ご報告先: 環境省 殿

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物 測定方法調査業務

報告書

令和5年3月

株式会社島津テクノリサーチ

目次

1.	. 業務概要	1
	1.1 業務名称	1
	1.2 業務目的	1
	1.3 業務内容	1
	1.3.1 現行マニュアルの検証	1
	1.3.2 検討会の設置及び運営	2
	1.3.3 マニュアル改訂案の作成	2
	1.3.4 報告書の作成	2
	1.4 業務履行期間	3
	1.5 業務発注者	3
	1.6 業務請負者	3
	1.7 成果物	3
2.	!. 現行マニュアルの検証	5
	2.1 環境省及び地方公共団体における六価クロム化合物測定結果の解析	5
	2.1.1 令和3年度大気中六価クロム化合物測定結果	5
	2.1.2 同一地点の測定結果	5
	2.2 測定業者へのヒアリング	9
	2.2.1 概要	g
	2.2.2 ヒアリング結果	
	2.3 実地測定によるマニュアル改善点の検討	
	2.3.1 概要	16
	2.3.2 採取地点及び日程	16
	2.3.3 測定方法	19
	2.3.4 測定結果	20
	2.4 追加的業務	
	2.4.1 採取中のトラベルブランクの管理方法比較	
	2.4.2 アルカリ含浸フィルタの保管期間によるブランク値の検討検討	
3.	3. 検討会の設置·運営	
	3.1 第一回検討会	
	3.2 第二回検討会	
	3.3 第三回検討会	
	3.4 三者打ち合わせの開催	
4.	l. マニュアル改訂案	
	4.1 方針	
	4.1.1 検討会での議論を踏まえた変更点	
	4.1.2 技術的課題以外の変更点	34

添付資料 1 現行マニュアル 課題一覧表(本業務開始時点)

添付資料 2 令和 3 年度 六価クロム化合物測定結果

添付資料3 令和3年度 六価クロム化合物測定実施機関へのヒアリング結果

添付資料 4 検討会議事録

添付資料 5 打ち合わせ 議事メモ

添付資料 6 マニュアル改訂案

添付資料 7 現行マニュアルと改訂マニュアルの対比

1. 業務概要

1.1 業務名称

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査業務

1.2 業務目的

近年、ベンゼン等の多種多様な有害大気汚染物質が、低濃度ではあるが大気中から検出されており、これらの物質に長期間にわたって曝露することによる健康影響が懸念されている。クロムについては、平成22年10月15日付け中央環境審議会答申「今後の有害大気汚染物質対策のあり方について(第九次答申)」において、「クロム及び三価クロム化合物」と「六価クロム化合物」が優先取組物質として提言されているところであり、六価クロム化合物については、平成31年3月に改訂された有害大気汚染物質等測定方法マニュアル(以下「マニュアル」という)にその測定方法が記載されている。しかし、六価クロム化合物は還元されやすく大気試料の捕集中にも形態の変化を生ずること等から、クロムを形態別に捕集分析することは困難であるとして、地方公共団体における有害大気汚染物質の測定においては、全てのクロム化合物を測定対象としている。

当社では「令和 3 年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査業務」(以下、昨年度業務。詳細は業務報告書を参照: https://www.env.go.jp/content/000038931.pdf)において、マニュアルの課題を抽出して検討実験や検討会での議事運営等を行い、一部の課題についてはマニュアル改訂の方向性を定めた(添付資料 1)。本業務では昨年度業務に引き続き、六価クロム化合物を再現良く定量できるようマニュアルの課題を解決し、マニュアル改訂案を提案することを目的とする。

1.3 業務内容

1.3.1 現行マニュアルの検証

① 環境省及び地方公共団体における六価クロム化合物測定結果の解析

令和3年度の「有害大気汚染物質等モニタリング調査業務」において、地方公共団体が六価クロム化合物の測定を行う際に環境省が同時に六価クロム化合物の測定を行っている。これらの結果を比較し、浮遊粒子状物質(以下、SPM)量や湿度、クロム及びその化合物濃度等と六価クロム化合物濃度との関係を解析することで、マニュアルの測定方法の課題の解決方法を検討した。

