

環境測定分析 統一精度管理調査について

一般財団法人
日本環境衛生センター

目次

1. 本調査の概要	3
2. 共通試料 1 の概要	9
3. 共通試料 2 の概要	15
4. 共通試料 3 の概要	21

1. 本調査の概要

本調査の目的と一年間の流れ(令和5年度)

調査目的

- 環境測定分析の信頼性の確保及び精度の向上を図る観点から、分析機関の測定分析能力の資質向上を目的に、全国の環境測定分析機関(公的機関、民間機関)の参加のもと、昭和50年度から毎年度継続実施。
※)実環境のモニタリング(状況把握)、基準値等設定のための調査ではない
- 環境測定分析に従事する多数の分析機関が、各機関が分析技術水準の実態を把握するとともに、使用測定機器等の分析上の諸条件、分析実施上生じた具体的な問題点について調査、解析し、その結果を分析機関にフィードバックすることにより、環境測定分析機関全体の精度を向上。
- あわせて、公定法の改定や見直し等にも当調査を有効利用

一年間の流れ

第1回検討会/調査部会(調査の進め方)

参加機関募集・試料送付・測定結果回収(夏)

第2回調査部会/検討会(中間報告検討)

中間報告環境省HP掲載(12月27日)

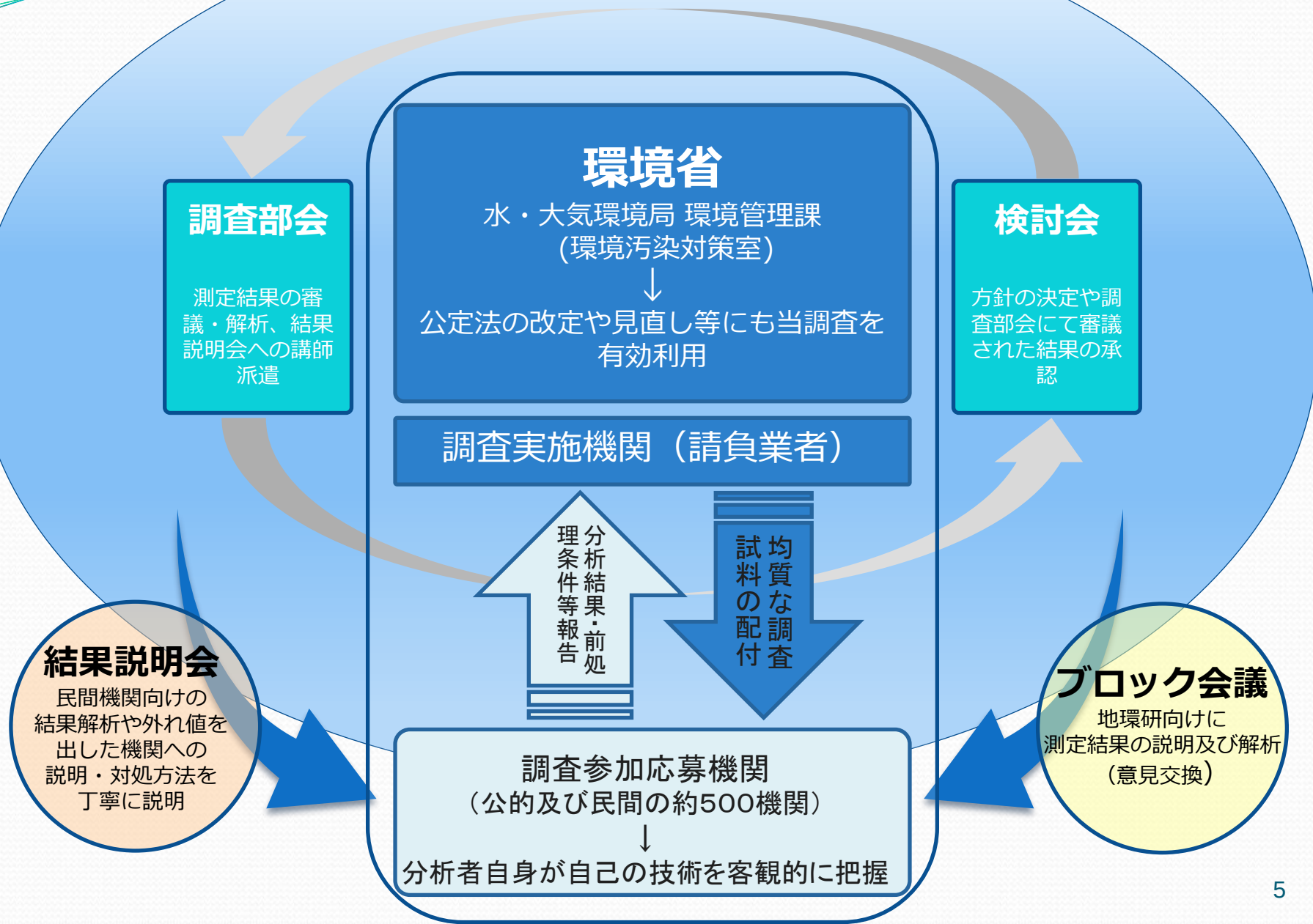
結果解析・検証

第3回調査部会/検討会(最終報告検討)

