

環境測定分析 統一精度管理調査について

平成24年7月



環境省 水・大気環境局
総務課環境管理技術室

調査実施の背景

- 環境測定分析は、環境保全の法令や制度・施策を実施するための全ての基礎であり、地方自治体や民間の環境測定分析機関の分析に携わる技術者がそれを支えている。
- 分析精度が確保されなければ、環境行政への社会の信頼を揺るがすだけでなく、失われた環境の修復には多大な費用・労力と長い年月を要し、大きな社会的・経済的損失を招く。
- こうしたことから、環境省では、本調査を昭和50年度から毎年度継続して実施して、環境測定分析機関による測定分析の精度の向上と信頼性の確保を図っている。

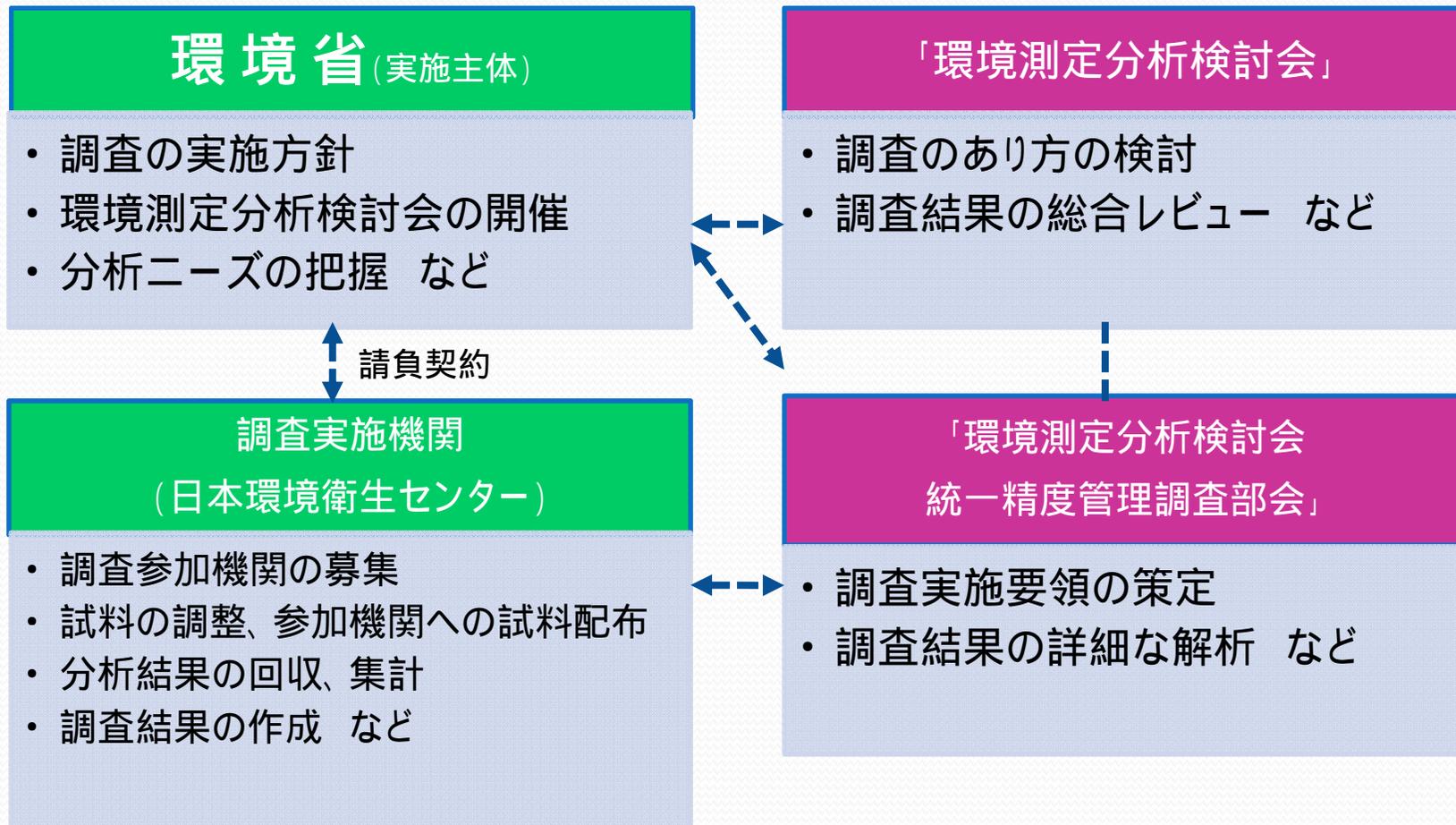
調査の内容

- 環境測定分析に従事する多数の分析機関が、均質に調製された環境試料を定められた方法等に従い分析することによって得られる分析結果から、分析機関の分析技術水準の実態把握、使用測定機器等の違いによる分析結果への影響の解析・調査等を行う。
- これらの結果を受け、分析上の留意点、技術的な問題点等を分析機関にフィードバックすることにより、分析機関全体の精度の向上に資する。

調査の特徴

- 長期的な計画に基づき幅広い試料や項目を対象としている。
- 分析方法が確立されていないものや規定されて間がないものも対象としている。
- 分析結果のほか、前処理条件、測定機器の使用条件等までを含めた調査を行っている。
- 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となっている。

調査の実施体制



最近の調査試料及び参加実績について

年度	分析対象試料	対象試料形態	分析対象項目	公的機関	民間機関	参加機関数
20	ばいじん溶出液	水による溶出液(硝酸酸性)	Cd、Pb、As、Ca	84	370	487
	下水汚泥	下水汚泥	Cr、B	37	330	
	模擬水質	イタノール溶液	TBT、TPT、p,p -DDE、p,p -DDD	29	72	
	ばいじん	バグフィルターダスト	ダイオキシン類	24	116	
21	模擬排水	水溶液	COD、全窒素、硝酸性窒素	109	370	522
	廃棄物(ばいじん)	乾燥	Pb、Cu、Ca	72	351	
	廃棄物(ばいじん)	乾燥	ダイオキシン類	22	107	
