

## 平成27年度環境測定分析統一精度管理調査結果に基づく 環境測定分析方法等に関する提言等について

「今後の環境測定分析統一精度管理調査のあり方について」（平成28年5月23日）の「4. 重点的な取組（2）調査結果の積極的な活用」において、「（略）精度管理調査の結果を踏まえ、公定法の改定等へ向けた「提言」を行う等により、調査結果を積極的に活用する。」と定めている。

平成27年度の調査結果の積極的な活用に関する検討結果は下記のとおりである。

### 記

平成27年度における環境測定分析統一精度管理調査の結果を踏まえ、その積極的な活用について検討を行った結果としては、今後の環境測定分析において、留意するとともに、改善していくべき事項（「留意・改善事項」）が見受けられた。以下にそれらを示し、平成28年度の本調査事業における「結果説明会」及び「ブロック会議」の場等において、それらの周知徹底を推し進めていくことにより、環境測定分析に関する精度の向上及び信頼性の確保に資するよう取り組むこととする。

なお、同様な試料・項目について、平成28年度以降に調査する必要があるもの（「追跡調査事項」）はなかった。

#### ① 留意・改善事項

##### ●大気試料1（PM2.5抽出液）（イオン成分）

##### ○アニオン、カチオン

PM2.5抽出液ではイオンにより濃度レベルは異なると想定されるため、イオンクロマトグラフ法においては濃度範囲が不適切である検量線による外れ値が多くみられ、濃度範囲が適切な検量線の使用が重要である。特に、PM2.5抽出液では低濃度と想定されるマグネシウムイオン、カルシウムイオンについては、イオンクロマトグラフ法やフレーム原子吸光法では検出下限値に近くなり、外れ値が多くなった。装置及び操作条件の最適化、低濃度を精確に定量するための適切な検量線の作成等が重要である。またICP発光分光分析法は精度良く分析できていたことから、この方法で実施（確認）することも効果的である。

##### ●大気試料2（捕集管吸着物試料）（アルデヒド類）

なし

##### ●底質試料（フタル酸エステル類）

なし

## ②追跡調査事項

### ●底質試料（フタル酸エステル類）

平成 27 年度の結果も過去の結果と概ね同様であり、フタル酸エステル類として再度の調査（追跡調査）は必要ないと考えられる。

「平成 27 年度環境測定分析統一精度管理調査結果に基づく  
環境測定分析方法等に関する提言等について」の作成にあたって

●大気試料1 (PM2.5抽出液) (イオン成分)

○アニオン、カチオン

(留意・改善事項)

PM2.5抽出液ではイオンにより濃度レベルは異なると想定されるため、イオンクロマトグラフ法においては濃度範囲が不適切である検量線による外れ値が多くみられ、濃度範囲が適切な検量線の使用が重要である。特に、PM2.5抽出液では低濃度と想定されるマグネシウムイオン、カルシウムイオンについては、イオンクロマトグラフ法やフレーム原子吸光法では検出下限値に近くなり、外れ値が多くなった。装置及び操作条件の最適化、低濃度を精確に定量するための適切な検量線の作成等が重要である。またICP発光分光分析法は精度良く分析できていたことから、この方法で実施(確認)することも効果的である。

(参考)

アニオン成分及びカチオン成分における外れ値の推定原因については、装置の調整不足及び濃度範囲が不適切な検量線等の使用が主な原因として挙げられた(表1及び表2)。また、他のイオン成分についても、外れ値の原因として濃度範囲が適切でない検量線の使用が指摘されることが多々あった。

表1 外れ値の推定原因 (アニオン成分)

