

UILI-ILP (国際試験所間比較試験) のこれまでの実施状況と分析方法別解析結果

Implementation status of UILI-ILP and analysis results by method

Luc HA Scholtis、Gib G McIntee、Jordi Oliver-Rodés、松村徹、Mary-Anne Adeeko、R. B.Singh、Gabriel Fonseca、関口和弘、中安史隆、馬場左起子、○高橋厚 (国際民間試験所連合 (UILI))

Atsushi TAKAHASHI (IDEA Consultants, inc.)

tatsushi@ideacon.co.jp

【はじめに】

環境分野における化学分析は、昨今世界的にも、多項目、極微量の分析とともに分析精度の向上が求められ、将来的には、ワンストップテストの実現が求められている。(一社)日本環境測定分析協会 (日環協/JEMCA) では、2001 年より国際民間分析試験所連合 (UILI: Union Internationale des Laboratories Indépendants) の Board Member として活動しており、UILI は 2005 年より国際的な化学分析比較試験 (ILP: Inter Laboratory Practice) を実施している。

UILI-ILP は、毎年試料の媒体や分析項目を変えながら、これまで計 25 回の国際試験所間比較試験を実施しており、参加国は日本を中心として、アメリカ、アルゼンチン、インド、オランダ、カナダ、スイス、スペイン、ドイツ、ブラジル、フランス、ベルギー、ポルトガル、メキシコ、ナイジェリア、中国及び韓国など、多数の民間試験所が参加している。

本発表では、これまでの UILI-ILP の実施状況と概要、その特徴を紹介の上、一部項目については分析方法により値のばらつきが確認されたため、その結果を報告する。

【UILI-ILP のこれまでの実施状況】

Table 1 に日環協がプロバイダーとして共催した UILI-ILP のこれまでの概要を示した。2022 年度までに計 25 回実施し、試験媒体は水質を中心にしながら、粉体も織り交ぜつつ、水質についてもマトリックス成分として塩水を入れたケースを入れるなど工夫し実施している。

Table 1 Summary of UILI-ILP conducted to date (Cosponsored by JEMCA)

| 実施回 | 試験名称 | 対象項目 | 実施回* | 試験名称 | 対象項目 |
|-----|----------------------------|------------------------|------|------------------------|---|
| 1 | 粉体中の重金属 | 金属 5 項目 | 9 | 純水中の金属元素分析 | 金属 11 項目 |
| 2 | 粉体中の PAHs (多環報告族炭化水素) 及び金属 | PAHs 12 項目、 金属 8 項目 | 10 | 天然水中の陽イオン及び陰イオン | 9 項目 |
| 3 | 粉体中の POPs (残留性有機汚染物質) 及び金属 | POPs 22 項目、 金属 8 項目 | 14 | 天然水中の硝酸、けい酸及びりん酸 | NO ₃ ⁻ 、SiO ₂ 、PO ₄ ³⁻ |
| 4 | 水中の重金属 | 金属 16 項目 | 18 | 天然水中の陽イオン及び陰イオン | 11 項目 |
| 5 | 天然水中の陽イオン及び陰イオン | 8 項目 | 22 | 粉体 (含有) 中の総水銀及び PCB | T-Hg、PCB |
| 6 | 高濃度塩水中の金属分析 | 金属 6 項目 | 23 | 天然水及び塩水中の金属、全りん、ふっ素化合物 | 金属 6 項目、 T-P、F |
| 7 | 飲料水及び塩水中の金属分析 | 金属 10 項目 | 24 | 水道水中の金属分析 | 金属 6 項目 |
| 8 | 純水中の金属分析 | 金属 15 項目 | 25 | 水道水中の金属分析 | 金属 6 項目 |

注) 第 11-13 回、第 15-17 回、第 19-21 回は UILI 主催

対象項目については、試験所からの希望が多い金属や陽イオン及び陰イオンを中心にしながら、PCB や POPs、PAHs など微量の有機汚染物質なども対象としてきた。参加機関数は、これまで 100-150 機関の範囲で推移してきたものの、直近 3 年はコロナ禍もあって微減傾向にあり、残念ながら海外の参加機関も減少してきている。

