

環境測定分析統一精度管理調査に関する平成13年度調査結果の取りまとめ
と平成14年度調査の実施について（お知らせ）

平成14年8月7日
環境管理局総務課環境管理技術室
室長 補佐 長：安藤 憲一(内 6550)
室長 補佐：伊澤 誠資(内 6551)
担 当：進藤 和澄(内 6557)
：井上 聡 (内 6554)

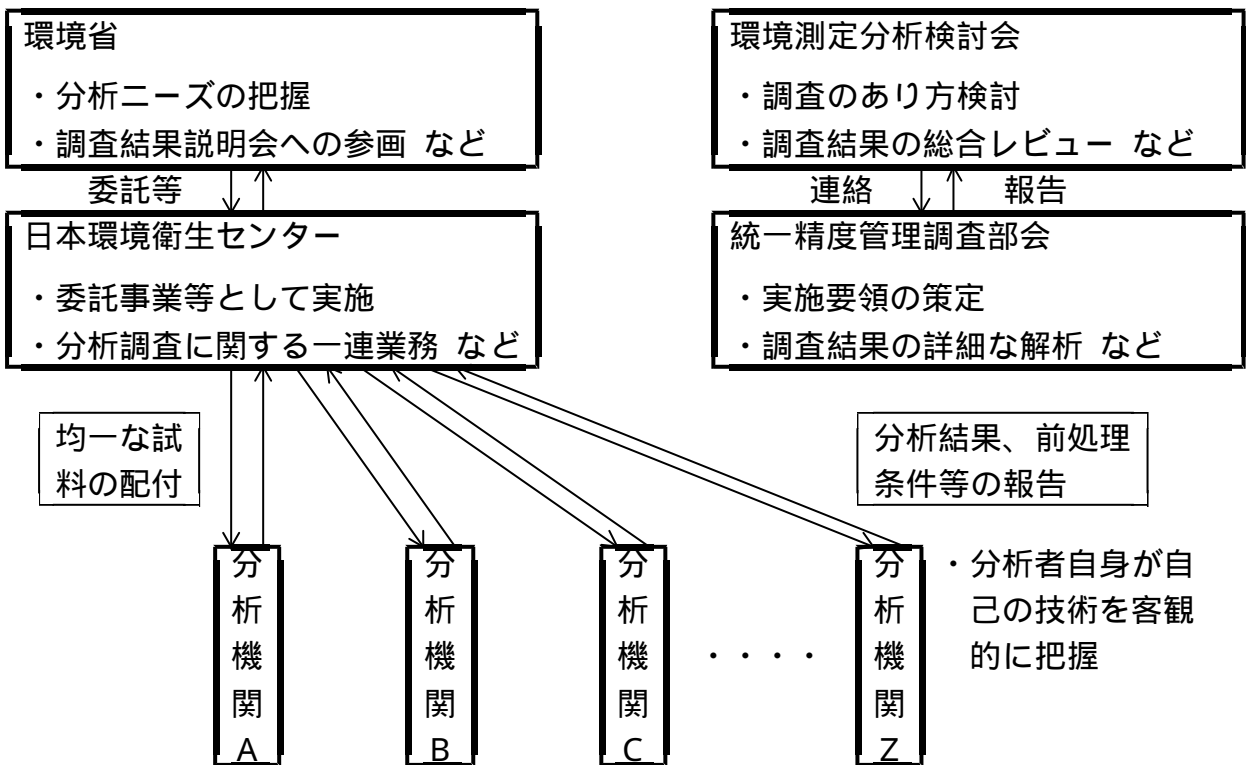
1. 環境省では、環境測定分析の信頼性の確保及び精度の向上等を目的として、環境測定分析統一精度管理調査を実施しているが、前年度に引き続き平成13年度においてもダイオキシン類等を対象とする調査を実施したところであり、今般、平成14年度環境測定分析検討会において、その結果を取りまとめた。
2. 平成13年度は、COD等（COD、全窒素、全燐の3項目）を調査項目とした模擬水質試料1、環境ホルモン類（フタル酸ジ-n-ブチル、ノニルフェノールの2項目）及び揮発性物質（エチルベンゼン、塩化アリル、塩化ビニルの3項目）を調査項目とした模擬水質試料2並びにダイオキシン類（ダイオキシン類及びコプラナーPCB）を調査項目としたばいじん試料を対象として調査を行った。地方公共団体及び民間の分析機関の回答は、前者が106機関、後者が458機関であった。異常値（はずれ値）を除外した後の各分析機関のばらつきについては比較的良好であり、過去に実施した調査結果等と比べても相応な精度が確保されていることがわかった。
3. 今般得られた結果に関しては、分析上の留意点とともに参加した分析機関にフィードバックを行うことを目的として、9月中旬以降に全国3ヶ所において調査結果説明会を開催することとし、本日から参加者を募集する。
4. 平成14年度の調査に関しては、金属類を調査項目とした土壌試料、環境ホルモン等を調査項目とした模擬水質試料、揮発性有機物質を調査項目とした模擬大気試料及びばいじん中のダイオキシン類を調査項目としたばいじん試料を対象として精度管理調査を行うこととし、本日より公募を開始する。
5. また、近日中に環境測定分析統一精度管理調査ホームページの公開を行う予定であり、「<http://www.seidokanri.jp>」にアクセスすることで、環境測定分析統一精度管理調査に関する情報を閲覧することができる。（別紙1参照）