最終報告環境省HP掲載・プレス(3月29日)

結果説明会・ブロック会議(翌年度実施)

統一精度管理調査の流れ（令和5年度）



本調査の内容（令和5年度）

1. 環境測定分析の専門家による指導

- 統一精度管理調査部会：調査の設計を決定
- 環境測定分析検討会：調査の方針を承認

2. 均質な共通試料の配布

3. 参加機関による測定

- 測定結果、分析パラメータを結果報告書様式に記入

4. 統計解析

- 室間精度等の算出、分析パラメータ間での有意差の検定

5. 分析の専門家による解析、考察

- 報告書（本編）、同（資料編）

6. 専門家らによる啓蒙活動

- 提言の策定・公表、説明会、ブロック会議

本調査の特徴

- 長期的な計画に基づき、幅広い試料や項目を対象
- 実試料を用いるなど、限りなく実際の環境に近いものを用いる
- 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
- 分析結果の評価のほか、分析法そのものの精度向上に資するため、前処理条件、測定機器の使用条件等までも含めた調査
- 500前後の環境測定分析機関が参加する全国規模の精度管理調査としては最大規模

最近の調査試料及び参加実績

年度	調査対象	調査試料の形態	分析対象項目	公的機関	民間機関	参加機関数
R03	模擬排水試料	水溶液	COD、BOD、TOC、全燐、ふっ素、ほう素	136	364	507
	模擬水質試料	水溶液	ノニルフェノール及びLAS	44	123	
	模擬PM2.5試料	粉体	ニッケル、亜鉛、鉄、鉛、アルミニウム、カルシウム	50	58	
R04	模擬水質試料	水溶液	六価クロム、カドミウム、鉛、砒素、全燐	126	350	508
	土壌試料	粉体	カドミウム、鉛、砒素	38	262	
	模擬水質試料(PFOS等)	水溶液	PFOS、PFOA、PFHxS	32	104	
R05	模擬水質試料	水溶液	COD、全窒素、亜硝酸性窒素、硝酸性窒素	130	359	530
	土壌試料(溶出試験)	粉体	ふっ素、砒素	36	272	
	模擬水質試料	水溶液	揮発性有機化合物	94	267	

令和6年度調査の今後の予定

8～10月頃	令和6年度ブロック会議＜令和5年度の結果説明＞（5カ所）	
9月上旬	外れ値等に関するアンケートの送付	
10月上旬	第2回検討会の開催	
	－	調査結果（中間報告）について
	－	とりまとめ方法（解析方法、外れ値等に関する調査方法等）について
	－	令和7年度調査試料について
	－	今後のあり方について
12月上旬	調査結果（中間報告）のホームページ掲載	
	調査結果（中間報告）の概要を参加機関へ送付	
(令和7年)		
2月上旬	第3回検討会の開催	
	－	令和6年度調査結果・報告書について
	－	令和7年度調査試料について
	－	今後のあり方について
3月中旬	令和6年度調査結果報告（環境省プレス発表）	

2. 共通試料1の概要

共通試料1:調査対象(本編3～7頁)

- 共通試料1:模擬水質試料(本編3、4頁)

ラクトースー水和物、グリシン、亜硝酸ナトリウム及び硝酸カリウムの所定量を超純水に溶かし、混合・均質化したもの。
各分析機関にて水で10倍希釈して使用。

区分		分析対象物質等	添加濃度等	備考
共通試料1	模擬水質試料	ラクトースー水和物 グリシン	10.0 mg/L 2.00 mg/L	10倍希釈後の濃度を示す。
		亜硝酸ナトリウム 硝酸カリウム	0.490 mg/L 7.20 mg/L	

- 基本精度管理調査(本編7頁)

3回の併行測定が必須。

- 分析対象項目(本編3頁)

- (1) COD
- (2) 全窒素
- (3) 亜硝酸性窒素
- (4) 硝酸性窒素

共通試料1:分析方法(本編5頁)

分析方法	COD	全窒素	亜硝酸性窒素	硝酸性窒素
滴定法(COD _{Mn})	○			
紫外線吸光光度法		○		
硫酸ヒドラジニウム還元法		○		
銅・カドミウムカラム還元法		○		
ナフチルエチレンジアミン吸光光度法			○	
還元蒸留ーインドフェノール青吸光光度法				○
銅・カドミウムカラム還元ーナフチルエチレンジアミン吸光光度法				○
イオンクロマトグラフ法			○	○
流れ分析法		○	○	○
還元蒸留ーサリチル酸-インドフェノール青吸光光度分析法				○1

○: 環境庁告示第59号に定める方法

○1: JIS K 0102-2(2022) 15.4に定める方法

共通試料1: 回答数等 (本編10頁)

分析項目	回答数*1	棄却数*1					棄却率
		N≠3	ND等	Grubbs	室内精度*2	計	%*3
COD	451	0	0	13	3(1)	15	3.3
全窒素	406	0	0	13	12(1)	24	5.9
亜硝酸性窒素	407	0	1	25	12(1)	37	9.1
硝酸性窒素	402	0	0	25	14(4)	35	8.7

