

作業環境測定の手法に関する科学的知見収集のための
調査研究業務報告書

令和4年3月

(公社) 日本作業環境測定協会

目 次

はじめに

I	目的	3
II	事業の概要	3
III	事業の実施結果	
1	作業環境測定の手法に関する科学的知見収集のための調査研究委員会の開催	5
2	既に開発した新しい測定手法の現場での実証確認試験の実施	8
3	実証確認結果に基づく測定手法の手順書等の作成	5 5
IV	総括	5 6

別紙

作業環境測定ガイドブック(出版:(公社)日本作業環境測定協会)に準じた

形式による手順書	5 7
ベリリウムおよびその化合物	5 9
クロム酸およびその塩、重クロム酸およびその塩(六価クロム)	6 3
砒素およびその化合物(アルシンおよび砒化ガリウムを除く)	6 7
カドミウムおよびその化合物	7 1
五酸化バナジウム	7 5
鉛およびその化合物(アルキル鉛を除く)	7 9

別添資料

資料No. 1	既に開発した新しい測定手法の現場での実証確認試験結果報告書	8 3
	ベリリウム(Be-1)	8 5
	ベリリウム(Be-2)	9 5
	クロム酸(Cr-1)	1 0 3
	クロム酸(Cr-2)	1 1 3
	砒素(As-1)	1 2 3

砒素(As-2)	1 3 5
カドミウム(Cd-1)	1 4 5
カドミウム(Cd-2)	1 5 7
五酸化バナジウム(V5-1)	1 6 9
五酸化バナジウム(V5-2)	1 7 7
鉛(Pb-1)	1 8 7
鉛(Pb-2)	1 9 7

資料No. 2	新しい測定手法の現場実証確認試験実施要領	2 0 7
---------	----------------------------	-------

はじめに

労働安全衛生法第 65 条の規定に基づく有害化学物質に係る作業環境測定は、作業環境測定法に基づく作業環境測定士制度と作業環境測定基準に支えられ精度の高い測定を事業場に提供して作業環境の改善とこれによる関係労働者の健康障害防止に貢献をしてきた。

一方で、近年の試料採取方法、分析方法に係る技術の進歩の導入や管理濃度の見直しに伴う定量下限値の引下げの要求などの課題に対し、作業環境測定技術は適切に対応していくことが求められている。

このような背景の下に、厚生労働省は、平成 30 年度から国の委託事業として、「作業環境測定の手法に関する科学的知見収集のための調査研究業務」を開始し、令和 3 年度も過去 3 年に引き続き（公社）日本作業環境測定協会がこれを受託した。

本年度の調査業務では、委託者の仕様書に基づき、過去 3 年間にわたって本調査業務により国内外の最近の作業環境測定関係文献調査及び実験的手法によって検証した新たな測定手法のうちで開発要件を満たしたものについて、現場での実証確認試験を実施して当該測定手法の現場適用性について検討するとともに測定手順書を作成した。

本調査業務では、これまで開発された新しい測定手法の実証確認を中心に上記のとおり実際の作業環境測定の現場適用性を含めた測定技術に関連する多岐にわたる課題に対応するための調査・検討を実施したが、本調査の成果がより妥当性の高い作業環境測定技術の普及に貢献できれば幸いである。

本報告書をまとめるに当たり、委員会の委員、オブザーバー及びご協力いただいた関係機関の皆様に厚く御礼申し上げます。

令和 4 年 3 月

作業環境測定の手法に関する科学的
知見収集のための調査研究委員会
座長 土屋 眞知子

I 目的

労働安全衛生法第65条に基づく化学物質関係の作業環境測定では、必要な測定精度を確保し、作業環境を適切に評価することができる測定方法が作業環境測定基準により定められている。

一方、近年の試料採取方法や分析技術の進歩に伴い捕集材、溶媒、分析条件等に関して様々な方法が開発されていることから、行政として最新の知見を踏まえた具体的な手法を示し、作業環境測定の精度の向上・確保を図ることが、適切な作業環境測定の実施に寄与するものと考えられる。

このため、専門家の協力の下にこれまで得られた知見を踏まえた測定方法について、実際の作業環境測定の現場において当該測定方法の確認を行い、その結果から当該測定方法が新たな作業環境測定手法として適切であるか否かを検討するとともに、そこで得られた結果等を精査し、調査対象物質ごと課題等について整理して取りまとめることとし、もって事業者による化学物質の適切な管理を促進することを目的とした。

II 事業の概要

本事業において実施した事業項目は、以下のとおりである。

1 作業環境測定の手法に関する科学的知見収集のための調査研究委員会の開催

作業環境測定に関する深い技能的経歴の保有者・学識経験者により構成される調査研究委員会を設置し、本事業の統括管理と開発済みの新しい測定手法についての実際の作業環境測定対象の屋内作業場における実証確認結果から当該測定手法に係る現場適用性の検討及び当該測定手法の手順書の作成を行った。

2 既に開発した新しい測定手法に係る現場での実証確認試験の実施

過去3年間(平成30年度事業から令和2年度事業)において新しい測定手法の開発を行った21物質のうち、開発要件を満足して実証確認試験対象となる12物質のうち令和2年度に実証確認試験を実施した3物質を除く9物質10手法から、現場適用性や普及可能性等を考慮して優先的に取り組む6物質(手法)を選び、それぞれについて2現場ずつの実証確認試験を実施した。

また、令和2年度に実証確認を行う予定であったが、事業場における当該物質に係る取り扱い作業の実施予定等の兼ね合いから、同年度の事業スケジュール内に実証確認を含む作業環境測定を実施できなかったアクリルアミドに係る測定1現場について実証確認試験(測定)を実施した。

3 実証確認結果に基づく測定手法の手順書等の作成

2の実証確認結果を踏まえ当該測定手法を作業環境測定基準別表第1の形式に、その詳細を作業環境測定ガイドブック(出版：(公社)日本作業環境測定協会)の記載方法に準じた形式で最新の知見を踏まえた測定手法の手順書として作成した。

4 調査結果の取りまとめ

上記の事業項目の実施結果を報告書に取りまとめた。

Ⅲ 事業の実施結果

1 作業環境測定の手法に関する科学的知見収集のための調査研究委員会の開催

(1) 委員会の設置

本事業の統括管理及び専門的事項の調査・審議を行うため、作業環境測定に関する実務者及び分析技術等に関する測定実務熟達者・学識経験者により構成する「作業環境測定の手法に関する科学的知見収集のための調査研究委員会」を設けた。

また、新しい測定手法の実証確認等を円滑に進めるために実務者を中心とした関係委員から成るワーキンググループも設けた。

委嘱した委員は、下表のとおりである。

「作業環境測定の手法に関する科学的知見収集のための調査研究委員会」委員名簿

(敬称略、◎が座長、*がワーキンググループ構成員)

氏名	所属
*阿部 一浩	(株) 群馬分析センター代表取締役会長
*内納 大典	(一財) 上越環境科学センター技術部検査2課主任
*中山 俊樹	(一社) 長野県労働基準協会連合会松本測定所 分析センター長
*津上 昌平	(株) 日立産機ドライブ・ソリューションズ 環境ビジネス事業部品質・ ISOグループシニアテクニカルアドバイザー
◎*土屋 眞知子	土屋眞知子コンサルタントオフィス代表 (前(一社) 静岡県産業環境センター技術顧問)
宮部 寛志	立教大学理学部化学科 教授
吉永 淳	東洋大学生命科学部応用生物科学科 教授
米澤 宣行	東京農工大学 元教授

オブザーバー

氏名	所属
山室 堅治	中央労働災害防止協会労働衛生調査分析センター副所長
成毛 節	厚生労働省労働基準局安全衛生部化学物質対策課環境改善室長
鈴木 聡	厚生労働省労働基準局安全衛生部化学物質対策課環境改善室長補佐
西川 玄希	厚生労働省労働基準局安全衛生部化学物質対策課環境改善室測定技術係長

事務局

氏名	所属
米澤 宣行	(公社) 日本作業環境測定協会専務理事
米山 玲児	(公社) 日本作業環境測定協会精度管理センター較正課長
山田 周	山田労働衛生コンサルタント事務所 (専門支援員)

(2) 委員会の開催状況

委員会は、以下に示すとおり 3 回開催し、実務者等により構成するワーキンググループについてはメールによる意見交換等により実証確認の実施計画に係る調整を行った。なお、新型コロナウイルス感染症の動向を踏まえて、委員会の全回を Web 開催にして実施した。

○第 1 回委員会 (令和 3 年 6 月 1 5 日 (火) Web 開催)

【議題】

- (1) 作業環境測定の手法に関する科学的知見収集のための調査研究委員会について
- (2) 作業環境測定の手法に関する科学的知見収集のための調査研究業務実施計画について
- (3) 今後の進め方について
- (4) その他

○第 2 回委員会 (令和 3 年 1 2 月 2 4 日 (金) Web 開催)

【議題】

- (1) 実証確認結果及び新たな測定手法の評価について
- (2) 新しい測定手法のガイドブック形式について
- (3) その他

○第 3 回委員会 (令和 4 年 2 月 2 2 日 (火) Web 開催)

【議題】

- (1) 実証確認結果及び新たな測定手法の評価について
- (2) 報告書案について
- (3) その他

○作業環境測定の手法に関する科学的知見収集のための調査研究委員会ワーキンググループ (電子メールのやり取りにより調整)

【議題】

- (1) 新しい測定手法の開発・確認新しい測定手法の現場での実証確認の分担について
- (2) 新しい測定手法の現場での実証確認の進め方について
- (3) その他

○定例会議

- 第1回委員会に係る定例会議（令和3年6月4日（金）対面開催）
- 第2回委員会に係る定例会議（令和3年12月17日（金）対面開催）
- 第3回委員会に係る定例会議（令和4年2月16日（水）対面開催）

2 既に開発した新しい測定手法の現場での実証確認試験の実施

2. 1 目的

令和2年度の本委託事業において、前年度までの検証により新しい測定手法としての開発要件をおおむね満足したものについてはまだ現場適用できるかについて評価がされていないため、様々な夾雑物、共存物質の存在する実際の測定現場での適用可能性について実証確認することにより新しい測定手法としての確立を目指すこととし、アクリルアミド、コバルト、ニッケルに係る作業環境測定現場での新しい測定手法の実証確認を行った。

令和3年度の本委託事業では、令和2年度に引き続き、実際の測定現場での新しい測定手法の適用可能性について実証確認を行うこととした。

2. 2 対象とする測定手法

平成30年度から平成29年度事業において開発・確認を実施した新しい測定手法のうち、精度管理上の要件を満足したもの、かつ、これまで実証確認の未実施のものを対象とした。

2. 3 実証確認の実施方法

(1) 対象とする測定方法

表1-1の過年度の本事業における新しい測定手法の実験室レベルでの開発・確認結果の中で開発要件を満たしたもの、かつ、現場における実証確認未実施の9物質のうち6物質を選定して、それぞれ2現場について検証を行うこととした。

一方、選定された物質について開発・確認対象となる現場の確保の可否の問題等から、作業環境測定機関・事業場からの協力が得られないことも想定された。この状況を考えて、令和2年度は2倍程度の数の現場を母集団として選定して逐次実施に向けて着手することを計画した。今年度の事業も基本的にそれに倣うこととした。

検討対象候補は次の9物質である。

- ①塩素
- ②シアン化物（作業環境測定機関の必置機器でない流れ分析装置を使用）
 - 1) シアン化カリウム
 - 2) シアン化ナトリウム
- ③ベリリウム
- ④ペンタクロルフェノール（事業場数が少ない）

⑤クロム酸、重クロム酸

(前処理方法として通常の金属分析で使わない鉄共沈法を採用)

⑥砒素

⑦カドミウム

⑧五酸化バナジウム

⑨鉛

表 1-1 平成30年度～令和2年度事業で開発要件を満足した新手法で実証確認試験が未実施のもの

物質名	試験対象の手法	開発・確認結果の概要			備考
		脱着率、回収率	保存性	定量下限(管理濃度)	
塩素	液体捕集+PCP吸光光度法	共に90%以上	0~5日間で90%以上	0.0076(0.5)ppm	平成30年度 (一社)長野県労働基準協会連合会
シアン化物	流れ分析法(分析法のみ)	共に90%以上	0~5日間で90%以上	0.042(3)mg/m ³	平成30年度(株)東海テクノ
ベリリウム	ろ過捕集+ICP-MS	共に90%以上	0~5日間で90%以上	0.000085(0.001)mg/m ³	平成30年度 (一財)上越環境科学センター
ペンタクロルフエノール	固体捕集+HPLC-UV	共に90%以上	0~5日間で90%以上	0.0053(0.5)ppm	平成30年度(株)東海テクノ
クロム酸	固体捕集 (アルカリ含浸フィルター)	共に90%以上	0~7日間で90%以上	0.0017(0.05)mg/m ³	平成31年度 (株)島津テクノリサーチ
重クロム酸	+ICP-AES又はICP-MS	共に90%以上	0~7日間で90%以上	0.0026(0.05)mg/m ³	平成31年度 (株)島津テクノリサーチ
砒素	ろ過捕集+ICP-MS	共に90%以上	0~6日間で90%以上	0.00013(0.003)mg/m ³	平成31年度 (株)群馬分析センター
カドミウム	ろ過捕集+ICP-MS	共に90%以上	0~7日間で90%以上	0.00072(0.05)mg/m ³	令和2年度 (株)群馬分析センター
五酸化バナジウム	ろ過捕集+ICP-MS	共に90%以上	0~5日間で90%以上	0.00023(0.03)mg/m ³	令和2年度 (株)日立産機ドライブ・ソリューションズ
鉛	ろ過捕集+ICP-MS	共に90%以上	0~5日間で90%以上	0.00046(0.05)mg/m ³	令和2年度 (一財)上越環境科学センター

