

平成25年度環境測定分析統一精度管理調査結果の概要

1. 本調査の目的等

本調査は、環境測定分析統一精度管理調査実施要領に基づき、全国の環境測定分析機関に対して参加を募り、応募のあった環境測定分析機関（以下、「参加機関」という。）に対し、均質に調製した環境試料を配布する。参加機関が推奨された分析方法等によって分析した結果に関して、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について検討・解析することをもって、①全国の分析機関におけるデータのばらつき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等の検討により分析手法、分析技術の改善に貢献する。それらにより、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ものであり、昭和50年度より長期にわたり継続的に実施している。

近年では、500前後の環境測定分析機関が参加する我が国でも最大規模の調査であり、また、毎年、多様な環境試料を調査対象とするとともに、試料毎に統計的な分析・評価を行い、その評価結果などについても明らかにしているなど、他の外部精度管理調査にはない優れた特徴を有している。

調査結果については、毎年度、「調査結果報告書」（本編・資料編合わせて500～600ページ程度）をとりまとめて参加機関や行政機関に配布するとともに、「調査結果説明会」等を開催し、分析上の留意点や分析結果に関して参加機関に技術的な問題点等をフィードバックしている。併せて環境測定分析統一精度管理調査専用ホームページ（<http://www.seidokanri.go.jp/>）において、「調査結果報告書」等の環境測定分析の精度向上に資する情報などを提供している。

2. 調査試料及び対象項目の概要

調査試料については、環境省水・大気環境局に設置の環境測定分析検討会が策定した「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23年5月23日）において、「長期計画」として「基本精度管理調査」と「高等精度管理調査」に区分した上で、概ねの項目内容を示している。

（1）基本精度管理調査

基本精度管理調査としては、参加機関からの希望が多い試料・項目とし、平成25年度は水質試料中の重金属類とした。

・水質試料1（重金属類分析用）

塩類を多く含む試料とし、水質環境基準が設定されているカドミウム、鉛、砒素及び亜鉛の4項目を対象とした。

（2）高等精度管理調査

高等精度管理調査としては、次の2試料とした。

・水質試料2（ノニルフェノール等分析用）

水質試料中のノニルフェノール等は、最近環境基準又は要監視項目に設定され（生活環境の保全に関する環境基準のうち、水生生物の保全に係る環境基準として追加。）、それらの精度確認のための調査と

した。対象は3項目であり、環境基準項目の2項目（平成24年設定のノニルフェノール及び平成25年設定のLAS（直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩））及び要監視項目の1項目（平成25年設定の4-t-オクチルフェノール）とした。

・底質試料（有機塩素化合物及び砒素分析用）

平成24年度調査における底質試料中の有機塩素化合物の分析について、精度の実態が明らかになったとは言えなかったため（回答率は低く、全体的に室間精度は良くなかった。）、各種の前処理方法例を可能とした再調査（追跡調査）とした。したがって、対象項目は平成24年度と同様とし、詳細項目（注1）3項目（p,p'-DDT、p,p'-DDE、p,p'-DDD）及び参照項目（注1）16項目（ α -HCH等）を対象とした。

重金属類（砒素）については、平成24年度調査における農用地土壌中の砒素の結果が分析方法によって異なっていたことを受け、有機塩素化合物分析用と同じ底質試料を用いることにより、追跡調査を行った。

3. 調査の経過と参加機関

本調査は、全国の環境測定分析機関に対して事前に調査への参加募集を行った（平成25年7月5日～8月6日）。応募のあった機関（参加機関）に均質に調製した試料を配布し（平成25年9月3日～5日試料配布）、参加機関による分析後、分析結果及び関連する情報を回収した（平成25年10月17日水質試料1（重金属類）・水質試料2（ノニルフェノール等）及び底質試料（砒素）、11月14日底質試料（有機塩素化合物）分析結果報告締切）。

