

1. COD

(1) ラクトースの酸化率について

質問

ラクトースを含んだ試料で、100%酸化として換算したCOD値は5.0mg/lとありますが、100%酸化は無理と思われれます。ラクトースのこの濃度を100%酸化するのに必要な酸素は7.873mg/lで、古い文献（徳平ら、用水と廃水、12,90(1970)）によればラクトースの酸化率は70%でCOD=5.37mg/lとなります。もっと新しい根拠があれば、解説してください。

(2) ブランクの扱いについて（全窒素、全燐に共通）

質問

蒸留水を用いてブランク値の測定を行っています。時として、ブランク値が高く出ることがあったり、また、二つのブランク値を測定した際にブランク値間に関きが見られたりすることがあります。ブランク値をどのように採用すべきか、説明してください。

(3) ブランク（空試験）の滴定量について

質問

空試験の滴定量、空試験の滴定量と試料の滴定量又は分析結果の相関を示してください。

(4) 使用している器具について

質問

各分析機関が試薬の添加に使用している器具にどのようなものがありますか。また、どのようなものが適当ですか。

(5) 試薬、試料等の保存について

質問

試薬（過マンガン酸カリウム溶液）、試料の保存温度、容器、可能な保存期間を説明してください。

(6) A4の水について

質問

販売していますか。

(7) 自動分析計の使用について

質問

自動分析計の使用は、JIS K 0102に準拠していますが、JISによる測定として良いですか。

2. 全窒素

(1) ブランクの扱いについて (CODの (2)、全燐の (1) と同じ)

質問

蒸留水を用いてブランク値の測定を行っています。時として、ブランク値が高く出ることがあったり、また、二つのブランク値を測定した際にブランク値間に開きがみられたりすることがあります。ブランク値をどのように採用すべきか、説明してください。

(2) ブランク値の変動要因について

質問

四ふっ化エチレン容器を用いて分解を行ったところ、ブランク値に変動がみられました。分解は、オートクレーブ、120℃、45分です。ブランク値の変動の原因及び変動を小さくするための方法を説明してください。なお、ガラス瓶でも、同様の傾向がありました。

(3) 吸光度の経時変化について

質問

UV計にてpH調整後のブランク及び試料の吸光度を測定したところ、時間経過とともに吸光度に差がありました。この原因を説明してください。

(4) 分析結果と設定値の差について

質問

異常値棄却後の平均値が設定値より高くなったことについて、原因を解説してください。

3. 全燐

(1) ブランクの扱いについて (CODの (2)、全窒素の (1) と同じ)

質問

蒸留水を用いてブランク値の測定を行っています。時として、ブランク値が高く出ることがあったり、また、二つのブランク値を測定した際にブランク値間に開きがみられたりすることがあります。ブランク値をどのように採用すべきか、説明してください。

4. フタル酸ジ-n-ブチル

質問なし

5. ノニルフェノール

(1) 測定質量数について (札幌会場)

質問

ピークごとに質量数を決めて定量すべきでしょうか。それとも、同じ質量数でよいですか。

(2) 濃縮方法について (大阪会場)

質問

窒素パージとロータリーエバポレーターでは、どちらが適当ですか。

(3) 汚染について (大阪会場)

質問

ノニルフェノールは、どこから汚染すると考えられますか。

(4) 異性体の組成について (大阪会場)

質問

ノニルフェノールの異性体の組成は、どのようになっていますか。

6. 揮発性有機物質 (エチルベンゼン、塩化アリル、塩化ビニル)

(1) GC/MSの分析条件について (大阪会場)

質問

平成13年度の調査において、各機関が分析に使用していたカラム等を教えてください。

(2) 分析試料の調製方法について (大阪会場)

質問

塩化ビニルが対象物質となっており、水で希釈する場合に4℃以下で迅速に行っていますが、これでよろしいでしょうか。

7. ダイオキシン類

(1) Zスコアによるクラスタ化について

質問

詳細解析 (高度解析) を5異性体について実施していますが、全異性体、同族体及びTEQについてのZスコアによるクラスタ化データを開示していただけますか。自社データの解析に用います。

