

平成14年度環境測定分析統一精度 管理調査結果説明会

調査結果概要 (主に調査方法)

平成15年7月18日 福岡

平成15年7月23日 東京

平成15年7月29日 大阪

調査対象

①基本精度管理調査

- ・ 土壌試料（金属類分析用）・・・共通試料 1
カドミウム（C d）、鉛（P b）、水銀（H g）

②高等精度管理調査

- ・ 模擬水質試料（内分泌攪乱作用が疑われている物質等分析用）・・・共通試料 2
内分泌攪乱作用が疑われている物質：フタル酸ジ-n-ブチル、ノニルフェノール、
4-t-オクチルフェノール、4-n-オクチルフェノール、エンドスルファン
揮発性有機物質：エチルベンゼン、塩化アリル、塩化ビニル
- ・ 模擬大気試料（揮発性有機物質分析用）・・・共通試料 3
揮発性有機物質：ベンゼン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、
ジクロロメタン
- ・ ばいじん試料 1（ダイオキシン類及びコプラナー P C B 分析用）・・・共通試料 4
ダイオキシン類及びコプラナー P C B
ダイオキシン類異性体：2,3,7,8-位塩素置換異性体（17 異性体）
P C D D 7 項目、P C D F 10 項目
ダイオキシン類同族体：四塩素化物から八塩素化物の各同族体とそれらの総和
コプラナー P C B 異性体
ノンオルト 4 項目、モノオルト 8 項目
T E Q（毒性当量）：異性体の分析結果に T E F（毒性等価係数）を乗じて算出
T E F は WHO/IPCS（1997）による
- ・ ばいじん試料 2（ダイオキシン類及びコプラナー P C B 分析用）・・・共通試料 5
項目は、ばいじん試料 1 と同様

調査対象

項目	主な選択理由
土壌試料：金属類	・土壌環境基準項目 ・土壌・地下水汚染に係る調査・対策指針（含有量参考値）
水質試料： 内分泌攪乱作用が疑われている物質：フタル酸ジ-n-ブチル ノニルフェノール	・昨年度調査結果を踏まえた追跡調査 ・環境水等からの検出頻度が大 ・水質等の外因性内分泌攪乱化学物質調査の項目 ・ノニルフェノールの水中での予測無影響濃度（0.608 μg/l）
揮発性有機物質	・昨年度調査結果を踏まえた追跡調査 ・水質等の要調査項目等調査の項目
内分泌攪乱作用が疑われている物質：オクチルフェノール エンドスルファン	・水質等の外因性内分泌攪乱化学物質調査の項目 ・オクチルフェノールは、水中においてノニルフェノールと同様の影響の疑い ・エンドスルファンは、水中における影響濃度の検討（環境省）
大気試料：揮発性有機物質	・大気環境基準項目、環境基準が設定
ばいじん試料： ダイオキシン類及びコプラ-PCB	・昨年度調査結果を踏まえた追跡調査 ・特別管理廃棄物に関する基準が設定

追跡調査

高等精度管理調査：原則として、2か年の調査
分析方法の限定等を行って調査する

追跡調査に該当する項目

- ・ 模擬水質試料（内分泌攪乱作用が疑われている物質等分析用）
内分泌攪乱作用が疑われている物質：フタル酸ジ-n-ブチル、ノニルフェノール
揮発性有機物質：エチルベンゼン、塩化アリル、塩化ビニル
- ・ ばいじん試料（ダイオキシン類及びコプラナーP C B分析用）
ダイオキシン類及びコプラナーP C B

試料

①基本精度管理調査

- ・土壌試料（金属類分析用）

汚染の少ない関東ローム（黒土）より調製
（１００メッシュのふるいの通過部分）

性状：水分 １０．３％
強熱減量 ２４．３％

試料

②高等精度管理調査

- ・ 模擬水質試料（内分泌攪乱作用が疑われている物質等分析用）
分析対象項目をメタノールに溶かしたもの
分析試料は参加機関が共通試料を水で希釈して調製
分析試料中の濃度は、目標検出下限値の10倍程度
（エンドスルファンは目標検出下限値程度）
- ・ 模擬大気試料（揮発性有機物質分析用）
分析対象項目を含む窒素ベースのガス
（塩化ビニル等の分析対象項目以外の5物質を含めている）
参加機関より送付された洗浄・減圧済みのキャニスターに充てん
分析試料中の濃度は、窒素ベースで対象項目が安定である濃度程度
（環境基準程度、10ppb程度以上）