参加機関は、全体で477機関（公的機関105、民間機関372）であり、調査結果（分析結果等）の回答は454機関、回収率としては95.2%であった。

提出された分析結果等については早期に集計・解析し、平成25年10月17日締切分については、調査結果の速報を作成し、公表した（平成25年12月6日）。さらに、環境測定分析検討会及び同統一精度管理調査部会における検討を踏まえ全体の中間報告を作成し、その公表とともに参加機関へ概要を送付した（平成26年1月16日）。

その後、外れ値等の極端な分析結果について、参加機関へアンケート調査を行い、外れ値等に対するフォローを行った（平成26年1月16日～2月7日アンケート期間）。

最終的な調査結果については、環境測定分析検討会及び同統一精度管理調査部会において更に解析・評価・検討を行って「調査結果報告書」（本編・資料編）にまとめ、参加機関に送付するとともに、全国3か所にて調査結果説明会を実施しフィードバックを行う（平成26年6月報告書送付、平成26年7月説明会予定）。また、地方自治体については、地域ブロックごとの会議にて報告を行うこととしている（平成26年7月予定）。

（平成25年度調査の参加機関数及び回答機関数）

区分		参加機関数	回答機関数	回収率(%)
公的機関	都道府県	51	51	100.0
	市	54	53	98.1
民間機関		372	350	94.1
合計		477	454	95.2

4. 調査の結果及び精度管理

(1) 重金属類（カドミウム、鉛、砒素及び亜鉛）〈水質試料1〉

①試料

分析対象項目を含む標準液（カドミウム、鉛、砒素及び亜鉛の各標準液）、人工海水の成分（塩化ナトリウム、塩化マグネシウム、硫酸ナトリウム、塩化カルシウム、塩化カリウム及び炭酸水素ナトリウム）及び硝酸の所定量を超純水に溶かした。その後、混合・均質化し、500 mL ポリエチレン瓶に約 500 mL を入れた（この試料の pH は、約 1（測定値 1.06）とした）。参加機関へは瓶を各 2 個送付した。

なお、分析試料中の対象項目の濃度は水質環境基準値程度、人工海水成分は海水の 1/10 程度とした。

②結果

項目	回答数	外れ値等による棄却数	平均値 (外れ値を除く)	室間精度CV (外れ値を除く)	設定値 (調製濃度)
カドミウム	399	26	0.00237 mg/L	13.1 %	0.0025 mg/L
鉛	392	29	0.00866 mg/L	12.6 %	0.0088 mg/L
砒素	384	24	0.00761 mg/L	12.1 %	0.0075 mg/L
亜鉛	376	25	0.0151 mg/L	15.7 %	0.015 mg/L

③まとめ

回答数は 376～399 であり、多い順にカドミウム、鉛、砒素、亜鉛であった。外れ値等（注 2）を除いた平均値は 4 項目とも調製濃度と概ね適合しており、室間精度（CV）（注 3）は 12.1～15.7% で、4 項目とも良い精度（相応の精度）と考えられた。

以下、項目別に結果の概要及び分析実施上の留意点等を示す。

・カドミウム

適用している分析方法としては、ICP 質量分析法が多く、ICP 発光分光分析法、電気加熱原子吸光法の順であり、その他の方法としてフレーム原子吸光法は 3 と少なかった。外れ値の割合としては、電気加熱原子吸光法が多く、ICP 発光分光分析法、ICP 質量分析法は少なかった。室間精度については、ICP 質量分析法よりも電気加熱原子吸光法及び ICP 発光分光分析法が大きい傾向であった（ICP 質量分析法の室間精度（CV）の値は小さかった）。

試料中には海水の 1/10 程度の塩類を含んでおり、全体の平均値は少し低くなっているが、これらマトリックスからの分離（溶媒抽出又はキレート樹脂による固相抽出）や標準添加法による定量を行うことで設定値に近い値となっており、マトリックスの分離等が望まれた（特に、電気加熱原子吸光法や ICP 発光分光分析法で望まれた）。なお、電気加熱原子吸光法や ICP 発光分光分析法では、マトリックスの分離を行わず、さらに絶対検量線法での定量を行ったことが原因と思われる外れ値の例が多くみられた。

