

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）

2016-12-09

1. 安定性試験の方法

(1) 試料の選択

JSAC 0501 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

原則として認証時の共同実験及び第1回安定性試験に使用した分析方法とした。

(4) 分析試験所数

認証時の共同実験及び第1回安定性試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のうち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。

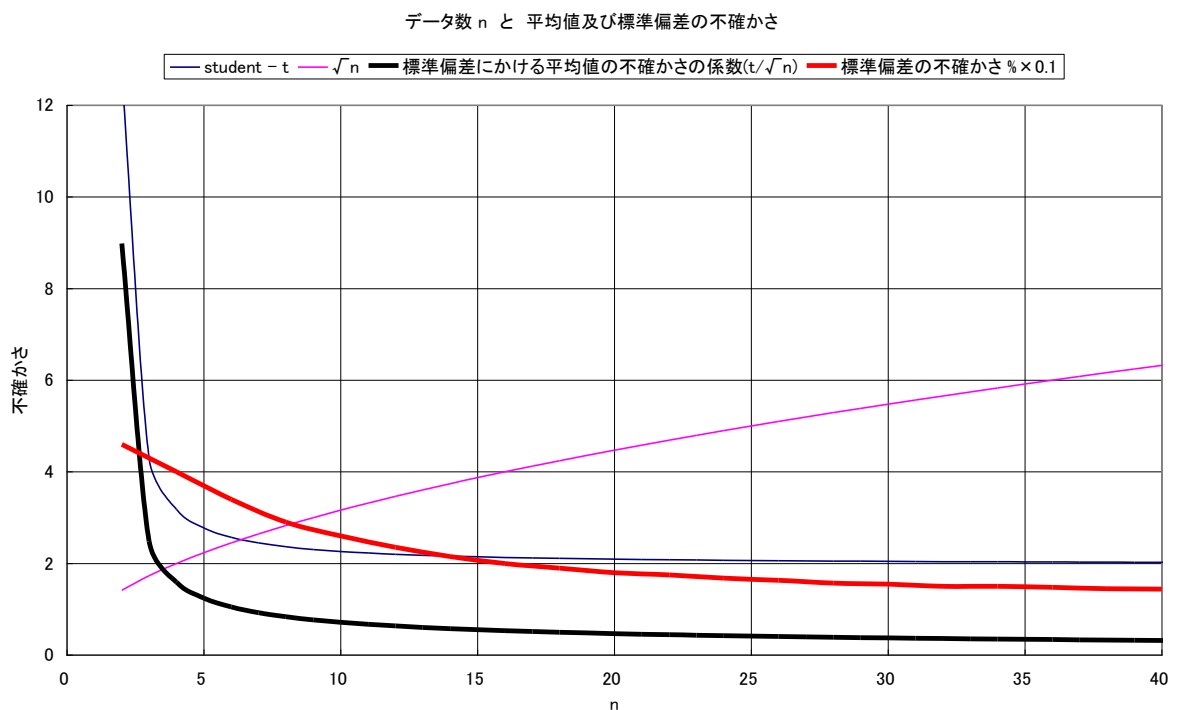


図-1 平均値の不確かさ（黒の太線）

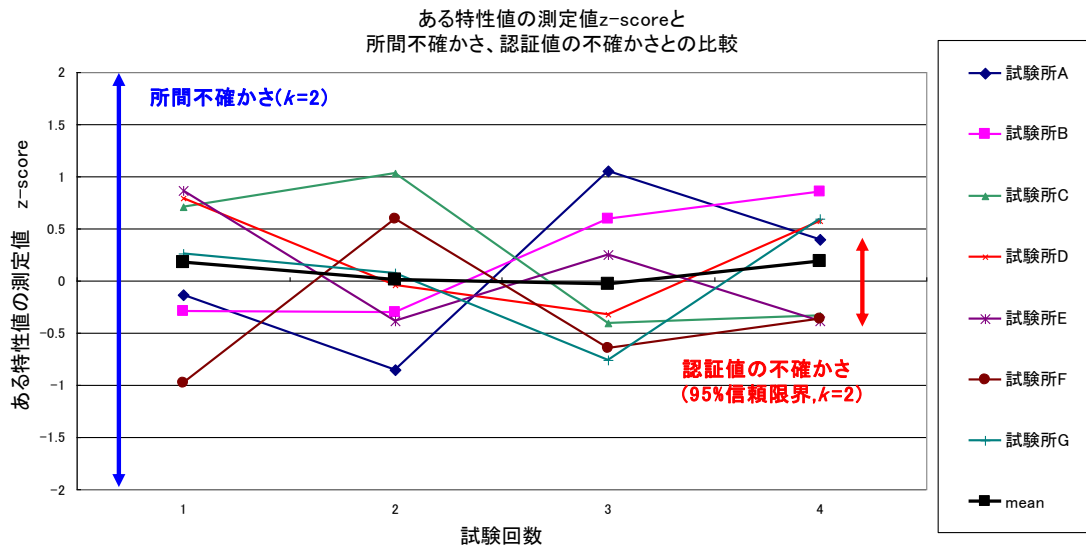


図-2 共同実験における 7 試験所の平均値

(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と認証証明書に記載される認証値及び拡張不確かさをを用いて En 数を計算し、下記のように評価する。

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 (表-2 では SD と表示)

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 (安定性試験付与値の不確かさ) 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 0501 ダイオキシン類分析用フライアッシュ認証標準物質
1 瓶、50 g

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、フライアッシュ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 島津テクノロジー
環境テクノス株式会社
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
一般財団法人上越環境科学センター
帝人エコ・サイエンス株式会社

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

2016 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。

認証日付：2000-01-26

第 1 回安定性試験は 2007 年 8 月に実施された。参加試験所数は 6 で今回と同数であるが、重複は 2 試験所のみである。

表-1(1)～(3)に各試験所の分析値を示す。 z スコアには、算術平均と実験標準偏差を用いた。

表-2(1)～(3)に安定性試験の統計計算結果を示す。

表-3(1)～(3)に、認証時及び第 1 回安定性試験での結果との En 数による比較を示す。