*1: 回答数及び棄却数には解析対象外としたND等を含む。

*2: () 内はGrubbsの検定での棄却数を示す。

*3: 棄却率 = (棄却数 ÷ 回答数) × 100

共通試料1: 棄却限界値と平均値 (本編10頁)

分析項目	Grubbsの検定		室内精度	(参考)
	下限値 (mg/L)	上限値 (mg/L)	上限値 CV%	外れ値等棄却後の 平均値(mg/L)
COD	5.85	7.83	3.75	6.84
全窒素	1.29	1.69	3.49	1.49
亜硝酸性窒素	0.0875	0.115	3.59	0.102
硝酸性窒素	0.904	1.08	2.36	0.994

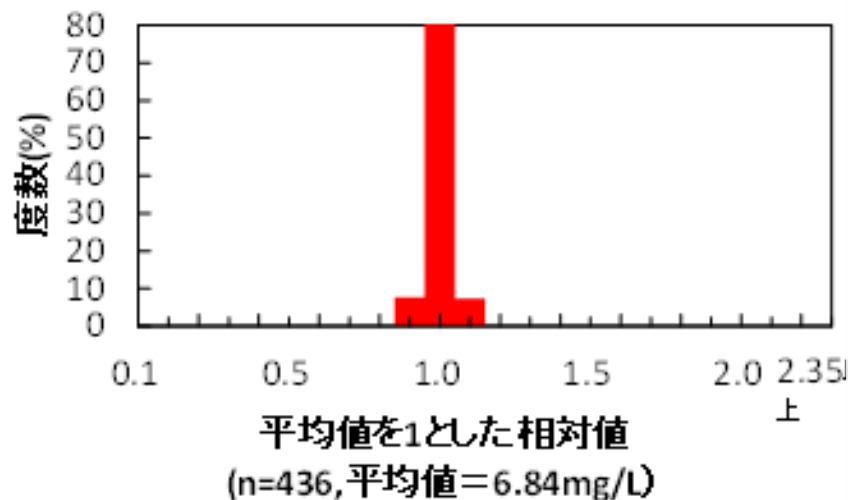
共通試料1:空間精度等(本編12頁)

分析項目	回答数	平均値 (mg/L)	空間精度		最小値 (mg/L)	最大値 (mg/L)	中央値 (mg/L)	添加 濃度 (mg/L)	環境基準値 (mg/L)
			SD (mg/L)	CV%					
COD	436	6.84	0.257	3.75	5.87	7.78	6.85	—	湖沼:1~8 海域:2~8
全窒素	382	1.49	0.0520	3.49	1.32	1.67	1.49	1.47	湖沼:0.1~1 海域:0.2 ~1
亜硝酸性 窒素	370	0.102	0.00364	3.59	0.0879	0.115	0.101	0.100	10(亜硝酸性 窒素と硝酸性 窒素の合計)
硝酸性 窒素	367	0.994	0.0235	2.36	0.925	1.07	0.995	1.00	

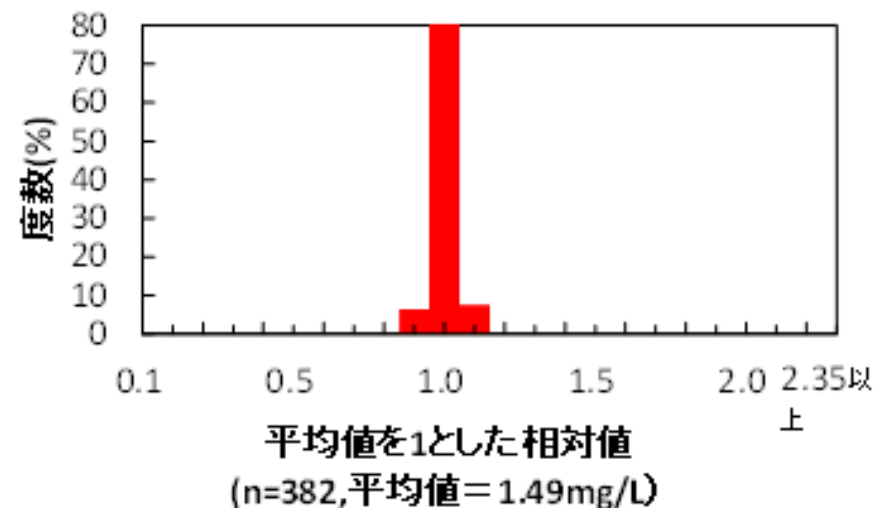
Grubbsの検定及び統計的外れ値(室内精度)棄却後のもの。
分析結果が「ND等」であるものは含まない。

共通試料1:ヒストグラム(本編14頁)

