

平成17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18年8月 8日	仙台
平成18年8月23日	東京
平成18年8月29日	大阪
平成18年9月 5日	岡山
平成18年9月13日	福岡

調査対象

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
Cd、Pb、As、B

同じ試料中のZnも調査 (高等精度管理調査)

②高等精度管理調査

調査対象

- ・模擬水質試料1 (重金属類分析用) …… **共通試料1**
Zn
- ・模擬水質試料2 (芳香族化合物分析用) …… **共通試料2**
ベンゾ(a)ピレン、ベンゾフェノン、4-ニトロトルエン
- ・模擬大気試料 (揮発性有機化合物分析用) …… **共通試料3**
ベンゼン、ジクロロメタン、塩化ビニルモノマー、1,3-ブタジエン
- ・模擬排ガス試料 (ばいじん抽出液試料)
(ダイオキシン類分析用) …… **共通試料4**
PCDDs及びPCDFs異性体: 2,3,7,8-位塩素置換異性体 (17異性体)
PCDDs及びPCDFs同族体
DL-PCB異性体: ノンオルト4項目、モノオルト8項目
TEQ (毒性当量): 異性体の分析結果にTEF (毒性等価係数) を乗じて算出
TEFはWHO/IPCS (1997) による

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**

・**模擬水質試料2 (芳香族化合物分析用) ……共通試料2**
ベンゾ(a)ピレン、ベンゾフェノン、4-ニトロトルエン

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)

模擬河川水を想定

塩化ナトリウム15mg/l共存した硝酸1mol/l水溶液

500mlのポリエチレン製の瓶に分注

参加機関へ瓶各2個配布

調製濃度は、環境基準値程度又はそれ以下

Cd:0.0028mg/l (基準値の1/3以下)、Pb:0.0096mg/l (基準値程度)

As:0.0034mg/l (基準値の1/3程度)、

B:0.068mg/l (基準値の1/10以下)、Zn:0.026mg/l (基準値程度)

試料

②高等精度管理調査

- ・模擬水質試料2 (芳香族化合物分析用) ……追跡調査
ベンゾ(a)ピレン、ベンゾフェノン及び4-ニトロトルエンを含むエタノール溶液
参加機関において水で1000倍に希釈後分析
調製濃度 ベンゾ(a)ピレン :0.032 $\mu\text{g/l}$ (昨年度0.33 $\mu\text{g/l}$)
(設定値) ベンゾフェノン :0.024 $\mu\text{g/l}$ (0.25 $\mu\text{g/l}$)
 4-ニトロトルエン :0.096 $\mu\text{g/l}$ (0.46 $\mu\text{g/l}$)
- ・参考 溶媒抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法の目標検出限界値
0.01 $\mu\text{g/l}$ の2.4～9.6倍 (昨年度は25～46倍)

②高等精度管理調査

試料

・分析対象項目と調製濃度

ベンゼン :0.241ppb (0.783 $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

ジクロロメタン :0.296ppb (1.05 $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

塩化ビニルモノマー :0.055ppb (0.143 $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

1,3-ブタジエン :0.119ppb (0.268 $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

4項目とも平成15年度全国平均大気濃度の1/2～2倍程度

・人工空気 (窒素79%と酸素21%) ベースのガス

トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、クロロホルム、

1,2-ジクロロエタン、アクリロニトリル各0.1ppb程度を含めて調製

物質名	15年度全国平均概略値(ppb)	基準値等 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)		調製濃度 (ppb)
		環境基準値	指針値	
ベンゼン	0.5	3		0.24
トリクロロエチレン	0.1	200		(0.1)
テトラクロロエチレン	0.1	200		0.1
ジクロロメタン	0.6	150		0.30
アクリロニトリル	0.05		2	0.1
塩化ビニルモノマー	0.02		10	0.055
クロロホルム	0.05			0.1
1,2-ジクロロエタン	0.04			0.1
1,3-ブタジエン	0.2			0.12

試料

②高等精度管理調査

・ばいじん抽出液試料 (模擬排ガス試料として)

焼却施設のばいじん→乾燥→トルエンで24時間ソックスレー抽出
→抽出液→混合・均質化→5mlのガラス製のアンプルに分注

参加機関へアンプル各2個配布

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原則として、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
測定回数は原則1回、（5回以内）
複数回測定では、すべての結果を報告**