En 数が 1 を超える値には背景を色付けした。

第 1 回安定性試験の報告書では、試験所の報告値は *median* と *NIQR* で統計処理されたが、本報告では幾何平均と実験標準偏差を用いた。外れ値として処理するデータはなかった。

表-4 に各試験所の分析条件を示した。

(2) ガスクロマトグラフィー条件

図-3 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 16 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) 1, 2, 3, 7, 8-PeCDF 及び 1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF

用いたカラムに依存して、“単独分離”と“他と重なり”のピークを分けて整理されている。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る。表3では、認証値は“他と重なり”セルに記載した。今回の安定性試験では報告値が1件であったため標準偏差が計算できずEn数評価はできなかったが、測定濃度はよく一致している。第1回の安定性試験では“単独分離”で測定されており、今回の安定性試験とよく一致することが0.33及び0.34のEn数からわかる。

認証標準物質のユーザーは、“単独分離”に相当する測定値を得た場合は、今回の安定性試験の測定値を参照してほしい。

(2) 3, 3', 4, 4', 5-PeCB(#126) 及び TEQ DL-PCB

認証値と比較して $En > 2$ となった。TEQの値は、3, 3', 4, 4', 5-PeCB(#126)のTEFが他の成分に比して30倍以上であるため、TEQのEn数も#126とほぼ同じとなっている。

3, 3', 4, 4', 5-PeCB(#126)の測定値は、第1回安定性試験結果とは一致している。

これらの測定値が、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。

(3) 2, 3', 4, 4', 5-PeCB(#118)

従来から試験室のコンタミネーションの課題が議論されてきており、コンタミネーションが高い試験所がある程度含まれると、分析結果の平均値が大きくなることが指摘されてきた。年数を経るにしたがってコンタミネーションの影響が減少しているとの推定がある。安定性には問題がないと思われる。

7. 評価

全TEQでEn数及びEn'数の絶対値は最大で0.09とほぼゼロに近く、JSAC 0501は16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。

2016年12月9日に開催された標準物質委員会において、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認証値から参考値への変更の指示を受けた。認証書は第2版に改訂された。

以上

表 1 JSAC 0501安定性試験報告値

(1)