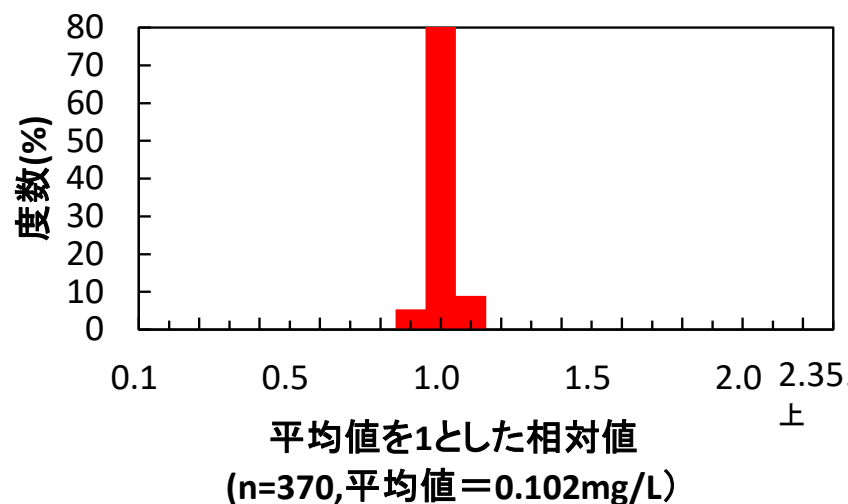
COD



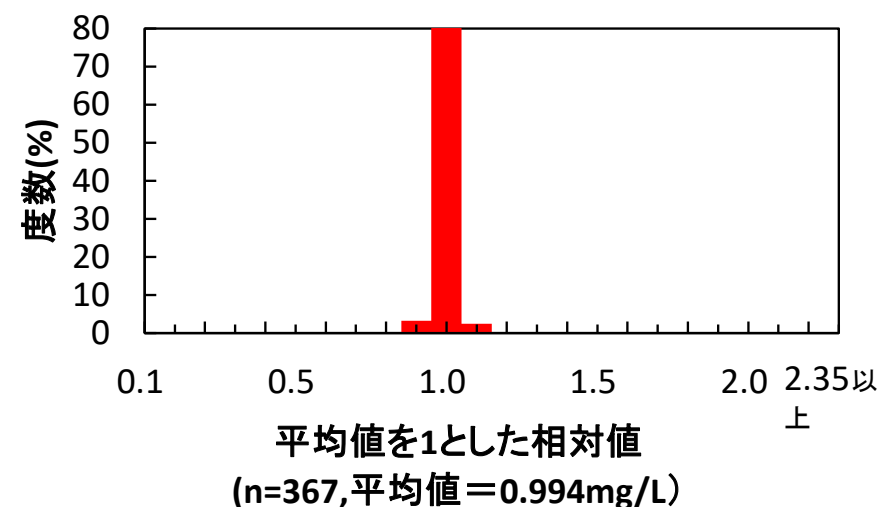
全窒素



亜硝酸性窒素



硝酸性窒素



2. 共通試料2の概要

共通試料2:調査対象(本編3～7頁)

- 共通試料2:土壌試料(本編3頁、4頁)

土壌の処理施設において土壌を採取し、30℃を超えない温度で風乾したもの。その後、100メッシュのふるいを通過した部分を集め、さらに混合・均質化したものを測定用試料とした。

区分		分析対象項目等	共通試料濃度 (添加量)
共通試料2	土壌試料	ふっ素 砒素	含まれている濃度

- 基本精度管理調査(本編7頁)

3回の室内併行測定

- 分析対象項目(本編3頁)

- (1) ふっ素
- (2) 砒素

共通試料2:分析方法(本編5頁)

- **土壌試料(溶出試験)**

環境庁告示第46号(抽出操作を含める)に定める方法による。

分析方法	ふっ素	砒素
ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光光度法	○	
イオンクロマトグラフ法	○	
流れ分析法	○	
ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法		○
水素化物発生原子吸光法		○
水素化物発生ICP発光分光分析法		○
ICP質量分析法		○

○: 環境庁告示第46号に定める方法

(ふっ素についてはJIS K0102(2019 追補) 34.1.1 備考1.(小型蒸留装置を用いる蒸留操作)に定める方法を選択することも可とした)

共通試料2: 回答数等 (本編11頁)

分析項目	回答数*1	棄却数*1					棄却率
		n≠3	ND等	Grubbs	室内精度*2	計	%*3
ふっ素	272	1	0	10	9(4)	16	5.9
砒素	283	1	1	7	5(1)	13	4.6

*1: 回答数及び棄却数には解析対象外としたN≠3及びND等を含む。

*2: ()内はGrubbsの検定においても棄却された数を示す。

*3: 棄却率=(棄却数÷回答数)×100。

- 棄却率はふっ素が若干高いが、室内精度CV等(説明会資料7頁)には大きな問題がなく、全体的に良好な結果であった。

共通試料2: 棄却限界値と平均値 (本編11頁)

分析項目	Grubbsの検定		室内精度	(参考)
	下限値 (mg/L)	上限値 (mg/L)	上限値 CV%	外れ値等棄却後の 平均値(mg/L)
ふっ素	0.338	0.615	7.86	0.477
砒素	0.00138	0.00393	12.9	0.00266

共通試料2：空間精度等(本編12頁)

分析項目	回答数	平均値 (mg/L)	空間精度		最小値 (mg/L)	最大値 (mg/L)	中央値 (mg/L)	添加濃度 (mg/L)	基準値 (mg/L)
			SD (mg/L)	CV%					
ふっ素	256	0.477	0.0375	7.86	0.357	0.582	0.484	－	0.8
砒素	270	0.00266	0.000343	12.9	0.00159	0.00379	0.00268	－	0.01