試料

共通試料の調製及び設定濃度

区分		分析対象項目等	共通試料 濃度 (添加量)	分析試料 *		
				希 釈 倍率	濃度 (設定値)	
共通 試料 2	模擬 水質 試料	内分泌攪乱作用が疑 われている物質				
		フタル酸ジ-n-ブチル	5.5 mg/l	1000	5.5 µg/l	
		ノニルフェノール	0.75 mg/l	1000	0.75 µg/l	
		4-t-オクチルフェノール	0.18 mg/l	1000	0.18 µg/l	
		4-n-オクチルフェノール	0.14 mg/l	1000	0.14 µg/l	
		エンドスルファン	0.034mg/l	1000	0.034 µg/l	
		揮発性有機物質				
		エチルベンゼン	0.33 mg/l	1000	0.33 µg/l	
		塩化アリル	1.4 mg/l	1000	1.4 µg/l	
		塩化ビニル	1.8 mg/l	1000	1.8 µg/l	
共通 試料 3	模擬 大気 試料	揮発性有機物質				
		ベンゼン	12.8 ppb	1	12.8 ppb	41.6 µg/m ³
		トリクロロエチレン	22.2 ppb	1	22.2 ppb	121 µg/m ³
		テトラクロロエチレン	25.4 ppb	1	25.4 ppb	175 µg/m ³
		ジクロロメタン	17.9 ppb	1	17.9 ppb	63.2 µg/m ³
		(塩化ビニル)	10.2 ppb	1	10.2 ppb	26.5 µg/m ³
		(1,3-ブタジエン)	10.5 ppb	1	10.5 ppb	23.6 µg/m ³
		(アクリロニトリル)	10.1 ppb	1	10.1 ppb	22.3 µg/m ³
		(クロホルム)	9.89ppb	1	9.89ppb	59.1 µg/m ³
		(1,2-ジクロロエタン)	10.3 ppb	1	10.3 ppb	42.4 µg/m ³
		(窒素) **				

注1) * : 共通試料2については、分析試料は参加機関が共通試料を水で希釈して調製する。

注2) ** : 共通試料3については、窒素ベースのガスである。

試料

②高等精度管理調査（つづき）

- ・ばいじん試料 1（ダイオキシン類及びコプラナー P C B 分析用）
- ・ばいじん試料 2（ダイオキシン類及びコプラナー P C B 分析用）

焼却施設より排出されたばいじんより調製

（100メッシュのふるいの通過部分）

ばいじんは、脱塩素等の処理がされたものである

A～Dの4種類を用意し、参加機関へはランダムに2種類を配布

試料中の水分及び強熱減量

試料	水分 (%)	強熱減量 (%)
試料 A	0.8	5.7
試料 B	0.8	5.2
試料 C	0.7	2.4
試料 D	0.7	-1.1

測定回数、基本精度管理調査と高等精度管理調査

①基本精度管理調査

基準値、公的な分析方法等が規定されている測定項目に関する調査

測定回数 3 回

(同量の試料を 3 個採り併行測定)

②高等精度管理調査

基準値、公的な分析方法等が確立されていない（または規定されて間もない）または高度な分析技術を要する等測定項目に関する調査

原則として測定回数 1 回

(2 回以上の測定を行った場合には平均値)

(3 回以上の測定を行った場合には標準偏差（室内測定精度）も併記)

結果として参加機関数は、基本精度管理調査＞高等精度管理調査

分析結果の回答方法

記入用紙に記入して作成

ホームページに記入して作成

参加機関数と回答機関数

調査結果の回収状況

区分		参加機関数	回答機関数	回収率 (%)
公的機関	都道府県	51	49 (50)	96.1
	市	45	45	100.0
民間機関		400	383	95.8
合計		496	477 (478)	96.2

(注) 以降の集計・解析等の対象となっている回答数を示す。

ただし、() 内は遅着のために集計・解析等の対象となっていない回答を含めている。

参加機関数と回答機関数

試料別の調査結果の回収状況

区分		共通試料 1 (土壌試料)		共通試料 2 (水質試料)		共通試料 3 (大気試料)	
		参加 機関数	回答 機関数	参加 機関数	回答 機関数	参加 機関数	回答 機関数
公的機関	都道府県	4 2	4 1 (17)	3 1	2 8 (10)	3 4	3 4 (24)
	市	4 2	4 0 (19)	1 6	1 4 (5)	1 7	1 6 (9)
民間機関		3 6 7	3 5 1 (105)	1 6 4	1 3 0 (25)	5 8	5 3 (28)
合計		4 5 1	4 3 2 (141)	2 1 1	1 7 2 (40)	1 0 9	1 0 3 (61)