② 測定業者へのヒアリング

昨年度業務におけるヒアリング結果を踏まえつつ、令和3年度の「有害大気汚染物質等モニタリング調査業務」において実測を行った業者、地方公共団体等ヘヒアリングを行うことで、 検量線の希釈系列の作成方法等の手技も含めた測定条件の差異などの情報や、マニュアルの記載に対する意見を集約した。

③ 実地測定によるマニュアル改善点の検討

環境省が大阪府立環境農林水産総合研究所(以下、環農水研)に委託している「令和4年度大気粉じん中のクロムの形態別測定方法の誤差要因調査業務」と連携して、複数の事業者と同時に同一地点(夏期に1地点)で2回の試料採取を実施し、一般大気中の全クロム濃

度及び六価クロム化合物濃度を測定した。

④ 追加的業務

(1) 試料採取中のトラベルブランク管理方法の比較

昨年度業務におけるヒアリング結果を踏まえ、各事業者が実際に行っているトラベルブランク管理方法を3法に大別し、夏季に採取中の温度をモニタしながら、実際のトラベルブランク値を比較し、各法の問題点の有無を確認した。

(2)アルカリ含浸フィルタの保管期間によるブランク値の検討

アルカリ含浸フィルタの作成後の保管期間を明らかにするため、ブランク値を作成直後、約1週間後、約2週間後、約1ヶ月後(各 n=5)に確認し、マニュアルの操作ブランクの目標値 $(0.04 \text{ ng/m}^3 \text{以下})$ に収まるか調べた。

①~④の事項については、1.3.2 に示す「令和 4 年度大気粉じん中六価クロム化合物測定 方法調査検討会」(以下「検討会」という。)において検討委員と細部事項の検討を行った。特 に、既存のマニュアルに記載されていない方法を導入する場合は、検討会において十分な議 論を行った。また、既存のマニュアルに記載されている方法を用いる場合であっても、最新の 技術水準を考慮して、必要に応じて改訂を行った。

1.3.2 検討会の設置及び運営

上記 1.3.1 に関して専門家からの助言等を得るため、検討会を設置し開催した(3 回、各 2 時間程度)。検討委員は10名とし、環境省と調整し選定した。

具体的には、検討会の運営事務局を務め、環境省と協議しながら、委員への説明・質疑応答(検討会開催前の事前説明)、日程調整、委員への旅費(国家公務員等の旅費に関する法律に基づき支給:3~6級相当)及び謝金(17,700円/人日)の支払い、検討会資料(50頁程度)の作成等の運営事務、議事録及び議事概要の作成等の取りまとめ事務を行った。

なお、検討会は感染症の流行状況等を鑑み、環境省で使用している Web 会議システム (Webex Meeting)を用いたオンライン開催とした。

1.3.3 マニュアル改訂案の作成

上記 1.3.1 及び 1.3.2 で得られた成果を踏まえ、マニュアル改訂案を作成した。

1.3.4 報告書の作成

上記 1.3.1~1.3.3 の内容を取りまとめ、報告書を作成した。

1.4 業務履行期間

令和4年7月6日~令和5年3月28日

1.5 業務発注者

名称 : 環境省 水·大気環境局 大気環境課

住所: 東京都千代田区霞が関 1-2-2

1.6 業務請負者

名称 : 株式会社 島津テクノリサーチ

住所: 京都府京都市中京区西ノ京下合町1

TEL : 075-811-3184 FAX : 075-821-7837

1.7 成果物

紙媒体:報告書 11部(A4版、200頁程度)

電子媒体:報告書及び検討会資料の電子データを収納した DVD-R 3式

提出場所:環境省 水・大気環境局 大気環境課

表 1-1 令和 4 年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会委員名簿 (敬称略、五十音順)