濃度単位 ng/g

	7	10	8	5	9	4
PCDD Isomer(異性体)						
2,3,7,8-TeCDD	0.054	0.053	0.052	0.055	0.059	0.054
z-score	-0.143	-0.466	-1.240	0.244	1.771	-0.165
1,2,3,7,8-PeCDD	0.425	0.444	0.422	0.459	0.454	0.450
z-score	-1.140	0.092	-1.303	1.065	0.773	0.513
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.900	1.030	1.011	1.135	1.105	1.100
z-score	-1.706	-0.194	-0.414	1.022	0.675	0.617
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.395	2.795	2.715	2.615	2.750	2.905
z-score	-1.715	0.565	0.109	-0.461	0.309	1.192
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.640	1.920	1.735	2.000	1.815	1.990
z-score	-1.445	0.482	-0.792	1.032	-0.241	0.964
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	23.80	26.90	26.60	24.20	27.90	28.30
z-score	-1.321	0.328	0.168	-1.108	0.860	1.073
OCDD	34.75	43.55	42.70	33.20	45.20	46.50
z-score	-1.112	0.458	0.306	-1.388	0.752	0.984
PCDF Isomer(異性体)						
2,3,7,8-TeCDF	0.293	0.313	0.288	0.274	0.324	0.294
z-score	-0.275	0.871	-0.526	-1.309	1.458	-0.219
1,2,3,7,8-PeCDF(単独分離)	0.473	0.453	0.450		0.547	0.565
z-score	-0.455	-0.823	-0.869		0.908	1.239
1,2,3,7,8-PeCDF(他と重なり)				0.608		
z-score						
2,3,4,7,8-PeCDF	0.780	0.883	0.924	0.797	1.000	0.967
z-score	-1.249	-0.097	0.362	-1.064	1.211	0.837
1,2,3,4,7,8-HxCDF(単独分離)	1.068	1.215	1.035		1.140	1.155
z-score	(0.762)	1.289	(1.222)		0.243	0.452
1,2,3,4,7,8-HxCDF(他と重なり)				1.515		
z-score						
1,2,3,6,7,8-HxCDF	1.445	1.605	1.450	1.560	1.570	1.670
z-score	-1.363	0.454	-1.306	-0.057	0.057	1.193
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.170	0.221	0.175	0.210	0.209	0.214
z-score	-1.765	0.506	-1.563	0.034	-0.034	0.214
2,3,4,6,7,8-HxCDF	3.485	3.430	3.140	2.915	3.875	3.265
z-score	0.618	0.371	(0.933)	(1.945)	2.372	(0.371)
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	7.535	8.970	8.555	6.755	9.960	9.815
z-score	(0.913)	0.154	(0.154)	(1.493)	0.891	0.783
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	1.870	1.835	1.675	1.465	1.925	1.930
z-score	0.120	(0.120)	(1.220)	(2.664)	0.498	0.533
OCDF	7.615	7.335	6.960	4.955	7.705	7.025
z-score	0.673	0.397	0.027	(1.950)	0.762	0.091
TEQ Dioxin	2.213	2.420	2.302	2.329	2.521	2.487
z-score	(1.405)	0.354	(0.649)	(0.424)	1.209	0.915

(2)

	7	10	8	5	9	4
DD Homologue(同族体)						
TeCDDs	6.135	5.930	6.150	6.220	6.720	6.565
z-score	(0.512)	(1.204)	(0.461)	(0.225)	1.463	0.940
PeCDDs	12.350	13.650	14.050	14.150	16.800	15.050
z-score	(1.336)	(0.464)	(0.196)	(0.129)	1.649	0.475
HxCDDs	27.100	31.900	31.450	34.500	30.050	31.800
z-score	(1.649)	0.313	0.129	1.377	(0.443)	0.273
HpCDDs	42.000	46.000	44.100	40.400	47.700	47.000
z-score	(0.875)	0.506	(0.150)	(1.427)	1.093	0.852
OCDD(再掲)	34.750	43.550	42.700	33.200	45.200	46.500
z-score	(1.112)	0.458	0.306	(1.388)	0.752	0.984
Total PCDDs	122.335	141.030	138.450	128.470	146.470	146.915
z-score	(1.504)	0.378	0.118	(0.886)	0.925	0.970
DF Homologue(同族体)						
TeCDFs	8.685	8.600	8.350	8.450	9.375	8.190
z-score	0.185	(0.020)	(0.623)	(0.382)	1.848	(1.008)
PeCDFs	12.500	11.500	11.700	10.400	12.600	13.900
z-score	0.337	(0.505)	(0.337)	(1.431)	0.421	1.515
HxCDFs	17.850	19.300	17.500	18.250	18.450	18.500
z-score	(0.742)	1.606	(1.309)	(0.094)	0.229	0.310
HpCDFs	14.500	17.800	16.550	13.600	19.600	19.700
z-score	(0.961)	0.329	(0.160)	(1.313)	1.033	1.072
OCDF(再掲)	7.615	7.335	6.960	4.955	7.705	7.025
z-score	0.673	0.397	0.027	(1.950)	0.762	0.091
Total PCDFs	68.035	64.535	61.060	55.655	67.730	67.315
z-score	0.813	0.098	(0.612)	(1.717)	0.751	0.666
Total Homologues	190.370	205.565	199.510	184.125	214.200	214.230
z-score	(0.884)	0.341	(0.147)	(1.387)	1.037	1.040