	模擬大気	人工空気ペース	詳細項目(ベンゼン、1,3-ブタジエン、トリメチルベンゼン類及びジクロロジフルオロメタン)の4項目及び参照項目(トリクロロエレン等)の38項目	50	37	
22	土壌	土壌	Pb、Cu、F、Ca	78	352	465
	模擬大気	人工空気ペース	詳細項目(ベンゼン、1,2-ジクロロエタン、ポリメチルベンゼン類及び四塩化炭素)の4項目及び参照項目(トリクロロエレン等)の38項目	47	36	
	模擬水質	アセトン溶液等	農薬(ジクロルホス、フェノカルブ)及びその他の物質(PFOS、PFOA)	65	154	
	底質	底質(海域)	PCB	23	154	
23	(別途記載)					514

調査事業を巡る動き

環境省行政事業レビューの実施(平成22年)

- ◆ 政府方針(20年間以上経過した事務事業の廃止を前提とする検証)を踏まえ、環境省予算監視・効率化チーム会合において審議
- ◆ チーム所見:長期にわたり実施している事業であり、特に優先度の高い項目に重点化し予算規模を見直すとともに、事業計画の見直しや分析機関の教育等、事業の在り方について検討すべき。

本事業の見直しに着手

- ◆ チーム所見の趣旨も踏まえ、長期計画である「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19年3月環境測定分析検討会)の見直しを1年前倒しで実施。
- ◆ 平成23年度から平成27年度までの5年間における、調査の内容、実施方法等を定める。 **新しい「あり方」を平成23年5月に策定**
- ◆ 調査のこれまでの成果を総括したうえで、引き続き調査を実施する目的、意義、今後の展望等を改めて整理する。

「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・環境測定分析検討会)

主なポイント

背景

- 現下の厳しい財政状況の中で、行政事業の趣旨とそれに照らした効果が厳しく問われている状況。
- 環境測定分析検討会において、「環境測定分析統一精度管理に関する調査」がより効率的、効果的に実施されるよう、これまでの取組の成果や課題について評価を行うとともに、今後の調査のあり方について検討を行い、取りまとめたもの。
- これまで継続的に本調査を実施してきたことによる効果が確認され、本調査の実施は我が国の環境測定分析機関における分析精度の向上、信頼性の確保に重要な役割を果たしてきたと考えられる。