・鉛

適用している分析方法は、ICP 質量分析法が多く、ICP 発光分光分析法、電気加熱原子吸光法、フレーム原子吸光法の順であり、その他の方法はなかった。外れ値の割合は、概ねカドミウムと同様であった。室間精度（CV）の値は、ICP 質量分析法が他の方法よりも小さかった。

マトリックスの影響については、カドミウムと同様であったが、その影響の程度はカドミウムよりも小さかった。

・砒素

適用している分析方法としては、水素化物発生原子吸光法が多く、次に ICP 質量分析法、水素化物発

生 ICP 発光分光分析法となっており、他の方法はなかった。平均値については、ICP 質量分析法と水素化物発生法（水素化物発生原子吸光法及び水素化物発生 ICP 発光分光分析法）で違いがあり、ICP 質量分析法は大きい値となっていた。水素化物発生法での平均値は設定値との良い一致であったため、ICP 質量分析法ではコリジョン・リアクションセルを使用しても共存する塩化物イオンからのスペクトル干渉が必ずしも確実に除去できていないことが原因と思われ、他の方法との併用等が必要と考えられた。

今回の調査は水素化物発生法の JIS K 0102 改正（予備還元での添加試薬、塩酸濃度及び反応時間が変わる）と時期が重なったために、参加機関によって新旧 JIS が使用されていたが、今回の試料が水素化物発生を妨害するような成分が含まれていない模擬水質試料であることから、その差は見いだせなかった。しかし、小さい値として外れ値となった結果では予備還元をしなかったことが原因と想定される回答があり、また実試料では水素化物発生を妨害する成分を含むこともあり、実試料を測定する場合には予備還元は公定法に従った操作（新 JIS に準拠した操作）が望まれた。

・亜鉛

適用している分析方法は、ICP 発光分光分析法と ICP 質量分析法が多く、次にフレーム原子吸光法であり、電気加熱原子吸光法は回答数 3 と極端に少なく、その他の方法はなかった。外れ値の割合は、概ねカドミウム及び鉛と同様であった。平均値及び室間精度（CV）については ICP 発光分光分析法と ICP 質量分析法に違いがあり、室間精度（CV）は ICP 質量分析法が小さく、平均値は ICP 発光分光分析法が ICP 質量分析法及びフレーム原子吸光法よりも大きい値であった。

なお、カドミウムや鉛と同様にマトリックスの影響と考えられる結果もみられたが、その影響の程度は小さかった。ただし、亜鉛では汚染のために高値となったと思われる外れ値の例も多くみられ、汚染の低減が望まれた。

（２）ノニルフェノール等<水質試料 2>

①試料

分析対象の 4-ノニルフェノール、4-*t*-オクチルフェノール、デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液（C10-LAS）、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液（C11-LAS）、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液（C12-LAS）、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液（C13-LAS）及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液（C14-LAS）の所定量をメタノールに溶かし、混合・均質化した後、5 mL アンプルに約 5 mL を入れた。参加機関へはこのアンプル各 3 個送付した。

