

令和4年度環境測定分析  
統一精度管理調査結果  
中間報告  
(本編)

令和4年12月

環境省水・大気環境局総務課環境管理技術室

## 目次

第1章 調査の概要 .....	1
1. 調査の目的等 .....	1
2. 調査方法の概要 .....	1
(1) 方法 .....	1
(2) 調査の経過.....	2
(3) 手順 .....	2
3. 分析の概要 .....	2
(1) 試料及び分析対象項目.....	2
(2) 試料の調製方法等.....	3
(3) 分析方法 .....	4
(4) 測定回数 .....	6
(5) 分析結果等の回答方法.....	6
4. 参加機関数と回答機関数.....	6
5. 外れ値等に関する調査.....	7
6. その他 .....	8
第2章 調査結果の概要.....	9
1. 統計結果 .....	9
(1) はじめに .....	9
(2) 外れ値等の棄却.....	11
(3) 統計量 .....	13
(4) ヒストグラム.....	14
(5) 解析結果 .....	17

## 本編

### 第1章 調査の概要

#### 1. 調査の目的等

本調査は、環境測定分析の精度の確認、向上及び信頼性の確保に資することを目的として、昭和50年度より長期にわたり継続的に実施している。近年では、500前後の分析機関が参加する我が国でも最大規模の調査であり、また多様な環境試料及び排水等を調査対象とするとともに、測定法の細部にまで踏み込んだ詳細な統計解析・評価を行い、公定法を含む測定手法の改善策についてホームページや説明会、報告書等において提言するなど、他の精度確認調査にはない優れた特徴を有している。

本調査では、全国の環境測定分析機関に対して参加を募り、応募のあった環境測定分析機関（以下「参加機関」という。）に対して、均質に調製した共通試料を配布している。各参加機関は推奨された分析方法等によって測定を行い、測定結果及び測定条件等の詳細な記録を提出する。環境測定分析等の専門家で構成された調査部会・検討会が測定結果について前処理条件、測定機器の使用条件等との関係の詳細を検討することにより、①参加分析機関及び分析データを利用する機関が全国の分析機関におけるデータのばらつきの程度を把握し、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調査部会が分析手法の改善すべき点等を指摘している。

調査結果については、毎年度、「調査結果報告書」（本編・資料編合わせて400～500ページ程度）をとりまとめて参加機関や行政機関に配布するとともに、「調査結果説明会」等を開催し、分析上の留意点や分析結果に関して参加機関に技術的な問題点等をフィードバックしている。また、環境測定分析統一精度管理調査専用ホームページ

(<https://www.env.go.jp/air/tech/seidokanri/index.html>) において、「調査結果報告書」等の環境測定分析の精度向上に資する情報などを提供している。

#### 2. 調査方法の概要

##### (1) 方法

調査に関しては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測定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等に対して調査する「高等精度管理調査」とされている。また、「調査のあり方」の調査計画において令和4年度の試料は、基本精度管理調査2試料及び高等精度管理調査1試料の計3試料となっており、本年度は調査計画及び試料の選定基準に従い、以下に示す3試料を選定することとした。

##### ・基本精度管理調査

分析機関において分析頻度が高い項目である2試料とし、模擬水質試料中の一般項目等5項目並びに土壌試料中の金属等3項目を分析対象項目とした。

・高等精度管理調査

高等精度管理調査については、「調査のあり方」調査計画及び試料の選定基準に従い、模擬水質試料中のPFOS等3項目を分析対象とした。

(2) 調査の経過

・調査計画の立案	令和4年4月
・実施方法の検討	令和4年4月
・試料調製及び関係文書・用紙（実施要領等）の作成	令和4年5～8月
・調査への参加機関募集	令和4年5月27日～6月24日
・共通試料及び実施要領等の送付	令和4年8月23日
・分析結果報告の提出期限（括弧内は用紙による期限）	令和4年9月30日（9月22日）
・調査結果の考察	令和4年10月～令和5年2月
・外れ値に関する調査	令和4年12月初旬
・調査結果（中間報告）の公表	令和4年12月中旬
・調査結果のとりまとめ	令和4年12月～令和5年2月
・調査結果報告書の公表	令和5年3月

(3) 手順

- ・対象機関に調査への参加を募る。
- ・参加の連絡があった対象機関（「参加機関」という）に対象試料及び関係文書・用紙（実施要領等）を送付する。この際、分析対象項目の濃度は参加機関に示さない。
- ・参加機関が対象試料について分析対象項目の測定を行う。
- ・参加機関が分析結果及び関連する情報を報告する。
- ・環境省に設置する環境測定分析検討会及び同統一精度管理調査部会において解析・検討を行う。
- ・調査結果を取りまとめ、参加機関に報告書を送付する。
- ・調査結果は、翌令和4年度に調査結果説明会を実施しフィードバックを行い、地方自治体については、地域ブロックごとの会議にて報告を行う。

3. 分析の概要

(1) 試料及び分析対象項目

1) 基本精度管理調査

a. 模擬水質試料（一般項目等分析用）

試料中の六価クロム、カドミウム、鉛、砒素、全燐の5項目を測定対象とした。参加機関は最低1項目以上を選択し、分析を行うこととした。

b. 土壌試料（金属等分析用）

試料中のカドミウム、鉛、砒素の3項目を測定対象とした。参加機関は最低1項目以上を選択し、分析を行うこととした。

## 2) 高等精度管理調査

### a. 模擬水質試料 (PFOS 等用)

試料中の PFOS (ペルフルオロオクタンスルホン酸)、PFOA (ペルフルオロオクタン酸)、PFHxS (ペルフルオロヘキサンスルホン酸) を測定対象とした。参加機関は最低 1 項目以上を選択し、分析を行うこととした。

## (2) 試料の調製方法等

表 1-3-2(1) に共通試料の調製及び添加濃度を示し、共通試料の調製方法等について以下に示す。

### 1) 共通試料 1 (模擬水質試料：一般項目等)

共通試料 1 は、共通試料 1-1 と共通試料 1-2 に分けて調製した。

共通試料 1-1 は、六価クロム標準液、炭酸ナトリウム、及び炭酸水素ナトリウムの所定量を超純水に溶かし、混合・均質化し、500 mL ポリエチレン製瓶に約 400 mL を入れた。参加機関へは瓶を各 1 本送付した。各参加機関は配布試料を希釈用溶液(精製水に炭酸ナトリウム 0.005mol(炭酸ナトリウム(無水物)0.53g)及び炭酸水素ナトリウム 0.01mol(炭酸水素ナトリウム 0.84g)を溶解して 1L としたもの)で 10 倍希釈し、測定用試料とした。

共通試料 1-2 は、カドミウム標準液、鉛標準液、砒素標準液、リン標準液、アデノシンリン酸、塩化ナトリウム、塩化マグネシウム六水和物、硫酸ナトリウム、塩化カルシウム、塩化カリウム、炭酸水素ナトリウム及び硝酸の所定量を超純水に溶かし、混合・均質化し、500 mL ポリエチレン製瓶に約 500 mL を入れた。参加機関へは瓶を各 1 本送付した。各参加機関は配布試料を 0.1 mol/L 硝酸で 10 倍希釈し、測定用試料とした。

### 2) 共通試料 2 (土壌試料：金属等)

土壌の処理施設において土壌を採取し、30℃を超えない温度で風乾し夾雑物を除去した。その後、100 メッシュのふるいを通した部分を集め、さらに混合・均質化して、ポリエチレン製の瓶に約 50 g 入れた。参加機関へは瓶を各 1 本送付した。

