

1. 金属類（水質試料）

1-1 アンチモン

（1）アンチモン分析における還元剤について

質問

ICPにおける予備還元剤としては、臭化カリウムであり、砒素やセレンの分析も同様となっているが、講習会や今回の参加機関においても臭化カリウムを使用せず、他の還元剤が良いとされている。同時に定量出来るメリットはあるが、正確な値が得られないのではないかと。今後、JISの見直しはありますか。

（2）水素化物発生原子吸光法における予備還元について

質問

使用する試薬の違いによって、分析値に影響が生じるかどうか。特に還元剤による臭化カリウムを用いた場合の分析結果の傾向が分かれば説明して欲しい。

（3）アンチモンの分析操作について

質問

連続式の場合、チオ尿素による予備還元で塩酸を加えないJIS法の結果は、塩酸を加える参考方法の結果の約40%となった（ただし、水素化物発生装置の更新前の回収率試験は約80%であった）。水素化物発生によるアンチモンの分析で回収率に影響する要因は、水素化物発生装置の機種、予備還元における塩酸添加の有無、反応時間、温度が考えられます。JISではこれらの条件が明確に規定されていないが、そのことについて説明して下さい。

（4）水素化物発生原子吸光法で分析する際の前処理操作について

質問

アンチモンの前処理の際、硫酸と硝酸を加え、乾固近くまで加熱するが、塩化物（塩化アンチモンなど）の揮散を考慮するなど留意すべき事項を教えてください。

（5）試料の酸分解の必要性について

質問

アンチモン標準液は、JIS K 0102(1998)によると酸分解を省略されており、模擬試料と同じであるがその必要性の見地を教えてください。

（6）ICP/MS法の採用について

質問

この方法をアンチモンに適用することの可能性はどの程度ですか。また、現在の問題点としては、どのようなことがありますか。

1-2 ニッケル

(1) 測定波長近傍の妨害ピークについて

質問

ICPで測定する際に、測定波長221.647nm付近に妨害ピークがあるため測定が困難であったが、他にそのような報告事例はなかったかどうか教えて欲しい。

1-3 水銀

特になし

1-4 カドミウム

(1) 電気加熱原子吸光法における分析方法の相違について

質問

電気加熱原子吸光法によるカドミウムの分析において、検量線法に比べて標準添加法が定量値（平均値）が大きな値となる傾向があるが、標準添加法において留意すべき事項を教えて欲しい。

1-5 1-1～1-4の金属類に共通

(1) 金属類の分析について分析結果が設定値から離れている報告があることについて

質問

金属類分析用の試料は比較的単純であるにも関わらず、設定値から数十%離れた報告が多く見られるが、その要因はどのように考えられるか。また、どのようにすれば分析精度向上に役立つか。設定値より高い場合と低い場合に区別して、分析項目、分析方法毎に説明して下さい。

(2) 報告書の記載方法について

質問

各機関がそれぞれ精度向上を目指して検討する場合、報告書で述べている「有意な差があるかないか」という統計処理は、あまり役に立たないと思われる。個々の具体的な問題点及び改善例を整理して活用できるように報告書に書いていただけようお願いします。

(3) ICP質量分析法における分析方法（検量線法、内標準法）の選択に判断について

質問

ICP質量分析法によるニッケル、カドミウムの分析において、検量線法と内標準法の室間精度に有意差があった。マトリックスが多く、より室間精度が大きくなると考えられる実試料の分析を行う場合に、分析方法の選択にあたって留意すべき事項を教えてください。

(4) 金属類の分析について

質問

分析結果は、検出限界を考慮すると標準偏差を分析結果の最小の行にあわせた方がいいのではないかと。

(5) 試料に塩が多量に含まれている場合の対処について

質問

試料に塩が多量に含まれている場合は希釈を行うが、これにより分析する金属が検出限界以下となる場合の対処方法を教えて欲しい。

(6) 検量点のとり方について

質問

検量点を最適にとるためのポイントを教えてください。

(7) 重金属分析におこる汚染対策について

質問

フレームレス原子吸光を用いた場合、空試験で汚染（コンタミ）が起こる。すべての使用器具を直前に酸洗浄したり、溶媒抽出後1N硝酸へ逆抽出を行っているが、その他の有効な対策を教えてください。

