

令和元年度環境測定分析統一精度管理 調査結果の概要

1. 金属（土壌試料）、基本精度管理調査
2. 農薬（模擬水質試料）、高等精度管理調査 1
3. PCB、総水銀（底質試料）、高等精度管理調査 2

令和2年12月

1.基本精度管理調査の対象

共通試料1:土壌試料（金属分析用）

- ・ 分析対象項目
 - (1) 鉛及びその化合物
 - (2) 砒素及びその化合物
- ・ 3回の併行測定が必須

試料の均質性

項目	平均値 (mg/kg)	標準偏差 (mg/kg)	試料間精度 (CV%)
鉛及びその化合物	9.75	0.109	1.12
砒素及びその化合物	5.07	0.0825	1.63

試料の作製手順

- ・ 土壌の処理施設において土壌を採取
- ・ 30℃を超えない温度で風乾し、夾雑物を除去
- ・ 100メッシュのフルイを通過した部分を採取
- ・ Vブレンダーで混合・均質化
- ・ ポリエチレン製の瓶に約60gを入れて発送

2. 高等精度管理調査の対象-1

共通試料2: 模擬水質試料(農薬分析用)

○各参加機関において、配布試料(アセトン溶液、5 mLアンプル2本)を1000倍に希釈して濃度報告用試料を調製

・分析対象項目

○各種モニタリングにおける検出状況やリスク評価の状況等を勘案して選定

詳細項目: **イプロベンホス、フェントロチオン**

✓ 分析結果と共に分析条件、クロマトグラムなども提出

参照項目: **シマジン、イソプロチオラン、フェノブカルブ、アセタミプリド、グリホサート、クロチアニジン、ジノテフラン、フィプロニル**

✓ 分析結果の提出のみ

測定回数: 1～5回

試料の均質性

項目	イプロベンホス	フェントロチオン	シマジン	イソプロチオラン	フェノブカルブ	アセタミプリド	グリホサート	クロチアニジン	ジノテフラン	フィプロニル
平均値 ($\mu\text{g/kg}$)	4.39	1.91	1.86	4.55	1.86	3.03	1.98	3.03	4.86	0.395
標準偏差 ($\mu\text{g/kg}$)	0.197	0.0391	0.0391	0.185	0.129	0.125	0.0589	0.0823	0.204	0.0275
試料間精度 (CV%)	4.48	2.05	2.10	4.08	6.92	4.14	2.97	2.71	4.20	6.96

3.高等精度管理調査の対象-2

共通試料3（底質試料：PCB、総水銀分析用）

- ・分析対象項目が測定可能な海底質を採取
- ・約50℃で乾燥
- ・夾雑物を除去
- ・ふるいを通過した部分を収集
- ・混合・均質化し
- ・100 mL褐色ガラス製の瓶に約60 gを充填
- ・参加機関へは瓶を1個送付
- ・試料の均質性

項目	平均値 (mg/kg)	標準偏差 (mg/kg)	試料間精度 (CV%)
総PCB	0.0829	0.00159	1.92
総水銀	0.519	0.0254	4.89

4. 室間精度等（共通試料1）

分析項目	回答数	棄却数						棄却率 %
		N≠3	ND	Grubbs	平均値の 0.113倍以下	室内精度	計	
鉛及びその化合物	335	0	0	15	0	4	19	5.67
砒素及びその化合物	330	0	0	7	0	4	11	3.33

分析項目	棄却	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度		最小値 (mg/kg)	最大値 (mg/kg)	中央値 (mg/kg)
				S.D. (mg/kg)	CV %			
鉛及びその化合物	前	335	9.42	3.05	32.4	0.254	46.7	9.37
	後	316	9.32	0.868	9.31	6.10	12.2	9.37
砒素及びその化合物	前	330	5.15	1.93	37.5	0.791	25.9	5.00
	後	319	4.97	0.515	10.3	3.12	6.91	5.00

5. 空間精度等(共通試料2)