氏 名	所属
V T1 >+	公立大学法人 大阪公立大学
今村 清	研究推進機構 客員研究員
	一般財団法人 上越環境科学センター
加藤 正博	技術部 検査二課 課長
堅怯 少五	公益社団法人 日本環境技術協会
賢持 省吾	常務委員
*/ +	奈良県景観・環境総合センター
杉本 恭利	統括主任研究員
₩ + #	学校法人 中部大学大学院
鈴木 茂 	応用生物科学研究科 応用生物学部 客員教授
口: 息 油	国立研究開発法人 国立環境研究所 環境リスク・健康領域
田邊潔	基盤計測センター 客員研究員
西村 理恵	地方独立行政法人 大阪府立環境農林水産総合研究所
四州上区	環境研究部 環境調査グループ 総括主査
根津 豊彦	元 神戸市立工業高等専門学校
1以件 豆炒	応用化学科 教授
森田 昌敏	国立大学法人 愛媛大学
<u></u> МН НЖ	農学部 客員教授
 山川 茜	国立研究開発法人 国立環境研究所 環境リスク・健康領域
PH/11 PH	基盤計測センター 環境標準研究室 主任研究員

2. 現行マニュアルの検証

2.1 環境省及び地方公共団体における六価クロム化合物測定結果の解析

2.1.1 令和3年度大気中六価クロム化合物測定結果

昨年度業務では、令和元年度及び令和 2 年度の大気粉じん中六価クロム化合物の測定結果について集計・解析を行った。今年度は、令和 3 年度の自治体(14 自治体 45 地点)及び環境省(16 地点)による計 57 地点分(重複地点あり)の大気粉じん中六価クロム化合物の測定結果について集計を行い、添付資料 2 に整理した。

2.1.1.1 六価クロムとクロム及びその化合物の相関について

六価クロム測定結果とクロム及びその化合物(以下、全クロム)測定結果の相関は図 2.1-1 のとおりであった。この結果より、六価クロムは全クロムの数分の一~数 10 分の一であること、また、ほとんどの採取地点・測定月で六価クロム濃度が EPA の 10^{-5} リスクレベル基準である 0.8 ng/m^3 を下回っていることが分かる。なお、六価クロム濃度が 0.8 ng/m^3 を超える結果は、全て特定の 2 地点(国設川崎局(環境省東ブロック)と池上測定局(川崎市))で得られたものであった。

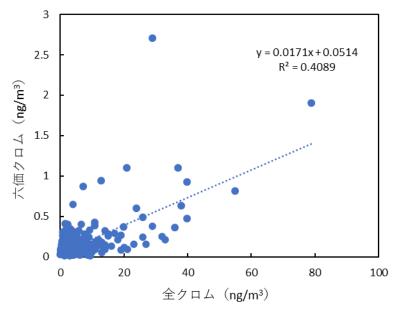


図 2.1-1 気温とトラベルブランク値の関係

2.1.2 同一地点の測定結果

令和3年度に自治体と環境省が同一地点で(可能な限り同一日に採取し)測定を行った4地点について、測定結果を比較した(表 2.1-1、表 2.1-2 及び図 2.1-2)。本測定を実施した事業者の中に、「『大気粉じん中のクロムの形態別測定方法』に関する留意事項について(周知)」(事務連絡、令和4年4月26日、環境省水・大気環境局大気環境課)(以下、事務連絡)の留意事項が遵守できていない事業者が含まれていること、また、同一日採取で自治体・環境省の双方が定量下限値を上回る測定結果である採取地点・測定月が少ないことから、令和3年度の同一地点での測定結果だけで室間再現性を評価するのは困難と判断した。

表 2.1-1 六価クロム化合物 同一地点測定結果(その 1)