2. スチレン2、3量体（水質試料）

(1) スチレン2量体の分析結果が低値となったことについて

質問

分析結果が低値になっていることは、市販の標準品でないことが原因ではないか（標準品が市販されていない）。

(2) スチレン3量体（1-フェニル-4-(1'-フェニルエチル)テトラリン、1,3,5-トリフェニルシクロヘキサン）の回収のばらつきについて

質問

回収のばらつきが大きい理由は何ですか。また、ピークは複数出ますか。公定法ではピークを別々に定量することとは記述されていないと思いますが。

(3) 異性体の分離について

質問

1-フェニル-4-(1'-フェニルエチル)テトラリンの4つの異性体のピークを完全に分離できなかったが、他の機関の状況を教えてください。

(4) ピーク形状について

質問

2量体、3量体の測定において、標準と試料とのピーク形状が異なる形状を示したが、想定される原因を教えてください。

3. エストラジオール類（水質試料）

(1) クリーンアップ操作とサロゲートの使用について

質問

クリーンアップ操作を行ったり、サロゲートを使用しないと低値となっている理由を教えてください。

(2) メチル化前の処理について

質問

メチル化前の乾燥において、完全に乾燥せずに液状分が残る結晶の中にメチル化剤を入れても大丈夫か。マニュアルでは乾固乾燥となっている。

(3) 分析機器について

質問

エストラジオールの分析に活用したイオントラップ型のGC/MSでは、目標定量下限値(0.1ng/l)の10倍程度の検出限界しか得られなかったが、他の機関等の状況を教えてください。

4. ダイオキシン類（標準液試料）、ダイオキシン類及びコプラナーPCB（底質試料）

(1) 底質試料のOCDFの異性体と同族体の値について

質問

底質試料のOCDFの異性体と同族体の値が異なる機関が5つあり、分析機関の記入ミスでしょうか。

(2) 標準液試料におけるシリンジスパイクの添加について

質問

シリンジスパイクを添加しない機関は報告書113ページの表では3件、92ページ以降の分析結果表では2件となっており、合っていない。

(3) 公表について

質問

精度管理を十分に行っているかを判断するために、各分析機関の試料における下限値、試料量及び分取量の公表をお願いします。

(4) 精度管理用試料の妥当性について

質問

分析結果で異常値が出た原因として低濃度であったためと推察しているが、精度管理の目的にかなう試料を用意する必要があるのではないのでしょうか。目標となる検出限界、定量限界が測定出来るか、一定の濃度を間違いなく測定できるか、このような目安等を検討の上、精度管理試料を提供して下さることを要望します。

(5) 定量下限値及び保持時間について

質問

当社は依頼分析を行っており、報告されている定量下限は実際にそのような値であるか教えて欲しい。また、低濃度域では、保持時間が合わないことがあると思いますが、どうでしょうか。

(6) 高速溶媒抽出 (ASE) について

質問

ASEを用いた機関の結果が高い傾向を示しているが、良いのでしょうか。

(7) 1,2,3,7,8-PeCDFの変動等について

質問

1,2,3,7,8-PeCDFの変動が大きい。標準でかなりバラツキがある。前年度は濃度が高かったから良好だったと説明であったが、その辺りについての見解はどうでしょうか。また、マニュアルでは内標準の添加量については触れていませんが。

(8) 2,3,7,8-TeCDDの変動について

質問

2,3,7,8-TeCDDの変動が大きいのはカラムの吸着ですか (何が原因ですか)。

平成12年度環境測定分析統一精度管理調査結果説明会に係る参加者からの回答

1. 金属類 (水質試料)