分析項目	棄却*1	回答数*2	平均値 (μg/L)	空間精度		最小値 (μg/L)	最大値 (μg/L)	中央値 (μg/L)	調製濃度 (設定値) (μg/L)
				SD (μg/L)	CV%				
イプロベンホス	前	164	11.7	94.3	807	1.74	1213	4.40	5.00
	後	161	4.29	0.729	17.0	1.74	6.10	4.40	
フェニトロチオン	前	171	4.37	34.4	786	0.00672	451	1.77	2.00
	後	167	1.73	0.315	18.2	0.760	2.52	1.77	
シマジン	前	142	1.87	0.325	17.4	0.0482	2.74	1.88	2.00
	後	140	1.89	0.275	14.5	1.14	2.74	1.89	
イソプロチオラン	前	115	4.52	0.857	18.9	1.65	6.45	4.69	5.00
	後	115	4.52	0.857	18.9	1.65	6.45	4.69	
フェノブカルブ	前	109	1.93	0.448	23.3	0.710	4.99	1.93	2.00
	後	107	1.91	0.319	16.7	0.913	2.98	1.93	
アセタミプリド	前	29	2.95	0.310	10.5	2.06	3.66	2.95	3.00
	後	29	2.95	0.310	10.5	2.06	3.66	2.95	
グリホサート	前	14	2.06	0.344	16.7	1.42	2.89	1.98	2.00
	後	14	2.06	0.344	16.7	1.42	2.89	1.98	
クロチアニジン	前	29	2.92	0.317	10.9	2.15	3.89	2.92	3.00
	後	28	2.89	0.261	9.06	2.15	3.40	2.91	
ジノテフラン	前	21	4.85	0.441	9.11	3.76	5.67	4.83	5.00
	後	21	4.85	0.441	9.11	3.76	5.67	4.83	
フィプロニル	前	23	0.317	0.0972	30.7	0.135	0.656	0.315	0.400
	後	22	0.301	0.0645	21.4	0.135	0.384	0.312	

* 1:Grubbs検定によるもの。「棄却前」には統計的外れ値は含むが、分析結果が「ND等」であるものは含まない。

* 2:測定結果の入力が無かった回答を棄却前の回答数から除外している。

6. 室間精度等(共通試料3 PCB)

分析項目	棄却	回答数	平均値 ($\mu\text{g/kg}$)	室間精度		最小値 ($\mu\text{g/kg}$)	最大値 ($\mu\text{g/kg}$)	中央値 ($\mu\text{g/kg}$)
				SD($\mu\text{g/kg}$)	CV (%)			
総PCB	前	121	85.5	62.2	72.7	0.0278	411	79.4
	後	109	82.7	36.6	44.2	9.97	204	80.8

7. 室間精度等(共通試料3 総水銀)

分析項目	回答数	棄却数				棄却率
		ND	Grubbs	平均値の0.113倍 以下	計	%
総水銀	192	0	12	0	12	6.25

分析項目	棄却*	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度		最小値 (mg/kg)	最大値 (mg/kg)	中央値 (mg/kg)
				SD(mg/kg)	CV(%)			
総水銀	前	192	0.624	1.40	224	0.0614	19.5	0.506
	後	180	0.513	0.0512	9.99	0.332	0.689	0.506

8. 過年度調査との比較

(土壌中の鉛・砒素)

土壌中の鉛

年度	試料	鉛 (mg/kg)	室間精度CV (%)
H4	汚染土壌	376	5.60
H7	汚染土壌	69.0	12.0
H14	火山灰土壌	116	14.4
H15	火山灰土壌	28.8	17.1
H22	汚染土壌	226	7.40
R1	土壌	9.32	9.31

土壌中の砒素

年度	試料	砒素 (mg/kg)	室間精度CV (%)
H16	下水汚泥の焼却残さ	16.0	32.8
H18	土壌	4.27	26.2
H24	土壌	0.817	31.2
H25	底質(海域)	6.02	17.4
R1	土壌	4.97	10.3

9. 過年度調査との比較

(模擬水質試料中の農薬)