1. 環境測定分析統一精度管理調査とは

環境省が昭和50年度から行っている調査であり、環境測定分析に従事する諸機関が、指定された方法等により均一に調製された環境試料を分析し、それにより得られた結果を解析、検討することにより、環境測定分析の信頼性の確保及び精度の向上等を図るものである。なお、本調査の趣旨は上記のとおりであり、各分析機関から提出された測定データをもとに、各分析機関の評価、格付け等を行うための調査ではない。

平成13年度においては、COD等（COD、全窒素及び全燐の3項目）を調査項目とした模擬水質試料1、環境ホルモン類（フタル酸ジ-n-ブチル、ノニルフェノールの2項目）及び揮発性物質（エチルベンゼン、塩化アリル及び塩化ビニルの3項目）を調査項目とした模擬水質試料2並びにダイオキシン類（ダイオキシン類及びコプラナーPCB）を調査項目としたばいじん試料を対象として精度管理調査を行った。その後、地方公共団体と民間の分析機関から得られた回答結果について、平成14年度環境測定分析検討会（環境管理局長が開催、以下「検討会」という）等（参考1参照）において解析・検討し、その結果を取りまとめた。

環境測定分析精度管理調査の実施体制



環境測定分析統一精度管理調査の実施イメージ

2. 平成13年度の調査結果について(概要)

対象試料の分析は、各分析機関に対して指定した方法(注1)により行った。

参加申込機関は、地方公共団体及び民間の分析機関を併せて模擬水質試料1(COD等)が545機関、模擬水質試料2(環境ホルモン類、揮発性物質)が235機関、ばいじん試料(ダイオキシン類及びコプラナーPCB)が165機関あり、このうち回答のあった機関は各々522機関、180機関、153機関であった(表1)。

まず、COD等(3項目)、環境ホルモン類(2項目)、揮発性物質(3項目)及びダイオキシン類(TEQ)の代表的なヒストグラムを図1~4に示す。また、異常値(はずれ値)等を棄却(注2)後、基本的な統計量(平均値、室間精度(CV:注3)、最小値、最大値及び中央値を算出した(表2~4)。ダイオキシン類の毒性当量(TEQ:注4)については過去の結果との比較を示す(表5)。

平成13年度からは、試行的に統計処理手法を導入した高度解析を全室素、ノニルフェノール及びダイオキシン類について実施した。高度解析の結果は、「平成13年度環境測定分析統一精度管理調査結果」に記載している。

各試料についての結果概要を示す。

(1) 模擬水質試料1(COD、全室素及び全隣)

異常値等により棄却される回答は、全項目ともに数%であった。また、全項目ともに棄却後のCVは10%以下であり、左右対称のヒストグラムを示し、他の対象項目と比較して特に良好な結果であった。全室素については、棄却後の平均値が調製濃度(設定値)と比較してやや高い値となった。この原因の一つは汚染(ブランク)によるものと考えられる。

(2) 模擬水質試料2(環境ホルモン類及び揮発性物質)