1-1 アンチモン

(1) アンチモン分析における還元剤について

質問

ICPにおける予備還元剤としては、臭化カリウムであり、砒素やセレンの分析も同様となっているが、講習会や今回の参加機関においても臭化カリウムを使用せず、他の還元剤が良いとされている。同時に定量出来るメリットはあるが、正確な値が得られないのではないかと。今後、JISの見直しはありますか。

回答 予備還元剤の違いが分析結果にどのように影響しているかの判断は困難であるが、主な理由としては、還元力の差により水素化アンチモンの発生率・速度が異なることなどが考えられる。また、水素化アンチモンが発生する条件は溶液の酸の種類、濃度、装置の動作条件等にも依存することや、原子吸光法とICP発光分光法では試料を導入する炎の状態が異なり水素化物の導入条件が異なることなども誤差要因と考えられる。

(2) 水素化物発生原子吸光法における予備還元について

質問

使用する試薬の違いによって、分析値に影響が生じるかどうか。特に還元剤による臭化カリウムを用いた場合の分析結果の傾向が分かれば説明して欲しい。

回答 今年度の調査では、水素化物発生原子吸光法では、チオ尿素は設定値に近い分析値が得られているが、臭化カリウムでは設定値より高い分析値が得られている。しかし、この結果には異常値に近い分析結果を報告した機関が含まれていること及び分析機関数が少ないことから、この結果を一般的な傾向とすることは難しい。

平成9年度の調査結果によれば、水素化物発生原子吸光法において、還元剤として臭化カリウムの使用は、チオ尿素を用いた場合より低い分析結果が得られる傾向が認められる。これは、還元力に差があるために、水素化アンチモンの発生率、発生速度が異なることによるものと推測している。

よう化カリウムを用いた例は、今年度の調査では数機関のみであり、比較できない。平成9年度の調査では、一部の機関（25機関）が使用し、その分析値はチオ尿素と比較して若干高くなる傾向がある。この原因も還元力の差と推測される。水素化物発生原子吸光法又はICP発光分析法のいずれを採用しても、室間精度が高くなる傾向があり、これらの問題は、試料の注入速度や酸濃度の適正な設定、標準添加法の採用及び回収率の確認などを行えば、大半は解消できると考えられる。

(3) アンチモンの分析操作について

質問

連続式の場合、チオ尿素による予備還元で塩酸を加えないJIS法の結果は、塩酸を加える参考方法の結果の約40%となった（ただし、水素化物発生装置の更新前の回収率試験は約80%であった）。水素化物発生によるアンチモンの分析で回収率に影響する要因は、水素化物発生装置の機種、予備還元における塩酸添加の有無、反応時間、温度が考えられます。JISではこれらの条件が明確に規定されていないが、そのことについて説明して下さい。

回答 詳細は不明ですが、JIS K 0102の62.2の備考4において、62.3(3)(a)及び(b)で生じた残留物を溶解する上でも、塩酸の添加があった方がよいと考えられる。

(4) 水素化物発生原子吸光法で分析する際の前処理操作について

質問

アンチモンの前処理の際、硫酸と硝酸を加え、乾固近くまで加熱するが、塩化物（塩化アンチモンなど）の揮散を考慮するなど留意すべき事項を教えてください。

回答 加熱しすぎて乾固するとアンチモンが揮散する恐れがあるので、十分に硫酸白煙を発生させて乾固直前で終了するように注意する必要がある。

(5) 試料の酸分解の必要性について

質問

アンチモン標準液は、JIS K 0102(1998)によると酸分解を省略されており、模擬試料と同じであるがその必要性の見地を教えてください。

回答 試料の酸分解は、共存する有機物や懸濁物を分解するために行うものであり、有機物や懸濁物がないことが明らかなアンチモン標準液や模擬試料では省略することが可能である。