(注) () 内は、ホームページによる回答数を示す。

参加機関数と回答機関数

試料別の調査結果の回収状況

区分		共通試料 4 (ばいじん試料 1)		共通試料 5 (ばいじん試料 2)		備考
		参加 機関数	回答 機関数	参加 機関数	回答 機関数	
公的機関	都道府県	2 6	2 4 (15)	2 6	2 4 (13)	共通試料 4、5 には A ～ D の 4 種類のばいじん試 料がある。種類別の回収 状況（内訳）は、次の表 に示す。
	市	7	6 (2)	7	6 (2)	
民間機関		1 4 3	1 2 7 (50)	1 4 3	1 2 7 (47)	
合計		1 7 6	1 5 7 (67)	1 7 6	1 5 7 (62)	

（注）（ ）内は、ホームページによる回答数を示す。

参加機関数と回答機関数

試料別の調査結果の回収状況（共通試料4、5の内訳）

区分		ばいじん試料							
		試料A		試料B		試料C		試料D	
		参加 機関数	回答 機関数	参加 機関数	回答 機関数	参加 機関数	回答 機関数	参加 機関数	回答 機関数
公的機関	都道府県	14	14	14	13	12	11	12	10
	市	3	3	3	3	4	4	4	2
民間機関		71	60	71	65	72	68	72	61
合計		88	77	88	81	88	83	88	73

