

(ブロック会議用資料)

環境測定分析 統一精度管理調査について

平成25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。地方自治体や民間の環境測定分析機関の技術者がそれを支えている。
(分析精度の確保は、環境行政への社会の信頼のみならず、環境を失うことによる修復のための多大な費用・労力・時間という社会的・経済的損失を招かないためにも重要。)
- 環境測定分析は、公定法に規定されていない細部を含め、測定分析技術者の技能・経験がデータの精度に影響。
- 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。

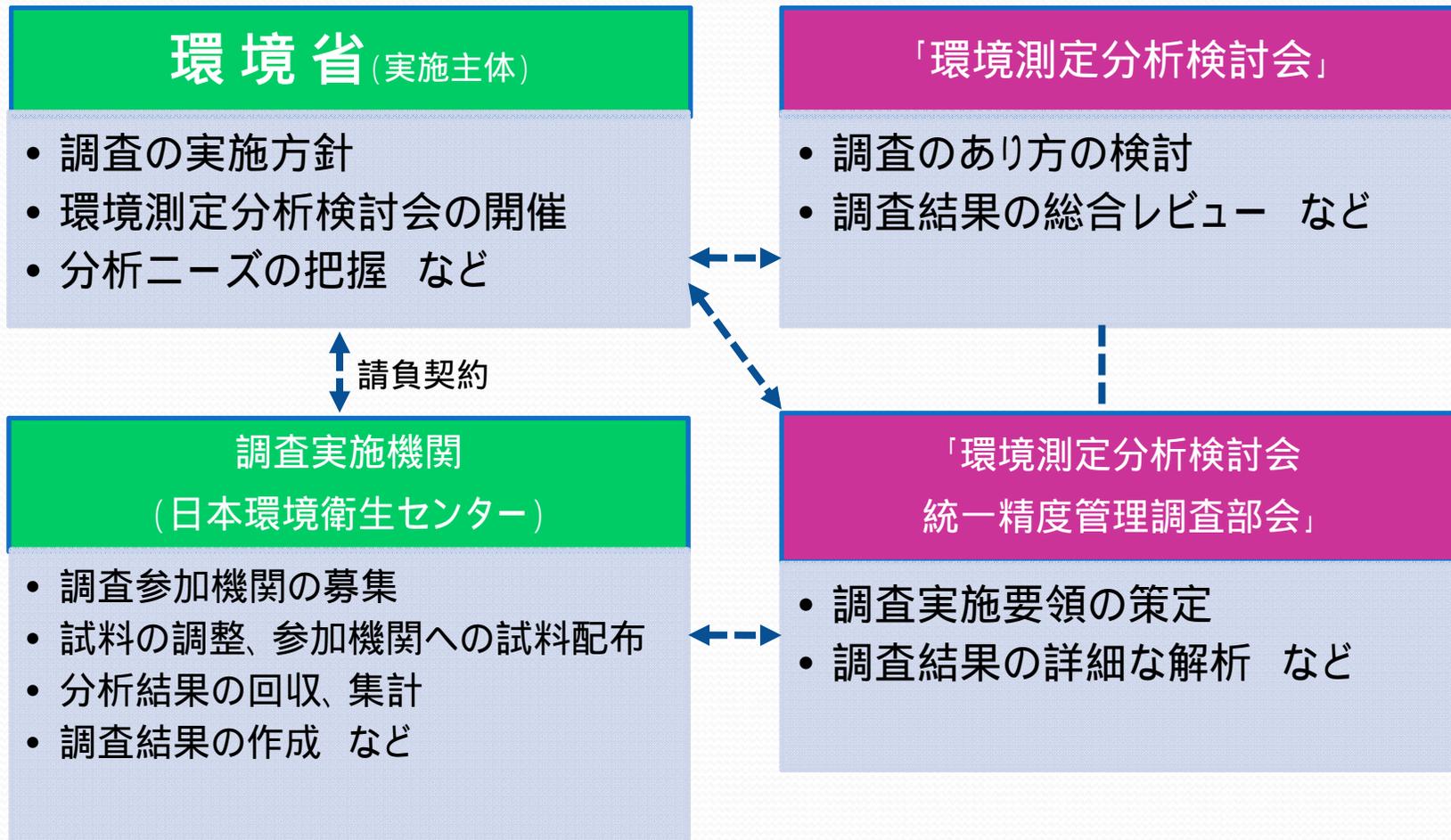
調査の内容

- 環境測定分析に従事する多数の分析機関が、配布される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も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
21	模擬排水試料	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(トリクロエチレン等)の38項目	50	37	
22	土壌試料	汚染土壌	Pb、Cu、F、Ca	78	352	465
	模擬大気試料	人工空気ペース	詳細項目(ベンゼン、1,2-ジクロロエタン、ト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(トリクロエチレン等)の38項目	47	36	
	模擬水質試料	メタノール溶液	農薬(ジクロルポス、フェノカルブ)及びその他の物質(PFOS、PFOA)	65	154	
	底質試料	底質(海域)	PCB	23	154	
23	模擬排水試料	水溶液	COD、BOD、F、TOC	113	382	514
	模擬水質試料	メタノール溶液	農薬(ジクロルポス、フェノカルブ)及びその他の物質(PFOS、PFOA)	66	159	
	土壌試料	土壌	ダイオキシン類(PCDDs、PCDFs、DL-PCBs)	17	94	
24	土壌試料	農用地土壌	Cd、Cu、As	70	344	431
	底質試料	底質(海域)	PCB	28	159	
	底質試料	底質(海域)	有機塩素化合物:詳細項目(p,p'-DDT、p,p'-DDE、p,p'-DDD)、参照項目(-HCH等の16項目)	13	40	