(2) TEQの真値について

質問

平均値、中央値等は表示されていますが、各種のデータから判断して、TEQの真値はどの程度と考えられますか。

(3) クリーンアップスパイクの添加位置について

質問

クリーンアップスパイクの添加位置により、結果に差がでると考えられますが、添加位置の指定がなかったのは、なぜですか。また、今後は添加位置の規定を行いますか。

(4) スパイク添加による安全性・回収率について（札幌会場）

質問

回収率が50～120%とならないで、50%を下回ることがあります。クリーンアップスパイクは、抽出前の添加とされていますが、抽出後に添加することもあります。* 添加においては、安全性、操作性、精度管理等があるが、安全性は考えられていないと考えられます。その典型が、サンプリングスパイク、クリーンアップスパイクです。測定方法に安全性を考慮されますか。

(5) GCカラムの選択について（札幌会場）

質問

ピークの重なりは、カラムの選択により異なると思いますが、このようなことを解析できますか。また、マニュアルに記載できませんか。

(6) クリーンアップスパイクの添加位置に関する解析について（東京会場）

質問

クリーンアップスパイクの添加位置に関する解析結果は、どのようになっていますか。

(7) 定量下限について（東京会場）

質問

定量下限としてまとめられた結果をみると、最小値と最大値に大きな幅がありますが、どの程度が許容できるでしょうか。

8. その他

(1) 平成14年度調査の模擬大気試料中の濃度について（東京会場）

質問

平成14年度調査の模擬大気試料中の揮発性有機物質濃度は、実際の環境大気程度ですか。分析の都合もありますので、教えていただけますか。

(2) 分析結果の有効数字について（東京会場）

質問

分析結果を有効数字3桁として報告するようになっていますが、3桁は多く、意味がないと考えられませんか。信頼性等から考えて、通常は2桁と思いますが。

(3) 平成14年度調査における環境ホルモン類の分析方法について (大阪会場)

質問

平成14年度調査において、アルキルフェノール類の分析では誘導体化をしないのですか。

平成13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

説明会会場での質問は、会場名を記載しています。会場名のない質問は、事前に受け付けたものです。

1. COD

(1) ラクトースの酸化率について

質問

ラクトースを含んだ試料で、100%酸化として換算したCOD値は5.0mg/lとありますが、100%酸化は無理と思われれます。ラクトースのこの濃度を100%酸化するのに必要な酸素は7.673mg/lで、古い文献(徳平ら、用水と廃水、12,90(1970))によればラクトースの酸化率は70%でCOD=5.37mg/lとなります。もっと新しい根拠があれば、解説してください。

回答 ご指摘の通り、試料中のラクトースが100%酸化された場合、COD値は7.67mg/lです。平成13年度の調査結果報告書本編に記述されている5.0mg/lは計算違いによる誤りです。COD試験によるラクトースの酸化率は70%とされ、酸化率に関する新たな知見は無いようです。■

(2) ブランクの扱いについて (全窒素、全燐に共通)

質問

蒸留水を用いてブランク値の測定を行っています。時として、ブランク値が高く出ることがあったり、また、二つのブランク値を測定した際にブランク値間に関きが見られたりすることがあります。ブランク値をどのように採用すべきか、説明してください。

回答 ブランク値は、水100mlを用いて試料と同じ試験を行うが、ここで得られる値は、過マンガン酸カリウムとしゅう酸ナトリウムの濃度差による値と過マンガン酸カリウムの自己分解による値の和です。この値は通常0.2ml程度とされ、滴定に際してはブランク値として差し引かなければならない。■

水100ml又は試薬の添加に使用された水の中に有機物が含まれているとブランク値は大きくなりますが、この値をブランク値とすることが出来ません。COD試験に当たっては、試薬又は試料の希釈に使用される水は有機物を含まない水を使用しなければなりません。A4の水を使用します。■

なお、ブランク値が高くでることの原因としては、クロスコンタミも考えられます。■

(3) ブランク（空試験）の滴定量について

質問

空試験の滴定量、空試験の滴定量と試料の滴定量又は分析結果の相関を示してください。

回答

COD試験では、加熱反応において過マンガン酸カリウムの消費量が異なれば、過マンガン酸の濃度も異なり酸化率も異なってきます。このためになるべく一定の酸化条件となることが望ましく、以下の条件を満たすように試料量を取って試験することが望ましいです。☐

