

令和元年度環境測定分析統一精度管理調査 実施要領

1. 調査目的

本調査は、環境測定分析に従事する諸機関が、均質に調製された模擬環境試料を指定された方法又は任意の方法により分析することによって得られる結果と前処理条件、測定機器の使用条件等との関係その他分析実施上の具体的な問題点等の調査を行うことにより、①全国の分析機関におけるデータのばらつきの程度に関する実態を把握し、②参加機関の分析者が自己の技術を客観的に認識して、環境測定分析技術の一層の向上を図る契機とするとともに、③各分析法についての得失を検討して、分析手法、分析技術の改善に貢献し、もって、環境測定分析の精度の向上を図り、環境測定データの信頼性の確保に資することを目的とする。

2. 分析対象項目

(1) 基本精度管理調査(注)

土壌試料（金属等）

試料中、鉛及びその化合物、砒素及びその化合物の2項目を分析対象とする。

参加機関は最低1項目以上を選択し、分析を行う。

(2) 高等精度管理調査(注)

a. 模擬水質試料（農薬）

試料中のイプロベンホス、フェニトロチオンの2項目を測定対象（詳細項目）とする。なお、詳細項目以外の農薬として下記に示す8項目については、参照項目として測定対象とする（参照項目については、機器の条件等のみを解析し、また、回答数が十分に得られた項目についてのみ解析を実施する）。

なお、配布試料は1000倍濃い状態で送付するので、必ず水で1000倍希釈を行ったうえで試験用の試料とし、報告する値についても配布試料を1000倍希釈した試験用試料中での値とする。

参加機関は最低1項目以上を選択し、分析を行う。

詳細項目（2項目）：イプロベンホス、フェニトロチオン

参照項目（8項目）：シマジン、イソプロチオラン、フェノブカルブ、アセタミプリド、グリホサート、クロチアニジン、ジノテフラン、フィプロニルの8項目を参照項目として測定する。

b. 底質試料（PCB、総水銀）

試料中、PCB、総水銀の2項目を分析対象とする。

参加機関は最低1項目以上を選択し、分析を行う。

詳細項目（2項目）：PCB、総水銀

(注)本調査は、平成28年度環境測定分析検討会において策定した「今後の環境測定分析統一精度管理調査のあり方について」（平成28年5月23日）に基づいて、基準値、公的な分析方法等が規定されている分析項目に関して調査する「基本精度管理調査」と、基準値、公的な分析方法等が確立されていない（又は規定されて間もない）又は高度な分析技術を要する等測定項目に対して調査する「高等精度管理調査」に基づいて実施する。

具体的には、環境測定分析機関において分析の頻度が高い項目等を中心とした試料を優先的に実施する基本精度管理調査（1試料）、前年度の調査結果を踏まえた追跡調査を実施する必要がある場合又は緊急に調査を行う必要がある場合等において追加して実施する調査（1試料）、及び高度な分析機器の活用や分析技術を要し社会的に関心の高い内容の試料を選定し実施する高等精度管理調査（1試料）としている。

