

ダイオキシン類分析用土壌認証標準物質の安定性 評価結果（第1回）

2018-02-19

1. 安定性試験の方法

(1) 試料の選択

JSAC 0422 認証標準物質の在庫から任意の6本(番号についてほぼ均等)を選択した。

(2) 分析対象成分

認証値の付与された成分とした。

(3) 分析方法

原則として共同実験に使用した分析方法とした。

(4) 分析試験所数

認証時の共同実験に参加した試験所、及び最近のダイオキシン類分析技能試験参加者から成績が優秀な試験所から合計6試験所を選び依頼した。

注：試験所数に関しては統計上また経験上6試験所以上の平均値はばらつきが少ないため。図-1, 図-2 参照。

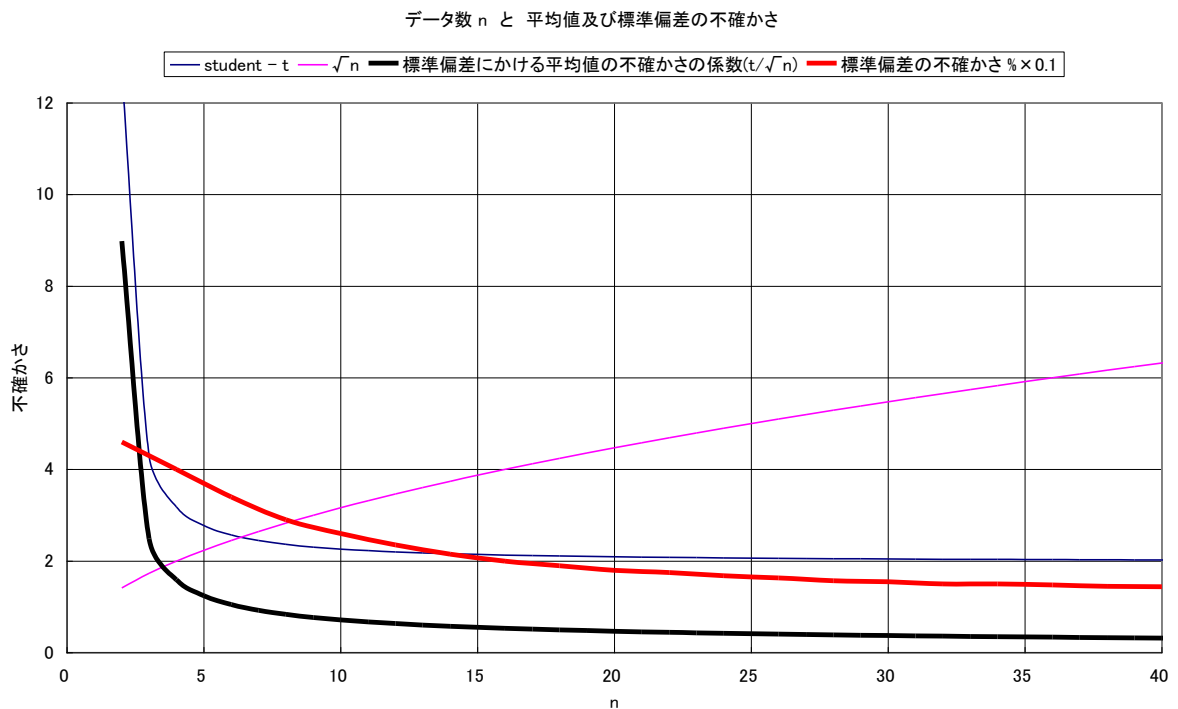


図-1 平均値の不確かさ（黒の太線）

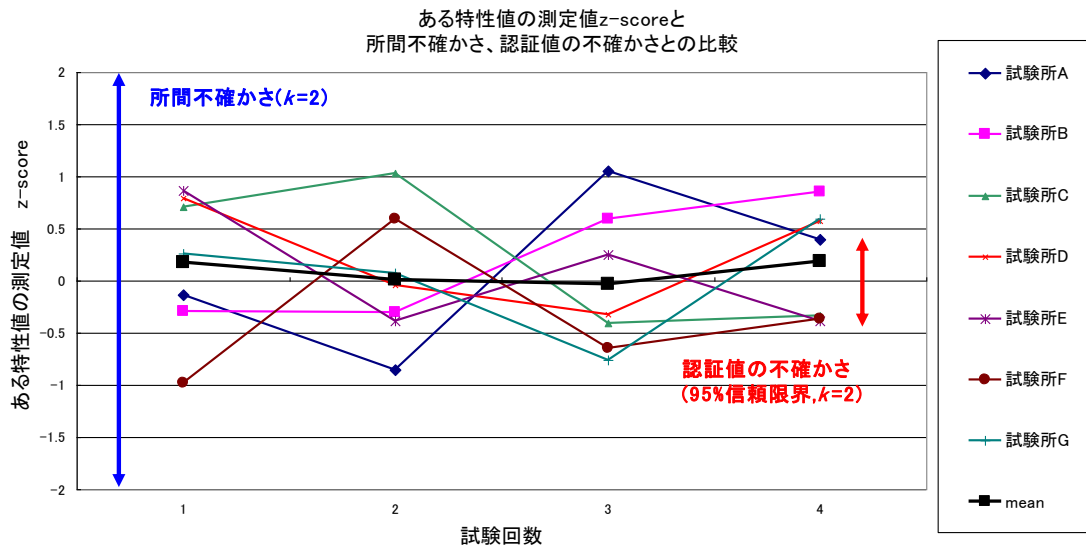


図-2 共同実験における 7 試験所の平均値

(5) 安定性の評価

安定性試験における拡張不確かさは、認証時と同様の手順を用いて計算する。安定試験における報告値の平均値と拡張不確かさ、認証証明書に記載される認証値及び拡張不確かさを用いて En 数を計算し、下記のように評価する。原則として報告値はすべて用いて計算する。

En の絶対値 ≤ 1 安定
 En の絶対値 > 1 不安定

但し、

$$En = (x - X) / (U_x^2 + U_X^2)^{0.5} \quad \dots \dots \dots (B1)$$

ここで

x : 安定性試験の平均値

X : 認証値の特性値

u_x : 安定性試験の拡張不確かさ

但し、 $U_x = U_{95\%} = t \times SD_R / \sqrt{N}$

ここで t : スチューデントの t

SD_R : 所間標準偏差)

N : 採用データ数 (試験所数)

U_X : 認証値の拡張不確かさ

u_x (安定性試験平均値の不確かさ) は必ずしも U_X (認証値の不確かさ) に等しくないので、 $u_x = U_X$ として計算したものを En' として併記し、認証値の不確かさでの安定性の確認を行った。

2. 分析試料と成分

分析試料：JSAC 0422 ダイオキシン類分析用土壌認証標準物質
1 瓶、60g

分析成分：試料中の下記(1)から(3)のダイオキシン類の 1 g 当りの含有量を報告する。報告の仕方は、報告用 EXCEL ファイルに従う。