環境ホルモン類の2項目については、異常値等により棄却される回答は数%~10%程度であった。フタル酸ジ-n-ブチル、ノニルフェノールの棄却後のCVは20%程度であり、ほぼ左右対称なヒストグラムを示し良好な結果であった。フタル酸ジ-n-ブチルについては、空試験値の低減が重要であり、マニュアルに指定されている抽出方法及び抽出濃縮比等に従い分析操作を行った場合に良好な結果が得られた。

揮発性物質の3項目については、異常値等により棄却される回答数は、数%または0%であった。棄却後のCVについては、30%程度~40%近くであり、他の対象項目と比較してばらつきは大きかった。塩化アリルと塩化ビニルについては、標準原液を自家調製した場合と購入している場合との間で、平均値等に有意な差が認められた。

(3) ばいじん試料(ダイオキシン類及びコプラナーPCB)

異常値等により棄却される回答数は、ダイオキシン類異性体、同族体、コプラナーPCB異性体及びTEQの中で1,2,3,7,8,9-HxCDFのダイオキシン類異性体を除き、数%であった。棄却後のCVについても、ダイオキシン類異性体の1,2,3,7,8,9-HxCDFを除き、ダイオキシン類異性体、同族体、コプラナーPCB異性体及びTEQですべて10%程度~20%程度であり、ほぼ左右対称なヒストグラムを示し良好な結果であった。過去の結果との比較においても、TEQのCVについては良好な結果であった。コプラナーPCBは異常値等となった異性体が多様であり、その数も多い。主な原因としてはクロマトグラムのピークの同定の間違いが考えられる。

(注1) 分析方法

[1] COD等(COD、全窒素及び全磷)

「水質汚濁に係る環境基準について」(昭和46年環境庁告示第59号)に定める方法等

[2] 環境ホルモン類(フタル酸ジ-n-ブチル及びノニルフェノール)

「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年環境庁水質保全局水質管理課)に定める方法等

[3] 揮発性物質(エチルベンゼン、塩化アリル及び塩化ビニル)

「要調査項目等調査マニュアル(水質、底質、水生生物)」(平成11年3月環境庁水質保全局水質管理課)に定める方法等

[4] ダイオキシン類(ダイオキシン類及びコプラナーPCB)

「特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法」(平成4年厚生省告示第192号別表第1)に定める方法等

(注2) 異常値(はずれ値)等の棄却

両試料の結果とも、分析結果については次のように異常値を棄却した。((イ)を除いた後、(ロ)を除き、あわせて「異常値等」とした)

(イ)「ND」、「以下」又は「0」で示されているもの

(ロ) Grubbs の方法により、両側確率5%で棄却されるもの

数値的な異常値(はずれ値)の検定方法であり、JIS K 8402 及び ISO 5725 に規定されている一般的な方法である。

(注3) 室間精度(CV)

同一試料の測定において、試験室が異なっている測定値の精度をいう。精度は、測定値のばらつきの程度であり、通常は標準偏差(SD)及び変動係数(相対標準偏差、CV)で表す。なお、過去の調査事例等を考慮し、室間精度(CV)が20%台までの場合は「良好な結果」であると考えられる。

(注4) 毒性当量(TEQ)

ダイオキシン類等の量をダイオキシン類の中で最強の毒性を有する2,3,7,8-四塩化ジベンゾ-パラ-ジオキシン(2,3,7,8-TeCDD)の量に換算した量として表していることを示す記号。

3. 平成14年度の調査の実施について

平成14年度の調査に関しては、平成14年度環境測定分析検討会における検討を踏まえ、別紙2のとおり調査を実施することとする。

なお、昨年度から、独立行政法人、大学等の参加も可能としている。(参加申し込みについては下記参照)

< 公募期間 >

本日から8月30日(金)(当日必着)まで

< 参加申込みに関する問い合わせ >

〒210-0828 川崎市川崎区四谷上町10-6

財団法人 日本環境衛生センター環境科学部(担当:西尾、加藤)

Tel:044-288-5132

4. 平成13年度環境測定分析統一精度管理調査結果説明会の開催について

平成13年度に実施したCOD等、環境ホルモン類、揮発性物質及びダイオキシン類に関する調査結果の説明会を札幌、東京、大阪の3都市で9月中旬以降に開催する。希望者は本日から募集する。(説明会の詳細、問い合わせは下記参照)