分析試料は、送付した試料を水で 1000 倍希釈して調製する。分析試料中の対象項目の濃度は、水質環境基準値程度（以下）とした。

②結果

項目	回答数	外れ値等による棄却数	平均値 (外れ値を除く)	室間精度CV (外れ値を除く)	設定値 (調製濃度)
ノニルフェノール	94	5	0.730 $\mu\text{g/L}$	20.6 %	0.75 $\mu\text{g/L}$
4-t-オクチルフェノール	39	3	0.351 $\mu\text{g/L}$	14.0 %	0.31 $\mu\text{g/L}$
C10-LAS	72	2	0.641 $\mu\text{g/L}$	11.1 %	0.65 $\mu\text{g/L}$
C11-LAS	72	2	1.76 $\mu\text{g/L}$	11.6 %	1.8 $\mu\text{g/L}$
C12-LAS	72	2	1.66 $\mu\text{g/L}$	12.8 %	1.7 $\mu\text{g/L}$
C13-LAS	72	2	0.807 $\mu\text{g/L}$	16.9 %	0.85 $\mu\text{g/L}$
C14-LAS	72	3	0.346 $\mu\text{g/L}$	21.7 %	0.40 $\mu\text{g/L}$
-----	-----	-----	-----	-----	-----
LAS	72	2	5.22 $\mu\text{g/L}$	12.2 %	5.40 $\mu\text{g/L}$

③まとめ

回答数は、水質環境基準項目であるノニルフェノールが 94、LAS が 72 であり、それに比べて要監視項目である 4-t-オクチルフェノールが 39 と少なく、水質環境基準項目又は要監視項目に最近設定された項目のためか、全体的に回答数は少なかった（例えば、平成 22 年度調査での要監視項目のジクロロボスの回答数は 182 であった）。

外れ値等を除いた平均値は多くの項目とも調製濃度と概ね適合しており、室間精度（CV）は 11.1～21.7%であったが、ノニルフェノールと C14-LAS の 20%程度を除くと 11.1～16.6%であった。

以下、項目別に結果の概要及び分析実施上の留意点等を示す。

・ノニルフェノール（注 4）

適用している分析方法としては、固相抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法（固相抽出-GC/MS）が多く、溶媒抽出-GC/MS は 1 割程度と少なく、その他の方法はなかった。平均値、室間精度（CV）とも、分析方法間に違いは見られなかった。

分析操作では、試料の pH 調節が 3.5 より小さいと室間精度（CV）は大きくなる、空試験値が大きいと室間精度（CV）が大きくなる、サロゲートの回収率が良くないと平均値がよくない傾向等が調査結果で見られ、適切な pH 調節、空試験値の低減、サロゲートの回収率の向上が望まれた。

なお、4-ノニルフェノールの 13 異性体の分析結果は参考値としているが（注 4）、13 異性体の濃度は 0.0243～0.119 $\mu\text{g/L}$ であり、その室間精度（CV）は 20.8～43.1%であった。濃度的には 3 異性体（番号 8、10、12）が 0.0243～0.0289 $\mu\text{g/L}$ と低濃度であったが（他は 0.0408～0.119 $\mu\text{g/L}$ ）、室間精度（CV）は異性体番号 12 が 43.1%と極端に悪かった（異性体番号 12 を除くと CV は 20.8～28.6%であった）。異性体番号 12 については、低濃度とともに、感度等に留意して測定することが望まれた。

・4-t-オクチルフェノール

適用している分析方法としては、ノニルフェノールと概ね同様であり、固相抽出-GC/MS が多く、溶媒抽出-GC/MS は少なく、その他の方法はなかった。平均値、室間精度（CV）とも、分析方法間に違いは見られなかった。分析操作としては、サロゲートの種類や回収率により結果の違いが見られ、適切なサロゲートの使用と回収率の向上が望まれた。

・LAS（注 4）

すべての回答とも固相抽出-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）であり、その他の方法はなかった。

同族体（注 4）の結果については、C の数が増すごとに室間精度（CV）の値が大きくなっていた。

分析操作としては、高速液体クロマトグラフのグラジェントの有無により結果に違いが見られた（その傾向はCの数が増すごとに大きかった）。このことから、グラジェントを用いない条件（特にC13-LAS、C14-LASのような長鎖同族体）での定量には注意が必要と考えられた。

