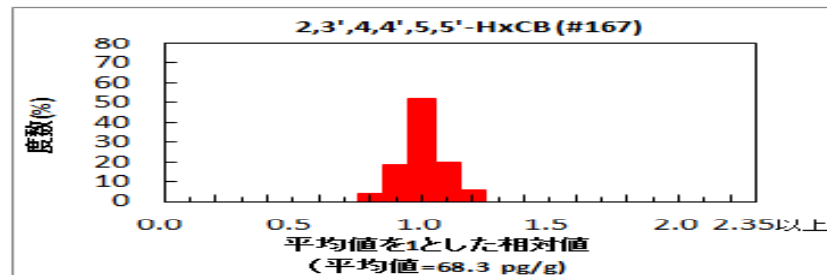
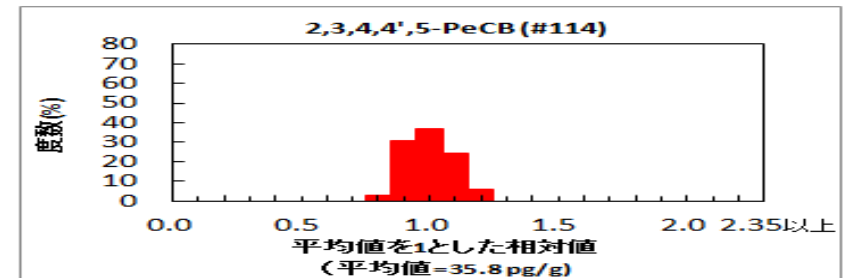
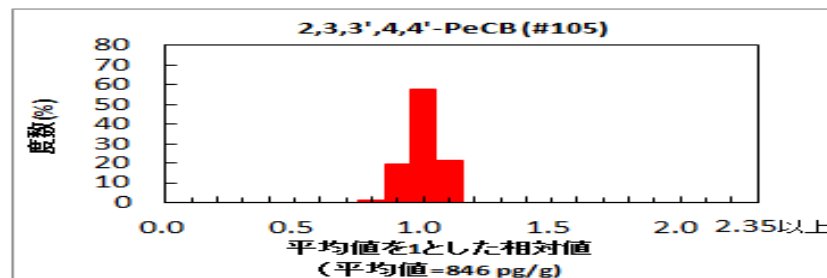
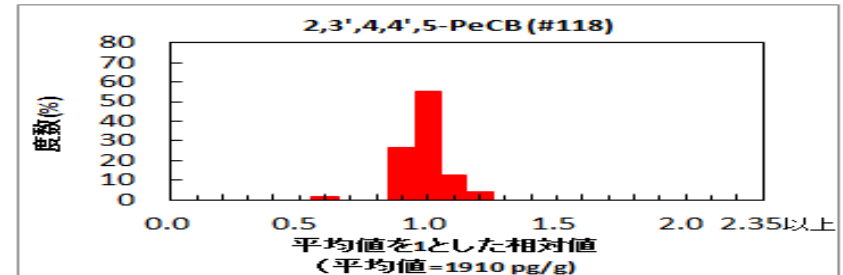
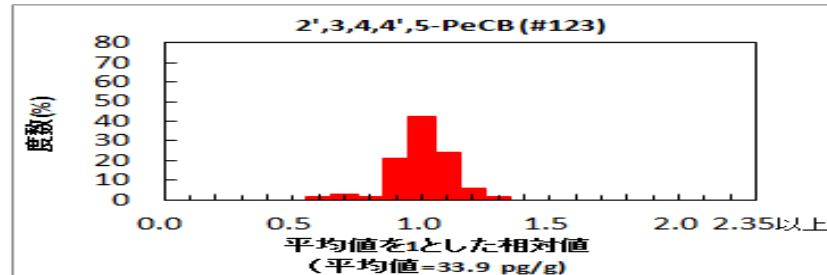
ヒストグラムの例 (ノンオルトDL-PCBs異性体)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞



ヒストグラムの例 (モノオルトDL-PCBs異性体)

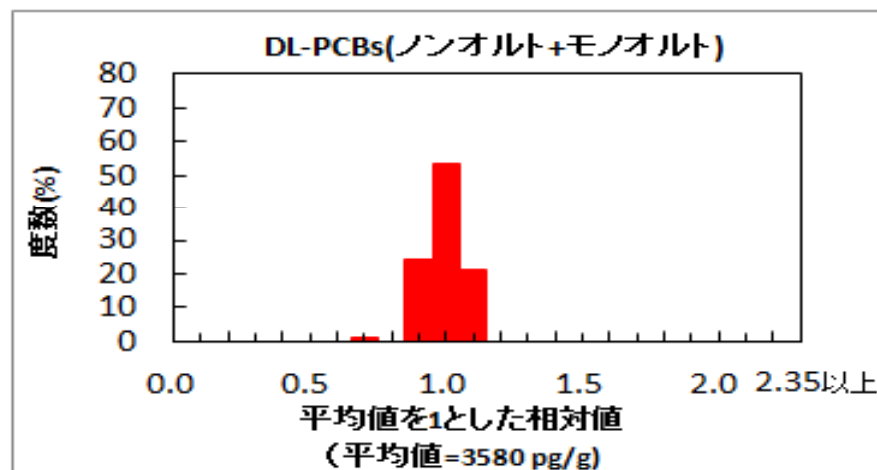
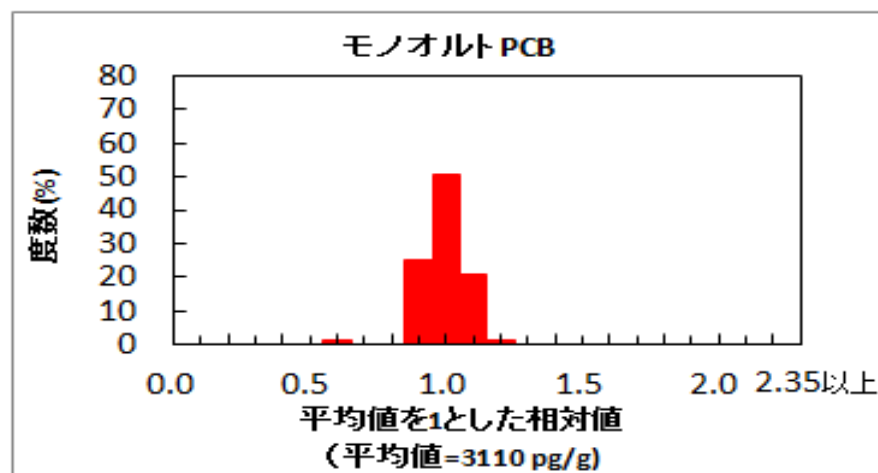
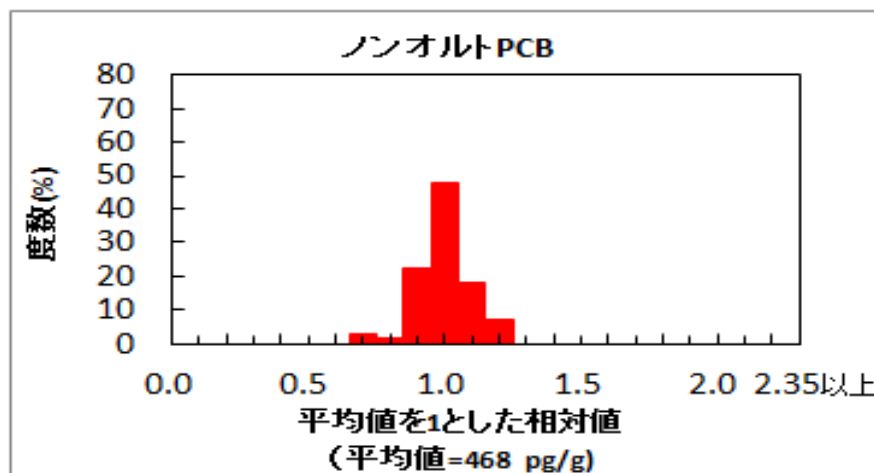
＜底質調査方法マニュアルによる方法＞



ヒストグラムの例

(ノンオルト、モノオルトDL-PCBs)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞



室間精度等の例(TEQ)

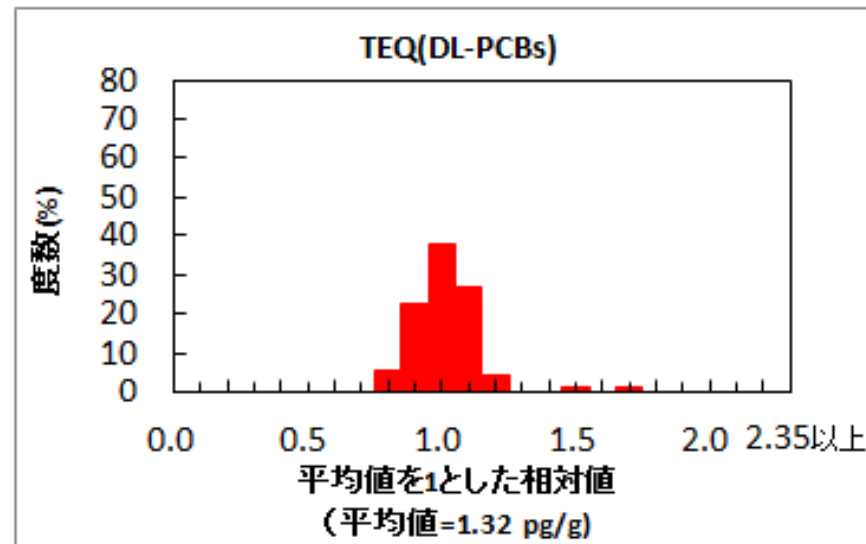
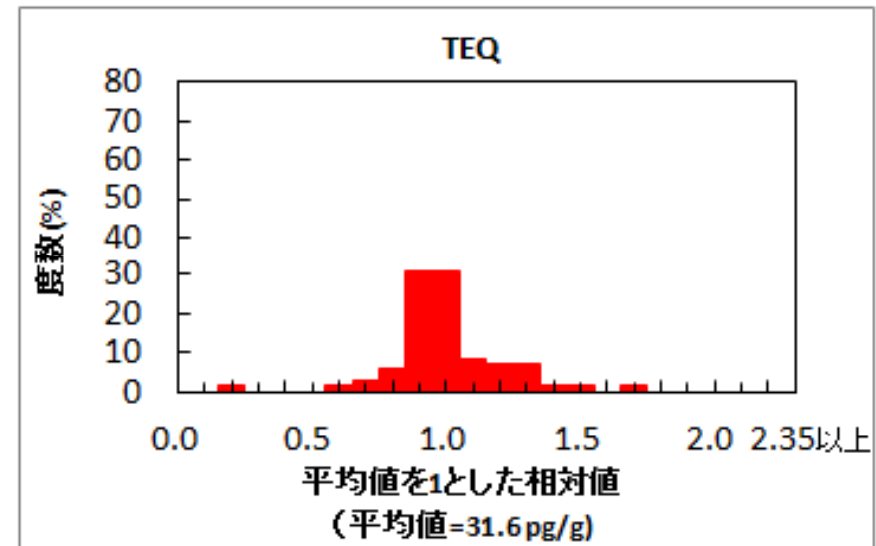
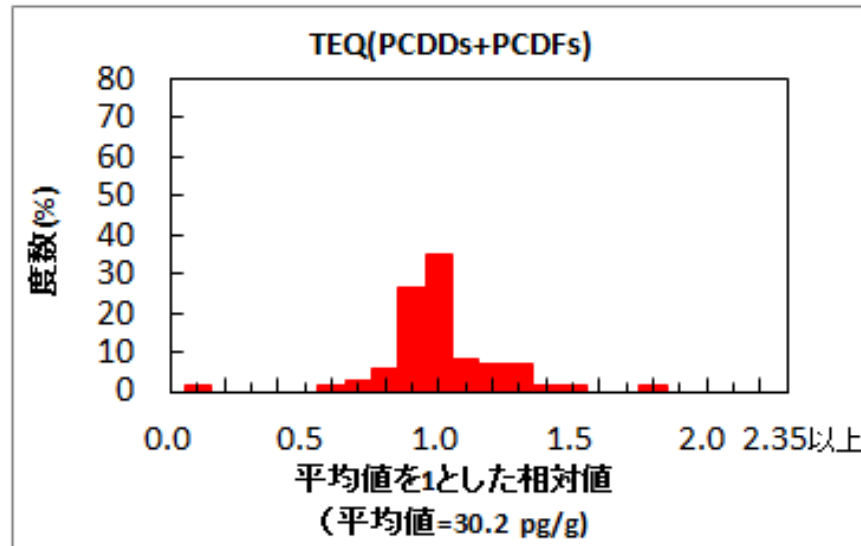
＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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 %			
T E Q	PCDDs+PCDFs	前	71	30.2	6.39	21.2	3.7	54	29.0
		後	69	30.2	4.83	16.0	19	45	29.0
	DL-PCBs	前	71	1.34	0.177	13.2	1.0	2.3	1.30
		後	69	1.32	0.115	8.8	1.1	1.6	1.30
	(PCDDs+PCDFs)+ (DL-PCBs)	前	71	31.6	6.47	20.5	5.1	55	31.0
		後	69	31.6	4.98	15.7	20	46	31.0