- (1) 2,3,7,8-位塩素置換異性体 17 種 (PCDD 7 種、PCDF 10 種)
- (2) 同族体 10 種 (PCDD 5 種、PCDF 5 種)
- (3) DL-PCB 12 種

3. 分析方法

分析は、土壌試料を各々独立にはかり取った 2 試料について実施する (独立した 2 分析)。その平均値を用いて統計処理を行った。

4. 参加試験所

株式会社 島津テクノリサーチ
日鉄住金テクノロジー株式会社 八幡事業所
いであ株式会社 環境創造研究所
帝人エコ・サイエンス株式会社
三浦工業株式会社 環境事業本部 三浦環境科学研究所
株式会社 住化分析センターテクニカルソリューション本部 愛媛ラボラトリー

注 試験所の掲載順は、結果の表中の順番とは無関係である。

5. 結果

2017 年 7 月～9 月にかけてミニ共同実験を行った。

認証値決定のための共同実験は 1999 年 8 月から 10 月の間に行われた。

認証日：2000-03-23

表-1(a)～(c)に各試験所の分析値を示す。 z スコア計算にはロバスト法 (メジアン及び $NIQR$) を用いた。 $|z| \geq 3$ の分析値には”#”を付したが、原則として平均値の計算から除くことはない。

表-2(a)～(b)に安定性試験の統計計算結果を示す。

表-3(a)～(c)に、平均値と認証値を En 数及び En' 数により比較した。

En 数又は En' 数の絶対値が 1 を超える値には背景を色付けした。

表-4(1)に各試験所の分析条件、及び(2)ガスクロマトグラフィー条件を示した。

図-1 に分析成分に対する En 数の分布を示した。

6. En 数比較結果についての考察

個々の異性体について一部 En 数の絶対値が 1 を超えたものがあるが、認証時から 17 年を経て、次のような分析方法の変化が測定結果に影響を与えていることが原因と考えられる。

(1) “単独分離”と“他と重なり”の処理の影響

1, 2, 3, 7, 8-PeCDF 及び 1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF については認証時から、2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF については今回のミニ共同実験から区別して報告を求めた。これは、試験所から分析手順に用いられる分離カラムの変更により 2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF でも分離して測定することが増え