なお、会場の都合等から、平成13年度環境測定分析統一精度管理調査に参加した機関を優先することをあらかじめ御了承願いたい。

< 開催予定、スケジュール >

9月18日(水) 札幌

9月27日(金) 東京

10月7日(月) 大阪

< 議事予定 >

午前 ダイオキシン類

午後 COD等、環境ホルモン類及び揮発性物質

< 募集期間 >

本日から8月30日(金)(当日必着)まで

< 参加申込み等に関する問い合わせ >

〒210-0828 川崎市川崎区四谷上町10-6

財団法人 日本環境衛生センター環境科学部(担当:西尾、加藤)

Tel:044-288-5132

環境測定分析統一精度管理調査ホームページトップ画面(参考)

(省略)

平成14年度に実施する調査

1. 基本精度管理調査(注)

(1) 土壌試料

カドミウム、鉛、水銀

分析方法:「底質調査方法」に定める方法

選択理由:土壌環境基準項目である

2. 高等精度管理調査(注)

(1) 模擬水質試料

フタル酸ジ-n-ブチル、ノニルフェノール、
4-t-オクチルフェノール、4-n-オクチルフェノール、エンドスルファン、
エチルベンゼン、塩化アリル、塩化ビニル

分析方法:「外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル」
「要調査項目調査マニュアル」に定める方法

選択理由:昨年度調査結果を踏まえた追跡調査、内分泌攪乱作用の疑いがある、
要調査項目である

(2) 模擬大気試料

ベンゼン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、ジクロロメタン
分析方法:「ベンゼン等による大気の汚染に係る環境基準について」における
「容器(キャスター)採取-ガスクロマトグラフ質量分析法」に定める方法
選択理由:大気環境基準項目であり、環境基準が設定されている

(3) ばいじん試料

ダイオキシン類

分析方法:「特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定
方法」に定める方法

選択理由:昨年度調査結果を踏まえた追跡調査、
特別管理廃棄物に関する基準が設定されている

注:「基本精度管理調査」とは基準値、公的な分析方法等が規定されている測定項目に対する調査

「高等精度管理調査」とは基準値、公的な分析方法が規定されていない(または規定されて間もない)または高度な分析技術を要する等の測定項目に対する調査

平成14年度環境測定分析検討会検討員一覧

(五十音順、敬称略、 は座長)

氏名	所属
大嶋 和雄	茨城大学教育学部教授
佐藤 寿邦	横浜国立大学大学院工学研究院教授
滝澤 行雄	国立水俣病総合研究センター顧問
武田 明治	日本大学生物資源科学部教授
谷川 義夫	新潟県保健環境科学研究所長
土屋 悦輝	工学院大学工学部応用化学科講師
本橋 勝紀	社団法人日本環境測定分析協会水質・土壌技術委員長
森田 昌敏	独立行政法人国立環境研究所統括研究官
山崎 慎一	元東北大学農学部教授

平成14年度環境測定分析統一精度管理調査部会検討員一覧

(五十音順、敬称略、 は座長)

氏名	所属
青笹 治	摂南大学薬学部助手
伊藤 裕康	独立行政法人国立環境研究所化学環境研究領域主任研究員
稲葉 一穂	独立行政法人国立環境研究所水圏環境研究領域主任研究員
今井 登	産業技術総合研究所地球科学情報研究部門 地球化学研究グループ
片谷 教孝	山梨大学工学部循環システム工学科助教授
鈴木 規之	独立行政法人国立環境研究所内分泌かく乱化学物質及びダイオキシン類のリスク評価と管理プロジェクト総合化研究チーム総合研究官
富永 衛	産業技術総合研究所化学物質リスク管理研究センター副センター長
西村 哲治	国立医薬品食品衛生研究所環境衛生化学部第三室長
牧野 和夫	環境省環境研修センター主任教官
松田 宗明	愛媛大学農学部環境計測学助手
松本 幸雄	国立環境研究所 PM2.5DEP 研究プロジェクト主任研究官
山崎 慎一	元東北大学農学部教授
山本 貴士	独立行政法人国立環境研究所循環型社会形成推進・廃棄物研究センター主任研究員

