

令和5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

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）

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：COD、全窒素、硝酸性窒素、亜硝酸性窒素

② 共通試料2（土壌試料(溶出試験)：一般項目等）

試料中の下記の2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。

2項目：ふっ素、砒素

(2) 高等精度管理調査

○ 共通試料3（模擬水質試料：揮発性有機化合物）

試料中の下記の9項目を対象項目とする。参加機関は詳細項目あるいは参照項目から、最低1項目以上を選択し、分析を行う。

詳細項目(5項目)：ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、ベンゼン、シス-1,2-ジクロロエチレン、1,4-ジオキサン

参照項目(4項目)：トリクロロエチレン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、1,2-ジクロロエタン、四塩化炭素

令和5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） ・COD、全窒素、硝酸性窒素、 亜硝酸性窒素	<ul style="list-style-type: none"> 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。 COD_{mn}、全窒素は過去複数回に渡って調査対象となっており、経時的な追跡評価が可能である。
基本精度管理調査-2 土壌試料（溶出試験）（一般項目等） ・ふっ素、砒素	<ul style="list-style-type: none"> 土壌の溶出試験は近年実施されていない。 調製した試料から比較的高濃度で検出される項目である。
高等精度管理調査 模擬水質試料（揮発性有機化合物） ・ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、ベンゼン、シス-1,2-ジクロロエチレン、1,4-ジオキサン、トリクロロエチレン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、1,2-ジクロロエタン、四塩化炭素	<ul style="list-style-type: none"> 地下水質において、環境基準超過地点数が多い物質を優先的に対象物質とした。 四塩化炭素以外は、過去に調査対象となっており、経時的な追跡評価が可能である。 対象物質は有機塩素化合物が多いため、構造が異なる1,4-ジオキサンを対象物質とした。 世界的なヘリウム不足により、水質中VOCのGC/MS測定におけるキャリアガスについて、ヘリウム以外のガス（水素、窒素）を使用する機関が増えてきているため、これら代替ガスを使用した際の分析精度の確認が必要。

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 注1)	模擬水質試料 (COD、全窒素、 硝酸性窒素、亜硝酸性窒素)	ガラス製瓶(約 400 mL)	1	調査対象項目を超純水に溶かし、その後、混合・均質化し、ガラス製瓶に約400 mLを入れ配布。
共通試料2	土壌試料（溶出試験）（ふっ素、砒素）	ポリエチレン製瓶 (約160 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させた後、均質化したものを配布。
共通試料3	模擬水質試料（揮発性有機化合物）	褐色ガラス製瓶 (121 mL)	1	調査対象物質をミネラルウォーターに溶かし、その後混合・均質化し、100 mL容褐色ガラス瓶の最大充填量に対して容量 121 mL 程度を充填したものを配布。

注)：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。

4. 分析方法

共通試料1（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5年、以下、「水質環境基準告示」という)に定める方法により分析する。なお今回の調査では、硝酸性窒素についてJIS K 0102-2(2022) 15.4 還元蒸留-サリチル酸-インドフェノール青吸光光度分析法に定める方法を選択することも可とする。

共通試料2（土壌試料（溶出試験）中の一般項目等）については、環境省告示46号(最終改定令和2年)に定める方法により分析する。なお今回の調査では、ふっ素についてJIS K0102(2019 追補) 34.1.1 備考1.（小型蒸留装置を用いる蒸留操作）に定める方法を選択することも可とする。

共通試料3（模擬水質試料中の揮発性有機化合物）については、水質環境基準告示又は環境庁告示第10号（最終改定令和3年、以下、「地下水環境基準告示」という）に定める方法により分析する。なお今回の調査では、測定に用いるキャリアーガス、パージガス、加圧ガスについて、ヘリウム以外の代替ガス（水素、窒素）の使用を可とする。また、代替ガスによる一斉分析の際の感度確認等も調査目的とするため、1,4-ジオキサンの分析方法については、環境省 告示 59 号付表 8 第 1（活性炭抽出・ガスクロマトグラフ質量分析法）を原則として不可とする。

【分析方法の概要】

(1) 模擬水質試料(一般項目等)

分析方法	COD	全窒素	亜硝酸性窒素	硝酸性窒素
滴定法 (COD _{Mn})	○			
紫外線吸光光度法		○		
硫酸ヒドラジニウム還元法		○		
銅・カドミウムカラム還元法		○		
ナフチルエチレンジアミン吸光光度法			○	
還元蒸留-インドフェノール青吸光光度法				○
銅・カドミウムカラム還元-ナフチルエチレンジアミン吸光光度法				○
イオンクロマトグラフ法			○	○
流れ分析法		○	○	○
還元蒸留-サリチル酸-インドフェノール青吸光光度分析法				○1