物質名	年度	試料	回答数	平均値	空間精度	調製濃度	平均値と調製濃度の比
				($\mu\text{g/L}$)	CV%	($\mu\text{g/L}$)	(%)
イプロベンホス	H10	模擬水質	281	11.8	32.5	11.0	85.6
	R1	模擬水質	161	4.29	17.0	5.00	85.8
フェントロチオン	H10	模擬水質	285	3.31	35.6	4.00	82.8
	R1	模擬水質	167	1.73	18.2	2.00	86.5
シマジン	H5	模擬水質	196	4.99	31.8	5.0	99.8
	H7	模擬排水	218	23.1	31.6	24	96.3
	R1	模擬水質	140	1.89	14.5	2.00	90.5
イソプロチオラン	H10	模擬水質	281	36.2	33.9	40	90.5
	R1	模擬水質	115	4.52	18.9	5.00	90.4
フェノブカルブ	H22	模擬水質	177	4.14	16.0	4.20	101
	H23	模擬水質	190	3.36	15.9	3.30	102
	R1	模擬水質	107	1.91	16.7	2.00	95.5

10. 過年度調査との比較

(底質試料中のPCB)

実施年度	回答数	平均値 (μ g/kg)	室間精度CV(%)
S59	57	98.6	50.5
H22	155	140	37.5
H24	161	121	42.8
H30	122	84.5	43.2
R1	109	82.7	44.2

11. 過年度調査との比較

(総水銀)

年度	試料	主な水銀源	回答数	平均値*	室間精度		棄却率 (%)
					SD	CV %	
H12	模擬水質(硫酸 酸性水溶液)	無機水銀イオン	377	0.000682	0.000107	15.8	4.1
H14	土壌 (火山灰土壌)	不明	307	0.0483	0.0102	21.1	6.4
H18	土壌 (火山灰土壌)	不明	347	0.0583	0.0118	20.2	3.3
H30	底質試料	不明	65	0.489	0.056	11.5	9.0
	模擬排水	無機水銀イオン(0.001)+ アルキル水銀(0.0001)	333	0.0011	0.0000959	8.74	6.4
R1	底質試料	不明	180	0.513	0.0512	9.99	6.3

*: 単位は水質についてはmg/L、土壌・底質試料についてはmg/kg

12. 調査結果のまとめ

項目(共通試料1:土壌)	室間精度 CV(%)	過年度調査との 比較	平均値と調製 濃度の比(%)
鉛及びその化合物	9.31	改善	—※
砒素及びその化合物	10.3	改善	—※

項目(共通試料2:模擬水質)	室間精度 CV(%)	過年度調査との 比較	平均値と調製 濃度の比(%)
イプロベンホス	17.0	改善の傾向	85.8
フェニトロチオン	18.2	改善の傾向	86.5
参照項目	9.06～21.4	改善の傾向	75.3～103

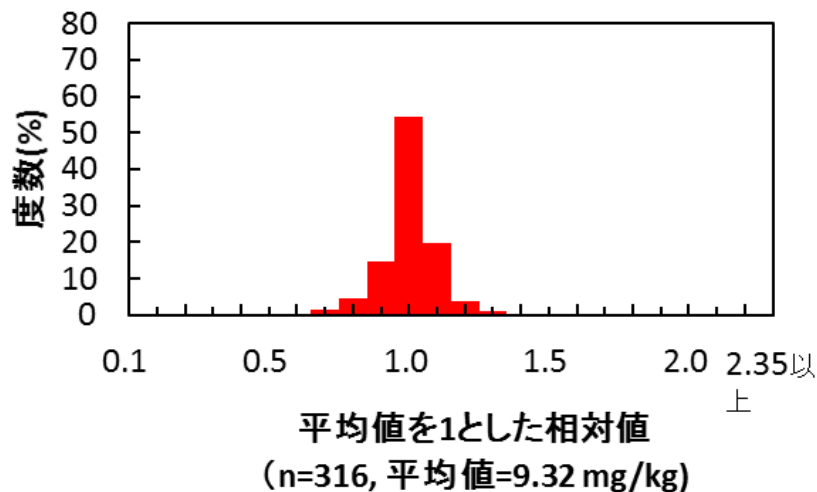
項目(共通試料3:底質)	室間精度 CV(%)	過年度調査との 比較	平均値と調製 濃度の比(%)
総PCB	44.2	改善なし	—※
総水銀	9.99	改善	—※