空試験の滴定量：0.15～0.2ml ☐

試料の滴定量：3.5～5.5ml ☐

ただし、COD値が11mg/l以下の場合、試料量を100mlとする。☐

本調査の結果（平成13年度の調査結果）では、空試験の滴定量については、大部分が1.0ml以下となっています。☐

空試験の滴定量と試料の分析結果については、ほとんど相関がありませんでした（下記の表及び図参照）。すなわち、空試験値が1ml程度でも、分析結果には影響してない結果となっていました。☐

空試験値と分析結果に関する解析結果 ☐

空試験の滴定量(ml)	回答数	平均値 ↓ (mg/l)	室間精度	
			S.D.(mg/l)	CV%
0.10以下 ↓	33 ↓	↓	↓	↓
0.10-0.25 ↓	132 ↓	5.19 ↓	0.313 ↓	6.0 ↓
0.25-0.50	199			
0.50-1.0	107	5.11	0.296	5.8
1.0-1.5	25	5.17	0.308	6.0
1.5-2.0	3	4.97	0.355	7.1
2.0-2.5	1	5.80	-	-
2.5を超える	0	-	-	-

☐

☐

☐

☐

☐

☐

☐

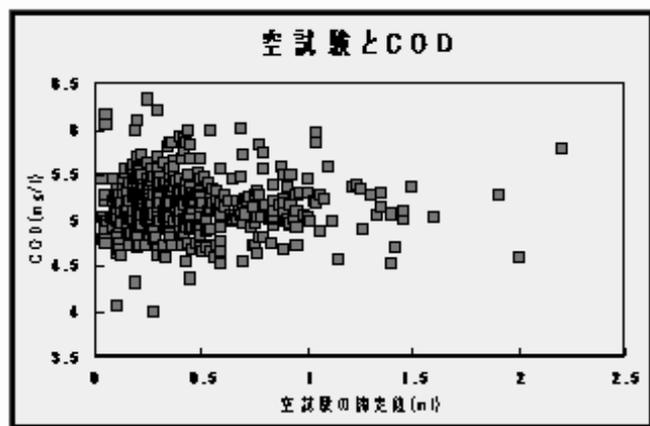
☐

☐

☐

☐

☐



空試験値と分析結果（COD）の関係 ☐

0	0.5	1	1.5	2	2.5
空試験の測定値(mV)					

空試験値と分析結果（COD）の関係

(4) 使用している器具について

質問

各分析機関が試薬の添加に使用している器具にどのようなものがありますか。また、どのようなものが適当ですか。

回答

ホールピペット、ビューレット（セミマイクロビューレット、マイクロビューレット）等があります。いずれも、デジタル式のものの使用が考えられます。ただし、どのような器具を使用しても、分析結果には影響しないと考えられます。

(5) 試薬、試料等の保存について

質問

試薬（過マンガン酸カリウム溶液）、試料の保存温度、容器、可能な保存期間を説明してください。

回答

過マンガン酸カリウム溶液は、調製後容量分析用標準物質を用いたしゅう酸ナトリウム溶液で標定し、ファクターを決定します。保存は、褐色ガラス瓶に入れ、冷暗所に保存します。可能な保存期間は明らかでないが、かなり長期にわたって安定です。ただし、使用の都度、ファクターの確認をすることが望ましいです。
なお、試料は冷暗所に保存します。JIS K 0102によると、直ちに分析できないときは、0～10℃の暗所保存することとなっています。

(6) A4の水について

質問

販売していますか。

回答

A 4に相当する水は、市販されています。しかし、A 4と言う表示はないようです。☒
 JIS K 0557（化学分析用の水）に規定するA 4の水は、有機物の試験〔有機体炭素（T O C）、C O D等〕や微量成分の化学分析に用いるものであり、有機物はほとんど含んでいません。☒

