

# 平成21年度環境測定分析統一精度管理調査結果 説明会

## 22年度調査概要

平成22年7月 8日 岡山  
平成22年7月14日 東京  
平成22年7月21日 大阪  
平成22年7月26日 仙台  
平成22年8月 3日 福岡

# 調査対象

## 基本精度管理調査

- ・ 土壌試料(重金属類分析用)
  - …… 共通試料1

試料は、汚染土壌を乾燥、混合・均質化したもの  
調査対象は、鉛、銅、ふっ素及びカルシウムの4項目

# 調査対象

## 高等精度管理調査

・模擬大気試料(揮発性有機化合物分析用)

…… **共通試料2 (追跡調査)**

試料は、人工空気(窒素、酸素)ベースのガス  
試料採取容器(キャニスター)は参加機関が準備

### 調査対象

#### 詳細項目(4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(1,2,4-トリメチルベンゼン、1,3,5-トリメチルベンゼン)

四塩化炭素

#### 参照項目(多くの項目)

有害大気汚染物質(優先取組物質) トリクロロエチレンなど

有害大気汚染物質(優先取組物質以外) エチルベンゼンなど

有害大気汚染物質以外(PRTR法の第一種指定化学物質)

1-クロロ-1,1-ジフルオロエタン(HCFC142b)など

# 調査対象

## 【追跡調査の概要】

試料	項目	追跡調査の概要
模擬大気試料	揮発性有機化合物	<ul style="list-style-type: none"><li>・詳細項目 (昨年度は精度の良くなかった項目) 1,2-ジクロロエタン トリメチルベンゼン類 四塩化炭素</li><li>・詳細項目 (これまでの調査での共通の項目) ベンゼン</li></ul>

# 調査対象

## 高等精度管理調査

- ・模擬水質試料(農薬等分析用)

  - ・・・共通試料3

試料は、ふたつ。

  - ・試料3-1 農薬(ジクロルボス及びフェノブカルブ)分析用
  - ・試料3-2 その他の物質(PFOS及びPFOA)分析用

試料は、高濃度に調製しているなので、分析に際しては、必ず水で希釈して分析用試料を作成する。

# 調査対象

## 高等精度管理調査

・底質試料( P C B 分析用)

・・・共通試料4

試料は、海底質を乾燥、混合・均質化したもの

## 調査対象

P C B

ただし、ガスクロマトグラフ質量分析法では、

一塩素化ビフェニル～十塩素化ビフェニルの各塩素化ビフェニル濃度も求める。

# 調査対象

項目	主な選択理由
土壌試料 ： 重金属類	<ul style="list-style-type: none"><li>・ 重金属類（鉛、ふっ素）については、土壌汚染対策法による土壌含有量の基準値が設定されている。</li><li>・ 基準値が設定されている項目は、土壌含有量調査に係る測定方法が規定されている。</li><li>・ 基準値が設定されていない項目についても、設定されている項目と同様な測定が可能である。</li></ul>
大気試料 ： 揮発性有機化合物	<ul style="list-style-type: none"><li>・ 昨年度調査の結果を踏まえた追跡調査とする。</li><li>・ 有害大気汚染物質等として、物質によっては環境基準値又は指針値（優先取組物質）が設定されている。</li><li>・ 「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」に規定されている。</li></ul>
水質試料 ： 農業 ジクロロポス フェノカルブ その他 ヘルフルオオクタンスルホン酸 (PFOS) ヘルフルオオクタン酸 (PFOA)	<ul style="list-style-type: none"><li>・ 農業（ジクロロポス及びフェノカルブ）については「要監視項目」として規定され、指針値が設定されている。</li><li>・ PFOS及びPFOAについては「要調査項目等」となっている。また、PFOSについては「化学物質審査規制法」に基づく第一種特定化学物質となっている。</li><li>・ 環境中からの検出頻度が大きい。</li></ul>
底質試料 ： PCB	<ul style="list-style-type: none"><li>・ 底質調査方法に規定する項目である。</li><li>・ 底質の除去基準値が設定されている。</li><li>・ 底質からの検出頻度が大きい。</li></ul>

# 測定回数

## 基本精度管理調査と高等精度管理調査

### 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)

土壌試料(重金属類分析用)

### 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1～5回

複数回測定では、すべての結果を報告

模擬大気試料(揮発性有機化合物分析用)

模擬水質試料(農薬等分析用)

底質試料(PCB分析用)

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

# 分析方法

土壌試料(重金属類分析用)

分析方法	鉛	銅	ふっ素	加シム
キレート滴定法				1
吸光光度法		1		
フレイム原子吸光法		1		1
電気加熱原子吸光法		1		
ICP発光分光分析法		1		1
ICP質量分析法		1		
イオンクロマトグラフ法				1

(注) : 土壌汚染対策法に規定する方法(土壌含有量)