(2) 実施方法

①現場実証確認試験の現場の選定

表1-1に示された実証確認対象となる9つのうち、試料の運搬性、当該測定対象物質に係る測定の実施状況等も鑑みた議論の結果、実証確認対象は、ベリリウム、クロム酸及び重クロム酸、砒素、カドミウム、五酸化バナジウム、鉛の6物質となった。

実証確認の実施については令和2年度事業同様、当該測定手法の開発・確認を行った作業環境測定機関及び令和2年度までに協力をいただいた作業環境測定機関に打診しつつ、全国の作業環境測定機関に対して実証確認試験対象となる現場の有無と実証確認対象の新しい測定手法による作業環境測定の実施の可否を打診した。

1物質当たり2現場で現場実証試験を行うため、逐次交渉し計6物質12現場を確保することとし、調整の結果、今年度の現場実証試験は、**表2-2**「実証確認試験対象として選定した7物質13現場等」のNo.1からNo.12のとおり実施することとなった。なお、令和2年度の実証確認は、今年度の計画と同様に1物質2事業場の実施が基本であった。しかしながら、令和2年度の事業のアクリルアミドに係る実証確認では、2事業場のうち1事業場については取り扱い作業が不定期的で実証確認試験の実施のタイミングを逃してしまっており、年度内完了試験は1事業場だけの実証確認試験に留まっていた。このため、今年度事業にアクリルアミドの実証確認1事業場分を追加して行う計画とし、令和2年度の実証確認の実施を予定していた作業環境測定機関に打診して、アクリルアミドの実証確認として1事業場(表2-2 No.13)を確保した。

表2-2 実証確認試験対象として選定した7物質13現場等

No.	物質名(管理濃度)	実証確認機関	実証確認事業場(測定対象作業概要)
1	ベリリウム(0.001 mg/m ³)	平成理研(株)	Be-1(試験・研究)
2		(一社)静岡県産業環境センター	Be-2(電子製品製造)
3	クロム酸、重クロム酸(0.05 mg/m ³)	(株)日立産機ドライブ・ソリューションズ	Cr-1(金属製品製造)
4			Cr-2(金属製品製造)
5	砒素(0.003 mg/m ³)	(一社)長野県労働基準協会連合会(従来法に係る作業環境測定及び新法に係るデザイン・サンプリング)・(株)群馬分析センター(新法に係る分析)	AS-1(電子部品製造)
6			(株)テトラス
7	カドミウム(0.05 mg/m ³)	(一社)長野県労働基準協会連合会(従来法に係る作業環境測定及び新法に係るデザイン・サンプリング)・(株)群馬分析センター(新法に係る分析)	Cd-1(金属製品製造)
8			Cd-2(金属製品加工)
9	五酸化バナジウム(0.03 mg/m ³)	(一社)静岡県産業環境センター	V5-1(試験研究)
10			(株)日立産機ドライブ・ソリューションズ
11	鉛(0.05 mg/m ³)	(一財)上越環境科学センター	Pb-1(機械部品加工)
12			Pb-2(金属製品製造)
13	アクリルアミド(0.1 mg/m ³)	※	Aamd-1(試験・研究)

※現場適用性確認試験測定データ非採用につき非掲載とする。

②現場実証試験の具体的な進め方

検証の実施は、令和2年度に実施した実証確認と同様に新しい測定手法と既知・現行の測定手法(従来法)とを併行して実行して、両者から得られたA測定値、B測定値、A測定値の幾何標準偏差、幾何平均値等を比較検討することにより行うこととした。また、令和2年度に策定した現場実証試験のための実施要領を基に本年度事業における実施要領(別添 参考資料No.2)を策定し、これを基に現場実証試験を担当する作業環境測定機関に実施を依頼した。

2. 4 新しい測定手法の実証確認試験の実施結果

新しい測定手法の現場実証確認試験の実施結果は測定対象物質毎に次の(1)から(7)に記す。また、具体的な測定結果を測定対象物質毎に**表2-3**から**表2-21**に示し、実施結果一覧表として**表2-22**にまとめた。

(1)ベリリウム (管理濃度：0.001 mg/m³)

ベリリウムの測定方法の比較試験検討は、平成30年度の本事業の報告書収載の、国立環境研究所(環境省・水大気環境局)をアレンジした方法として開発した「ベリリウムの測定手法の開発・確認報告書」の測定方法を参考にして、捕集方法としてろ過捕集方法と誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS法)の組み合わせにより行った。

① Be-1 実証確認結果

実証確認を実施した作業環境測定機関における定期の作業環境測定(従来法)は、すでにこの度の新たな測定手法と同等のろ過捕集方法とICP-MS分析方法の組み合わせにより実施されていた。当該作業環境測定機関は令和2年度までの本事業における新たな測定手法の開発・確認を担当した機関ではないため、本年度の本事業では、再現性試験を含む実証確認の実施を依頼した。

1) 再現性試験

再現性試験の実施結果を**表2-3**にまとめる。この試験では、未使用の捕集材にベリリウムの管理濃度の1/2相当濃度(0.0067 mg/L※)となる量のベリリウム化合物を添加した試料の測定値に基づいてそれぞれの回収率を決定した。6つの試料についての回収率は、94.0%~103.0%で、変動係数(CV)は3.3%となり、いずれも設定した基準(回収率は、100±10%以

内、変動係数 10%以内)を満たすものであった。(※従来法の捕集空気量を基にした)ここから、用いた分析法は十分な再現性を持つものと判定した。

表 2-3 Be-1 の再現性試験結果

	再現性確認用試料測定結果		特記事項
	測定値 (mg/L) ※ 1	回収率 (%) ※ 2	
①	0.0068	101.5	試料採取 200 L/min で 10 分間行い、試料液は 15 mL に定容する測定条件を想定すると、管理濃度の 1/2 相当濃度 (0.0005 mg/m ³) の場合の試料液濃度は 0.0067 mg/L となる。
②	0.0064	95.5	
③	0.0064	95.5	
④	0.0063	94.0	
⑤	0.0069	103.0	
⑥	0.0066	98.5	
平均値	0.00657	/	
標準偏差	0.00022		
変動係数 (%)	3.3		

※1 管理濃度の 1/2 相当濃度 (0.0005 mg/m³) に相当する標準物質のベリリウム化合物を添加した未捕集試料の分析値 (設定試料液濃度としては 0.0067 mg/L)

※2 標準物質を添加した試料液の測定濃度の値を 0.0067 mg/L で除したもの

2) 現場適用試験結果

現場適用試験の測定結果を**表 2-4**にまとめる。従来法、新たな測定手法による測定共に A 測定 6 点、B 測定 1 点のいずれにおいてもそれぞれの測定手法の定量下限値 (0.0001 mg/m³) 未満の測定値であった。そこで実証確認の実施要領に基づき、新たな測定手法による試料に対して、ベリリウムの管理濃度の 1/2 相当濃度 (0.0005 mg/m³) となる量のベリリウム化合物を添加した試料を調製して分析を行い、その測定値に基づく回収率は、90.0%~100.0%の回収率で変動係数 (CV) 3.5%といずれも設定した判定基準を満たすものであった。(※新たな測定手法の捕集空気量を基に算出した)

表 2-4 Be-1 の現場適用試験の実施結果

測定点	捕集試料の測定結果 (mg/m ³)				現行法との差 ([N]- [S]) ÷ [S] (%) ※1	判定※2	標準物質の添加/無添加の捕集試料 測定値の差 ([N]- [N]) ÷ [N] (%) ※3
	現行法[S]		新測定手法				
	標準物質無添加の 捕集試料 [N]	標準物質を添加した捕 集試料 [N']	標準物質無添加の 捕集試料 [N]	標準物質を添加した捕 集試料 [N']			
A測定	①	<0.0001	<0.0001	0.00048	—	—	-4.0
	②	<0.0001	<0.0001	0.00045	—	—	-10.0
	③	<0.0001	<0.0001	0.00050	—	—	0.0
	④	<0.0001	<0.0001	0.00049	—	—	-2.0
	⑤	<0.0001	<0.0001	0.00050	—	—	0.0
	⑥	<0.0001	<0.0001	0.00050	—	—	0.0
B測定	B1	<0.0001	<0.0001	0.00050	—	—	0.0
	B2	—	—	—	—	—	—
幾何平均値	0.0001	0.0001	0.00048				
幾何標準偏差	1.00	1.00	1.02				
第1評価値	0.00030	0.00030	0.00145				
第2評価値	0.00012	0.00012	0.00060				
平均値			0.000489				
標準偏差			0.000017				
変動係数(%)			3.5				

※1 新測定手法による測定値がND(定量限界未満の分析値)ではなかった場合、捕集試料の新測定法による測定値から現行法による測定値を減じて、その差を現行法による測定値で除したものを百分率(%)で表示したもの。本現場適用性試験は該当しない。

※2 現行法との差の区分を示し、10%以下(≦10%)：○、10%超(>10%)：×としている。本現場適用性試験は該当しない。

※3 管理濃度(E)の1/2の濃度に相当する量の標準物質を添加した捕集試料の新測定手法での測定結果と添加した管理濃度の1/2の濃度を減じてその差を、添加した管理濃度の1/2の濃度で除したものを百分率(%)で表示したもの。

② Be-2 実証確認結果

実証確認を実施した作業環境測定機関における定期のベリリウムの作業環境測定(従来法)は、すでにこの度の新たな測定手法と同等のろ過捕集方法と ICP-MS 分析方法の組み合わせにより実施されていた。当該作業環境測定機関は昨年度までの本事業における新たな測定手法の開発・確認を担当した機関ではないため、本年度の本事業では、再現性試験を含む実証確認の実施を依頼した。

1) 再現性試験

再現性試験の実施結果を**表2-5**にまとめる。この試験では、未使用の捕集材にベリリウムの管理濃度の1/2相当濃度(0.0005 mg/m³)となる量のベリリウム化合物を添加した試料の測定値に基づいてそれぞれの回収率を決定した。5つの試料についての回収率は、80.0%~100.0%で、変動係数(CV)は8.3%となった。

試料③の回収率が設定した基準(回収率は100±10%以内、変動係数10%以内)を下回っているが、これについては定量下限値との兼ね合いから測定値の最小桁数である数値の最小単位が回収率に換算で±20%に相当することから、基準を80%、100%、120%と準用して判定するのが合理的と判断し、再現性試験の判定は可とした。ここから、用いた分析法は十分な再現性を持つものと判定した。

表2-5 Be-2の再現性試験結果

	再現性確認用試料測定結果		特記事項
	測定値 (mg/L) ※1	回収率 (%) ※2	
①	0.0005	100.0	
②	0.0005	100.0	
③	0.0004	80.0	
④	0.0005	100.0	
⑤	0.0005	100.0	
⑥	—	—	
平均値	0.00048	/	
標準偏差	0.00004		
変動係数 (%)	8.3		

※1 管理濃度の1/2相当濃度(0.0005 mg/m³)に相当する標準物質のベリリウム化合物を添加した未捕集試料の分析値

※2 標準物質を添加した試料液の測定濃度の値を0.0005 mg/m³で除したものの

2) 現場適用試験結果

現場適用試験の測定結果を**表2-6**にまとめる。従来法、新たな測定手法による測定共にA測定6点、B測定1点のいずれにおいてもそれぞれの測定手法の定量下限値(0.0001 mg/m³)未満の測定値であった。そこで実証確認の実施要領に基づき、新たな測定手法による試料に対して、ベリリウムの管理濃度の1/2相当濃度(0.0005 mg/m³※)となる量のベリリウム化合物を添加した試料を調製して分析を行い、その測定値に基づく回収率は、100.0%の回収率で変動係数(CV)0.0%といずれも設定した判定基準を満たすものであった。

表 2-6 Be-2 の現場適用試験の実施結果

測定点	捕集試料の測定結果 (mg/m ³)		現行法との差 ([N] - [S]) ÷ [S] (%) ※1	判定※2	標準物質の添加/無添加の捕集試料 測定値の差 ([N'] - [N]) ÷ [N] (%) ※	
	新測定手法					
	現行法 [S]	標準物質無添加の 捕集試料 [N]				標準物質を添加した捕 集試料 [N']
A測定	①	<0.0001	<0.0001	—	0.0	
	②	<0.0001	<0.0001	—	0.0	
	③	<0.0001	<0.0001	<0.0001	—	0.0
	④	<0.0001	<0.0001	<0.0001	—	0.0
	⑤	<0.0001	<0.0001	<0.0001	—	0.0
	⑥	<0.0001	<0.0001	<0.0001	—	0.0
B測定	B1	<0.0001	<0.0001	—	0.0	
	B2	—	—	—	—	
幾何平均値	0.0001	0.0001	0.0005			
幾何標準偏差	1.00	1.00	1.00			
第1評価値	0.0003	0.0003	0.0015			
第2評価値	0.0001	0.0001	0.0006			
平均値			0.0005			
標準偏差			0			
変動係数 (%)			0.0			

※1 新測定手法による測定値がND(定量限界未満の分析値)ではなかった場合、捕集試料の新測定法による測定値から現行法による測定値を減じて、その差を現行法による測定値で除したものを百分率(%)で表示したもの。本現場適用性試験は該当しない。

※2 現行法との差の区分を示し、10%以下(≦10%)：○、10%超(>10%)：×としている。本現場適用性試験は該当しない。

※3 管理濃度(E)の1/2の濃度に相当する量の標準物質を添加した捕集試料の新測定手法での測定結果と添加した管理濃度の1/2の濃度を減じてその差を、添加した管理濃度の1/2の濃度で除したものを百分率(%)で表示したもの。