たとの情報に基づく。

1, 2, 3, 7, 8-PeCDF 及び 1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF については今回のミニ共同実験では全試験所が“単独分離”による分析値を報告した。一方、2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF については、半数ずつに分かれた。“単独分離”の影響は、1, 2, 3, 7, 8-PeCDF に対して大きく表れ、En 数は-1 より小さくなった。1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF については、-0.3 程度で、2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF では違いは見出されていない。

認証時には、“他と重なり”の報告値が多く、濃度は両方のピークを加算して求められたため認証値は過大な値となっていたと考えられる。したがって、En 数の絶対値が 1 を超える 1, 2, 3, 7, 8-PeCDF については、認証値から除外し、参考値とするように認証書を修正する。

(2) 3, 3', 4, 4', 5-PeCB (#126)

この分析種の問題は、昨年安定性試験を実施したフライアッシュ試料でも確認された(認証値と比較して $En > 2$ となった)。

測定値が、認証時と異なる原因は、前処理における分画の有無により、ダイオキシンによる妨害の程度が異なるためと考えられている。すなわち、認証時には前処理で分画が行われ、妨害成分を除いた後に分析されたが、最近では分画なしに分析されることが通常であるためと考えられる。

7. 評価

全 TEQ で En 数及び En' 数の絶対値は最大で 0.10 とほぼゼロに近く、JSAC 0422 は 17 年間、認証値の不確かさの範囲内で安定であったといえる。

6. で考察した分析値に変化が見られる一部の異性体について、変化の傾向は 2016 年 7 ~ 9 月に実施した「ダイオキシン類分析用フライアッシュ認証標準物質の安定性評価結果 (第 2 回)」と類似している。原因が明確な 1, 2, 3, 7, 8-PeCDF については、フライアッシュ認証標準物質の場合と同様に、認証値から参考値へ変更する。

補足：2016 年度にダイオキシン類認証標準物質 (フライアッシュ) の安定性試験が実施され 16 年間の安定性が確認されていた。しかし、土壌や底質試料についてはマトリックスが異なり分析手順 (特に抽出の方法) の違いがあることから、第 31 回標準物質委員会 (2016 年 8 月 1 日) において、安定性の確認を実施することになった。

底質認証標準物質についてはマトリックスが類似していることから、追加の安定性試験は行わない。

以上

表-1 JSAC 0422 DXN (土壤)安定性試験2017.10 (a)

	11	8	10	4	7	12
PCDD Isomer(異性体)						
2,3,7,8-TeCDD	4.590	4.630	4.790	4.200	4.670	4.535
z-score	-0.243	0.243	2.183	-4.972	0.728	-0.909
				#		
1,2,3,7,8-PeCDD	23.35	25.50	22.10	22.75	24.60	25.60
z-score	-0.355	0.866	-1.065	-0.696	0.355	0.923
1,2,3,4,7,8-HxCDD	23.85	26.70	24.65	25.00	24.80	26.50
z-score	-0.985	1.689	-0.235	0.094	-0.094	1.501
1,2,3,6,7,8-HxCDD	50.75	57.05	54.00	52.45	47.60	56.85
z-score	-0.673	1.040	0.211	-0.211	-1.529	0.985
1,2,3,7,8,9-HxCDD	47.95	48.30	50.65	47.65	47.15	54.90
z-score	-0.101	0.101	1.457	-0.274	-0.563	3.910
						#
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	404.0	456.0	407.0	393.0	354.0	419.5
z-score	-0.098	3.303	0.098	-0.818	-3.368	0.916
		#			#	
OCDD	1715	1940	1655	1660	1750	1800
z-score	-0.208	2.461	-0.919	-0.860	0.208	0.800
PCDF Isomer(異性体)						
2,3,7,8-TeCDF	32.65	40.70	38.45	37.15	37.00	36.20
z-score	-3.460	2.835	1.075	0.059	-0.059	-0.684
	#					
1,2,3,7,8-PeCDF(単独分離)	37.15	50.10	35.85	39.75	47.05	42.50
z-score	-0.661	1.492	-0.877	-0.229	0.985	0.229
1,2,3,7,8-PeCDF(他と重なり)	-	-	-	-	-	-
z-score						
2,3,4,7,8-PeCDF	57.35	65.60	59.15	62.15	57.65	61.45
z-score	-1.007	1.810	-0.393	0.632	-0.905	0.393
1,2,3,4,7,8-HxCDF(単独分離)	62.25	76.30	61.15	68.15	63.00	66.00
z-score	-0.587	3.076	-0.873	0.951	-0.391	0.391
		#				
1,2,3,4,7,8-HxCDF(他と重なり)	-	-	-	-	-	-
z-score						
1,2,3,6,7,8-HxCDF	71.80	89.95	71.80	75.70	72.90	75.25
z-score	-0.874	6.097	-0.874	0.624	-0.451	0.451
		#				
1,2,3,7,8,9-HxCDF	5.340	4.680	4.825	4.675	5.840	5.180
z-score	0.780	-0.745	-0.410	-0.757	1.935	0.410
2,3,4,6,7,8-HxCDF(単独分離)	-	123.500	98.350	-	-	105.000
		1.985	-0.713			0.000
2,3,4,6,7,8-HxCDF(他と重なり)	111.0	-	-	117.0	104.0	-
z-score	0.000			1.245	-1.453	