### 3) 共通試料 3 (模擬水質試料：PFOS 等)

詳細項目 3 項目 (PFOS、PFOA 及び PFHxS) のメタノール溶液、1.2 mL アンプル、1 本を配布用の模擬水質試料とした。各参加機関は配布試料を水で 10000 倍希釈し、測定用試料とした。

表 1-3-2(1) 共通試料の調製及び添加濃度

区分		分析対象項目等	添加濃度	備考	
共通 試料 1 - 1	模擬水質 試料	六価クロム	0.0200 mg/L	10 倍希釈後の 濃度を示す。	
		炭酸ナトリウム 炭酸水素ナトリウム	0.005 mol/L 0.01 mol/L		
共通 試料 1 - 2	模擬水質 試料	カドミウム標準液	0.00300 mg/L	10 倍希釈後の 濃度を示す。	
		鉛標準液	0.0100 mg/L		
		砒素標準液	0.00500 mg/L		
		リン標準液	0.0250 mg/L		
		アデノシンーリン酸 (リンとして)	0.280 mg/L 0.0500 mg/L		
		塩化ナトリウム 塩化マグネシウム六水和物 硫酸ナトリウム 塩化カルシウム 塩化カリウム 炭酸水素ナトリウム	2.35 g/L 0.50 g/L 0.39 g/L 0.11 g/L 0.07 g/L 0.02 g/L		10 倍希釈後の 濃度を示す。人 工海水成分
		硝酸	0.1 mol/L		
共通 試料 2	土壌試料	カドミウム 鉛 砒素	含まれている濃度		
共通 試料 3	模擬水質 試料	PFOS (直鎖体)	0.928 ng/L (0.732 ng/L)	詳細項目 10000 倍希釈後 の濃度を示す。	
		(分岐異性体)	(0.196 ng/L)		
		PFOA (直鎖体)	1.44 ng/L (1.14 ng/L)		
		(分岐異性体)	(0.302 ng/L)		
		PFHxS (直鎖体)	0.913 ng/L (0.741 ng/L)		
		(分岐異性体)	(0.172 ng/L)		

#### 4) 共通試料の均質性

各試料中からランダムに5個の試料瓶を抽出して、それぞれ分析対象項目を分析する事により、試料間のばらつき（試料間精度 CV%）について確認を行った。

共通試料 1 では六価クロム(0.920%)、カドミウム(1.11%)、鉛(0.351%)、砒素(1.65%)、全燐(2.07%)であった。

共通試料 2 ではカドミウム(3.23%)、鉛(3.57%)、砒素(2.38%)であった。

共通試料 3 では PFOS(4.33%)、PFOA(2.90%)、PFHxS(3.09%)であった。

各試料の均質性確認の結果についての詳細は報告書(資料編)に記載する。

#### (3) 分析方法

共通試料 1-1 及び 1-2（模擬水質試料中の一般項目等）については、環境庁告示 59 号（最終改定令和 3 年）及び JIS K 0102 65.2.7 に定める方法により分析することとした。

共通試料 2（土壌試料中の金属等）については、環境省告示 19 号（最終改定令和 2 年）に定める方法により分析することとした。

共通試料 3（模擬水質試料中の PFOS 等）については、PFOS、PFOA は「水質汚濁に係る人の健康の保護に関する環境基準等の施行等について（通知）」（令和 2 年 5 月 28 日付け環水大

発第 2005281 号・環水大土発第 2005282 号環境省水・大気環境局長通知) 付表 1 の方法、PFHxS は環境基準健康項目専門委員会 (第 19 回) 資料 3 別紙 6 ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS) の分析法により分析することとした。

以上が本年度調査の「推奨方法」であり、それらの概要を試料ごとに表 1-3-3(1)～表 1-3-3(3)に示す。なお、表 1-3-3(4)には関連する基準値等を示す。

表 1-3-3(1) 共通試料 1 (模擬水質試料：一般項目等) に関する分析方法の概要

分析方法	六価クロム	カドミウム	鉛	砒素	全磷
ジフェニルカルバジド吸光光度法	○				
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	○	○	○		
水素化物発生原子吸光法				○	
水素化物発生ICP発光分光分析法				○	
ICP質量分析法	○	○	○	○	
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	○				○
LC-ICP質量分析法	○1				

○：環境庁告示第59号に定める方法

○1：JIS K 0102 65.2.7に規定する方法

表 1-3-3(2) 共通試料 2 (土壌試料：金属等) に関する分析方法の概要

分析方法	カドミウム	鉛	砒素
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	○	○	
ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法			○
水素化物発生原子吸光法			○
水素化物発生ICP発光分光分析法			○
ICP質量分析法	○	○	○

○：環境省告示第19号に定める方法

表 1-3-3(3) 共通試料 3 (模擬水質試料：PFOS 等) に関する分析方法の概要

分析方法	PFOS、PFOA	PFHxS
固相抽出-高速液体クロマトグラフ質量分析法 (固相抽出-LC/MS)	○	
固相抽出-高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法 (固相抽出-LC/MS/MS)	○	○1

○：「水質汚濁に係る人の健康の保護に関する環境基準等の施行等について (通知)」付表 1 の方法

○1：PFHxSは環境基準健康項目専門委員会 (第19回) 資料 3 別紙 6 ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS) の分析法

表 1-3-3(4) 各項目の基準値等

項目	基準値等	分析方法	備考
共通試料 1 (模擬水質試料)			
六価クロム	0.02 mg/L	環境庁告示 59 号に定める方法	
カドミウム	0.003 mg/L		
鉛	0.01 mg/L		
砒素	0.01 mg/L		
全磷	0.005 mg/L(類型 I)~0.1(類型 V) mg/L		
共通試料 2 (土壌試料)			
カドミウム	45 mg/kg	環境省告示第 19 号に定める方法	
鉛	150 mg/kg		
砒素	150 mg/kg		
共通試料 3 (模擬水質試料)			詳細項目
PFOS	50 ng/L (PFOS 及び PFOA の合算)	注)	
PFOA			
PFHxS	基準無し		

注) PFOS、PFOA は「水質汚濁に係る人の健康の保護に関する環境基準等の施行等について(通知)」付表 1 の方法

PFHxS は環境基準健康項目専門委員会(第 19 回) 資料 3 別紙 6 「ペルフルオロヘキサンスルホン酸(PFHxS)の分析」の方法

#### (4) 測定回数

共通試料 1 及び共通試料 2 (基本精度管理調査)については、分析試料のはかり採りから測定までの一連の操作を行う回数(測定回数)を 3 回とした(すなわち、同量の試料を 3 個採り、併行測定を行う)。なお、異なる分析担当者、分析方法、分析条件による分析結果の報告を可能としており、その場合でも方法ごとに測定回数 3 回とした。

共通試料 3 (高等精度管理調査)については、測定回数を 1 回以上 5 回以内とした。なお、異なる分析担当者、分析方法、分析条件による分析結果の報告を可能とした。

#### (5) 分析結果等の回答方法

分析結果等の回答は、原則エクセルファイルに入力して、ホームページにアップロードすることとした。ホームページへのアップロードが難しい場合のみ、用紙に記入して郵送等による回答も可能とした。ただし、提出期限については、用紙に記入して作成する場合、ホームページに比べて 1 週間早くした。

### 4. 参加機関数と回答機関数

対象機関は、環境測定分析を実施している地方公共団体(都道府県、市)、民間機関、大学、独立行政法人等である。あらかじめ本調査への参加の意志を対象機関に確認したのち、共通試料を送付した機関(参加機関)は 508 機関であった。参加機関は、「公的機関」と「民間機関」に区分している。「公的機関」は地方公共団体(都道府県、市)の機関及び全国環境研協議会所属の機関であり、「民間機関」は公的機関以外(民間、大学、独立行政法人等)を示し、その内訳は、表 1-4(1)のとおりであった。