令和元年度の調査に関する主な選定理由等は、次の表のとおりである。

項目	主な選定理由
基本精度管理調査 土壌試料（金属等） ・鉛及びその化合物、砒素 及びその化合物	<ul style="list-style-type: none"> ・参加機関からの要望が多い試料・項目である。 ・いずれの項目も、基準値が設定され、土壌汚染対策法に基づく公定法として環境省告示19号「土壌含有量調査に係る測定方法を定める件 平成15年3月6日、平成31年3月20日改正（以後、「環告19号」という。）」に規定されている。そのため、多くの機関において測定、監視している。
高等精度管理調査-1 模擬水質試料（農薬）（農薬） ・詳細項目：イプロベンホス、フェニトロチオン ・参照項目：シマジン、イソプロチオラン、フェノブカルブ、アセタミプリド、グリホサート、クロチアニジン、ジノテフラン、フィプロニル	<ul style="list-style-type: none"> ・（詳細項目）イプロベンホス、フェニトロチオンについては、利用可能な直近の10年間（2006～2016）のモニタリング情報（水環境総合情報サイト（環境省））において、環境基準及び要調査項目のうちで検出回数と検出濃度/基準値（95%tile）とを勘案してリスクの高い上位の2種類を選定した。 ・（参照項目）イソプロチオランについては利用可能な直近の10年間の上記モニタリング情報において、低濃度ながらも最も検出回数（138件）の多い物質である。シマジンは環境基準項目でもあり、モニタリング情報において検出回数と検出濃度とが共に中程度のリスクである事から選定した。フェノブカルブは優先評価物質（158番）であり、上記モニタリング情報において4番目に検出例が多く、優先評価化学物質のリスク評価（一次）において、PEC/PNEC比≥ 1となるのは1104/3705流域と推計されている。グリホサートについては、WHOにより発がん性（Group 2A）の恐れが指摘されているが（IARC112, 2016）、US-EPA、EFSAは否定的な見解を取っている。国内においてH29（2017）に食品中の残留基準について緩和があったことや、2018年にはカルフォルニア州で非ホジキンリンパ腫との関連性を認めて320億円の支払い判決が出たことなどから、近年物議をかもしている事から選定した。また近年、環境への影響が懸念されているものとしてネオニコチノイド系農薬（アセタミプリド、クロチアニジン、ジノテフラン等）やフィプロニルが取り上げられている。
高等精度管理調査-2 底質試料（PCB、総水銀） ・詳細項目：PCB、総水銀	<ul style="list-style-type: none"> ・PCBは環境残留性、生物蓄積性、長距離移動性、有害性といった性質を持ち、国内外で様々な社会問題となっている。2004年にはPOPs条約の対象物質となり、国際的にその削減や廃絶が決められている。また、平成28年にはポリ塩化ビフェニル廃棄物の適正な処理の推進に関する特別措置法の一部が改正される等、PCB汚染の環境監視が継続して求められている。 ・総水銀については平成29年8月に水銀に関する水俣条約が発効し、水銀による環境の汚染の防止に関する法律が成立したことから社会的に関心が高い。

3. 共通試料の概要

区分	名称	容器(内容量)	個数	備考
共通試料 1	土壌試料(金属等)	ポリエチレン製瓶(約60 g)	1	30℃を超えない温度で風乾した土壌試料を100メッシュのふるいを通して得たもの。含水率は別途分析し、報告すること。
共通試料 2	模擬水質試料 1（グリホサートを除く9農薬）	5 mL アンプル（アセトン溶液）	2	1回の測定につき1 mLを使用すると仮定し、5回分用意する。なお、精製水で1000倍希釈した上で測定する。
	模擬水質試料 2（グリホサート）	10 mL アンプル（水溶液）	1	
共通試料 3	底質試料(PCB、総水銀)	ガラス製瓶(約60 g)	1	底質の乾燥物。含水率は別途分析し、報告すること。

4. 分析方法

共通試料 1（土壌中の金属等）については、環告19号（抽出操作を含める）に定める方法

により分析する。

共通試料2（模擬水質中の農薬）については、環告59号付表6の第1又は第2、「水質管理目標設定項目の検査方法（平成15年、最終改正平成30年）」別添方法5（固相抽出ーガスクロマトグラフィーー質量分析計による一斉分析法）、同別添方法18（固相抽出ー液体クロマトグラフィーー質量分析計による一斉分析法）、同別添方法20ー2（液体クロマトグラフィーー質量分析計による一斉分析法）、あるいは上記に加えて同等以上の（例えば、MS/MSやTOF-MSを用いる）方法により分析してもよい。

共通試料3（底質中のPCB・総水銀）については、「底質調査方法」（平成24年8月環境省水・大気環境局）又は「外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル（水質、底質、水生生物）」（平成10年10月、環境庁水質保全局水質管理課）に定める方法等により分析する。上記に加えて「絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル（第3版）」（平成23年5月環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課）（注）、「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」（平成20年3月環境省水・大気環境局水環境課）に準拠した方法により分析してもよい。

総水銀については「底質調査方法」（平成24年8月環境省水・大気環境局）もしくは「水銀分析マニュアル」（平成16年3月環境省）に定める方法により分析する。

（注）「PCBの一部の化合物濃度から全PCB濃度を計算する簡易定量法」、「生化学的方法による簡易定量法」、「絶縁油中のPCB迅速判定法」を除く。

【分析方法の概要】

(1) 土壌試料(金属等)

分析方法	Pb	As
フレイム原子吸光法	○	
電気加熱原子吸光法	○	
ICP発光分光分析法	○	
ICP質量分析法	○	○
ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法		○
水素化物発生原子吸光法		○
水素化物発生ICP発光分光分析法		○

(2) 模擬水質試料(農薬)