a)土浦中村南局

測定主体	実施月	_	令和3年4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	令和4年1月	2月	3月
	調査時期(日時)	開始	4月8日 9:55	5月11日 15:05	6月2日 11:25	7月6日 15:00	8月5日 10:40	9月1日 15:55	10月7日 15:35	11月4日 10:25	12月9日 9:30	1月4日 9:50	2月1日 10:25	3月1日 10:24
	調宜时期(口吋)	終了	4月9日 9:55	5月12日 15:05	6月3日 11:25	7月7日 15:00	8月6日 10:40	9月2日 15:55	10月8日 15:35	11月5日 10:25	12月10日 9:30	1月5日 9:50	2月2日 10:25	3月2日 10:24
		開始	4月13日	5月18日	6月4日	7月8日	8月7日	9月9日	10月13日	11月12日	12月14日	1月8日	2月8日	3月9日
	刀们时朔(口)	終了	4月14日	5月19日	6月5日	7月9日	8月8日	9月10日	10月14日	11月13日	12月15日	1月9日	2月9日	3月10日
自治体	測定方法	-	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC						
	六価クロム	ng/m3	0.008 *	0.004 *	0.064	0.063	0.042	0.11	0.029	0.001 ND	0.017	0.014	0.023	0.062
	トラベルブランク	ng/m3	0.001 ND	0.001 ND	0.001 ND	0.022	0.008 *	0.026						
		ng/m3	0.001 ND	0.001 ND	0.001 ND	0.021	0.008 *	0.027						
	検出下限	ng/m3	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003
	調査時期(日時) 開	開始	4月21日 13:25	5月18日 13:30	6月15日 13:30	7月13日 13:25	8月17日 13:25	9月14日 13:15	10月19日 13:25	11月16日 13:20	12月14日 13:30	1月18日 13:40	2月15日 13:30	3月9日 13:20
	神且时粉(口时)	終了	4月22日 13:25	5月19日 13:30	6月16日 13:30	7月14日 13:25	8月18日 13:25	9月15日 13:15	10月20日 13:25	11月17日 13:20	12月15日 13:30	1月19日 13:40	2月16日 13:30	3月10日 13:20
	分析時期(日)	開始	4月23日	5月20日	6月17日	7月15日	8月19日	9月16日	10月21日	11月18日	12月16日	1月20日	2月17日	3月11日
		終了	4月27日	5月27日	6月25日	7月26日	8月26日	9月22日	10月22日	11月25日	12月21日	1月25日	2月21日	3月25日
環境省	測定方法	-	IC-ICP-MS	IC-ICP-MS	IC-ICP-MS	IC-ICP-MS	IC-ICP-MS	IC-ICP-MS						
	六価クロム	ng/m3	0.096	0.26	0.22	0.28	0.23	0.11	0.16	0.094	0.17	0.065	0.19	0.084
	トラベルブランク	ng/m3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.021	-	-
	操作ブランク	ng/m3	0.016	0.006 ND	0.016 *	0.018 *	0.023 *	0.028	0.021	0.021 *	0.020 *	0.017	0.019 *	0.004 ND
	検出下限	ng/m3	0.004	0.011	0.005	0.007	0.007	0.006	0.006	0.012	0.010	0.004	0.006	0.007