分析結果の解析方法

共通解析：すべての分析項目に対する解析

詳細解析（高度解析）

要因間の相互作用等による誤差を左右する原因を追及するために高度解析

以下の項目、方法において解析

土壌試料中の鉛（ICP発光分光分析法）

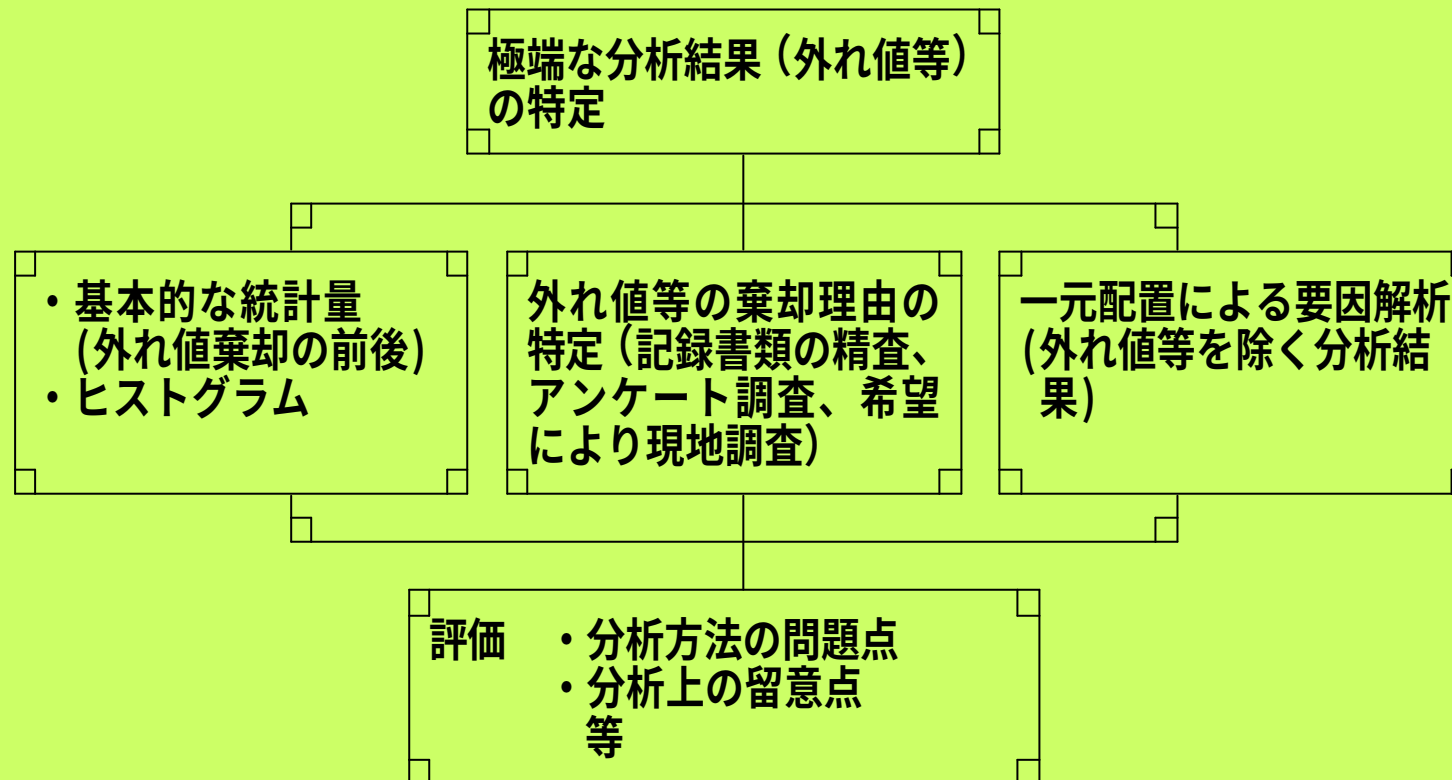
水質試料中のノニルフェノール（溶媒抽出-GC/MS）

大気試料中のジクロロメタン（GC/MS）

ばいじん試料中のダイオキシン類及びコプラナーPCB

（試料A：TeCDD及びOCDD）

分析結果の解析方法：共通解析



分析結果の解析方法：共通解析

(1) 極端な分析結果（外れ値等）の特定

「ND等」で示されているもの

「Grubbsの方法」により両側確率5%で棄却されるもの（統計的外れ値）

(2) 基本的な統計量の算出

統計的外れ値となった分析結果の棄却前後の統計量を算出

（平均値、室間精度（標準偏差、変動係数）、最小値、最大値、中央値等）

(3) ヒストグラムの作成

分析結果に関するヒストグラム

（横軸は外れ値棄却後の平均値を1.0とした相対値、縦軸は相対度数（%））

分析結果の解析方法：共通解析

（４）極端な分析結果（外れ値等）の棄却原因の解析

記録書類（分析条件、クロマトグラム、検量線等）の精査

アンケート調査（原因不明の場合希望により現地調査）

（５）要因別の解析・評価結果の概要

外れ値等を棄却後の分析結果に関する一元配置の分散分析による要因解析
（平均値の差の検定及び精度の違いの検定）

解析において取り上げる要因

分析機関の客観情報に関すること（分析機関区分、国際認証取得状況）

分析者の経験に関すること（昨年度分析の検体数、経験年数等）

室内測定精度、室内測定回数に関すること

分析手法に関すること（試料分取量、測定方法、その他測定条件）

分析結果の解析方法：共通解析

（４）極端な分析結果（外れ値等）の棄却原因の解析

記録書類（分析条件、クロマトグラム、検量線等）の精査

クロマトグラム及び検量線等の添付がない回答数

報告書番号	分析項目	回答数
[1]土壌試料	カドミウム	38
[2]土壌試料	鉛	38
[3]土壌試料	水銀	30
[4]水質試料	フタル酸ジ-n-ブチル	4
[5]水質試料	アルキルフェノール類	4
[6]水質試料	エンドスルファン	1
[7]水質試料	揮発性有機物質	4
[8]大気試料	揮発性有機物質	12
[9]ばいじん試料	ダイオキシン類及びコプラナーPCB	3
[10]ばいじん試料	ダイオキシン類及びコプラナーPCB	3

分析結果の解析方法：共通解析

(4) 極端な分析結果（外れ値等）の棄却原因の解析

アンケート調査の実施状況

試料と項目		アンケート数	回収数(回収率)
土壌試料	カドミウム	85	53
	鉛	16	12
	水銀	22	16
	計	123	81 (65.9)
水質試料	フタル酸ジ-n-ブチル	9	3
	ノニルフェノール	1	0
	4-t-オクチルフェノール	7	6
	4-n-オクチルフェノール	0	0
	エンドスルファン	2	1
	エチルベンゼン	6	4
	塩化アリル	4	2
	塩化ビニル	2	1
	計	31	17 (54.8)
大気試料	ベンゼン	3	3
	トリクロロエチレン	4	4
	テトラクロロエチレン	6	6
	ジクロロメタン	1	1
	計	14	14 (100.0)
ばいじん試料	ダイオキシン類及びコプラ-PCB	82	57 (69.5)