○：環境庁告示第59号に定める方法

○1：JIS K 0102-2(2022) 15.4に定める方法

(2) 土壌試料(溶出試験)(一般項目等)

分析方法	ふっ素	砒素
ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光光度法	○	
イオンクロマトグラフ法	○	
流れ分析法	○	
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46号に定める方法

(ふっ素についてはJIS K0102(2019 追補) 34.1.1 備考1. (小型蒸留装置を用いる蒸留操作) に定める方法を選択することも可とする)

(3) 模擬水質試料(揮発性有機化合物)

分析方法 (詳細項目)	ジクロロメタン シス-1,2-ジクロロ エチレン ベンゼン	テトラクロロエチ レン	1,4-ジオキサソ ン
パージ・トラップ-ガス chromatography 質量分析法	○1,2	○1,2	○1,2
ヘッドスペース-ガス chromatography 質量分析法	○1,2	○1,2	○1,2
パージ・トラップ-ガス chromatography (電子捕獲検出器) 法		○1,2	
パージ・トラップ-ガス chromatography (水素炎イオン化検出器) 法	○1,2		
ヘッドスペース-ガス chromatography (電子捕獲検出器) 法		○1,2	
溶媒抽出-ガス chromatography (電子捕獲検出器) 法		○1,2	

分析方法 (参照項目)	トランス-1,2-ジク ロロエチレン	トリクロロエチレ ン 四塩化炭素	1,2-ジクロロエタ ン
パージ・トラップ-ガス chromatography 質量分析法	○1	○1,2	○1,2
ヘッドスペース-ガス chromatography 質量分析法	○1	○1,2	○1,2
パージ・トラップ-ガス chromatography (電子捕獲検出器) 法	○1	○1,2	○1,2
パージ・トラップ-ガス chromatography (水素炎イオン化検出器) 法			○1,2
ヘッドスペース-ガス chromatography (電子捕獲検出器) 法		○1,2	
溶媒抽出-ガス chromatography (電子捕獲検出器) 法		○1,2	

(注) 今回の調査では、キャリアーガスとして水素、窒素の使用も可とする

○1：地下水環境基準告示に規定する方法

○2：水質環境基準告示に規定する方法

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、共通試料と希釈用の水を室温になるまで1～2時間放置する。

① 共通試料1 (模擬水質試料：COD、全窒素、亜硝酸性窒素、硝酸性窒素)

試料を水で正確に10倍に希釈し、分析用試料とする。分析用試料は一度に3回分析に十分な量を作成する。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。

② 共通試料2 (土壌試料 (溶出試験)：ふっ素、砒素)

共通試料2中の対象物質濃度は、土壌の環境基準の0.1～1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、10mgの桁まで秤量可能な天秤を用いること。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)。

③ 共通試料3 (模擬水質試料：揮発性有機化合物)

試料到着後直ちに分析できない場合は、冷蔵庫内等の冷暗所に保存する。

分析対象項目を揮発性有機化合物として容器をほぼ満水（充填率99%以上）にし、密栓した試料である。衝撃等で採取容器が破損する恐れがあるため、取扱いには十分注意が必要である。また、試料到着後は、速やかに分析を実施することが望ましい。その操作においては、揮散消失及び汚染に十分注意する。

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。

今回の調査においては、ヘリウム以外の代替ガス（水素、窒素）を使用した際の分析精度の確認を行うため、上記代替ガスの使用を可とする。なお、水素を使用する際は、測定装置からの水素の排気が確実に室外に放散されていること、配管からの水素漏れが無いこと、測定装置の設置環境に十分な換気機能があること等を確認したうえで測定を行う事。

また、分析機器の水素ガス対応状況等について、事前に分析機器メーカーに問い合わせを行い、測定装置の設置環境等について相談することが望ましい。

以下にキャリアガスに水素を使用した場合の注意点を紹介している分析機器メーカーのWebサイトURLを示す（なお、下記URLがリンク切れになっている場合はご了承されたい）。

○アジレント・テクノロジー株式会社

- ・「水素キャリアガスの取り扱いについて」

<https://www.chem-agilent.com/contents.php?id=1002538>

○株式会社島津製作所

- ・「水素ガスの安全使用について（取扱上の注意）」

<https://www.an.shimadzu.co.jp/service-support/technical-support/remark/gc/bombel>

- ・「キャリアガスを水素に変更する」

<https://www.an.shimadzu.co.jp/service-support/technical-support/analysis-basics/gcms/eco/change-carrier-gas/>