表1 参加申し込み機関数と回答機関数

区分		模擬水質試料1 (COD、全窒素、 全燐)		模擬水質試料2 (環境ホルモン類、 揮発性物質)		ばいじん試料 (ダイオキシン類及び コプラ-PCB)	
		参加 機関数	回答 機関数	参加 機関数	回答 機関数	参加 機関数	回答 機関数
公的機関	都道府県	47	46	32	28	24	22
	市	54	53	15	14	4	4
民間機関		444	423 (424)	188	138	137	127
合計		545	522 (523)	235	180	165	153

(注) 集計・解析等の対象となっている回答数を示す。

ただし、()内は遅着のために集計・解析等の対象となっていない回答を含めている。

表2 分析項目別の異常値棄却後の平均値及び精度等(模擬水質試料1)

分析項目	棄却 回答 数	棄却後 の回答 数	平均値 (mg/l)	室間精度		最小値 (mg/l)	最大値 (mg/l)	調製濃度 (設定値) (mg/l)
				S.D. (mg/l)	CV %			
COD	12	505	5.17	0.312	6.0	4.00	6.33	-
全窒素	34	457	0.415	0.0384	9.3	0.280	0.552	0.40
全燐	26	478	0.150	0.00965	6.4	0.110	0.189	0.15

表3 分析項目別の異常値棄却後の平均値及び精度等（模擬水質試料2）

分析項目	棄却 回答 数	棄 却 後 の 回 答 数	平均値 (μ g/l)	室間精度		最小値 (μ g/l)	最大値 (μ g/l)	調製濃度 (設定値) (μ g/l)
				S.D. (μ g/l)	CV %			
フタル酸ジ-n-ブチル	5	103	5.51	1.18	21.5	1.65	8.46	6.0
ニルフェノール	14	116	0.567	0.0967	17.0	0.303	0.801	0.60
1,4-ジクロロベンゼン	8	82	0.367	0.104	28.4	0.0488	0.641	0.40
塩化アリル	0	59	1.38	0.434	31.5	0.145	2.33	1.5
塩化ビニル	1	51	1.63	0.626	38.4	0.348	3.09	2.0

表4 - 1 分析項目別の異常値棄却前後の平均値及び精度等
(ばいじん試料：ダイオキシン類異性体)

区分	分析項目	棄却 回数	棄却後の 回数	平均値 (ng/g)	室間精度		最小値 (ng/g)	最大値 (ng/g)	中央値 (ng/g)
					S.D. (ng/g)	CV %			
P C D D 異 性 体	2,3,7,8-TeCDD	3	150	3.94	0.466	11.8	2.8	5.5	4.0
	1,2,3,7,8-PeCDD	3	150	27.6	3.33	12.1	16	38	28
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	3	150	38.3	5.03	13.1	24	52	38
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	3	150	37.7	5.31	14.1	22	56	37
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	3	150	47.3	7.38	15.6	24	69	47
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0	153	240	45.2	18.8	87	360	250
	OCDD	0	153	267	59.7	22.4	70	400	280
P C D F 異 性 体	2,3,7,8-TeCDF	3	150	6.66	0.910	13.7	3.7	8.6	6.7
	1,2,3,7,8-PeCDF	0	153	21.8	3.42	15.8	10	31	22
	2,3,4,7,8-PeCDF	0	153	22.7	3.42	15.1	11	32	23
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	2	151	43.4	6.25	14.4	22	65	44
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	2	151	43.8	5.76	13.1	24	60	44
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	17	136	3.18	0.958	30.1	0.84	6.4	3.2
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	1	152	37.3	5.88	15.8	17	54	37
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0	153	157	30.0	19.1	62	210	160
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	1	152	17.5	3.96	22.6	6.0	28	18
	OCDF	0	153	59.6	13.6	22.8	17	87	62

表4 - 2 分析項目別の異常値棄却後の平均値及び精度等
(ばいじん試料：ダイオキシン類同族体)