b)左京局

測定主体	実施月	l –	令和3年4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	令和4年1月	2月	3月
MACILITY		開始	4月22日 11:48		6月2日 10:40	7月5日 11:09	8月30日 11:31	9月28日 11:11	10月13日 11:55	11月25日 11:48	= =	1月12日 11:00	2月8日 11:15	3月1日 10:54
		終了	4月23日 11:48	5月14日 10:50	6月3日 10:40	7月6日 11:09	8月31日 11:31	9月29日 11:11	10月14日 11:55	11月26日 11:48	12月14日 10:46	1月13日 11:00	2月9日 11:15	3月2日 10:54
	分析時期(日)	開始	5月26日	5月26日	6月8日	7月12日	9月8日	10月7日	10月18日	12月2日	12月20日	1月20日	2月16日	3月7日
	万何时期(口)	終了	5月27日	5月27日	6月9日	7月13日	9月9日	10月8日	10月19日	12月3日	12月21日	1月21日	2月17日	3月8日
自治体	測定方法	-	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC
		ng/m3	欠測	0.009 ND	0.053 *	0.045 *	欠測	0.011 ND	欠測	0.048	0.011 ND	0.026 *	0.028 *	0.027 *
	トラベルブランク	ng/m3	0.075	0.079	0.047 *	0.069	0.018 *	0.011 ND	0.026 *	0.035	0.032 *	0.022 *	0.029 *	0.006 ND
	操作ブランク	ng/m3	0.030 *	0.033 *	0.035 *	0.079	0.008 ND	0.028 *	0.026 *	0.016 *	0.036 *	0.017 *	0.010 ND	0.013 *
	検出下限	ng/m3	0.019	0.017	0.019	0.014	0.017	0.022	0.020	0.009	0.021	0.015	0.021	0.011
	調査時期(日時) 開始	開始	4月22日 11:12	5月13日 9:55	6月2日 10:10	7月5日 10:25	8月30日 10:00	9月28日 10:05	10月13日 10:35	11月25日 10:30	12月13日 10:40	1月12日 9:42	2月8日 9:55	3月1日 13:55
	间且时初(口时)	終了	4月23日 11:12	5月14日 9:55	6月3日 10:10	7月6日 10:25	8月31日 10:00	9月29日 10:05	10月14日 10:35	11月26日 10:30		1月13日 9:42	2月9日 9:55	3月2日 13:55
		開始	4月26日	5月17日	6月3日	7月21日	9月1日	9月29日	10月25日	11月29日	12月15日	1月17日	2月15日	3月8日
		終了	4月26日	5月17日	6月4日	7月22日	9月2日	9月30日	10月25日	11月29日	12月15日	1月17日	2月15日	3月8日
環境省	測定方法	_	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC
		ng/m3	0.066	0.081	0.10	0.083	0.10	0.094	0.049	0.030 *	0.021	0.038	0.048 *	0.052 *
	トラベルブランク	ng/m3	0.005 ND	0.002 ND	0.006 ND	0.005 ND	0.002 ND	0.002 ND	0.0012 ND	0.004 ND	0.003 ND	0.004 ND	0.009 ND	0.008 ND
	操作ブランク	ng/m3	0.005 ND	0.002 ND	0.006 ND	0.005 ND	0.002 ND	0.002 ND	0.0012 ND	0.004 ND	0.003 ND	0.004 ND	0.009 ND	0.008 ND
	検出下限	ng/m3	0.010	0.003	0.011	0.010	0.005	0.005	0.003	0.009	0.006	0.009	0.018	0.017

注1 ND:検出下限を下回ることを示す。

注2 *:検出下限以上定量下限(検出下限(平均)の10/3)未満を示す。

注3 グレーのセルは、調査時期が自治体と環境省で同一日ではないことを示す。

表 2.1-2 六価クロム化合物 同一地点測定結果(その 2)