市販の蒸留装置では、JIS K 0557に規定するA 2又はA 3相当の水（イオン交換水、蒸留水といわれる）ができます。A 4の水は、A 2等の水を原料とし、酸化剤（過マンガン酸カリウム）を共存させて蒸留して精製したものです。同様な水を原料とし、活性炭等によって有機物を除いた水（ミリQといわれる水等）があり、A 4と同等の水と考えられます。☒

☒

化学分析用の水（JIS K 0557） ☒

項目	種別			
	A 1	A 2	A 3	A 4
電気電導率 mS/m(25℃)	0.5 以下	0.1 以下	0.1 以下	0.1 以下
有機体炭素 (T O C) mgC/l	1 以下	0.5 以下	0.2 以下	0.05以下
亜鉛 μgZn/l	0.5 以下	0.5 以下	0.1 以下	0.1 以下
シリカ μgSiO ₂ /l	—	50 以下	5.0 以下	2.5 以下
塩化物イオン μgCl ⁻ /l	10 以下	2 以下	1 以下	1 以下
硫酸イオン μgSO ₄ ²⁻ /l	10 以下	2 以下	1 以下	1 以下
過マンガン酸カリウムによる試験* ml	—	0.5 以下	0.3 以下	0.2 以下

*）過マンガン酸カリウムによる試験とは、水100mlをとり硫酸酸性とし、5mmol/l過マンガン酸カリウム溶液の一定量を加えて30分間加熱したときに消費された5mmol/l過マンガン酸カリウム溶液の量（ml）である。☒

（7）自動分析計の使用について

質問

自動分析計の使用は、JIS K 0102に準拠していますが、JISによる測定として良いですか。

回答

J I Sによる測定値（分析結果）としてはなりません。☒

自動分析計を使用する場合には、自動分析計のC O D値と指定計測法（JIS K 0102）による値との整合性又は相関を求めている、使用するようになります。☒

2. 全窒素

（1）ブランクの扱いについて

質問

蒸留水を用いてブランク値の測定を行っています。時として、ブランク値が高く出ることがあったり、また、二つのブランク値を測定した際にブランク値間に関係がみられたりすることがあります。ブランク値をどのように採用すべきか、説明してください。

回答 全窒素の測定において、時としてブランク値が高く出ることがある場合には、基本的には汚染が疑われます。もう一度洗浄をやり直し、水や試薬の純度、実験室の雰囲気の見直しなどをして何度か測定を繰り返し、ブランク値として十分に満足できる値を得ることが必要です。☐
なお、実験室内には、アンモニアや硝酸が多くあることがあります。☐

(2) ブランク値の変動要因について

質問

四ふっ化エチレン容器を用いて分解を行ったところ、ブランク値に変動がみられました。分解は、オートクレーブ、120℃、45分です。ブランク値の変動の原因及び変動を小さくするための方法を説明してください。なお、ガラス瓶でも、同様の傾向がありました。

回答 一般にブランク値はガラス瓶よりもテフロン等の方が少ないとされていますが、一度でも開封したものや使用したものはどのような材質でも外部からの汚染を受ける可能性があります。したがって、ブランク値に変動がみられたときはもう一度雰囲気、水、試薬などからの汚染の影響を見直す必要があると思われます。したがって、保管に注意すると共に使用前に十分な洗浄を行い、水や試薬など外部からの汚染を防ぐことが重要です。☐
ガラス瓶はアルカリ処理によりシリカが溶出してコロイド状になり、UV吸収を起こすとされていますが、平成13年度の調査結果では材質による差はありませんでした。材質の差よりも外部からの汚染の影響の方が大きい可能性もあります。☐

(3) 吸光度の経時変化について

質問

UV計にてpH調整後のブランク及び試料の吸光度を測定したところ、時間経過とともに吸光度に差がありました。この原因を説明してください。

回答 明確な原因については分かりませんが、時間経過による硝酸イオンの変化、温度変化などの条件の変動による吸光度の変化などの可能性があります。このような条件変化を避けるためには、温度などの条件を一定にさせる、標準、ブランク、試料をなるべく同時に作成する、一定時間を決めて測定を行うなどがあります。☐
なお、硝酸ガス又は他の揮発性の酸による影響が考えられる。また、UV計のオートゼロの変化によることもあり、変化がなかったかを確認することも重要です。☐

