

令和6年度環境測定分析統一精度管理調査 実施要領

1. 調査目的

本調査は、環境測定分析に従事する諸機関が、均質に調製された模擬環境試料を指定された方法又は任意の方法により分析することによって得られる結果と前処理条件、測定機器の使用条件等との関係その他分析実施上の具体的な問題点等の調査を行うことにより、①全国の分析機関におけるデータのばらつきの程度に関する実態を把握し、②参加機関の分析者が自己の技術を客観的に認識して、環境測定分析技術の一層の向上を図る契機とするとともに、③各分析法についての得失を検討して、分析手法、分析技術の改善に貢献し、もって、環境測定分析の精度の向上を図り、環境測定データの信頼性の確保に資することを目的とする。

2. 分析対象項目

本調査は、令和2年度環境測定分析検討会において策定した「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」（令和3年2月19日）に基づいて、基準値、公的な分析方法等が規定されている分析項目に関して調査する「基本精度管理調査」と、基準値、公的な分析方法等が確立されていない（又は規定されて間もない）又は高度な分析技術を要する測定項目に対して調査する「高等精度管理調査」に基づいて実施する。

具体的には、環境測定分析機関において分析の頻度が高い項目等を中心とした試料を優先的に実施する基本精度管理調査（1試料）、及び高度な分析機器の活用や分析技術を要し社会的に関心の高い内容の試料を選定し実施する高等精度管理調査（2試料）としている。

基本精度管理調査および高等精度管理調査においては、分析結果及び詳細な分析条件を報告する。

(1) 基本精度管理調査

○ 共通試料1（模擬排水試料：一般項目等）

試料中の下記の5項目を対象項目とする。参加機関は最低1項目以上を選択し、分析を行う。
5項目：全燐、ほう素、カドミウム、鉛、鉄

(2) 高等精度管理調査

① 共通試料2（模擬水質試料：農薬）

試料中の下記の3項目を対象項目とする。参加機関は詳細項目あるいは参照項目から、最低1項目以上を選択し、分析を行う。

詳細項目（2項目）：シマジン、チオベンカルブ

参照項目（1項目）：フェニトロチオン

② 共通試料3（模擬大気試料：揮発性有機化合物）

試料中の下記の8項目を対象項目とする。参加機関は詳細項目あるいは参照項目から、最低1項目以上を選択し、分析を行う。

詳細項目（5項目）：クロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トルエン、ベンゼン

参照項目（3項目）：トリクロロエチレン、1,3-ブタジエン、四塩化炭素

令和6年度の調査に関する主な選定理由等は、次の表のとおりである。

項目	主な選定理由
基本精度管理調査 模擬排水試料（一般項目等） ・全磷、ほう素、カドミウム、鉛、鉄	<ul style="list-style-type: none"> ・水濁法の一律排水基準項目であり、公共機関のみならず、広く一般機関が対象となる一般的な試料である。 ・カドミウム、鉛ともに令和3年度において健康項目の環境基準超過をした物質である。 ・ICP質量分析法による鉄の分析についてJIS化の動きが有り、分析精度を確認する。
高等精度管理調査-1 模擬水質試料（農薬） ・シマジン、チオベンカルブ、フェニトロチオン	<ul style="list-style-type: none"> ・告示法が改正されてキャリアーガスに水素が追加されたことを受け、キャリアーに水素ガスを使用した場合の分析精度を調査する。 ・水質汚濁に係る環境基準が設定されており、広く分析が行われている物質である（シマジン、チオベンカルブ）。 ・要監視項目として複数回指針値超過（平成6年度～令和3年度累計）をした物質である（フェニトロチオン）。
高等精度管理調査-2 模擬大気試料（揮発性有機化合物） ・クロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トルエン、ベンゼン、トリクロロエチレン、1,3-ブタジエン、四塩化炭素	<ul style="list-style-type: none"> ・主に有害大気汚染物質の「優先取組物質」から選定。 ・過去複数回に亘って調査対象となっている物質は、経時的な追跡評価が可能である。 ・前回調査時(H30)から5年が経過しており、分析精度が維持されているか確認が必要。