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

ホームページに記入して作成

ホームページに記入が難しい場合
→記入用紙に記入して作成

参加機関数と回答機関数

区分		参加機関数	回答機関数	回収率(%)
公的機関	都道府県	53	53	100.0
	市	51	51	100.0
民間機関		420	401	95.5
合計		524	505	96.4

参加機関数と回答機関数

区分		共通試料 1 (模擬水質試料 1)		共通試料 2 (模擬水質試料 2)	
		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 8	4 6 (7)	1 6	1 5 (1)
	市	5 0	5 0 (8)	9	9 (1)
民間機関		3 9 8	3 7 8 (4 5)	8 5	6 9 (5)
合計		4 9 6	4 7 4 (6 0)	1 1 0	9 3 (7)

(注 1) 回答方法にはホームページ、用紙があり、() 内は用紙による回答数を示す。

(注 2) 複数の分析方法等により複数の分析結果を報告し、ひとつがホームページによる報告であった場合には、ホームページによる回答としている（ホームページへは、ひとつの回答を可能としている）。

参加機関数と回答機関数

区分		共通試料 3 (模擬大気試料)		共通試料 4 (ばいじん抽出液試料)	
		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	3 3	3 2 (2)	2 5	2 5 (0)
	市	1 2	1 2 (3)	5	5 (0)
民間機関		5 8	5 3 (4)	1 3 7	1 3 0 (1 0)
合計		1 0 3	9 7 (9)	1 6 7	1 6 0 (1 5)

(注1) 回答方法にはホームページ、用紙があり、()内は用紙による回答数を示す。

(注2) 複数の分析方法等により複数の分析結果を報告し、ひとつがホームページによる報告であった場合には、ホームページによる回答としている(ホームページへは、ひとつの回答を可能としている)。