(2)クロム酸、重クロム酸（管理濃度：0.05 mg/m³）

クロム酸、重クロム酸の測定方法の比較試験検討は、平成 31 年度の本事業の報告書掲載の、有害大気汚染物質測定法マニュアルによる固体捕集方法(アルカリ含浸フィルタ)に JISK0102(工場排水)における 6 価クロムと 3 価クロムの分離のための前処理方法をアレンジした方法として開発した「クロム酸塩・重クロム酸塩の測定手法の開発・確認報告書」の測定方法を参考にして、捕集方法として固体捕集方法と誘導結合プラズマ質量分析法（ICP-MS 法）の組み合わせにより行った。

① Cr-1 実証確認結果

実証確認を実施した作業環境測定機関における定期の作業環境測定(従来法)では、現行の作業環境測定基準に基づく液体捕集方法と、現行の作業環境測定基準の関係通達において原子吸光光度法と同等以上の性能を有する分析装置による分析方法と解釈が示されている ICP-MS 分析方法の組み合わせによる測定が実施されていた。

当該作業環境測定機関は昨年度までの本事業における新たな測定手法の開発・確認を実施した機関ではないため、本年度の本事業では、再現性試験を含む実証確認の実施を依頼した。

1) 再現性試験

再現性試験の実施結果を表 2-7 にまとめる。この試験では、未使用の捕集材にクロム酸の管理濃度の 1/2 相当濃度(0.025 mg/m³)となる量のクロム化合物を添加した試料の測定値に基づいてそれぞれの回収率を決定した。5 つの試料についての回収率は、100.0%~104.0%で、変動係数(CV)は 1.4%となり、いずれも設定した基準(回収率は、100±10%以内、変動係数 10%以内)を満たすものであった。ここから、用いた分析法は十分な再現性を持つものと判定した。

表 2-7 Cr-1 の再現性試験結果

	再現性確認用試料測定結果		特記事項
	測定値 (mg/L) ※ 1	回収率 (%) ※ 2	
①	0.02500	100.0	
②	0.02577	103.1	
③	0.02601	104.0	
④	0.02588	103.5	
⑤	0.02560	102.4	
⑥	—	—	
平均値	0.02565	/	
標準偏差	0.00035		
変動係数 (%)	1.4		

※1 管理濃度の 1/2 相当濃度(0.025 mg/m³)に相当する標準物質のクロム化合物を添加した未捕集試料の分析値

※2 標準物質を添加した試料液の測定濃度の値を 0.025 mg/m³で除したもの

2) 現場適用試験結果

現場適用試験の測定結果を**表2-8**にまとめる。従来法、新たな測定手法による測定共に A 測定 5 点、B 測定 1 点のいずれにおいてもそれぞれの測定手法の定量下限値(0.005 mg/m³)未満の測定値であった。そこで実証確認の実施要領に基づき、新たな測定手法による試料に対して、クロム酸の管理濃度の 1/2 相当濃度(0.025 mg/m³)となる量のクロム化合物を添加した試料を調製して分析を行い、その測定値に基づく回収率は、102.3%~107.6%で、変動係数(CV)は 1.6%といずれも設定した判定基準を満たすものであった。

表 2-8 Cr-1 の現場適用試験の実施結果

測定点	捕集試料の測定結果 (mg/m ³)		現行法との差 ([N]-[S])÷[S] (%) ※1	判定※2	標準物質の添加/無添加の捕集試料 測定値の差([N']-[N])÷[N] (%) ※3
	現行法[S]	新測定手法 標準物質無添加の 捕集試料 [N]			
A測定	①	ND (<0.005)	0.0263	—	3
	②	ND (<0.005)	0.0265	—	5.3
	③	ND (<0.005)	0.0269	—	5.8
	④	ND (<0.005)	0.0259	—	7.6
	⑤	ND (<0.005)	0.0261	—	3.6
	⑥	—	—	—	4.4
B測定	B1	ND (<0.005)	0.0256	—	—
	B2	—	—	—	2.3
幾何平均値	0.0050	0.0050	0.0263		
幾何標準偏差	1.000	1.000	1.014		
第1評価値	0.015	0.015	0.079		
第2評価値	0.006	0.006	0.033		
平均値			0.02620		
標準偏差			0.00042		
変動係数 (%)			1.6		

※1 新測定手法による測定値がND(定量限界未満の分析値)ではなかった場合、捕集試料の新測定法による測定値から現行法による測定値を減じて、その差を現行法による測定値で除したものを百分率(%)で表示したもの。本現場適用性試験は該当しない。

※2 現行法との差の区分を示し、10%以下(≦10%)：○、10%超(>10%)：×としている。本現場適用性試験は該当しない。

※3 管理濃度(E)の1/2の濃度に相当する量の標準物質を添加した捕集試料の新測定手法での測定結果と添加した管理濃度の1/2の濃度を減じてその差を、添加した管理濃度の1/2の濃度で除したものを百分率(%)で表示したもの。

② Cr-2 実証確認結果

実証確認を実施した作業環境測定機関における定期的作業環境測定(従来法)は、現行の作業環境測定基準に基づく液体捕集方法と、現行の作業環境測定基準の関係通達において原子吸光度法と同等以上の性能を有する分析装置による分析方法と解釈が示されている ICP-MS 分析方法の組み合わせによる測定が実施されていた。

当該作業環境測定機関は昨年度までの本事業における新たな測定手法の開発・確認を実施した機関ではないため、本年度の本事業では、再現性試験を含む実証確認の実施を依頼した。(Cr-1 実施機関と同じだが別途再現性試験の実施を依頼した。)

1) 再現性試験

再現性試験の実施結果を**表 2-9**にまとめる。この試験では、未使用の捕集材にクロム酸の管理濃度の 1/2 相当濃度(0.025 mg/m³)となる量のクロム化合物を添加した試料の測定値に基づいてそれぞれの回収率を決定した。5つの試料についての回収率は、99.6%~101.3%で、変動係数(CV)は0.7%となり、いずれも設定した基準(回収率は、100±10%以内、変動係数10%以内)を満たすものであった。ここから、用いた分析法は十分な再現性を持つものと判定した。

表 2-9 Cr-2 の再現性試験結果

	再現性確認用試料測定結果		特記事項
	測定値 (mg/L) ※ 1	回収率 (%) ※ 2	
①	0.02533	101.3	
②	0.02513	100.5	
③	0.02489	99.6	
④	0.02518	100.7	
⑤	0.02492	99.7	
⑥	—	—	
平均値	0.02509	/	
標準偏差	0.00017		
変動係数 (%)	0.7		

※1 管理濃度の 1/2 相当濃度(0.025 mg/m³)に相当する標準物質のクロム化合物を添加した未捕集試料の分析値

※2 標準物質を添加した試料液の測定濃度の値を 0.025 mg/m³で除したものの

2) 現場適用試験結果

現場適用試験の測定結果を**表 2-10**にまとめる。従来法、新たな測定手法による測定共に A 測定 5 点、B 測定 1 点のいずれにおいてもそれぞれの測定手法の定量下限値(0.005 mg/m³)未満の測定値であった。そこで実証確認の実施要領に基づき、新たな測定手法による試料に対して、クロム酸の管理濃度の 1/2 相当濃度(0.025 mg/m³)となる量のクロム化合物を添加した試料を調製して分析を行い、その測定値に基づく回収率は、93.6%~96.8%で、変動係数(CV)は1.0%といずれも設定した判定基準を満たすものであった。

表 2-10 Cr-2 の現場適用試験の実施結果

測定点	捕集試料の測定結果 (mg/m ³)		現行法との差 ([N] - [S]) ÷ [S] (%) ※1	判定※2	標準物質の添加/無添加の捕集試料 測定値の差 ([N'] - [N]) ÷ [N] (%) ※3
	現行法[S]	新測定手法 標準物質無添加の 捕集試料 [N]			
A測定	①	ND (<0.005)	0.0239	—	-4.4
	②	ND (<0.005)	0.0242	—	-3.2
	③	ND (<0.005)	0.0240	—	-4.0
	④	ND (<0.005)	0.0234	—	-6.4
	⑤	ND (<0.005)	0.0239	—	-4.4
	⑥	—	—	—	—
B測定	B1	ND (<0.005)	0.0238	—	-4.8
	B2	—	—	—	—
幾何平均値	0.0050	0.0050	0.0239		
幾何標準偏差	1.000	1.000	1.012		
第1評価値	0.015	0.015	0.072		
第2評価値	0.006	0.006	0.030		
平均値			0.02387		
標準偏差			0.00024		
変動係数 (%)			1.0		

※1 新測定手法による測定値がND(定量限界未満の分析値)ではなかった場合、捕集試料の新測定法による測定値から現行法による測定値を減じて、その差を現行法による測定値で除したものを百分率(%)で表示したもの。本現場適用性試験は該当しない。

※2 現行法との差の区分を示し、10%以下(≦10%)：○、10%超(>10%)：×としている。本現場適用性試験は該当しない。

※3 管理濃度(E)の1/2の濃度に相当する量の標準物質を添加した捕集試料の新測定手法での測定結果と添加した管理濃度の1/2の濃度を減じてその差を、添加した管理濃度の1/2の濃度で除したものを百分率(%)で表示したもの。

(3) 砒素 (管理濃度 : 0.003 mg/m³)

砒素の測定方法の比較試験検討は、平成 31 年度の本事業の報告書収載の、EPA METHOD I0-3.5 をアレンジした方法として開発した「砒素の測定手法の開発・確認報告書」の測定方法を参考にして、捕集方法としてろ過捕集方法と誘導結合プラズマ質量分析法 (ICP-MS 法) の組み合わせにより行った。

① As-1 実証確認結果

実証確認を実施した作業環境測定機関における定期の作業環境測定 (従来法) では、現行の作業環境測定基準に基づくろ過捕集方法と、現行の作業環境測定基準の関係通達において原子吸光光度法と同等以上の性能を有する分析装置による分析方法と解釈が示されている ICP-MS 分析方法の組み合わせによる測定が実施されていた。

また、実証確認試験のうち、分析を実施した作業環境測定機関は昨年度までに、新たな測定手法の開発・確認を実施した測定機関であり、再現性試験は開発・確認時に十分な結果が得られていることから省略※した。今年度の実証確認試験は現場適用試験 (測定) のみの実施となっている。

1) 再現性試験

※未実施 (分析実施機関が本新手法の開発・確認を担当している。)

2) 現場適用試験結果

現場適用試験の測定結果を表 2-11 にまとめる。従来法、新たな測定手法による測定共に A 測定 5 点、B 測定 1 点のいずれにおいてもそれぞれの測定手法の定量下限値 (従来法「0.0001 mg/m³」、新たな測定手法「0.0003 mg/m³」) 未満の測定値であった。そこで実証確認の実施要領に基づき、新たな測定手法による試料に対して、砒素の管理濃度の 1/2 相当濃度 (0.0015 mg/m³) となる量の砒素化合物を添加した試料を調整して分析を行い、その測定値に基づく回収率は、90.7%~106.7%で、変動係数 (CV) は 6.2%といずれも設定した判定基準を満たすものであった。ここから、用いた分析法は十分な再現性を持つものと判定した。

なお、従来法による分析を実施した機関では、試料の前処理時の抽出液量が比較的少なくて済むマイクロウェーブ式を採用している兼ね合いから、試料の前処理方法として比較的抽出液量が多くなる湿式抽出を行う新たな測定手法による分析を実施した機関と比べて、定量下限が 1/30 の値となっている。そこで両方法の比較を実施すべく従来法も新たな測定手法のいずれも定量下限値は管理濃度の 1/10 相当濃度である 0.0003 mg/m³とみなすこととした。

表 2-1-1 As-1 の現場適用試験の実施結果

測定点	捕集試料の測定結果 (mg/m ³)		現行法との差 ([N]-[S])÷[S] (%) ※1	判定※2	標準物質の添加/無添加の捕集試料 測定値の差([N]-[N])÷[N] (%) ※
	現行法[S]	新測定手法 標準物質無添加の 捕集試料 [N]			
A測定	①	<0.0003	0.00144	—	3
	②	<0.0003	0.00139	—	-4.0
	③	<0.0003	0.00160	—	-7.3
	④	<0.0003	0.00137	—	6.7
	⑤	<0.0003	0.00153	—	-8.7
	⑥	—	—	—	2.0
B測定	B1	<0.0003	0.00136	—	—
	B2	—	—	—	-9.3
幾何平均値	0.00001	0.0003	0.00145		
幾何標準偏差	1.00	1.00	1.07		
第1評価値	0.00003	0.0009	0.0044		
第2評価値	0.00001	0.0004	0.0018		
平均値			0.001448		
標準偏差			0.000089		
変動係数 (%)			6.2		

※1 新測定手法による測定値がND(定量限界未満の分析値)ではなかった場合、捕集試料の新測定法による測定値から現行法による測定値を減じて、その差を現行法による測定値で除したものを百分率(%)で表示したもの。本現場適用性試験は該当しない。

※2 現行法との差の区分を示し、10%以下(≦10%)：○、10%超(>10%)：×としている。本現場適用性試験は該当しない。

※3 管理濃度(E)の1/2の濃度に相当する量の標準物質を添加した捕集試料の新測定手法での測定結果と添加した管理濃度の1/2の濃度を減じてその差を、添加した管理濃度の1/2の濃度で除したものを百分率(%)で表示したもの。

② As-2 実証確認結果

実証確認を実施した作業環境測定機関における定期の作業環境測定(従来法)では、現行の作業環境測定基準に基づくろ過捕集方法と原子吸光光度法(水素化発生装置付原子吸光法)の組み合わせによる測定が実施されていた。

当該作業環境測定機関は昨年度までの本事業における新たな測定手法の開発・確認を実施した機関ではないため、本年度の本事業では、再現性試験を含む実証確認の実施を依頼した。

1) 再現性試験

再現性試験の測定結果を**表2-12**にまとめる。この試験では、未使用の捕集材に砒素の管理濃度の1/2相当濃度(0.0015 mg/m³)となる量の砒素化合物を添加した試料の測定値に基づいてそれぞれの回収率を決定した。3つの試料についての回収率は、97.3%~106.0%で、変動係数(CV)は3.3%となり、いずれも設定した基準(回収率は、100±10%以内、変動係数10%以内)を満たすものであった。ここから、用いた分析法は十分な再現性を持つものと判定した。