（3）有機塩素化合物<底質試料>

①試料

海域において底質を採取し、50℃において乾燥後、夾雑物を除去する。その後、150 μm（100メッシュ）のふるいを通した部分を集め、さらに混合・均質化して、100 mLのガラス製の瓶に約50 g入れた。参加機関へは瓶を各1個送付した。

なお、底質の採取にあたっては、分析対象項目（詳細項目及び参照項目）の多くが測定可能な濃度となるように配慮し、濃度は平成24年度と同程度とした。

②結果

項目	回答数	外れ値等による棄却数	平均値 (外れ値を除く)	室間精度(CV) (外れ値を除く)
(詳細項目：3項目)				
p, p' -DDT	18	3	9.48 μg/kg	20.7 %
p, p' -DDE	20	2	13.0 μg/kg	17.6 %
p, p' -DDD	20	2	7.98 μg/kg	33.4 %
(参照項目：16項目) 回答数が4～9と少なく、また「ND等」もあり、統計量（外れ値等を除いた平均値及び室間精度等）を示していない。				

③まとめ

回答数は（有機塩素化合物全体では）24、そのうち詳細項目（3項目）では18～20、参照項目（16項目）では4～9であり、前記のカドミウムやノニルフェノールに比べて著しく少なかった。

分析方法としては、すべてが溶媒抽出-GC/MSであった。GC/MS法の内訳としては（p, p' -DDEで示すと）、四重極質量分析法（GC/QMS）が11回答、高分解能質量分析法（GC/HRMS）が8回答、タンデム質量分析法（GC/MS/MS）が1回答であった。前処理（特にクリーンアップ操作）が難しいため、その対応として平成24年度の調査結果や今回の実施要領等においてクリーンアップ例の紹介・説明等を行ったが、回答数は平成24年度より多くならなかった（大きく変わらなかった）。なお、分析方法の内訳も平成24年度と大きく変わらなかった。

一部の項目（他の項目に比べて低濃度であるアルドリン、エンドリン及びオキシクロルデンの3項目）においては平成24年度と同様に多くの結果が「ND等」であったが、全体に大きい値（オーダーの異なる結果）の外れ値は平成24年度よりも少なくなっていた。また、外れ値等を除いた室間精度（CV）は、詳細項目で17.6～33.4%と平成24年度（27.5～46.5%）よりも良くなっていた。これは、試料中の有機物が若干少なくなったこと（強熱減量として24年度15.2%、25年度11.9%）もあるが、クリーンアップ操作としてフロリジルカラム又はシリカゲルカラムに硫酸処理（硫酸シリカゲルを含む）を追加した回答が25年度は増えたためと考えられた。ただし、参照項目では平成24年度と同様に回答数が少なく、大きなCV値の項目もみられ、項目により大きく異なっていた。

分析方法別の結果としては、p, p' -DDTはGC/QMSがGC/HRMSに比べて室間精度（CV）の値は有意に大きく、また、p, p' -DDE及びp, p' -DDDも同様の傾向であった。GC/QMS、GC/HRMSとも、サロゲートを用いた内標準法とサロゲートを用いない内標準法があり、室間精度（CV）が大きくなるのは主としてGC/QMSのサロゲートを用いない内標準法の結果によると考えられ、サロゲートを用いた内標準法による測定が望

まれた。

(4) 砒素<底質試料>

①試料

試料の調製方法は、前記(3)①と同様である。

ただし、試料を入れる容器は100 mLポリエチレン製の瓶とした。

②結果

項目	回答数	外れ値等による棄却数	平均値 (外れ値を除く)	室間精度(CV) (外れ値を除く)
砒素	218	11	6.02 mg/kg	17.4 %

③まとめ

回答数は218であり、水質試料における砒素(回答数384)よりも少なかった。室間精度(CV)は17.4%であり、平成24年度での農用地土壌における結果(回答数308、棄却数6、平均値0.817 mg/kg及び室間精度31.2%)と比べると、今回の精度は良くなっていた(ただし、濃度は10倍程度である)。以下、分析方法(農用地土壌汚染防止法に規定されている農用地土壌汚染対策地域の指定要件に係る砒素の量の検定の方法、昭和50年総理府令第31号)に基づき、試料液(1 mol/L塩酸による溶出液)の調製方法と検定の方法に分けて示す。