(b)

1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	305.5	394.0	297.5	285.5	293.0	315.0
z-score	0.292	6.745	-0.292	-1.167	-0.620	0.984
		#				
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	43.55	53.10	40.25	37.30	40.10	42.70
z-score	0.875	4.901	-0.516	-1.760	-0.580	0.516
		#				
OCDF	223.5	286.0	225.5	211.0	200.5	237.0
z-score	-0.067	4.148	0.067	-0.911	-1.619	0.843
		#				
TEQ Dioxin	94.93	107.73	94.11	97.28	95.66	100.82
z-score	-0.432	3.151	-0.661	0.227	-0.227	1.216
		#				
DD Homologue (同族体)						
TeCDDs	624.0	650.0	643.0	605.5	634.5	644.5
z-score	-1.137	0.867	0.328	-2.563	-0.328	0.443
PeCDDs	524.0	578.5	544.5	538.5	561.5	591.0
z-score	-1.142	1.004	-0.335	-0.571	0.335	1.497
HxCDDs	693.0	756.0	759.5	701.5	654.0	794.5
z-score	-0.759	0.579	0.653	-0.579	-1.588	1.397
HpCDDs	809.5	902.5	834.0	777.5	725.0	840.0
z-score	-0.312	2.055	0.312	-1.126	-2.463	0.465
OCDD(再掲)	1715	1940	1655	1660	1750	1800
z-score	-0.208	2.461	-0.919	-0.860	0.208	0.800
Total PCDDs	4366	4827	4436	4283	4325	4670
z-score	-0.172	2.081	0.172	-0.575	-0.370	1.314
DF Homologue (同族体)						
TeCDFs	895.5	1085.0	962.5	968.0	980.0	947.5
z-score	-3.654	6.273	-0.144	0.144	0.773	-0.930
	#	#				
PeCDFs	909.5	1110.0	871.0	935.0	970.5	951.0
z-score	-0.908	4.528	-1.952	-0.217	0.746	0.217
		#				
HxCDFs	779.5	922.0	751.5	768.5	690.0	841.5
z-score	0.106	2.842	-0.432	-0.106	-1.613	1.296
HpCDFs	515.0	636.0	496.0	486.5	475.5	522.0
z-score	0.408	5.611	-0.408	-0.817	-1.290	0.709
		#				
OCDF(再掲)	223.5	286.0	225.5	211.0	200.5	237.0
z-score	-0.067	4.148	0.067	-0.911	-1.619	0.843
		#				
Total PCDFs	3323	4039	3307	3369	3317	3499
z-score	-0.209	6.301	-0.359	0.209	-0.268	1.391
		#				
Total Homologues	7689	8866	7743	7652	7642	8169
z-score	-0.091	3.868	0.091	-0.213	-0.249	1.525
		#				

(c)

DL-PCB						
3,4,4',5-TeCB(#81)	26.40	31.00	29.35	32.15	29.60	28.05
z-score	-1.823	0.904	-0.074	1.586	0.074	-0.845
3,3',4,4'-TeCB(#77)	262.0	300.5	276.0	266.0	279.0	263.5
z-score	-0.860	2.817	0.478	-0.478	0.764	-0.716
3,3',4,4',5-PeCB(#126)	121.0	149.5	131.5	126.5	120.0	123.5
z-score	-0.626	3.832	1.017	0.235	-0.782	-0.235
		#				
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	36.00	41.15	37.75	36.40	35.05	34.55
z-score	-0.127	3.142	0.984	0.127	-0.730	-1.047
		#				
2',3,4,4',5-PeCB(#123)	51.05	61.75	43.50	44.85	47.85	49.85
z-score	0.576	3.379	-1.401	-1.048	-0.262	0.262
		#				
2,3',4,4',5-PeCB(#118)	1190	1510	1270	1310	1195	1335
z-score	-1.173	2.581	-0.235	0.235	-1.114	0.528
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	545.5	631.5	544.0	577.0	527.0	538.5
z-score	0.035	4.001	-0.035	1.487	-0.819	-0.288
		#				
2,3,4,4',5-PeCB(#114)	26.30	29.90	26.30	28.75	25.55	26.95
z-score	-0.219	2.209	-0.219	1.433	-0.725	0.219
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	141.5	159.0	140.0	146.0	134.0	135.5
z-score	0.123	2.984	-0.123	0.858	-1.104	-0.858
2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	251.0	292.0	263.5	267.0	250.5	254.5
z-score	-0.757	3.124	0.426	0.757	-0.805	-0.426
		#				
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	97.8	124.5	104.5	112.5	105.0	96.4
z-score	-0.844	2.381	-0.030	0.934	0.030	-1.007
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	61.500	68.400	67.100	71.100	58.300	67.750
z-score	-1.497	0.246	-0.082	0.929	-2.306	0.082
TEQ DL-PCB	13.3	16.3	14.4	13.9	13.2	13.5
z-score	-0.573	3.861	1.051	0.263	-0.758	-0.263
		#				
TEQ DXN + DL-PCB	108.2	124.0	108.5	111.1	108.8	114.3
z-score	-0.482	3.841	-0.404	0.317	-0.317	1.184
		#				

