

平成18年度環境測定分析統一精度管理

ブロック会議（関東甲信静）における主な質問と回答

1. 日時：平成18年8月24日（木）13：30～16：40

2. 場所：With You さいたま 研修室1

3. ディスカッション

（座）：座長、（参）：参加者、（助）：助言者又は有識者

（座）それでは、本題に入るが、先ほど三名の講師（環境省、日環センター、有識者）からご説明をいただいたが、このことに関して質問があればお願いしたい。色々説明いただいているので、この機会に聞いておきたいこと、疑問などがあればお願いしたい。

（座）まず、日環センターにご説明いただいた中で、いくつか「計算間違い」とういのがあった。あれは、どのような段階で分かるか。日環センターでチェックして分かるか。

（助）参加機関へのアンケートとともに、専門の先生に分析条件やクロマトグラム等から見ていただいている。アンケートが戻ってこないものも、専門の先生に見てもらい、間違いが分かるものもある。

（座）何倍希釈とかの点での間違いもあるか。

（助）自分でやっていて、計算上入れてなかったり、たまたま計算上忘れていたりする。アンケートすると単純な計算間違いが分かるものもある。

（座）一つは各機関において、精度管理担当者個人のレベルでデータを出すか、内部チェックしてもらって出すかによっても変わるか。平成17年度の精度管理ではどうでしたか。

（参）一応のチェックはするが、計算まではやっていない。人数が少なく、そこまでできない。

（参）担当職員が数字を出した後、上司がチェックするが、分析担当ではないこともあり、実際は担当者個人に任された数字が出てしまう。実際外れ値が出る事もあり、外れ値が出るとアンケートが送られてくるので、対処について再度話し合いをもっている。

（参）結果の確認等基本的なことを分析者以外の者がやり、上司が測定結果の確認をし、担当に戻している。

（座）本来なら、内部でチェックする必要がある。他の仕事もあり、できないこともあるかとは思いますが、計算間違いが数件ずつあるのは問題なのでは。普段の仕事でもそういうことが起きる可能性もあるので、それぞれの機関で検討して欲しい。

（座）他に何か。水の分析に重金属を扱っている方はいるか。この場で聞きたいことなどないか。

（参）精度管理の分析用にいただいている水試料の量を、増やしてもらえないか。濃縮した

くても濃縮濃度が上げられず、外れ値へのアンケートに答えることになってしまった。

(助) 水試料は現在ワンバッチで最大のタンクで作っている。参加機関数が多く、一機関500ミリットルを2本か3本が限界である。このため、実施要領では3回の平行測定のやり方、方法が書いてある。機関数が減れば、もっと送れるのだが。

(座) それでは、あらかじめいただいた質問について、説明をお願いしたい。

(参) ほう素のメチレンブルー吸光光度法による測定において、25件中23件が棄却されている。当所でメチレンブルーでも測定したが、真っ青になり測定にならなかった。アルカリ融解は、概ね目標値に近い値が出たが、硝酸イオンでは、同様の発色を見た。JISの報告書の中で、界面活性剤の備考欄には、硝酸イオンなどは測定を妨害するとの記載があるが、ほう素の測定には何も書いてないので、備考欄記載等していただけるようお願いしたい。

(座) JISには働きかけられるものなか？

(助) 確実に硝酸イオンの関係で外れ値が出るので、話す必要がある。事実関係を確認したい。

(助) 最近ではICP-MS等でほう素も他の重金属と同時に測定することが多くなったので、試料溶液に硝酸を添加する場合があります、それをメチレンブルー吸光光度法で測定すると今回のような結果となった。JISの改正案はちょうどこれから審議される予定だと思いますので、メチレンブルー吸光光度法では硝酸を添加してはいけないことを追加する方向で、検討してみます。

(座) JISも分かっているようである。特別な働きかけをしなくても、入りそうである。

続いて、次の事前に提出いただいた質問をお願いしたい。

(参) 一つめは、ほう素であり、報告書の中では、アゾメチンH法は数が少ないがよい結果が出ている。JISが改正されることを踏まえて、環境省から経産省に助言するなど、データを有効に使って欲しい。

また、今回調査してみて、分析法で注意点等気づいた点があれば助言していただきたい。

(助) 環境省が直接決めるわけではないが、結果について働きかけたい。

(座) この調査には約500の機関が参加している。情報としては多いだろう。

(助) このような調査では日本で一番大きく、説得力はかなりあり、技術力向上の指標にも使えるのではないか。

(座) 会議での意見が少しでもJISに反映されると、やる方の動機付けにもなっていだろう。

(助) ほう素の注意点として、アドメチンHはメチレンブルーに比べて操作が単純で、ミスや汚染が少ない。強く押す人もいるが、感度が低く、この点で難しい。ほう素で今回問題になったのは、硝酸の関係とICPのメモリー効果である。問題解決には、洗浄することに尽きるのだが、ほう素はメモリー効果が特に大きい。また、ICP-MSはICP発光と比べるとブランクが見えやすかった。どちらの問題も、洗浄方法を変える等の問題点や原因を認識し、メモリーに対しても対策を考えていけば避けられるものである。