これらの参加機関のうち、所定の分析を行い、何らかの項目についての分析結果を回答してきた機関数は 496、回収率は 97.6%であった。表 1-4(1)では参加機関数に合わせて Z-スコアの記載を希望した機関数を併記した。

試料別の参加機関数と回答機関数を、表 1-4(2)に示した。



表 1-4(1) 調査結果の回収状況（参加機関と回答機関数）

区分		参加機関数 (Z-スコア記載希望数*)	回答機関数	回収率(%)
公的機関	都道府県	66 (61)	64	97.0
	市	61 (60)	61	100
民間機関		381 (360)	371	97.4
合計		508 (481)	496	97.6

\*: Z-スコア記載希望数は内数。

表 1-4(2) 試料別の調査結果の回収状況（参加機関と回答機関数）

		共通試料 1（模擬水質試料：一般項目等）			共通試料 2（土壌試料：金属等）			共通試料 3（模擬水質試料：PFOS 等）		
区分		参加機関数	回答機関数		参加機関数	回答機関数		参加機関数	回答機関数	
				用紙での回答数			用紙での回答数			用紙での回答数
公的機関	都道府県	65	64	3	29	24	0	19	16	0
	市	61	61	0	9	9	0	13	11	0
民間機関		350	342	3	262	249	0	104	91	0
合計		476	467	6	300	282	0	136	118	0

## 5. 外れ値等に関する調査

極端な分析結果（外れ値等）を示した機関及び測定項目を対象として、その原因又は想定される原因を調査するために、アンケート調査を実施した。

極端な分析結果としては、「Grubbs の検定による外れ値（棄却限界の下限を下回る値、上限を超える値）」及び「ND 等」とした。また、3回の室内併行測定を行っている共通試料 1 及び共通試料 2 については、室内精度 CV（変動係数）が大きく、Grubbs の検定による外れ値を棄却した後の室間精度 CV（変動係数）を超えるものも調査対象とした。アンケート調査の実施状況は、表 1-5(1)のとおりである。

表 1-5(1) 外れ値等に関するアンケート調査の実施状況

試料	項目	アンケート数	回収数(回収率%)
共通試料 1 (模擬水質試料)	六価クロム	29	
	カドミウム	33	
	鉛	32	
	砒素	28	
	全燐	26	
	計	148	
共通試料 2 (土壌試料)	カドミウム	27	
	鉛	15	
	砒素	15	
	計	57	
共通試料 3 (模擬水質試料)	PFOS	7	
	PFOA	4	
	PFHxS	4	
	計	15	

## 6. その他

本調査は、(一財)日本環境衛生センターが環境省からの請負を受けて実施した。

本調査結果の他に、別冊として解析結果等をより詳細に記載した「資料編」も発行する。また、本調査結果の元となるデータは国会図書館の環境測定分析統一精度管理調査結果報告書にて閲覧可能とする。

## 第2章 調査結果の概要

### 1. 統計結果

#### (1) はじめに

##### 1) 解析対象とした回答

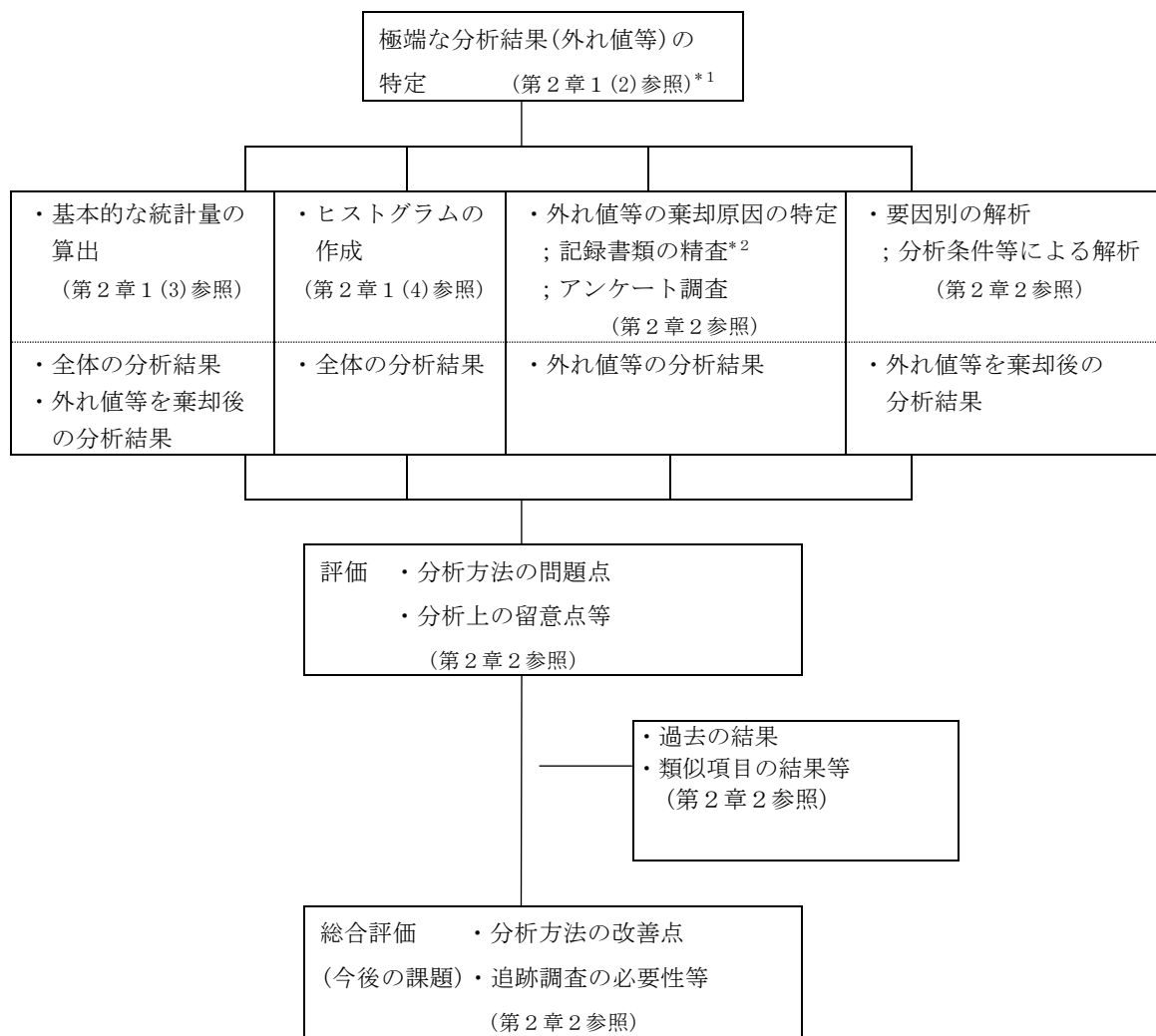
各参加機関が分析結果を回答するに当たって、報告書にクロマトグラム、検量線等を添付することとしていたが、表 2-1-1(1)に示すように添付のない回答があった。以降の集計・解析においては、クロマトグラム及び検量線等の添付がない回答も含めた。

表 2-1-1(1) クロマトグラム及び検量線等の添付状況 (回答数)