(3)

	7	10	8	5	9	4
DL-PCB						
3,4,4',5-TeCB(#81)	0.113	0.120	0.131	0.120	0.136	0.150
z-score	(1.132)	(0.613)	0.167	(0.613)	0.575	1.615
3,3',4,4'-TeCB(#77)	0.167	0.154	0.162	0.145	0.171	0.181
z-score	0.274	(0.704)	(0.117)	(1.446)	0.586	1.407
3,3',4,4',5-PeCB(#126)	0.263	0.273	0.291	0.255	0.280	0.284
z-score	(0.862)	(0.118)	1.221	(1.419)	0.440	0.738
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	0.186	0.177	0.196	0.194	0.205	0.191
z-score	(0.595)	(1.539)	0.507	0.245	1.400	(0.017)
2',3,4,4',5-PeCB(#123)	0.024	0.029	0.028	0.028	0.029	0.034
z-score	(1.629)	0.084	(0.383)	(0.402)	0.299	2.031
2,3',4,4',5-PeCB(#118)	0.080	0.065	0.066	0.101	0.071	0.087
z-score	0.149	(0.955)	(0.887)	1.598	(0.553)	0.648
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	0.096	0.080	0.077	0.079	0.084	0.096
z-score	1.255	(0.574)	(1.002)	(0.788)	(0.099)	1.209
2,3,4,4',5-PeCB(#114)	0.045	0.042	0.044	0.046	0.051	0.059
z-score	(0.413)	(0.886)	(0.646)	(0.374)	0.527	1.792
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	0.062	0.057	0.055	0.067	0.068	0.066
z-score	(0.173)	(1.032)	(1.300)	0.752	1.112	0.641
2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	0.129	0.119	0.125	0.145	0.136	0.154
z-score	(0.423)	(1.220)	(0.727)	0.790	0.107	1.473
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	0.088	0.086	0.090	0.094	0.099	0.103
z-score	(0.815)	(1.090)	(0.541)	0.123	0.894	1.428
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	0.170	0.190	0.184	0.190	0.190	0.194
z-score	(1.904)	0.417	(0.238)	0.417	0.417	0.893
TEQ DL-PCB	0.032	0.033	0.035	0.031	0.034	0.034
z-score	(0.911)	(0.412)	1.220	(1.259)	0.680	0.681
TEQ DXN + DL-PCB	2.245	2.453	2.337	2.360	2.556	2.521
z-score	(1.408)	0.347	(0.630)	(0.437)	1.211	0.918

表 2 統計計算結果

(1)