(6) ICP/MS法の採用について

質問

この方法をアンチモンに適用することの可能性はどの程度ですか。また、現在の問題点としては、どのようなことがありますか。

回答

ICP/MS法の普及は進んでおり、近い将来アンチモンについても公定法として導入されると予想される。今年度の調査結果では、採用した機関数は少ないが、分析値は設定値に近い値が得られ、室間精度も水素化物発生法より良い結果が得られている。

1-2 ニッケル

(1) 測定波長近傍の妨害ピークについて

質問

ICPで測定する際に、測定波長221.647nm付近に妨害ピークがあるため測定が困難であったが、他にそのような報告事例はなかったかどうか教えて欲しい。

回答

干渉ピークについては、Siの221.667nmであると考えられるが、本年度の模擬試料にはSiが添加されていないことから、用いた試薬や装置からの汚染が考えられる。何れにせよSiが多量に含まれる天然試料を測定する場合は231.604nmの方が精度が良いと考えられる。

1-3 水銀

特になし

1-4 カドミウム

(1) 電気加熱原子吸光法における分析方法の相違について

質問

電気加熱原子吸光法によるカドミウムの分析において、検量線法に比べて標準添加法が定量値（平均値）が大きな値となる傾向があるが、標準添加法において留意すべき事項を教えて欲しい。

回答

標準添加法の場合は、検量線の直線範囲を確認した上で行うとともに、検量線は原点を通ることが求められる。また、直線範囲から外れた場合は、当然試料の濃度が高くなる。

1-5 1-1～1-4の金属類に共通

(1) 金属類の分析について分析結果が設定値から離れている報告があることについて

質問

金属類分析用の試料は比較的単純であるにも関わらず、設定値から数十%離れた報告が多く見られるが、その要因はどのように考えられるか。また、どのようにすれば分析精度向上に役立つか。設定値より高い場合と低い場合に区別して、分析項目、分析方法毎に説明して下さい。

回答 設定値から大きく離れた多くの結果は、記述間違い、計算間違い、単位の間違い、測定
の操作の不適切さ等であると考えられ、これらの結果は設定値より高い場合と低い場合が
あります。

アンチモンでは、何れの分析方法とも設定値(0.009mg/l)よりも低くなっておりませんが、
この原因としては、予備還元操作及び水素化物発生操作などによると考えられます。

ニッケル及びカドミウムについては、設定値から大きく離れた値は計算違い等であると
想定され、分析方法による有意な差はないと考えられます。

また、水銀についてもニッケル等と同様ですが、設定値(0.00065mg/l)と比べて平均値(0.
000682mg/l)が高くなっていることが他と異なりませんが、一般に低濃度分析における汚染
では過大値となりやすい傾向があるため、それが現れていると考えられます。

(2) 報告書の記載方法について

質問

各機関がそれぞれ精度向上を目指して検討する場合、報告書で述べている「有意な
差があるかないか」という統計処理は、あまり役に立たないと思われる。個々の具体
的な問題点及び改善例を整理して活用できるように報告書に書いていただければと
思います。

回答 環境測定分析統一精度管理庁は、環境測定分析の信頼性の確保と精度向上を目的として、
①環境測定分析のクロスチェック、統計学的比較と解析による分析方法の実用化のための
検証を通じての精度ある分析方法の確立あるいは確認

②分析方法の得失を分析し、分析に関わる技術情報を蓄積し、また、結果の公表による自
己の分析技術能力の再認識を通じた分析技術の向上

の2つのアプローチによって、総合的に分析の精度を向上させる意義を有しています。ご
承知のとおり、分析技術がいくら高度になろうとも、多くの分析技術者がこれを使いこな
し再現性のある結果を導くことが必要かつ重要であり、全国一律の分析方法を決め、また、
これに基づいて分析機関の格付けをするという単純なものではないと考えています。