(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。

ヒストグラムの例(TEQ)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞



外れ値等の原因

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

(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)

- ・前処理等 7回答

分析に供した試料量の過少、或いは過多
精製が不十分なことによる妨害成分の影響

- ・測定 8回答

機器の感度不足
GCカラムによって分離できない化合物の影響
妨害成分の影響
ピークの同定間違い
測定機器における汚染の可能性

- ・計算・記載間違い 3回答

濃度の算出
結果の報告

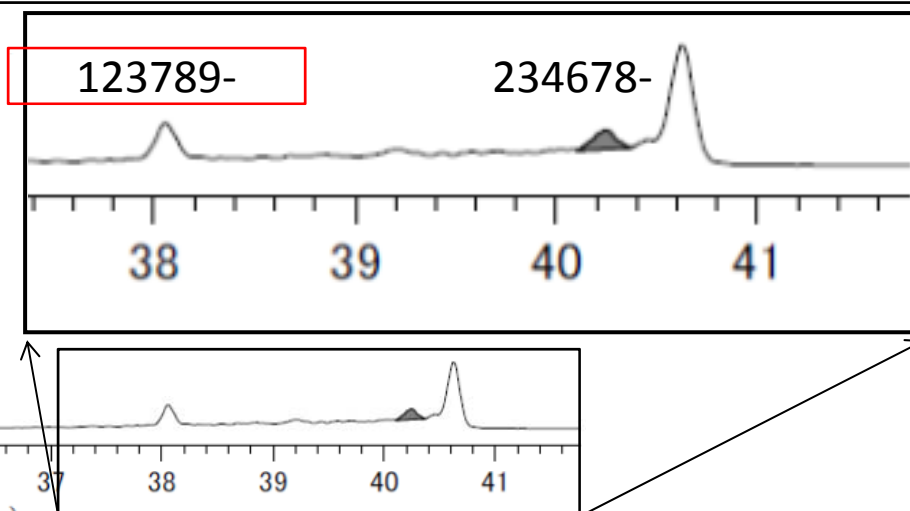
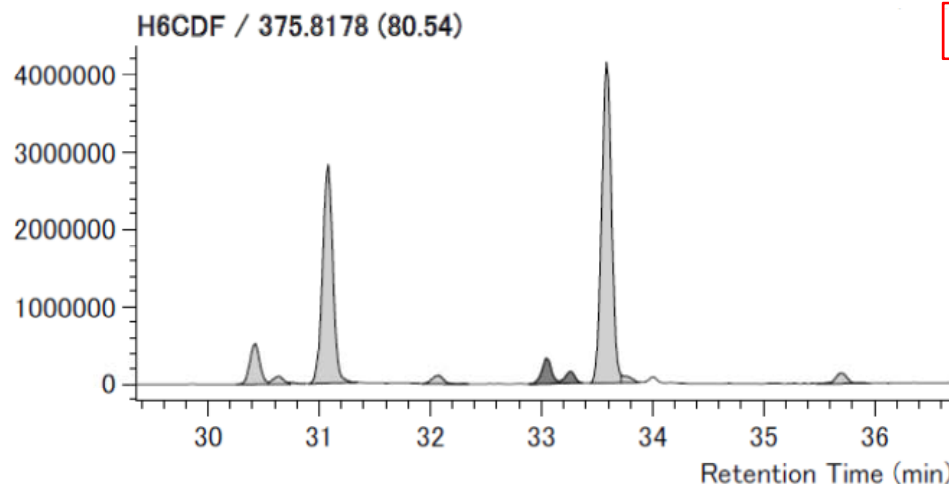
- ・その他 3回答

123789-HxCDF クロマトグラムの例

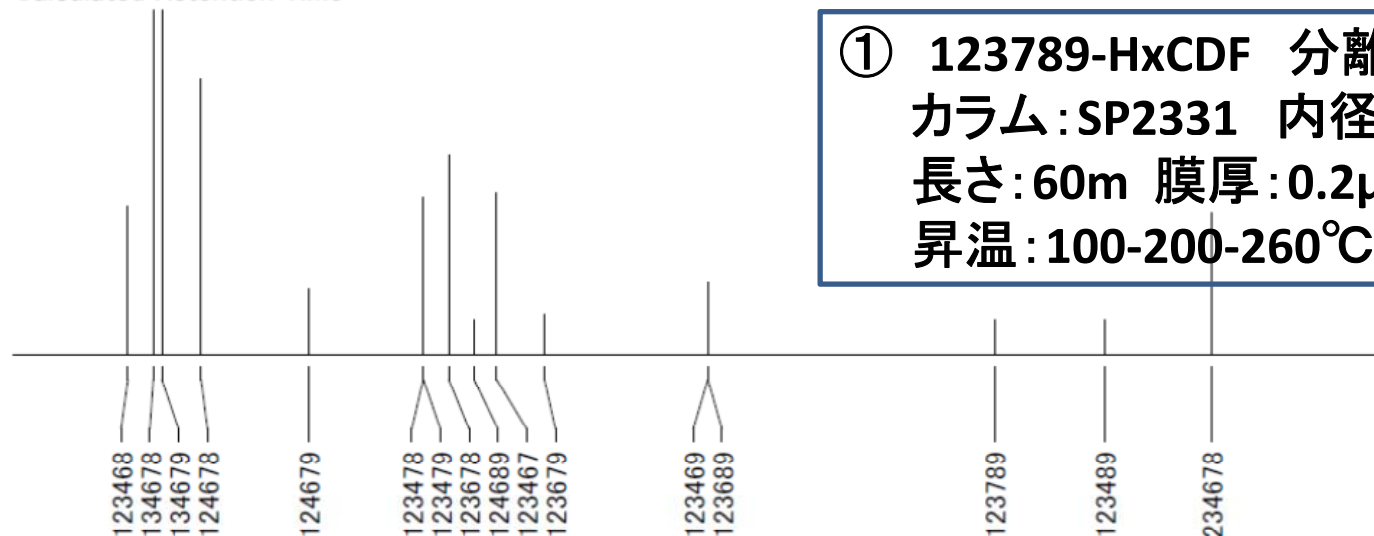
①分離の悪い例

②分離の良い例

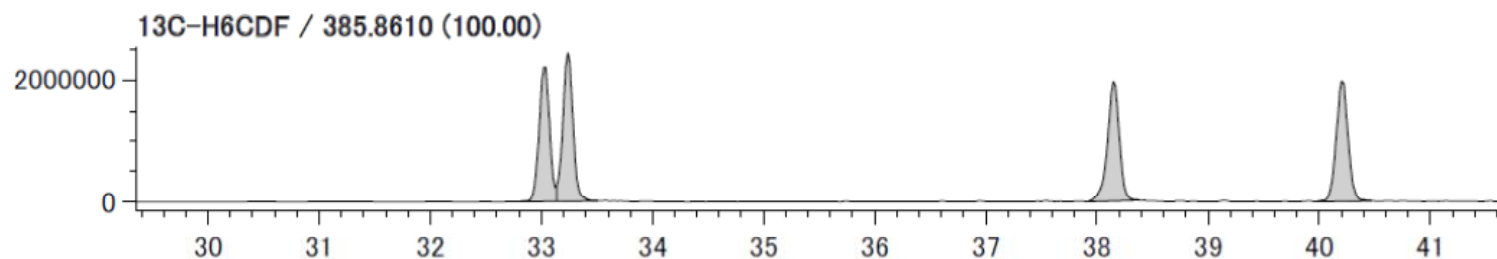
③ミスアサインの例

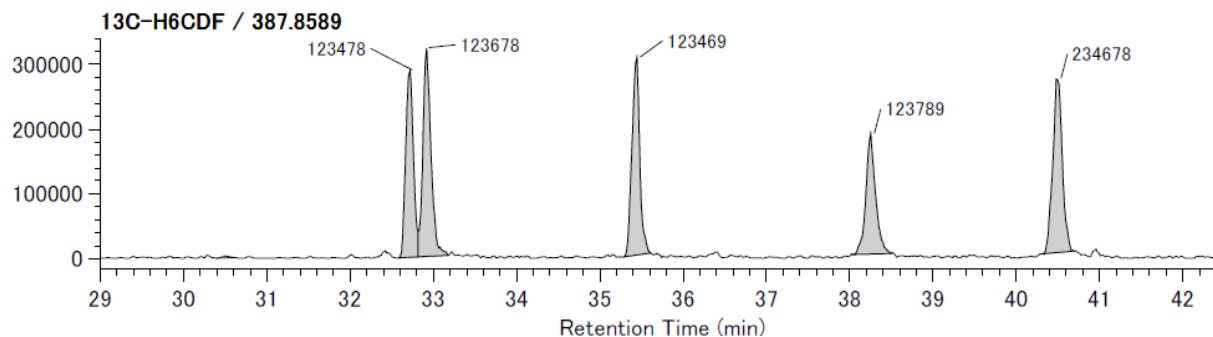
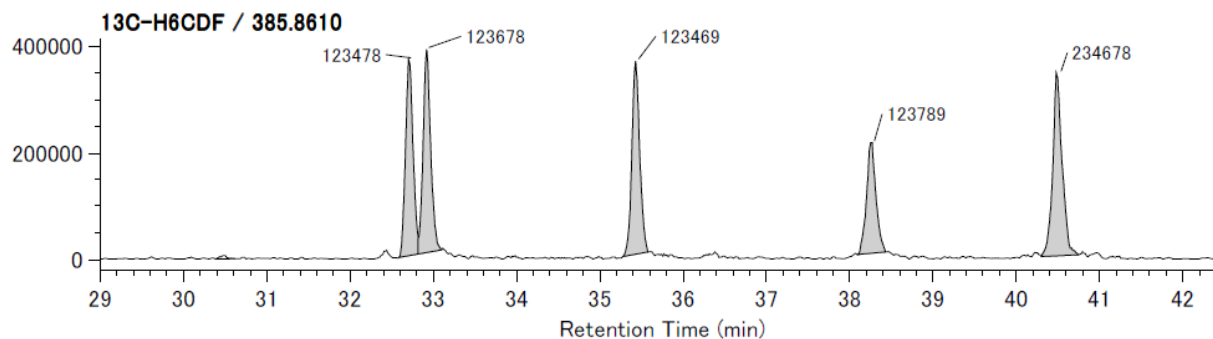
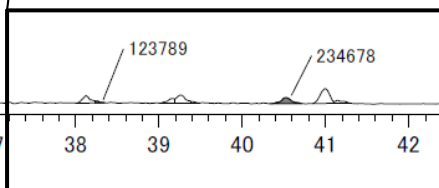
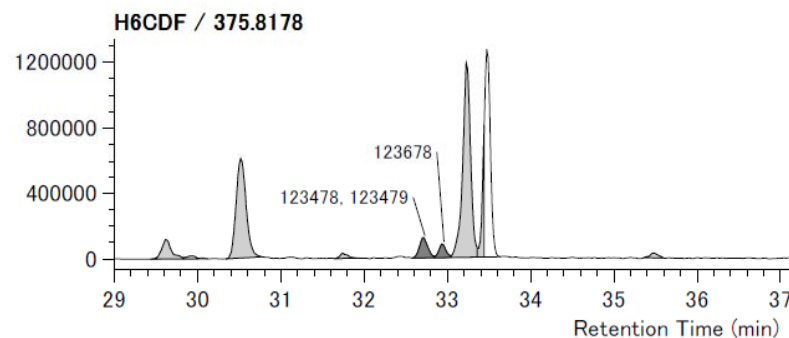
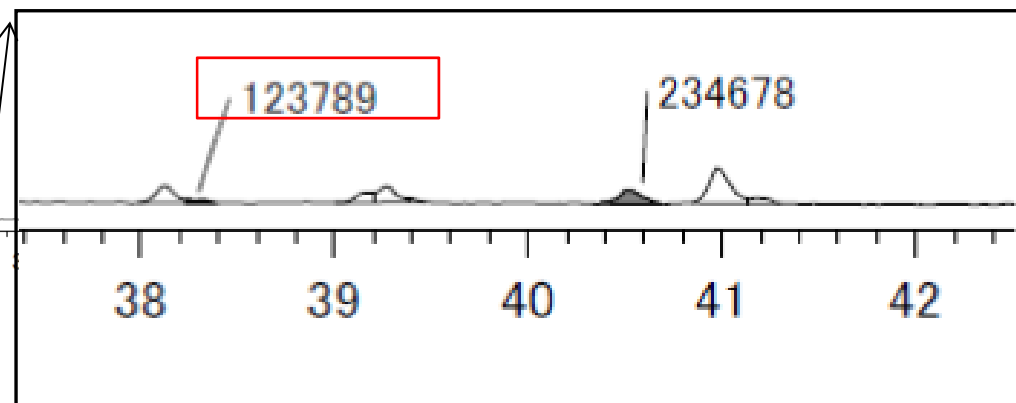
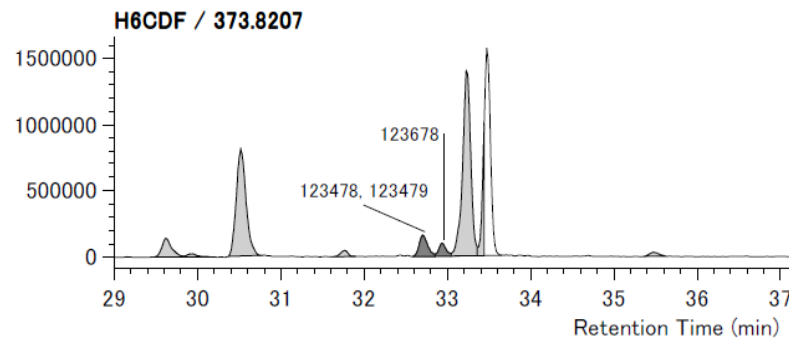