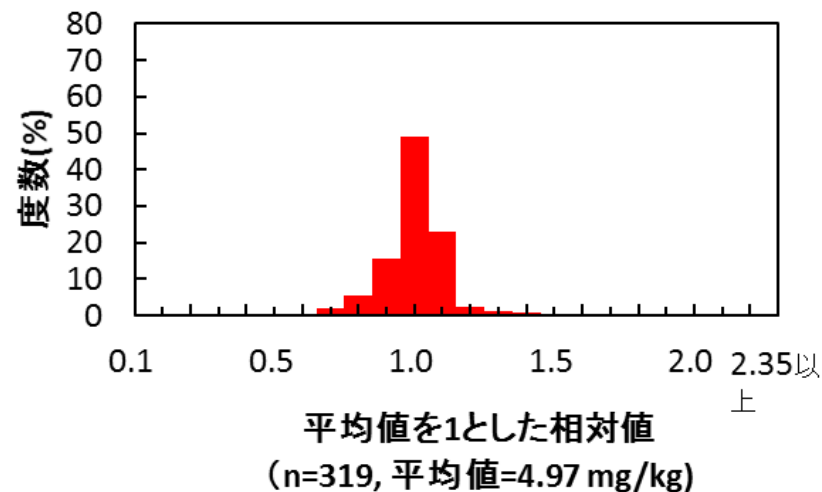
※ 試料は環境中から採取してきたため、「調製濃度」が存在しない。

13.ヒストグラム (土壌試料中の金属)

鉛及びその化合物

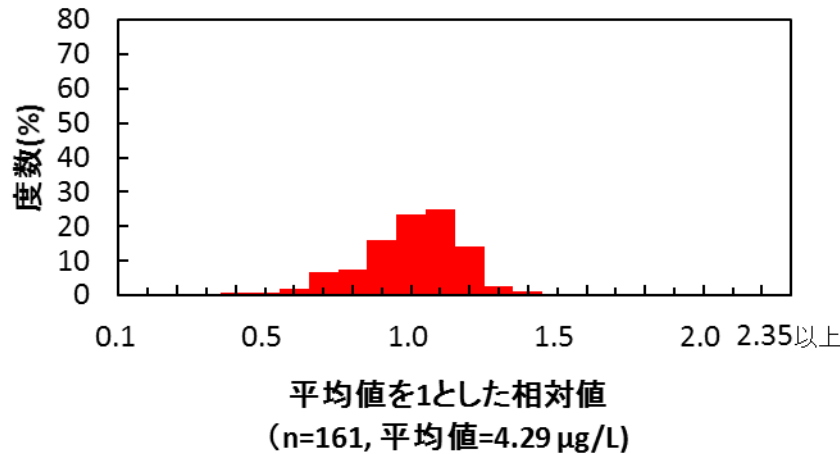


砒素及びその化合物

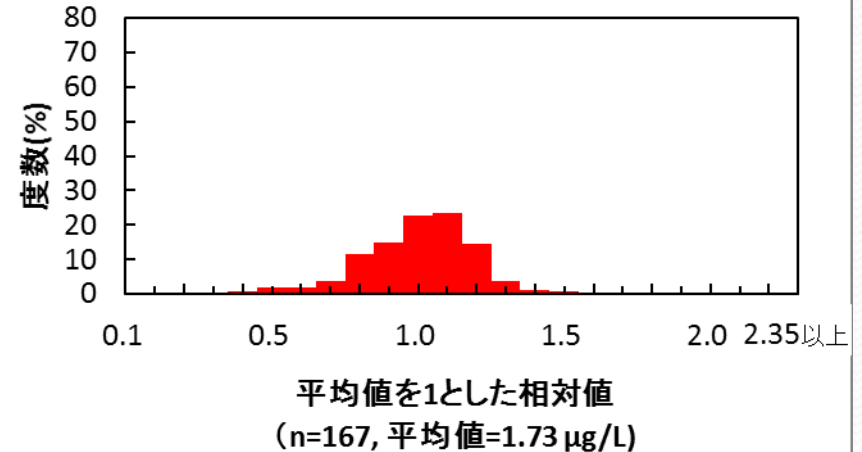


14-1.ヒストグラム (模擬水質試料中の農薬-1)