報告書	分析項目	回答数	
		クロマトグラム 及び検量線等の 添付有り	クロマトグラム 及び検量線等の 添付無し
[3] 模擬水質試料	六価クロム	380	3
[4] 模擬水質試料	カドミウム	381	0
[5] 模擬水質試料	鉛	382	1
[6] 模擬水質試料	砒素	385	3
[7] 模擬水質試料	全燐	372	1
[11] 土壌試料	カドミウム	271	4
[12] 土壌試料	鉛	270	2
[13] 土壌試料	砒素	263	3
[16] 模擬水質試料	PFOS	118	0
[16] 模擬水質試料	PFOA	117	0
[16] 模擬水質試料	PFHxS	70	0

## 2) 解析方法の概要

すべての分析項目とも、以下のフローに従って解析を行った。



参加機関のなかで掲載を希望する機関については、参加機関に配布する令和4年度環境測定分析統一精度管理調査結果(資料編)にZスコアを掲載する。

図2-1-1(1) 解析方法の概要

\*1: 「(…参照)」は、記載している項を示す(例えば「(第2章1(2)参照)」は、主として第2章の1の(2)の項に記載していることを示す)。

\*2: 記録書類とは、分析条件、クロマトグラム等のチャート類、検量線等を示す。

(2) 外れ値等の棄却

①分析結果について、各分析項目とも以下を解析対象外とした。

(a) 結果が「ND」<sup>(注1)</sup>、「〇〇以下」又は「0 (ゼロ)」で示されているもの(「ND等」)

②分析結果について、各分析項目とも以下を外れ値として棄却した。

(b) 分析結果(複数回分析している場合には平均値)について、「JIS Z 8402-2 (ISO 5725-2)」に準じて、Grubbs の検定<sup>(注2)</sup>を行い、検定統計量が5%棄却限界値を超えるもの(「統計的外れ値(Grubbs)」)

③共通試料1及び共通試料2の分析については、室内の併行測定回数を3回としており、以下を解析対象外とした。

(c) 結果(併行測定回数)が2回以下のもの(「n≠3」)

④共通試料1及び共通試料2の分析については、以下を外れ値として棄却した。

(d) 3回の室内精度CV(変動係数)が大きく、上記(b)～(c)を棄却した後の室間精度CV(変動係数)を超えるもの<sup>(注3)</sup>(「統計的外れ値(室内精度)」)。

以上の方法によって、外れ値として棄却された回答数及び統計的な検定による棄却の限界値を試料(項目)別に表にまとめた(棄却限界値としては、Grubbs の検定では分析結果の下限值及び上限値を示し、室内精度CVではその上限値を示す)。共通試料1については表2-1-2(1)～(2)、共通試料2については表2-1-2(3)～(4)、共通試料3については表2-1-2(5)～(6)に示す。表中の棄却率は、 $\text{棄却率} = (\text{棄却数} \div \text{回答数}) \times 100$  で表す。

(注1)「ND」は、「検出されない」を示す。

(注2)「Grubbs の検定」は、分析結果に関する数値的な外れ値の検定方法である。JIS Z 8402 及び ISO 5725 に規定されている一般的な方法である。

(注3)室内精度に関する外れ値の検定については、JIS Z 8402 では室内の精度(分散)を Cochran 検定する方法となっているが、これまでの検討では本調査への適用には問題があり、室間精度を利用する方法としている。なお、検討の経緯やその結果等については、平成21年度報告書(本編)第2章3. 参考 に示している。

表 2-1-2(1) 外れ値等により棄却した回答数(共通試料1: 模擬水質試料)

分析項目	回答数*1	棄却数*2					計	棄却率 %*4
		n≠3	ND等	Grubbs	室内精度*3			
六価クロム	383	0	3	23	4(1)	29	7.57	
カドミウム	381	0	1	19	15(2)	33	8.66	
鉛	383	0	0	27	12(7)	32	8.36	
砒素	388	0	0	21	9(2)	28	7.22	
全磷	373	0	0	21	9(4)	26	6.97	

\*1: 回答数には解析対象外とした n≠3 を含む

\*2: 棄却数には解析対象外とした n≠3 を含む

\*3: ( ) 内は Grubbs の検定での棄却数を示す

\*4:  $\text{棄却率} = (\text{棄却数} \div \text{回答数}) \times 100$

表 2-1-2(2) 棄却限界値（共通試料 1：模擬水質試料）

分析項目	Grubbs の検定		室内精度	(参考)
	下限値 (mg/L)	上限値 (mg/L)	上限値 CV%	外れ値等棄却後の 平均値(mg/L)
六価クロム	0.0143	0.0249	7.11	0.0196
カドミウム	0.00208	0.00367	7.21	0.00287
鉛	0.00632	0.0127	8.89	0.00950
砒素	0.00355	0.00681	8.15	0.00518
全燐	0.0320	0.0671	9.31	0.0495

表 2-1-2(3) 外れ値等により棄却した回答数（共通試料 2：土壌試料）

分析項目	回答 数*1	棄却数*2				計	棄却率 %*4
		n≠3	ND 等	Grubbs	室内精度 *3		
カドミウム	275	1	0	16	12(1)	28	10.2
鉛	272	1	0	13	3(1)	16	5.88
砒素	266	0	0	14	2(1)	15	5.64

\*1: 回答数には解析対象外とした n≠3 を含む

\*2: 棄却数には解析対象外とした n≠3 を含む

\*3: ( ) 内は Grubbs の検定での棄却数を示す

\*4: 棄却率 = (棄却数 ÷ 回答数) × 100

表 2-1-2(4) 棄却限界値（共通試料 2：土壌試料）

分析項目	Grubbs の検定		室内精度	(参考)
	下限値 (mg/kg)	上限値 (mg/kg)	上限値 CV%	外れ値等棄却後の 平均値(mg/kg)
カドミウム	3.60	5.75	6.12	4.67
鉛	11.4	23.1	9.23	17.3
砒素	4.07	8.79	9.78	6.42

表 2-1-2(5) 外れ値等により棄却した回答数（共通試料 3：模擬水質試料）

分析項目	回答数	棄却数			棄却率
		ND 等	Grubbs	計	%*
PFOS	118	0	7	7	5.93
PFOA	117	0	4	4	3.42
PFHxS	70	0	4	4	5.71

\*: 棄却率 = (棄却数 ÷ 回答数) × 100

表 2-1-2(6) 棄却限界値（共通試料 3：模擬水質試料）

分析項目	Grubbs の検定		(参考)
	下限値 (ng/L)	上限値 (ng/L)	外れ値等棄却後の 平均値(ng/L)
PFOS	0.505	1.58	1.04
PFOA	0.717	1.90	1.31
PFHxS	0.574	1.30	0.935

(3) 統計量

前記(2)で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し、試料(項目)別に表にまとめた。

共通試料1については表2-1-3(1)に、共通試料2については表2-1-3(2)~(3)に、共通試料3については表2-1-3(4)に示す。

各分析項目とも、統計量として平均値、室間精度 CV、最小値、最大値、中央値、及び、添加濃度を示す。「室間精度 CV」は、試験所間のばらつきの程度であり、分析結果(複数回を分析している場合には平均値)の標準偏差(SD)、変動係数(CV%)を算出している。

共通試料1及び共通試料2については、3回の室内併行測定を行っており、室内精度も併記する。「室内精度」は、試験所内のばらつきの程度であり、分散分析を行って SD、CV%を算出している。統計量としては、室内精度(標準偏差及び変動係数)、3回の室内併行測定精度(変動係数)の最小値、最大値及び中央値を示す。

棄却は、Grubbs の検定の棄却によるものとした。共通試料1及び共通試料2については、統計的外れ値(室内精度)による棄却も行った。

分析結果に「ND 等」が含まれている場合、平均値、室間精度等の算出にあたっては、これらの結果を除いた。また共通試料1及び共通試料2については、実施要領に定められた併行測定回数の3回に満たないものも除いた。

