６　精度管理結果

6.1　イオン成分

6.1.1　試料調製

（1）陰イオン混合試料

市販のCl-、NO3-、SO42-標準液（1000 mg/L）それぞれ600、800、1200Lを500 mLメスフラスコに分取後、超純水でメスアップし、精度管理試料（陰イオン）とした。

（2）陽イオン混合試料

市販のNa+、NH4+、K+、Mg2+、Ca2+標準液（1000 mg/L）それぞれ250、1200、250、200、300 Lを500 mLメスフラスコに分取後、超純水でメスアップし、精度管理試料（陽イオン）とした。

調製濃度は表6-1-1に示すとおり。

表6-1-1　精度管理試料の調整濃度（イオン成分）



6.1.2　測定結果

　測定結果を表6-1-2に示す。調製濃度とほぼ同等の値で各機関のばらつきも小さく、概ね良好な結果であった。

表6-1-2　各機関の精度管理試料測定結果（イオン成分）



6.2　炭素成分

6.2.1　試料調製

　2台のハイボリウムエアサンプラー（A、B）を用いて、大気粉塵を同時に採取した。試料採取には、350℃、1時間の加熱処理をした石英繊維ろ紙を用いた。採取日は2017年10月31日16:50～11月1日11:56（19時間）であり、大気捕集量はろ紙A、Bともに1144.0 m3（ろ紙の捕集面積400 cm2）であった。捕集ろ紙をポンチでφ47 mmに切り抜き、ペトリスライドに入れ、試料A、Bとした。ブランクろ紙についても同様にφ47 mmに切り抜き、試料AまたはBと共に各機関に配布した。

6.2.2　測定結果

　表6-2-1に測定結果を示す。試料の炭素成分濃度、OC、ECの平均値はそれぞれ7.5、1.6 g/cm2であり、仮にこれがFRMサンプラーで採取した試料（φ47 mm当たりの吸引量24 m3）と仮定すると、大気中濃度ではOCは5.4 g/m3、ECは1.2 g/m3に相当する。これらの値は、最近の一般環境に比較的近い濃度レベルである。

各機関の測定結果は、OC、ECの値でみると、1機関を除き、概ね同程度の値であった。しかし、フラクション別にみるとOC1、EC2、EC3、char-EC、soot-ECの項目で変動係数が30％以上と大きかった。EC3に関しては、変動係数は大きくても分析値が他のフラクションに比べてかなり低いため、OCやECの算出値への影響は小さい。またchar-EC、soot-EC は、DRIを使用している機関ではばらつきが小さいのに対し、Sunsetを使用している機関でばらつきが大きい傾向が見られた。このためchar-ECやsoot-ECを用いた解析を行う際には、他機関との比較を行うときや装置を変更したときなどに注意が必要と考えられる。サンプル間および分析装置間でF検定およびT検定を行った結果、サンプルA、B間については有意差は見られなかったが、分析装置間では、OC、OC3、OC4、OCpy、EC3、TCで有意差がみられた（p < 0.05）。分析値の傾向が異なる機関13を外しても同様の結果であった。

WSOCに関しては、1機関で大幅に小さく、2機関で低めの値であり、それ以外の機関は概ね同程度の値であった。

表6-2-1　各機関の精度管理試料測定結果（炭素成分）



6.3　無機元素成分

6.3.1　試料調製

下記に示す市販されている4種類の混合標準液を用いて精度管理試料を作製した。ただし、それぞれの混合標準液は高濃度であるため、次に示す2段階希釈の方法で調製した。XSTC-1、XSTC-7およびXSTC-8については、各液1 mLを3%HNO3溶液で100 mLにメスアップして、それぞれ100 g/Lの調製液を作製した。XSTC-331については、5 mLを分取後、3%HNO3溶液で100 mLにメスアップして500 g/Lの調製液を作製した。XSTC-1、XSTC-7、XSTC-8およびXSTC-331の調製液から、それぞれ15、25、25、30 mLを分取し、5%HNO3溶液で500 mLにメスアップして精度管理試料（無機元素）とした。各成分の調製濃度は、表6-3-1に示すとおりである。

＜混合標準液＞

XSTC-1：　16元素（Ce / Dy / Er / Eu / Gd / Ho / La / Lu / Nd / Pr / Sm / Sc / Tb / Tm / Yb / Y）、各10mg/L、5%HNO3

XSTC-7：　10元素（Au / Ir / Pd / Pt / Rh / Ru / Sn / Te / Hf / Sb）、各10mg/L、10%HCl / 1%HNO3

XSTC-8：　13元素（B / C / Ge / Mo / Nb / P / S / Si / Ta / Ti / W / Zr / Re）、各10mg/L、H2O / trace HF

XSTC-331：29元素（Th / Ag / Al / As / Ba / Be / Bi / Ca / Cd / Co / Cr / Cs / Cu / Fe / Ga / K / Li / Mg / Mn / Na / Ni / Pb / Rb / Se / Sr / Tl / V / Zn / U）、各10mg/L、2%HNO3

表6-3-1　精度管理試料の調製濃度（無機元素成分）

|  |  |
| --- | --- |
|  | （単位：μg/L） |
|  | Li, Be, Na, Mｇ, Aｌ, K, Ca, V, Cｒ, Mｎ, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, As, Se, Rb, Sr, Ag, Cd, Cs, Ba, Pb, Tl, Bi, Th, U | B, Ti, Ge, Zr, Nb, Mo, Ru, Rh, Pd, Sn, Sb, Te, Hf, Ta, W, Re, Ir, Pt, Au | Sc, Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu |
| 調製濃度 | 30 | 5.0  | 3.0  |

6.3.2　測定結果

測定結果を表6-3-2に示す。概ね良好な結果であったが、Al、K、Caなどで調製濃度から外れた機関があった。

今回の精度管理試料では、報告元素以外にも多種類の成分が含まれており、分析条件によっては干渉の影響が出ることが確認された（例えば44Ca+とSr2+）。また内部標準の選択には注意を要する試料であった。

表6-3-2各機関の精度管理試料測定結果（無機元素成分）