分析結果の解析方法：共通解析

（４）極端な分析結果（外れ値等）の棄却原因の解析

アンケート調査により原因不明であり、希望により現地調査
聞き取り及び施設等の観察
３機関に実施

現地調査の実施状況

試料と項目		現地調査数
土壌試料	カドミウム	2
	鉛	0
	水銀	1
水質試料	フタル酸ジ-n-ブチル等	0
大気試料	ベンゼン等	0
ばいじん試料	ダイオキシン類及びコプラ-PCB	2

分析結果の解析方法：詳細解析（高度解析）

（１）解析方法の概要（目的）

- ・ 極端な分析結果（外れ値）の発生要因（前年度も実施）

分析結果の分布の中心（調製濃度又は中央値）から大きく外れる結果を発生させる要因を抽出

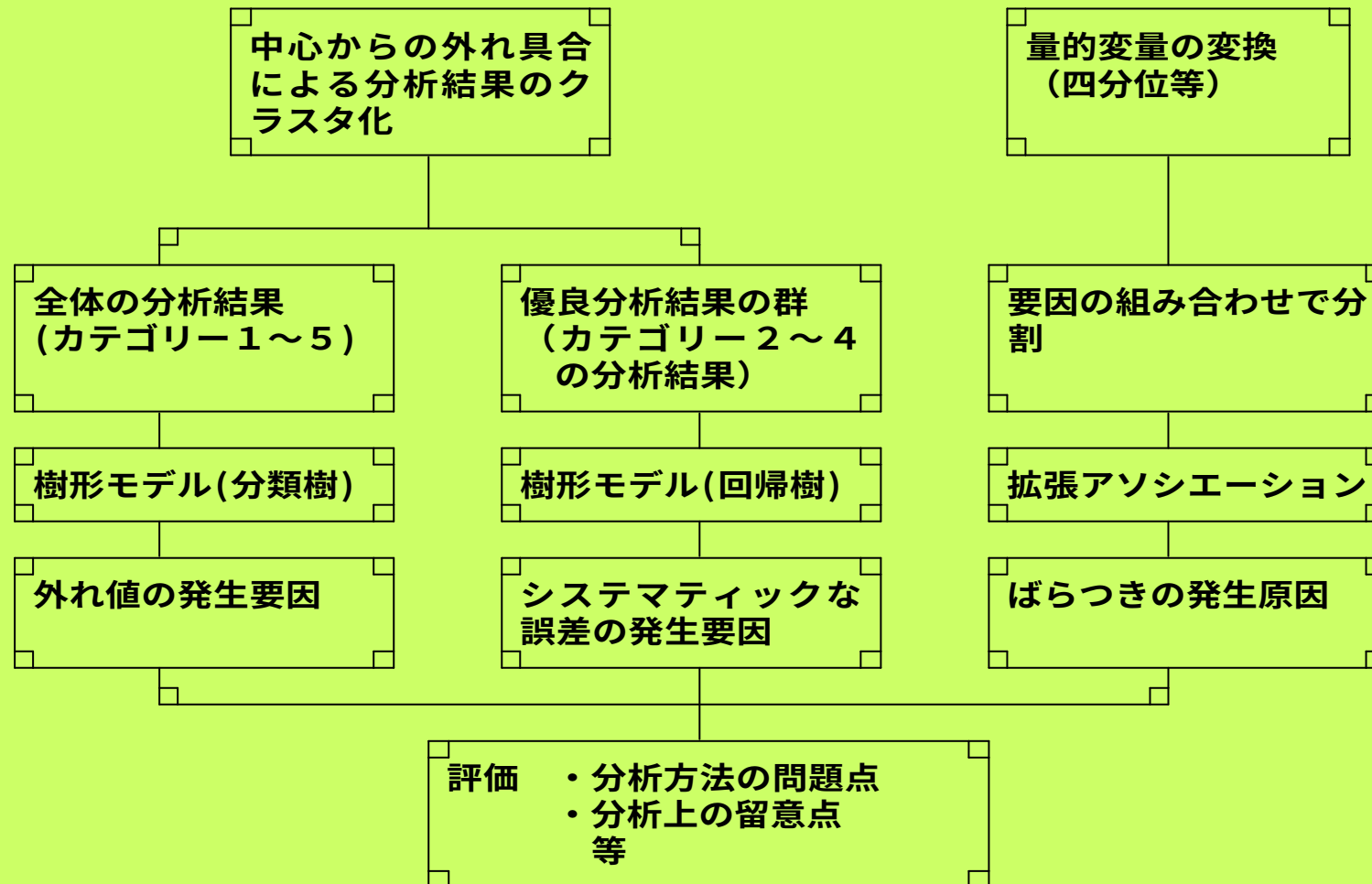
- ・ システマティックな分析誤差の発生要因（前年度も実施）

分析結果の分布の中心（調製濃度又は中央値）からあまり外れていない結果を対象として、分析結果に影響をする要因を抽出

- ・ ばらつきの発生原因

分析誤差のばらつきを大きくする要因を抽出

分析結果の解析方法：詳細解析（高度解析）



分析結果の解析方法：詳細解析（高度解析）

（2）クラスタ化

分析結果を中心からの外れ具合によるクラスタ化

中心を中央値としてZスコアを算出し、Zスコアにより1～5のカテゴリー

カテゴリー1不良（分析結果が小さい値）

$(-\infty, -2)$ 、

カテゴリー2～4が優良

$(-2, -1)$ 、 $(-1, 1)$ 、 $(1, 2)$

カテゴリー5も不良（分析結果が大きい値）

$(2, \infty)$ の1～5のカテゴリー

分析結果の解析方法：詳細解析（高度解析）

（３）極端な分析結果（外れ値等）の要因解析の概要

全体の分析結果（カテゴリー１～５）に関する解析結果から、分布の中心から大きく外れる分析結果（カテゴリー１及び５）の特徴を抽出

解析方法：樹形モデル（分類樹）

目的変数：「Ｚスコアによるカテゴリー」

説明変数：主に分析手法に関するもの（試料分取量、測定方法、その他測定条件）