表2-12 As-2の再現性試験結果

	再現性確認用試料測定結果		特記事項
	測定値 (mg/L) ※1	回収率 (%) ※2	
①	0.00146	97.3	
②	0.00152	101.3	
③	0.00159	106.0	
④	—	—	
⑤	—	—	
⑥	—	—	
平均値	0.00152	/	
標準偏差	0.00005		
変動係数 (%)	3.3		

※1 管理濃度の1/2相当濃度(0.0015 mg/m³)に相当する標準物質の砒素化合物を添加した未捕集試料の分析値

※2 標準物質を添加した試料液の測定濃度の値を0.0015 mg/m³で除したもの

2) 現場適用試験結果

現場適用試験の測定結果を**表2-13**にまとめる。従来法による測定、新たな測定手法による測定共にA測定5点、B測定1点のいずれにおいてもそれぞれの測定手法の定量下限値(0.0003 mg/m³)未満の測定値であった。そこで実証確認の実施要領に基づき、新たな測定手法による捕集試料に対して、砒素の管理濃度の1/2相当濃度(0.0015 mg/m³※)となる量の砒素化合物を添加した試料を調製して分析を行い、その測定値に基づく回収率は、98.0%~102.7%で、変動係数(CV)は1.6%といずれも設定した暫定的な判定基準を満たすものであった。

表 2-1-3 As-2 の現場適用試験の実施結果

測定点	捕集試料の測定結果 (mg/m ³)		現行法との差 ([B]-[A])÷[A] (%) ※1	判定※2	標準物質の添加/無添加の捕集試料 測定値の差([B']-[B])÷[B] (%) ※3
	現行法[A]	新測定手法			
		標準物質無添加の 捕集試料 [B]			
A測定	①	<0.0003	0.00151	—	0.7
	②	<0.0003	0.00154	—	2.7
	③	<0.0003	0.00150	—	0.0
	④	<0.0003	0.00147	—	-2.0
	⑤	<0.0003	0.00154	—	2.7
	⑥	—	—	—	—
B測定	B1	<0.0003	0.00151	—	0.67
	B2	—	—	—	—
幾何平均値	0.00030	0.00030	0.00151		
幾何標準偏差	1.00	1.00	1.02		
第1評価値	0.0008	0.0008	0.0045		
第2評価値	0.0004	0.0004	0.0019		
平均値			0.001512		
標準偏差			0.000024		
変動係数(%)			1.6		

※1 新測定手法による測定値がND(定量限界未満の分析値)ではなかった場合、捕集試料の新測定法による測定値から現行法による測定値を減じて、その差を現行法による測定値で除したものを百分率(%)で表示したもの。本現場適用性試験は該当しない。

※2 現行法との差の区分を示し、10%以下(≦10%)：○、10%超(>10%)：×としている。本現場適用性試験は該当しない。

※3 管理濃度(E)の1/2の濃度に相当する量の標準物質を添加した捕集試料の新測定手法での測定結果と添加した管理濃度の1/2の濃度を減じてその差を、添加した管理濃度の1/2の濃度で除したものを百分率(%)で表示したもの。

(4)カドミウム（管理濃度：0.05 mg/m³）

カドミウムの測定方法の比較試験検討は、令和2年度の本事業の報告書掲載のEPA METHOD I0-3.5をアレンジした方法として開発した「カドミウムの測定手法の開発・確認報告書」の測定方法を参考にして、捕集方法としてのろ過捕集方法と誘導結合プラズマ質量分析法（ICP-MS法）の組み合わせにより行った。

① Cd-1 実証確認結果

実証確認を実施した作業環境測定機関における定期の作業環境測定（従来法）では、現行の作業環境測定基準に基づくろ過捕集方法と、現行の作業環境測定基準の関係通達において原子吸光光度法と同等以上の性能を有する分析装置による分析方法と解釈が示されているICP-MS分析方法の組み合わせによる測定が実施されていた。

また、実証確認試験のうち、分析を実施した作業環境測定機関は、昨年度までに新たな測定手法の開発・確認を実施した測定機関であり、再現性試験は開発・確認時に十分な結果が得られていることから今年度の実証確認試験では省略※した。今年度の実証確認試験は現場適用試験（測定）のみの実施となっている。

1) 再現性試験

※未実施（分析実施機関が本新手法の開発・確認を担当している。）

2) 現場適用試験結果

現場適用試験の測定結果を**表2-14**にまとめる。従来法による測定、新たな測定手法による測定共にA測定8点、B測定②のいずれにおいてもそれぞれの測定手法の定量下限値（従来法「0.0004 mg/m³」、新たな測定手法「0.005 mg/m³」）未満の測定値であった。また、B測定点①については従来法では0.0006 mg/m³の測定値が得られた一方、新たな測定手法では当該測定手法の定量下限値未満の測定値0.005 mg/m³であった。

そこで実証確認の実施要領に基づき、新たな測定手法による試料に対して、カドミウムの管理濃度の1/2相当濃度（0.025 mg/m³）となる量のカドミウム化合物を添加した試料を調製して分析を行い、その測定値に基づく回収率は、94.0%～102.0%で、変動係数（CV）は2.8%といずれも設定した暫定的な判定基準を満たすものであった。ここから、用いた分析法は十分な再現性を持つものと判定した。

なお、従来法による分析を実施した機関では、試料の前処理時の抽出液量を比較的少なくすることが可能なマイクロウェーブ式を採用している兼ね合いから、試料の前処理方法として比較的抽出液量が多くなる湿式抽出を行う新たな測定手法による分析を実施した機関と比べて、定量下限濃度は1/12.5の値となっている。そこで両方法の比較を行う観点から、従来法についても新たな測定手法についてもいずれも定量下限値は管理濃度の1/10相当濃度である0.005 mg/m³とみなすこととした。

表 2-1-4 Cd-1 の現場適用試験の実施結果

測定点	捕集試料の測定結果 (mg/m ³)		現行法との差 ([N]-[S])÷[S] (%) ※1	判定※2	標準物質の添加/無添加の捕集試料 測定値の差([N]-[N])÷[N] (%) ※3	
	現行法[S]	新測定手法				
		標準物質無添加の 捕集試料 [N]				標準物質を添加した捕 集試料 [N*]
A測定	①	<0.0004	<0.005	0.0235	-6.0	
	②	<0.0004	<0.005	0.0244	-2.4	
	③	<0.0004	<0.005	0.0242	-3.2	
	④	<0.0004	<0.005	0.0242	-3.2	
	⑤	<0.0004	<0.005	0.0254	1.6	
	⑥	<0.0004	<0.005	0.0236	-5.6	
	⑦	<0.0004	<0.005	0.0246	-1.6	
	⑧	<0.0004	<0.005	0.0255	2.0	
B測定	B1	<0.0004	<0.005	0.0252	0.8	
	B2	0.0006	<0.005	0.0253	1.2	
幾何平均値	0.0004	0.005	0.0244			
幾何標準偏差	1.00	1.00	1.00			
第1評価値	0.001	0.015	0.073			
第2評価値	0.0005	0.006	0.031			
平均値			0.02459			
標準偏差			0.00069			
変動係数 (%)			2.8			

※1 新測定手法による測定値がND(定量限界未満の分析値)ではなかった場合、捕集試料の新測定法による測定値から現行法による測定値を減じて、その差を現行法による測定値で除したものを百分率(%)で表示したもの。本現場適用性試験は該当しない。

※2 現行法との差の区分を示し、10%以下(≦10%)：○、10%超(>10%)：×としている。本現場適用性試験は該当しない。

※3 管理濃度(E)の1/2の濃度に相当する量の標準物質を添加した捕集試料の新測定手法での測定結果と添加した管理濃度の1/2の濃度を減じてその差を、添加した管理濃度の1/2の濃度で除したものを百分率(%)で表示したもの。

② Cd-2 実証確認結果

実証確認を実施した作業環境測定機関における定期の作業環境測定(従来法)では、現行の作業環境測定基準に基づく過捕集方法と、現行の作業環境測定基準の関係通達において原子吸光光度法と同等以上の性能を有する分析装置による分析方法と解釈が示されている ICP-MS 分析方法の組み合わせによる測定が実施されていた。

また、実証確認試験のうち、分析を実施した作業環境測定機関は、昨年度までに新たな測定手法の開発・確認を実施した測定機関であり、再現性試験は開発・確認時に十分な結果が得られていることから今年度の実証確認試験では省略※した。今年度の実証確認試験は現場適用試験(測定)のみの実施となっている。

1) 再現性試験

※未実施(分析実施機関が本新手法の開発・確認を担当している。)

2) 現場適用試験結果

現場適用試験の測定結果を**表2-15**にまとめる。従来法、新たな測定手法による測定共に A 測定点①を除く A 測定 4 点、B 測定点①を除く B 測定点②1 点のいずれにおいてもそれぞれの測定手法の定量下限値(従来法「0.0004 mg/m³」、新たな測定手法「0.005 mg/m³」)未満の測定値であった。また、A 測定点①については従来法では 0.0008 mg/m³の測定値が得られ、B 測定点①については 0.0022 mg/m³の測定値が得られた一方、新たな測定手法では、いずれも当該測定手法の定量下限値未満の測定値 0.005 mg/m³であった。

そこで実証確認の実施要領に基づき、新たな測定手法による試料に対して、カドミウムの管理濃度の 1/2 相当濃度(0.025 mg/m³※)となる量のカドミウム化合物を添加した試料を調製して分析を行い、その測定値に基づく回収率は、95.6%~104.8%で、変動係数(CV)は 3.4%といずれも設定した暫定的な判定基準を満たすものであった。ここから、用いた分析法は十分な再現性を持つものと判定した。

なお、従来法による分析を実施した機関では、試料の前処理時の抽出液量を比較的少なくすることが可能なマイクロウェーブ式を採用している兼ね合いから、試料の前処理方法として比較的抽出液量が多くなる湿式抽出を行う新たな測定手法による分析を実施した機関と比べて、定量下限濃度は 1/12.5 の値となっている。そこで両方法の比較を行う観点から、従来法についても新たな測定手法についてもいずれも定量下限値は管理濃度の 1/10 相当濃度である 0.005 mg/m³とみなすこととした。

表 2-1 5 Cd-2 の現場適用試験の実施結果

測定点	捕集試料の測定結果 (mg/m ³)				現行法との差 ([N]-[S])÷[S] (%) ※1	判定※2	標準物質の添加/無添加の捕集試料 測定値の差([N']-[N])÷[N] (%) ※3
	現行法[S]		新測定手法				
	標準物質無添加の 捕集試料 [N]	標準物質を添加した捕 集試料 [N']	標準物質無添加の 捕集試料 [N]	標準物質を添加した捕 集試料 [N']			
A測定	①	0.0008	<0.0005	0.0248	—	—	-6.0
	②	<0.0004	<0.0005	0.0239	—	—	-2.4
	③	<0.0004	<0.0005	0.0244	—	—	-3.2
	④	<0.0004	<0.0005	0.0254	—	—	-3.2
	⑤	<0.0004	<0.0005	0.0261	—	—	1.6
	⑥	—	—	—	—	—	-5.6
B測定	B1	0.0022	<0.0005	0.0262	—	—	0.8
	B2	<0.0004	<0.0005	0.0262	—	—	1.2
幾何平均値	0.00046	0.0005	0.0249				
幾何標準偏差	1.37	1.00	1.03				
第1評価値	0.0015	0.015	0.075				
第2評価値	0.00061	0.006	0.031				
平均値			0.02528				
標準偏差			0.00086				
変動係数 (%)			3.4				

※1 新測定手法による測定値がND(定量限界未満の分析値)ではなかった場合、捕集試料の新測定法による測定値から現行法による測定値を減じて、その差を現行法による測定値で除したものを百分率(%)で表示したもの。本現場適用性試験は該当しない。

※2 現行法との差の区分を示し、10%以下(≦10%)：○、10%超(>10%)：×としている。本現場適用性試験は該当しない。

※3 管理濃度(E)の1/2の濃度に相当する量の標準物質を添加した捕集試料の新測定手法での測定結果と添加した管理濃度の1/2の濃度を減じてその差を、添加した管理濃度の1/2の濃度で除したものを百分率(%)で表示したもの。

(5)五酸化バナジウム（管理濃度：0.03 mg/m³）

五酸化バナジウムの測定方法の比較試験検討は、令和2年度の本事業の報告書掲載のEPA METHOD IO-3.5をアレンジした方法として開発した「五酸化バナジウムの測定手法の開発・確認報告書」を参考にして、捕集方法としてろ過捕集方法と誘導結合プラズマ質量分析法（ICP-MS法）の組み合わせにより行った。

① V5-1 実証確認結果

実証確認を実施した作業環境測定機関における定期的作業環境測定（従来法）では、現行の作業環境測定基準に基づくろ過捕集方法と、現行の作業環境測定基準の関係通達において原子吸光光度法と同等以上の性能を有する分析装置による分析方法と解釈が示されている誘導結合プラズマ発光分光分析法（ICP-AES法）の組み合わせによる測定が実施されていた。

当該作業環境測定機関は昨年度までの本事業における新たな測定手法の開発・確認を実施した測定機関であり、再現性試験は開発・確認時に十分な結果が得られているが、本年度の本事業では、あらためて再現性試験を含む実証確認の実施を依頼した。

1) 再現性試験

再現性試験の実施結果を表2-16にまとめる。この試験では、未使用の捕集材に五酸化バナジウムの管理濃度の1/2相当濃度(0.015 mg/m³)となる量のバナジウム化合物を添加した試料の測定値に基づいてそれぞれの回収率を決定した。5つの試料についての回収率は、全て93.3%で、変動係数(CV)は0.0%となり、いずれも設定した基準(回収率は、100±10%以内、変動係数10%以内)を満たすものであった。ここから、用いた分析法は十分な再現性を持つものと判定した。

