

## 令和2年度環境測定分析統一精度管理調査結果の概要

### 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等において提言するなど、他の精度確認調査にはない特徴を有している。

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等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」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 (<http://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. 調査試料及び対象項目の概要

調査試料については、環境省水・大気環境局に設置の環境測定分析検討会が策定した「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」（平成28年5月23日）において、「調査計画」として「基本精度管理調査」と「高等精度管理調査」に区分している。基本精度管理調査は分析の頻度が高い一般項目等を中心とした試料を優先的に実施し、高等精度管理調査は、環境省において、公定法の策定等を目的として試料を選定し実施する。なお、分析項目は詳細項目と参照項目に分類され、詳細項目は分析結果のほか分析条件やクロマトグラム等の提出も求めて調査・詳細な解析を行い、参照項目は、分析結果のみの提出を求めている。本年度試料の概略を下記に示す。

なお、課題や改善策については、「令和2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法等に関する提言などについて」に記載する。

#### (1) 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として、令和2年度は以下の1試料とした。

- ・模擬排水試料（一般項目等）

COD、BOD、全窒素、亜硝酸性窒素、硝酸性窒素、アンモニア性窒素の6項目を調査対象とした。

#### (2) 高等精度管理調査

高等精度管理調査については、以下の2試料とした。

- ・模擬水質試料（農薬）

模擬水質試料中の農薬を調査対象とし、シマジン、イソプロチオラン、フェノブカルブ、フィプロニルの4項目を詳細項目、アセタミプリド、クロチアニジン、ジノテフランの3項

目を参照項目とした。

・模擬大気試料（無機元素）

模擬大気試料中の無機元素を調査対象とし、ニッケル、亜鉛、鉄、鉛、アルミニウムの5項目を詳細項目、マンガン、銅、カルシウム、ナトリウム、カリウムの5項目を参照項目とした。

3. 調査の経過と参加機関

- ・調査への参加機関募集 令和2年6月23日～7月17日
- ・試料及び関係文書・用紙（実施要領等）の送付 令和2年7月22日～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2年9月7日（8月31日）
- ・調査結果（中間報告）の公表 令和2年12月18日
- ・外れ値等の極端な分析結果への参加機関アンケート調査 令和2年12月から令和3年1月
- ・調査結果報告書の公表 令和3年3月

（令和2年度調査の参加機関及び回答機関数）

令和元年度より機関名を伏せた上で Z-スコアを結果報告書（資料編）（令和3年3月）に併記する事としている。下表では参加機関区分に合わせて Z-スコアの記載を希望した機関数を併記した。

区分		参加機関数		回答機関数	回収率(%)
			Z-スコア記載希望数*		
公的機関	都道府県	76	68	76	100
	市	61	57	61	100
民間機関		367	341	362	98.6
合計		504	466	499	99.0

\*: Z-スコア記載希望数は内数。

4. 調査の結果及び精度管理

(1) 共通試料1（模擬排水試料：一般項目など）

① 試料

ラクトース一水和物、グリシン、亜硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、及び塩化アンモニウムの所定量を超純水に溶かし、混合・均質化し、1000 mL ガラス瓶に 1000 mL 入れたものを共通試料1とした。参加機関へは瓶を各1本送付した。

共通試料1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とした。

## ② 結果

共通試料1の調査結果を以下に示す。

分析項目	棄却 *	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)	設定濃度 (mg/L)
				SD (mg/L)	CV%				
COD	前	448	<b>165</b>	14.6	8.88	7.80	212	166	—
	後	<b>435</b>	<b>166</b>	<b>6.33</b>	<b>3.82</b>	<b>144</b>	<b>187</b>	<b>166</b>	
BOD	前	357	167	38.9	23.3	6.85	241	171	—
	後	<b>351</b>	<b>169</b>	<b>35.1</b>	<b>20.7</b>	<b>64.6</b>	<b>241</b>	<b>172</b>	
全窒素	前	405	31.9	2.02	6.32	23.6	46.2	32.0	32.3
	後	<b>398</b>	<b>31.9</b>	<b>1.79</b>	<b>5.62</b>	<b>25.3</b>	<b>38.7</b>	<b>32.0</b>	
亜硝酸性窒素	前	411	1.04	0.952	91.7	0.175	20.2	1.00	1.00
	後	<b>390</b>	<b>0.998</b>	<b>0.0408</b>	<b>4.09</b>	<b>0.846</b>	<b>1.13</b>	<b>1.00</b>	
硝酸性窒素	前	405	10.4	9.66	93.1	1.88	203	9.96	10.0
	後	<b>380</b>	<b>9.95</b>	<b>0.278</b>	<b>2.79</b>	<b>8.89</b>	<b>11.0</b>	<b>9.96</b>	
アンモニア性窒素	前	377	11.9	1.62	13.6	0.800	19.1	12.0	12.0
	後	<b>358</b>	<b>12.0</b>	<b>0.803</b>	<b>6.68</b>	<b>9.11</b>	<b>14.8</b>	<b>12.0</b>	