1 : JIS K 0102 に規定する方法

# 分析方法

## (4)大気試料(揮発性有機化合物)

分析方法	揮発性有機化合物
容器(キャニスター)採取-ガスクロマトグラフィー質量分析法	

(注) : 大気環境基準告示又は有害大気汚染物質測定方法マニュアルに規定する容器採取による方法

# 分析方法

水質試料（農薬等分析用）

分析方法	農薬		その他
	ジクロルス	フェブ カブ	PFOS、PFOA
溶媒抽出法又は固相抽出法 ガスクロマトグラフ質量分析法 ガスクロマトグラフ法(FTD) ガスクロマトグラフ法(FPD) ガスクロマトグラフ法(ECD)			
固相抽出法 液体クロマトグラフ質量分析法(LC/MS) 液体クロマトグラフ質量分析法(LC/MS/MS)			1 1

(注) : 要監視項目の測定方法に規定する方法

1 : 要調査項目等調査マニュアルに規定する方法

# 分析方法

底質試料(POB分析用)

分析方法	POB
アルカリ分解 ヘキサン抽出	
パックトカラム-ガスクロマトグラフ法(EOD)	
キャピラリーカラム-ガスクロマトグラフ法(EOD)	1
キャピラリーカラム-ガスクロマトグラフ四重極型質量分析法	2
キャピラリーカラム-ガスクロマトグラフ高分解能型質量分析法	2

(注) : 底質調査方法(昭和63年 平成13年)に規定する方法

1 : 底質調査方法(平成13年)に規定する方法

2 : 底質調査方法(平成13年)、外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアルに規定する方法

# 注意点

模擬大気試料(揮発性有機化合物分析用)に関して

参加機関が準備する**試料採取容器(キャニスター)**については、下記の点に注意……これまでにあった例から

弁は漏れ(又は漏れの疑い)がない

ネジ山がつぶれていない

キャニスターのバルブが極端に固く締められていない  
(バルブが開けられる)。

容器弁にストッパーがある場合には、ストッパーが歪んでいない

(試料ガス充填後にストッパーを元通りに装着できる)

# 分析結果の回答方法

ホームページに記入して作成

添付の

「ホームページによる分析結果報告書の作成方法」  
を参照して作成（「確定」しない限り何度でも「修正」可能）

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

ホームページでは1つの結果を記入

分析者、分析方法、分析条件が異なった場合

→ 用紙で報告

ただし、PCBについては2方法の結果報告を可能としている。

例えば、ひとつの分析結果報告書にGC/ECDの結果、

次の分析結果報告書にGC/MSの結果 を記入

# 提出書類等

## 分析結果報告書

### チャート類

(原子吸光のチャート、GC/MSのSIMクロマトグラム等)

試料と標準液の両方: 1回目のもの

(ダイオキシン類については、ロックマスを含む)

(揮発性有機化合物については、TICを含む)

### 検量線

### 分析フローシート

(「推奨方法」と異なる方法を用いた場合)

(注) すべての書類はホームページから送付可能

チャート類、検量線、分析フローシート

→ 「PDF」、「エクセル」、「ワード」、「一太郎」、「JPEG」等

として送付

ただし、「A4サイズ」

# (改善点) 分析結果報告書の作成

昨年度のアナケート結果等から改善

選択肢の追加等

GCの型式の追加

MSの型式の追加

GCカラムの型式の追加 など

カルシウム分析での選択肢を設定

イオンクロマトグラフ 溶離液の種類

分離カラムの種類

等

「計算式」欄に文章を記入することも可能と明示

PCBについては、これまでのダイオキシン類に準じて作成

# (昨年度の改善点)

## チャート類の送付

送信ファイルの一覧表示

送信ファイルの削除

チャート類として、どの程度必要かを明示  
1回目のものを提出

# 今後の予定(1)

## 参加機関の募集

募集期間(7月1日～8月9日)

募集に関しては、環境省報道発表資料(7月1日)に掲載  
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

大気試料は、下記による

9月上旬～9月30日 試料採取容器(キャニスター)の送付

9月上旬～10月20日 試料ガスの充てんと返送

# 今後の予定(2)

## 分析結果等の提出期限

- ・土壌試料及び水質試料

ホームページへ記入:平成22年10月22日(金)

用紙へ記入 :平成22年10月15日(金)(消印有効)

- ・大気試料及び底質試料

ホームページへ記入:平成22年11月17日(水)

用紙へ記入 :平成22年11月10日(水)(消印有効)

(注)分析結果報告書をホームページで作成した場合

チャート類、検量線等の提出期限は「ホームページへ記入」の期日

# その他

- (1)各機関の分析結果を公表  
(結果と機関名が対比できる表等を作成の上、公表)
- (2)一旦受領した報告  
計算間違いや記入間違い等  
→訂正の申し出があっても受け付けません
- (3)ホームページへ記入する場合と用紙へ記入する場合  
報告書等の書類の提出期限が異なる(1週間の違いがある)
- (4)極端な分析結果を報告された場合  
その原因究明のためのアンケート調査を実施  
希望があれば、原因究明のための現地調査
- (5)ホームページへの本調査に関することや関連事項の掲載  
例えば、最近では、  
7月1日「参加機関の募集案内を掲載」と  
「参加機関の募集(8月9日まで)」  
6月4日「平成21年度環境測定分析統一精度管理調査結果  
(報告書)の掲載」  
6月4日「本調査結果説明会の開催の掲載」と  
「説明会の参加者の募集(6月30日まで)」

# その他

ホームページのアドレス

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