表2-16 V5-1の再現性試験結果

	再現性確認用試料測定結果		特記事項
	測定値 (mg/L) ※1	回収率 (%) ※2	
①	0.014	93.3	
②	0.014	93.3	
③	0.014	93.3	
④	0.014	93.3	
⑤	0.014	93.3	
⑥	—	—	
平均値	0.014	/	
標準偏差	0.000		
変動係数 (%)	0.0		

※1 管理濃度の1/2相当濃度(0.015 mg/m³)に相当する標準物質のバナジウム化合物を添加した未捕集試料の分析値

※2 標準物質を添加した試料液の測定濃度の値を0.015 mg/m³で除したもの

2) 現場適用試験結果

現場適用試験の測定結果を**表2-17**にまとめる。従来法による測定、新たな測定手法による測定共に A 測定 6 点、B 測定 1 点のいずれにおいてもそれぞれの測定手法の定量下限値(0.003 mg/m³)未満の測定値であった。そこで実証確認の実施要領に基づき、新たな測定手法による試料に対して、五酸化バナジウムの管理濃度の 1/2 相当濃度(0.015 mg/m³※)となる量のバナジウム化合物を添加した試料を調製して分析を行い、その測定値に基づく回収率は、93.3%~100.0%で、変動係数(CV)は 2.3%といずれも設定した判定基準を満たすものであった。

表 2-17 V5-1 の現場適用試験の実施結果

測定点	捕集試料の測定結果 (mg/m ³)		現行法との差 ([N]-[S])÷[S] (%) ※1	判定※2	標準物質の添加/無添加の捕集試料 測定値の差([N]-[N])÷[N] (%) ※3
	現行法[S]	新測定手法 標準物質無添加の 捕集試料 [N]			
A測定	①	<0.003	0.015	—	0.0
	②	<0.003	0.015	—	0.0
	③	<0.003	0.015	—	0.0
	④	<0.003	0.015	—	0.0
	⑤	<0.003	0.015	—	0.0
	⑥	<0.003	0.014	—	-6.7
B測定	B1	<0.003	0.015	—	0.0
	B2	—	—	—	—
幾何平均値	0.003	0.003	0.015		
幾何標準偏差	1.00	1.00	1.00		
第1評価値	0.009	0.009	0.044		
第2評価値	0.004	0.004	0.019		
平均値			0.0148		
標準偏差			0.00034		
変動係数 (%)			2.3		

※1 新測定手法による測定値がND(定量限界未満の分析値)ではなかった場合、捕集試料の新測定法による測定値から現行法による測定値を減じて、その差を現行法による測定値で除したものを百分率(%)で表示したもの。本現場適用性試験は該当しない。

※2 現行法との差の区分を示し、10%以下(≦10%)：○、10%超(>10%)：×としている。本現場適用性試験は該当しない。

※3 管理濃度(E)の1/2の濃度に相当する量の標準物質を添加した捕集試料の新測定手法での測定結果と添加した管理濃度の1/2の濃度を減じてその差を、添加した管理濃度の1/2の濃度で除したものを百分率(%)で表示したもの。

② V5-2 実証確認結果

実証確認を実施した作業環境測定機関における定期の作業環境測定(従来法)は、現行の作業環境測定基準に基づくろ過捕集方法と、現行の作業環境測定基準の関係通達において原子吸光光度法と同等以上の性能を有する分析装置による分析方法と解釈が示されている誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES 法) の組み合わせによる測定が実施されていた。

当該作業環境測定機関は昨年度までの本事業における新たな測定手法の開発・確認を実施した測定機関であり、再現性試験は開発・確認時に十分な結果が得られているが、本年度の本事業では、あらためて再現性試験を含む実証確認の実施を依頼した。

1) 再現性試験

再現性試験の実施結果を**表 2-18**にまとめる。この試験では、未使用の捕集材に五酸化バナジウムの管理濃度の 1/2 相当濃度(0.015 mg/m³)となる量のバナジウム化合物を添加した試料の測定値に基づいてそれぞれの回収率を決定した。5つの試料についての回収率は 101.8%~102.2%で、変動係数(CV)は 0.1%となり、いずれも設定した基準(回収率は、100±10%以内、変動係数 10%以内)を満たすものであった。ここから、用いた分析法は十分な再現性を持つものと判定した。

表 2-18 V5-2 の再現性試験結果

	再現性確認用試料測定結果		特記事項
	測定値 (mg/L) ※ 1	回収率 (%) ※ 2	
①	0.01533	102.2	
②	0.01531	102.1	
③	0.01527	101.8	
④	0.01528	101.9	
⑤	0.01527	101.8	
⑥	—	—	
平均値	0.01529	/	
標準偏差	0.00002		
変動係数 (%)	0.1		

※1 管理濃度の 1/2 相当濃度(0.015 mg/m³)に相当する標準物質のバナジウム化合物を添加した未捕集試料の分析値

※2 標準物質を添加した試料液の測定濃度の値を 0.015 mg/m³で除したもの

2) 現場適用試験結果

現場適用試験の測定結果を**表 2-19**にまとめる。従来法による測定、新たな測定手法による測定共に A 測定 5点において、それぞれの測定手法の定量下限値(0.003 mg/m³)未満であった。一方、B 測定 1点については、従来法で 0.046 mg/m³、新たな測定手法で 0.045 mg/m³とほぼ同等の測定値が得られていた。

そこで実証確認の実施要領に基づき、新たな測定手法による測定、A 測定点 5 点の捕集試料に対して、五酸化バナジウムの管理濃度の 1/2 相当の気中濃度(0.015 mg/m³)となる量のバナジウム化合物を添加した試料を調

製して分析を行った。その測定値に基づく回収率は、111.3%~126.7%で、変動係数(CV)は4.5%と変動係数は設定した判定基準を満たすものであったが、回収率はいずれも110%を超えていて、設定した暫定的判定基準を満たしていなかった。また、参考に行った、標準物質添加試験では、B測定点の標準物質無添加の試料の測定値を標準物質を添加した捕集試料の測定値から差し引いた値から求めた、B測定1点の添加試料の回収率は、142.2%であった。

この測定結果については、第一回委員会での申し合わせに基づき、後に述べる詳細な検討を経ての試験評価を行った。

表 2-19 V5-2 の現場適用試験の実施結果

測定点	捕集試料の測定結果 (mg/m ³)		新測定手法 標準物質を添加した捕 集試料 [N']	現行法との差 ([N'] - [S]) ÷ [S] (%) ※1	判定※2	標準物質の添加/無添加の捕集試料 測定値の差 ([N'] - [N]) ÷ [N] (%) ※ 3
	現行法[S]	標準物質無添加の 捕集試料 [N]				
A測定	①	<0.003	0.017	—	—	13.3
	②	<0.003	0.017	—	—	13.3
	③	<0.003	0.017	0.017	—	13.3
	④	<0.003	0.018	0.018	—	20.0
	⑤	<0.003	0.019	0.019	—	26.7
	⑥	—	—	—	—	—
B測定	B1	0.046	0.045	0.064	○	42.2
	B2	—	—	—	—	—
幾何平均値	0.003	0.003	0.018			
幾何標準偏差	1.00	1.00	1.051			
第1評価値	0.009	0.009	0.052			
第2評価値	0.004	0.004	0.021			
平均値			0.0176			
標準偏差			0.0008			
変動係数 (%)			4.5			

※1 新測定手法による測定値がND(定量限界未満の分析値)ではなかった場合、捕集試料の新測定法による測定値から現行法による測定値を減じて、その差を現行法による測定値で除したものを百分率(%)で表示したもの。

※2 現行法との差の区分を示し、10%以下(≦10%)：○、10%超(>10%)：×としている。

※3 管理濃度(E)の1/2の濃度に相当する量の標準物質を添加した捕集試料の新測定手法での測定結果と添加した管理濃度の1/2の濃度を減じてその差を、添加した管理濃度の1/2の濃度で除したものを百分率(%)で表示したもの。

(6)鉛 (管理濃度 : 0.05 mg/m³)

鉛の測定方法の比較試験検討は、令和2年度の本事業の報告書収載されている、EPA METHOD IO-3.5 をアレンジした方法として開発した「鉛の測定手法の開発・確認報告書」を参考にして、捕集方法としてろ過捕集方法と誘導結合プラズマ質量分析法 (ICP-MS 法) の組み合わせた方法を新しい手法として行った。

① Pb-1 実証確認結果

実証確認を実施した作業環境測定機関における定期の作業環境測定 (従来法) では、現行の作業環境測定基準に基づくろ過捕集方法と、現行の作業環境測定基準の関係通達において原子吸光光度法と同等以上の性能を有する分析装置による分析方法と解釈が示されている ICP-MS 分析方法の組み合わせによる測定が実施されていた。

また、実証確認試験のうち、分析を実施した作業環境測定機関は令和2年度までの本事業において、新たな測定手法の開発・確認を実施した測定機関であり、再現性は開発・確認時に十分な結果が得られていることから今年度の事業では再現性試験を省略※しており、今年度の実証確認試験は直接現場適用試験 (測定) からの実施となっている。

1) 再現性試験

※未実施 (分析実施機関が本新手法の開発・確認を担当している。)

2) 現場適用試験結果

現場適用試験の測定結果を表2-20にまとめる。従来法、新たな測定手法による測定共に測定値が定量下限値未満の測定値の測定点と定量下限値以上の測定値の測定点の両方が存在した。A 測定に関して、新たな測定手法による測定ではA 測定6点のうち、A 測定点④、⑤のみが、新たな測定手法に係る定量下限値 (0.005 mg/m³) 未満の測定値であった。それ以外のA 測定点①～③及び⑥の4点は、定量下限値以上の濃度の測定値が得られていた。従来法による測定では、A 測定点⑤のみが、新たな測定手法に係る定量下限値 (0.005 mg/m³) 未満の測定値であった。それ以外のA 測定点①～④及び⑥の5点では、定量下限値以上の濃度の測定値が得られていた。両測定方法による測定で共通して定量下限値以上の濃度が得られていた四つの測定点ごとに従来法と新たな測定手法による測定の測定値について比較したところ、従来法による測定値を基とした場合のその差の割合は-21.1%から12.2%の範囲となっていて、A 測定点①での差の割合が-6.4%であったほかは、すべて±10%の範囲から外れた結果となった。

一方、B 測定 (1点) については、従来法による測定の測定値で 0.053 mg/m³、新たな測定手法による測定の測定値で 0.030 mg/m³ という結果となり、従来法による測定値を基とした場合のその差の割合は-43.4%となっていた。

表 2-20 Pb-1 の現場適用試験の実施結果

測定点	捕集試料の測定結果 (mg/m ³)		現行法との差 ([N] - [S]) ÷ [S] (%) ※1	判定※2	標準物質の添加/無添加の捕集試料 測定値の差 ([N'] - [N]) ÷ [N] (%) ※3
	現行法 [S]	新測定手法 標準物質無添加の 捕集試料 [N]			
A測定	①	0.0078	0.0073	—	—
	②	0.0098	0.011	—	—
	③	0.019	0.015	—	—
	④	0.0065	<0.005	—	—
	⑤	<0.005	<0.005	—	—
	⑥	0.0059	0.0053	—	—
B測定	B1	0.053	0.030	—	—
	B2	—	—	—	—
幾何平均値	0.0081	0.0074	—		
幾何標準偏差	1.61	1.59	—		
第1評価値	0.0312	0.0280	—		
第2評価値	0.0114	0.0103	—		
平均値					
標準偏差					
変動係数 (%)					

※1 新測定手法による測定値がND(定量限界未満の分析値)ではなかった場合、捕集試料の新測定法による測定値から現行法による測定値を減じて、その差を現行法による測定値で除したものを百分率(%)で表示したもの。

※2 現行法との差の区分を示し、10%以下(≦10%)：○、10%超(>10%)：×としている。

※3 管理濃度(E)の1/2の濃度に相当する量の標準物質を添加した捕集試料の新測定手法での測定結果と添加した管理濃度の1/2の濃度を減じてその差を、添加した管理濃度の1/2の濃度で除したものを百分率(%)で表示したもの。本現場適用性試験は該当しない。

②Pb-2 実証確認結果

実証確認を実施した作業環境測定機関における定期の作業環境測定(従来法)では、現行の作業環境測定基準に基づくろ過捕集方法と、現行の作業環境測定基準の関係通達において原子吸光度法と同等以上の性能を有する分析装置による分析方法と解釈が示されている ICP-MS 分析方法の組み合わせによる測定が実施されていた。

また、実証確認試験のうち、分析を実施した作業環境測定機関は令和2年度までの本事業において、新たな測定手法の開発・確認を実施した測定機関であり、再現性は開発・確認時に十分な結果が得られていることから今年度の事業では再現性試験を省略※しており、今年度の実証確認試験は直接現場適用試験(測定)からの実施となっている。

1) 再現性試験

※未実施(分析実施機関が本新手法の開発・確認を担当している。)

2) 現場適用試験結果

現場適用試験の測定結果を**表2-21**にまとめる。従来法、新たな測定手法による測定共に A 測定6点において、それぞれの測定手法に係る定量下限値(0.005 mg/m³)未満の測定値であった。一方、B 測定1点については、従来法で0.034 mg/m³、新たな測定手法で0.037 mg/m³とほぼ同等の測定値が得られていた。

そこで実証確認の実施要領に基づき、A 測定6点における新たな測定手法による試料に対して、鉛の管理濃度の1/2相当濃度(0.025 mg/m³)となる量の鉛化合物を添加した試料を調製して分析を行ったところ、その測定値に基づく回収率は、104.0%~124.0%で、変動係数(CV)は5.9%と変動係数は設定した判定基準を満たすものであったが、A 測定点④、⑤以外の回収率はいずれも110%を超えていた。この結果は、ここで用いた分析法が暫定的な判定基準に照らして十分な再現性を持つものと直接の判定はしかねるものであり、事例個別の状況を踏まえた検討を行うことにした。その検討結果については後に記述する。

