

精度管理結果

1. イオン成分

1. 1 試料調整

(1) 陰イオン混合試料

市販の Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 標準液（富士フィルム和光純薬社製, 1000 mg/L）それぞれ 250 μL 、500 μL 、1000 μL 、を 500 mL のメスフラスコに分取後、超純水でメスアップし、精度管理試料とした。

(2) 陽イオン混合試料

市販の Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 標準液（富士フィルム和光純薬社製, 1000 mg/L）それぞれ 250 μL 、1000 μL 、250 μL 、200 μL 、200 μL を 500 mL のメスフラスコに分取後、超純水でメスアップし、精度管理試料とした。

1. 2 測定結果

測定結果を表 1 に示す。各成分とも調整濃度とほぼ同等の値でばらつきも小さく、良好な結果であった。

表 1 各機関の精度管理試料測定結果（イオン成分）

機関番号	陽イオン					陰イオン		
	Na^+	NH_4^+	K^+	Mg^{2+}	Ca^{2+}	Cl^-	NO_3^-	SO_4^{2-}
1	0.50	2.4	0.52	0.39	0.39	0.48	0.86	1.9
2	0.51	1.9	0.50	0.40	0.42	0.52	0.98	2.1
3	0.49	1.9	0.50	0.40	0.40	0.49	0.99	1.9
4	0.49	2.1	0.48	0.40	0.40	0.51	1.0	2.1
5	0.48	1.9	0.53	0.39	0.39	0.50	0.97	2.0
6	0.51	2.0	0.52	0.41	0.41	0.52	0.99	2.0
7	0.50	1.9	0.45	0.39	0.37	0.49	0.96	1.9
8	0.49	1.9	0.48	0.38	0.40	0.48	0.98	2.0
9	0.50	2.0	0.49	0.39	0.38	0.50	1.0	2.0
10	0.50	2.0	0.50	0.39	0.40	0.37	0.81	1.8
11	0.50	2.0	0.49	0.39	0.39	0.50	0.98	2.0
12	0.50	2.0	0.49	0.39	0.39	0.50	0.98	2.0
13	0.49	2.0	0.48	0.38	0.37	0.49	0.97	2.0
14	0.47	1.9	0.49	0.38	0.37	0.47	0.96	1.9
15	0.51	2.0	0.49	0.38	0.38	0.50	0.97	2.0
16	0.50	2.0	0.49	0.39	0.39	0.50	0.98	2.0
17	0.51	2.0	0.52	0.40	0.41	0.53	1.1	2.1
平均値	0.50	2.0	0.50	0.39	0.39	0.49	0.97	2.0
標準偏差	0.01	0.12	0.02	0.01	0.01	0.04	0.06	0.08
CV (%)	2	6	4	2	4	7	6	4
調整濃度	0.50	2.0	0.50	0.40	0.40	0.50	1.0	2.0

2. 炭素成分

2. 1 試料採取

ハイボリウムエアサンプラー（柴田科学社製, HV-RW）を用いて大気浮遊粒子状物質を採取した。試料採取には、あらかじめ 350°C で 1 時間の加熱処理をした石英繊維ろ紙（Pall 社製, 2500QAT-UP）を用い、2020 年 9 月 29 日 10:00 から 1000 L/min で 24 時間採取した大気試料（採取量: 1440 m³）を 47 mm φ のポンチで打ち抜き、炭素成分測定用とし、各機関へ配布した。また、30 日 10:00 から同条件で採取した大気試料（採取量: 1440 m³）を水溶性有機炭素測定用として配布した。ブランクについても大気試料と同様に作製した。

2. 2 測定結果

測定結果を表 2 に示す。OC、EC の平均値はそれぞれ 12 µgC/cm²、2.2 µgC/cm² であり、これは大気中濃度に換算すると 3.2 µgC/m³、0.59 µgC/m³ であった。各機関の OC、EC の測定結果をみると、OC と EC の CV はそれぞれ 7%、10% と良好な結果であったが、フラクション別ではばらつきの大きいものが散見され、特に OC1 は 66%、EC3 は 118% と大きかった。分析装置間の差異を検討するために、有意水準を 0.05 として T 検定を行ったところ、OC、EC、TC では有意差は認められなかったが、フラクション別では、OC1、OC4、OCPyro、EC1、EC2 に有意差が認められた。機種ごとの平均値では、OC1 で DRI (0.50 µgC/cm²) と Sunset (0.21 µgC/cm²) の差が大きかった。