区分	分析項目	棄却回答数	棄却後の回答数	平均値 (ng/g)	室間精度		最小値 (ng/g)	最大値 (ng/g)	中央値 (ng/g)
					S.D. (ng/g)	CV %			
PCDD 同族体	TeCDDs	3	150	53.9	7.51	13.9	28	80	54
	PeCDDs	5	148	175	20.0	11.4	120	230	170
	HxCDDs	4	149	384	53.1	13.8	230	520	390
	HpCDDs	0	153	398	74.3	18.6	150	570	410
	OCDD	0	153	267	59.7	22.4	70	400	280
	PCDDs	2	151	1290	178	13.8	670	1800	1300
PCDF 同族体	TeCDFs	1	152	208	28.7	13.8	120	290	210
	PeCDFs	2	151	319	42.9	13.4	180	460	320
	HxCDFs	3	150	399	51.4	12.9	260	550	400
	HpCDFs	1	152	253	50.6	20.0	99	400	260
	OCDF	0	153	59.6	13.6	22.8	17	87	62
	PCDFs	2	151	1240	152	12.2	780	1600	1300
同族体の合計 (PCDDs + PCDFs)		3	150	2540	291	11.5	1600	3300	2500

表4 - 3 分析項目別の異常値棄却前後の平均値及び精度等
(ばいじん試料：コプラナーPCB)

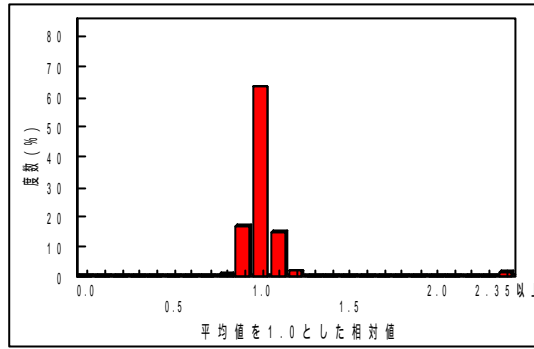
区分	分析項目	棄却 回答数	棄却後 の回答数	平均値 (ng/g)	室間精度		最小値 (ng/g)	最大値 (ng/g)	中央値 (ng/g)
					S.D. (ng/g)	CV %			
ノン オルト 異 性 体	3,4,4',5-TeCB	5	148	0.433	0.0527	12.2	0.28	0.60	0.43
	3,3',4,4'-TeCB	3	150	3.29	0.416	12.6	2.0	4.6	3.3
	3,3',4,4',5-PeCB	3	150	4.15	0.522	12.6	2.6	5.6	4.2
	3,3',4,4',5,5'-HxCB	5	148	2.01	0.376	18.7	0.98	3.3	2.0
モノ オルト 異 性 体	2',3,4,4',5-PeCB	9	144	0.443	0.0679	15.3	0.25	0.68	0.44
	2,3',4,4',5-PeCB	9	144	1.66	0.216	13.0	0.98	2.3	1.7
	2,3,3',4,4'-PeCB	6	147	2.35	0.365	15.5	1.3	3.5	2.3
	2,3,4,4',5-PeCB	10	143	0.161	0.0347	21.6	0.087	0.26	0.16
	2,3',4,4',5,5'-HxCB	9	144	1.13	0.155	13.7	0.60	1.6	1.1
	2,3,3',4,4',5-HxCB	9	144	1.88	0.264	14.0	1.0	2.8	1.9
	2,3,3',4,4',5'-HxCB	7	146	1.37	0.182	13.3	0.77	2.0	1.4
	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	6	147	1.92	0.265	13.8	1.0	2.7	1.9
そ の 他	ノンオルト	4	149	9.90	1.08	10.9	6.27	12.9	9.89
	モノオルト	8	145	11.1	1.19	10.7	7.32	15.1	11.0
	計 (コプラナー PCB)	9	144	21.0	1.99	9.45	15.7	28.0	20.8

表4 - 4 分析項目別の異常値棄却前後の平均値及び精度等
(ばいじん試料：毒性当量)

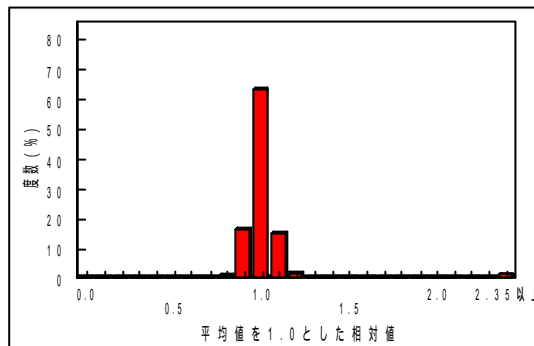
区分	分析項目	棄却 回答数	棄却後 の回答数	平均値 (ng/g)	室間精度		最小値 (ng/g)	最大値 (ng/g)	中央値 (ng/g)
					S.D. (ng/g)	CV %			
T E Q	ダイオキシン類	5	148	74.1	6.69	9.0	53.2	91.4	74.3
	コプラナーPCB	2	151	0.467	0.0564	12.9	0.239	0.588	0.440
	ダイオキシン類 + コプラナーPCB	5	148	74.5	6.70	9.0	53.9	91.9	74.8