\*：統計の外れ値の棄却によるもの。ただし、「棄却前」、「棄却後」とともに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、また分析結果が「ND等」であるものは含まない。

### ・COD（報告書（本編）2.1（1）p.31～41）

回答数449機関に対し外れ値等の棄却数は14機関だった（併行測定回数が3回に満たない1回答を含む）。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度CVは166 mg/L及び3.82%であった。Grubbsの検定の下限值は141 mg/Lで、上限値は190 mg/Lと下限値の1.35倍程度であり、ばらつきは非常に小さく、良好な結果であった。

### ・BOD（報告書（本編）2.1（2）p.42～53）

回答数358機関に対し外れ値等の棄却数は7機関だった（併行測定回数が3回に満たない1回答を含む）。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度CVは169 mg/L及び20.7%であった。Grubbsの検定の下限值は34.9 mg/Lで、上限値は303 mg/Lと下限値の8.68倍程度であり、ヒストグラムは、平均値にも明確なピークはみられなかった。試料中の他項目に比べてばらつきは大きくなっていた。市販の植種菌製剤の結果は、それ以外の結果と比べて低値であり、過去（平成23、29年度）と同様の傾向であった。

### ・全窒素（報告書（本編）2.1（3）p.54～59）

回答数406機関に対し外れ値等の棄却数は8機関だった（併行測定回数が3回に満たない1回答を含む）。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度CVは31.9 mg/L及び5.62%であった。Grubbsの検定の下限值は25.0 mg/Lで、上限値は38.8 mg/Lと下限値の1.55倍程度であった。全体的に良好な結果であった。

### ・亜硝酸性窒素（報告書（本編）2.1（4）p.60～65）

回答数411機関に対し外れ値等の棄却数は21機関だった。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度CVは0.998 mg/L及び4.09%であった。Grubbsの検定の下限值は0.841 mg/Lで、上限値は1.16 mg/Lと下限値の1.38倍程度であり、室間精度CVも小さいなど、亜硝酸性窒素

分析は他成分と比較して高い精度で行われていた。

・硝酸性窒素（報告書（本編）2.1（5）p.66～72）

回答数 405 機関に対し外れ値等の棄却数は 25 機関だった。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度 CV は 9.95 mg/L 及び 2.79% であった。Grubbs の検定の下限値は 8.89 mg/L で、上限値は 11.0 mg/L と下限値の 1.24 倍程度であり、室間精度 CV も小さいなど、他成分と比較して亜硝酸性窒素と同様に高い精度で行われていた。

・アンモニア性窒素（報告書（本編）2.1（6）p.73～79）

回答数 378 機関に対し外れ値等の棄却数は 20 機関だった（併行測定回数が 3 回に満たない 1 回答を含む）。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度 CV は 12.0 mg/L 及び 6.68% であった。Grubbs の検定の下限値は 8.94mg/L で、上限値は 15.1 mg/L と下限値の 1.69 倍程度であり、室間精度 CV も小さいなど比較的高い精度で分析が行われたと思われる。

(2) 共通試料 2（模擬水質試料：農薬）

① 試料

詳細項目 4 項目（シマジン、イソプロチオラン、フェノブカルブ、及びフィプロニル）及び参照項目 3 項目（アセタミプリド、クロチアニジン、及びジノテフラン）を測定用試料に対して 1000 倍濃い溶液（アセトン溶液、5 mL アンプル、2 本）を配布用の模擬水質試料とした。

共通試料 2（模擬水質試料：農薬）の分析方法については、環境庁告示第 59 号（最終改定平成 31 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質量分析計による一斉分析法）、同別添方法 18（固相抽出ー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ー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とした。