分析方法	イプロベンホス	フェニトロチオン	シマジン	イソプロチオラン	フェノブカルブ
溶媒抽出又は固相抽出によるガスクロマトグラフ質量分析法 ^{注1)}	○	○	○	○	○
溶媒抽出又は固相抽出によるガスクロマトグラフ法 ^{注1)}	○	○	○	○	○
固相抽出-液体クロマトグラフ-タンデム型質量分析法 ^{注2)}		○	○	○	
誘導体化-固相抽出-液体クロマトグラフ-質量分析法 ^{注3)}					
紫外分光光度型検出器付高速液体クロマトグラフ法 ^{注4)}					
固相抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法 ^{注5)}					
固相抽出-液体クロマトグラフ質量分析法 ^{注6)}					
固相抽出-液体クロマトグラフ質量分析法 ^{注7)}					
(参考) 液体クロマトグラフ質量分析法 ^{注8)}	△	△	△	△	△

分析方法	アセタミプリド	グリホサート	クロチアジン	ジノテフラ	フィプロニル
固相抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法 ^{注1)}					
固相抽出-液体クロマトグラフ-タンデム型質量分析法 ^{注1)}	○		○		
固相抽出-ガスクロマトグラフ法 ^{注2)}					
誘導体化-固相抽出-液体クロマトグラフ-質量分析法 ^{注3)}		○			
紫外分光光度型検出器付高速液体クロマトグラフ法 ^{注4)}				○	
固相抽出-ガスクロマトグラフ-質量分析法 ^{注5)}					○
固相抽出-液体クロマトグラフ-質量分析法 ^{注6)}	○		○	○	
固相抽出-液体クロマトグラフ-質量分析法 ^{注7)}	○		○	○	○
(参考) 液体クロマトグラフ質量分析法 ^{注8)}	△		△	△	△

○：環境水への適用あり、△：上水への適用のみ、斜体は参照項目

注1) 「水質汚濁に係る人の健康の保護に関する環境基準の測定方法及び要監視項目の測定方法について」付表1の第1又は第2に掲げる方法、もしくは環境庁告示第59号付表6「シマジン及びチオベンカルブの測定方法」

注2) 「ゴルフ場で使用される農薬による水質汚濁の防止に係る暫定指導指針 別添II(排水に係る標準分析方法(多成分同時分析法) 1)」

注3) 「要調査項目等調査マニュアル(水質、底質、水生生物)平成14年 IV.分析法 xv.グリホサートの分析法」

- 注4) 水質汚濁に係る農薬登録保留基準 農薬取締法第3条第2項の規定により定められた同条第1項第4号から第7号までに掲げる場合に該当するかどうかの基準を定める等の件(昭和46年農林省告示第346号)第4号の環境庁長官の定める基準 2試験法(124)ジノテフラン試験法
- 注5) 水質汚濁に係る農薬登録保留基準 農薬取締法第3条第2項の規定により定められた同条第1項第4号から第7号までに掲げる場合に該当するかどうかの基準を定める等の件(昭和46年農林省告示第346号)第4号の環境庁長官の定める基準 2試験法(2)フィプロニル試験法
- 注6) 佐藤ら, 水環境学会誌, Vol.39, No. 5, pp153-162 (2016)
- 注7) 国立環境研究所が実施している平成30年度II型実施共同研究「高リスクが懸念される微量化学物質の実態解明に関する研究」に参加している以下の機関で一斉分析の報告がある: 東京都環境科学研究所、神奈川県環境科学研究所、尼崎衛生研究所、神戸市環境保健研究所/神戸市環境局自然環境共生課、兵庫県環境研究センター、国環研、堺市衛生研究所、埼玉県環境科学国際センター、名古屋市環境科学調査センター
- 注8) 「水質管理目標設定項目の検査方法 別添20-2」(厚労省)

(3) 底質試料(PCB・総水銀)

分析方法	PCB	総水銀
パックドカラムーガスクロマトグラフ法	○	
キャピラリーカラムーガスクロマトグラフ法	○	
キャピラリーカラムーガスクロマトグラフ四重極型質量分析法	○	
キャピラリーカラムーガスクロマトグラフ高分解能型質量分析法	○	
還元気化原子吸光法		○

5. 分析実施上の注意

(1) 分析用試料の作製方法等

① 共通試料1(土壌試料: 金属等分析用)(注)

試料到着後直ちに分析できない場合は、冷暗所に保存する。乾燥した試料を送付するが、分析結果は乾燥重量を用いて算出したものを報告する。別途、風乾工程を省き。試料の含水率を分析し報告する事。