○株式会社アイステイサイエンス

- ・「ヘリウム不足問題についての最新技術情報」

<http://www.aisti.co.jp/common/pdf/ss11503.pdf>

○日本電子株式会社

- ・「水素ガスのご使用について」

https://www.jeol.co.jp/products/scientific/gcms/helium_gas/

○ジーエルサイエンス株式会社

- ・「GC分析におけるヘリウム代替キャリアーのご提案」

<https://www.gls.co.jp/viewfile/?p=GT148>

○Restek社

- ・「ヘリウムから水素、窒素キャリアガスへの変更」

<https://www.restek.com/ja/chromablography/chromablography/change-from-helium-to-hydrogen-and-nitrogen-carrier-gas/>

(2) 分析結果の表示^{※)}

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。（有効数字3桁にしたときに検出下限値より下の桁までであった場合も、統計解析処理の都合上、有効数字3桁で報告する。）検出下限値未満であった場合、「ND」と記入する（「0」とはしないこと）。

① 共通試料1（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 (溶出試験) : 一般項目等)

検液 (溶出液) 1Lあたりのmg (mg/L) とする。

③ 共通試料 3 (模擬水質試料 : 揮発性有機化合物)

試料 1Lあたりのmg (mg/L) とする。

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^{注)}

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、併行測定の実績を報告する。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機器等による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	生活環境の保全に関する環境基準	COD	湖沼 AA:1 mg/L ～湖沼 C:8 mg/L 海域 AA:2 mg/L ～海域 C:8 mg/L
		全窒素	湖沼 I :0.1 mg/L ～湖沼 V :1 mg/L 海域 I :0.2 mg/L ～海域IV:1 mg/L
	人の健康の保護に係る環境基準	硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素	10 mg/L 以下
水質汚濁に係る環境基準及び地下水の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及び地下水の水質汚濁に係る環境基準	ジクロロメタン	0.02 mg/L 以下
		四塩化炭素	0.002 mg/L 以下
		1,2-ジクロロエタン	0.004 mg/L 以下
		シス-1,2-ジクロロエチレン	0.04 mg/L 以下
		テトラクロロエチレン	0.01 mg/L 以下
		トリクロロエチレン	0.01 mg/L 以下
地下水の水質汚濁に係る環境基準	地下水の水質汚濁に係る環境基準	ベンゼン	0.01 mg/L 以下
		1,2-ジクロロエチレン (シス及びトランス)	0.04 mg/L 以下
要監視項目 (公共用水域)	指針値	トランス-1,2-ジクロロエチレン	0.04 mg/L 以下
土壌の汚染に係る環境基準	土壌の汚染に係る環境基準	ふっ素	0.8 mg/L 以下
		砒素	0.01 mg/L 以下

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] 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【COD】
- [4] 共通試料1（模擬水質試料：一般項目等）：分析方法等【全窒素】
- [5] 共通試料1（模擬水質試料：一般項目等）：分析方法等【亜硝酸性窒素】
- [6] 共通試料1（模擬水質試料：一般項目等）：分析方法等【硝酸性窒素】
- [7] 共通試料2（土壌試料（溶出試験）：一般項目等）：分析結果
- [8] 共通試料2（土壌試料（溶出試験）：一般項目等）：検液の作製
- [9] 共通試料2（土壌試料（溶出試験）：一般項目等）：分析方法等【ふっ素】
- [10] 共通試料2（土壌試料（溶出試験）：一般項目等）：分析方法等【砒素】
- [11] 共通試料3（模擬水質試料：揮発性有機化合物）：分析結果（詳細項目）
- [12] 共通試料3（模擬水質試料：揮発性有機化合物）：分析結果（参照項目）
- [13] 共通試料3（模擬水質試料：揮発性有機化合物）：分析方法等【ジクロロメタン】
- [14] 共通試料3（模擬水質試料：揮発性有機化合物）：分析方法等【テトラクロロエチレン】
- [15] 共通試料3（模擬水質試料：揮発性有機化合物）：分析方法等【ベンゼン】
- [16] 共通試料3（模擬水質試料：揮発性有機化合物）：分析方法等【シス-1,2-ジクロロエチレン】
- [17] 共通試料3（模擬水質試料：揮発性有機化合物）：分析方法等【1,4-ジオキサン】
- [18] 共通試料3（模擬水質試料：揮発性有機化合物）：分析方法等【参照項目】

(2) チャート類（イオンクロマトグラムのチャート、GC/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（1測定分で良い）。
- ・ 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（比）及びレスポンス（比）、検量線の式を提出する。

(4) 「推奨方法」と異なる方法を用いた場合

- ・ 変更内容を文書で簡潔に報告する。

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

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5年9月29日(金)（用紙による提出の場合は9月22日(金)）

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

上記送り先か、下記の本調査ウェブサイト

「<https://www.env.go.jp/air/tech/seidokanri/index.html>」の「お問い合わせ」

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ご注意ください。
- ・ 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。