② 結果

共通試料 2（模擬水質試料：農薬）の調査結果を以下に示す。

分析項目	棄却*	回答数	平均値 ( $\mu\text{g/L}$ )	室間精度		最小値 ( $\mu\text{g/L}$ )	最大値 ( $\mu\text{g/L}$ )	中央値 ( $\mu\text{g/L}$ )	設定濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	
				SD ( $\mu\text{g/L}$ )	CV%					
詳細項目	シマジン	前	208	7.48	81.1	1080	0.246	1150	0.943	1.00
		後	<b>194</b>	<b>0.942</b>	<b>0.124</b>	<b>13.2</b>	<b>0.554</b>	<b>1.36</b>	<b>0.943</b>	
	イソプロチオラン	前	148	2.40	0.797	33.2	0.641	10.5	2.38	2.50
		後	<b>145</b>	<b>2.35</b>	<b>0.390</b>	<b>16.6</b>	<b>1.19</b>	<b>3.71</b>	<b>2.38</b>	
	フェノブカルブ	前	140	1.05	0.346	33.1	0.446	4.31	1.00	1.00
		後	<b>136</b>	<b>1.01</b>	<b>0.143</b>	<b>14.2</b>	<b>0.640</b>	<b>1.51</b>	<b>1.00</b>	
フィプロニル	前	52	0.0253	0.0186	73.6	0.0127	0.147	0.0213	0.0200	
	後	<b>48</b>	<b>0.0214</b>	<b>0.00339</b>	<b>15.9</b>	<b>0.0127</b>	<b>0.0296</b>	<b>0.0207</b>		
参照項目	アセタミプリド	前	49	1.54	0.252	16.4	0.916	2.32	1.55	1.50
		後	<b>49</b>	<b>1.54</b>	<b>0.252</b>	<b>16.4</b>	<b>0.916</b>	<b>2.32</b>	<b>1.55</b>	
	クロチアニジン	前	51	1.56	0.268	17.2	1.00	2.73	1.54	1.50
		後	<b>50</b>	<b>1.54</b>	<b>0.212</b>	<b>13.8</b>	<b>1.00</b>	<b>1.98</b>	<b>1.53</b>	
	ジノテフラン	前	38	1.96	0.419	21.4	0.989	2.67	2.04	2.00
		後	<b>38</b>	<b>1.96</b>	<b>0.419</b>	<b>21.4</b>	<b>0.989</b>	<b>2.67</b>	<b>2.04</b>	

\*：統計的外れ値の棄却によるもの。ただし、「棄却前」、「棄却後」とともに、分析結果が「ND 等」であるものは含まない。

・シマジン（報告書（本編）2.2（1）p.80～87）

回答数208機関に対し外れ値等の棄却数は14機関だった。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度CVは0.942  $\mu\text{g/L}$ 及び13.2%だった。Grubbsの検定の下限值は0.495  $\mu\text{g/L}$ で、上限値は1.39  $\mu\text{g/L}$ と下限値の2.81倍程度であった。令和元年度に実施した調査結果と比較したところ、設定濃度が半分と低い濃度であったためか、棄却数は増加したが、棄却後の室間精度CVおよび平均値と設定濃度との比のいずれも令和元年度と同等であった。

・イソプロチオラン（報告書（本編）2.2（2）p.88～93）

回答数148機関に対し外れ値等の棄却数は3機関だった。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度CVは2.35  $\mu\text{g/L}$ 及び16.6%だった。Grubbsの検定の下限值は0.981  $\mu\text{g/L}$ で、上限値は3.72  $\mu\text{g/L}$ と下限値の3.79倍程度であった。今回の調査では、過去と比較してもっとも設定濃度が低かったが、令和元年度と同様に室間精度CVは良好であった。

・フェノブカルブ（報告書（本編）2.2（3）p.94～104）

回答数140機関に対し外れ値等の棄却数は4機関だった。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度CVは1.01  $\mu\text{g/L}$ 及び14.2%だった。Grubbsの検定の下限值は0.512  $\mu\text{g/L}$ で、上限値は1.51  $\mu\text{g/L}$ と下限値の2.95倍程度であった。過年度も含めて考えると、設定濃度は、調査の度に下げられているが、外れ値を報告した機関の割合には減少傾向が認められ、室間精度CVは15%前後でほぼ同等であった。