表 2-1-3(1) 平均値及び精度等(共通試料1: 模擬水質試料)\*

分析項目	回答数	平均値 (mg/L)	室間精度		最小値 (mg/L)	最大値 (mg/L)	中央値 (mg/L)	添加濃度 (mg/L)	環境基準値 (mg/L)
			SD (mg/L)	CV%					
六価クロム	354	0.0196	0.00139	7.11	0.0143	0.0248	0.0198	0.0200	0.02
カドミウム	348	0.00287	0.000207	7.21	0.00208	0.00365	0.00289	0.00300	0.003
鉛	351	0.00950	0.000845	8.89	0.00646	0.0126	0.00952	0.0100	0.01
砒素	360	0.00518	0.000422	8.15	0.00375	0.00679	0.00513	0.00500	0.01
全燐	347	0.0495	0.00460	9.31	0.0333	0.0669	0.0496	0.0500	0.005(類型 I)~ 0.1(類型 V)

\*:Grubbs の検定及び統計的外れ値(室内精度)棄却後のもの。分析結果が「ND等」であるものは含まない。

(室内精度等)\*1

分析項目	室内測定回数	回答数	室内精度*2		室内精度 CV%		
			SD (mg/L)	CV%	最小値	最大値	中央値
六価クロム	3	354	0.000433	2.21	0	7.16	1.03
カドミウム	3	348	0.0000541	1.88	0	7.24	1.07
鉛	3	351	0.000241	2.54	0	8.37	1.06
砒素	3	360	0.000104	2.01	0	7.69	1.25
全燐	3	347	0.00109	2.21	0	8.07	1.20

\*1:Grubbs の検定及び統計的外れ値(室内精度)棄却後のもの。分析結果が「ND等」であるものは含まない。

\*2:分散分析の結果を示す

表 2-1-3(2) 平均値及び精度等（共通試料 2：土壌試料）\*

分析項目	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度		最小値 (mg/kg)	最大値 (mg/kg)	中央値 (mg/kg)	添加濃度 (mg/kg)	含有量 基準値 (mg/kg)
			SD (mg/kg)	CV%					
カドミウム	247	4.67	0.286	6.12	3.60	5.52	4.70	-	45
鉛	256	17.3	1.60	9.23	11.9	22.6	17.5	-	150
砒素	251	6.42	0.628	9.78	4.15	8.58	6.48	-	150

\*:Grubbs の検定及び統計的外れ値（室内精度）棄却後のもの。測定回数が基本精度管理調査として実施要領に定められた併行測定回数の 3 回に満たないものは含まない。

(室内精度等)\*1

分析項目	室内 測定 回数	回答 数	室内精度*2		室内精度 CV%		
			SD (mg/kg)	CV%	最小値	最大値	中央値
カドミウム	3	247	0.114	2.44	0	5.67	1.81
鉛	3	256	0.433	2.50	0	8.68	1.42
砒素	3	251	0.147	2.28	0	9.39	1.29

\*1:Grubbs の検定及び統計的外れ値（室内精度）棄却後のもの。分析結果が「ND 等」であるものは含まない。

\*2:分散分析の結果を示す

表 2-1-3(3) 平均値及び精度等（共通試料 3：模擬水質試料）\*1

分析項目	回答数	平均値 (ng/L)	室間精度		最小値 (ng/L)	最大値 (ng/L)	中央値 (ng/L)	添加濃度 (ng/L)	指針値 (暫定) (ng/L)
			SD (ng/L)	CV%					
PFOS	111	1.04	0.157	15.1	0.676	1.49	1.01	0.928	50*2
PFOS(直鎖体)	104	0.808	0.128	15.8	0.499	1.14	0.784	0.732	-
PFOS(分岐異性体)	95	0.239	0.0536	22.5	0.0753	0.365	0.238	0.196	-
PFOA	113	1.31	0.173	13.2	0.758	1.88	1.30	1.44	50*2
PFOA(直鎖体)	105	1.13	0.138	12.2	0.841	1.56	1.13	1.14	-
PFOA(分岐異性体)	91	0.172	0.0624	36.3	0.0633	0.359	0.162	0.302	-
PFHxS	66	0.935	0.112	11.9	0.660	1.22	0.932	0.913	-
PFHxS(直鎖体)	61	0.770	0.106	13.8	0.453	1.10	0.763	0.741	-
PFHxS(分岐異性体)	59	0.162	0.034	21.0	0.0737	0.26	0.158	0.172	-

\*1:Grubbs の検定による棄却後のもの。分析結果が「ND 等」であるものは含まない。また、直鎖体及び分岐異性体については参考値である。

\*2:PFOS 及び PFOA の合算

#### (4) ヒストグラム

分析項目別に分析結果に関するヒストグラムを作成し、共通試料 1 については図 2-1-4(1)に、共通試料 2 については図 2-1-4(2)に、共通試料 3 については図 2-1-4(3)に示した。各ヒストグラムは、分析項目間の比較を容易にするために、横軸・縦軸とも同一として作成しており、その概要を以下に示した。

横軸は、分析結果の外れ値等棄却後の平均値を「1.0」とした場合の相対値を示した。(いわゆる相対度数)を示した。

なお、ヒストグラムの作成にあたっては、分析結果のうち「ND 等」(前記(2)参照)を除いた。共通試料 1 及び共通試料 2 については、「n≠3」のもの(前記(2)参照)も除いた。