・試料液の調製方法

農用地土壌汚染防止法の方法と異なった操作(例えば、試料量、溶媒量、振とう方法等)を行った例が見られたが、分析結果については農用地土壌汚染防止法の方法との違いが見られなかった。しかし、試料液の調製では、試料量10.0 g、溶媒量50.0 mL等のように規定されており、これらの基本的な条件は守る必要がある。

・検定の方法

適用している分析方法としては、水素化物発生原子吸光法が多く、次に水素化物発生 ICP 発光分光分析法、ICP 質量分析法となっており、他の方法は3回答(ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光度法1、水素化物発生をしない ICP 発光分光分析法2)と少なかった。平均値及び室間精度とも、分析方法間には違いは見られなかった。なお、平成24年度調査における農用地土壌の結果は ICP 質量分析法と水素化物発生法(水素化物発生原子吸光法及び水素化物発生 ICP 発光分光分析法)で平均値に違いがあり、ICP 質量分析法が大きい値となることは今回の調査の水質試料でも同様な傾向であったが、この底質では異なる結果となっていた。これは今回の底質の砒素濃度が高い(塩化物イオン濃度との比は平成24年度調査の農用地土壌及び今回の水質よりも高い)ため、ICP 質量分析法での共存する塩化物イオンからのスペクトル干渉が相対的に小さくなり、水素化物発生法との違いがなくなり、結果的には室間精度(CV)も24年度の農用地土壌31.2%から今回の底質17.4%と良くなったと考えられた。今回の水質のように砒素が相対的に低濃度の試料では、今後も慎重な対応が必要と考えられた。

なお、水素化物発生法において外れ値となった結果では、前処理や予備還元の手続きをなかったことが原因と想定される回答があり、公定法に従った操作(水質試料と同様に新 JIS に準拠した操作)が望まれた。

5. 平成25年度調査の総括

平成 25 年度の環境測定分析統一精度管理調査は多くの参加機関があり、全体的に良好もしくは相応な精度の結果が多かった。特に、水質試料中の重金属類（カドミウム、鉛、砒素及び亜鉛）については、良好な結果であった。水質試料中のノニルフェノール、4-*t*-オクチルフェノール及び LAS についても、概ね良好な結果であった（ただし、LAS の一部同族体（C14-LAS）では若干ばらつきがみられた）。

追跡調査であった底質試料中の有機塩素化合物については、平成 24 年度と同様に回答数は少なかったが、クリーンアップ操作の改善等があり精度は若干良くなった。

また、追跡調査であった底質試料中の砒素については、平成 24 年度の農用地土壌試料よりも砒素濃度が高かったためか、水素化物発生法（水素化物発生原子吸光法及び水素化物発生 ICP 発光分光分析法）と ICP 質量分析法の平均値は概ね同じであった。

本調査は、その時々ニーズ（測定項目等）や測定分析方法等を踏まえて長年実施しており、以上のような積み重ねから、環境測定分析の精度の向上や環境測定データの信頼性の確保に役立っていると考えられる。最後に、平成 25 年度の調査結果のうち、分析精度の向上のため、特に留意すべき事項（追跡調査の必要性を含めて）を以下に示す。

- ・水質（重金属類：カドミウム、鉛及び亜鉛）

試料中に多量の塩類等を含んでいる場合には、これらマトリックスからの分離（溶媒抽出又はキレート樹脂による固相抽出）又は標準添加法による定量等が必要である。このことは、特に原子吸光法や ICP 発光分光分析法では有効である。