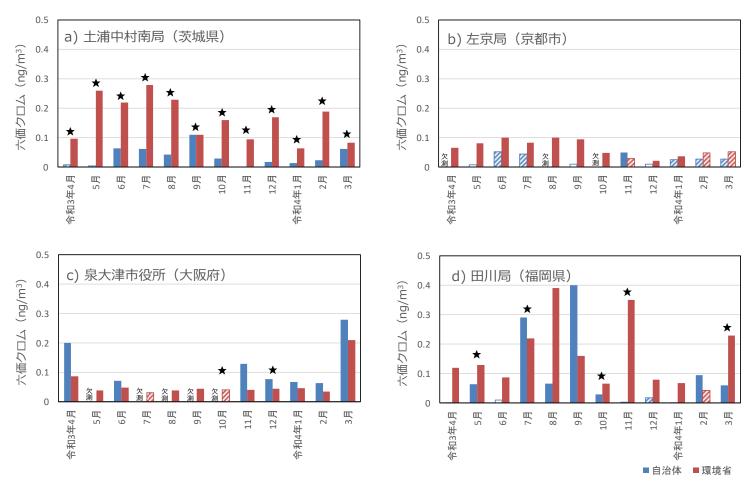
c)泉大津市役所

測定主体	実施月	-	令和3年4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	令和4年1月	2月	3月
		開始	4月13日 10:06	5月11日 9:37	6月1日 9:34	7月6日 9:42	8月24日 10:35	9月7日 10:55	10月13日 10:30	11月9日 10:07	12月14日 10:00	1月12日 9:41	2月1日 9:46	3月1日 10:14
	测重时别(口时)	終了	4月14日 10:06	5月12日 9:37	6月2日 9:34	7月7日 9:42	8月25日 10:35	9月8日 10:38	10月14日 10:35	11月10日 10:31	12月15日 10:00	1月13日 9:41	2月2日 9:46	3月2日 10:14
	分析時期(日)	開始	4月14日	5月12日	6月2日	7月7日	8月30日	9月8日	10月14日	11月10日	12月15日	1月13日	2月2日	3月2日
		終了	4月15日	5月13日	6月4日	7月9日	8月31日	9月9日	10月15日	11月11日	12月16日	1月14日	2月3日	3月3日
自治体	測定方法	-	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC
	六価クロム	ng/m3	0.20	欠測 ^{注4}	0.072	欠測 ^{注4注5}	欠測 ^{注5}	欠測 ^{注4注5}	欠測 ^{注4注5}	0.13	0.078	0.067	0.063	0.28
	トラベルブランク	ng/m3	0.015	0.018 *	0.023	0.19	0.077 *	0.070 *	0.14 *	0.021 *	0.013 *	- ND	- ND	0.012 *
	操作ブランク	ng/m3	0.009 *	– ND	0.006 *	- ND	– ND	- ND	- ND	- ND	0.009 *	- ND	- ND	0.009 *
	検出下限	ng/m3	0.004	0.018	0.004	0.022	0.024	0.040	0.070	0.010	0.007	0.007	0.011	0.004
		開始	4月13日 9:45	5月11日 9:20	6月1日 9:30	7月6日 9:10	8月24日 9:30	9月7日 9:25	10月5日 9:15	11月9日 9:20	12月4日 10:00	1月12日 10:10	2月1日 9:35	3月1日 9:30
		終了	4月14日 9:45	5月12日 9:20	6月2日 9:30	7月7日 9:10	8月25日 9:30	9月8日 9:25	10月6日 9:15	11月10日 9:20	12月5日 10:00	1月13日 10:10	2月2日 9:35	3月2日 9:30
		開始	4月20日	5月17日	6月3日	7月21日	9月1日	9月16日	10月7日	11月18日	12月15日	1月17日	2月8日	3月8日
		終了	4月20日	5月17日	6月4日	7月22日	9月2日	9月16日	10月7日	11月19日	12月16日	1月17日	2月8日	3月8日
環境省	測定方法	-	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC
	六価クロム	ng/m3	0.087	0.039	0.049	0.031 *	0.039	0.044	0.041 *	0.041	0.044	0.046	0.034	0.21
		ng/m3	0.004 ND	0.027	0.024 *	0.034	0.057	0.036	0.020 *	0.025 *	0.009 *	0.017 *	0.013 *	0.008 ND
	操作ブランク	ng/m3	0.004 ND	0.002 ND	0.006 ND	0.005 ND	0.002 ND	0.005 ND	0.007 ND	0.006 ND	0.003 ND	0.004 ND	0.004 ND	0.008 ND
	検出下限	ng/m3	0.007	0.003	0.011	0.010	0.005	0.010	0.014	0.012	0.006	0.009	0.009	0.017