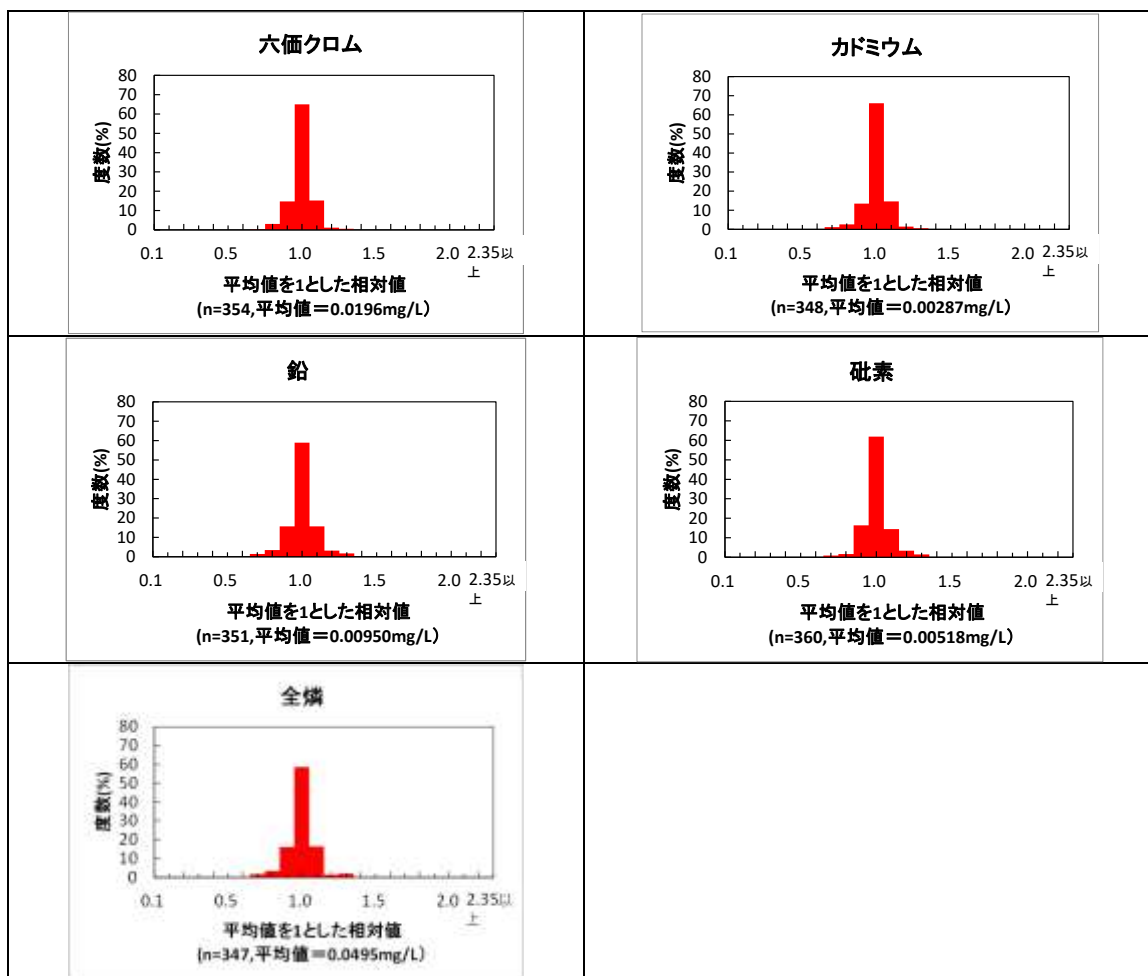


図 2-1-4(1) 共通試料 1 (模擬水質試料：一般項目等) に関するヒストグラム

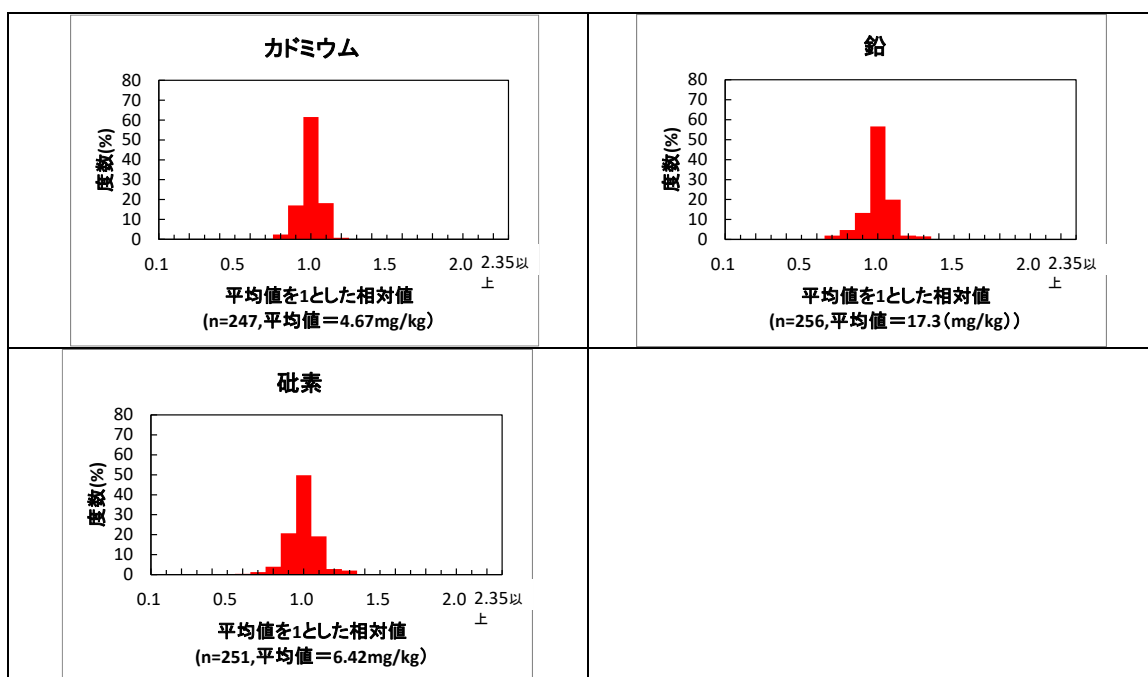


図 2-1-4(2) 共通試料 2 (土壌試料：金属等) に関するヒストグラム

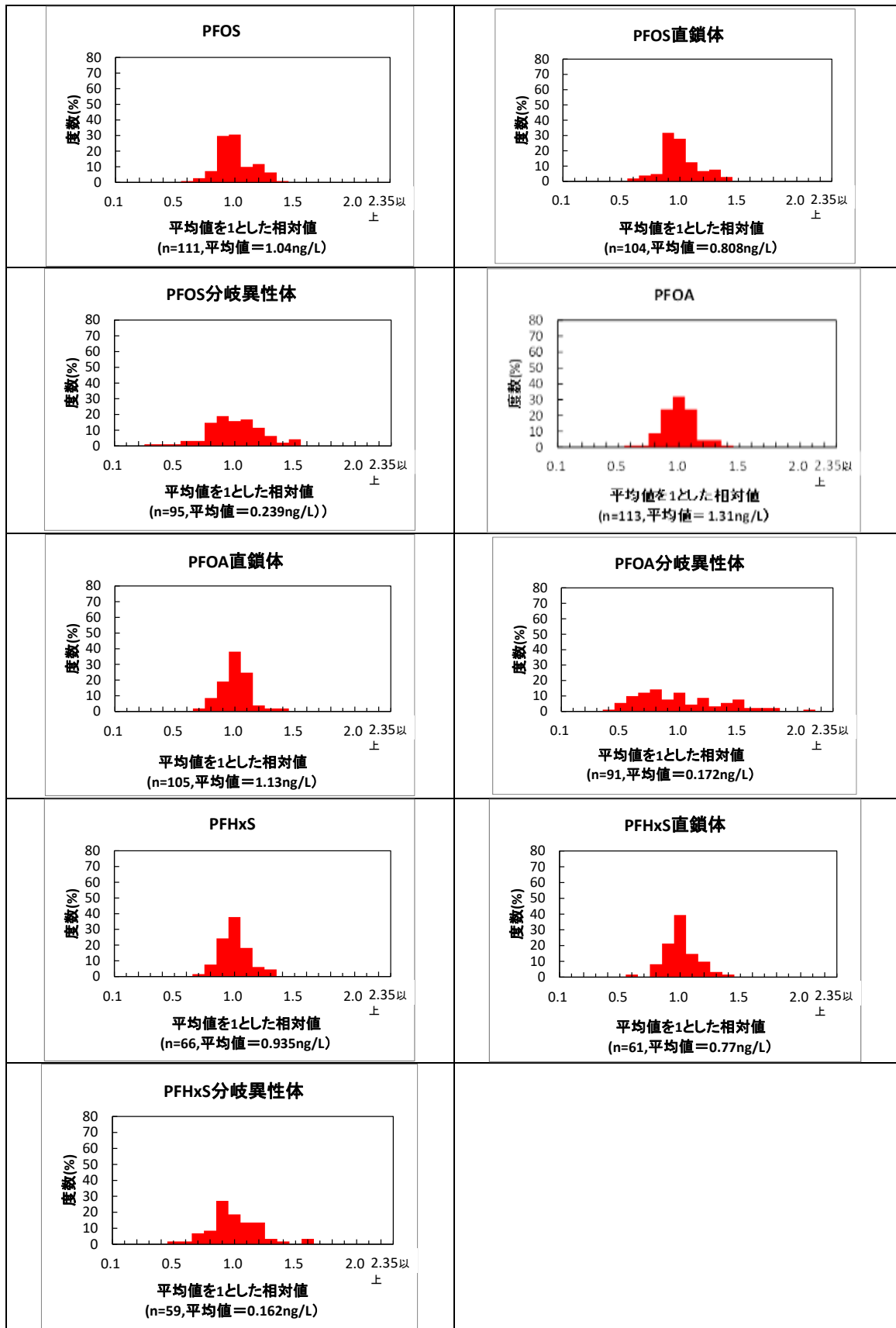


図 2-1-4(3) 共通試料 3 (模擬水質試料: PFOS 等) に関するヒストグラム

(5) 解析結果

試料・分析項目ごとに、分析方法別の回答数及び分析方法に関する解析結果を示した。

結果は試料別に (a) ~ (c) に分け、それぞれを項目別とした。(a) 共通試料 1 は表 2-1-5(1-1) ~ (5-2)、(b) 共通試料 2 は表 2-1-5 (6-1) ~ (8-2)、(c) 共通試料 3 は表 2-1-5(9-1) ~ (11-2) に示した。