表-2 統計計算結果 (a)

	TEF	TEQ寄与率%	N	z >3	average	median	U95%	SD	NIQR	U95%*CV%	CV%clas	CV%rob
PCDD Isomer (異性体)												
2,3,7,8-TeCDD	1	4.1	6	1 17%	4.57	4.61	0.21	0.20	0.08	4.60	4.38	1.79
1,2,3,7,8-PeCDD	1	21.3	6	0 0%	23.98	23.98	1.54	1.47	1.76	6.42	6.12	7.34
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.1	2.2	6	0 0%	25.25	24.90	1.17	1.12	1.07	4.65	4.43	4.28
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.1	4.7	6	0 0%	53.12	53.23	3.83	3.65	3.68	7.21	6.87	6.91
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.1	4.4	6	1 17%	49.43	48.13	3.09	2.94	1.73	6.24	5.95	3.60
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.01	3.6	6	2 33%	405.58	405.50	34.99	33.34	15.29	8.63	8.22	3.77
OCDD	0.0003	0.5	6	0 0%	1753.33	1732.50	111.93	106.66	84.32	6.38	6.08	4.87
PCDF Isomer (異性体)												
2,3,7,8-TeCDF	0.1	3.3	6	1 17%	37.03	37.08	2.79	2.66	1.28	7.54	7.18	3.45
1,2,3,7,8-PeCDF (単独分離)	0.03	1.1	6	0 0%	42.07	41.13	5.89	5.62	6.01	14.01	13.35	14.62
1,2,3,7,8-PeCDF (他と重なり)												
2,3,4,7,8-PeCDF	0.3	16.1	6	0 0%	60.56	60.30	3.30	3.15	2.93	5.45	5.19	4.86
1,2,3,4,7,8-HxCDF (単独分離)	0.1	5.9	6	1 17%	66.14	64.50	5.88	5.61	3.84	8.90	8.48	5.95
1,2,3,4,7,8-HxCDF (他と重なり)	0.1											
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.1	6.8	6	1 17%	76.23	74.08	7.27	6.93	2.60	9.53	9.08	3.52
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.1	0.5	6	0 0%	5.09	5.00	0.48	0.46	0.43	9.42	8.98	8.65
2,3,4,6,7,8-HxCDF (単独分離)	0.1	9.7	3	0 0%	108.95	105.00	32.37	13.03	9.32	29.71	11.96	8.88
2,3,4,6,7,8-HxCDF (他と重なり)	0.1	9.8	3	0 0%	110.67	111.00	16.16	6.51	4.82	14.60	5.88	4.34
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.01	2.8	6	1 17%	315.08	301.50	41.96	39.98	13.71	13.32	12.69	4.55
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.01	0.4	6	1 17%	42.83	41.48	5.76	5.49	2.37	13.45	12.82	5.72
OCDF	0.0003	0.1	6	1 17%	230.58	224.50	31.40	29.92	14.83	13.62	12.98	6.60
TEQ Dioxin			6	1 17%	98.42	96.47	5.39	5.14	3.57	5.48	5.22	3.70
DD Homologue (同族体)												
TeCDDs			6	0 0%	633.58	638.75	17.30	16.48	12.97	2.73	2.60	2.03
PeCDDs			6	0 0%	556.33	553.00	26.65	25.39	25.39	4.79	4.56	4.59
HxCDDs			6	0 0%	726.42	728.75	54.71	52.13	47.07	7.53	7.18	6.46

(b)