表 2-2 1 Pb-2 の現場適用試験の実施結果

測定点	捕集試料の測定結果 (mg/m ³)		現行法との差 ([N] - [S]) ÷ [S] (%) ※1	判定※2	標準物質の添加/無添加の捕集試料 測定値の差 ([N'] - [N]) ÷ [N] (%) ※3
	現行法[S]	新測定手法 標準物質無添加の 捕集試料 [N]			
A測定	①	<0.005	0.031	—	24.0
	②	<0.005	0.030	—	20.0
	③	<0.005	0.028	—	12.0
	④	<0.005	0.027	—	8.0
	⑤	<0.005	0.026	—	4.0
	⑥	<0.005	0.029	—	16.0
B測定	B1	0.034	—	○	—
	B2	—	—	—	—
幾何平均値	0.005	0.005	0.028		
幾何標準偏差	1.00	1.00	1.07		
第1評価値	0.0149	0.0149	0.0857		
第2評価値	0.00626	0.00626	0.0357		
平均値			0.0285		
標準偏差			0.0017		
変動係数 (%)			5.9		

※1 新測定手法による測定値がND(定量限界未満の分析値)ではなかった場合、捕集試料の新測定法による測定値から現行法による測定値を減じて、その差を現行法による測定値で除したものを百分率(%)で表示したもの。

※2 現行法との差の区分を示し、10%以下(≦10%)：○、10%超(>10%)：×としている。

※3 管理濃度(E)の1/2の濃度に相当する量の標準物質を添加した捕集試料の新測定手法での測定結果と添加した管理濃度の1/2の濃度を減じてその差を、添加した管理濃度の1/2の濃度で除したものを百分率(%)で表示したもの。

(7)アクリルアミド（管理濃度：0.1 mg/m³）

アクリルアミドの測定方法の比較試験検討は、平成 31 年度の本事業の報告書収載の OSHA PV2004 をアレンジした方法として開発した「アクリルアミドの測定手法の開発・確認報告書」を参考にして、捕集方法として固体捕集方法と高速液体クロマトグラフ分析法（HPLC 法）を組み合わせた手法により行った。

今年度のアクリルアミドの実証確認試験の測定結果については非掲載とする。詳細は 2.5 に述べる。

表2-2-2 実証確認試験の実施結果一覧表

No.	物質名 (管理濃度)	試験対象の手法 (新法/従来法)	事業場	実証確認試験結果の概要						備考※5 定量下限値の単位 mg/m ³ E:管理濃度
				再現性※1 (90~110%, CV10%以内)	現場の気中濃度 単位 mg/m ³	幾何平均値※2 (新法/従来法) 単位 mg/m ³	幾何標準偏差 (新法/従来法) 単位 mg/m ³	B測定値※3 (新法/従来法) 単位 mg/m ³	添加回収率※4 (90~110%, CV10%以内)	
1	ベリリウム (0.001mg/m ³)	ろ過捕集+ICP-MS/ ろ過捕集+ICP-MS	Be-1	94.0~103.0% (CV3.4%)	ND(<0.0001)	0.0001/0.0001	1.00/1.00	0.0001/0.0001	90.0~100.0% (CV3.5%)	新法の定量下限値0.0001 (1/10E相当)
2		ろ過捕集+ICP-MS/ ろ過捕集+ICP-AES	Be-2	80.0~100.0% (CV8.3%)	ND(<0.0001)	0.0001/0.0001	1.00/1.00	0.0001/0.0001	100.0% (CV0.0%)	新法の定量下限値0.0001 (1/10E相当)
3	クロム酸 (0.05mg/m ³)	固体捕集(アルカリ含 浸ブイーター)+ICP- MS/液体捕集+ICP-MS	Cr-1	100.0~104.0% (CV1.4%)	ND(<0.005)	0.005/0.005	1.00/1.00	0.005/0.005	102.3~107.6% (CV1.6%)	新法の定量下限値0.005 (1/10E相当)
4			Cr-2	99.6~101.3% (CV0.7%)	ND(<0.005)	0.005/0.005	1.00/1.00	0.005/0.005	93.6~96.8% (CV1.0%)	新法の定量下限値0.005 (1/10E相当)
5		ろ過捕集+ICP-MS/ ろ過捕集+ICP-MS	AS-1	開発機関分析	ND(<0.0003)	0.0003/0.0003(<0.0001)	1.00/1.00	0.0003/0.0003(<0.0001)	90.7~106.7% (CV6.2%)	新法の定量下限値0.0003 (1/10E相当)
6	砒素 (0.003mg/m ³)	ろ過捕集+ICP-MS/ ろ過捕集+水素化発生 装置付原子吸光法	AS-2	97.3~106.0% (CV3.3%)	ND(<0.0003)	0.0003/0.0003	1.00/1.00	0.0003/0.0003	98.0~102.7% (CV1.6%)	新法の定量下限値0.0003 (1/10E相当)
7			Cd-1	開発機関分析	ND(<0.005) (B測定のみ有)	0.005/0.005(<0.004)	1.00/1.00	0.005/0.005(0.006)	94.0~102.0% (CV2.8%)	新法の定量下限値0.005 (1/10E相当)
8	カドミウム (0.05mg/m ³)	ろ過捕集+ICP-MS/ ろ過捕集+ICP-MS	Cd-2	開発機関分析	ND(<0.005) (B測定のみ有)	0.005/0.005(0.0046)	1.00/1.36	0.005/0.005(0.0022)	95.6~104.8% (CV3.4%)	新法の定量下限値0.005 (1/10E相当)
9	五酸化バナジウム (0.03mg/m ³)	ろ過捕集+ICP-MS/ ろ過捕集+ICP-AES	V5-1	93.3% (CV0.0%)	ND(<0.003)	0.003/0.003	1.00/1.00	0.003/0.003	93.3~100.0% (CV2.3%)	新法の定量下限値0.003 (1/10E相当)
10		ろ過捕集+ICP-MS/ ろ過捕集+ICP-MS	V5-2	101.8~102.2% (CV0.1%)	ND(<0.003) (B測定のみ有)	0.003/0.003	1.00/1.00	0.045/0.046	113.3~126.7% (CV4.5%)	新法の定量下限値0.003 (1/10E相当)
11		ろ過捕集+ICP-MS/ ろ過捕集+ICP-MS	Pb-1	開発機関分析	有	0.0074/0.0081	1.59/1.61	0.030/0.053		新法の定量下限値0.005 (1/10E相当)
12	鉛(0.05mg/m ³)	ろ過捕集+ICP-MS/ ろ過捕集+ICP-MS	Pb-2	開発機関分析	ND(<0.005) (B測定のみ有)	0.005/0.005	1.00/1.00	0.037/0.034	104.0~124.0% (CV5.9%)	新法の定量下限値0.005 (1/10E相当)
13	アクリルアミド (0.1mg/m ³)	固体捕集+HPLC/固体捕 集及びろ過捕集+GC法	Aamd-1							

※1 新法の開発機関がこの度の分析を担当した場合には再現性試験はすでに精度担保(90~110%)できたことが確認済みのため、省略している。その場合は「開発機関分析」と記載している。

※2 測定時の気中濃度が定量下限値未満で、新法と従来法の定量下限値が異なる場合は、各々の幾何平均値を併記しているだけで比率は算出していない。単位は管理濃度と同じ。

※3 測定時の気中濃度が定量下限値未満で、新法と従来法の定量下限値が異なる場合は、各々のB測定値を併記しているだけで比率は算出していない。

※4 測定時の気中濃度が定量下限値以上検出された場合は、添加回収率の確認試験は不要(未実施)のため、セル内は斜線としている。単位は管理濃度と同じ。

※5 単位は管理濃度と同じ。

2. 5 新たな測定手法の現場適用の可否について

令和2年度に実施した実証確認試験において設定した現場適用の可否の判定基準を暫定的な判定基準とし、それを基にして今年度の実証確認試験の第一段階の判定を行った。その段階で可の判定とならなかった測定結果の試験に関しては、それぞれの試験の個別の状況を総合的に見直し、測定結果を委員会で検討して、暫定的な判定基準を準用して行った現場適用の可否は次のとおりとなった。

(1)再現性試験の判定基準

暫定的な判定基準として、管理濃度の1/2の濃度の空気を吸引し、それを処理して調製した最終試料液が含む量に相当する標準物質を加えた試料を分析した際の値に基づく回収率が設定濃度に対して90%以上110%以内であり、変動係数を10%以内となっていることとした。

(2)現場適用試験の判定基準

① 現場の気中濃度が一定濃度測定できた場合

一定精度が担保された測定値が得られたと判断された場合、適切な作業環境評価を行うことのできる測定方法と判定することとした。

具体的には、A測定、B測定を実施した際に、新しい測定方法による測定の結果を従来法による測定の結果と比較した時、測定値をはじめとして幾何平均値、幾何標準偏差等が設定基準内で一致することを原則とした。

測定値の一致については従来法の測定値を基とした新たな測定手法の測定値との差の割合が±10%以内としたが、先述のとおり幾何平均値、幾何標準偏差を含めた実際の測定結果から、測定値の差の割合が大きくなった場合は個々の試験の状況を総合的に考慮し、大きな差が発生した原因等を確認または推定した上で結果の妥当性を判断して適否を判定することとした。

① 現場の気中濃度が定量下限値未満の場合

原則として新測定手法の試料に一定量の標準物質を添加した試料に設定された濃度に対しての当該試料の測定値が設定濃度に対して90%以上110%以内であり、かつ変動係数が10%以内でとなっていることを原則とした。

また、上記①同様に一定量の標準物質を添加した捕集試料の設定濃度に対する測定値の差の割合が大きくなった場合は個別の原因等を確認・推定した上で結果の妥当性を判断して適否を判定することとした。

(3)判定結果

本事業の実証確認試験は測定対象物質毎に基本的に2つの現場において実施した。個々の現場の測定結果に基づいて新たな測定手法の現場適用の可否を次のとおり判定した。

① ベリリウムに係る新たな測定手法について

以下に述べる1) Be-1 及び2) Be-2 の実証確認結果を判定基準に照らして、ベリリウムに係る新たな測定手法であるろ過捕集方法と ICP-MS 法の組み合わせについては現場適用性有りと判定した。

1) Be-1 に係る測定現場について

測定対象物質の気中濃度が従来法による測定と新たな測定手法による測定 A、B の全測定で定量下限値未満であった。このため、新たな測定手法による測定は捕集試料に対し、気中濃度に換算したときに管理濃度の 1/2 相当濃度になる分量の標準ベリリウム化合物を添加して濃度調製した試料の添加回収率の確認を行った。

その結果は現場適用性の判定基準である再現性試験、添加回収率の確認実験共に測定結果は暫定的な判定基準を満たすものであった。

2) Be-2 に係る測定現場について

Be-1 同様に測定対象物質の気中濃度が従来法による測定と新たな測定手法による測定 A、B の全測定で定量下限値未満であった。このため、新たな測定手法による測定は捕集試料に対し、気中濃度に換算したときに管理濃度の 1/2 相当濃度になる分量の標準ベリリウム化合物を添加して濃度調製した試料の添加回収率の確認を行った。

その結果を確認したところ現場適用性の暫定的な判定基準のうち、再現性試験の実施結果は表 2-5 のとおりで、未使用の捕集材にベリリウムの管理濃度の 1/2 相当濃度(0.0005 mg/m³)となる量の標準ベリリウム化合物を添加した試料5つの分析値を設定値で除して得た回収率は、80.0%~100.0%、変動率 CV は 8.3%と 10%以内であった。暫定的な判定基準では回収率が 90.0%~110.0%の範囲を満たすこととしているが、回収率の試験を行った5つの試料のうち試料③の回収率が基準の 90% 以上を下回った 80.0%であった。一方、その測定値は、ベリリウムの管理濃度の 1/2 相当濃度(0.0005 mg/m³)に対して 0.0004 mg/m³であり、当該測定値の設定した最小桁位の数値が一つの違いが回収率に±20%影響することがわかる。

この点を精査するために再現性試験を実施した作業環境測定機関に再現性試験の結果のデータおよびその算出法の詳細を照会し、定量下限値の1桁小さい桁位での検証を試みた。

当該測定機関の測定では、本現場適用試験で設定している定量下限値の 0.0001 mg/m³に対して、当該精度に相当する 0.00001 mg/m³の桁まで検量線で濃度を読み取った結果を処理しているとのことであった。試料③の測定値は、ベリリウムの管理濃度の 1/2 相当濃度(0.0005 mg/m³)に対して 0.00044 mg/m³となっていて、それを四捨五入して 0.0004 mg/m³としたとの経緯の説明であった。

このことと併せて、その他の試料①、②、④、⑤の測定値についても 0.00001 mg/m³の桁までの測定値を確認したものを、上述の試料③含めて表 2-23 にまとめる。

表 2-23 Be-2 の A 測定点に係る新たな測定手法による再現性試験結果

	再現性確認用試料測定結果		特記事項
	測定値 (mg/m ³) ※1	回収率 (%) ※2	
①	0.00045	90.0	
②	0.00046	92.0	
③	0.00044	88.0	
④	0.00045	90.0	
⑤	0.00046	92.0	
⑥	—	—	
平均値	0.00045		
標準偏差	0.00001		
変動係数 (%)	2.2		