分析方法別の回答数については、全体の回答数及び棄却された回答数 (外れ値等の回答数) を示した。

分析方法に関する解析結果については、外れ値等を棄却後の分析結果を対象とし、回答数、平均値及び室間精度 (標準偏差:SD、変動係数:CV%) を示した。また、分析方法間の偏り (平均値の差) 及び精度の違いの検定を危険率 5% で行い (注)、解析結果の表下に検定の結果を示した。

(注) 2つの分析方法ごとに検定し、3方法以上では2方法ごとの検定を繰り返した。3方法以上の検定は多重比較の方法を適用し、その方法としては平均値の差の検定は Tukey の方法、精度の違いの検定は Bonferroni の方法を適用した。

(a) 共通試料 1 (模擬水質試料: 一般項目等)

表 2-1-5(1-1) 分析方法別回答数 (共通試料 1 (模擬水質): 六価クロム)

分析方法	回答数	n≠3	ND等	Grubbs		室内精度 大きい値 *	計
				小さい値	大きい値		
1. ジフェニルカルバジド吸光光度法	296	0	3	7	5	1	16
2. 電気加熱原子吸光法	11	0	0	2	0	0	2
3. ICP 発光分光分析法	21	0	0	2	1	1(1)	3
4. ICP 質量分析法	46	0	0	1	4	2	7
5. 流れ分析法	9	0	0	1	0	0	1
6. LC-ICP 質量分析法	0	0	0	0	0	0	0

\*: ( ) 内は Grubbs の検定での棄却数を示す。

表 2-1-5(1-2) 分析方法に関する解析結果 (共通試料 1 (模擬水質): 六価クロム)

分析方法	回答数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			SD(mg/L)	CV%
1. ジフェニルカルバジド吸光光度法	280	0.0196	0.00135	6.87
2. 電気加熱原子吸光法	9	0.0202	0.00154	7.63
3. ICP 発光分光分析法	18	0.0188	0.00152	8.07
4. ICP 質量分析法	39	0.0195	0.00161	8.25
5. 流れ分析法	8	0.0200	0.000926	4.64
6. LC-ICP 質量分析法	0	-	-	-

(注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは水準間に見られない。(危険率 5%)

表 2-1-5(2-1) 分析方法別回答数 (共通試料 1 (模擬水質) : カドミウム)

分析方法	回答数	n≠3	ND等	Grubbs		室内精度 大きい値 *	計
				小さい値	大きい値		
1. 電気加熱原子吸光法	37	0	0	1	4	7(1)	11
2. ICP 発光分光分析法	71	0	1	4	4	3	12
3. ICP 質量分析法	271	0	0	1	4	4	9
4. フレーム原子吸光法	2	0	0	0	1	1(1)	1

\*: () 内は Grubbs の検定での棄却数を示す。

表 2-1-5(2-2) 分析方法に関する解析結果 (共通試料 1 (模擬水質) : カドミウム)

分析方法	回答数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			SD(mg/L)	CV%
1. 電気加熱原子吸光法	26	0.00286	0.000351	12.3
2. ICP 発光分光分析法	59	0.00290	0.000281	9.69
3. ICP 質量分析法	262	0.00287	0.000166	5.78
4. フレーム原子吸光法	1	0.00300	-	-

(注) 偏り (平均値の差) は見られないが、精度の違いは以下の水準間に見られる (危険率 5%)。  
精度の違い : 1 と 3、2 と 3

表 2-1-5(3-1) 分析方法別回答数 (共通試料 1 (模擬水質) : 鉛)

分析方法	回答数	n≠3	ND等	Grubbs		室内精度 大きい値 *	計
				小さい値	大きい値		
1. フレーム原子吸光法	4	0	0	0	0	0	0
2. 電気加熱原子吸光法	36	0	0	4	3	2(1)	8
3. ICP 発光分光分析法	123	0	0	6	8	6(4)	16
4. ICP 質量分析法	220	0	0	0	6	4(2)	8

\*: () 内は Grubbs の検定での棄却数を示す。

表 2-1-5(3-2) 分析方法に関する解析結果 (共通試料 1 (模擬水質) : 鉛)

分析方法	回答数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			SD(mg/L)	CV%
1. フレーム原子吸光法	4	0.00917	0.00160	17.4
2. 電気加熱原子吸光法	28	0.0100	0.00108	10.8
3. ICP 発光分光分析法	107	0.00938	0.000945	10.1
4. ICP 質量分析法	212	0.00951	0.000710	7.47

(注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは以下の水準間に見られる (危険率 5%)。  
平均値の差 : 2 と 3、2 と 4 精度の違い : 1 と 4、2 と 4、3 と 4

2-1-5(4-1) 分析方法別回答数 (共通試料 1 (模擬水質) : 砒素)

分析方法	回答数	n≠3	ND等	Grubbs		室内精度 大きい値 *	計
				小さい値	大きい値		
1. 水素化物発生原子吸光法	99	0	0	5	5	4(1)	13
2. 水素化物発生 ICP 発光分光分析法	48	0	0	2	1	2	5
3. ICP 質量分析法	240	0	0	1	7	2(1)	9

\*: () 内は Grubbs の検定での棄却数を示す。

表 2-1-5(4-2) 分析方法に関する解析結果（共通試料 1（模擬水質）：砒素）

分析方法	回答数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			SD(mg/L)	CV%
1. 水素化物発生原子吸光法	86	0.00512	0.000700	13.7
2. 水素化物発生 ICP 発光分光分析法	43	0.00495	0.000442	8.94
3. ICP 質量分析法	231	0.00527	0.000382	7.25

(注) 偏り（平均値の差）及び精度の違いは以下の水準間に見られる（危険率 5%）。

平均値の差：1と3、2と3 精度の違い：1と2、1と3

表 2-1-5(5-1) 分析方法別回答数（共通試料 1（模擬水質）：全磷）

分析方法	回答数	n≠3	ND等	Grubbs		室内精度 大きい値 *	計
				小さい値	大きい値		
1. ペルオキシ二硫酸カリウム分解法	227	0	0	7	6	3(2)	14
2. 硝酸-過塩素酸分解法	17	0	0	1	3	1(1)	4
3. 硝酸-硫酸分解法	10	0	0	0	0	2	2
4. 流れ分析法	114	0	0	1	3	3(1)	6
5. ペルオキシ二硫酸カリウム分解後、流れ分析	5	0	0	0	0	0	0

\*: ( ) 内は Grubbs の検定での棄却数を示す。

表 2-1-5(5-2) 分析方法に関する解析結果（共通試料 1（模擬水質）：全磷）

分析方法	回答数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			SD(mg/L)	CV%
1. ペルオキシ二硫酸カリウム分解法	213	0.0493	0.00482	9.79
2. 硝酸-過塩素酸分解法	13	0.0487	0.00427	8.78
3. 硝酸-硫酸分解法	8	0.0507	0.00303	5.98
4. 流れ分析法	108	0.0500	0.00436	8.73
5. ペルオキシ二硫酸カリウム分解後、流れ分析	5	0.0481	0.00169	3.51