表5 ダイオキシン類のTEQに関する過去の結果との比較

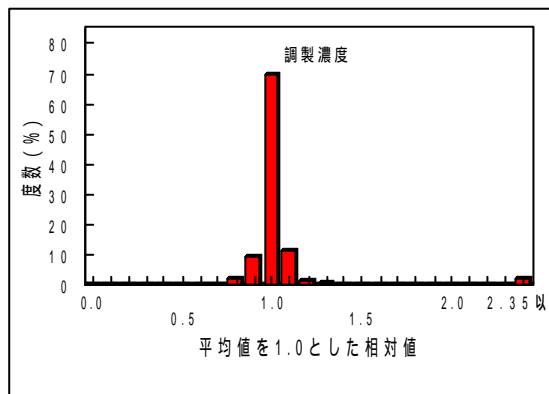
年度	試料	項目	棄却 回答数	棄却後 の回答数	平均値(中央値)	室間精度 CV%
10年	ばいじん試料	ダイオキシン類	0	61	25.9 (26) ng/g	22.7
	底質試料(海域)	ダイオキシン類	5	54	94.6(95) pg/g	19.2
11年	土壌試料	ダイオキシン類	3	93	78.5 (81) pg/g	21.1
		コプラナーPCB	4	74	1.25 (1.3) pg/g	27.3
		ダイオキシン類 + コプラナーPCB	2	76	79.2 (82) pg/g	21.2
12年	底質試料(湖沼)	ダイオキシン類	5	121	8.39 (8.4) pg/g	14.6
		コプラナーPCB	7	116	0.474(0.47)pg/g	18.8
		ダイオキシン類 + コプラナーPCB	5	118	8.87(8.8) pg/g	14.9
13年	ばいじん試料	ダイオキシン類	5	148	74.1 (74) ng/g	9.0
		コプラナーPCB	2	151	0.467(0.44)ng/g	12.9
		ダイオキシン類 + コプラナーPCB	5	148	74.5 (75) ng/g	9.0



CODのヒストグラム
(平均値:5.17mg/l)

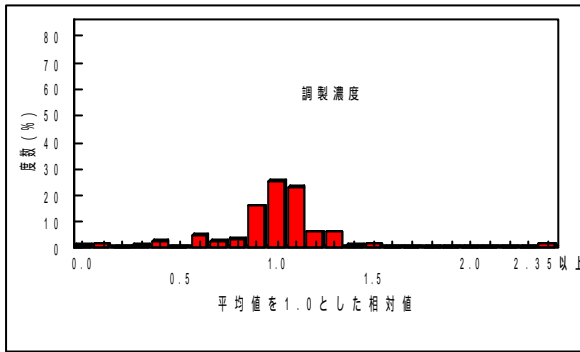


全窒素のヒストグラム
(平均値:0.415mg/l)

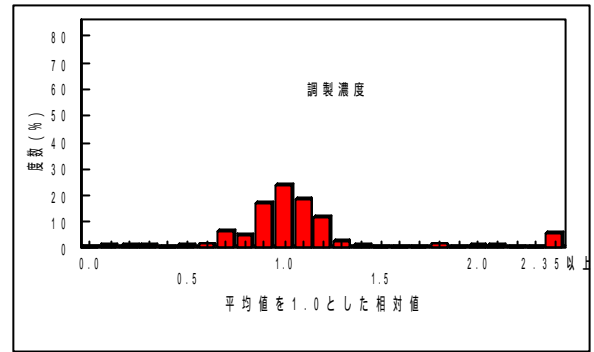


全燐のヒストグラム
(平均値:0.150mg/l)