・フィプロニル（報告書（本編）2.2（4）p.105～120）

回答数52機関に対し外れ値等の棄却数は4機関だった。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度CVは0.0214  $\mu\text{g/L}$ 及び15.9%だった。Grubbsの検定の下限值は0.0108  $\mu\text{g/L}$ で、上限値は0.0319  $\mu\text{g/L}$ と下限値の2.95倍程度であり、ヒストグラムに二峰性が見られる傾向は、令和元年度と同様であった。令和元年度の調査と比較して、設定濃度を低く設定したが、棄却後の室間精度CV、平均値と設定濃度との比ともに改善されていた。

・参照項目（アセタミプリド、クロチアニジン、ジノテフラン）（報告書（本編）2.2（5）p.121～122）

アセタミプリド、クロチアニジン、ジノテフランの回答数は、それぞれ49回答、51回答、38回答であり、外れ値となった回答は、0～1回答であった。外れ値棄却後の平均値は、アセタミプリド 1.54  $\mu\text{g/L}$ 、クロチアニジン 1.54  $\mu\text{g/L}$ 、ジノテフラン 1.96  $\mu\text{g/L}$ であり、室間精度CVは、アセタミプリド 16.4%、クロチアニジン 13.8%、ジノテフラン 21.4%であった。平均値および室間精度CVについては、ジノテフランの室間精度CVが21.4%と若干大きな値であったものの、それ以外は、詳細項目（シマジン、イソプロチオラン、フェノブカルブおよびフィプロニル）と比較して遜色の無いものであった。

(3) 共通試料3（模擬大気試料：無機元素）

① 試料

ニッケル標準液、亜鉛標準液、鉄標準液、鉛標準液、アルミニウム標準液、マンガン標準液、銅標準液、カルシウム標準液、ナトリウム標準液、カリウム標準液、ストロンチウム標準液、硝酸の所定量を超純水で希釈し、混合・均質化して、50 mL ポリエチレン製瓶に約 50 mL を入れたものを共通試料3とした。

共通試料3の分析法については、「大気中微小粒子状物質（PM<sub>2.5</sub>）成分測定マニュアル」の「無機元素測定法 第2版（2019年5月）」に定める方法（ICP-MS法）により分析するとした。ただし、他の方法（ICP-AES等）も可とした。

② 結果

共通試料 3（模擬大気試料：無機成分）の調査結果を以下の表に示す。

	分析項目	棄却*	回答数	平均値 (ng/mL)	室間精度		最小値 (ng/mL)	最大値 (ng/mL)	中央値 (ng/mL)	設定濃度 (ng/mL)
					SD (ng/mL)	CV%				
詳細項目	ニッケル	前	117	4.84	0.827	17.1	0.00479	7.95	4.91	5.00
		後	112	<b>4.93</b>	<b>0.196</b>	<b>3.99</b>	<b>4.39</b>	<b>5.54</b>	<b>4.91</b>	
	亜鉛	前	115	12.8	3.31	25.9	0.0141	34.0	12.3	12.0
		後	112	<b>12.8</b>	<b>2.12</b>	<b>16.6</b>	<b>5.74</b>	<b>19.7</b>	<b>12.3</b>	
	鉄	前	113	47.7	8.29	17.4	0.0526	93.4	47.8	48.0
		後	103	<b>47.6</b>	<b>1.71</b>	<b>3.60</b>	<b>44.1</b>	<b>53.2</b>	<b>47.6</b>	
鉛	前	119	1.01	0.223	22.1	0.00153	2.42	1.00	1.00	
	後	104	<b>0.996</b>	<b>0.0421</b>	<b>4.22</b>	<b>0.872</b>	<b>1.11</b>	<b>1.00</b>		
アルミニウム	前	108	54.2	6.56	12.1	5.50	75.0	54.3	55.0	
	後	101	<b>54.0</b>	<b>2.31</b>	<b>4.28</b>	<b>46.4</b>	<b>59.0</b>	<b>54.2</b>		
参照項目	マンガン	前	100	0.974	0.187	19.2	0.00115	1.67	0.989	1.00
		後	94	<b>0.990</b>	<b>0.0466</b>	<b>4.71</b>	<b>0.864</b>	<b>1.14</b>	<b>0.989</b>	
	銅	前	99	6.94	2.00	28.8	0.00895	23.5	6.88	7.00
		後	94	<b>6.89</b>	<b>0.269</b>	<b>3.90</b>	<b>6.41</b>	<b>7.53</b>	<b>6.88</b>	
	カルシウム	前	81	105	41.8	39.8	0.190	254	91.8	90.0
		後	78	<b>106</b>	<b>35.4</b>	<b>33.6</b>	<b>18.5</b>	<b>215</b>	<b>91.9</b>	
	ナトリウム	前	76	108	19.8	18.3	0.105	162	108	110
		後	70	<b>109</b>	<b>5.83</b>	<b>5.37</b>	<b>96.6</b>	<b>127</b>	<b>108</b>	
	カリウム	前	76	97.9	17.7	18.1	0.0996	142	99.7	100
		後	72	<b>100</b>	<b>6.75</b>	<b>6.73</b>	<b>79.9</b>	<b>122</b>	<b>99.9</b>	

