

## 平成30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30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30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、分析機関が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30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確認、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。

### 留意・改善事項

#### 1. 共通事項

分析に際して、測定の下限值を把握することは測定の精度を管理する上で非常に重要であり、本事業において下限値の算出方法も含め、さらに検討・解析していく必要がある。そのため、環境測定分析機関においては各自が使用している測定法の下限値を十分に把握しておくことが望まれる。

計算ミス、記載ミスについては今回も多数見られた。このような「うっかり」ミスはIS09001や17025等の認証機関においても発生しており、各測定機関においてチェックリストを用いる等、より確実な確認作業を行うように対応をとることが望まれる。また、このような単純ミスに対応するための動機付けとしても、本事業を含めた外部精度確認試験への継続的な参加が望まれる。

#### 2. 模擬排水試料（金属等）

##### 1) カドミウム、鉛、鉄、マンガン、ひ素

分析方法の感度が高く希釈のみでマトリックスの影響を除ける場合を除き、測定者はマトリックスからの分離操作等を常に念頭に置いておく必要がある。

今回の試験では、マンガンについてICP発光分析法において内標準として使用していたInの中性原子線(303.936 nm)がマトリックスの影響によって減弱し、過補正(Grubbs 大の外れ値)となった事例が過去に引き続いて見られており、この場合には、鉄やマンガンのイオン線に対してはYやYbのイオン線を用いるべきであることに、測定者は留意する必要がある。また、ひ素をICP/MS法で測定する場合にはわずかではあるが調製濃度より高い測定結果となっていることから、共存する塩化物イオンによるスペクトル干渉が完全には除去できない可能性も想定されることに、測定者は留意しておく必要がある。

## 2) 総水銀

棄却された主な原因は、検量線範囲や高値の定量下限の問題、前処理の還元や酸化分解処理の不十分さ、測定装置の不備であった。

総水銀の正確な分析のためには、測定者は操作や器具による汚染の抑制、測定装置の整備、定量に適した検量線範囲、定量下限値、分析用試料量、前処理時の添加試薬量や加熱温度に注意を払う必要がある。

## 3) 全燐

流れ分析法は低値となる傾向であった。流れ分析法では標準液等を用いた分解率（回収率）の確認や繰り返し性（CV）の確認が必要とされているが、確認の実施率は悪かった。精度管理の上でこれらの確認の実施は重要であり、流れ分析を実施するすべての機関で定期的に実施されることが望まれる。

## 3. 模擬大気試料（VOC）

分析機関は、標準ガスの適切な調製、試料濃度に応じた検量線の濃度範囲と間隔の設定、分離カラム、濃縮部を含めた分析装置の管理と動作確認、キャニスターのブランク管理と回収試験の実施、分析から結果報告までのプロセス確認等を継続して実施し、精度管理体制を整備・運用することが望まれる。

## 4. 底質試料（PCB）

### 1) 詳細項目（PCB）

今年度の＜パックドカラム-GC/ECD＞での室間精度（44.8%）は昭和59年の調査で用いられたパックドカラム-GC/ECDでの室間精度（43.4～52.2%）と同様の値であり、測定法に改善はみられていない。分析に要した日数、抽出操作、クリーンアップ操作、スパイク（サロゲート及びシリンジスパイク）添加の有無、標準物質の種類（KC-300～KC-600の混合物、1～10塩化物を各ひとつ以上含む混合物）、定量方法（絶対検量線法、内標準法）について室間精度に違いがみられ、また分析機関はこれらに留意し、測定精度の向上に努める必要がある。

### 2) 参照項目（総水銀、アルキル水銀）

総水銀における主な棄却原因は、乾燥減量値の誤り、高い定量下限値、原子吸光測定条件の不備であった。測定者が留意するべき点は、水試料の総水銀分析と同様に、分析手順の確認とそれに応じた希釈倍率なども含む計算方法の確認、操作や器具による汚染の抑制、測定装置の整備、定量に適した検量線範囲、定量下限値、分析用試料量、前処理時の添加試薬量や加熱温度、固体試料特有の乾燥減量値による補正計算である。