(注) 試料の含水率は環告19号に規定する方法によって分析する。分析は1~3回行い、その平均値を算出する事。

② 共通試料2(模擬水質試料: 農薬分析用)

試料到着後直ちに分析できない場合は、冷暗所に保存する。必ず精製水で1000倍希釈を行い、試験用試料とする。

③ 共通試料3(底質試料: PCB・総水銀分析用)(注)

試料到着後直ちに分析できない場合は、冷暗所に保存する。分析結果は乾燥重量を用いて算出したものを報告する。別途、試料の含水率を分析し報告する事。

(注) 試料の含水率はJIS A 1203:2009によって分析する。

(2) 分析結果の表示

- ・いずれの試料についても、測定結果をJIS Z 8401によって数値を丸めて有効数字3桁で報告する。
- ・共通試料1については、試料1kgあたりのmg (mg/kg) とし、乾燥重量を用いて算出した分析値とする。
- ・共通試料2については、試料1Lあたりのμg (μg/L)とする。
- ・共通試料3については、PCBの値は底質試料1kgあたりのPCBのμg (μg/kg)、総水銀の値は底質試料1kgあたりの総水銀のmg (mg/kg) とし、乾燥重量を用いて算出した分析値とする。

(3) 分析回数(注)

共通試料1の分析については、分析回数3回とする。すなわち、同量の試料を3個はかり採り、併行測定を行い、必ず3個の分析結果を報告する。

共通試料2及び3の分析については、分析回数1回以上5回以内とし、5回以内の併行測定の結果を報告する。ただし、複数回分析において併行測定でなく、分析担当者、分析方法、分析条件が異なった場合には、別途報告する。

(注)「分析回数」とは、分析用試料のはかり取りから吸光度等の測定までの一連の操作を行った回数とする。

(4) 金属等の分析(共通試料1)

分析対象項目は、鉛及びその化合物、砒素及びその化合物の2項目とし、分析結果報告書に分析条件等を詳細に記入する。

(5) 農薬の分析(共通試料2)

分析対象項目のうち詳細項目(イプロベンホス、フェニトロチオン)については、分析結果報告書に分析条件等を詳細に記入する。参照項目については分析条件等の調査はせず、分析結果の報告のみとする。

(6) PCB・総水銀の分析(共通試料3)

分析対象項目をPCB、総水銀とし、分析結果報告書に分析条件等を詳細に記入する。

6. 報告書記入に当たっての留意点

別添の「ウェブサイトによる分析結果報告書の作成方法」を参照して、ウェブサイトへ記入する。

クロマトグラム及び検量線についてウェブサイトへの記入が難しい場合には、当該の資料を別途、事務局宛に送付する。

7. 提出書類(注)

(1) 分析結果報告書

- 分析結果報告書 [0] 土壌試料(検液の作製)
- 分析結果報告書 [1] 土壌試料(鉛及びその化合物)
- 分析結果報告書 [2] 土壌試料(砒素及びその化合物)
- 分析結果報告書 [3] 模擬水質試料(農薬)
- 分析結果報告書 [4] 底質試料(PCB)
- 分析結果報告書 [5] 底質試料(総水銀)

(2) チャート類(原子吸光のチャート、GC/MSのSIMクロマトグラム等)

- ・試料、空試験試料、標準試料について提出する。
 - ・配布試料、空試験試料については、分析対象項目ごとに1回目のチャート類(SIMクロマトグラム等)を提出する。
 - ・標準試料についても、分析対象項目ごとに繰り返し測定している場合には1回目のチャート類(SIMクロマトグラム等)を提出する。
- ・クロマトグラムにはGC/MSの昇温条件を記入する。(3) 検量線

(4) フローシート

- ・「推奨方法」と異なる方法を用いた場合は、分析のフローシートを提出する。

(注) (1)分析結果報告書はウェブサイトで作成する。(2)~(4)とも「A4サイズ」とし、ウェブサイトからは「PDF」、「エクセル」、「ワード」、「一太郎」、「JPEG」等として提出できる。

8. 提出期限

- ・令和元年10月7日(用紙による提出の場合は9月30日)

9. 提出書類の送り先及び本調査に関する問合せ先

(1) 提出書類の送り先

〒210-0828 川崎市川崎区四谷上町10-6
（一財）日本環境衛生センター 環境事業第二部
担当者 竹内、佐々木
TEL 044-287-0766

(2) 問合せ先

本調査に関する問い合わせは、本調査のウェブサイト
「<http://www.env.go.jp/air/tech/seidokanri/index.html/>」の「お問い合わせ」から
お願いします。なお、上記送り先においても、お問い合わせを受け付けております。