Calculated Retention Time



① 123789-HxCDF 分離の悪い例
 カラム: SP2331 内径: 0.32mm
 長さ: 60m 膜厚: 0.2 μ m
 昇温: 100-200-260 $^{\circ}$ C





②123789-HxCDF

分離の良い例

カラム: SP2331

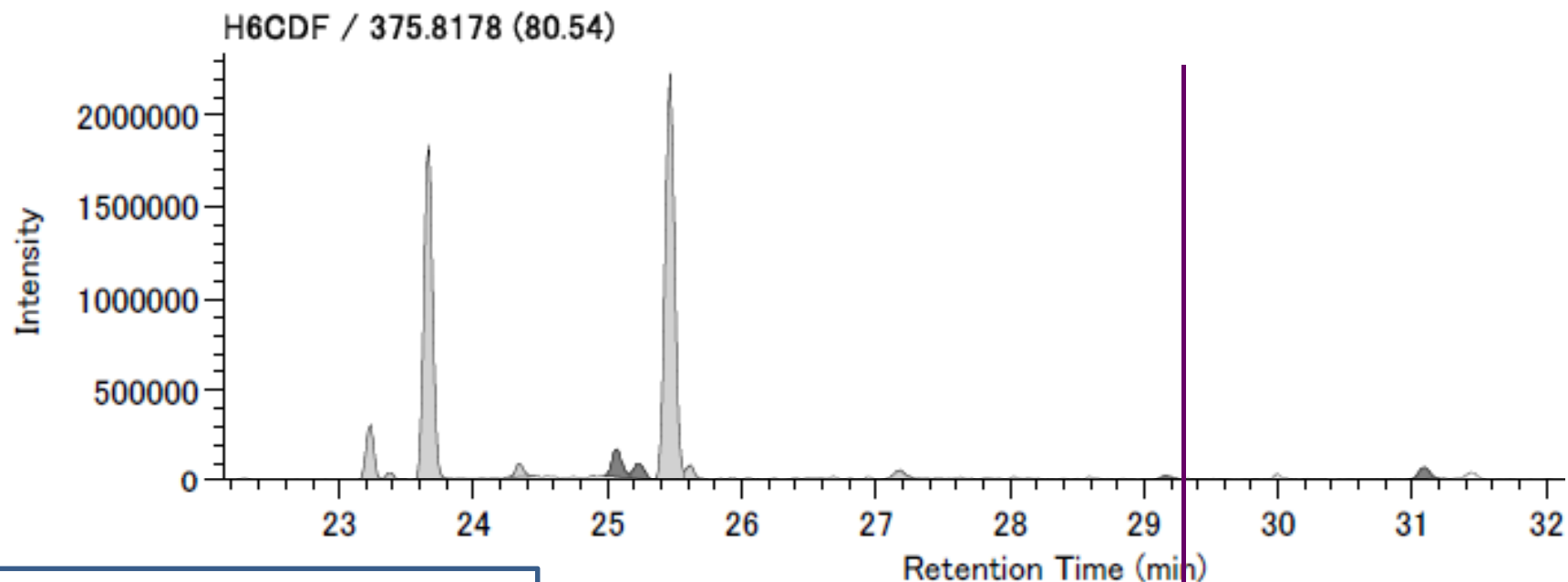
内径: 0.32mm

長さ: 60m

膜厚: 0.2 μ m

昇温:

130-180-240-260°C



③123789-HxCDF

ミスアサイン

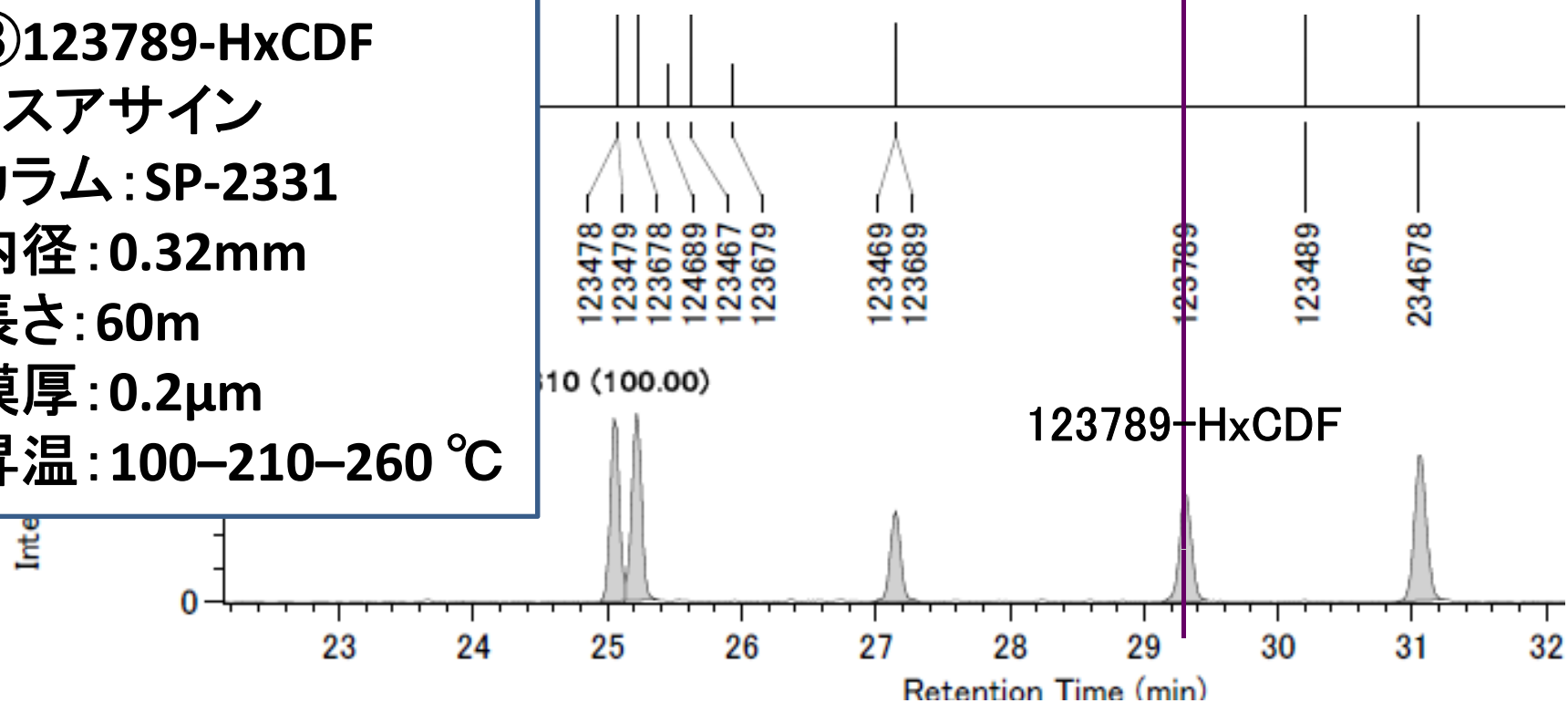
カラム: SP-2331

内径: 0.32mm

長さ: 60m

膜厚: 0.2 μ m

昇温: 100–210–260 °C

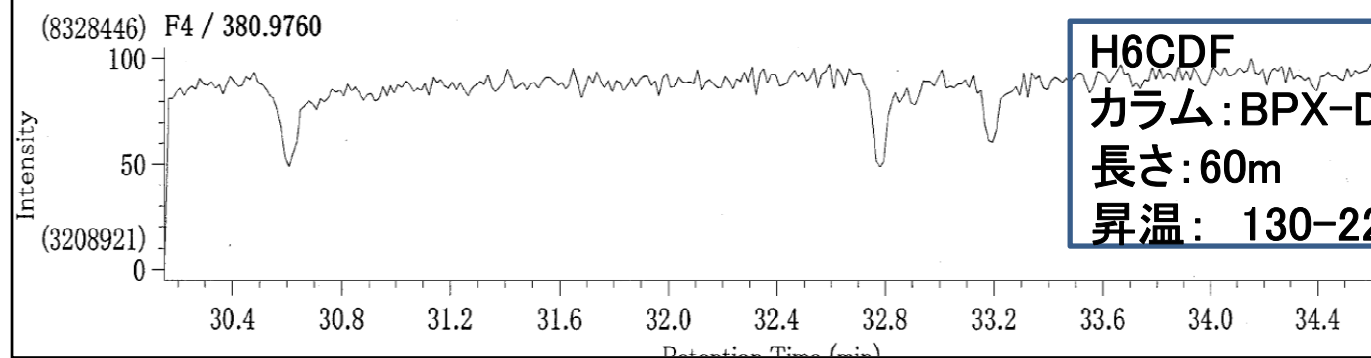
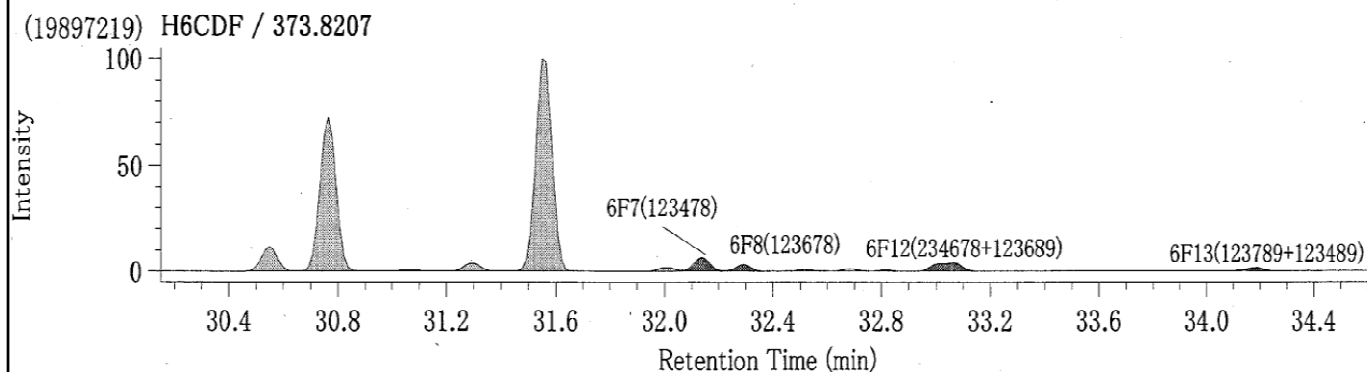
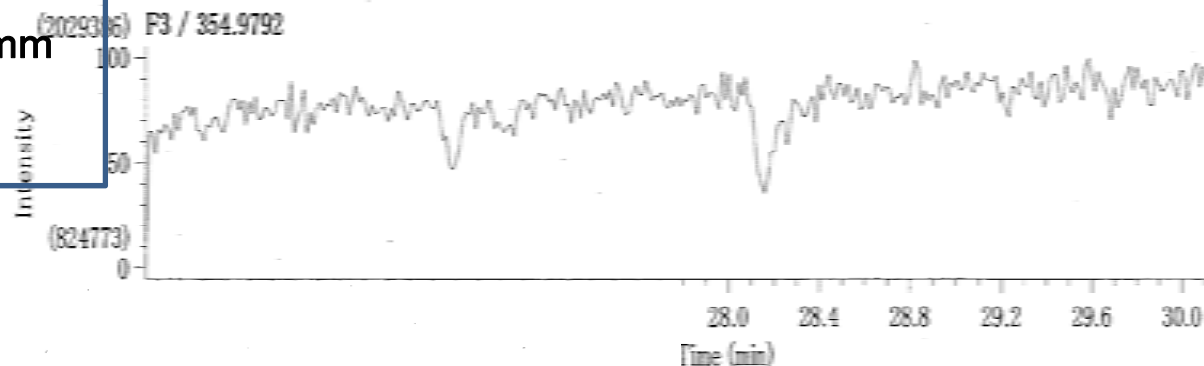
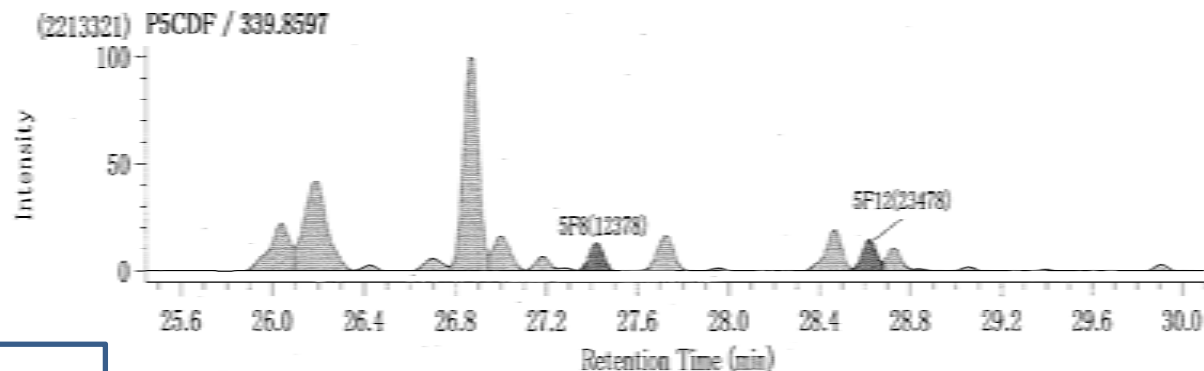