※1 管理濃度の 1/2 相当濃度(0.0005 mg/m³)に相当する標準物質のベリリウム化合物を添加した未捕集試料の分析値

※2 標準物質を添加した試料液の測定濃度の値を 0.0005 mg/m³で除したもの

本現場適用試験で設定している定量下限値は 0.001 mg/m³から、桁位を一つ下げた解析によっても試料③の測定値は回収率が 90%を担保できていない。しかしながら、桁位を一つ下げた解析全体の結果を俯瞰すると、その変動係数は比較的良好であり、添加回収率も暫定的な判定基準の下限に相当することが分かる。

定量下限値を現状の管理濃度の 1/10 ではなく 1/100 まで拡張する操作となるものではあるが、この定量下限値の拡張は作業環境測定において正しく作業環境評価の行うために求められる管理濃度の 1/10 を担保できている点を鑑み、試料③の測定値の 0.0004 mg/m³で回収率 80.0%(0.00044 mg/m³で回収率 88.0%)は測定値として不十分とは言えないもので、当該測定手法の暫定的な判定基準を準用した、適当な範囲内と認めることとした。これに基づき、Be-2 の現場適用試験結果は「適用性あり」と判定した。

② クロム酸に係る新たな測定手法について

Cr-1 及び Cr-2 に係る測定現場は、両現場の測定共に測定対象物質の気中濃度測定値が従来法による測定と新たな測定手法に依る測定 A、B の全測定点で定量下限値未満であった。そこで、新たな測定手法の捕集試料に管理濃度の 1/2 の気中濃度に相当するクロム化合物を添加して調製した試料の測定値を基に添加回収率を計算して確認を行った。

その結果、いずれも現場適用性の判定試験である再現性試験、添加回収率の確認実験共に測定結果は判定基準を満たすものであることが確認できた。

これに基づきクロム酸・重クロム酸に係る新たな測定手法である固体捕集(アルカリ含浸フィルター)法と ICP-MS 法の組み合わせについては現場適用性有り と判定した。

③ 砒素に係る新たな測定手法について

As-1 及び As-2 に係る測定現場は、両現場の測定共に測定対象物質の気中濃度測定値が従来法による測定と新たな測定手法に依る測定 A、B の全測定点で定量下限値未満であった。そこで、新たな測定手法の捕集試料に管理濃度の 1/2 の気中濃度に相当する砒素化合物を添加して調製した試料の測定値を基に添加回収率を計算して確認を行った。

その結果、いずれも現場適用性の判定試験である再現性試験、添加回収率の確認実験共に測定結果は判定基準を満たすものであることが確認できた。

これに基づき砒素に係る新たな測定手法であるろ過捕集法と ICP-MS 法の組み合わせについては現場適用性有り と判断した。

④ カドミウムに係る新たな測定手法について

カドミウムに係る新たな測定手法であるろ過捕集方法と ICP-MS 法の組み合わせについては現場適用性有り と判定した。

以下二つの測定現場、1) Cd-1 及び 2) Cd-2 での実証確認試験の結果の検証の概要を延べる。ここでは従来法と新しい手法の測定値の定量下限値の扱いに立ち戻った整理を行い、それに基づく修正・整理を受けて測定結果を見直し、従来法による測定と新たな測定手法による測定の測定値に、有意な差異は実質的に無いということを結論して、当該現場の実証確認測定における判定基準を満たしていると判定した。

1) Cd-1 に係る測定現場について

従来法による測定で B 測定点 B1 について定量下限値以上の測定値 0.0006 mg/m^3 が確認できていたが、それ以外の従来法による測定の残りの A 測定点 8 点と B 測定点 2 及び新測定手法による測定の測定点の全てで気中濃度測定値は定量下限値未満という結果であった。

この併行測定では、従来法による測定を実施した測定機関で現在実施している分析方法

が、実証確認対象の新たな測定手法の分析方法と同じ ICP-MS 法による分析方法と共通であり、新たな測定手法に基づく測定を実施した測定機関の実施内容と異なっている点は採取試料の前処理方法(従来法：抽出液量が少なくて済むマイクロウェーブ式、新たな測定手法：比較的抽出液量が多くなる湿式抽出)である。この前処理方法の違いに依存して最終試料溶液の量に差が生じ、連動して、定量下限値が 12.5 倍異なっている。具体的には前者は 0.0004 mg/m³で、後者は 0.005 mg/m³となっていた。

この事情を踏まえて、B 測定点 B1 では、従来法、新たな測定手法のいずれの測定による測定値共に、カドミウムの管理濃度の 1/10 以下相当の気中濃度(0.005 mg/m³)に当たる 0.005 mg/m³ (二つの方法の定量下限値の大きい方の値) を基準にして比較することが妥当であることが承認された。

これに基づいて、実証確認試験の実施結果一覧表内の「現場の気中濃度」欄の記載は「ND(<0.005)(B 測定のみ有)」と修正転記することとし、また、当該一覧表内の「従来法」による測定点の B1 測定点の測定値として「0.0006」と記載されている箇所は「<0.005(0.0006)」と補足追記して表記を整理した。

2) Cd-2 に係る測定現場について

従来法による測定点の A 測定点①及び B 測定点 B1 について測定値が、それぞれ 0.0008 mg/m³と 0.0022 mg/m³と、定量下限値以上の値で確認できていたが、それ以外の従来法の残りの A 測定点 4 点と B 測定点及び新測定手法による測定点の全てで気中濃度は定量下限値未満という結果であった。

この併行測定では、上記の「1) Cd に係る測定現場について」と同様に、従来法と新たな測定手法では測定結果についての定量下限値がそれぞれ、0.0004 mg/m³と 0.005 mg/m³と 12.5 倍の開きがあり、定量下限値未満の測定値の取り扱いは、表 2-1 5 内における表記については「1) Cd-1 に係る測定現場について」と同様とした。

⑤ 五酸化バナジウムに係る新たな測定手法について

以下の 1) V5-1 及び 2) V5-2 の実証確認結果を判定基準に照らして、五酸化バナジウムに係る新たな測定手法である「ろ過捕集方法と ICP-MS 法の組み合わせ」については現場適用性有りと判定した。

1) V5-1 に係る測定現場について

測定対象物質の気中濃度は従来法と新たな測定手法による測定点の A、B の全測定点で定量下限値未満の測定値であった。そこで、新たな測定手法の分析対象の捕集試料中のバナジウムの量が管理濃度の 1/2 に相当する気中濃度になるようなバナジウム化合物を加えて調製した試料の分析を行いそこから求めた測定値を基に添加回収率の確認を行った。

その結果は現場適用性の暫定的な判定基準である再現性試験、添加回収率の確認試験共に判定基準を満たすものであった。

2) V5-2に係る測定現場について

この測定現場では従来法による測定、新たな測定手法による測定共に B 測定でのみ定量下限値以上の測定値が得られていて、前者は 0.046 mg/m^3 、後者は 0.045 mg/m^3 であった。従来法での測定値を基とした時の新しい測定手法による測定値との差の割合は -3.5% であった。このことから、B 測定値については、同一測定点で同じ時間帯に測定(採取)して得られた測定結果として判定基準を満たしていた。

一方、A 測定点 5 点全てで従来法による測定、新たな測定手法による測定共に測定値は定量下限値 (0.003 mg/m^3) 未満であった。そこで、空気吸引捕集試料に管理濃度の $1/2$ の気中濃度 (0.015 mg/m^3) に相当する量の五酸化バナジウムを添加して、新たな測定手法により分析を行い、その分析値を基に回収率を求めたところ、A 測定点 5 点全てで添加量に相当する濃度を基にしたときの差の割合は高濃度側に $+10\%$ を超えていた。

暫定的な判定基準は、再現試験で用いた手順、すなわち、対象物質が全く存在しないろ紙を前提にして、そこに既知量の標準対象物質を添加した際の測定値を既知量である添加量と比較する方法をそのまま適用するものであり、実際の空気を吸引して調製した試料への対象物質の標準物質添加実験に対して「そのまま」適用することが必ずしも適切ではない現場が存在することも十分に考えられた。特に、対象物質の気中濃度が定量下限値に近い場合は、実測値と比較してフィードバックしながら評価基準を準用することが必要と考えられた。

また、B 測定点の測定値としては第 3 管理区分相当の濃度が検出されていた。このことから、A 測定点での標準物質添加—分析による回収率計算の数値には現場の気中に発散していた五酸化バナジウムの量が加わっていると解釈することが妥当とされた。さらに、この添加回収率試験の測定値の最小桁の数値は小さな値であって、この数値の「1」の違いが差の割合では 6.7% にあたること等から、単にこの差の割合の大きいことだけに着目して暫定的な判定基準により結論付けることは不適當とした。

これらのことを確認するために現場適用性試験を実施した測定機関に、新たな測定手法による測定の A 測定点①～⑤の測定値の生データ(分析素データ)について照会し、当該測定機関からあらためて出された該当する A 測定点に係るデータを整理し直した、新たな測定手法による現場適用試験結果を表 2-24 に示す。

表 2-24 V5-2 の A 測定点に係る新たな測定手法による現場適用試験結果

測定点		測定結果 (mg/m ³)			標準添加量 (0.015 mg/m ³)※との差 (%)
		無添加	標準添加	標準添加－無添加	
A測定	①	0.0017	0.0167	0.0150	0.0
	②	0.0017	0.0170	0.0153	2.0
	③	ND(<0.001)	0.0165	0.0165	10.0
	④	ND(<0.001)	0.0179	0.0179	19.3
	⑤	0.0029	0.0194	0.0165	10.0
	⑥	—	—	—	—
平均値		—	—	0.0162	
標準偏差		—	—	0.0010	
変動係数 (%)		—	—	6.2	

※ 五酸化バナジウムの管理濃度の 1/2 相当濃度

あらためて提出された V5-2 の測定現場の現場適用試験の実施結果(生データ：分析素データ)を確認したところ、従来法、新たな測定手法による測定共に、当該機関における実際の測定の定量下限値としては、提出された結果報告書に示されている管理濃度の 1/10 相当の気中濃度の 0.003 mg/m³を下回る、0.001 mg/m³が可能であり、これは管理濃度の 1/30 相当の気中の定量精度を持つことになることが判った。

この V5-2 測定現場での現場適用試験の実施結果について、扱う数値の桁位を一つ下げた再検証を行い、添加回収率の数値には現場の気中に発散していたバナジウムの量が加わっていると解釈することが妥当か否かについて考察した。標準物質の添加量に相当する気中濃度(0.015 mg/m³)との差 (%) を考慮すると、標準物質無添加の捕集試料に含まれる吸引空气中由来のバナジウム成分が、標準物質添加後の試料中のバナジウム量に反映していることが考えられ、かつ、当該データの平均値、標準偏差、変動係数を併せて考慮して、従来法に対する新たな測定手法による測定値の妥当性は「有り」と考えられた。

⑥ 鉛に係る新たな測定手法について

以下の 1) Pb-1 及び 2) Pb-2 の実証確認結果を暫定的な判定基準に照らして、鉛に係る新たな測定手法である「ろ過捕集方法と ICP-MS 法の組み合わせ」については現場適用性有り判定した。

1) Pb-1 に係る測定現場について

この測定現場では新しい測定手法による測定の A 測定 6 測定点のうち 4 測定点および B 測定点において気中濃度の定量下限値以上の測定値が確認できた。従来法による測定では、

A 測定点の 6 測定点のうち 5 測定点および B 測定点において気中濃度の定量下限値以上の測定値が確認できた。従来法による測定で定量下限値未満の測定値となった A 測定点は、新しい測定法による測定で定量下限値未満の測定値となった二つの測定点のうちの一つであった。

従来法の測定値を基とした新しい測定手法による測定値との差の割合が±10%以内であったのは、新しい測定手法による測定点 A 測定点で定量下限値以上の測定値が確認できた 4 測定点の内の測定点 1 (-6.4%) だけであり、その他は±10%の範囲を高濃度側に超えていた。また、B 測定点での定量値については従来法での測定値が 0.053 mg/m³ に対して新たな測定手法が 0.030 mg/m³ となっており、差の割合は-43.4%と比較的大きいものであった。一方、A 測定値全体をまとめて見ると、測定値の差の割合に対して、それらの幾何平均値は、従来法の 0.0081 mg/m³ に対して新たな測定手法では 0.0074 mg/m³ で、また、幾何標準偏差は 1.61 に対して 1.59 となっており、これらについては従来法と新たな測定手法に有意な差異は無いと判断できるとした。

A 測定点の各点ごとの測定値の差の割合の大小は、同じ時間帯における同一測定点での試料採取ではあるものの、試料採取時の諸条件(わずかな採取位置の違い、測定時の気流の状況等)による気中濃度の変動あるいは微量の分析での誤差の範囲と捉えても違和感がない程度といえる。さらに、測定値の分布の傾向が従来法に依った場合と新しい手法に依った場合で類似した傾向を示していることを考慮し、判定基準を準用して、現場適用性あり、と判断した。

一方、B 測定点の測定値の差の割合は試料採取時の諸条件の影響以外の要因も考慮することが妥当な大きさと判断された。また、A 測定点の分布が比較的大きなバラツキを示していることから、この測定現場では対象物質の鉛あるいはその化合物が、有意な量、不均一に発散していることが推定され、その結果採取位置の微妙な違いが測定値に大きな差異をもたらした可能性も考えられる。

これに対しては、従来法と新たな測定手法による測定それぞれの試料液を入れ替えて分析した結果が、元の測定値に近い値になっていれば分析手法に問題があるのではなく、試料採取時の諸条件による影響のもたらすバラツキであるということがより論理性を保つことができる意見も出された。当該分析はその意見の出された会議の 2 か月前に行われたものであり、かつ、このような検証を想定した試料の保存は実証検証を依頼した測定機関に求めてはいなかったことから困難であり、また会議での議論では、仮に保存されている試料について、分析方法を入れ替えて分析したとして、経時変化の影響の組み込みなど、捕集後速やかに相互入れ替えた分析を行ったと想定して得られた結果と同等の扱いが可能か否か等の問題も提起された。