(4) 分析結果と設定値の差について

質問

異常値棄却後の平均値が設定値より高くなったことについて、原因を解説してください。

回答 この原因の一つは汚染（ブランク）によるものと考えられます。試薬と器具、室内からの汚染に十分な注意が必要です。試薬は窒素測定用などのグレードの高いものを使用し、なるべく新しいものを使うように心がける。器具は使用直前に十分に洗浄し（特にしばらく使用していない器具は十分に洗浄し）、水はグレードの高いものを用いる。硝酸やアンモニアを使用している実験室は、雰囲気から汚染される可能性があるため注意する。また、空試験を十分に行わなくてはならないなどの注意点があります。☐
なお、通常の試料では、有機物の影響も考えられます。☐

3. 全燐

(1) ブランクの扱いについて (CODの(2)、全窒素の(1)と同じ)

質問

蒸留水を用いてブランク値の測定を行っています。時として、ブランク値が高く出ることがあったり、また、二つのブランク値を測定した際にブランク値間に開きがみられたりすることがあります。ブランク値をどのように採用すべきか、説明してください。

回答

全燐の場合も、全窒素と同様、時としてブランク値が高く出ることがある場合には、基本的には汚染が疑われます。もう一度洗浄をやり直し、水や試薬の純度、実験室の雰囲気の見直しなどをして何度か測定を繰り返し、ブランク値として十分に満足できる値を得るようになることが必要です。ただし、全燐のブランク値は全窒素ほど大きくなることなく、本調査の結果でも全窒素に比べて小さくなっていました(平成13年度の調査結果報告書資料編第2章3(9)、第3章3(9)参照)。

4. フタル酸ジ-n-ブチル

質問なし

5. ノニルフェノール

(1) 測定質量数について (札幌会場)

質問

ピークごとに質量数を決めて定量すべきでしょうか。それとも、同じ質量数でよいですか。

回答

このことについては、マニュアルでは明示していません。したがって、分析者によって、操作は異なっていると考えられます。

誘導體化しないで測定する場合、通常は質量数135だけで良いと思います。この場合、強度の大きいピーク何本かについて測定します。

なお、複数の質量数を用い、ピークごとに詳細に行っている例もありますが、今回の調査結果をみる限り、そこまで行う必要はないと考えられます。

ノニルフェノールのピークと質量スペクトルの関係については、例えば、Wheelerらの論文(Wheeler et al., J. Chromatogr. Sci, 35, 19 (1997))を参考にして下さい。

(2) 濃縮方法について (大阪会場)

質問

窒素パージとロータリーエバポレーターでは、どちらが適当ですか。

回答

どちらが良い、悪いとは一概には言えません。分析者自身で回収率等を調べ、その結果から選択していただければと思います。

(3) 汚染について (大阪会場)

質問

ノニルフェノールは、どこから汚染すると考えられますか。

回答

ノニルフェノールは、非イオン系洗剤やプラスチックの添加剤(河村ら、食品衛生学雑誌、41、212 (2000))等に使用されています。したがって、洗剤、プラスチック等からの汚染が考えられます。☒

(4) 異性体の組成について (大阪会場)

質問

ノニルフェノールの異性体の組成は、どのようになっていますか。

回答

環境中のノニルフェノールを調べた研究例(磯部ら、水環境学会誌、22、118 (1999))では、環境中や生物中で標準品からの異性体組成と変化はあまりないとの結果であり、組成の変化はないと考えられます。したがって、分析する場合にも、組成の変化がないと考えて測定して良いと思います。☒

6. 揮発性有機物質 (エチルベンゼン、塩化アリル、塩化ビニル)

(1) GC/MSの分析条件について (大阪会場)

質問

平成13年度の調査において、各機関が分析に使用していたカラム等を教えてください。

回答

今回の測定で各機関が使用したカラムは、①DB-624 (J&W) 約30%、②AQUATIC (GLサイエンス) 約20%、③HP-624 (HP)、VOCOL (スペルコ)、DB-1301 (J&W) 各約10%でした。一例としてAQUATICを用いた場合のカラム昇温条件等を示します。☒

