

## 令和4年度調査実施要領

### 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

本調査は、令和2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」（令和3年2月19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（2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。

基本精度管理調査および高等精度管理調査においては、分析結果及び詳細な分析条件を報告する。

#### (1) 基本精度管理調査

##### ① 共通試料1（模擬水質試料：一般項目等）

###### (a) 共通試料1-1（六価クロム(Cr(VI))）

試料中の六価クロム(Cr(VI))の1項目を対象項目とする。

###### (b) 共通試料1-2（無機元素）

試料中の下記の4項目を対象項目とする。参加機関は最低1項目以上を選択し、分析を行う。

4項目：カドミウム、鉛、砒素、全燐

##### ② 共通試料2（土壌試料：金属等）

試料中の下記の3項目を対象項目とする。参加機関は最低1項目以上を選択し、分析を行う。

3項目：カドミウム、鉛、砒素

#### (2) 高等精度管理調査

##### ○ 共通試料3（模擬水質試料：PFOS等）

試料中の下記の3項目を対象項目とする。参加機関は最低1項目以上を選択し、分析を行う。

3項目：PFOS、PFOA、PFHxS

PFOS、PFOA、PFHxSについては、直鎖体と分岐異性体を測定して濃度を求める。（測定対象は総濃度とし、直鎖体と分岐異性体の濃度については参考値として報告する）。

令和4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-1 模擬水質試料（一般項目等） ・六価クロム、カドミウム、鉛、砒素、全燐	<ul style="list-style-type: none"> <li>公共用水域の水質汚濁に係る環境基準であり、公共機関のみならず、広く一般機関が対象となる一般的な試料である。</li> <li>平成10年度以降、本精度管理調査が実施されていない（六価クロム）。</li> <li>アンケート調査で、要望が多かった項目である（カドミウム）。</li> </ul>
基本精度管理調査-2 土壌試料（金属等） ・カドミウム、鉛、砒素	<ul style="list-style-type: none"> <li>基準値の改正により、測定精度の現状把握が必要である（カドミウム）。</li> <li>基準値を超える事例が多い元素である（鉛、砒素）。</li> </ul>
高等精度管理調査-1 模擬水質試料（PFOS等） ・PFOS、PFOA、PFHxS	<ul style="list-style-type: none"> <li>PFOSとPFOAが令和2年5月28日に要監視項目に追加され、H23年度以降本精度管理調査が実施されていない。</li> <li>PFHxSは、ストックホルム条約（POPs条約）で、付属書A（廃絶対象物質）への追加を締約国会議に勧告することが決定しており、要調査項目へ追加されている。</li> <li>環境中での濃度はごく微量であり、高度な分析装置（LC/MS/MS）を必要とする。また、分析過程で二次汚染が生じやすい物質であり、低濃度の分析には高度な技術が必要であるため、測定精度の現状把握が必要である。</li> </ul>

### 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 1-1 注1) 注2)	模擬水質試料 (六価クロム)	ポリエチレン製瓶 (約400 mL)	1	調査対象項目を、アルカリ性水溶液に溶かし、その後、混合・均質化し、ポリエチレン製瓶に約400 mLを入れ配布。
共通試料 1-2 注1) 注3)	模擬水質試料 (カドミウム、鉛、砒素、全燐)	ポリエチレン製瓶 (約500 mL)	1	調査対象項目を、海水成分を含む硝酸酸性水溶液に溶かし、その後、混合・均質化し、ポリエチレン製瓶に約500 mLを入れ配布。
共通試料2	土壌試料 (カドミウム、鉛、砒素)	ポリエチレン製瓶 (約50 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過させた後、均質化したものを配布。
共通試料3 注4)	模擬水質試料 (PFOS等)	アンプル管 (1.2 mL)	1	調査対象物質をメタノールに溶かし、混合・均質化し、アンプル管に1.2 mLを封入したものを配布。

注1) : 共通試料1は共通試料1-1と共通試料1-2の2種類ある。分析に際しては、必ず5(1)に示す希釈方法に従って分析用試料を調製する。

注2) : 共通試料1-1には、 $\text{Na}_2\text{CO}_3:0.005\text{mol/L}$ 及び $\text{NaHCO}_3:0.01\text{mol/L}$ を含む。