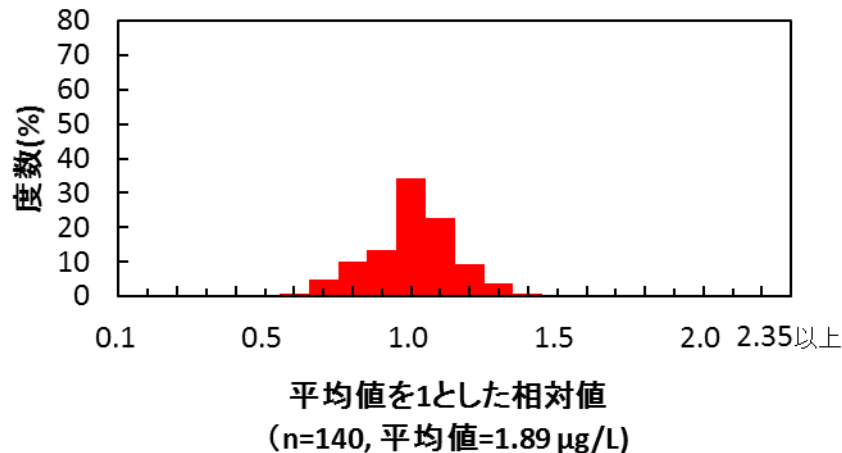
イプロベンホス



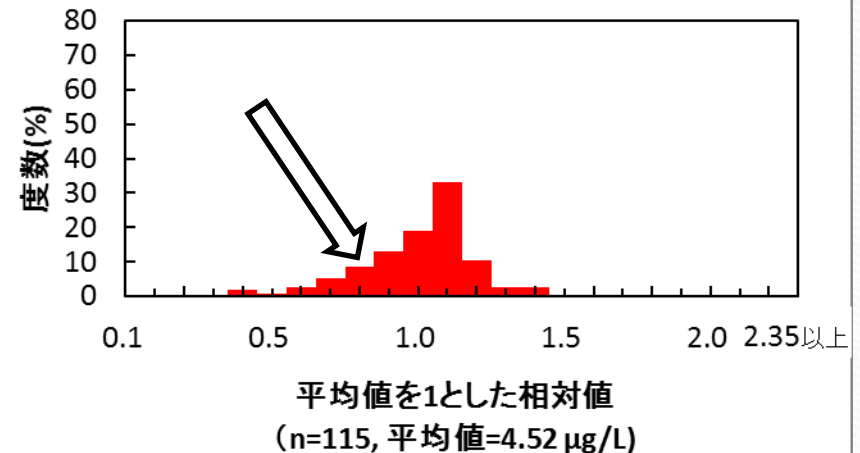
フェニトロチオン



シマジン

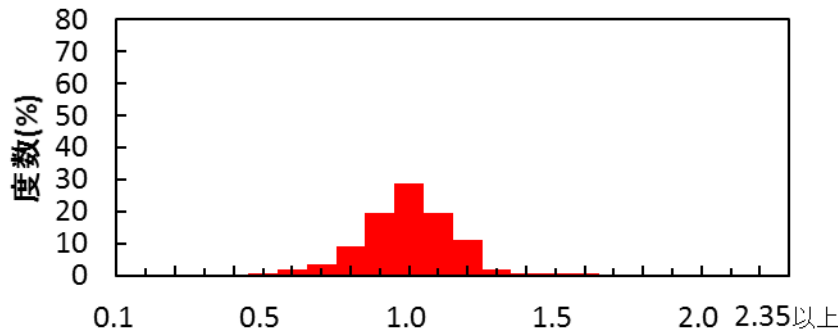


イソプロチオラン



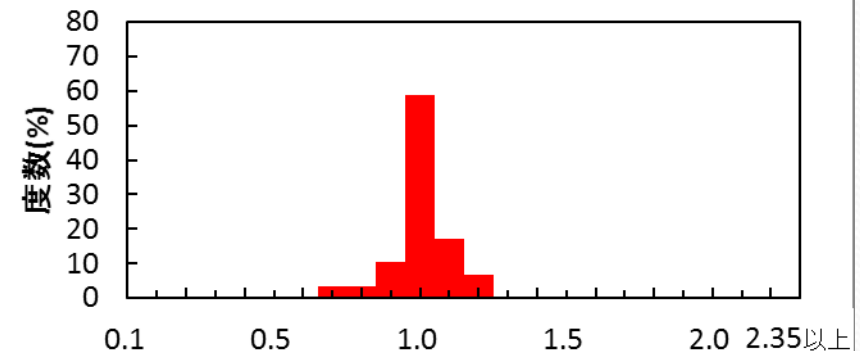
14-2.ヒストグラム (模擬水質試料中の農薬-2)