Grubbsの検定及び統計的外れ値(室内精度)棄却後のもの。

分析結果が「ND等」であるもの及び測定回数が基本精度管理調査として実施要領に定められた併行測定回数の3回に満たないものは含まない。

共通試料2：室内精度等(本編13頁)

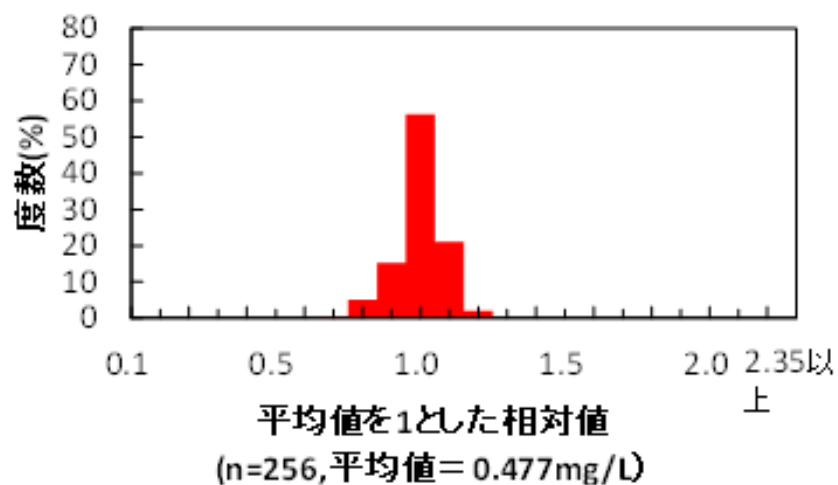
分析項目	室内測定 回数	回答 数	室内精度* ¹		室内精度CV%* ²		
			SD(mg/L)	CV%	最小値	最大値	中央値
ふっ素	3	256	0.0109	2.28	0.110	7.09	1.29
砒素	3	270	0.0000679	2.55	0	12.6	1.43

* 1: Grubbsの検定及び統計的外れ値(室内精度)棄却後のもの。分析結果が「ND等」であるもの及び測定回数が基本精度管理調査として実施要領に定められた併行測定回数の3回に満たないものは含まない。

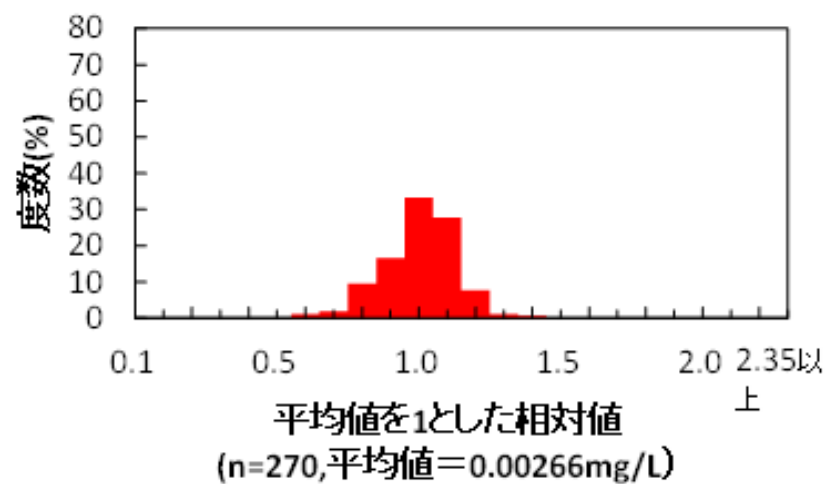
* 2: 分散分析の結果を示す。

共通試料2:ヒストグラム(本編14頁)

ふっ素



砒素



4. 共通試料3の概要

調査対象(本編3～7頁)

- 共通試料3: 模擬水質試料(本編3、4頁)

揮発性有機化合物の所定量をミネラルウォーターに溶かし、100 mLガラス製瓶に約121 mLを入れ、配布用の模擬水質試料とした。

区分		分析対象項目等	添加濃度	備考
共通試料3	模擬水質試料	ジクロロメタン テトラクロロエチレン ベンゼン シス-1,2-ジクロロエチレン 1,4-ジオキサン	含まれている濃度	詳細項目
		トリクロロエチレン トランス-1,2-ジクロロエチレン 1,2-ジクロロエタン 四塩化炭素		参照項目

- 高等精度管理調査(本編7頁): 1回以上5回以内の測定

- 分析対象項目(詳細項目)(本編3頁)

- (1) ジクロロメタン
- (2) テトラクロロエチレン
- (3) ベンゼン
- (4) シス-1,2-ジクロロエチレン
- (5) 1,4-ジオキサン

分析方法(本編6頁)

分析方法(詳細項目)	ジクロロメタン シス-1,2-ジクロロエチレン ベンゼン	テトラクロロ エチレン	1,4-ジオキサン
パージ・トラップ・ガスクロマトグラフ 質量分析法	○1,2	○1,2	○1,2
ヘッドスペース・ガスクロマトグラフ 質量分析法	○1,2	○1,2	○1,2
パージ・トラップ・ガスクロマトグラフ (電子捕獲検出器)法		○1,2	
パージ・トラップ・ガスクロマトグラフ (水素炎イオン化検出器)法	○1,2		
ヘッドスペース・ガスクロマトグラフ (電子捕獲検出器)法		○1,2	
溶媒抽出・ガスクロマトグラフ (電子捕獲検出器)法		○1,2	