注3) : 共通試料1-2には、(人工)海水成分として $\text{NaCl}:23.5\text{g/L}$ 、 $\text{MgCl}_2:5.0\text{g/L}$ 、 $\text{Na}_2\text{SO}_4:3.9\text{g/L}$ 、 $\text{CaCl}_2:1.1\text{g/L}$ 、 $\text{KCl}:0.7\text{g/L}$ 、 $\text{NaHCO}_3:0.2\text{g/L}$ を含む。また、硝酸を $0.1\text{mol/L}$ 含む。

注4) : 共通試料3(模擬水質試料)は、必ず5(1)に示す希釈方法に従って分析用試料を調製する。

### 4. 分析方法

共通試料1-1及び1-2(模擬水質試料中の一般項目等)については、環境庁告示59号(最終改定令和3年)及びJIS K 0102 65.2.7に定める方法により分析する。

共通試料2(土壌試料中の金属等)については、環境省告示19号(最終改定令和2年)に定める方法により分析する。

共通試料 3（模擬水質試料中のPFOS等）については、PFOS、PFOAは「水質汚濁に係る人の健康の保護に関する環境基準等の施行等について（通知）」（令和2年5月28日付け環水大土発第2005281号・環水大土発第2005282号環境省水・大気環境局長通知）付表1の方法、PFHxSは環境基準健康項目専門委員会（第19回）資料3別紙6 ペルフルオロヘキサンスルホン酸（PFHxS）の分析法（<https://www.env.go.jp/council/49wat-doj/y4911-19b/mat03.pdf>）により分析する。

### 【分析方法の概要】

#### (1) 模擬水質試料(一般項目等)

分析方法	六価クロム	カドミウム	鉛	砒素	全磷
ジフェニルカルバジド吸光光度法	○				
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	○	○	○		
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				○	
ICP質量分析法	○	○	○	○	
ペルオキシ二硫酸カリウム分解法					○
硝酸-過塩素酸分解法					○
硝酸-硫酸分解法					○
流れ分析法	○				○
LC-ICP質量分析法	○1				

○：環境庁告示第59号に定める方法

○1：JIS K 0102 65.2.7に規定する方法

#### (2) 土壌試料(金属等)

分析方法	カドミウム	鉛	砒素
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	○	○	
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			○
ICP質量分析法	○	○	○

○：環境庁告示第19号に定める方法

#### (3) 模擬水質試料(PFOS等)

分析方法	PFOS、PFOA	PFHxS
固相抽出-高速液体クロマトグラフ質量分析法（固相抽出-LC/MS）	○	
固相抽出-高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法（固相抽出-LC/MS/MS）	○	○1

○：「水質汚濁に係る人の健康の保護に関する環境基準等の施行等について（通知）」付表1の方法

○1：PFHxSは環境基準健康項目専門委員会（第19回）資料3別紙6 ペルフルオロヘキサンスルホン酸（PFHxS）の分析法

## 5. 分析実施上の注意

### (1) 分析用試料の作製方法等

共通試料は、到着後直ちに分析できない場合は、冷暗所に保存する。

なお、共通試料を希釈する際は、共通試料と希釈用溶液を室温になるまで1～2時間放置する。

#### ① 共通試料1-1（模擬水質試料：六価クロム）

試料を希釈用溶液（精製水に炭酸ナトリウム0.005mol（炭酸ナトリウム（無水物）0.53g）及び炭酸水素ナトリウム0.01mol（炭酸水素ナトリウム0.84g）を溶解して1Lとしたもの）で正確に10倍に希釈し、分析用試料とする。希釈に際して、量り取りはホールピペットで行い、メスフラスコで定容する。

六価クロムは、令和4年4月1日より環境基準が改正されたため、新基準に対応した分析法で実施する。

#### ② 共通試料1-2（模擬水質試料：カドミウム、鉛、砒素、全燐）

試料を0.1 mol/L硝酸で正確に10倍に希釈し、分析用試料とする。希釈に際して、量り取りはホールピペットで行い、メスフラスコで定容する。

砒素の設定濃度は、環境基準値の0.1～1倍の濃度範囲であるため、下限値については環境基準値の1/10以下を確保し、報告値は実測された濃度を報告する（定量可能であれば、NDとしない）。

#### ③ 共通試料2（土壌試料：カドミウム、鉛、砒素）

共通試料2中の対象物質濃度は、土壌の含有量基準の0.01～0.1倍程度の濃度範囲であるため、下限値については、必要に応じてSOP（標準作業手順書）の報告下限値を変更し、報告値は実測された濃度を報告する（定量可能であれば、NDとしない）。