【UILI-ILP の試験方法及び解析方法】

本技能試験では、UILI 国際試験所間比較試験参加各国の諸事情への配慮の観点から、いずれの実施回も分析方法を特に定めず実施している。また、報告値の取扱いは、JIS Z 8401 規則 B (数値の丸め方) に従い下記の桁数でとりまとめ、データの解析手法として「APLAC “T002”」及び「ISO 13528:2015」の規格及び手法を採用している。

Table 2 に例として、第 25 回に実施したカドミウムの統計解析結果概要及び z スコアの出現率を示した。UILI-ILP では、評価に用いる付与値として全報告値の中央値を採用し、試料ごとの z スコアの他、試験所間と試験所内についても解析を行っている。また、この解析結果を用いて、Fig. 1 のようなユーデンプロットを用いた複合評価図も報告書に記載している。

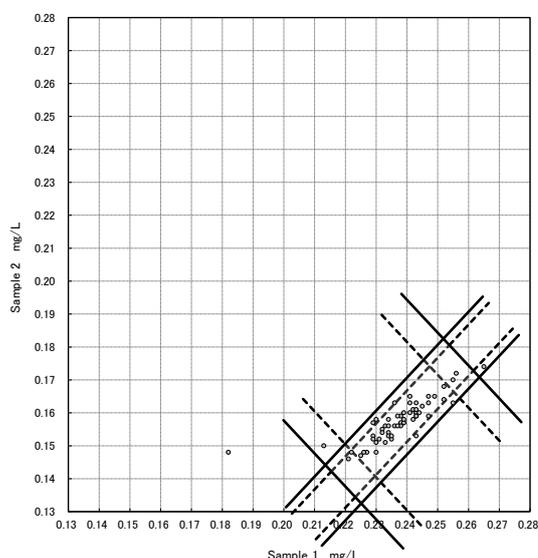


Fig.1 Cadmium (Cd) Multiple-evaluation diagram in 25th UILI-ILP

Table 2 Statistical analysis results of Cadmium (Cd) om 25th UILI-ILP

| 統計解析結果 | 試料 1 | 試料 2 | 試験所間 | 試験所内 |
|--|------------|------------|------------|------------|
| 試験所の数 | 60 | 60 | 60 | 60 |
| 中央値 (メジアン) : Q ₂ | 0. 238 | 0. 158 | 0. 280 | 0. 0573 |
| 第 1 四分位数 : Q ₁ | 0. 232 | 0. 153 | 0. 274 | 0. 0552 |
| 第 3 四分位数 : Q ₃ | 0. 243 | 0. 161 | 0. 286 | 0. 0589 |
| 四分位範囲 IQR=Q ₃ -Q ₁ | 0. 0110 | 0. 0083 | 0. 0122 | 0. 0037 |
| 正規四分位範囲 IQR×0. 7413 | 0. 0082 | 0. 0061 | 0. 0090 | 0. 0028 |
| ロバストな変動係数 (IQR×0. 7413/Q ₂)×100 | 3. 4 | 3. 9 | 3. 2 | 4. 8 |
| z ≤2 (%) | 86. 7 (52) | 95. 0 (57) | 86. 7 (52) | 85. 0 (51) |
| 2< z <3 (%) | 6. 7 (4) | 3. 3 (2) | 8. 3 (5) | 10. 0 (6) |
| 3≤ z (%) | 6. 7 (4) | 1. 7 (1) | 5. 0 (3) | 5. 0 (3) |

(括弧内の数字は該当する報告試験所の数)

【報告値の分析方法別解析結果の一例】

本発表では、過去に実施した試験の中から、同じ項目にもかかわらず分析法、特に測定機器が異なることにより報告値がばらついたケースを紹介する。これまでの結果から、りん酸イオンにおける吸光光度法とイオンクロマトグラフ法の測定値の差、カドミウムにおける原子吸光光度法と ICP-MS 法の差等などが確認されているため、その原因について考察を行った。