以上のことから、この測定現場については、測定結果が試料採取時の諸条件による影響と範囲内であるか否かについて明確に確認できるだけの根拠は得られなかった。しかし、それらの影響等により、同じ測定点であっても従来法と新たな測定手法のそれぞれの測定による測定値の差異は、A 測定値については現場適用の可否に係る暫定的な判定項目にある幾何平均、幾何標準偏差、評価値から、上述の論旨を補完できるものと判断できるとした。

一方、B 測定値については当該測定値の比較だけしかできないため、先述の試料採取時の諸条件による影響との推測にとどまるが、A 測定点における従来法と新たな測定手法の差異の規則性を見ても、試料採取時の諸条件による影響は否めないと判断した。当該物質が不均一に発散していると推測される作業場における B 測定点の測定値、すなわち発生源と想定される場所の濃度としては、微妙な時間的、空間的差異が気中濃度の差として顕われたものと考えすることは不自然ではないと判断した。

2) Pb-2 に係る測定現場について

この測定現場は、上記⑤ 2) 五酸化バナジウムについての実証確認結果(V5-2)と同様に従来法による測定、新たな測定手法による測定の測定値共に B 測定でのみ定量下限値以上の測定値が得られていて、その値は従来法 0.034 mg/m³、新たな測定手法 0.037 mg/m³であった。

従来法による測定の測定値を基とした時の新しい測定手法による測定の測定値との差の割合は 8.8%であった。このことから、B 測定値については、基本的に同一測定点で同じ時間帯に測定(採取)して得られた測定結果として特段の問題点は無いと判断した。

一方、従来法による測定、新たな測定手法による測定共に A 測定の 6 測定点全てで測定値が定量下限値(0.005 mg/m³)未満の値であった。そこで、新たな測定手法による測定の捕集試料に、気中濃度に換算したとき管理濃度の 1/2 の濃度(0.025 mg/m³) に相当する量の鉛化合物を添加して測定値を求め、それを基に回収率を求めたところ、A 測定の測定点③と④以外の四つの測定点で、添加した標準物質の量を換算した濃度を基にしたときの差の割合は +10%を超えるものであった(表 2-19)。

この測定現場の場合、五酸化バナジウムの測定現場(V5-2)と同様に B 測定点の測定値として一定の濃度が検出されていたことも判断材料の一つとして、定量下限値未満と報告した測定点でも実際の分析時に定量下限値に近い気中濃度であった可能性が大きいと考えられた。それらを踏まえて、五酸化バナジウムの測定現場(V5-2)と同様に、この差の割合だけに着目して暫定的な判定基準に照らして判断することは不相当とされた。

従来法による測定と新しい測定手法による測定の両方の B 測定の測定値がほぼ等しくなっていることと、標準対象物質を添加した測定値が全体的にほぼ同等に大きくなっていて、0.025 mg/m³を添加して、0.026 mg/m³から 0.031 mg/m³である事から (0.001 mg/m³は 4%の差に相当)、この測定現場では対象物質の発生源付近を中心に、対象物質が有意に近い濃度で発散していることが示唆されるとの解釈もできると判断された。

これらのことを確認するために現場適用性試験を実施した測定機関に、新たな測定手法による測定の A 測定点①～⑥の生データ(分析素データ)について照会し、あらためて当該測定機関から提出された当該 A 測定点に係る新たな測定手法による現場適用試験結果を表 2-25 にまとめる。

表 2-25 Pb-2 の A 測定点に係る新たな測定手法による現場適用試験結果

測定点		測定結果 (mg/m ³)			標準添加量 (0.025 mg/m ³)※2 との差 (%)
		無添加※1	標準添加	標準添加－無添加	
A測定	①	0.0049	0.031	0.026	4.0
	②	0.0022	0.030	0.028	12.0
	③	0.0043	0.028	0.024	-4.0
	④	0.0019	0.027	0.025	0.0
	⑤	0.0022	0.026	0.024	-4.0
	⑥	0.0011	0.029	0.028	12.0
平均値		—	—	0.026	
標準偏差		—	—	0.0017	
変動係数 (%)		—	—	6.6	

※1 鉛の管理濃度の 1/10 相当濃度である 0.005mg/m³を当該測定手法の定量下限値とみなすため、本来の定量結果値とならず参考値となるが、ある程度の信頼性が得られる検出限界値以上の値である※2 鉛の管理濃度の 1/2 相当濃度

提出された Pb-2 の測定現場での現場適用試験の実施結果(生データ)に基づいて、標準物質添加－測定による回収率の計算の数値には現場の気中に発散していた鉛化合物の量が加わっていると解釈することが妥当か否かについて改めて検証を行った。そして、標準物質の添加量(気中濃度 0.025 mg/m³相当)と測定値との差 (%)を確認して、標準物質無添加の捕集試料に含まれる吸引した空気中の鉛成分が標準物質を添加した後の試料中の鉛量に影響を及ぼしていることが考えられ、かつ、当該データの平均値、標準偏差、変動係数を併せて考慮して、従来法による測定値に対する新たな測定手法による測定値は妥当性ありと判断した。

⑦ アクリルアミドに係る新たな測定手法について

アクリルアミドの実証確認は令和 2 年度に、今年度同様に 2 事業場において実施することとしていたが、実証確認を依頼していた 2 事業場のうち、1 事業場で、予定していたアクリルアミド取扱作業のスケジュールが変更となって、令和 2 年度の事業期間内に実施されなかったことから、1 事業場の実証確認にとどまっていた。

このため、今年度の事業計画に、1 事業場のアクリルアミドの実証確認を含めることで 2 事業場の実証確認の実施を完結させることとしていた。

なお、詳細については割愛するが、令和 2 年度に実施した 1 事業場のアクリルアミドの実証確認試験結果については、測定対象物質の気中濃度が従来法と新たな測定手法の A、B の全測定で定量下限値未満であり、新たな測定手法について標準物質を添加した試料の調製とその測定値と添加した標準物質の量から計算した回収率の確認を行って、現場適用性の

判定基準である再現性試験、添加回収率の確認実試験共に測定結果は判定基準を満たすものであったことが確認されている。

昨年度の事業から持ち越しとなったアクリルアミドに関する新測定法の実証確認事業の二つ目の実証確認試験については、昨年度に実施測定機関となった測定機関が、昨年度予定されていた事業場で測定を行い、その測定結果が令和4年1月19日に本委託事業事務局に届いた。ここで報告された内容は、「再現性試験」および「現場適用性試験の測定群」について、所定の測定結果が揃っていたものであった。報告された内容の一部については、事務局より測定機関に確認の問い合わせを行っている。

このアクリルアミドの現場適用性試験の報告内容については、令和4年2月22日の第三回委員会場で審議された。その結果、分析時の試料の取り扱いの手順の一部について、測定指針に示された方法が実行されたという確証の得られない部分があると判断された。この判断に基づき、アクリルアミドの実証試験の本年度実施分については、新手法の現場適用性の判定は行わないこととした。また、測定機関から提出された測定結果については、その全体を本報告書には掲載しないこととした。

このように、昨年度から引き継いだアクリルアミドの新測定法についての現場適用性の判定については、一つの現場(昨年分)で「適用可」の判定、もう一つの現場で「適用の可否の判定なし」となり、二つの現場適用性試験での「適用可」を満たさなかったことで、「適用可否の判定なし」とした。

(4)新たな測定手法の現場適用の可否について

実証確認対象とした7物質に係る新たな測定手法の現場適用の可否についての判定結果を表2-26の一覧表にまとめた。

表2-26 新たな測定手法の現場適用の可否に係る判定結果一覧

No.	物質名 (管理濃度)	試験対象の手法	事業場	実証確認の判定結果			現場適用性の可否	備考
				再現性	測定値、幾何平均値、幾何標準偏差等が概ね一致すること等	添加回収率		
1	ベリリウム (0.001 mg/m ³)	ろ過捕集+ICP-MS	Be-1	○	○	○	○	再現性については定量下限値0.0001 mg/m ³ に対して、当該精度の検量線で濃度を読み取った結果から確認した回収率等を判定において考慮した。
2			Be-2	○	○	○		
3	クロム酸 (0.05 mg/m ³)	固体捕集(アルカリ含浸フィルター)+ICP-MS	Cr-1	○	○	○	○	
4			Cr-2	○	○	○		
5	砒素 (0.003 mg/m ³)	ろ過捕集+ICP-MS	AS-1	○	○	○	○	
6			AS-2	○	○	○		
7	カドミウム (0.05 mg/m ³)	ろ過捕集+ICP-MS	Cd-1	○	○	○	○	
8			Cd-2	○	○	○		
9	五酸化バナジウム (0.03 mg/m ³)	ろ過捕集+ICP-MS	V5-1	○	○	○	○	標準物質添加+添加量/測定値比較実験の回収率は定量下限値0.0001 mg/m ³ に対して、当該精度の検量線で濃度を読み取った数値から、気中の五酸化バナジウム量の影響の有無等を推定した上で回収率等を評価し判定において考慮した。
10			V5-2	○	○	○		
11	鉛(0.05 mg/m ³)	ろ過捕集+ICP-MS	Pb-1	○	○	○	○	測定点ごとの従来法による測定と新たな測定手法による測定の測定値のばらつきについては試料採取時の諸条件による影響を推定考慮した。
12			Pb-2	○	○	○		
13	アクリルアミド (0.1 mg/m ³)	固体捕集+HPLC	Aamd-1					

3 実証確認結果に基づく測定手法の手順書等の作成

2の実証確認結果を踏まえ当該測定手法を作業環境測定基準別表の形式に、その詳細を作業環境測定ガイドブック(出版:(公社)日本作業環境測定協会)に準じた形式で最新の知見を踏まえた測定手法の手順書として作成した。

3. 1 作業環境測定基準別表の形式について

令和3年度に実施した実証確認の結果、現場適用可と判定した6物質に係る試料採取方法と分析方法を作業環境測定基準別表の形式にまとめた。

表3—1 新たな測定手法の作業環境評価基準別表形式

物の種類	試料採取方法	分析方法
ベリリウム及びその化合物	ろ過捕集方法	誘導結合プラズマ質量分析方法
クロム酸及びその化合物 (重クロム酸及びその化合物)	固体捕集方法※1	誘導結合プラズマ質量分析方法
砒素及びその化合物(アルシン 及び砒化ガリウムを除く。)	ろ過捕集方法	誘導結合プラズマ質量分析方法
カドミウム及びその化合物	ろ過捕集方法	誘導結合プラズマ質量分析方法
五酸化バナジウム	ろ過捕集方法	誘導結合プラズマ質量分析方法
鉛及びその化合物※2	ろ過捕集方法	誘導結合プラズマ質量分析方法

※1 アルカリ含浸フィルター

※2 鉛及びその化合物の試料採取方法は作業環境測定基準別表形式ではないが本委託事業では別表形式とした。

3. 2 作業環境測定ガイドブック(出版:(公社)日本作業環境測定協会)に準じた形式による手順書について

令和3年度に実施した実証確認の結果、現場適用可と判定した実証確認対象とした6物質に係る具体的な測定方法について、次のとおり作業環境測定ガイドブック(出版:(公社)日本作業環境測定協会)に準じた形式による手順書の形式に別紙のとおりまとめた。

IV 総括

本事業は平成30年度から始まった事業で、本年度で4年目であるが、初めの2年間は主として、作業環境測定に係る新たな測定手法の調査、開発・確認であり、3年目の前年度は、調査と開発に加え、実証確認試験が始まった。

今年度事業では、昨年度から事業に追加された開発・確認された新たな測定手法の現場適用性の可否を判定する実証確認試験について、実証確認対象を、3物質6現場から6物質12現場に拡大して実施した。さらに、令和2年度に実証確認が計画されていたが事業場との調整の問題から実施できなかった1物質1現場を追加して、合計7物質13現場で実施した。

実証確認は、これまで実験室レベルで開発・確認された新たな測定手法から、開発要件を満たしたものの、かつ、作業環境測定実施状況、作業環境測定機関が保有している分析装置等の状況から優先度を鑑み選定した当該測定手法について、実験室レベルでの開発・確認結果の再現性試験及び実際の作業環境測定の現場において現行の作業環境測定基準に基づき行われている試料採取方法と分析方法との併行測定等を実施する現場適用性試験を実施し、その結果を本事業の中で検討した判定基準に照らして当該測定手法の現場適用性の可否の判定することとした。

7物質13現場における判定結果は、6物質(12現場)に関し、基本的に再現性試験、現場適用性試験共に判定基準を満たしたと判断できる結果であったことから、6物質(ベリリウム、クロム酸(重クロム酸)、砒素、カドミウム、五酸化バナジウム、鉛)について現場適用性ありと判定した。

新たな測定手法については実験室レベルの開発・確認が基本ではあるが、開発・確認を行った者だけが行える方法では普及しない。また、実際の作業環境の現場における試料採取から分析までの一連の操作より得られた結果が、現行の作業環境測定手法と同等以上の性能を有していなければ作業環境測定において精度を確保した結果が得られず、適切な作業環境管理が成せないこととなる。このため、開発・確認した新たな測定手法について実証確認を実施したが、今後、同様に新たな測定手法を開発した際にも実証確認は必須と考える。

また、これまで開発・確認した新たな測定手法の開発要件は基本的に厚生労働省が実施している化学物質のリスク評価事業の中でリスク評価対象物質に係る測定方法を開発する際の実証確認要件等に倣ったものであることから、現在のところ作業環境測定基準に規定される性能を有する試料採取方法と分析方法の組み合わせとして精査するに必要な要件を備えているものとするため、作業環境測定機関が自ら新たな測定手法の開発・確認される際の参考になれば幸いである。また、実証確認についても同様であるが、今後の測定技術の進歩等に合せて、さらに第三者による検証や現場適用を経て実用に供されることが望ましいと考える。

これらの検討結果を踏まえ本事業が今後さらに充実した成果につながるよう願ってやまない。