3. 共通試料の概要

区分	名称	容器(内容量)	個数	備考
共通試料 1-1	模擬排水試料 (全磷、ほう素)	ポリエチレン製瓶 (約1000 mL)	1	調査対象項目等を超純水に溶かし、その後、混合・均質化し、ポリエチレン製瓶に約1000 mLを入れ配布。
共通試料 1-2	模擬排水試料 (カドミウム、鉛、鉄)	ポリエチレン製瓶 (約1000 mL)	1	調査対象項目等を硝酸性水溶液に溶かし、その後、混合・均質化し、ポリ瓶に約1000 mLを入れ配布。
共通試料 2 (注)	模擬水質試料（農薬） ・シマジン、チオベンカルブ、フェニトロチオン	アンプル (約5 mL)	1	調査対象物質をアセトンに溶かし、混合・均質化し、アンプルに約5 mLを入れ配布。
共通試料 3 (注)	模擬大気試料（揮発性有機化合物）	キャニスター (6 L, 110k Pa)	1	参加機関から送付されたキャニスターに調査対象物質及び精製水100 μ Lを添加し、窒素ガスで110 kPaに加圧して配布。

注) : 分析に際しては、必ず5 (1) に示す希釈方法に従って分析用試料を調製する。

4. 分析方法

共通試料1（模擬排水試料中の一般項目等）については、環境庁告示第64号（最終改定平成31年）に定める方法により分析する。今回の調査では、ほう素の成分としてフッ化ほう素を共通試料1に添加している。ほう酸のみを分析対象としているアゾメチンH法では分析できない物質が含まれるため、同分析法を選択することは不可とする。また、鉄についてICP質量分析法による方法を選択することも可とする。

共通試料2（模擬水質試料中の農薬）については、環境庁告示第59号（最終改定令和5年）付表6の第1又は第2、「水質管理目標設定項目の検査方法（平成15年、最終改正令和2年）」別添方法5（固相抽出ーガスクロマトグラフィーー質量分析計による一斉分析法）、同別添方法18（固

相抽出-液体クロマトグラフィー-質量分析計による一斉分析法)、同別添方法20-2(液体クロマトグラフィー-質量分析計による一斉分析法)、あるいは上記に加えて同等以上の(例えば、MS/MSやTOF-MSを用いる)方法により分析してもよい。

共通試料3(模擬大気試料中の揮発性有機化合物)については、「ベンゼン等による大気汚染に係る環境基準について」(平成9年環境庁告示第4号)に定める方法又は「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」(平成23年3月環境省水・大気環境局大気環境課)に定める「容器(キャニスター)採取-ガスクロマトグラフ質量分析法」により分析する。

【分析方法の概要】

(1) 模擬水排水試料(一般項目等)

分析方法	全燐	ほう素	カドミウム	鉛	鉄
ペルオキシ二硫酸カリウム分解法	○				
硝酸-過塩素酸分解法	○				
硝酸-硫酸分解法	○				
流れ分析法	○				
メチレンブルー吸光光度法		○			
フレイム原子吸光法			○	○	○
電気加熱原子吸光法			○	○	○
ICP発光分光分析法		○	○	○	○
ICP質量分析法		○	○	○	○1

○：環境庁告示第64号に定める方法

○1：JIS K 0102-3 16.6 ICP 質量分析法に定める方法

(2) 模擬水質試料(農薬)

分析方法	シマジン	チオベンカルブ	フェニトロチオン
溶媒抽出又は固相抽出によるガスクロマトグラフ質量分析法	○	○	○
溶媒抽出又は固相抽出によるガスクロマトグラフ法	○	○	○
液体クロマトグラフ質量分析法	○1	○1	○1

○：「水質汚濁に係る人の健康の保護に関する環境基準の測定方法及び要監視項目の測定方法について」付表1の第1又は第2に掲げる方法、もしくは環境庁告示第59号付表6「シマジン及びチオベンカルブの測定方法」

○1：「水質管理目標設定項目の検査方法 別添 20-2」(厚労省)(上水への適用のみ)

(3) 模擬大気試料(揮発性有機化合物)

分析方法(詳細項目)	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質量分析法(容器採取-GC/MS)	○

○：「ベンゼン等による大気汚染に係る環境基準について」に定める方法又は「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」に定める「容器(キャニスター)採取-ガスクロマトグラフ質量分析法」