	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	2.257	6	0	0.054	0.054	0.002	0.002	0.001	4.481	4.270	1.714
1, 2, 3, 7, 8-PeCDD	1	18.328	6	0	0.442	0.447	0.016	0.015	0.018	3.660	3.488	3.941
1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD	0.1	4.340	6	0	1.047	1.065	0.091	0.086	0.065	8.654	8.247	6.125
1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD	0.1	11.177	6	0	2.696	2.733	0.184	0.175	0.107	6.830	6.508	3.900
1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD	0.1	7.670	6	0	1.850	1.868	0.152	0.145	0.161	8.242	7.854	8.634
1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD	0.01	10.897	6	0	26.283	26.750	1.973	1.880	2.113	7.506	7.152	7.898
OCDD	0.0003	0.510	6	0	40.983	43.125	5.884	5.607	5.967	14.357	13.681	13.838
PCDF Isomer (異性体)												
2, 3, 7, 8-TeCDF	0.1	1.233	6	0	0.297	0.293	0.019	0.018	0.014	6.311	6.014	4.807
1, 2, 3, 7, 8-PeCDF (単独分離)	0.03	0.618	5	0	0.497	0.473	0.067	0.054	0.070	13.561	10.922	14.748
1, 2, 3, 7, 8-PeCDF (他と重なり)	0.03	0.756	1	0	0.608	0.608	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2, 3, 4, 7, 8-PeCDF	0.3	11.090	6	0	0.892	0.904	0.094	0.089	0.102	10.525	10.029	11.302
1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF (単独分離)	0.1	4.654	5	0	1.123	1.140	0.089	0.072	0.064	7.927	6.384	5.657
1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF (他と重なり)	0.1	6.281	1	0	1.515	1.515	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDF	0.1	6.426	6	0	1.550	1.565	0.093	0.088	0.088	5.976	5.694	5.625
1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	0.1	0.827	6	0	0.200	0.209	0.023	0.022	0.022	11.370	10.834	10.628
2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF	0.1	13.896	6	0	3.352	3.348	0.345	0.329	0.222	10.297	9.812	6.643
1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF	0.01	3.565	6	0	8.598	8.763	1.328	1.265	1.345	15.441	14.714	15.344
1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF	0.01	0.739	6	0	1.783	1.853	0.191	0.182	0.145	10.685	10.181	7.853
OCDF	0.0003	0.086	6	0	6.933	7.180	1.064	1.014	0.422	15.355	14.632	5.872
TEQ Dioxin			6	0	2.379	2.375	0.124	0.118	0.120	5.202	4.957	5.033

(2)

	TEF	TEQ寄与率%	N	z >3	average	median	U95%	SD	NIQR	U95%*CV%	CV%clas	CV%rob
DD Homologue (同族体)												
TeCDDs			6	0	6.287	6.185	0.311	0.296	0.252	4.944	4.711	4.075
PeCDDs			6	0	14.342	14.100	1.564	1.491	0.797	10.909	10.395	5.652
HxCDDs			6	0	31.133	31.625	2.567	2.446	1.093	8.244	7.856	3.457
HpCDDs			6	0	44.533	45.050	3.040	2.897	3.132	6.826	6.504	6.952
OCDD (再掲)			6	0	40.983	43.125	5.884	5.607	5.967	14.357	13.681	13.838
Total PCDDs			6	0	137.28	139.74	10.43	9.94	10.49	7.60	7.24	7.50
DF Homologue (同族体)												
TeCDFs			6	0	8.608	8.525	0.435	0.415	0.214	5.057	4.819	2.511
PeCDFs			6	0	12.100	12.100	1.247	1.188	0.760	10.306	9.820	6.280
HxCDFs			6	0	18.308	18.350	0.648	0.618	0.398	3.540	3.373	2.171
HpCDFs			6	0	16.958	17.175	2.683	2.557	3.067	15.824	15.078	17.858
OCDF (再掲)			6	0	6.933	7.180	1.064	1.014	0.422	15.355	14.632	5.872
Total PCDFs			6	0	64.055	65.925	5.135	4.894	4.224	8.017	7.640	6.407
Total Homologues			6	0	201.33	202.54	13.02	12.41	14.37	6.47	6.16	7.10

(3)