水溶性有機炭素（WSOC）については、10 機関で測定した結果を比較した。平均値は 87 µgC/枚（大気濃度換算: 1.4 µgC/m³）であった。CV は 8% と各機関の測定値のばらつきは小さかった。

表 2 各機関の精度管理試料測定結果 (炭素成分、水溶性有機炭素)

機関番号	機種	[μgC/cm ³]											[μgC/枚]	
		OC	EC	OC1	OC2	OC3	OC4	OCpyro	EC1	EC2	EC3	char-EC ^{※2}	soot-EC ^{※2}	WSC
1	DRI	9.6	1.8	0.26	1.9	4.0	2.0	1.4	2.6	0.54	<0.0087	1.2	0.54	76
3	DRI	11	2.4	0.91	2.0	4.8	2.2	1.6	3.3	0.41	0.26	1.8	0.67	92
4	DRI	11	2.2	0.59	2.3	4.9	2.5	0.96	2.6	0.48	0.05	1.6	0.53	—
11	DRI	13	2.4	0.52	2.7	5.1	2.7	1.6	3.5	0.50	0	1.9	0.50	88
12	DRI	13	2.5	0.60	2.8	5.4	2.6	1.4	3.5	0.44	0	2.1	0.44	89
13	DRI	12	2.3	0.37	2.3	5.1	2.1	1.8	3.7	0.40	0	1.9	0.40	—
15	DRI	11	2.2	0.38	2.2	4.9	2.2	1.8	3.6	0.35	0	1.8	0.35	—
16	DRI	11	2.1	0.34	2.2	4.8	2.1	1.8	3.5	0.35	0	1.7	0.35	98
2	Sunset	11	2.1	0.17	2.3	4.2	1.3	2.7	4.1	0.64	<0.11	1.4	0.70	95
5	Sunset	11	1.9	0.10	1.9	4.5	2.1	2.6	4.1	0.36	<0.024	1.5	0.37	79
6	Sunset	12	2.4	0.19	3.0	4.7	1.5	2.9	4.4	0.82	0.058	1.5	0.88	85
7	Sunset	11	2.1	0.10	2.2	4.3	1.0	2.9	4.2	0.71	0.055	1.3	0.77	92
8	Sunset	13	2.4	0.12	2.9	5.1	1.3	3.4	5.0	0.66	0.067	1.6	0.73	—
9	Sunset	12	2.0	0.60	2.7	4.4	1.2	2.9	4.6	0.30	<0.085	1.7	0.34	—
10	Sunset	12	2.2	0.15	2.9	4.9	1.2	3.1	4.6	0.63	0.084	1.5	0.71	—
14	Sunset	11	1.9	0.27	2.5	4.8	2.7	0.84	1.9	0.74	0.07	1.1	0.81	—
17	Sunset	12	2.2	0.22	2.6	4.6	1.2	2.9	4.2	0.75	<0.20	1.3	0.85	79
全体 ^{※1}	平均値	12	2.2	0.35	2.4	4.7	1.9	2.1	3.7	0.53	0.053	1.6	0.58	87
	標準偏差	0.8	0.21	0.23	0.35	0.37	0.59	0.81	0.81	0.17	0.062	0.28	0.19	7.4
	CV (%)	7	10	66	15	8	32	38	22	31	118	17	33	8
機種別平均値 ^{※1}	DRI	12	2.2	0.50	2.3	4.9	2.3	1.5	3.3	0.43	0.044	1.8	0.47	—
	Sunset	12	2.1	0.21	2.5	4.6	1.5	2.7	4.1	0.62	0.060	1.4	0.68	—
機種間の有意差判定 (* : p < 0.05)														
				*			*	*	*	*		*	*	—

※1 検出下限値未満の値には、検出下限値の1/2を与えて算出

※2 char-EC = EC1 - OCpyro、soot-EC = EC2+EC3

3. 無機元素成分

3. 1 試料調整

市販の大気環境分析用混合標準液（SPEX 社製 XSTC-1667、XSTC-1668）をそれぞれ 0.3 mL、4 mL 分取し、5% HNO₃ 溶液で 1 L にメスアップし精度管理試料とした。各成分の調整濃度は表 3-1 に示すとおりである。

<混合標準液>

XSTC-1667：9 元素（Si、Ti、V、As、Se、Sb、Hf、Ta、W）

各 10 mg/L、2% HNO₃

XSTC-1668：23 元素（Be、Na、Al、K、Ca、Sc、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Rb、Mo、Cd、Cs、Ba、La、Ce、Sm、Pb、Th）