現状と課題

- 計量法に基づく特定計量証明事業者制度創設、環境省におけるダイオキシン類の請負調査の受注資格審査の開始、試験機関を認定する仕組を規定した国際規格ISO17025の発行など、分析精度向上等を巡る情勢は大幅に変化。
- 環境測定分析機関においては、試験結果への信頼性獲得、他機関との差別化、業務の国際化への対応等のため、認定等を自主的に取得しようとする動き。
- 一方、認定等の取得・維持には多額の費用を要するため本調査参加機関における取得率は未だ低い割合。取得した機関でも必ずしも分析精度の向上が顕著とはなっていない。

環境測定分析機関の分析精度の向上を図るためには、技術者一人ひとりの技能の向上に取り組むことが一層求められる。

- 
- 地域の環境監視に重要な役割を担う地方自治体では、業務の効率化等を背景に、近年、環境測定分析を民間機関へ委託する事例が増加。
 - 外部委託先の検査ミス、分析結果での異常値発生といった精度管理の問題、地方自治体では外部委託先の分析結果を適正に確認できる職員の減少といった人事管理上の問題が発生。

環境測定分析の信頼性、環境対策関係法の執行の安定確保のためには、自治体から委託を受けた民間分析機関の精度向上、自治体の管理能力の確保・向上に取り組むことが不可欠。

取組の方向性

- 精度管理調査は、環境測定分析機関の分析精度向上のための重要な手段であり、引き続き実施する必要がある。
- 調査の実施に当たり、環境測定分析機関の分析精度向上を巡る情勢の変化、それに伴う参加機関の必要性等に適切に対応し、調査試料、内容等の重点化を図り、より効果的なものとなるよう、不断の見直しを行っていく。
- 環境測定分析機関においても、本調査に積極的かつ継続的に参加することにより、分析担当者の技能等を再確認する機会を確保することが望まれる。
- これらの取組の結果、調査参加機関の動向等を適切に把握しつつ、調査実施主体など調査全体の枠組も含めた、精度管理調査の将来像についても検討を行う必要がある。

重点的な取組

- 平成23年度から27年度の計画期間における重点的な取組

(1) 地方自治体の環境測定分析機関の取組への支援

- 地方自治体において環境測定分析業務に関する知識・経験を有する職員の育成・確保が必要。
- 外部委託結果の分析精度を確保するため、自治体から委託を受けた分析機関において、より適切な精度管理が行われることが必要。

- 地方自治体等の必要性に応じた調査試料の重点化等を行うことにより、環境測定分析機関が精度管理調査を一層利用しやすくする。
- 公定法等に書かれていない分析手法に係るノウハウ等は分析担当者間で受け継がれ、調査結果の分析上の留意点として明示された情報は各分析機関で共有されることから、分析結果の解説、評価において改善等を行う。

(2) 調査結果の積極的な活用

- 本調査により得られた貴重な知見は、これまでも公定法の改定等に当たり、全国の環境測定分析機関における分析方法の実態、精度を確認するための情報として活用されてきた。
- こうした情報を一層有効活用するため、分析手法の改善に結びつける取組や、分析上の留意点等に関する情報を積極的に開示する取組を強化し、環境測定分析機関における分析精度の向上を図ることが必要。

➤ 精度管理調査の結果を踏まえ、公定法の改定等へ向けた「提言」を行う等により、調査結果を積極的に活用する。



平成23年度環境測定分析統一精度管理調査結果に基づく環境測定分析方法等に関する提言について(抜粋)

全体はHPに(<http://www.seidokanri.go.jp/meeting/index.html>)に掲載してあります。

今後の環境測定分析において、留意するとともに、改善していくべき事項が見受けられたことから、以下について、周知徹底を推し進めていく。

排水試料(BOD)について

排水基準告示(排水基準を定める省令の規定に基づく環境大臣が定める排水基準に係る検定方法:昭和49年環境庁告示64号)としてJIS K 0102に例示されていない植種液(市販品の植種菌製剤等)については、事前の検討(馴化、試料への適否等)を行い、適切と判断した場合に使用する。

排水試料(ふっ素)について

排水基準告示としてJIS K 0102に規定されている蒸留操作については、添加回収試験を行って適切な条件(蒸留温度、留出速度等)の設定を行う(または、必要に応じて測定値の補正を考慮する)ことが望ましい。なお、特に分析精度が低い場合には、添加回収試験は、試料ごとに行うことが望ましい。