5. 分析実施上の注意

(1) 分析用試料の作製方法等

共通試料は、到着後直ちに分析できない場合は、冷暗所に保存する。なお、共通試料を希釈する際は、共通試料と希釈用の水を室温になるまで1~2時間放置する。

① 共通試料1(模擬排水試料：一般項目等)

試料はそのままの濃度で分析用試料とする。

環境庁告示第64号において、排水中の溶存性鉄は前処理としてろ過の操作を行うが、本調査の試料では水溶液中の金属の安定性確保のために酸を添加しており全鉄の評価になることから、ろ過の操作は行わない。

② 共通試料2（模擬水質試料：農薬）

冷暗所に保存する。配布試料は1,000倍濃い状態で送付するので、必ず精製水で1000倍希釈を行い、試験用試料とする。

環境庁告示第59号が令和5年3月13日の改定によりシマジン及びチオベンカルブの分析において、キャリアガスとして水素の使用が可能になった。今回の調査においては、より多くのヘリウム代替ガスによる分析結果を集めるため、窒素の使用も可とする。

キャリアガスとして窒素を用いる場合には、測定感度の低下等に留意すること。また、分析機器の代替ガス対応状況等について、事前に分析機器メーカーに問い合わせを行い、測定装置の設置環境等について相談することが望ましい。

以下にキャリアガスに水素を使用した場合の注意点を紹介している分析機器メーカーのWebサイトURLを示す（なお、下記URLがリンク切れになっている場合はご了承ください）。

○アジレント・テクノロジー株式会社

- ・「水素キャリアガスの取り扱いについて」

<https://www.chem-agilent.com/contents.php?id=1002538>

○株式会社島津製作所

- ・「水素ガスの安全使用について（取扱上の注意）」

<https://www.an.shimadzu.co.jp/service-support/technical-support/remark/gc/bombel>

- ・「キャリアガスを変更する」

<https://www.an.shimadzu.co.jp/service-support/technical-support/analysis-basics/gcms/eco/change-carrier-gas/>

○株式会社アイスティサイエンス

- ・「ヘリウム不足問題についての最新技術情報」

<http://www.aisti.co.jp/common/pdf/ss11503.pdf>

○日本電子株式会社

- ・「水素ガスのご使用について」

https://www.jeol.co.jp/products/scientific/gcms/helium_gas/

○ジーエルサイエンス株式会社

- ・「GC分析におけるヘリウム代替キャリアのご提案」

<https://www.gls.co.jp/viewfile/?p=GT148>

③ 共通試料3（模擬大気試料：揮発性有機化合物）

参加機関は「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」（平成23年3月）に従い十分に洗浄し、汚染がないことを確認したキャニスター（6L）を13Pa以下（約0.1mmHg）に減圧し、以下の場所に送付する。事務局に送付されたキャニスターに試料ガスを110kPa（室温）の圧力まで充填し、返送する。

必要に応じてゼロガスで適宜加圧して測定に供すること。

充填される試料ガス（模擬大気）は、揮発性有機化合物を含む窒素ガスである。なお、試料採取容器は、事務局に送付された際、減圧不足であっても圧力を記録した後に試料を充填する。なお、事務局で記録した圧力は送付元に連絡する。

試料採取容器の送付先

〒210-0828 川崎市川崎区四谷上町10-6

(一財) 日本環境衛生センター 環境科学部

担当者 梶、堀内、佐藤

TEL 044-287-0766

○キャニスターについては、下記の点等に注意する。

- ・バルブに漏れ（又は漏れの疑い）がない。
- ・バルブを閉め、さらに袋ナットで確実に密栓する。
- ・ねじ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(試料ガス充てん後にストッパーを元通りに装着できる)。
- ・なお、ねじ山のつぶれ、ストッパー等物理的な問題が見出された場合、再度正常な状態のキャニスターの提出を依頼する場合もある。

(2) 分析結果の表示^{注)}

本調査においては、報告下限値を指定せず、各機関の検出下限値以上のデータを報告値とする。検出下限値以上であった場合、JIS Z 8401によって数値を丸めて有効数字3桁で報告値を記入する。(有効数字3桁にしたときに検出下限値より下の桁までであった場合も、統計解析処理の都合上、有効数字3桁で報告する。) 検出下限値未満であった場合、「ND」と記入する(「0」とはしないこと)。