フェノブカルブ



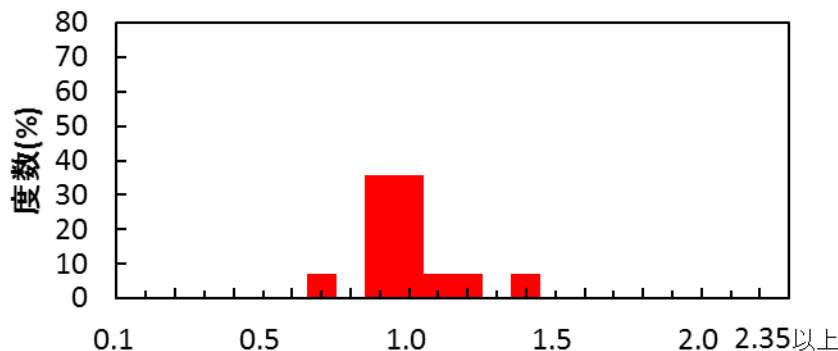
平均値を1とした相対値
(n=107, 平均値=1.91 $\mu\text{g/L}$)

アセタミプリド



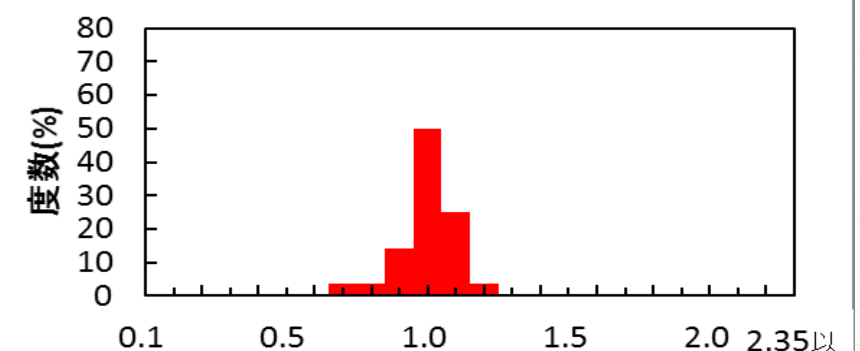
平均値を1とした相対値
(n=29, 平均値=2.95 $\mu\text{g/L}$)

グリホサート



平均値を1とした相対値
(n=14, 平均値=2.06 $\mu\text{g/L}$)