外れ値の推定原因	外れ値の回答数		
	塩化物イオン	硝酸イオン	硫酸イオン
装置の調整不足等	5 (5)	7 (6)	4 (4)
濃度範囲が適切な検量線の使用等	4 (4)	6 (6)	3 (3)
汚染	1 (1)	2 (2)	-
試料調製時の問題 (希釈等)	1 (1)	1 (1)	-
硝酸性窒素として報告	-	6 (5)	-
計算間違い、記載間違い	-	1 (1)	1 (1)
その他 (不明も含む)	1 (1)	5 (5)	2 (2)
合計	12(12)	28(26)	10(10)

(注)括弧内の数字は、イオンクロマトグラフ法を用いて外れ値となった回答数を示す

表2 外れ値の推定原因 (カチオン成分)

外れ値の推定原因	外れ値の回答数				
	カリウムイオン	アンモニウムイオン	ナトリウムイオン	マグネシウムイオン	カルシウムイオン
装置の調整不足	1 (1)	2 (1)	-	3 (2)	3 (3)
濃度範囲が適切な検量線の使用等	7 (3)	5 (3)	8 (5)	22 (20)	11 (9)
汚染	1 (0)	-	5 (3)	1 (1)	2 (1)
試料調製時の問題	-	1 (1)	-	-	-
硝酸性窒素として報告	-	-	-	-	-
計算間違い、記載間違い	1 (1)	7 (2)	1 (1)	10 (8)	10 (3)
その他 (不明も含む)	2 (1)	7 (2)	1	4 (4)	6 (5)
合計	12 (6)	22 (8)	15 (9)	40 (35)	32 (21)

(注)括弧内の数字は、イオンクロマトグラフ法を用いて外れ値となった回答数を示す

マグネシウムイオン及びカルシウムイオンでは、平均値は分析方法による差がみられなかったが、室間精度はイオンクロマトグラフ法とICP発光分光分析法で有意な差がみられ、イオンクロマトグラフ法で室間精度は悪かった (表3及び表4、図1及び図2)。この原因としては、PM2.5抽出液ではイオンにより濃度レベルは異なると想定され、マグネシウムイオン及びカルシウムイオンの濃度が、イオンクロマトグラフ法等の検出下限値に近いためであると考えられる。

表3 分析方法に関する解析 (例：マグネシウムイオン)

分析方法	回答数	平均値 ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	室間精度	
			S. D. ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	CV %
1. イオンクロマトグラフ法	96	0.0848	0.00623	7.3
2. フレーム原子吸光法	22	0.0849	0.00662	8.0
3. ICP発光分光分析法	62	0.0870	0.00446	5.1
4. その他 ICP質量分析法	3	0.0860	0.00211	2.5

(注) 偏り (平均値の差) は水準間にみられないが、精度の違いは以下の水準間に認められる (危険率5%)