	TEF	TEQ寄与率%	N	z >3	average	median	U95%	SD	NIQR	U95%*CV%	CV%clas	CV%rob
DL-PCB												
3, 4, 4', 5-TeCB(#81)	0.0003	0.002	6	0	0.128	0.125	0.014	0.013	0.011	11.020	10.501	8.656
3, 3', 4, 4'-TeCB(#77)	0.0001	0.001	6	0	0.163	0.164	0.013	0.013	0.010	8.235	7.847	6.159
3, 3', 4, 4', 5-PeCB(#126)	0.1	1.136	6	0	0.274	0.276	0.014	0.013	0.013	5.148	4.905	4.830
3, 3', 4, 4', 5, 5'-HxCB(#169)	0.03	0.238	6	0	0.191	0.192	0.010	0.010	0.006	5.230	4.984	3.278
2', 3, 4, 4', 5-PeCB(#123)	0.00003	0.000	6	0	0.029	0.028	0.003	0.003	0.001	5.006	4.770	2.303
2, 3', 4, 4', 5-PeCB(#118)	0.00003	0.000	6	0	0.078	0.075	0.015	0.014	0.014	18.640	17.762	18.121
2, 3, 3', 4, 4'-PeCB(#105)	0.00003	0.000	6	0	0.085	0.082	0.009	0.009	0.010	10.628	10.127	12.561
2, 3, 4, 4', 5-PeCB(#114)	0.00003	0.000	6	0	0.048	0.045	0.007	0.006	0.004	14.110	13.445	9.353
2, 3', 4, 4', 5, 5'-HxCB(#167)	0.00003	0.000	6	0	0.062	0.064	0.006	0.005	0.006	9.091	8.663	9.703
2, 3, 3', 4, 4', 5-HxCB(#156)	0.00003	0.000	6	0	0.135	0.133	0.014	0.013	0.012	10.281	9.797	9.371
2, 3, 3', 4, 4', 5'-HxCB(#157)	0.00003	0.000	6	0	0.093	0.092	0.007	0.007	0.007	7.378	7.030	7.659
2, 3, 3', 4, 4', 5, 5'-HpCB(#189)	0.00003	0.000	6	0	0.186	0.190	0.009	0.008	0.003	4.741	4.517	1.614
TEQ DL-PCB		1.377	6	0	0.033	0.033	0.002	0.001	0.002	4.623	4.405	4.764
TEQ DXN + DL-PCB		100	6	0	2.41	2.41	0.12	0.12	0.12	5.16	4.92	4.96

(2)

	第2回安定性		認証値		第1回安定性		認証値との比較		第1回との比較
	average	U95%	average	U95%	average	U95%	En	En'	En
DD Homologue (同族体)									
TeCDDs	6.287	0.311	6.320	0.650	6.207	0.769	-0.05	-0.04	0.10
PeCDDs	14.342	1.564	15.400	1.600	15.479	1.249	-0.47	-0.47	-0.57
HxCDDs	31.133	2.567	35.200	3.600	32.337	4.020	-0.92	-0.80	-0.25
HpCDDs	44.533	3.040	45.100	3.900	43.063	4.473	-0.11	-0.10	0.27
OCDD (再掲)	40.983	5.884	41.600	3.200	41.773	3.729	-0.09	-0.14	-0.11
Total PCDDs	137.278	10.428	143.000	12.000	138.859	10.518	-0.36	-0.34	-0.11
DF Homologue (同族体)									
TeCDFs	8.608	0.435	8.230	0.650	8.728	0.397	0.48	0.41	-0.20
PeCDFs	12.100	1.247	11.400	1.100	11.598	1.088	0.42	0.45	0.30
HxCDFs	18.308	0.648	19.200	1.700	18.097	2.392	-0.49	-0.37	0.09
HpCDFs	16.958	2.683	17.700	1.500	16.482	1.265	-0.24	-0.35	0.16
OCDF (再掲)	6.933	1.064	6.720	0.490	6.360	0.861	0.18	0.31	0.42
Total PCDFs	64.055	5.135	63.200	4.900	61.265	4.473	0.12	0.12	0.41
Total Homologues	201.333	13.018	206.000	16.000	200.124	14.411	-0.23	-0.21	0.06

表-4 各試験所の分析条件

試験所番号		7	10	8	5	9	4
試料量 g		5.081	試料1: 5.08 試料2: 5.15	No.1:1.1455 No.2:1.2217	1	1: 5.001g 2: 5.003g	5.1
含水率 (平均値) %		1.6	試料1: 2.0 試料2: 2.0	99.97	1.86	1.92	1.98
ソックスレー抽出時間 h		16	16	16	16	4	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	1. トルエン	1. トルエン	1	1	1
抽出最終定容量 mL		20	20	150	50	500	20
クリーンアップ用分取量 mL		10	1	150	25	25	2
クリーンアップ後定容量 mL		1.5	無し	150	25	-	
分画後定容量 PCDDs+PCDFs mL		0.05	0.02	0.03	40	0.01	0.05
同 DL-PCBs mL		0.05	0.02	0.03	60	0.01	0.05
GCへの注入量 PCDDs+PCDFs mL		1	2	2	1	1	2
同 DL-PCBs mL		1	2	2	1	1	2