ご指摘の改善例などの整理は、分析技術のノウハウの蓄積として、経験的に積み上げて
いく必要があります。今後とも分かりやすい表現と記述を目指して継続して検討を重ねてい
きたいと思っておりますので、具体的にどのような点を強調すべきかなどをご指摘いただ
ければ、今後のとりまとめや解析に活用させていただきたいと考えています。

(3) ICP質量分析法における分析方法（検量線法、内標準法）の選択に判断について

質問

ICP質量分析法によるニッケル、カドミウムの分析において、検量線法と内標準法
の室間精度に有意差があった。マトリックスが多く、より室間精度が大きくなると考
えられる実試料の分析を行う場合に、分析方法の選択にあたって留意すべき事項を教
えて欲しい。

回答 ICP質量分析法では、プラズマやインターフェースの時間変化に伴い信号強度が変化す
ることがよくあり、測定する質量ごとに挙動が異なることが多いため、基本的には内標準
法を用いる方が精度が良い。注意することは、測定元素になるべく近い元素で、測定試料
に予想される存在量になるべく小さい元素を用いるのが重要である。

(4) 金属類の分析について

質問

分析結果は、検出限界を考慮すると標準偏差を分析結果の最小の行にあわせた方がいいのではないかと。

回答 標準偏差自体は分析値としての意味を持つというよりは、単なる統計値であり、検出限界等とは独立の値である。なお、調査においては、有効数字の取扱いを明確にしている。

(5) 試料に塩が多量に含まれている場合の対処について

質問

試料に塩が多量に含まれている場合は希釈を行うが、これにより分析する金属が検出限界以下となる場合の対処方法を教えて欲しい。

回答 感度の良い（高い）電気加熱原子吸光法やICP質量分析法では、希釈を行うことが最も簡便な方法であるが、標準添加法も選択肢の一つである。試料・分析方法ごとに十分な比較調査をする必要がある。

また、次の手段としては分離法であり、溶媒抽出、イオン交換分離、共沈分離など様々な分離手法を比較検討する必要がある。

(6) 検量点のとり方について

質問

検量点を最適にとるためのポイントを教えてください。

回答 検量点は測定元素とほぼ同じ濃度レベルで4～6点、対象試料の測定値を挟むようにとることが原則である。また、基本的には検量線が直線となる部分で測定すべきであるが、どうしても曲線となる場合は2次曲線で近似する。

(7) 重金属分析におこる汚染対策について

質問

フレームレス原子吸光を用いた場合、空試験で汚染（コンタミ）が起こる。すべての使用器具を直前に酸洗浄したり、溶媒抽出後1N硝酸へ逆抽出を行っているが、その他の有効な対策を教えてください。

回答 一般的に汚染（コンタミ）を低減するあるいは防ぐ方法としては、クリーンルームの使用、高純度試薬の使用、超純水の試料、操作の簡略化などが考えられる。

2. スチレン2、3量体（水質試料）

(1) スチレン2量体の分析結果が低値となったことについて

質問

分析結果が低値になっていることは、市販の標準品でないことが原因ではないかと（標準品が市販されていない）。

回答 標準品が市販か、自家製の解析を行ったが、違いがみられなかった。また、全体の平均値はそれなりの結果となっており、標準品の問題は大きくないと考えられる。

(2) スチレン3量体 (1-フェニル-4-(1'-フェニルエチル) テトラリン、1,3,5-トリフェニルシクロヘキサン) の回収のばらつきについて

質問

回収のばらつきが大きい理由は何ですか。また、ピークは複数出ますか。公定法ではピークを別々に定量することとは記述されていないと思いますが。

回答 異性体が複数あり、各々の標準液を用いて別々に定量している機関と、1つを定量し異性体比から算出して定量を行っている機関があることが原因の一つと考えられる。公定法に関しては別々に定量する旨は記述されていないが、回収のばらつきが大きい原因としてはこのような事が考えられる。また、回答数が少ないことや、分析者の不慣れもあるかもしれない。