① 共通試料1 (模擬排水試料：一般項目等)

試料1Lあたりのmg (mg/L) とする。

② 共通試料2 (模擬水質試料：農薬)

試料1Lあたりのμg (μg/L) とする。配布試料を1,000倍希釈した試験用試料中の濃度を報告する。

③ 共通試料3 (模擬大気試料：揮発性有機化合物)

試料ガス中の濃度をμg/m³として報告する。

(20℃、101.32 kPaにおける試料ガス1 m³あたりの分析対象物質のμgとする。)

(3) 分析回数^{注)}

共通試料1については、分析回数3回とする。すなわち、同量の試料を3個量り取り、併行測定を行い、必ず3回の分析結果を報告する。

共通試料2及び3の分析については、分析回数1回以上5回以内とし、併行測定の分析結果を報告する。ただし、複数回分析において併行測定でなく、分析担当者、分析方法、分析条件が異なった場合には、別途報告する。

注)：「分析回数」とは、分析用試料の量り取りから機器等による測定までの一連の操作を行った回数とする。

(4) 分析結果の報告

共通試料1、共通試料2及び共通試料3は、分析を実施した項目について、分析結果報告書に

分析結果及び分析条件等を詳細に記入する。

<参考：環境基準等>

一般排水基準	有害物質	カドミウム及びその化合物	0.03 mg/L
		鉛及びその化合物	0.1 mg/L
		ほう素	10 mg/L (海域以外の公共用水域に 排出されるもの) 230 mg/L (海域に排出されるもの)
	その他	溶解性鉄含有量	10 mg/L
		燐含有量	16 mg/L (日間平均 8mg/L)
水質汚濁に係る環境基準	人の健康の保護に係る環境基準	シマジン	0.003 mg/L
		チオベンカルブ	0.02 mg/L
		フェントロチオン	0.003 mg/L (要監視項目)
大気汚染に係る環境基準	有害大気汚染物質 (ベンゼン等)に係る環境基準	ベンゼン	3 µg/m ³ (年平均)
		トリクロロエチレン	200 µg/m ³ (年平均)
		テトラクロロエチレン	200 µg/m ³ (年平均)
		ジクロロメタン	150 µg/m ³ (年平均)

6. 報告書記入に当たっての留意点

分析結果報告書は、ウェブサイト(<https://www.env.go.jp/air/tech/seidokanri/index.html>)内の「調査参加機関ログイン」のページからエクセルファイル形式のものをダウンロードし、別添の「分析結果報告書の作成方法」を参照して、必要事項を回答欄に入力する。

7. 提出書類

(1) 分析結果報告書 (指定のExcelファイル)

- [1] 機関名等
- [2] 共通試料1 (模擬排水試料：一般項目等)：分析結果
- [3] 共通試料1 (模擬排水試料：一般項目等)：分析方法等【全燐】
- [4] 共通試料1 (模擬排水試料：一般項目等)：分析方法等【ほう素】
- [5] 共通試料1 (模擬排水試料：一般項目等)：分析方法等【前処理：金属】
- [6] 共通試料1 (模擬排水試料：一般項目等)：分析方法等【カドミウム】
- [7] 共通試料1 (模擬排水試料：一般項目等)：分析方法等【鉛】
- [8] 共通試料1 (模擬排水試料：一般項目等)：分析方法等【鉄】
- [9] 共通試料2 (模擬水質試料：農薬)：分析結果
- [10] 共通試料2 (模擬水質試料：農薬)：分析方法等【検液の作製】
- [11] 共通試料2 (模擬水質試料：農薬)：分析方法等【GC/MS測定条件】
- [12] 共通試料2 (模擬水質資料：農薬)：分析方法等【LC/MS測定条件】
- [13] 共通試料2 (模擬水質資料：農薬)：分析方法等【定量方法等】
- [14] 共通試料2 (模擬水質資料：農薬)：分析方法等【下限値等】
- [15] 共通試料3 (模擬大気試料：揮発性有機化合物)：分析結果 (詳細項目)
- [16] 共通試料3 (模擬大気試料：揮発性有機化合物)：分析結果 (参照項目)
- [17] 共通試料3 (模擬大気試料：揮発性有機化合物)：分析方法等【測定条件等】