クリーンアップ		2	2	2	2	2	2
分画		4	3	3	3	4	3
精製 PCDDs+PCDFs		4	3	3	3	-	3
精製 DL-PCB		4	3	3	3	-	3
濃縮装置 PCDDs+PCDFs		2	2	2	2	2	2
濃縮装置 DL-PCB		2	2	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 →2°C/min→ 260°C→5°C/min →320°C (3.5min)	150°C (1min)→ 20°C/min→220°C (0min)→2°C/min →260°C (0min)→ 5°C/min→320°C (5.2min)	130°C (1min)→ 15°C/min→210°C (0min)→3°C/min →290°C (0min)→ 10°C/min→330°C	130°C (1min)→ 20°C/min→150°C (0min)→3°C/min →260°C (24min)	140°C (1min)→ 40°C/min→220°C →2°C/min→ 290°C (10.5min)	150°C (0min)→ 20°C/min→220°C (0min)→2°C/min →260°C (0min)→ 5°C/min→320°C (8min)
カラム 名称		BPX-DXN	BPX-DXN	BPX-DXN	SP-2331	BPX-DXN	BPX-DXN
カラム メーカー		SGE	関東化学	関東化学	スベルコ	SGE	関東化学
カラム 内径 mm		0.25	0.25	0.25	0.25	0.25mm	0.25
カラム 長さ m		60	60	60	60	60m	60
カラム 膜厚 μm			-	-	0.2	不明	非公表
マススペクトロメータ	メーカー	JEOL	MicroMass	micromass	日本電子	マイクロマス	Waters/micromass
	形式番号	JMS-700	Autospec Ultima	Autospec-Ultima	JMS-700D	AutoSpec-Ultima	Autospec-Premier
ガスクロマトグラフィー条件 2		150°C (1min)→ 20°C/min→220°C →2°C/min→ 260°C→5°C/min →320°C (7min)	150°C (1min)→ 10°C/min→210°C (0min)→3°C/min →280°C (0min)→ 20°C/min→320°C (18.7min)	130°C (1min)→ 15°C/min→210°C (0min)→3°C/min →310°C (0min)→ 10°C/min→320°C	120°C (1min)→ 20°C/min→160°C (0min)→3°C/min →280°C (5min)	140°C (1min)→ 40°C/min→220°C →3°C/min→ 290°C (22min)	150°C (0min)→ 20°C/min→210°C (0min)→3°C/min →280°C (0min)→ 10°C/min→320°C (13min)
カラム 名称		RH-12ms	RH-12ms	RH-12ms	DB-17	RH-12ms	RH-12ms
カラム メーカー		INVENTX	INVENTX	INVENTx	J&W	INVENTEX	Inventx
カラム 内径 mm		0.25	0.25	0.25	0.32	0.25mm	0.25
カラム 長さ m		60	60	60	30	60m	60
カラム 膜厚 μm			-	-	0.15	不明	非公表
マススペクトロメータ	メーカー	JEOL	MicroMass	Waters	日本電子	マイクロマス	Waters/micromass
	形式番号	JMS-700	Autospec Ultima	Autospec-Premier	JMS-700D	AutoSpec-Ultima-NT	Autospec-NTS
ガスクロマトグラフィー条件 3		130°C (4min)→ 20°C/min→200°C (0min)→2°C/min →240°C (0min)→ 4°C/min→330°C (7min)	130°C (1min)→ 15°C/min→210°C →3°C/min→ 310°C→5°C/min →320°C (9.0min)		130°C (1min)→ 20°C/min→220°C (0min)→5°C/min →320°C (15min)	130°C (1min)→ 20°C/min→210°C (0min)→2°C/min →250°C (0min)→ 10°C/min→330°C	120°C (2min)→ 20°C/min→180°C →2°C/min→ 255°C (5min)→ 2°C/min→270°C →10°C/min→ 320°C (6min)
カラム 名称		HT8-PCB	RH-12ms		HT-8	HT8-PCB	HT8-PCB
カラム メーカー		関東化学(株)	INVENTX		SGE	関東化学	関東化学
カラム 内径 mm		0.25mm	0.25		0.22	0.25	0.25
カラム 長さ m		60m	60		50	60	60
カラム 膜厚 mm		不明	0.25		0.25	-	0.25
マススペクトロメータ	メーカー	日本電子(株)	サーモフィッシャー サイエンティフィック		日本電子	micromass	Micro mass
	形式番号	JMS-700D	MAT-95XP		JMS-700D	Autospec-Ultima	Auto Spec NTS

(2) ガスクロマトグラフィー条件

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

図-3 En 数の分布