(3) 異性体の分離について

質問

1-フェニル-4-(1'-フェニルエチル)テトラリンの4つの異性体のピークを完全に分離できなかったが、他の機関の状況を教えて欲しい。

回答 ピーク毎に検量線を作成した機関と、ひとまとめに作成した機関は、棄却機関も含めると各々28機関と22機関であった。

(4) ピーク形状について

質問

2量体、3量体の測定において、標準と試料とのピーク形状が異なる形状を示したのだが、想定される原因を教えて欲しい。

回答 保存溶媒により異性体に変化してある平衡状態になる可能性があること、試料の購入時期、保存状態、希釈時の機器、試薬からの汚染などが想定される。

3. エストラジオール類 (水質試料)

(1) クリーンアップ操作とサロゲートの使用について

質問

クリーンアップ操作を行ったり、サロゲートを使用しないと低値となっている理由を教えて欲しい。

回答 クリーンアップしないで分析できる試料であり、クリーンアップを行ったために回収率低下となり、低値となったと考えられる。サロゲートは使用しないと、乾固の時点での回収の低下となり、低値となったと考えられる。クリーンアップでのロスがあったとしても、サロゲートを使用していれば回収率に問題はないと考えられるが、全体の回答数は少なく統計処理の有意差評価は困難であり、クリーンアップ操作の有無とサロゲート使用の有無を組み合わせた解析は行っていません。解析を行えばある傾向はみられるかもしれませんが、個別の要因は考えられるが、複合的には難しい。個別(個々の分析結果)の問題についても考察する必要があるかも知れません。

(2) メチル化前の処理について

質問

メチル化前の乾燥において、完全に乾燥せずに液状分が残る結晶の中にメチル化剤を入れても大丈夫か。マニュアルでは乾固乾燥となっている。

回答 乾固することが望ましいが、水が混入することによる反応率の減少はサロゲート物質を使用することによりある程度補正されると考えられる。

(3) 分析機器について

質問

エストラジールの分析に活用したイオントラップ型のGC/MSでは、目標定量下限値(0.1ng/l)の10倍程度の検出限界しか得られなかったが、他の機関等の状況を教えて欲しい。

回答 今回の調査で使用された質量分析計は、四重極型が過半数であり、分解能は整数質量数であるものがほとんどである。メーカーの仕様では、モニターイオン質量数の2倍前後の数字となっているものが多い。

4. ダイオキシン類（標準液試料）、ダイオキシン類及びコプラナーPCB（底質試料）

(1) 底質試料のOCDFの異性体と同族体の値について

質問

底質試料のOCDFの異性体と同族体の値が異なる機関が5つあり、分析機関の記入ミスでしょうか。

回答 OCDFの異性体と同族体の分析結果が異なった値である機関はご指摘のとおり5つ（機関コード121,154,603,1163,1217）ありますが、記入ミスではなく異性体と同族体で定量結果の算出方法が異なることに起因するのではないかと推察されます。ただし、機関コード1217のように、65pgと40pgと大きい差がある場合は、計算方法や検量線で生じてくるとは考えにくく、むしろ定量値の算出課程におけるミスだと考えられます。

(2) 標準液試料におけるシリンジスパイクの添加について

質問

シリンジスパイクを添加しない機関は報告書113ページの表では3件、92ページ以降の分析結果表では2件となっており、合っていない。

回答 一つの機関ではシリンジスパイクの添加についての記入が有・無の両方に記載があり、実際は添加無しであったため、分析結果表では間違っていました（94ページの分析結果表の機関コード632の分析方法コードは間違っており、正しくは「2」です。事務局の記載間違いであり、正誤表で対応したいと考えています）。

ただし、解析では精査しており（シリンジスパイクの添加量とも対応させており）、間違っておりません。

(3) 公表について

質問

精度管理を十分に行っているかを判断するために、各分析機関の試料における下限値、試料量及び分取量の公表をお願いします。

回答 本調査の目的は、環境測定分析のクロスチェックによる分析方法の改善の検討、分析技術のノウハウを蓄積・交換することによる自己研鑽による分析の信頼性の確保と精度向上を図ることにあります。