悪いクロマトグラム例
ロックマスクロマトグラム

ロックマスの不規則な
落込みは、検出ピーク
に影響する。

P5CDF

カラム:BPX-DXN 内径:0.25mm
長さ:60m 膜厚:非公開
昇温: 130-220-260-320 °C



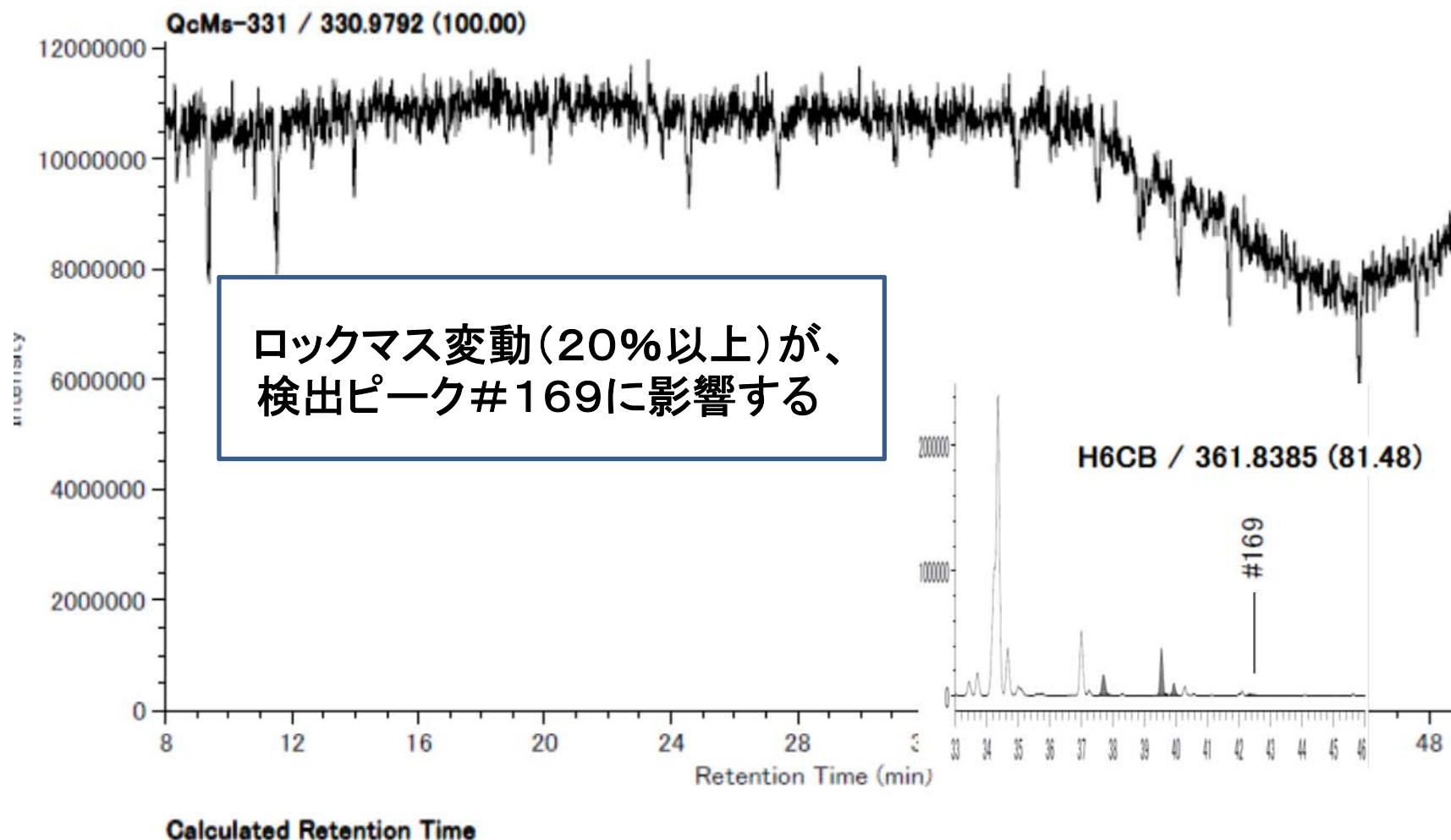
H6CDF

カラム:BPX-DXN 内径:0.25mm
長さ:60m 膜厚:非公開
昇温: 130-220-260-320 °C

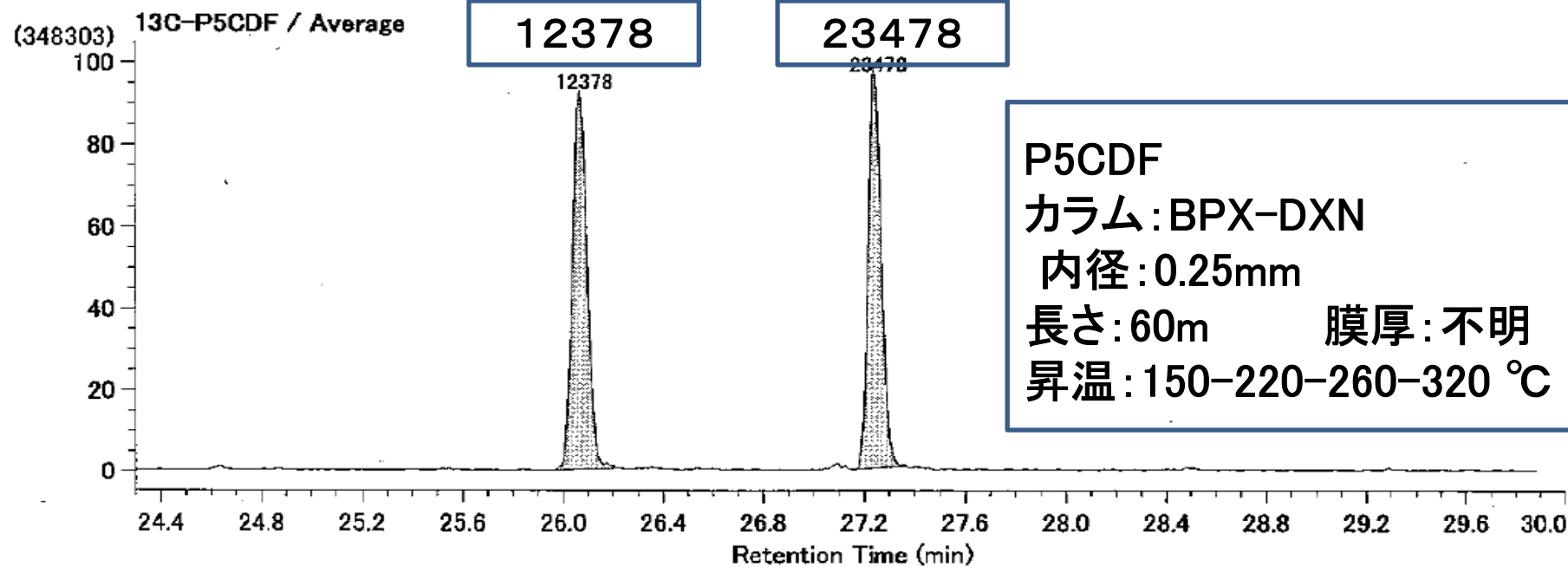
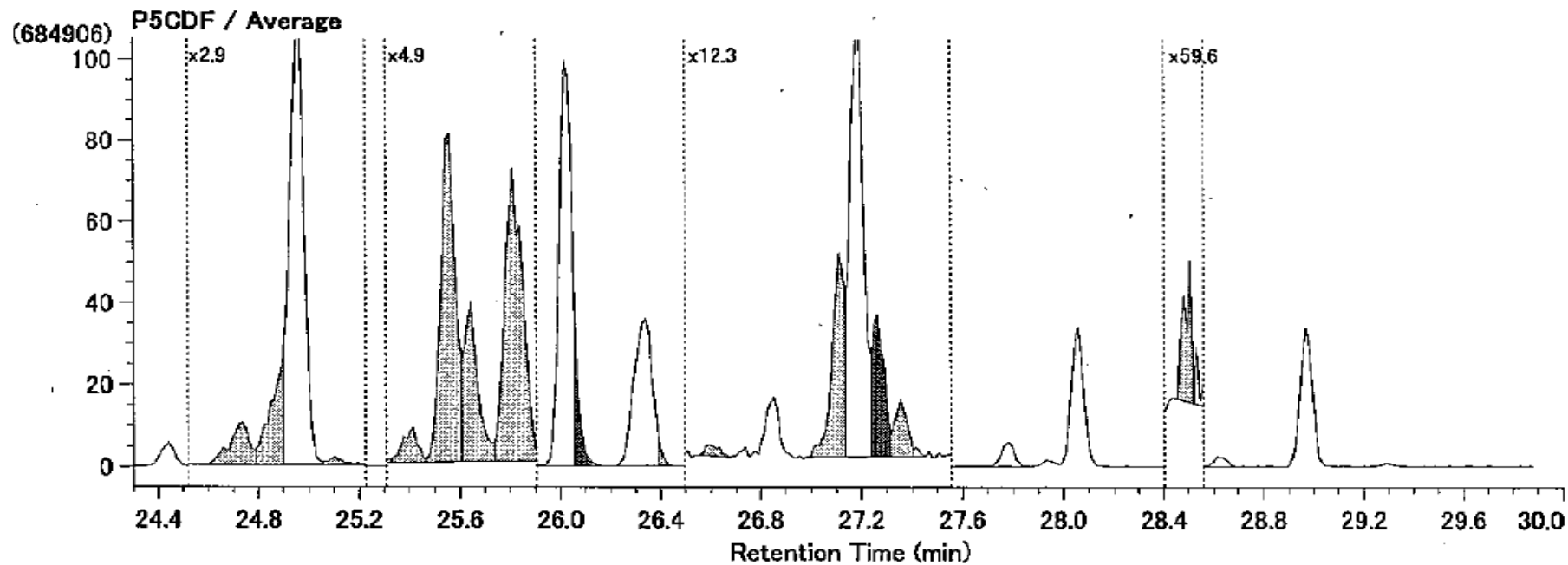
ロックマスの不規則な落込みは、
検出ピークに影響する。