試料の量り取りは、有効数字3桁を保証できる天秤を用いること。試料は均質化して送付しているが、試料を振り混ぜた後に量り取る（風乾の操作は行わない）。分析結果は乾燥重量を用いて算出したものを報告する。乾燥重量算出の際には含水率を分析し、含水率の報告をする。

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。

#### ④ 共通試料3（模擬水質試料：PFOS等）

試料を精製水で正確に10,000倍に希釈し、分析用試料を調製する。（例えば、共通試料3をサンプル管からマイクロシリンジで100 μL正確に量り取り、予め精製水適量を入れた1000mLメスフラスコに添加する。さらに精製水を標線まで加えて混合する。）

なお、分析用試料は調製後、直ちに分析する。

注)：ガラス器具はJIS R 3505に記載のクラスAのものを使用する。

### (2) 分析結果の表示<sup>注)</sup>

本調査においては、報告下限値を指定せず、各機関の検出下限値以上のデータを報告値とする。検出下限値以上であった場合、JIS Z 8401によって数値を丸めて有効数字3桁で報告値を記入する。検出下限値未満であった場合、NDと記入するとともに、その後ろに検出下限値を括弧()をつけJIS Z 8401によって数値を丸めて有効数字1桁で記入する。

#### ① 共通試料1（1-1、1-2ともに）（模擬水質試料：一般項目等）

試料1Lあたりのmg (mg/L) とする。配布試料を10倍希釈した試験用試料の濃度を報告する。

② 共通試料 2 (土壌試料：金属等)

試料 1 kgあたりのmg (mg/kg) とする。乾燥重量を用いて算出した分析値とする。

③ 共通試料 3 (模擬水質試料：PFOS等)

試料 1 Lあたりのng (ng/L) とする。配布試料を10,000倍希釈した試験用試料の濃度を報告する。

PFOSについては、ペルフルオロオクタンスルホン酸(C<sub>8</sub>HF<sub>17</sub>O<sub>3</sub>S)濃度とし、PFOAはペルフルオロオクタン酸(C<sub>8</sub>HF<sub>15</sub>O<sub>2</sub>)、PFHxSはペルフルオロヘキサンスルホン酸(C<sub>6</sub>HF<sub>13</sub>O<sub>3</sub>S)濃度とする。(アニオン濃度、塩濃度ではないので注意)

注)：希釈した試験用試料の濃度を報告することとなっている試料は、特に注意すること。

(3) 分析回数<sup>注)</sup>

共通試料 1 及び共通試料 2 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 個量り取り、併行測定を行い、必ず 3 回の分析結果を報告する。

共通試料 3 の分析については、分析回数 1 回以上 5 回以内とし、併行測定の分析結果を報告する。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、分析用試料の量り取りからLC/MS(/MS)等の測定までの一連の操作を行った回数とする。

(4) 分析結果の報告

共通試料 1、共通試料 2 及び共通試料 3 は、分析を実施した項目について、分析結果報告書に分析結果及び分析条件等を詳細に記入する。

<参考：環境基準等>

水質汚濁に係る環境基準	人の健康の保護に係る環境基準	六価クロム	0.02 mg/L 以下
		カドミウム	0.003 mg/L 以下
		鉛	0.01 mg/L 以下
		砒素	0.01 mg/L 以下
	生活環境の保全に関する環境基準	全燐	0.005 mg/L (類型 I) ~0.1 mg/L (類型 V)
土壌汚染等対策基準	土壌含有量基準	カドミウム	45 mg/kg 以下
		鉛	150 mg/kg 以下
		砒素	150 mg/kg 以下
要監視項目	指針値 (暫定)	PFOS	50 ng/L 以下※
		PFOA	
	定量下限値	PFOS	0.3 ng/L※
		PFOA	
要調査項目	目標定量下限値	PFHxS	0.1 ng/L
	目標検出下限値		0.04 ng/L

※ PFOS 及び PFOA の指針値 (暫定) 及び定量下限値については、PFOS 及び PFOA の合計値とする。

## 6. 報告書記入に当たっての留意点

分析結果報告書は、ウェブサイト(<https://www.env.go.jp/air/tech/seidokanri/index.html>)内の「調査参加機関ログイン」のページからエクセルファイル形式のものをダウンロードし、別添の「分析結果報告書の作成方法」を参照して、必要事項を回答欄に入力する。