・カラム昇温条件 ☒

初期40℃ (温度保持1分)、40℃~100℃ (3℃/分)、100℃~220℃ (4℃/分)
最終220℃ ☒

・注入温度 ☒

大部分が100℃~200℃ ☒

(2) 分析試料の調製方法について (大阪会場)

質問

塩化ビニルが対象物質となっており、水で希釈する場合に4℃以下で迅速に行っていますが、これでよろしいでしょうか。

回答

言われるとおり、迅速に行うしかないと考えています。☒

7. ダイオキシン類

(1) Zスコアによるクラスタ化について

質問

詳細解析（高度解析）を5異性体について実施していますが、全異性体、同族体及びTEQについてのZスコアによるクラスタ化データを開示していただけますか。自社データの解析に用います。

回答

平成13年度の調査結果報告書（資料編）に記載している異性体を除き、高度解析は実施していません。平成14年度においても、平成13年度の反省を踏まえ、高度解析実施前に事前検討を十分行い、対象項目を絞ったうえで、高度解析を実施する予定です。☒
したがって、平成14年度においても、全異性体、同族体及びTEQについてのZスコアによるクラスタ化を行う予定はありません。対象項目となった高度解析の結果については引き続き、調査結果報告書に掲載していく予定です。☒

(2) TEQの真値について

質問

平均値、中央値等は表示されていますが、各種のデータから判断して、TEQの真値はどの程度と考えられますか。

回答

平均値、中央値は概略一致しており、ほぼ真値に表していると考えられます。ただし、今回の調査（本調査）は、真値を推定する目的でないため、あくまでも平均値・中央値等と解釈することが妥当と思います。☒

(3) クリーンアップスパイクの添加位置について

質問

クリーンアップスパイクの添加位置により、結果に差がでると考えられますが、添加位置の指定がなかったのは、なぜですか。また、今後は添加位置の規定を行いますか。

回答

分析方法の細部については指定していません（添加位置の判断を含めた精度管理調査の目的で実施するため、添加位置を特に指定していません）。☒
本調査に用いられている分析方法には、クリーンアップスパイクの添加位置だけでなく、その他の分析操作にも各分析機関で異なる部分があります。そのため、分析操作が異なることによって結果に影響を与えていることは十分考えられます。分析方法の相違が結果に与える影響を明確にしていくことも、本調査の目的のひとつです。☒
したがって、現状では今後も添加位置の規定を行う必要はないと考えています。☒
なお、クリーンアップスパイクの添加位置には抽出の前と後の場合があります。抽出前に添加することとしているマニュアルが多いですが、抽出後（クリーンアップ前）としているものもあります。☒

(4) スパイク添加による安全性・回収率について（札幌会場）

質問

回収率が50～120%とならないで、50%を下回ることがあります。クリーンアップスパイクは、抽出前の添加とされていますが、抽出後に添加することもあります。+
添加においては、安全性、操作性、精度管理等があるが、安全性は考えられていないと考えられます。その典型が、サンプリングスパイク、クリーンアップスパイクです。測定方法に安全性を考慮されますか。

回答 安全性に対しては、日本人の感覚は薄いでしょう。これまでマニュアル等の作成に考慮は少なかったが、これから重要になることも考えられます。☒

スパイクは、試料濃度に対して100倍等の多くを添加するものでなく、適切な量とすべきです。適切な量であれば、安全性は重要な問題とはならないと考えられます。ただし、スパイクは試薬であり、抵抗があるのはわかります。☒

次に、回収率の低下は、活性炭カラムを用いたときに大きくなることがあります。これは、吸着が大きいためです。☒

(5) GCカラムの選択について（札幌会場）

質問

ピークの重なりは、カラムの選択により異なると思いますが、このようなことを解析できますか。また、マニュアルに記載できませんか。

回答 多くの機関において、カラムはPCDD/PCDF4～6塩素化物、PCDD/PCDF7～8塩素化物、Co-PCBにより、3つに分けています。カラムの種類は、マニュアルに記載すると、メーカーの指定と同様になり、書きづらいと考えます。カラムの選択による分析結果への影響については、各種の情報が集まれば、わかってくると思います。☒