HpCDDs			6	0	814.75	821.75	63.28	60.30	39.29	7.77	7.40	4.78
				0%								
OCDD(再掲)			6	0	1753.33	1732.50	111.93	106.66	84.32	6.38	6.08	4.87
				0%								
Total PCDDs			6	0	4484.42	4400.75	227.16	216.46	204.88	5.07	4.83	4.66
				0%								
DF Homologue(同族体)												
TeCDFs			6	2	973.08	965.25	65.34	62.27	19.09	6.72	6.40	1.98
				33%								
PeCDFs			6	1	957.83	943.00	86.23	82.17	36.88	9.00	8.58	3.91
				17%								
HxCDFs			6	0	792.17	774.00	84.09	80.13	52.08	10.62	10.12	6.73
				0%								
HpCDFs			6	1	521.83	505.50	61.45	58.55	23.26	11.78	11.22	4.60
				17%								
OCDF(再掲)			6	1	230.58	224.50	31.40	29.92	14.83	13.62	12.98	6.60
				17%								
Total PCDFs			6	1	3475.50	3346.00	299.24	285.14	109.99	8.61	8.20	3.29
				17%								
Total Homologues			6	1	7959.92	7715.50	510.21	486.18	297.45	6.41	6.11	3.86
				17%								

DL-PCB												
3,4,4',5'-TeCB(#81)	0.0003	0.0078	6	0	29.43	29.48	2.15	2.05	1.69	7.31	6.96	5.72
				0%								
3,3',4,4'-TeCB(#77)	0.0001	0.0244	6	0	274.50	271.00	15.19	14.48	10.47	5.53	5.27	3.86
				0%								
3,3',4,4',5'-PeCB(#126)	0.1	11.44	6	1	128.67	125.00	11.57	11.02	6.39	8.99	8.57	5.11
				17%								
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	0.03	0.98	6	1	36.82	36.20	2.52	2.40	1.58	6.83	6.51	4.35
				17%								
2',3,4,4',5'-PeCB(#123)	0.00003	0.00133	6	1	49.81	48.85	7.61	7.25	3.82	8.10	7.72	4.14
				17%								
2,3',4,4',5'-PeCB(#118)	0.00003	0.03471	6	0	1301.67	1290.00	123.67	117.84	85.25	9.50	9.05	6.61
				0%								
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	0.00003	0.01495	6	1	560.58	544.75	40.42	38.51	21.68	7.21	6.87	3.98
				17%								
2,3,4,4',5'-PeCB(#114)	0.00003	0.00073	6	0	27.29	26.63	1.76	1.68	1.48	6.45	6.14	5.57
				0%								
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	0.00003	0.00380	6	0	142.67	140.75	9.54	9.09	6.12	6.68	6.37	4.35
				0%								
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#156)	0.00003	0.00702	6	1	263.08	259.00	16.46	15.68	10.56	6.26	5.96	4.08
				17%								
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	0.00003	0.00285	6	0	106.78	104.75	10.95	10.43	8.29	10.26	9.77	7.92
				0%								
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	0.00003	0.00175	6	0	65.69	67.43	5.03	4.80	3.96	7.66	7.30	5.87
				0%								
TEQ DL-PCB		12.5	6	1	14.08	13.68	1.24	1.18	0.68	8.78	8.37	4.99
				17%								
TEQ DXN + DL-PCB		100.0	6	1	112.50	109.98	6.40	6.10	3.66	5.69	5.42	3.33
				17%								

表-3 En数(認証値との比較) (a)

試験所番号	認証値	不確かさ	所間標準偏差	En	En'
PCDD Isomer(異性体)					
2,3,7,8-TeCDD	4.51	0.62	1.12	0.09	0.07
1,2,3,7,8-PeCDD	25.3	3.3	5.9	-0.36	-0.28
1,2,3,4,7,8-HxCDD	26.6	2.6	4.6	-0.47	-0.37
1,2,3,6,7,8-HxCDD	54.1	4.5	8.1	-0.17	-0.15
1,2,3,7,8,9-HxCDD	49.6	4.5	8.1	-0.03	-0.03
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	384	39	68	0.41	0.39
OCDD	1721	148	256	0.17	0.15
PCDF Isomer(異性体)					
2,3,7,8-TeCDF	35.2	4	7.3	0.37	0.32
1,2,3,7,8-PeCDF(単独分離)	56.5	7.9	14.2	-1.46	-1.29
1,2,3,7,8-PeCDF(他と重なり)	-	-	-	-	-
2,3,4,7,8-PeCDF	59.3	6.6	11.9	0.17	0.13
1,2,3,4,7,8-HxCDF(単独分離)	67.6	9.2	16.5	-0.13	-0.11
1,2,3,4,7,8-HxCDF(他と重なり)	-	-	-	-	-
1,2,3,6,7,8-HxCDF	75.1	7.7	13.8	0.11	0.10
1,2,3,7,8,9-HxCDF	5.04	0.59	0.87	0.07	0.06
2,3,4,6,7,8-HxCDF(単独分離)	107	10	18	0.06	0.14
2,3,4,6,7,8-HxCDF(他と重なり)	107	10	18	0.19	0.26