図1 COD等のヒストグラム

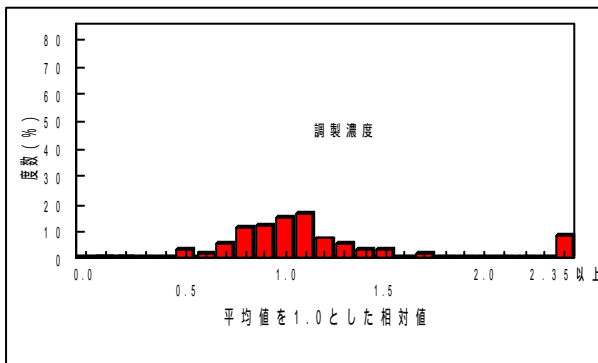


フタル酸γ-n-ブチルのヒストグラム
(平均値:5.51 μ g/l)

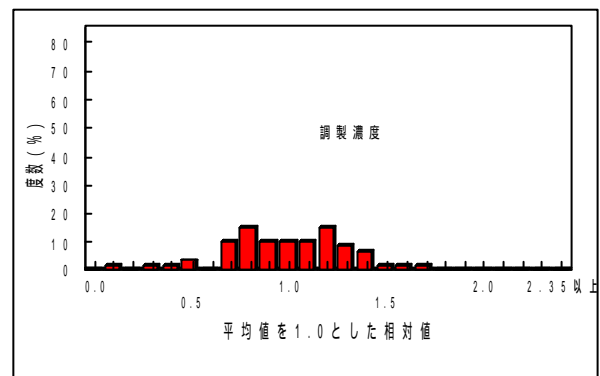


ノニルフェノールのヒストグラム
(平均値:0.567 μ g/l)

図2 環境ホルモン類のヒストグラム



エチルベンゼンのヒストグラム
(平均値:0.367 μ g/l)



塩化アリルのヒストグラム
(平均値:1.38 μ g/l)

図3 揮発性物質のヒストグラム例

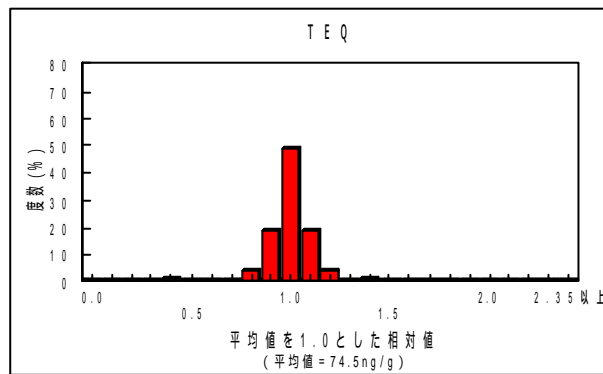
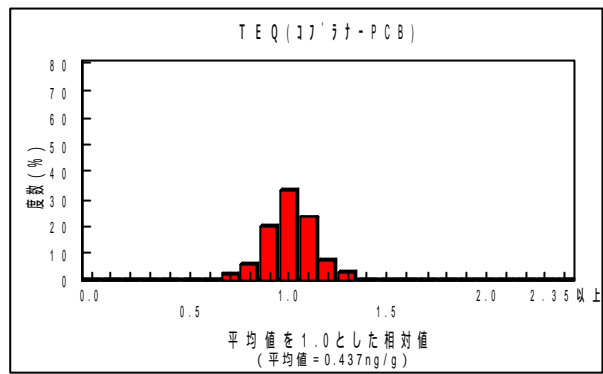
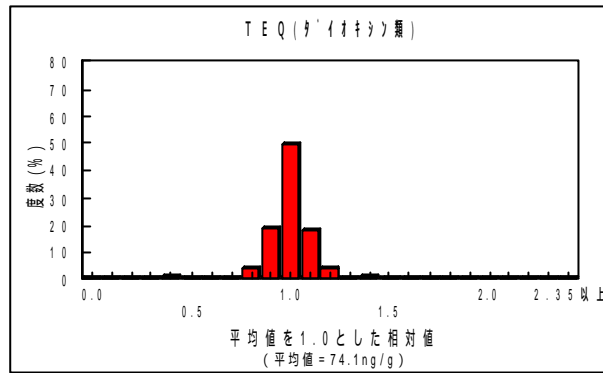


図4 ダイオキシン類のヒストグラム例