(注) 偏り（平均値の差）及び精度の違いは水準間に見られない（危険率 5%）。

(b) 共通試料 2（土壌試料：金属等）

表 2-1-5(6-1) 分析方法別回答数（共通試料 2（土壌）：カドミウム）

分析方法	回答数	n≠3	ND等	Grubbs		室内精度 大きい値 *	計
				小さい値	大きい値		
1. フレーム原子吸光法	32	1	0	0	0	0	1
2. 電気加熱原子吸光法	7	0	0	1	0	3(1)	3
3. ICP 発光分光分析法	79	0	0	8	2	2	12
4. ICP 質量分析法	157	0	0	3	2	7	12

\*: ( ) 内は Grubbs の検定での棄却数を示す。

表 2-1-5(6-2) 分析方法に関する解析結果 (共通試料 2 (土壌) : カドミウム)

分析方法	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			SD(mg/kg)	CV%
1. フレーム原子吸光法	31	4.72	0.284	6.01
2. 電気加熱原子吸光法	4	4.85	0.273	5.63
3. ICP 発光分光分析法	67	4.58	0.343	7.49
4. ICP 質量分析法	145	4.70	0.248	5.28

(注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは以下の水準間に見られる (危険率 5%)。

平均値の差 : 3 と 4 精度の違い : 3 と 4

表 2-1-5(7-1) 分析方法別回答数 (共通試料 2 (土壌) : 鉛)

分析方法	回答数	n≠3	ND 等	Grubbs		室内精度 大きい値 *	計
				小さい値	大きい値		
1. フレーム原子吸光法	30	1	0	0	0	0	1
2. 電気加熱原子吸光法	9	0	0	0	2	1	3
3. ICP 発光分光分析法	79	0	0	5	2	0	7
4. ICP 質量分析法	154	0	0	3	1	2(1)	5

\*: ( ) 内は Grubbs の検定での棄却数を示す。

表 2-1-5(7-2) 分析方法に関する解析結果 (共通試料 2 (土壌) : 鉛)

分析方法	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			SD(mg/g)	CV%
1. フレーム原子吸光法	29	17.6	1.18	6.73
2. 電気加熱原子吸光法	6	17.3	3.14	18.2
3. ICP 発光分光分析法	72	16.3	1.76	10.8
4. ICP 質量分析法	149	17.7	1.27	7.15

(注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは以下の水準間に見られる (危険率 5%)。

平均値の差 : 1 と 3、3 と 4 精度の違い : 1 と 2、2 と 4、3 と 4

表 2-1-5(8-1) 分析方法別回答数 (共通試料 2 (土壌) : 砒素)

分析方法	回答数	n≠3	ND 等	Grubbs		室内精度 大きい値 *	計
				小さい値	大きい値		
1. ジエチルジチオカルバミド酸 銀吸光光度法	0	0	0	0	0	0	0
2. 水素化物発生原子吸光法	82	0	0	3	3	1(1)	6
3. 水素化物発生 ICP 発光分光 分析法	41	0	0	3	1	0	4
4. ICP 質量分析法	142	0	0	3	1	1	5
5. ICP 発光分光分析法 (水素化 物分離なし)	1	0	0	0	0	0	0

\*: ( ) 内は Grubbs の検定での棄却数を示す。

表 2-1-5(8-2) 分析方法に関する解析結果（共通試料 2（土壌）：砒素）

分析方法	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			SD(mg/kg)	CV%
1. ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法	0	-	-	-
2. 水素化物発生原子吸光法	76	6.47	1.54	23.8
3. 水素化物発生 ICP 発光分光分析法	37	6.35	0.580	9.13
4. ICP 質量分析法	137	6.49	0.639	9.85
5. ICP 発光分光分析法（水素化物分離なし）	1	7.22	-	-

(注) 偏り（平均値の差）は見られないが、精度の違いは以下の水準間に見られる（危険率 5%）。  
精度の違い：2 と 3、2 と 4、

(c) 共通試料 3（模擬水質試料：PFOS 等）

表 2-1-5(9-1) 分析方法別回答数（共通試料 3（模擬水質試料）：PFOS）

分析方法	回答数	ND 等	Grubbs		計
			小さい値	大きい値	
1. 固相抽出-液体クロマトグラフ質量分析法 (LC/MS)	1	0	0	0	0
2. 固相抽出-液体クロマトグラフ・タンデム質量分析法 (LC/MS/MS)	116	0	1	6	7
3. オンライン濃縮-液体クロマトグラフ-四重極・飛行時間型質量分析法	1	0	0	0	0

表 2-1-5(9-2) 分析方法に関する解析結果（共通試料 3（模擬水質試料）：PFOS）

分析方法	回答数	平均値 (ng/L)	室間精度	
			SD(ng/L)	CV%
1. 固相抽出-液体クロマトグラフ質量分析法 (LC/MS)	1	1.02	-	-
2. 固相抽出-液体クロマトグラフ・タンデム質量分析法 (LC/MS/MS)	109	1.04	0.158	15.2
3. オンライン濃縮-液体クロマトグラフ-四重極・飛行時間型質量分析法	1	0.935	-	-

表 2-1-5(10-1) 分析方法別回答数（共通試料 3（模擬水質試料）：PFOA）

分析方法	回答数	ND 等	Grubbs		計
			小さい値	大きい値	
1. 固相抽出-液体クロマトグラフ質量分析法 (LC/MS)	1	0	0	0	0
2. 固相抽出-液体クロマトグラフ・タンデム質量分析法 (LC/MS/MS)	115	0	0	4	4
3. オンライン濃縮-液体クロマトグラフ-四重極・飛行時間型質量分析法	1	0	0	0	0

表 2-1-5(10-2) 分析方法に関する解析結果（共通試料 3（模擬水質試料）：PFOA）

分析方法	回答数	平均値 (ng/L)	室間精度	
			SD(ng/L)	CV%
1. 固相抽出-液体クロマトグラフ質量分析法(LC/MS)	1	1.29	-	-
2. 固相抽出-液体クロマトグラフ・タンデム質量分析法(LC/MS/MS)	111	1.31	0.174	13.3
3. オンライン濃縮-液体クロマトグラフ-四重極・飛行時間型質量分析法	1	1.31	-	-

表 2-1-5(11-1) 分析方法別回答数（共通試料 3（模擬水質試料）：PFHxS）

分析方法	回答数	ND等	Grubbs		計
			小さい値	大きい値	
1. 固相抽出-液体クロマトグラフ質量分析法(LC/MS)	1	0	0	0	0
2. 固相抽出-液体クロマトグラフ・タンデム質量分析法(LC/MS/MS)	68	0	1	3	4
3. オンライン濃縮-液体クロマトグラフ-四重極・飛行時間型質量分析法	1	0	0	0	0

表 2-1-5(12-2) 分析方法に関する解析結果（共通試料 3（模擬水質試料）：PFHxS）

分析方法	回答数	平均値 (ng/L)	室間精度	
			SD(ng/L)	CV%
1. 固相抽出-液体クロマトグラフ質量分析法(LC/MS)	1	0.948	-	-
2. 固相抽出-液体クロマトグラフ・タンデム質量分析法(LC/MS/MS)	64	0.934	0.113	12.1
3. オンライン濃縮-液体クロマトグラフ-四重極・飛行時間型質量分析法	1	0.972	-	-