各 10 mg/L、5% HNO₃

表 3-1 精度管理試料の調整濃度（無機元素成分）

[μg/L]		
混合標準液	XSTC-1667	XSTC-1668
元素	<i>Si, Ti, V, As, Se, Sb, Hf, Ta, W</i>	<i>Be, Na, Al, K, Ca, Sc, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Rb, Mo, Cd, Cs, Ba, La, Ce, Sm, Pb, Th</i>
調整濃度	5.0	50

斜字は報告対象外

3. 2 測定結果

測定結果を表 3-2 に示す。概ね良好な結果であったが、Na と Al は調整濃度よりも高めの値となった。また、As についても調整濃度よりも高めの値となり、CV も 24%と他の元素よりもばらつきが大きかった。

表 3-2 各機関の精度管理試料測定結果（無機元素成分）

機関番号	[μg/L]											
	Na	Al	K	Ca	Sc	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu
1	53	46	46	45	40	2.9	40	39	42	39	39	40
2	49	48	42	40	42	3.0	43	44	58	44	42	44
3	43	46	41	41	38	2.9	40	39	38	38	40	38
4	45	44	38	37	39	2.9	38	39	39	38	39	37
5	49	47	38	43	40	2.9	39	39	41	39	39	38
6	45	41	39	38	40	3.0	39	40	39	41	39	39
7	41	42	30	42	37	2.8	39	35	39	38	36	39
8	46	41	39	38	42	3.1	39	40	38	41	39	39
9	44	43	37	42	37	2.8	37	38	38	37	36	37
10	45	41	39	37	42	3.1	40	40	39	42	39	40
11	41	41	40	41	40	3.0	40	40	40	40	40	40
12	41	41	41	40	40	3.0	41	40	40	40	41	40
13	41	41	40	40	40	3.0	40	40	40	40	40	40
14	42	45	37	40	39	2.8	39	39	41	38	39	39
15	41	41	40	40	41	3.0	41	41	40	40	41	41
16	41	41	40	40	40	3.0	40	40	40	40	40	40
17	45	43	41	40	39	2.9	39	38	45	39	39	39
平均値	44.2	43.1	39.3	40.2	39.8	2.9	39.7	39.5	41.0	39.6	39.3	39.4
標準偏差	3.5	2.5	3.2	2.1	1.5	0.1	1.3	1.8	4.7	1.7	1.5	1.6
CV (%)	8	6	8	5	4	3	3	4	11	4	4	4
調整濃度	40	40	40	40	40	3	40	40	40	40	40	40

機関番号	Zn	As	Se	Rb	Mo	Sb	Cs	Ba	La	Ce	Sm	Pb
1	39	3.3	2.9	39	39	2.9	40	39	39	40	40	40
2	43	4.7	2.9	39	38	2.8	42	41	41	41	39	42
3	37	3.0	2.8	40	41	2.8	40	41	40	39	40	40
4	37	3.1	3.0	39	39	2.8	37	39	40	40	39	39
5	37	2.8	3.0	39	39	2.9	40	39	41	40	40	39
6	41	3.0	3.1	41	40	2.8	40	41	41	41	40	41
7	33	3.4	2.8	36	38	2.8	40	37	40	40	42	40
8	41	2.9	2.9	40	39	2.9	40	39	40	40	40	40
9	36	3.4	2.9	37	38	2.8	38	38	38	38	39	39
10	41	3.1	3.1	41	40	2.9	41	40	41	40	40	41
11	40	4.9	3.0	40	41	3.0	40	40	40	40	41	40
12	40	5.0	3.0	40	40	3.0	40	40	40	40	41	40
13	40	5.0	3.0	40	41	3.0	41	40	40	40	40	40
14	36	3.2	2.8	37	39	2.9	40	40	38	39	40	39
15	40	4.9	3.0	40	41	3.0	41	40	40	40	40	40
16	39	5.0	3.0	40	40	3.0	40	40	40	41	40	40
17	39	3.5	2.9	39	37	2.9	38	38	40	38	38	40
平均値	38.8	3.8	2.9	39.2	39.4	2.9	39.9	39.5	39.9	39.8	39.9	40.0
標準偏差	2.5	0.9	0.1	1.4	1.2	0.1	1.2	1.1	0.9	0.9	0.9	0.8
CV (%)	6	24	3	4	3	3	3	3	2	2	2	2
調整濃度	40	3	3	40	40	3	40	40	40	40	40	40