(注) 今回の調査では、キャリアーガスとして水素、窒素の使用も可とした。

○1: 環境庁告示第10号に規定する方法

○2: 環境庁告示第59号に規定する方法

- 今回の調査で採用された分析方法是、パージ・トラップ・ガスクロマトグラフ質量分析法及びヘッドスペース・ガスクロマトグラフ質量分析法のみであった。

外れ値等により棄却した回答数等(本編11頁)

分析項目	回答数*1	棄却数*1			棄却率 %*2
		ND等	Grubbs	計	
ジクロロメタン	317	0	14	14	4.4
テトラクロロエチレン	324	1	11	12	3.7
ベンゼン	324	0	11	11	3.4
シス-1,2-ジクロロエチレン	322	0	14	14	4.4
1,4-ジオキサン	287	1	16	17	5.9
トリクロロエチレン	311	0	11	11	3.5
トランス-1,2-ジクロロエチレン	300	0	17	17	5.7
1,2-ジクロロエタン	306	1	11	12	3.9
四塩化炭素	302	2	8	10	3.3

*1: 回答数及び棄却数には解析対象外としたND等を含む。

*2: 棄却率=(棄却数÷回答数)×100

・1,4-ジオキサンの回答数が比較的少なかった

- 他項目とは別に標準液を調製する必要があると判断し、一斉分析を見送った可能性あり。

棄却限界値と棄却後の平均値(本編11頁)

分析項目	Grubbsの検定		(参考)
	下限値 (mg/L)	上限値 (mg/L)	外れ値等棄却後の 平均値(mg/L)
ジクロロメタン	0.00273	0.0107	0.00670
テトラクロロエチレン	0.000431	0.00272	0.00158
ベンゼン	0.000858	0.00407	0.00247
シス-1,2-ジクロロエチレン	0.00511	0.0216	0.0133
1,4-ジオキサン	0.0114	0.0267	0.0190
トリクロロエチレン	0.000898	0.00381	0.00236
トランス-1,2-ジクロロエチレン	0.00416	0.0183	0.0112
1,2-ジクロロエタン	0.000773	0.00241	0.00159
四塩化炭素	0.000151	0.00177	0.000958

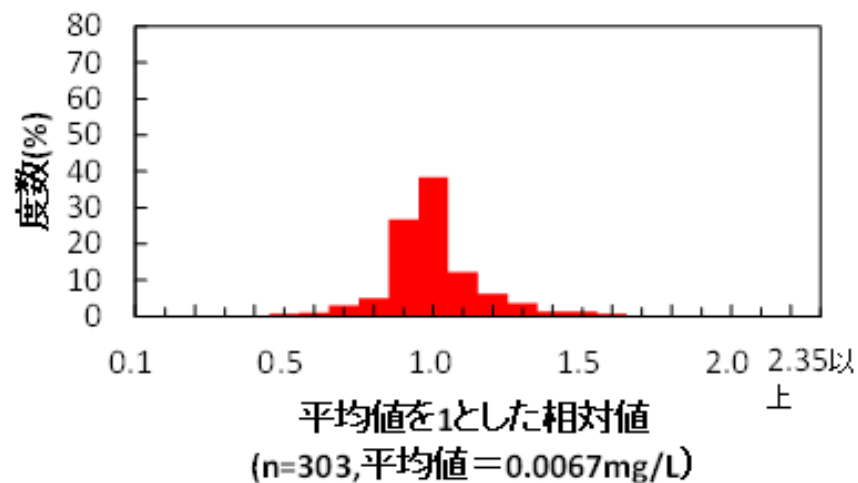
空間精度等(本編13頁)

分析項目	回答数	平均値 (mg/L)	空間精度		最小値 (mg/L)	最大値 (mg/L)	中央値 (mg/L)	基準値等 (mg/L)
			SD (mg/L)	CV%				
ジクロロメタン	303	0.00670	0.00107	15.9	0.00315	0.0106	0.00658	0.02
テトラクロロエチレン	312	0.00158	0.000307	19.5	0.000745	0.00272	0.00155	0.01
ベンゼン	313	0.00247	0.000431	17.5	0.00118	0.00394	0.00245	0.01
シス-1,2-ジクロロエチレン	308	0.0133	0.00221	16.6	0.00651	0.0215	0.0131	0.04
1,4-ジオキサン	270	0.0190	0.00206	10.8	0.0134	0.0265	0.0191	0.05
トリクロロエチレン	300	0.00236	0.000392	16.6	0.00108	0.00376	0.00235	0.01
トランス-1,2-ジクロロエチレン	283	0.0112	0.00190	17.0	0.00490	0.0181	0.0109	0.04
1,2-ジクロロエタン	294	0.00159	0.000220	13.8	0.000823	0.00228	0.00158	0.004
四塩化炭素	292	0.000958	0.000217	22.7	0.000211	0.00174	0.000946	0.002