水質試料(ジクロロポス、フェノブカルブ)について

以下に示す2つの事項は、環境基準告示や排水基準告示として示されているシマジン、その他の農薬においても該当すると考えられる。

・内標準物質(シリンジスパイク)の使用

分析精度が低い場合には、ナフタレン-d8、フェナントレン-d10、フルオランテン-d10、クリセン-d10等の内標準物質(シリンジスパイク)を用いた定量により分析精度が向上する(JIS K 0128に規定されている、ガスクロマトグラフ質量分析法による多成分分析において、ナフタレン-d8、フェナントレン-d10、フルオランテン-d10、クリセン-d10などの内標準物質(シリンジスパイク)を用いた方法による定量も示されている)。

・固相の脱水とその効果の確認

試料抽出後の固相の脱水方法(脱水方法、時間等)は装置等で異なるが、クロマトグラムをみて脱水の効果確認を行う。例えば、クロマトグラムにおいてピーク割れやリーディング、過度なテーリングがみられた場合には、脱水不足の可能性があり、脱水方法の再検討を行う(ただし、同様なクロマトグラムでも、分析機器やカラムの調整不足等の他の原因の場合も考えられるので、これらも合わせて検討する)。

計画期間における実施内容

(1) 調査の実施

- 各年度の調査試料は、行政上の必要性、環境測定分析技術等を定期的・継続的に把握するという目的及び計画期間の重点課題を踏まえ、以下の区分及び試料数として重点的に実施。
 - ✓ 環境測定分析機関において、分析の頻度が高い一般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
 - ✓ 環境省において、公定法の策定等を目的として試料を選定し実施する高等精度管理調査……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
- 環境測定分析の国際化や分析精度に対する一般的な信頼性を維持するため、分析方法については、公示法の他、環境省のマニュアル、JIS、ISO等の規格・基準に基づいた方法を推奨。

調査計画

各年度の調査試料及び項目は概ね本計画のとおりとし、各年度の調査実施に当たり別に定める。

		平成22年度(参考)	平成23年度	平成24年度	平成25年度	平成26年度	平成27年度
基本 精度 管理 調査	水質・地下水試料		BOD、COD、全窒素等 (模擬水質試料)		金属類等 (模擬水質試料)	BOD、COD、全窒素等 (模擬水質試料)	
	土壌・底質試料	栄養塩類、金属類等 (実試料)		栄養塩類、金属類等 (実試料)			
	大気試料						NOx、SOx等 (模擬ガス試料)
	生物、その他試料				金属類等 (実試料(廃棄物、生物 等))		
高等 精度 管理 調査	水質・地下水試料	要監視項目、要調査 項目等 (模擬水質試料)	(追跡調査)		要監視項目、要調査項 目等 (模擬水質試料)	(追跡調査)	
	土壌・底質試料	PCB (実試料(底質))	フタル酸エステル等 有機化合物等 (実試料) 土壌 ダイオキシン類	(H22追跡調査) 底質 PCB			フタル酸エステル等 有機化合物等 (実試料)
	大気試料	有害大気汚染物質 等(模擬大気試料等)				有害大気汚染物質等 (模擬大気試料等)	(追跡調査)
	生物、その他試料			ダイオキシン類 (実試料(廃棄物))			

(2) 解析・評価

- 解析・評価は、いわゆる共通解析による。
- 分析上の留意点を把握することによって、環境測定分析機関の分析精度向上を図るため、極端な分析結果(外れ値等)を出した調査参加機関、測定項目を対象とした記録書類(分析条件、クロマトグラム等)の精査、アンケート調査を実施。
- 外れ値等を除いた結果を対象とした分散分析(分析条件等による要因解析)等を実施。
- それにより、特定された誤差要因、その要因に基づく分析手法の改善又は分析手法上の留意点は、調査結果報告書に記載し、調査結果説明会等でその内容を具体的かつ重点的に解説。

平成23年度調査結果の概要

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	64	63	98.4
	市	53	52	98.1
民間機関		397	381	96.0
合計		514	496	96.5