(b)

1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	320	32	57	-0.09	-0.11
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	38.8	6.5	14	0.46	0.44
OCDF	221	23	41	0.25	0.29
TEQ Dioxin	99.3	9.6	17.3	-0.08	-0.06

DD Homologue (同族体)					
TeCDDs	615	94	169	0.19	0.14
PeCDDs	612	86	155	-0.62	-0.46
HxCDDs	761	72	125	-0.38	-0.34
HpCDDs	774	80	139	0.40	0.36
OCDD (再掲)	1721	148	256	0.17	0.15
Total PCDDs	4458	440	787	0.05	0.04
DF Homologue (同族体)					
TeCDFs	925	140	254	0.31	0.24
PeCDFs	911	130	228	0.30	0.25
HxCDFs	794	78	141	-0.02	-0.02
HpCDFs	517	49	89	0.06	0.07
OCDF (再掲)	221	23	41	0.25	0.29
Total PCDFs	3365	370	670	0.23	0.21
Total Homologues	7823	780	1410	0.15	0.12

DL-PCB					
--------	--	--	--	--	--

(c)

3,4,4',5-TeCB(#81)	31.4	3.1	5.3	-0.52	-0.45
3,3',4,4'-TeCB(#77)	266	28	50	0.27	0.21
3,3',4,4',5-PeCB(#126)	110	11	19	1.17	1.20
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	34.5	1.5	2.4	0.79	1.09
2',3,4,4',5-PeCB(#123)	45.6	4.7	8.2	0.47	0.63
2,3',4,4',5-PeCB(#118)	1249	84	146	0.35	0.44
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	520	48	88	0.65	0.60
2,3,4,4',5-PeCB(#114)	24	3.6	6.2	0.82	0.65
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	130.6	8.3	14.3	0.95	1.03
2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	261	15	27	0.09	0.10
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	100.4	6.8	11.8	0.49	0.66
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	60.3	5	8.6	0.76	0.76
TEQ DL-PCB	12.2	1.8		0.86	0.74
TEQ DXN + DL-PCB	111.4	9.6		0.10	0.08

表-4 分析条件(1)

試験所番号		11	8	10	4	7	12
試料量 g		No.1:10.439 No.2:10.355	3.610, 3.761	試料1: 10.17g 試料2: 10.06g	4.921 4.897	11.688	No.1: 3.3930 No.2: 2.1162
含水率(平均値) %		No.1:13.4454 No.2:13.2538	12.3	13.1	12.1	13.8	14
ソックスレー抽出時間 h		16	16	16	16	48	16
ソックスレー抽出溶媒 1.トルエン 2.ジクロロメタン		1. トルエン	1	1	1	1. トルエン 2. ジクロロメタン	1
抽出最終定容量 mL		20	100	10	20	20	100
クリーンアップ用分取量 mL		10	100(10)	なし	2	10	100
クリーンアップ後定容量 mL		-	100	5	-	1.5	-
分画後定容量 PCDDs+PCDFs mL		0.02	30	0.02	0.02	0.02	0.04
同 DL-PCBs mL		0.02	30	0.02	0.02	0.02	0.04
GCへの注入量 PCDDs+PCDFs mL		2	2	2	2	1	2
同 DL-PCBs mL		2	2	2	2	1	2
クリーンアップ		2	硫酸処理後に2	2	2	2	2
分画		3	3	3	3	4	3
精製 PCDDs+PCDFs		3	3	3	3	4	3
精製 DL-PCB		3	3	3	3	4	3
濃縮装置 PCDDs+PCDFs		2	2, 3	2	2	2	2
濃縮装置 DL-PCB		2	2, 3	2	2	2	2
GC-MSの条件							
ガスクロマトグラフィー条件 1		150°C(1min)→ 20°C/min→220°C (0min)→2°C/min →260°C(0min)→ 5°C/min→320°C (3.5min)	130°C(1min)→ 15°C/min→210°C (0min)→3°C/min →290°C(0min)→ 10°C/min→330°C	130°C(1min)→ 15°C/min→210°C (0min)→3°C/min →310°C(0min)→ 5°C/min→320°C (5min)	150°C(0min)→ 20°C/min→220°C (0min)→2°C/min →260°C(0min)→ 5°C/min→320°C (8min)	150°C(1min)→ 20°C/min→220°C →2°C/min→ 260°C→5°C/min →320°C (3.5min)	150°C(2min)→ 20°C/min→220°C (0min)→2°C/min →260°C(2.3min) →5°C/min→ 320°C(10.5min)
カラム 名称		BPX-DXN	BPX-DXN	BPX-DXN	BPX-DXN	BPX-DXN	BPX-DXN
カラム メーカー		SGE	関東化学	関東化学	TRAJAN	SGE	関東化学
カラム 内径 mm		0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
カラム 長さ m		60	60	60	60	60	60
カラム 膜厚 μm		未公表	-	-	非公表	-	-
マススペクトロメータ	メーカー	日本電子(株)	micromass	MicroMass	Waters/micromass	JEOL	micromass
	形式番号	JMS-700D	Autospec-Ultima	Autospec Ultima	Autospec-Ultima	JMS-700	AutoSpec-NTS
ガスクロマトグラフィー条件 2		150°C(1min)→ 10°C/min→210°C (0min)→3°C/min →280°C(0min)→ 20°C/min→320°C (7.67min)	130°C(1min)→ 15°C/min→210°C (0min)→3°C/min →310°C(0min)→ 10°C/min→320°C	150°C(1min)→ 10°C/min→210°C (0min)→3°C/min →280°C(0min)→ 20°C/min→320°C (18.7min)	150°C(1min)→ 20°C/min→210°C (0min)→3°C/min →280°C(0min)→ 10°C/min→320°C (13min)	150°C(1min)→ 20°C/min→220°C →2°C/min→ 260°C→5°C/min →320°C(7min)	150°C(2min)→ 10°C/min→210°C (0min)→3°C/min →280°C(0min)→ 20°C/min→320°C (19.7min)
カラム 名称		RH-12ms	RH-12ms	RH-12ms	RH-12ms	RH-12ms	RH-12ms
カラム メーカー		InventX	INVENTx	INVENTX	Inventx	INVENTX	INVENTX
カラム 内径 mm		0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
カラム 長さ m		60	60	60	60	60	60
カラム 膜厚 μm		未公表	-	-	非公表	-	-
マススペクトロメータ	メーカー	日本電子(株)	Waters	MicroMass	Thermo Fisher Scientific	JEOL	micromass
	形式番号	JMS-700D	Autospec-Premier	Autospec Ultima	DFS	JMS-700	AutoSpec-NTS