（注）樹形モデル（分類樹）では、目的変数を順序データとして扱い、カテゴリー構成比の違いが最も明確になる要因から順に分割し、分析結果に影響する（特定のカテゴリーの構成比が高くなる）要因の組み合わせを見つける。

分析結果の解析方法：詳細解析（高度解析）

（４）システマティックな誤差要因解析の概要

優良分析結果（カテゴリー２～４）に関する解析結果から、分析結果に影響する要因を抽出

解析方法：樹形モデル（回帰樹）

目的変数：「分析結果－参照値（調製濃度等）」

説明変数：主に分析手法に関するもの（試料分取量、測定方法、その他測定条件）

（注）樹形モデル（回帰樹）では、目的変数の差異に最も影響を与える要因から順に分割し、分析誤差を左右する要因の組み合わせを見つける。

分析結果の解析方法：詳細解析（高度解析）

（5）ばらつきの発生原因の解析の概要

分析結果に関する解析結果から、分析誤差のばらつきを大きくする要因を抽出

解析方法：拡張アソシエーション

目的変数：「分析結果－参照値（調製濃度等）」

説明変数：主に分析手法に関するもの（試料分取量、測定方法、その他測定条件）

（注）拡張アソシエーションでは、さまざまな要因の組み合わせに該当する結果を抜き取り、該当するものとししないもの、それぞれの統計量（主に分散）の差を比較し、統計量に顕著な差が見られる順に要因の組み合わせを列挙することにより、分析誤差のばらつきを大きくする要因を見つける。

解析結果の評価等

共通解析の結果

- (1) 極端な分析結果（外れ値等）
- (2) 基本的な統計量の算出
- (3) ヒストグラムの作成
- (4) 極端な分析結果（外れ値等）の棄却原因の解析
記録書類の精査、アンケート調査、現地調査
- (5) 要因別の解析・評価結果の概要

詳細解析（高度解析）の結果

- (1) 極端な分析結果（外れ値等）の要因解析の概要
- (2) システマティックな誤差要因解析の概要
- (3) ばらつきの発生原因の解析の概要

解析結果の要約、評価

本編第2章（調査結果の概要）に項目別に記載

詳細な解析結果

資料編第1部（調査結果）に項目別に記載