精度：1と3

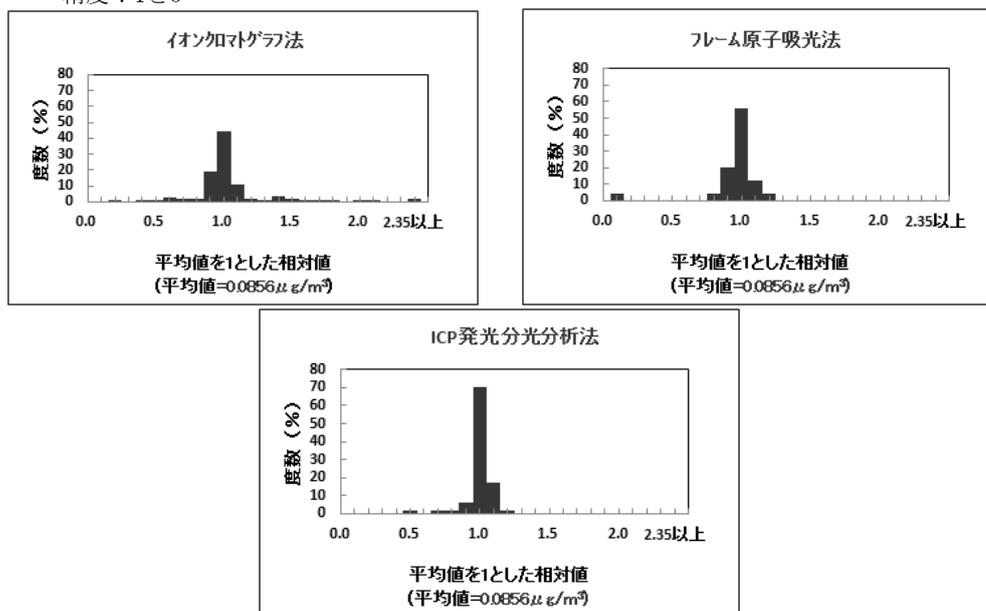


図1 分析方法別のヒストグラム (例：マグネシウムイオン)

表4 分析方法に関する解析（例：カルシウムイオン）

分析方法	回答数	平均値 ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	室間精度	
			S. D. ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	CV %
1. イオンクロマトグラフ法	112	0.170	0.0178	10.5
2. フレーム原子吸光法	15	0.178	0.0192	10.8
3. ICP発光分光分析法	62	0.176	0.0150	8.5
4. その他 ICP質量分析法	2	0.166	-	-

(注)精度の違いは水準間にみられないが、偏り（平均値の差）は以下の水準間に認められる（危険率5%）。

平均値：1と3

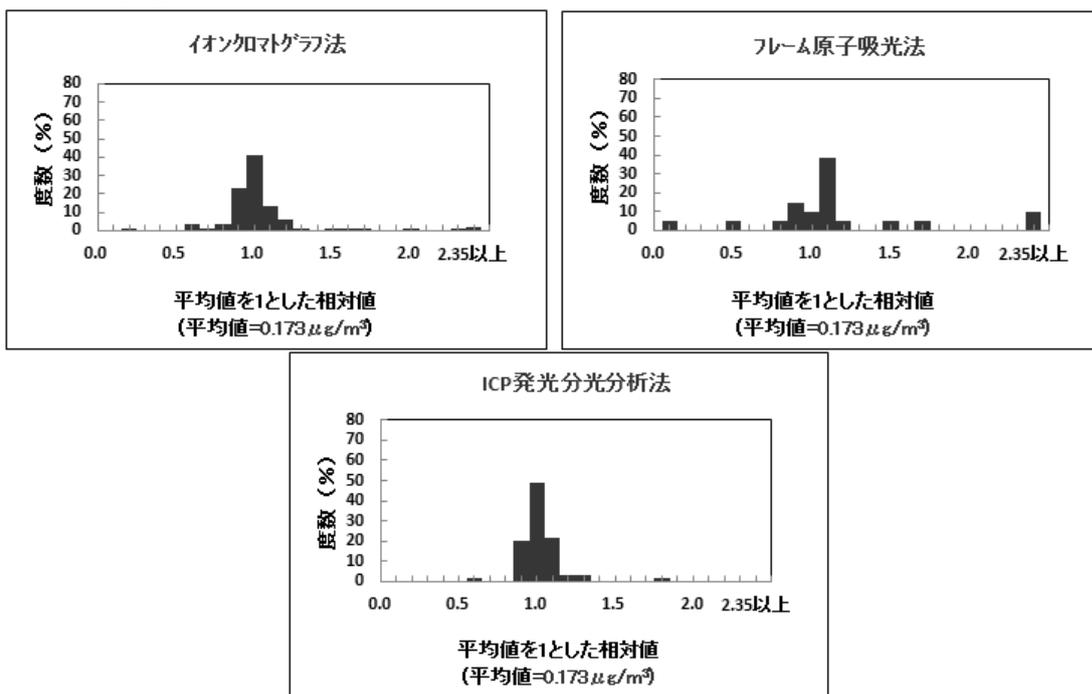


図2 分析方法別のヒストグラム（例：カルシウムイオン）