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解析

解析・評価の高度化に関しては、5年間 (平成13～17年度) 実施

- 解析内容
- ・極端に外れた分析結果の発生要因の解析
 - ・系統的な誤差の発生要因の解析
 - ・極端に外れた分析結果を出した機関の検出

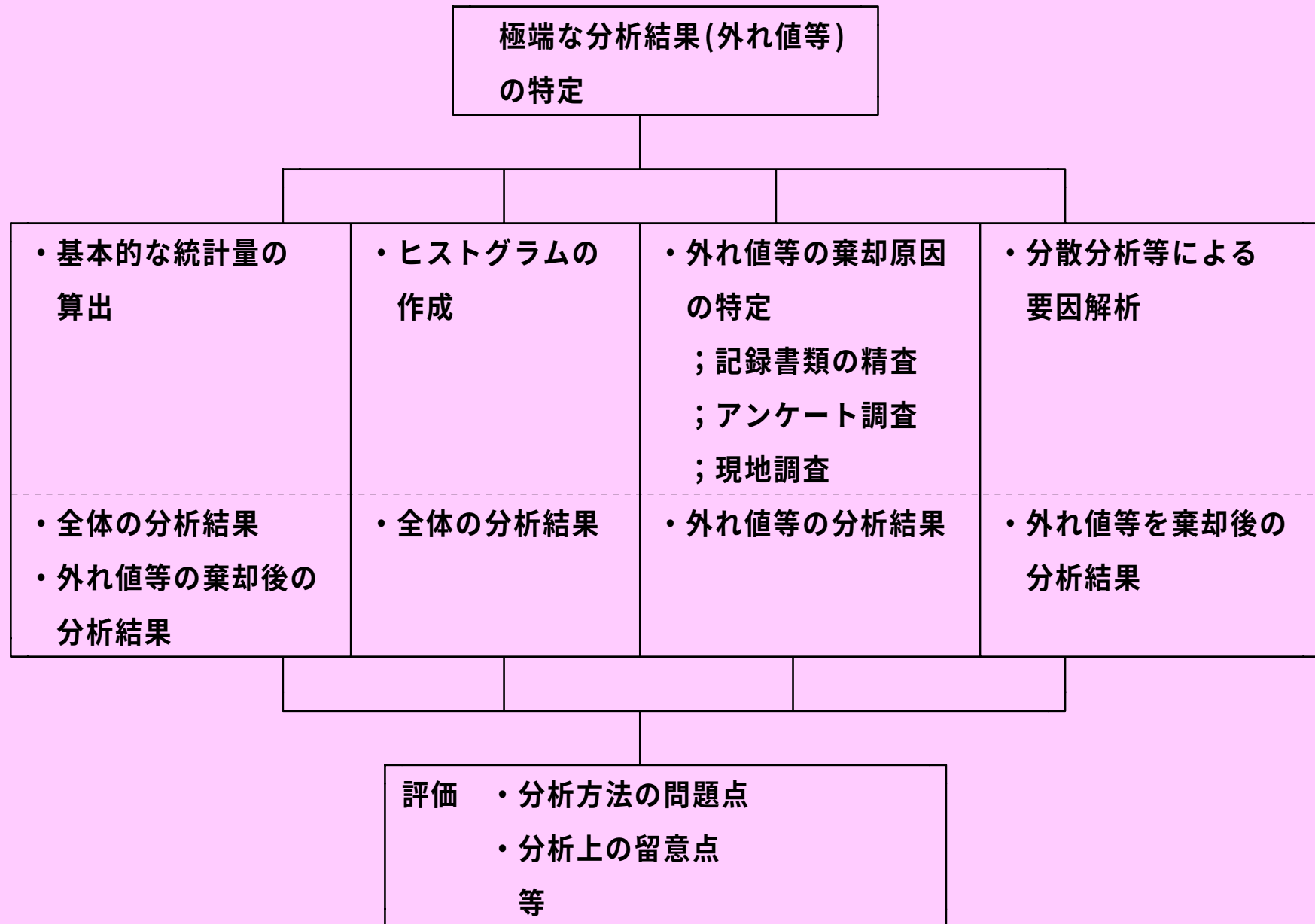
解析方法・重回帰分析、樹形モデル、分散分析等の統計的な手法

これまでの結果例

- ・極端に外れた分析結果：統計的な手法による発生要因の特定は難しい
→個別の記録書類 (クロマトグラム等) の精査、
アンケート調査・現地調査によることが適当
- ・系統的な誤差：参加機関での分析条件が多様、統計的な手法による要因の特定は難しい
→本調査での実施は難しいが、実験計画を持った調査が必要

以上のような状況から、平成17年度では「これまでの解析・評価の高度化のとりまとめ」、
「17年度調査項目に関する高度解析は実施していない」

分析結果の解析方法：共通解析



分析結果の解析方法

(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

(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
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

外れ値等のアンケート調査

試料と項目		アンケート数 (機関数)	回収数 (回収率%)	
模擬水質試料 1	カドミウム	21	14	
	鉛	26	18	
	砒素	16	9	
	ほう素	48	29	
	亜鉛	22	11	
	計	133	81	(60.9)
模擬水質試料 2	ベンゾ (a)ピレン	4	2	
	ベンゾフェノン	6	1	
	4-ニトロトルエン	2	0	
	計	12	2	(16.7)
		(8) *	(2) *	(25.0)
模擬大気試料	ベンゼン	3	2	
	ジクロロメタン	2	2	
	塩化ビニルモノマー	2	2	
	1,3-ブタジエン	8	6	
	計	15	12	(80.0)
		(11) *	(9) *	(81.8)
ばいじん抽出液 試料	ダイオキシン類	42	34	(80.9)
		(40) *	(32) *	(80.0)

(注) *: () 内は外れ値を含む機関数 (回答数) を示す。Grubbsの方法による外れ値として、複数の項目で外れ値となる回答があり、また棄却限界の下限を下回る値、上限を超える値の両方があった回答では、それぞれに対してアンケートしているため、機関数よりもアンケート数は多くなる。

解析結果の評価等

解析結果

(1) 極端な分析結果 (外れ値等)

本編第2章の1 (2) に記載

(2) 基本的な統計量の算出

本編第2章の1 (3) に記載

(3) ヒストグラムの作成

本編第2章の1 (4) に記載

(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)

本編第2章の2

資料編第1部第1章～第4章の (4) 及び (5) に記載

(5) 要因別の解析結果

本編第2章の2

資料編第1部第1章～第4章の (1) ～ (3) に記載

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