\*：統計的外れ値の棄却によるもの。ただし、「棄却前」、「棄却後」とともに、分析結果が「ND等」であるものは含まない。

・ニッケル（報告書（本編）2.3（1）p.137～141）

回答数 118 機関に対し外れ値等の棄却数は 6 機関だった（分析結果が「ND等」である 1 回答を含む）。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度 CV は 4.93 ng/mL 及び 3.99% であった。Grubbs の検定の下限值は 4.26 ng/mL で、上限値は 5.60 ng/mL と下限値の 1.31 倍程度であり、平均値と中央値（4.91 ng/mL）はほぼ一致しており、また設定濃度（5.00 ng/mL）とも近い値であり、全体的には良好な結果であった。

・亜鉛（報告書（本編）2.3（2）p.142～147）

回答数 115 機関に対し外れ値等の棄却数は 3 機関だった。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度 CV は 12.8 ng/mL 及び 16.6% であった。Grubbs の検定の下限值は 5.56 ng/mL で、上限値は 20.0 ng/mL と下限値の 3.60 倍程度であり、平均値と中央値（12.3 ng/mL）はほぼ一致しており、また設定濃度（12.0 ng/mL）とも近い値となった。詳細項目 5 項目の中で顕著に室間精度 CV が悪く、ICP 質量分析法としては、その回答の室間精度 CV 15.8% は非常に大きかった。

・鉄（報告書（本編）2.3（3）p.148～150）

回答数 113 機関に対し外れ値等の棄却数は 10 機関だった。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度 CV は 47.6 ng/mL 及び 3.60% であった。Grubbs の検定の下限值は 41.8 ng/mL で、上限値は 53.4 ng/mL と下限値の 1.28 倍程度であった。全体的に良好な結果であった。

・鉛（報告書（本編）2.3（4）p.151～158）

回答数 120 機関に対し外れ値等の棄却数は 16 機関だった。（分析結果が「ND 等」である 1 回答を含む）外れ値等棄却後の平均値及び室間精度 CV は 0.996 ng/mL 及び 4.22% であった。Grubbs の検定の下限值は 0.854 ng/mL で、上限値は 1.14 ng/mL と下限値の 1.33 倍程度であり、全体的に良好な結果であった。

・アルミニウム（報告書（本編）2.3（5）p.159～161）

回答数 108 機関に対し外れ値等の棄却数は 7 機関だった。外れ値等棄却後の平均値及び室間精度 CV は 54.0 ng/mL 及び 4.28% であった。Grubbs の検定の下限值は 46.2 ng/mL で、上限値は 61.9 ng/mL と下限値の 1.34 倍程度であり、全体的に良好な結果であった。

・参照項目（マンガン、銅、カルシウム、ナトリウム、カリウム）（報告書（本編）2.3（6）p.162～164）

マンガン、銅、カルシウム、ナトリウム、カリウムの回答数はそれぞれ 100 回答、99 回答、81 回答、76 回答、76 回答で、外れ値となった回答は、4～8 回答であり、棄却率は詳細項目と同程度であった。

外れ値棄却後のマンガン、銅、カルシウム、ナトリウム、カリウムの平均値（設定濃度）は、それぞれ 0.990 ng/mL (1.00 ng/mL)、6.89 ng/mL (7.00 ng/mL)、106 ng/mL (90.0 ng/mL)、109 ng/mL (110 ng/mL)、100 ng/mL (100 ng/mL) であり、カルシウムでやや大きい値となった以外は、平均値と設定濃度はほぼ一致していた。室間精度 CV については、カルシウムが 33.6% と詳細項目を含めても著しく大きい値であったが、それ以外の項目については 4.71% (マンガン)、3.90% (銅)、5.37% (ナトリウム)、6.73% (カリウム) と、全体的には概ね良好な結果であった。