外れ値大: H6CB (#169)
カラム: HT8(PCB) 内径: 0.25mm
長さ: 60m 膜厚: 非公開
昇温: 150-200-300°C

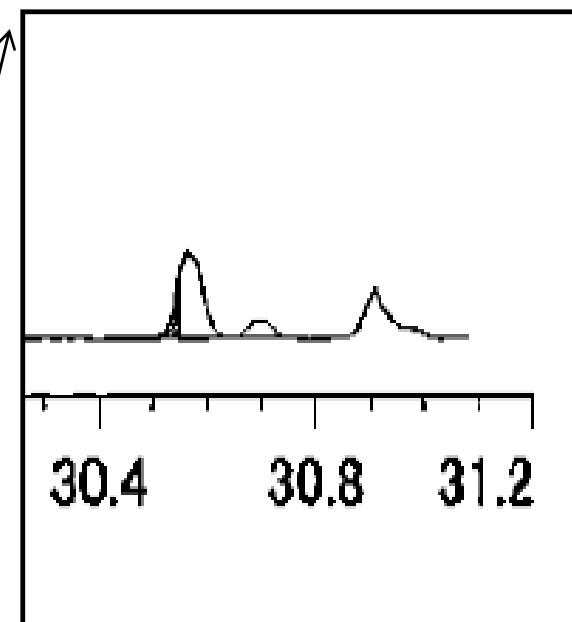
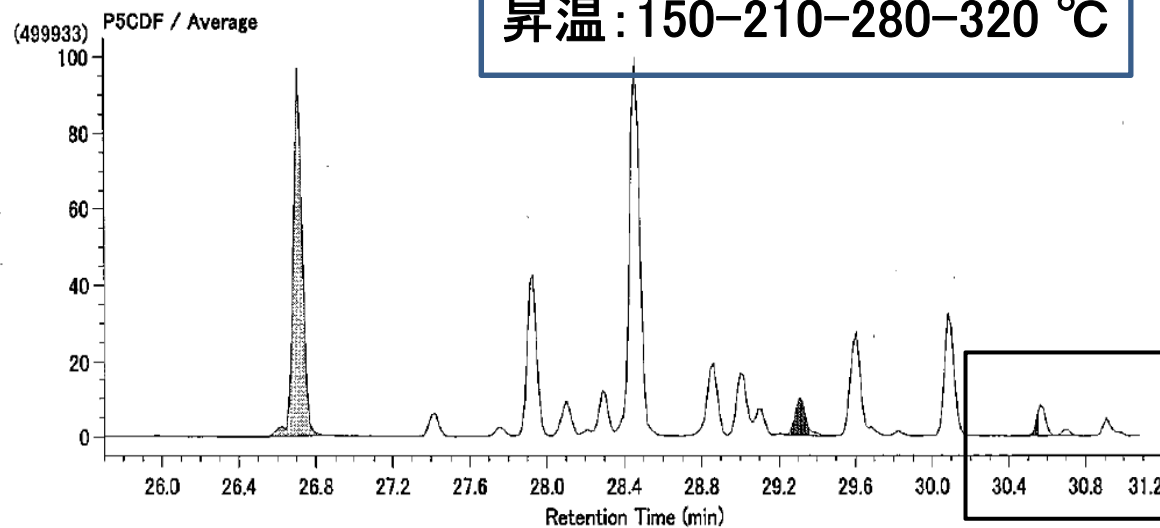
DqData: 160909_PCB (JIS CoPCB, HT-8), Injection= E-Sample-1 (UNK)
Original: DL-PCBs_160909001.mfl, InjectionNo= 6, Sample= E-Sample-1, Date= 2016/9/9 13:37:27



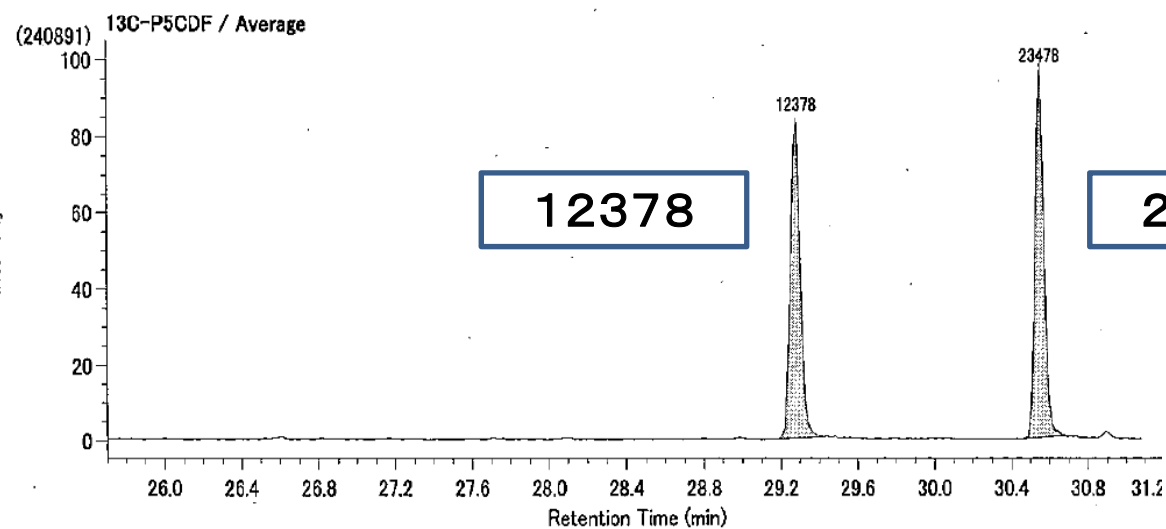
**悪いクロマトグラムの例
P5CDF、H6CDFの不適切な測定例**

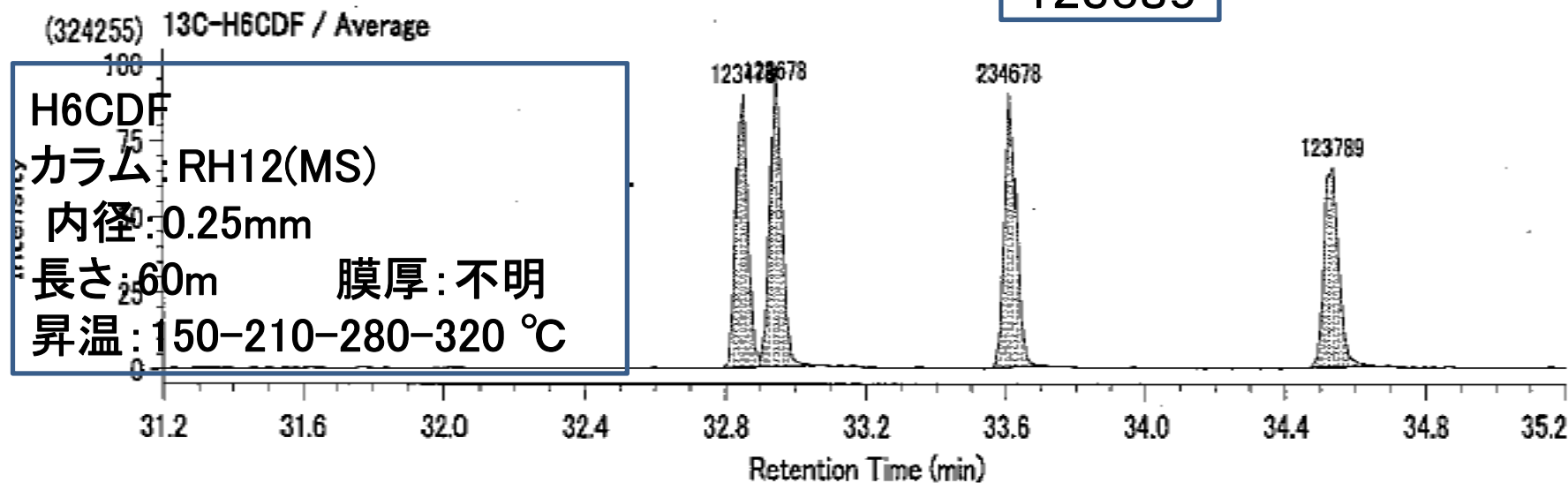
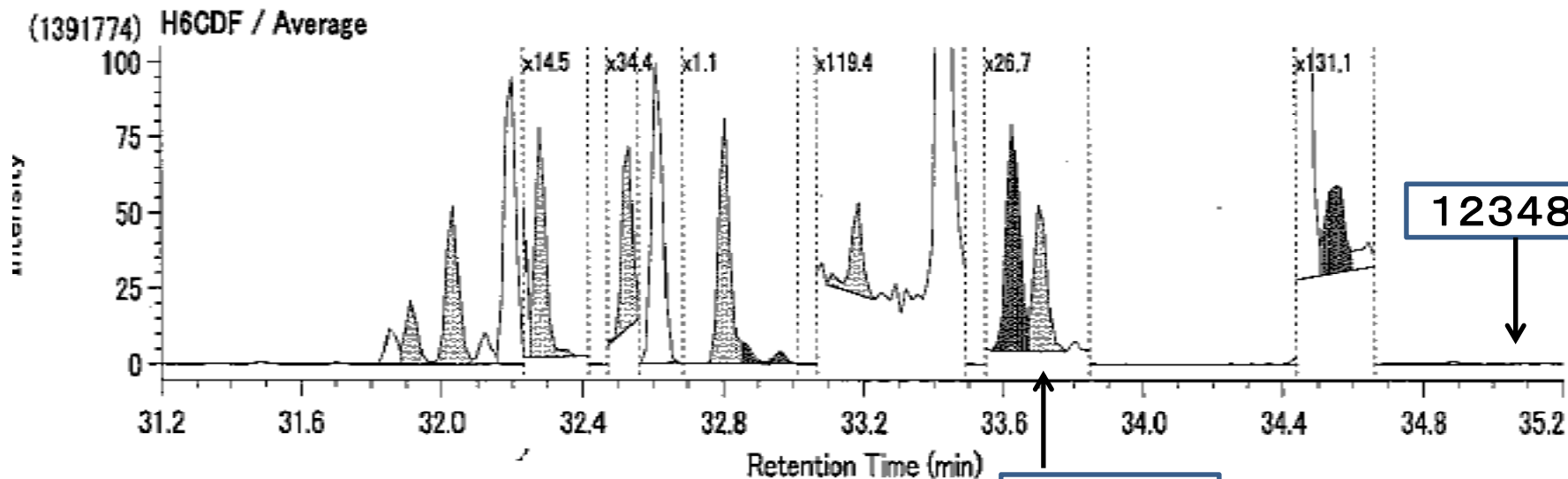