[18] 共通試料3（模擬大気試料：揮発性有機化合物）：分析方法等【定量方法等】

[19] 共通試料3（模擬大気試料：揮発性有機化合物）：分析方法等【下限値等】

(2) チャート類（GC/MSのクロマトグラム等）

- ・ 配布試料、空試験試料、標準試料について提出する。
- ・ 配布試料、空試験試料については、分析対象項目ごとにチャート類（クロマトグラム等。定量に用いたピークの形状、ベースラインの安定性、夾雑ピークの干渉及びS/Nについて目視確認できるもの。）を提出する（1測定分で良い）。
- ・ 標準試料については、配布試料のピークレスポンスに近い濃度のチャート類（クロマトグラム等）を提出する。

(3) 検量線

- ・ 各検量点の濃度（比）及びレスポンス（比）、検量線の式を提出する。

(4) 「推奨方法」と異なる方法を用いた場合

- ・ 変更内容を文書で簡潔に報告する。

8. 分析結果報告書等の提出方法

分析結果報告書等は原則ウェブサイトから提出する。

7. (1)～(4)の電子ファイルを指定のウェブサイトにアップロードする。アップロードできるファイルの種類は、(1)は「エクセル」のみ、(2)～(4)は「エクセル」、「ワード」、「PDF」、「zip」とする。アップロードの方法については、別添の「分析結果報告書の報告方法」に従う。なお、ウェブ環境等の事情でウェブサイトへのアップロードが難しい場合には、当該電子ファイルをオンラインストレージやDVD等で事務局宛に送付する（送付先については、「10. 提出書類の送り先及び本調査に関する問合せ先」を参照）。

注：ウェブサイトよりダウンロードした「分析結果報告書」について、エクセルファイルのシート削除、シート名の変更、分割は行わないこと。また、別のエクセル97-2003ブック（*.xls）への転写や、複数ファイルに分けてのアップロードは、行わないこと（共通試料1～3までの報告結果は必ず一つのファイルとする）。

9. 提出期限

- ・ 令和6年8月9日(金)

(原則電子ファイルでの提出。用紙による提出の場合は8月2日(金))

10. 提出書類の送り先及び本調査に関する問合せ先

(1) 指定のウェブサイト

本調査ウェブサイト (<https://www.env.go.jp/air/tech/seidokanri/index.html>) の「調査参加機関ログイン」からアクセスできるアップロードサイト)

(2) 指定のウェブサイトにアップロードできない場合（電子ファイル送付先）

E-mail: seidokanri0@jesc.or.jp

(3) 用紙による提出の場合（紙ベースの分析結果報告書及びDVD等）

〒210-0828 川崎市川崎区四谷上町10-6

（一財）日本環境衛生センター 環境科学部

担当者 梶、堀内、佐藤

TEL 044-287-0766

11. 本調査に関する問合せ先

上記送り先または、下記の本調査ウェブサイト

「<https://www.env.go.jp/air/tech/seidokanri/index.html>」の「お問い合わせ」

その他

- 各種の統計量の算出根拠に該当する報告値、Zスコア(併記を希望する機関のみ)、分析条件別の回答数、あるいは各種の文章表現等につきましては、機関名は伏せた上で公表します。
- 分析結果を報告した機関が20に満たない項目については、報告書資料編へのZスコアの記載を行わない場合があります。
- 分析結果については、計算間違いや記入間違い、単位間違い等がないようにご注意ください。
- 極端な分析結果を報告された場合には、その原因究明のためのアンケート調査を実施しますので、ご了承ください。
- 極端な分析結果を除いた報告値について、全体の平均値等の基本統計量を算出します。さらに詳細項目については、分析条件等の要因別に多重比較検定等の解析を行います。
- 全ての共通試料において、分析結果が検出下限値未満の場合は、解析対象外としますが、アンケート調査の対象といたします。
- 共通試料1において、分析結果が3回未満の場合は、アンケート調査、解析ともに対象外といたします。
- ウェブサイト「<https://www.env.go.jp/air/tech/seidokanri/index.html>」は、分析結果報告書等の作成の他、本調査に関することや関連事項を掲載していますので、ご利用ください。
- 分析を失敗する等して試料が不足した場合には、予備試料を追加提供できる場合もございますので、事務局までご相談下さい。