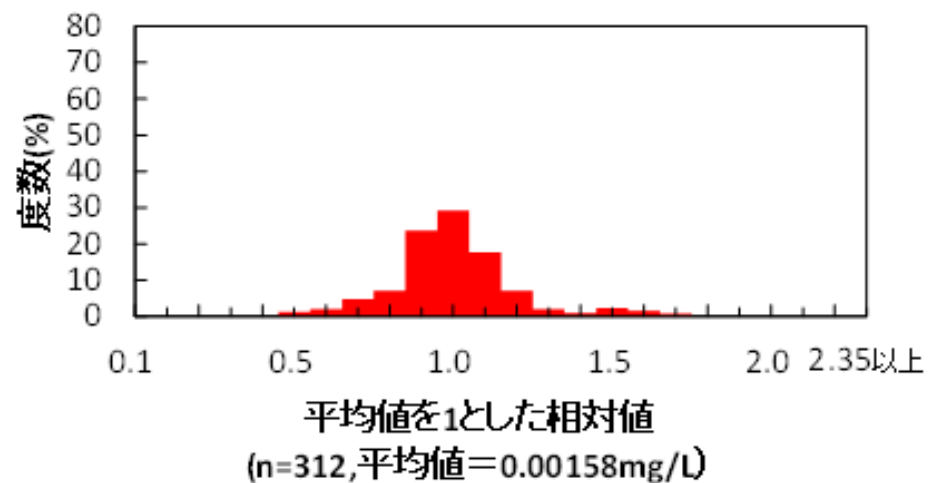
* :Grubbsの検定による棄却後のもの。分析結果が「ND等」であるものは含まない。

ヒストグラム (本編15頁)

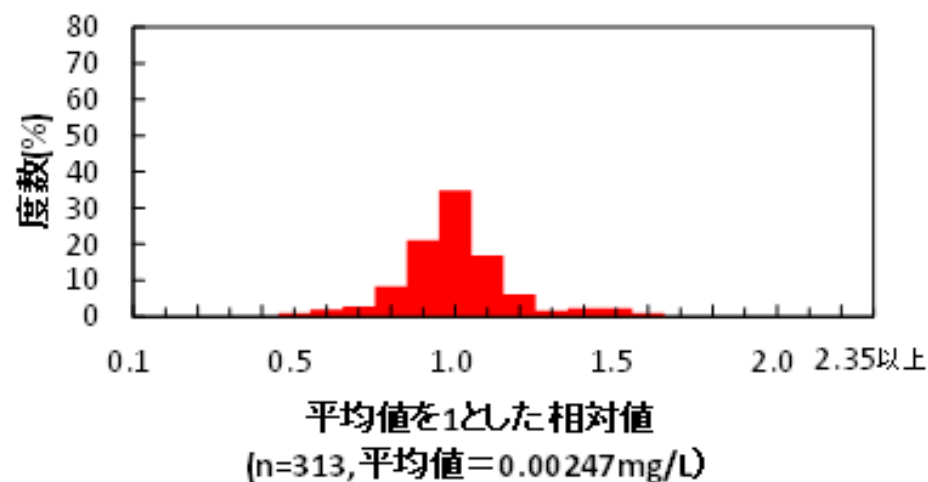
ジクロロメタン



テトラクロロエチレン

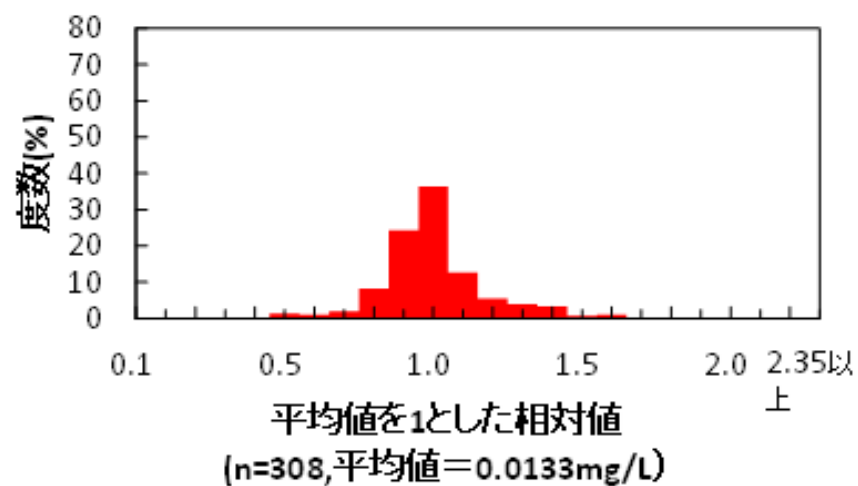


ベンゼン

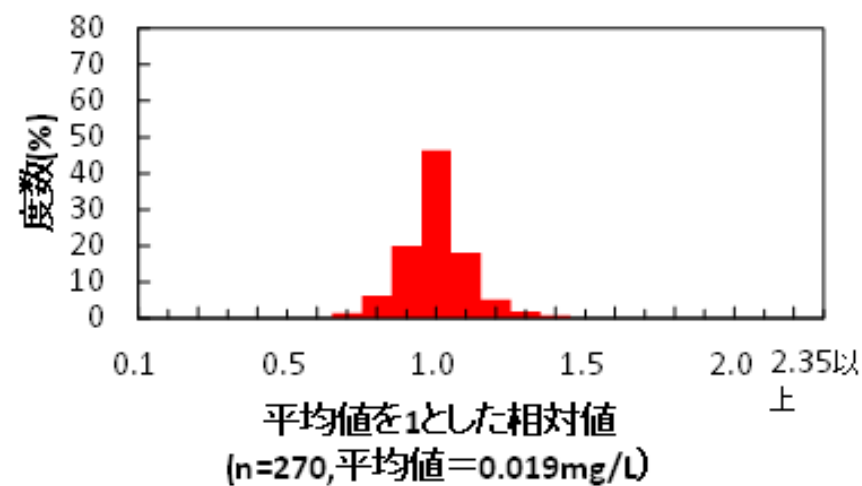


ヒストグラム (本編15頁)