(参) ICP-MSは簡単な前処理をして、すぐに操作にかけた方がいいか。色々な操作を

して負担をかけるより、サンプルに近い状態で結果を出した方がいいか。

(助) ろ過など必要最低限の前処理は必要であるが、なるべく単純にした方が精度は高く出る。

(参) アドメチンHに関して、試薬の量が多い気がする。アメリカの土壤委員会の分析方法を見ると、アドメチンHの量が10分の1位で少ないようなのだが、必要量は決まっているか。

(助) アドメチンHは実施したことがないので分からない。

(座) どなたか分かる方はいないか。

特にいないようだが、そちらで濃度を変えてやってみてはいかがか。

次の質問をお願いしたい。

(参) ベンゾフェノンの分析結果を見ると、分析回数が増えれば増えると分析結果が高くなっているようにも見えるが、サンプルサイズを減らして回数を増やしたか。室内はよくても室間だと精度が悪いのは何か原因があるか。

(助) 室内測定回数1、2、3、4、5、6回以上では、4回と6回以上において平均値が若干高く、ご指摘のような傾向に見えるが、統計的には有意となっておらず、また回数と平均値には一定の傾向も見られていないと考えられる。

室内精度と室間精度の関係としては、明らかな一定の傾向は見られないが、室内精度 CVが2%未満の場合には、ベンゾフェノンも含めてすべての項目とも室間精度が良い結果となっている。精度良く分析するための要因としては、内標準法による定量や重水素化合物内標準物質(サロゲート)を使用すること等が挙げられる。これらの要因は、全体の精度が良い水質試料では明らかでない(統計的に有意でない)こともあるが、傾向として現れている。

(座) それは、有意な差はないということのようである。

次の質問であるダイオキシン調査は何人かの方がやっておられるようだが、説明をお願いしたい。

(参) 調査結果を見てだが、DL-PCBsのブランクが高いものについて、原因追及などはしないか。

(助) 確かに、高い結果のものがある。質問にもあるように原因の一つとして、ガラス器具の汚染が考えられる。これは通常の超音波洗浄程度では落ちないようである。また、ガラス器具に関連してだが、エバーポレーターの冷却部分に汚れが残るようであるので、溶媒を流す洗浄をしていただきたい。

(参) 公的機関ではブランクはないようだが、民間には多いことも考えられる。常時監視の発注がそのような機関に当たってしまうと、自分たちに跳ね返ってしまう。測定結果が使えず、契約不履行になることもあるので、ブランクが高かったところに対して、日環センターから一言言っていただきたい。

(助) 調査結果の対応については事前に明示する必要があるので、すぐに対応するのは難しいと考えている。

(座) 最近、どこの自治体も委託は入札であり、安いところへ流れるのが止められないが、

相手のクオリティーが高くなく、こちらにフィードバックしてくることもあるのが大きな問題だろう。

(参) 入札の資格をかけるのに、環境省(受注資格)や経産省(MLAP)の審査を通っていることが前提であるので、そちらをきちんとして欲しい。

(座) 次の質問、結果入力の説明をお願いしたい。

(参) 昨日の説明会でも話があったが、ホームページに入力する際、入力ミスがある。外れ値の理由にもみられる。ダイオキシンでは膨大な量を打ち込んでいて、煩雑で負担である。入力した値のTEQを表示するなど、入力したときに間違っただかを確認できる仕組みがあるといいのではないか。入力ミスを未然に防げるようにして欲しい。

(座) 入力を自動計算するなどと言うことか。

(参) そういうことである。今は確認しながら入力している。確定を押さなければ、何回でも入力し直せるとの説明があったが、間違いが発見できるものでもない。

(助) TEQは1、2年前まで求めていなかったが、皆さんから要望があり、参加機関が計算した値を入力するようになった。また、去年から要望により、複数回のデータを入力するようになっている。入力することも結果報告であり、電話等による修正はできないことになっている。

(参) 入力したときに、入力した値を元にしたTEQの数字を表示してもらえると、自分たちが出した数値と、打ち込んだ数字との違いが分かり、入力間違いが減るのではないか。

(助) 今回すぐに対応はできないが、システム上は可能だろう。しかし、それがよいかどうかは別問題と考えている。

(参) このとき表示される数字はチェックだけの意味である。最終的に数字が合えば、安心である。

(助) 今のお話は、今後検討させていただきたい。

(参) 入力の目安として、考えていただきたい。要望である。

(座) 今後ご検討いただけると言うことである。

以上が予めいただいた質問であるが、全体を通して、その他何かご質問、要望等はないか。

(参) 現在環境省で立てている長期計画は今年度までだが、19年度以降は決まっているか。

(助) 5か年計画のことだと思うが、現在作成中である。年内には何とか公表したいと考えている。

(座) 他になければ、これで終わりにしたい。御協力、ありがとうございました。