## 7. 提出書類

### (1) 分析結果報告書（指定のExcelファイル）

- [1] 共通試料1（模擬水質試料：一般項目等）：機関名等
- [2] 共通試料1（模擬水質試料：一般項目等）：分析結果
- [3] 共通試料1（模擬水質試料：一般項目等）：分析方法等【六価クロム】
- [4] 共通試料1（模擬水質試料：一般項目等）：分析方法等【カドミウム】
- [5] 共通試料1（模擬水質試料：一般項目等）：分析方法等【鉛】
- [6] 共通試料1（模擬水質試料：一般項目等）：分析方法等【砒素】
- [7] 共通試料1（模擬水質試料：一般項目等）：分析方法等【全燐】
- [8] 共通試料2（土壌試料：金属等）：機関名等
- [9] 共通試料2（土壌試料：金属等）：分析結果
- [10] 共通試料2（土壌試料：金属等）：検液の作製
- [11] 共通試料2（土壌試料：金属等）：分析方法等【カドミウム】
- [12] 共通試料2（土壌試料：金属等）：分析方法等【鉛】
- [13] 共通試料2（土壌試料：金属等）：分析方法等【砒素】
- [14] 共通試料3（模擬水質試料：PFOS等）：機関名等
- [15] 共通試料3（模擬水質試料：PFOS等）：分析結果
- [16] 共通試料3（模擬水質試料：PFOS等）：分析方法等

### (2) チャート類（イオンクロマトグラムのチャート、LC/MS(/MS)のクロマトグラム等）

- ・ 配布試料、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（クロマトグラム等。定量に用いたピークの形状、ベースラインの安定性、夾雑ピークの干渉及びS/Nについて目視確認できるもの。）を提出する。
- ・ 標準試料については、配布試料のピークレスポンスに近い濃度のチャート類（クロマトグラム等）を提出する。

### (3) 検量線

- ・ 各検量点の濃度およびレスポンス、検量線の式を提出する。

### (4) 分析フローシート

- ・ 「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。

## 8. 分析結果報告書等の提出方法

分析結果報告書等は原則ウェブサイトから提出する。

7. (1)～(4)の電子ファイルを指定のウェブサイトにアップロードする。アップロードできるファイルの種類は、(1)は「エクセル」のみ、(2)～(4)は「エクセル」、「ワード」、「PDF」、「zip」とする。アップロードの方法については、別添の「分析結果報告書の報告方法」に従う。なお、ウェブ環境等の事情でウェブサイトへのアップロードが難しい場合には、当該電子ファイルをオンラインストレージやDVD等で事務局宛に送付する（送付先については、「10. 提出書類の送り先及び本調査に関する問合せ先」を参照）。

注) : ウェブサイトよりダウンロードした「分析結果報告書」について、エクセルファイルのシート  
の削除、シート名の変更、分割は行わないこと。また、別のエクセル97-2003 ブック (\*.xls) へ  
の転写や、複数ファイルに分けてのアップロードは、行わないこと（共通試料1～3までの報告結  
果は必ず一つのファイルとする）。

## 9. 提出期限

- ・ 令和4年9月30日(金) (用紙による提出の場合は9月22日(木))

## 10. 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 (紙ベースの分析結果報告書及びDVD等)

〒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 梶、堀内

TEL 044-287-0766

### (2) 指定のウェブサイトにアップロードできない場合の電子ファイル送付先

E-mail: seidokanri0@jesc.or.jp

### (3) 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

「<https://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。

## 11. その他

- ・ 各種の統計量の算出根拠に該当する報告値、Zスコア(併記を希望する機関のみ)、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。
- ・ 分析結果を報告した機関が20に満たない項目については、報告書資料編へのZスコアの記載を行わない場合があります。
- ・ 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。
- ・ 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。
- ・ 極端な分析結果を除いた報告値について、全体の平均値等の基本統計量を算出します。さらに詳細項目については、分析条件等の要因別に多重比較検定等の解析を行います。
- ・ 全ての共通試料において、分析結果が検出下限値未満の場合は、解析対象外としますが、アンケート調査の対象といたします。
- ・ 共通試料1と共通試料2において、分析結果が3回未満の場合は、アンケート調査、解析ともに対象外といたします。
- ・ ウェブサイト「<https://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。
- ・ 分析を失敗する等して試料が不足した場合には、予備試料を追加提供できる場合もございますので、事務局までご相談下さい。