P5CDF
カラム: RH12(MS)
内径: 0.25mm
長さ: 60m 膜厚: 不明
昇温: 150-210-280-320 °C



分割の意味不明

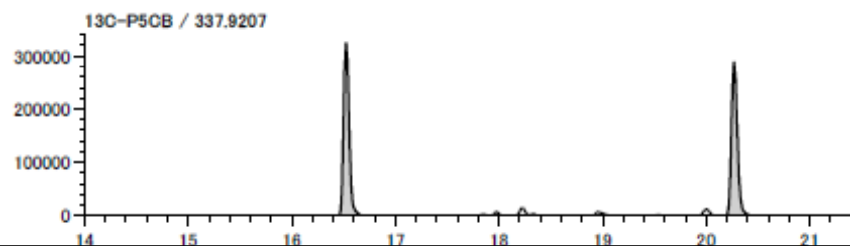
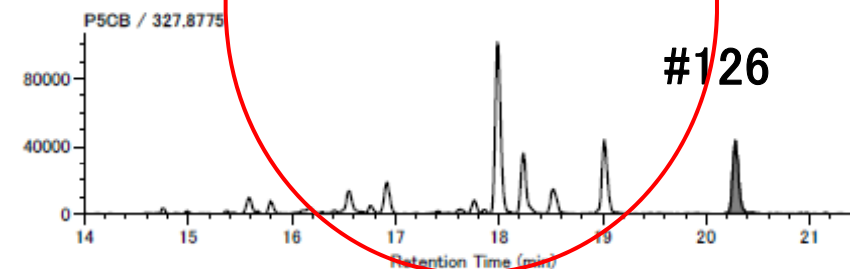
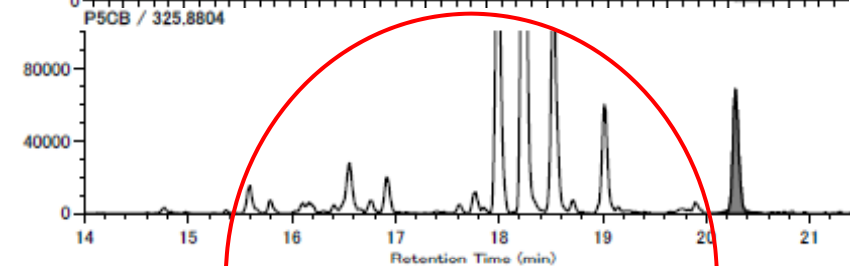
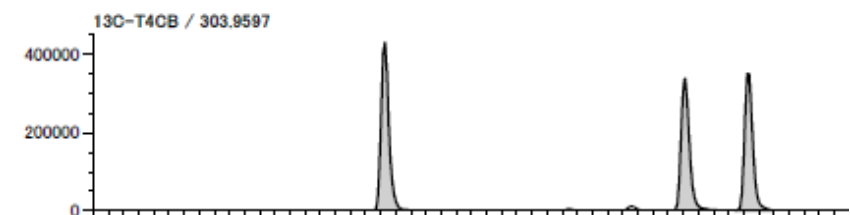
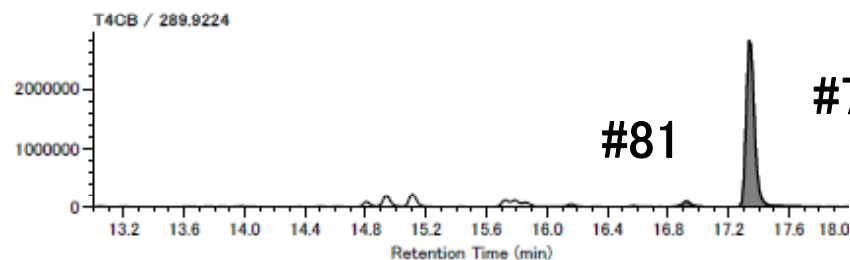
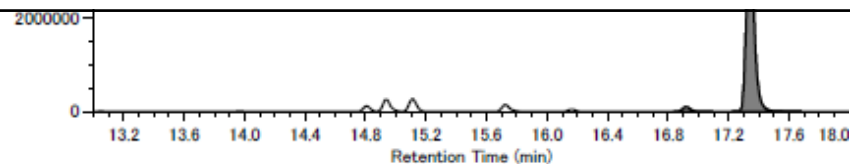




H6CDF
 カラム: RH12(MS)
 内径: 0.25mm
 長さ: 60m 膜厚: 不明
 昇温: 150-210-280-320 °C

BPX-DXNカラムで測定できないが、測定値が必要な異性体

**悪いクロマトグラムの例
DL-PCBの分画不十分**



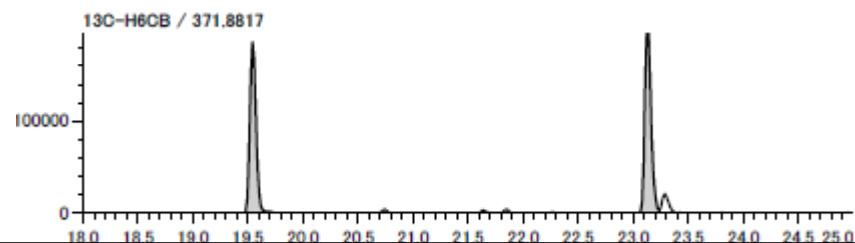
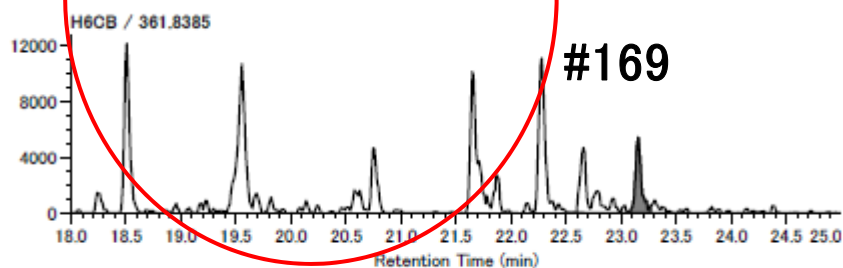
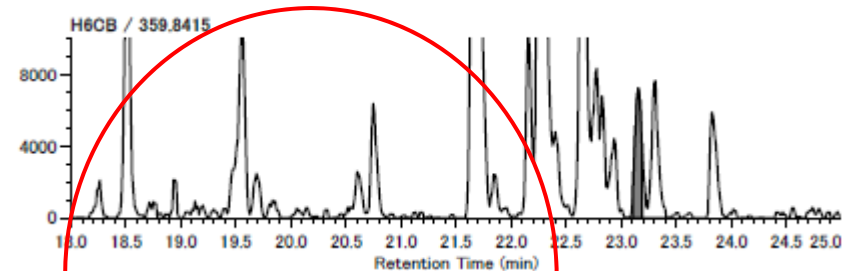
DL-PCB (non-ortho)

カラム: HT8(PCB)

内径: 0.22mm

長さ: 50m 膜厚: 0.25 μ m

昇温: 130-220-320 $^{\circ}$ C



**良いクロマトグラムの例
DL-PCBの適切な分画例**

DL-PCBの適切な分画例①

分析フローの一部

多層シリカゲルカラム処理

活性炭埋蔵シリカゲルカラム処理

- ※Fr.1: n-ヘキサン(保管)
- ※Fr.2: 25%ジクロロメタン/n-ヘキサン(mono-ortho PCBsの測定へ)
- ※Fr.3: トルエン(PCDDs+PCDFs+non-ortho PCBsの測定へ)

- ※Fr.1: n-ヘキサン(保管)
- ※Fr.2: 25%ジクロロメタン/n-ヘキサン(mono-ortho PCBsの測定へ)
- ※Fr.3: トルエン(PCDDs+PCDFs+non-ortho PCBsの測定へ)

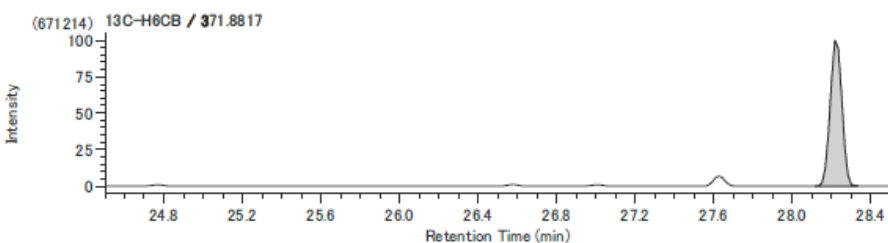
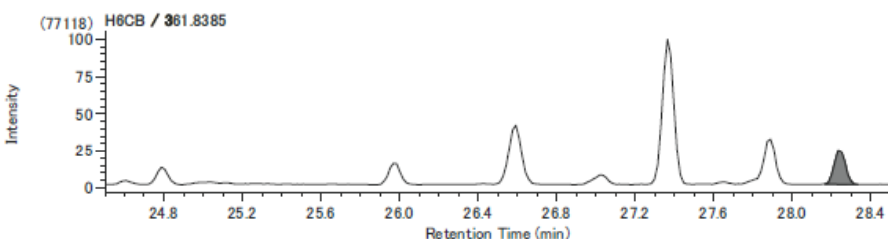
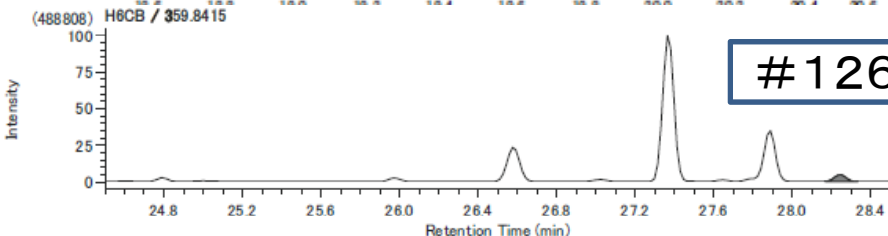
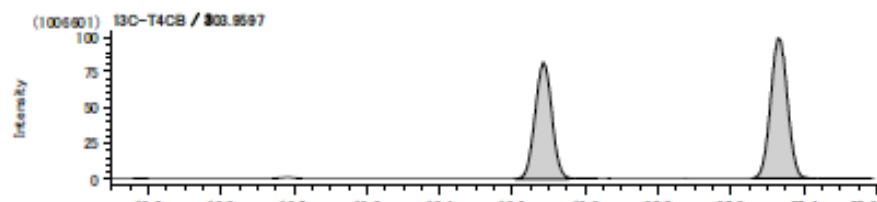
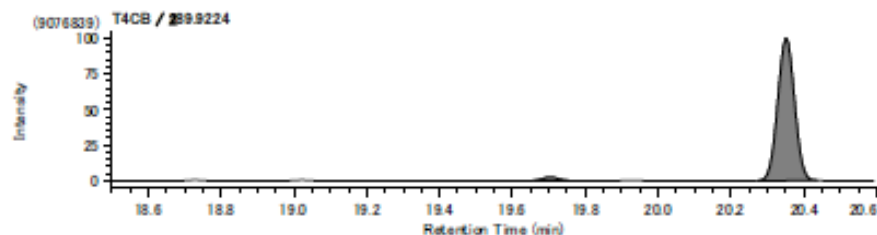
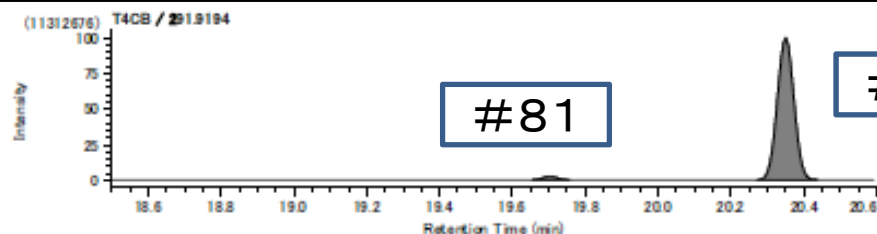
- ※Fr.1: n-ヘキサン(保管)
- ※Fr.2: 25%ジクロロメタン/n-ヘキサン(mono-ortho PCBsの測定へ)
- ※Fr.3: トルエン(PCDDs+PCDFs+non-ortho PCBsの測定へ)

- ※Fr.1: n-ヘキサン(保管)
- ※Fr.2: 25%ジクロロメタン/n-ヘキサン(mono-ortho PCBsの測定へ)
- ※Fr.3: トルエン(PCDDs+PCDFs+non-ortho PCBsの測定へ)

バイアル詰め

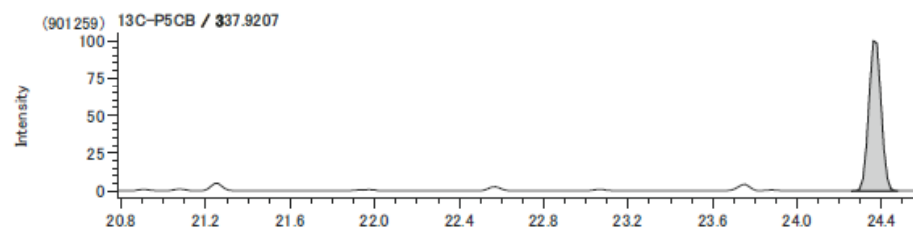
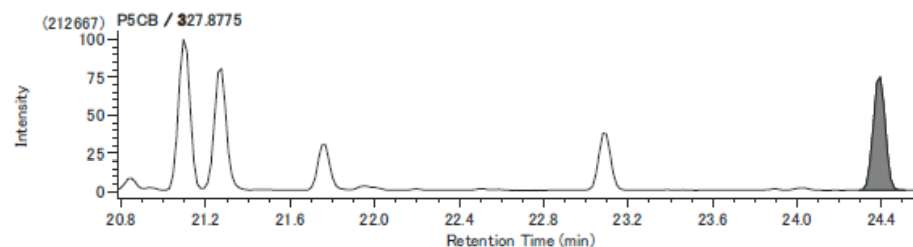
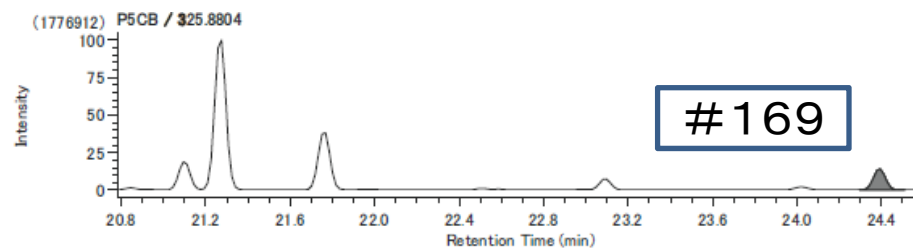
GC/MS測定
(BPX-DXNカラム)