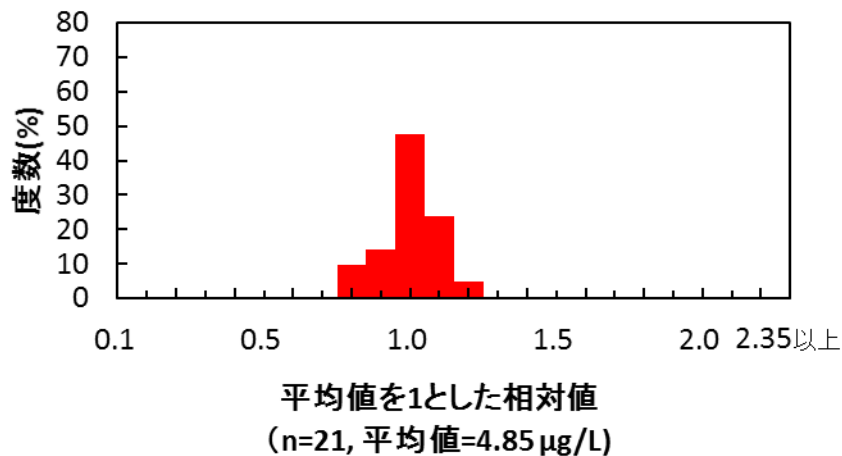
クロチアニジン



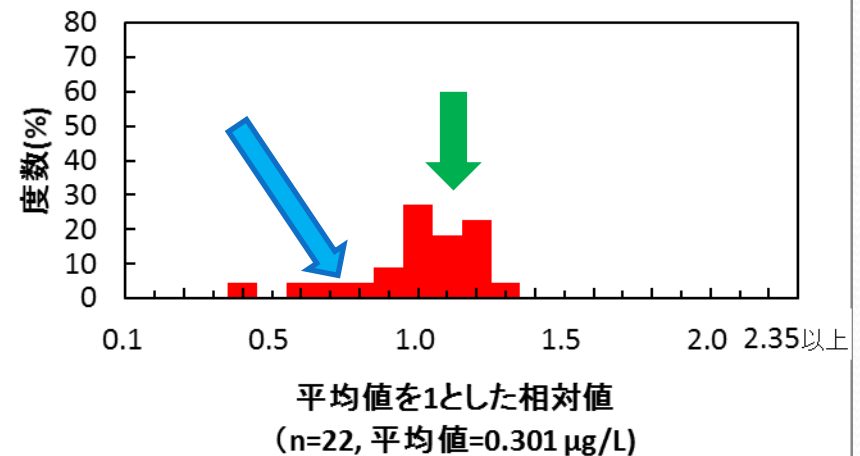
平均値を1とした相対値
(n=28, 平均値=2.89 $\mu\text{g/L}$)

14-3.ヒストグラム (模擬水質試料中の農薬-3)

ジノテフラン



フィプロニル



15. 国際的認証等と精度

分析項目	ISO9001-9003		ISO/IEC 17025		MLAP		環境省 受注資格		QMSのみ	
	平均	室間CV%	平均	室間CV%	平均	室間CV%	平均	室間CV%	平均	室間CV%
共通試料1(土壌)										
鉛	×	×	×	○	—	—	—	—	×	×
砒素	×	○	×	×	—	—	—	—	×	×
共通試料2(農薬)										
イプロベンホス	×	×	×	○	×	○	×	○	×	×
フェニトロチオン	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
共通試料3(底質)										
PCB	×	○	×	×	×	○	×	×	×	○
総水銀	×	×	×	×	—	—	×	×	×	×

○有無で有意差(危険率5%)が認められる。

×有無で有意差(危険率5%)は認められない。

—:該当なし。

16. 分析担当者の経験等と精度

分析項目	経験年数		年間の分析数		分析担当者以外の 結果の確認		経験の有無	
	平均	室間CV%	平均	室間CV%	平均	室間CV%	平均	室間CV%
共通試料1(土壌) 鉛	×	○	×	○	×	○	廃棄物	○ ×
							土壌	○ ×
							水質	× ×
砒素	×	×	○	×	×	×	廃棄物	× ×
							土壌	× ×
							水質	× ×
共通試料2(農薬) イプロベンホス	×	×	×	×	×	○	環境媒体	× ○
							水道水	× ×
							食品	○ ×
フェニトロチオン	×	×	×	×	×	×	環境媒体	× ×
							水道水	× ×
							食品	× ○
共通試料3(底質) PCB(前処理) PCB(測定)	×	○	○	×	×	×	環境媒体	× ×
							水道水	× ×
							食品	× ×
総水銀	×	○	×	×	×	×	環境媒体	× ×
							廃棄物	× ×
							土壌	× ×

○有無で有意差(危険率5%)が認められる。

×有無で有意差(危険率5%)は認められない。

—:該当なし。

15.令和元年度調査結果の提言

室間精度CV 改善に向けた取組として

(共通事項の要約)

- 今回の調査でも、不十分な器具・機器管理、濃度計算の誤りが散見されております。
- 分析担当者以外の方による分析結果の確認により、幾つかの分析項目で室間精度CVが向上しています。

⇒分析担当者以外の方による「分析結果の確認」の導入を推奨致します。

詳しくは下記精度管理調査のホームページをご覧ください

<http://www.env.go.jp/air/tech/seidokanri/meeting/pdf/meeting82.pdf>