(2) 分析条件(2: ガスクロマトグラフィー)

試験所番号	11	8	10	4	7	12
2,3,7,8-TeCDD	1	1	1	1	1	1
1,2,3,7,8-PeCDD	1	1	1	1	1	1
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1	1	1	1	1	1
1,2,3,6,7,8-HxCDD	1	1	1	1	1	1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1	1	1	1	1	1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2	1	2	1	1	1
OCDD	2	1	2	1	1	1
2,3,7,8-TeCDF	1	1	1	1	1	1
1,2,3,7,8-PeCDF(単独分離)	1	1	1	1	1	1
1,2,3,7,8-PeCDF(他と重なり)						
2,3,4,7,8-PeCDF	2	2	2	2	2	2
1,2,3,4,7,8-HxCDF(単独分離)	1	1	1	1	1	1
1,2,3,4,7,8-HxCDF(他と重なり)						
1,2,3,6,7,8-HxCDF	1	1	1	1	1	1
1,2,3,7,8,9-HxCDF	2	2	2	2	2	2
2,3,4,6,7,8-HxCDF(単独分離)		1	1			1
2,3,4,6,7,8-HxCDF(他と重なり)	1			1	1	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	2	1	2	1	1	1
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2	1	2	1	1	1
OCDF	2	1		1	1	1
TeCDDs	1	1	1	1	1	1
PeCDDs	1	1	1	1	1	1
HxCDDs	1,2	1	1	1	1	1,2
HpCDDs	2	1	2	1	1	1
TeCDFs	1,2	1	1	1	1	1,2
PeCDFs	1,2	1,2	1,2	1	1,2	1,2
HxCDFs	1,2	1,2	1,2	1	1,2	1,2
HpCDFs	2	1	2	1	1	1,2
3,4,4',5-TeCB(#81)	1	2	2	1	1	1
3,3',4,4'-TeCB(#77)	1	2	2	1	1	1
3,3',4,4',5-PeCB(#126)	1	2	1	2	1	1
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	1	2	1	1	1	1
2',3,4,4',5-PeCB(#123)	2	2	2	2	2	2
2,3',4,4',5-PeCB(#118)	2	2	2	2	2	2
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	2	2	2	2	2	2
2,3,4,4',5-PeCB(#114)	2	2	2	2	2	2
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	2	2	2	2	2	2
2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	1	2	1	1	1	1
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	1	2	1	1	1	1
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	1	2	1	1	1	1

図-3 En数の分布