10. その他

(1) 各種の統計量の算出根拠に該当する報告値、Zスコア(注)、分析条件別の回答数、あるいは各種の文章表現等につきましては、機関名は伏せた上で公表します。

(2) 分析結果については、計算間違いや記入間違い、単位間違い等がないように注意してください。

(3) 測定値の報告（分析結果報告書）は原則ウェブサイトからの提出のみ受け付けます。ただし、各種チャート類、検量線等については用紙による報告も可能です。なお、ネット環境等の事情で分析結果報告書のウェブサイトによる提出が難しい場合は、添付の様式での提出も可能です。

(4) 極端な分析結果を報告された場合には、その原因究明のためのアンケート調査を実施しますので、ご了承ください。

(5) 「ウェブサイトによる分析結果報告書の作成方法に関するアンケート」を実施していますので、ご協力をお願いします。記入は、別添の「ウェブサイトによる分析結果報告書の作成方法」を参照して、ウェブサイトへ記入してください。

(6) ウェブサイト「<http://www.env.go.jp/air/tech/seidokanri/index.html/>」は、分析結果報告書等の作成の他、本調査に関することや関連事項を掲載していますので、ご利用ください。

(注) 併記を希望する機関のみ。

令和元年度環境測定分析統一精度管理調査推奨方法

1. 土壌試料（金属等の分析）

分析対象項目は、鉛及びその化合物、砒素及びその化合物の2項目である。環告19号に規定する方法により分析を行う。

1. 1 鉛及びその化合物

JIS K 0102の54による。

1. 2 砒素及びその化合物

JIS K 0102の61による。

2. 模擬水質試料（農薬の分析）

環告59号付表6の第1もしくは第2、もしくは水質管理目標設定項目の検査方法 別添方法5、水質管理目標設定項目の検査方法 別添方法20-2、別添方法22あるいは上記と同等以上の方法で分析する。

3. 底質試料（PCB・総水銀の分析）

分析対象項目は、詳細項目が塩化ビフェニル～十塩化ビフェニル及び総PCB、総水銀の計12項目である。

3. 1 塩化ビフェニル～十塩化ビフェニル及び総PCB（詳細項目）

（1）パックドカラム-ガスクロマトグラフ（ECD）法

「底質調査方法」（平成24年8月環境省水・大気環境局）に定める方法等により分析する。または「絶縁油中のPCB簡易定量方法」（平成23年5月環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課）、「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」（平成20年3月環境省水・大気環境局水環境課）に準拠した方法により分析する。

定量に用いるKC300～600等量混合物標準液は、なるべく試験液と同程度のピーク強度になる濃度のものを使用する。

（2）キャピラリーカラム-ガスクロマトグラフ（ECD）法

「底質調査方法」（平成24年8月環境省水・大気環境局）に定める方法等により分析する。または「絶縁油中のPCB簡易定量方法」（平成23年5月環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課）、「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」（平成20年3月環境省水・大気環境局水環境課）に準拠した方法により分析する。

定量に用いるKC300～600等量混合物標準液は、なるべく試験液と同程度のピーク強度になる濃度のものを使用する。

（3）キャピラリーカラム-ガスクロマトグラフ四重極型質量分析法

「底質調査方法」（平成24年8月環境省水・大気環境局）又は「外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル（水質、底質、水生生物）」（平成10年10月、環境庁水質保全局水質管理課）に定める方法等により分析する。または「絶縁油中のPCB簡易定量方法」（平成23年5月環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課）、「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」（平成20年3月環境省水・大気環境局水環境課）に準拠した方法により分析する。

（4）キャピラリーカラム-ガスクロマトグラフ高分解能型質量分析法

「底質調査方法」（平成24年8月環境省水・大気環境局）又は「外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル（水質、底質、水生生物）」（平成10年10月、環境庁水質保全局

水質管理課)に定める方法等により分析する。または「絶縁油中のPCB簡易定量方法」(平成23年5月環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課)、「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」(平成20年3月環境省水・大気環境局水環境課)に準拠した方法により分析する。

3. 2 総水銀(詳細項目)

「底質調査方法」(平成24年8月環境省水・大気環境局)もしくは「水銀分析マニュアル」(平成16年3月環境省)により分析する。