調査内容

「基本精度管理調査」1試料、「高等精度管理調査」2試料、計3試料において実施。

1. 基本精度管理調査 模擬排水試料(一般項目分析用)

排水基準が設定されているCOD、BOD及びふっ素の3項目にTOCを含めた4項目を対象とした。

< 結果概要 >

COD、ふっ素及びTOCの3項目の室間精度CVは3.7～6.1%と良かったが、BODは17.0%であり、COD等の3項目に比べて良くなかった。

項目	回答機関数	外れ値等による 棄却機関数	平均値 (外れ値を除く)	室間精度CV (外れ値を除く)	調製濃度 (設定値)
COD	424	3	225 mg/L	6.1 %	- (*)
BOD	414	6	260 mg/L	17.0 %	- (*)
ふっ素	379	14	9.42 mg/L	6.1 %	9.95 mg/L
TOC	276	17	159 mg/L	3.7 %	161 mg/L

(*)有機物としては、D(+)グルコース360mg/L、グリシン54mg/Lを含む。

2. 高等精度管理調査

a. 模擬水質試料(農薬等分析用) 22年度の追跡調査

ジクロロボス及びフェノブカルブの農薬、要調査項目等であるPFOS及びPFOAを対象とした。

< 結果概要 >

農薬は、固相抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法が多く(90%近く)、他は溶媒抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法であったが、結果に違いはなかった。ジクロロボスが室間精度CV20.9%(昨年度29.5%)であり、フェノブカルブ15.9%(昨年度16.0%)に比べて良くなかった。また、今回の試料は低濃度・共存物質の添加があったにも関わらず昨年度より良くなっていた。

PFOS及びPFOAは、すべてが固相抽出-液体クロマトグラフ質量分析法で、そのうちLC/MSは1回答のみであり、残りはLC/MS/MSであった。室間精度CVはPFOSが21.5%(昨年度23.9%)、PFOAが11.4%(昨年度11.2%)であり、低濃度・共存物質の添加があったが昨年度と同等以上であった。

項目	回答機関数	外れ値等による 棄却機関数	平均値 (外れ値を除く)	室間精度CV (外れ値を除く)	調製濃度 (設定値)
シクロホス	193	5	1.08 µg/L	20.9 %	- (*)
フェノカルブ	197	7	3.36 µg/L	15.9 %	3.30 µg/L
PFOS	39	0	1.39 ng/L	21.5 %	1.39 ng/L
PFOA	40	2	2.65 ng/L	11.4 %	2.49 ng/L

(*)シクロホスについては、調整濃度(設定値)は1.4 µg/Lであったが、試料調製時の問題等の可能性が否定できなかったため「-」としている。

b. 土壌試料(ダイオキシン類分析用)

「土壌のダイオキシン類簡易測定法マニュアル(平成21年3月)」に規定されているダイオキシン類を対象とした。合わせて、「ダイオキシン類に係る土壌調査マニュアル(平成21年3月)」による方法も対象とした。

< 結果概要 >

分析方法は、「簡易測定法マニュアル」法による測定は5回答と少なく、「土壌マニュアル」法による測定は103回答であった。全てがGC/HRMS法であり、GC/QMS法及びGC/ITMS/MS法により測定した回答はなかった。

「簡易測定法マニュアル」法の結果は、TEQ(毒性当量)として平均値193 pg/g、室間精度CV15.0%であった。「土壌マニュアル」法の結果より室間精度CVは若干大きく、平均値も大きかったが、平均値比は1.19であり、「土壌マニュアル」法の結果に近い値と考えられた。一方、「土壌マニュアル」法の結果は、室間精度CV9.1%(平均値162pg/g)と良好な結果であった。

分析方法	回答機関数	外れ値等による 棄却機関数	平均値 (外れ値を除く)	室間精度CV (外れ値を除く)
簡易測定法マニュアルの方法	5	- (*)	193 pg/g	15.0 %
土壌マニュアルの方法	103	4	162 pg/g	9.1 %
その他の方法	2	- (*)	170 pg/g	- %

(*)「土壌マニュアルの方法」以外は回答数が少ないため、棄却検定を行っていない。

平成23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、結果は全体的に良好もしくは相応な精度であった。特に、排水試料中のCOD、ふっ素及びTOCについては、良好な結果であった。