- ・水質及び底質（重金属類：砒素）

ICP 質量分析法では、試料中の砒素濃度が高い（塩化物イオン濃度との比が高い底質試料）場合にはコリジョン・リアクションセルによる共存する塩化物イオンからのスペクトル干渉が相対的に小さくなり、水素化物発生法との違いがなくなったが、砒素濃度は低い水質試料の場合（平成 24 年度調査の農用地土壌試料も同様）には塩化物イオンからのスペクトル干渉が確実に除去できていないために水素化物発生法との違いがあり、低濃度では慎重な対応が必要である。

水素化物発生法では、前処理（酸分解）や予備還元の実行を行わなかったことが原因で小さい値となり（底質試料では小さい値の外れ値が多く）、公定法に従った前処理及び予備還元の実行が必要である。

- ・水質（ノニルフェノール等）

「ばらつきの大きい項目（ノニルフェノール、C14-LAS 等）があった」、「これまでの類似項目の調査結果と比較すると、いずれの項目も回答数が少なく、これから分析開始する機関があり今後回答数が増えると想定される」こと等から、再度の調査（追跡調査）が必要と考えられる。なお、ノニルフェノールでは異性体、LAS では同族体により精度が異なっている点があり、それらを踏まえた調査が望まれる。

- ・底質（有機塩素化合物）

GC/QMS が GC/HRMS に比べて室間精度（CV）の値は大きい傾向がみられ、室間精度（CV）が大きくなるのは主として GC/QMS のサロゲートを用いない内標準法の結果によると考えられたことから、サロゲートを用いた内標準法による測定が望まれる。

（注 1）詳細項目、参照項目

詳細項目とは、分析結果とともに分析条件等も報告とした調査であり、水質試料中の重金属類やノニルフェノール等と同様となる。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している。

- ・詳細項目 (3 項目) : p, p'-DDT、p, p'-DDE、p, p'-DDD
- ・参照項目 (16 項目) : α -HCH、 β -HCH、 γ -HCH(リンデン)、 δ -HCH、アルドリン、ディルドリン、エンドリン、cis-クロルデン、trans-クロルデン、オキシクロルデン、cis-ノナクロル、trans-ノナクロル、ヘキサクロロベンゼン(HCB)、o, p'-DDT、o, p'-DDE、o, p'-DDD

(注 2) 外れ値等の棄却

分析結果については、次のように外れ値を棄却した((イ)を除いた後、(ロ)を除き、あわせて「外れ値等」とした)。

(イ) 「ND」、「〇〇以下」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

なお、水質試料 1 中の重金属類については、室内の併行測定回数を 3 回としており、2 回以下の結果は外れ値等として取り扱った。また、3 回の室内変動 (変動係数) が大きく、上記 (イ) 及び (ロ) を棄却した後の室間変動 (変動係数) を超えるものを外れ値等とした。

(※) 数値的な外れ値の検定方法であり、JIS Z 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)、室内精度(CV)

室間精度は同一試料の測定において、異なる試験室おける測定値の精度をいう。一方、室内精度は同じ試験室におけ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。

(注 4) ノニルフェノール及び LAS の標準液と分析方法

ノニルフェノールの分析方法(水質環境基準告示による方法)は、4-ノニルフェノールの異性体(異性体番号 1~13)を測定し、分析結果(ノニルフェノールの濃度)を求める。なお、標準物質であるノニルフェノールは、異性体(異性体番号 1~13)の混合物であり、ガスクロマトグラフ法(GC/FID)によって異性体の組成比を求め、その組成比を用いて試料中の各異性体を定量する。なお、異性体番号は、GC/MS 測定での保持時間の順である。

LAS の分析方法(水質環境基準告示による方法)は、C10-LAS(デシルベンゼンスルホン酸)~C14-LAS(テトラデシルベンゼンスルホン酸)の同族体濃度をそれぞれ測定し、LAS の濃度を求める。C10-LAS~C14-LAS の各同族体については、それぞれに対応した標準液を用いて定量する。