なお、カラムと分析結果の関係については、今年度は調べていませんが、平成11年度には精度の良くない異性体である1,2,3,7,8,9-HxCDFを取り上げ、調べています。このときの結果では、分析操作（クロマトグラム等）が不適であっても、偶然か、妥当な分析結果となっている例が多くみられ、はっきりした傾向がわかりませんでした。☒

(6) クリーンアップスパイクの添加位置に関する解析について（東京会場）

質問

クリーンアップスパイクの添加位置に関する解析結果は、どのようになっていますか。

回答 解析結果は、平成13年度の調査結果資料編95ページの表1-9-3-7に示しています。☒

添加位置については、抽出前は少なく、大部分は抽出後（クリーンアップ前）でした。分析結果との関係については、添加位置による大きな違いはみられませんでした。回収率が良くないと（70%未満程度）、コプラナーPCBに関して室間精度が悪くなる傾向がみられています。このことは、平成13年度の調査結果本編第2章2(9)(b)㉔に示しています。☒

なお、今回の試料の場合には塩酸処理を必要としているために、添加位置のうち抽出前には塩酸処理の前後の添加が考えられますが、その詳細は調査していないために考慮していません。ただし、大部分は塩酸処理前に添加（試料に添加）していると思われます。☒

(7) 定量下限について（東京会場）

質問

定量下限としてまとめられた結果をみると、最小値と最大値に大きな幅がありますが、どの程度が許容できるでしょうか。

回答 定量下限としてまとめた結果は、平成13年度の調査結果資料編の257～262ページに示しています。☐

装置の定量下限値については、一般的には0.1pg程度（表の中央値程度）ですが、30mカラムでは0.01pg程度近くになることもあり、計算上では0.01pgを下回ることもあります。測定方法（試料における）の定量下限については、試料の分取等が関連し、「どのような操作を実施したか」により異なります。調査結果における定量下限の最小値は、試料の分取量が少ないと難しいと考えられる値もあり、少し疑問かも知れません。☐

8. その他

(1) 平成14年度調査の模擬大気試料中の濃度について（東京会場）

質問

平成14年度調査の模擬大気試料中の揮発性有機物質濃度は、実際の環境大気程度ですか。分析の都合もありますので、教えていただけますか。

回答 実際の環境大気には濃度幅があり、また調査の性格上、正確な濃度は言えませんが、調製している濃度は実際の環境大気程度というよりは、環境基準程度としています。ただし、環境基準値は項目によって異なっており、環境基準程度もあまり正確な表現ではありません。☐

(2) 分析結果の有効数字について（東京会場）

質問

分析結果を有効数字3桁として報告するようになっていますが、3桁は多く、意味がないと考えられませんか。信頼性等から考えて、通常は2桁と思いますが。

回答 測定方法のマニュアルやJIS等で明確に2桁と規定されているダイオキシン類は、有効数字2桁としていますが、それ以外の項目は一律3桁としています。なお、通常の分析結果では、有効数字2桁が多いことは言われるとおりです。☐

有効数字3桁としている理由は、2桁と3桁では算出する統計量に大きな違い（誤差）の生じることが多いためです。この違いは、精度の良い項目で大きくなりやすいです。☐
例えば、すべての分析結果が1.0前後となるような精度の良い項目の場合には、有効数字3桁では0.950～1.05(1.049)の範囲にあります。しかし、有効数字2桁表示にするとすべてが1.0となります。このために、有効数字2桁又は3桁で統計量（標準偏差等）を算出すると、大きく異なるのは明かです。☐

(3) 平成14年度調査における環境ホルモン類の分析方法について（大阪会場）

質問

平成14年度調査において、アルキルフェノール類の分析では誘導体化をしないのですか。

回答 アルキルフェノール類のうちのノニルフェノールは、平成13年度の対象項目であり、その結果を踏まえた追跡調査として実施します。☐

平成13年度の結果では大部分が誘導体化を行っていなかったため、14年度では誘導体化を行わない方法に限定した調査としています。したがって、14年度で実施していた分析方法は、溶媒抽出又は固相抽出した後、直接GC/MS測定する方法となります。なお、実際の試料では、誘導体化を行った方が良い場合があると考えられます。☐