ダイオキシンの分析の定量下限値については、その最小値、最大値、平均値を統計量として報告書に記載しており、他の分析機関の測定環境を知るためには、十分な情報と考えます。個別の分析機関の分析条件のデータを入手し、精度管理状況を公表し、チェックすることは本調査の趣旨と調査依頼の条件に違反します。

測定データの結果の公表は、分析機関の精度管理を外的に刺激を与え、精度管理面でのプラスの効果を期待したものであり、行政的な監査の趣旨ではなく、個別に自由な意思による応募によって実施している当該調査の趣旨、目的から判断すると、好ましいこととは考えられません。

したがって、定量下限値などの分析条件、分析環境に関する個別情報の提供が、分析技術の蓄積や情報交換に役立つものであれば、個別の情報ではなく、無記名の情報として利用・提供することはできるものと考えております。

(4) 精度管理用試料の妥当性について

質問

分析結果で異常値が出た原因として低濃度であったためと推察しているが、精度管理の目的にかなう試料を用意する必要があるのではないのでしょうか。目標となる検出限界、定量限界が測定出来るか、一定の濃度を間違いなく測定できるか、このような目安等を検討の上、精度管理試料を提供して下さることを要望します。

回答 標準液試料のように調製した試料では「すべての項目（異性体）とも定量できる濃度」とすることは可能であり、昨年度の試料もその範囲内で調製しております。しかしながら、底質等の環境試料は、一部項目の中に定量下限値程度であったり、それ以下であったりすることがあり、昨年度の試料中にもTEQとしては低くない試料であるものの低濃度の項目も含まれております。このようなことに鑑み、低濃度の場合には、分析結果に検出下限を明示することとして調査を実施しております。

その意味では、低濃度領域での分析精度調査も必要であるし、試料中の一部の項目で下限値以下となるのはやむを得ないことであり、精度管理調査の目的にかなった試料であると考えています。

(5) 定量下限値及び保持時間について

質問

当社は依頼分析を行っており、報告されている定量下限は実際にそのような値であるか教えて欲しい。また、低濃度域では、保持時間が合わないことがあると思いますが、どうでしょうか。

回答 定量下限値については、依頼分析では言われるような良い値を提出することもあり得ると思いますが、この調査ではそれなりの値でした。保持時間については、高濃度域では、MSへのとり込みに時間がかかり合いやすいが、低濃度域では、GCをすぐ出て、カラムのブランクと重なったりするために合いづらいと考えられます。

(6) 高速溶媒抽出 (ASE) について

質問

ASEを用いた機関の結果が高い傾向を示しているが、良いのでしょうか。

回答 報告が2機関のみであるので、良い悪いという詳細は述べられない。

(7) 1,2,3,7,8-PeCDFの変動等について

質問

1,2,3,7,8-PeCDFの変動が大きい。標準でかなりバラツキがある。前年度は濃度が高かったから良好だったと説明であったが、その辺りについての見解はどうでしょうか。また、マニュアルでは内標準の添加量については触れていませんが。

回答 ネイティブがかぶる（重なる）のではなく、かぶるのは内標準同志のもの。同量入っていれば影響は出ないが、ネイティブと内標との差で生じているものと考えられる。添加量についてはマニュアルには記載されておらず、濃縮等は各分析機関で異なり、分析方法には幅がある。

硫黄成分が多いものでは、硫黄処理が重要である。処理を行ったか、行わなかったかで分析結果は大きく異なることがある。

(8) 2,3,7,8-TeCDDの変動について

質問

2,3,7,8-TeCDDの変動が大きいのはカラムの吸着ですか（何が原因ですか）。

回答 予想としては、濃度レベルが低い、ノイズがのりやすい、フラグメントが落ちている等が考えられるが、明確に何が原因かはわからない。