シス-1,2-ジクロロエチレン

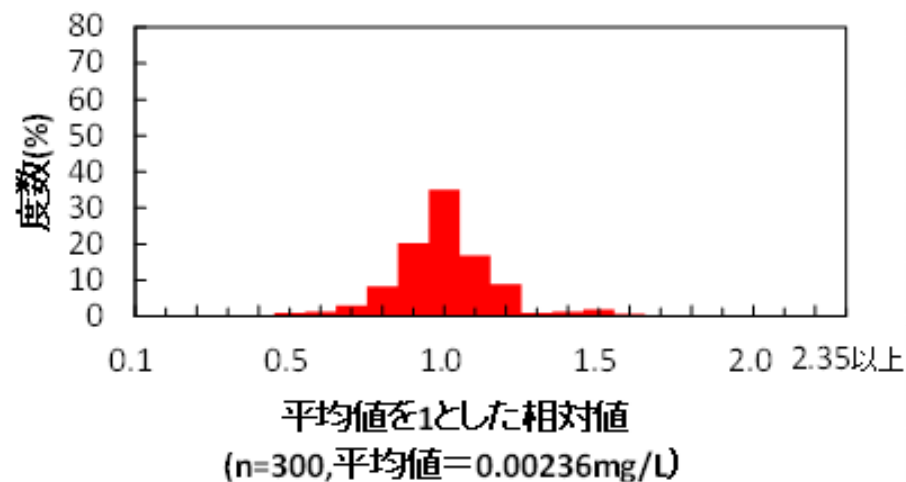


1,4-ジオキサン

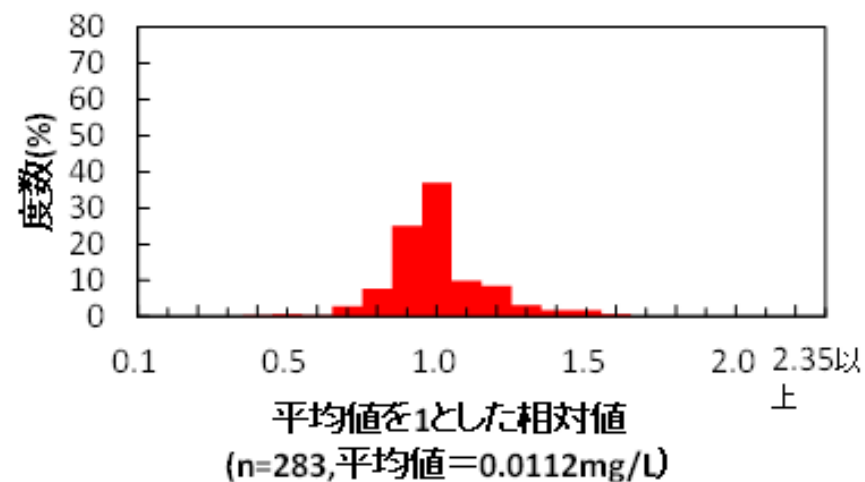


ヒストグラム (本編15頁)

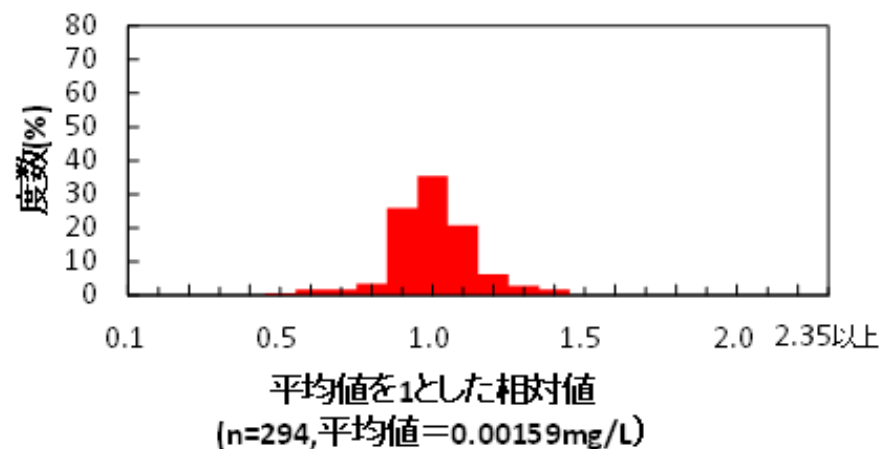
トリクロロエチレン



トランス-1,2-ジクロロエチレン



1,2-ジクロロエタン



四塩化炭素