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

環境測定分析を巡る状況

- 計量法に基づく特定計量証明事業者制度、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、試験機関を認定を規定した国際規格ISO17025などの仕組みが出来ているが、認定等の取得・維持には多額の費用を要したり、それらの取得が必ずしも分析精度の向上に直結するとは限らない。
環境測定分析機関の分析精度の向上のためには、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、近年、業務の効率化等を背景に、環境測定分析を民間機関へ外部委託する傾向にある。
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、また、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。

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25年度環境測定分析 統一精度管理調査」の概要

調査対象

基本精度管理調査 (1 試料)

模擬水質試料

高等精度管理調査 (2 試料)

模擬水質試料

底質試料

試料1

基本精度管理調査

- ・模擬水質試料1(重金属類分析用)……共通試料1

分析対象項目:カドミウム、鉛、砒素、亜鉛の4つ。

分析方法:「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

試料2

高等精度管理調査

- ・模擬水質試料2(ノニルフェノール等分析用)……共通試料2

分析対象項目:ノニルフェノール、4-t-オクチルフェノール及び
LAS(直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩)

(試料2)

分析方法:ノニルフェノールとLASは「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

4-t-オクチルフェノールはノニルフェノールと同時分析が可能

具体的には

ノニルフェノール及び4-t-オクチルフェノールは

固相抽出(又は溶媒抽出)-ガスクロマトグラフ質量分析法(GC/MS)

LASは

固相抽出-高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法(GC/MS/MS)

注意点

ノニルフェノール

- ・4-ノニルフェノールの13異性体を測定し、ノニルフェノールの濃度を求める。
(13異性体は参考値として報告する)
- ・標準物質(ノニルフェノール)は、13異性体の混合物であり、異性体の組成比を求める。その組成比を用いて試料中の各異性体を定量する。
- ・異性体の組成比は、ガスクロマトグラフ法(GC/FID)によって求める。

(試料2)

注意点

LAS

- ・ C10-LAS ~ C14-LAS (下記) を測定して、それぞれの物質及びLASの濃度を求める (C10-LAS ~ C14-LASの物質及びLASを分析対象として報告する)。
- ・ C10-LAS : デシルベンゼンスルホン酸及びその塩
- ・ C11-LAS : ドデシルベンゼンスルホン酸及びその塩
- ・ C12-LAS : ウンデシルベンゼンスルホン酸及びその塩
- ・ C13-LAS : トリデシルベンゼンスルホン酸及びその塩
- ・ C14-LAS : テトラデシルベンゼンスルホン酸及びその塩
- (全体 LAS : 直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩)
- ・ C10-LAS ~ C14-LASの標準物質 (標準液) を使用して定量する。

試料3

高等精度管理調査

- ・ 底質試料 (有機塩素化合物・砒素分析用) …… 共通試料3
24年度の追跡調査

分析対象項目 : 2種類 (有機塩素化合物、砒素)

(試料3)

有機塩素化合物

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

(*)参照項目は分析結果のみを提出

分析方法: 溶媒抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法(GC/MS)

砒素

分析方法: (試料は底質であるが)「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を定める省令」による。
具体的には、「試料液の調製(1mol/L塩酸による溶出操作)」後、「検定の操作」を行って砒素を測定する。

(試料3)

「有機塩素化合物」の追跡調査を行うに当たっての対処内容等について H24年度の底質試料(有機塩素化合物)の結果は、回答数は少なく、ばらついており、精度の実態が明らかになったとは言えなかった。また、分析方法により精度の違いがみられた。

その理由としては、夾雑物(硫黄、鉱油等)を多く含み、クリーンアップ操作がうまくいかなかったこと、サロゲート等の標準品が購入できなかったこと等が考えられる。

そこで、以下に挙げる対処をし、H25年度に追跡調査を行うことにしている。
クリーンアップ操作例及び留意する点等を平成24年度の調査結果(本編)に示す。

本説明会等において、この追跡調査を説明し、クリーンアップ操作の検討やサロゲート等の標準品の早期の準備を可能とする。

参加機関での分析期間を長くし、クリーンアップ操作の検討や適切なクリーンアップ操作等を可能とする。

推奨方法として、平成24年度では「外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル」としていたが、今年度は「モニタリング調査マニュアル」及び「底質調査方法」を追加して、クリーンアップ操作の方法例等を増やす。

スケジュール

参加機関の募集

募集期間(7月5日～8月6日)

環境省での募集の報道発表(7月5日)

募集案内の詳細は、本調査専用のホームページに掲載

試料等の送付

9月上旬

分析結果等の提出期限

(1)水質試料1(重金属類)

水質試料2(ノニルフェノール等)

底質試料(砒素)

ホームページへ記入:10月17日(木)

用紙へ記入 :10月10日(木)

(2)底質試料(有機塩素化合物)

ホームページへ記入:11月14日(木)

用紙へ記入 :11月7日(木)

調査結果の報告(公開等)

- ・部分的な中間報告(暫定版)...12月
(分析結果の提出期限が10月のもの)
- ・中間報告(全体) ... 1月中旬頃
- ・「調査結果報告書」 ... 翌年6月頃公表及び参加機関へ送付

その他

ホームページを参照ください。

<http://www.seidokanri.go.jp/index.html>