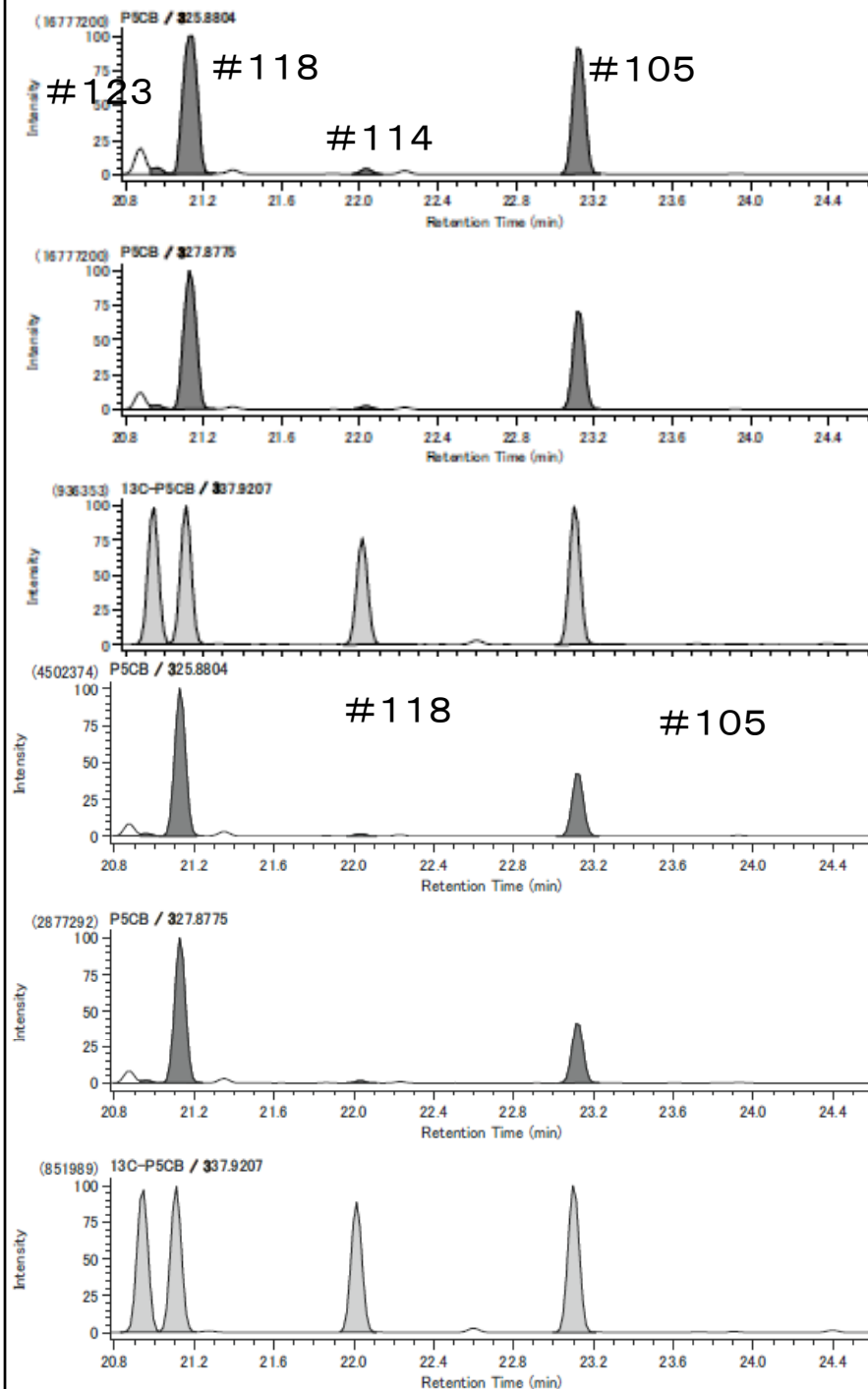
GC/MS測定
(RH-12msカラム)



DL-PCBの適切な分画例②

Fr3. (DL-PCB)
カラム: RH12(MS)
内径: 0.25mm
長さ: 60m **膜厚: 不明**
昇温: 150-210-280-320 °C





DL-PCBの適切な分画例③

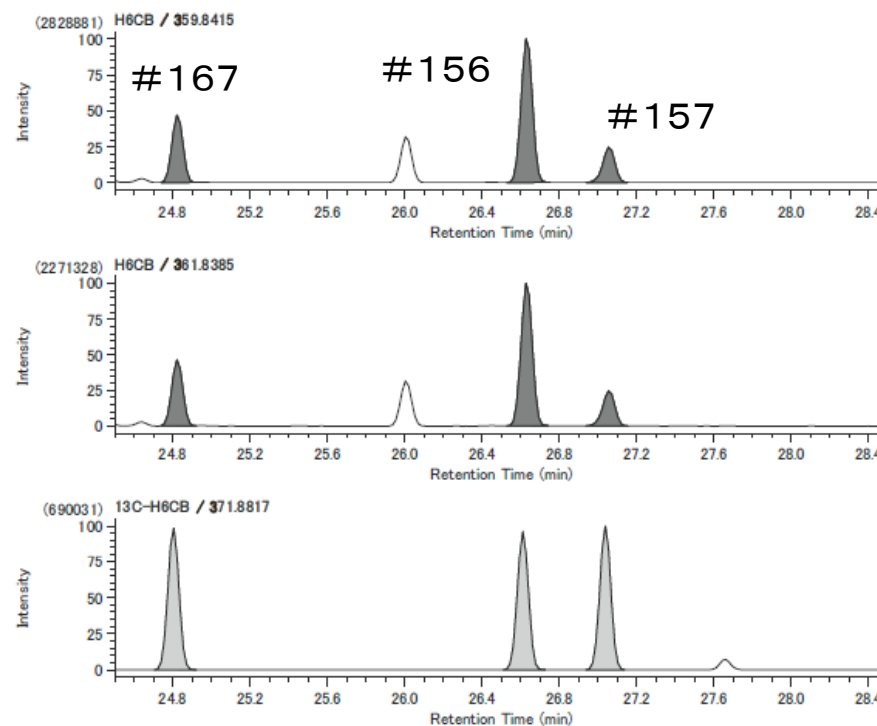
Fr2. (DL-PCB)

カラム: RH12(MS)

内径: 0.25mm

長さ: 60m 膜厚: 不明

昇温: 150-210-280-320 °C



要因別の解析(TEQ)

外れ値等を棄却後のTEQに関する解析

(分析結果に影響のあった要因の例)

- 分析機関区分
- 分析機関の国際的な認証等の取得
- 分析担当者以外の分析結果の確認
- 分析者の経験度：(抽出操作、クリーンアップ操作、GC/MS操作)試料数、経験年数
ダイオキシン類の分析経験(排ガス・環境大気、環境水・地下水、底質・土壌)
- 室内測定回数
- 分析方法(「簡易測定マニュアル」による結果(1回答)も含める)
- 前処理操作に関する解析
 - ・抽出操作方法：抽出時間：ろ紙の種類：溶媒量
 - ・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)
(GC/MS分析用試料液の調製方法)、(硫黄分除去の処理方法)、(その他の処理)
 - ・クリーンアップスパイクの添加箇所及び平均的な回収率
 - ・試料のはかり取り量
- 測定操作に関する解析
 - ・GCの分離カラム数、GCへの注入量、GC/HRMSの分解能、
GC/HRMSのイオン化電圧

分析機関区分に関する解析 (室間精度等)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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	10	28.4	4.69	16.5	9	1.32	0.137	10.4
民間	59	30.5	4.82	15.8	60	1.32	0.113	12.3
全体	69	30.2	4.83	16.0	69	1.32	0.115	13.28

(注) 偏り及び精度に関する検定は行っていない。

分析機関区分に関する解析 (外れ値の回答数)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

分析機関区分	回答数	外れ値の回答数			
		TEQ (PCDDs + PCDFs)		TEQ (DL-PCBs)	
		TEQ	異性体	TEQ	異性体
公的	10	0	5	1	2
民間	61	2	16	1	7
全体	71	2	21	2	9

(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)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

国際的な認証等の取得	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%
1.1 ISO 9001～9003 有	30	30.0	4.15	13.9	31	1.32	0.112	8.5
1.2 無	39	30.4	5.34	17.5	38	1.32	0.119	9.1
2.1 ISO 17025 有	37	30.8	5.40	17.5	37	1.34	0.110	8.2
2.2 無	32	29.5	4.05	13.7	32	1.29	0.119	9.2
3.1 MLAP 有	59	30.5	4.82	15.8	60	1.32	0.113	8.6
3.2 無	10	28.4	4.69	16.5	9	1.32	0.137	10.4
4.1 環境省受注資格 有	35	30.8	4.29	13.9	36	1.32	0.105	8.0
4.2 無	34	29.6	5.32	18.0	33	1.32	0.127	9.7
5.1 QMS構築	2	31.0	7.03	22.7	3	1.23	0.124	10.0
5.2 その他	67	30.2	4.82	16.0	66	1.32	0.114	8.7
6.1 1～5のいずれかあり	60	30.5	4.82	15.8	61	1.31	0.112	8.6
6.2 いずれもなし	9	28.6	4.89	17.1	8	1.31	0.146	11.1

(注1) 偏り及び精度に関する検定は行っていない。

(注2) 環境省受注資格：環境省が実施するダイオキシン類の請負調査の受注資格

QMS構築：ISO 9001～9003、ISO 17025、MLAP、環境省受注資格のいずれも取得していないが、
QMS（品質管理システム）を構築している

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)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

国際的な認証等の取得	回答数	外れ値の回答数			
		TEQ (PCDDs + PCDFs)		TEQ (DL-PCBs)	
		TEQ	異性体	TEQ	異性体
1.1 ISO 9001～9003 有	31	1	6	0	4
1.2 無	40	1	15	2	5
2.1 ISO 17025 有	37	0	6	0	2
2.2 無	34	2	15	2	7
3.1 MLAP 有	61	2	16	1	7
3.2 無	10	0	5	1	2
4.1 環境省受注資格 有	36	1	6	0	2
4.2 無	35	1	15	2	7
5.1 QMS構築	3	1	3	0	0
5.2 その他	68	1	18	2	9
6.1 1～5のいずれかあり	62	2	17	1	7
6.2 いずれもなし	9	0	4	1	2

(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)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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」

「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-PCBs (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12異性体

異性体濃度に関する解析

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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
PCDD s	1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD	66	1	4
	1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD	66	1	4
	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD	66	1	4
PCDF s	2, 3, 7, 8-TeCDF	66	1	4
	1, 2, 3, 7, 8-PeCDF	48	20	3
	2, 3, 4, 7, 8-PeCDF	66	1	4
	1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF	50	17	4
	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	67	1	3
	2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF	49	20	2
DL-PCBs	ノンオルト	不明以外の回答はすべて 「単独で定量」		
DL-PCBs モノオルト	2, 3', 4, 4', 5-PeCB (#118)	66	1	4
	2, 3, 3', 4, 4'-PeCB (#105)	65	2	4
	2, 3, 4, 4', 5-PeCB (#114)	57	11	3

異性体濃度に関する解析

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

「重なっている異性体あり」が複数回答あった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カラムによる分析け結果の違い
①1, 2, 3, 7, 8-PeCDF	1, 2, 3, 4, 8-PeCDF	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
②1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF	1, 2, 3, 4, 7, 9-HxCDF	今回の調査結果では、結果に違いはみられなかった
③2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF	1, 2, 3, 6, 8, 9-HxCDF	
④2, 3, 3', 4, 4'-PeCB (#105)	3, 3', 4, 5, 5'-PeCB (#127)	今回の調査結果では、結果に違いはみられなかった
⑤2, 3, 4, 4', 5-PeCB (#114)	3, 3', 4, 5, 5'-PeCB (#127)	

異性体濃度に関する解析

①1,2,3,7,8-PeCDF

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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	47	3.72	0.722	19.4	1
2. 重なっている異性体あり	20	5.18	0.643	12.4	0
3. 不明	2	3.90	—	—	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2

異性体濃度に関する解析

①1,2,3,7,8-PeCDF

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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	38	3. 68	0. 734	19. 9	1
	2. BPX-DXN I	1	4. 80	—	—	0
	3. RH12 (MS)	6	3. 50	0. 310	8. 9	0
	4. SP2331	2	4. 60	—	—	0
重なっている 異性体あり	5. BPX-DXN	2	4. 40	—	—	0
	6. CP-Sil88	5	5. 58	0. 860	15. 4	0
	7. SP2331	14	5. 09	0. 509	10. 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

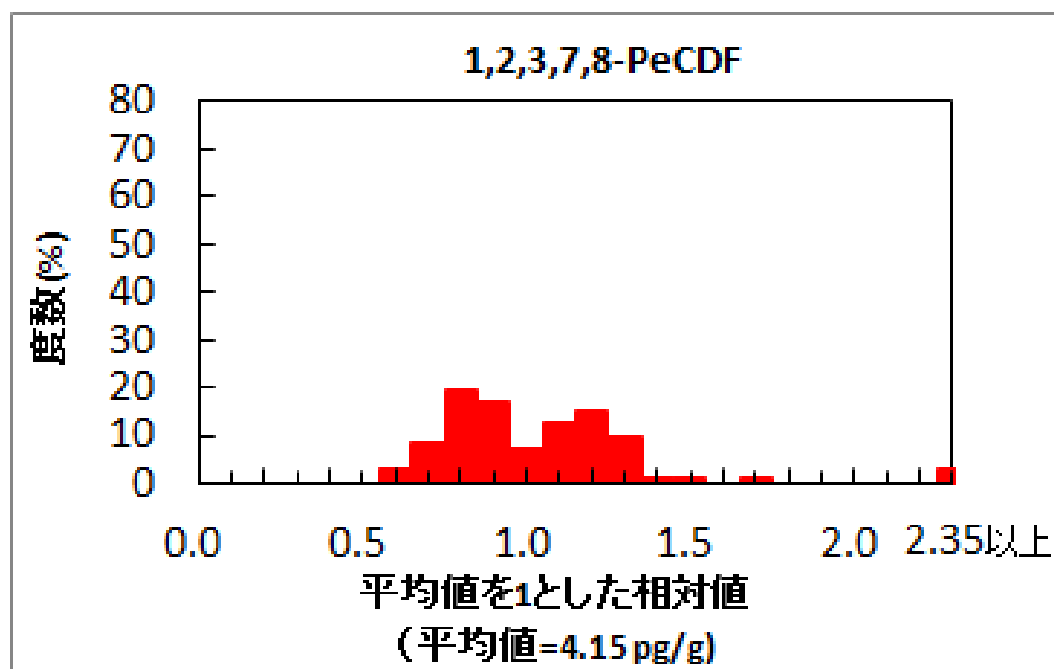
（危険率5%）

平均値：1と6、1と7、3と6、3と7

異性体濃度に関する解析 (ヒストグラム)

①1,2,3,7,8-PeCDF

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞



異性体濃度に関する解析

②1,2,3,4,7,8-HxCDF

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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	48	17.2	2.37	13.8	2
2. 重なっている異性体あり	15	17.0	3.29	19.4	2
3. 不明	4	16.8	1.67	9.9	0

(注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは水準間にみられない (危険率5%)

異性体濃度に関する解析

②1,2,3,4,7,8-HxCDF

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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	44	17.1	2.24	13.1	2
	2. BPX-DXN I	1	18.0	—	—	0
	3. RH12 (MS)	2	16.0	—	—	0
	4. SP2331	1	20.5	—	—	0
重なっている 異性体あり	5. CP-Sil88	5	16.9	2.67	15.8	0
	6. SP2331	10	17.1	3.70	21.7	2

(注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは水準間にみられない (危険率5%)

異性体濃度に関する解析

③2,3,4,6,7,8-HxCDF

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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	48	8.90	2.08	23.4	1
2. 重なっている異性体あり	20	10.2	3.28	32.2	0
3. 不明	2	10.0	—	—	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%)

精度 : 1と2

異性体濃度に関する解析

③2,3,4,6,7,8-HxCDF

<底質調査方法マニュアルによる方法>

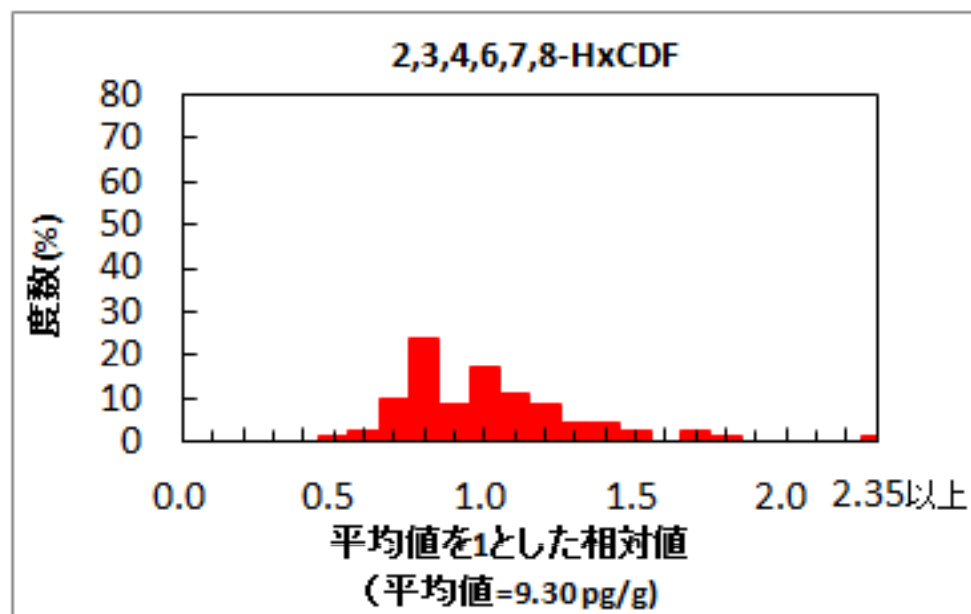
ピークの分離 ・ 定量	GCカラム	外れ値棄却後の結果				外れ値 回答数
		回答数	平均値 (pg/g)	室間精度		
				S. D. (pg/g)	CV %	
単独で定量	1. BPX-DXN	26	8.79	2.13	24.2	0
	2. BPX-DXN II	1	6.90	—	—	0
	3. CP-Sil88	5	9.23	1.74	18.8	0
	4. DB17 (MS, HT)	1	9.65	—	—	0
	5. RH12 (MS)	1	10.0	—	—	0
	6. SP2331	14	9.00	2.35	26.1	1
重なっている 異性体あり	7. BPX-DXN	18	10.4	3.40	32.7	0
	8. RH12 (MS)	1	7.80	—	—	0
	9. SP2331	1	9.00	—	—	0

(注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは水準間にみられない (危険率5%)

異性体濃度に関する解析 (ヒストグラム)

③2,3,4,6,7,8-HxCDF

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞



異性体濃度に関する解析

④2,3,3',4,4'-PeCB (#105)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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	64	848	48.2	5.7	1
2. 重なっている異性体あり	2	803	—	—	0
3. 不明	4	828	27.6	3.3	0

(注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは水準間にみられない (危険率5%)

異性体濃度に関する解析

⑤2,3,4,4',5-PeCB (#114)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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	57	36.0	3.12	8.7	0
2. 重なっている異性体あり	11	35.4	3.38	9.5	0
3. 不明	3	34.7	2.52	7.3	0

(注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは水準間にみられない (危険率5%)

異性体濃度に関する解析

⑤2,3,4,4',5-PeCB (#114)

＜底質調査方法マニュアルによる方法＞

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	3	39.9	1.84	4.6	0
	2. BPX-DXN II	1	42.0	—	—	0
	3. HT8 (PCB)	15	35.7	3.45	9.6	0
	4. RH12 (MS)	36	35.4	2.63	7.4	0
	5. その他	2	38.7	—	—	0
重なっている 異性体あり	6. BPX-DXN	1	39.0	—	—	0
	7. RH12 (MS)	10	35.1	3.34	9.5	0

(注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは水準間にみられない (危険率5%)

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	
	底質試料(海域)	59		
11	ノン溶液調製試料	97	112	(標準液試料)
	土壌試料	96		
12	標準液試料 A	62	140	A、Bのうち1試料を配布(ノン溶液)
	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
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回答、その他2(注1)
28	底質試料	72	76	底質調査測定マニュアル71回答(注2)、簡易測定法マニュアル1回答

(注1) 土壌マニュアルの方法は、ソックスレー抽出を行う方法である。

(注2) 底質調査測定マニュアルの方法は、ソックスレー抽出を行う方法である。

過去の結果との比較(TEQ)

TEQの結果 <底質試料>

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
	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
			後	121	0.00839 (0.0084)	14.6
		DL-PCBs	前	123	0.000636 (0.00047)	264
			後	116	0.000474 (0.00047)	18.8
		PCDDs & PCDFs + DL-PCBs	前	123	0.0102 (0.0089)	107
			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-PCBs	前	147	0.860 (0.041)	1150
			後	142	0.0409 (0.041)	9.7
		PCDDs & PCDFs + DL-PCBs	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-PCBs	前	145	0.0144 (0.014)	8.4
			後	145	0.0144 (0.014)	8.4
		PCDDs & PCDFs + DL-PCBs	前	145	0.0532 (0.053)	15.6
			後	143	0.0524 (0.052)	7.1
28	底質試料 (海域) (底質調査測 定マニュアル)	PCDDs & PCDFs	前	71	0.0302 (0.029)	21.2
			後	69	0.0302 (0.029)	16.0
		DL-PCBs	前	71	0.00134 (0.0013)	13.2
			後	69	0.00132 (0.0013)	8.8
		PCDDs & PCDFs + DL-PCBs	前	71	0.0316 (0.031)	20.5
			後	69	0.0316 (0.031)	15.7
	底質試料 (海域)(簡易 測定法マニュアル)	PCDDs & PCDFs	前	1	0.038	—
		DL-PCBs	前	1	0.0014	—
		PCDDs & PCDFs + DL-PCBs	前	1	0.040	—

(注)「簡易測定法マニュアル」による方法については、棄却検定を行っていない。

過去の結果との比較 (PCDDs&PCDFs異性体)

PCDDs+PCDFs異性体の結果 <底質試料>

年 度	試料	項目	棄 却 前 後	回 答 数	平均値 (中央値) ng/g	室間精度 CV%
10	ばいじん 試料	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	前 後	61 59	3.39 (2.3) 2.89 (2.3)	97.7 66.5
		1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF 以外の16異性体	前 後	— —	— —	23.4~84.3 20.8~33.6
	底質試料 (海域)	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	前 後	32 31	0.0274 (0.012) 0.0202 (0.011)	170.1 116.7
		1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF 以外の16異性体	前 後	— —	— —	26.3~246.3 18.9~38.2
12	底質試料 (湖沼)	2, 3, 7, 8-TeCDD	前 後	87 83	0.000626 (0.00033) 0.000413 (0.00033)	270.1 51.2
		1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	前 後	95 86	0.00160 (0.00090) 0.000989 (0.00080)	166.3 60.3
		上記の2項目以外の1 5異性体	前 後	— —	— —	24.9~247.4 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 後	146 138	0.0254 (0.018) 0.0177 (0.017)	246 20.7
		1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF 以外の16異性体	前 後	— —	— —	52.5~107 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 後	145 135	0.00493 (0.0045) 0.00459 (0.0045)	31.0 18.2
		1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF 以外の16異性体	前 後	— —	— —	10.2~416 9.6~16.4
28	底質試料 (底質調査 測定マニユ アル)	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	前 後	68 58	0.00136 (0.0010) 0.000981 (0.00090)	80.6 23.8
		1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF 以外の16異性体	前 後	— —	— —	16.2~75.5 13.4~26.9
	底質試料 (簡易測 定法マニユ アル)	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	前	1	0.0157 (0.018)	1回答のみのため 算出していない
		1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF 以外の16異性体	前	—	—	1回答のみのため 算出していない

(注)「簡易測定法マニユアル」による方法については、棄却検定を行っていない。

過去の結果との比較 (DL-PCBs異性体)

DL-PCBs異性体の結果 <底質試料>

年度	試料	棄却	室間精度 CV%
10	底質試料 (海域)	前後	調査対象と せず
12	底質試料 (湖沼)	前後	19.7～509.9 13.6～29.9
18	底質試料 (海域)	前後	57.7～419 9.0～14.4
19	底質試料 (海域)	前後	9.8～41.3 6.9～12.9
28	底質試料(海域) (簡易測定法マニュアル)	前	1回答のみのため 算出していない
	底質試料(海域) (底質調査測定マニュアル)	前後	6.2～41.2 5.6～14.4

(注)「簡易測定法マニュアル」による方法については、
棄却検定を行っていない。