d)田川局

	1													
測定主体		-	令和3年4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	令和4年1月	2月	3月
	調査時期(日時)	開始	4月12日 11:40	5月18日 11:22	6月10日 10:25	7月13日 10:57	8月10日 10:21	9月9日 10:40	10月11日 10:20	11月15日 10:27	12月9日 10:20	1月11日 10:15	2月9日 10:15	3月3日 10:13
	加重时期(口时)	終了	4月13日 11:23	5月19日 11:22	6月11日 10:14	7月14日 10:00	8月11日 10:05	9月10日 10:02	10月12日 9:47	11月16日 9:56	12月10日 10:09	1月12日 10:00	2月10日 10:05	3月4日 10:20
	分析時期(日)	開始	4月19日	5月25日	6月17日	7月20日	8月13日	9月16日	10月26日	11月17日	12月16日	1月18日	2月15日	3月8日
	終了	終了	4月20日	5月26日	6月18日	7月21日	8月14日	9月17日	10月27日	11月18日	12月17日	1月19日	2月16日	3月9日
自治体	測定方法	-	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC						
	六価クロム	ng/m3	0.003 ND	0.064	0.010 ND	0.29	0.066	0.40	0.029	0.004 ND	0.017 *	0.002 ND	0.095	0.059
	トラベルブランク	ng/m3	0.096	-	0.010 ND	-	0.058	-	-	-	0.025	-	0.002 ND	-
	操作ブランク	ng/m3	0.096	0.097	0.024 *	0.001 ND	0.058	0.036 *	0.064	0.077	0.025	0.068	0.002 ND	0.039
	検出下限	ng/m3	0.006	0.008	0.020	0.003	0.006	0.013	0.008	0.007	0.006	0.004	0.004	0.006
	調査時期(日時) 開始	開始	4月12日 11:10	5月10日 10:25	6月10日 10:26	7月12日 11:40	8月10日 10:15	9月9日 10:20	10月12日 13:05	11月10日 12:15	12月9日 10:15	1月11日 11:00	2月9日 10:04	3月9日 11:45
	加重时期(口时)	終了	4月13日 11:10	5月11日 10:25	6月11日 10:26	7月13日 11:40	8月11日 10:15	9月10日 10:20	10月13日 13:05	11月11日 12:15	12月10日 10:15	1月12日 11:00	2月10日 10:04	3月10日 11:45
	分析時期(日)	開始	4月20日	5月17日	6月17日	7月21日	8月18日	9月16日	10月25日	11月18日	12月15日	1月17日	2月15日	3月15日
	カかけ (ロ)	終了	4月20日	5月17日	6月17日	7月22日	8月18日	9月16日	10月25日	11月19日	12月15日	1月17日	2月15日	3月15日
環境省	測定方法	_	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC	IC-PC						
		ng/m3	0.12	0.13	0.087	0.22	0.39	0.16	0.065	0.35	0.080	0.068	0.043 *	0.23
	トラベルブランク	ng/m3	0.004 ND	0.002 ND	0.006 ND	0.005 ND	0.002 ND	0.005 ND	0.0012 ND	0.006 ND	0.003 ND	0.004 ND	0.009 ND	0.003 ND
	操作ブランク	ng/m3	0.004 ND	0.002 ND	0.006 ND	0.005 ND	0.002 ND	0.005 ND	0.0012 ND	0.006 ND	0.003 ND	0.004 ND	0.009 ND	0.003 ND
	検出下限	ng/m3	0.007	0.003	0.013	0.010	0.004	0.010	0.003	0.012	0.006	0.009	0.018	0.006

- 注1 ND:検出下限を下回ることを示す。
- 注2 *:検出下限以上定量下限(検出下限(平均)の10/3)未満を示す。
- 注3 グレーのセルは、調査時期が自治体と環境省で同一日ではないことを示す。
- 注4 二重測定の結果の差が30%を超過したため欠測
- 注 5 トラベルブランク値が操作ブランク値より高くマニュアル注 21 の記載に従い欠測



注1 棒グラフ: 枠線のみの測定結果は ND(検出下限未満)を示し、斜線で塗りつぶした測定結果は検出下限以上定量下限未満を示す。 注2 ★印は、調査時期が自治体と環境省で同一日ではないことを示す。

図 2.1-2 六価クロム化合物 同一地点測定結果

2.2 測定業者へのヒアリング

2.2.1 概要

マニュアル改訂に向けての課題(添付資料 1)に対して、各事業者が実際にどのような操作を行っているのかを把握するため、表 2.2-1 を用いてヒアリング調査を実施した。

結果一覧を添付資料 3 として示し、添付資料 1 における課題 No.と対応する形で集計・考察を加えたものを、2.2.2 に示した。

実施期間:令和4年10月~11月

対象 :2.1 で測定データを提供いただいた事業者(16機関)に対し、令和3年度の実施内

容についての回答を依頼

回答数 :15機関(同一機関で測定しており1枚のヒアリングシートでまとめて回答した事業者

あり)

表 2.2-1 ヒアリングシート

令和3年度大気粉じん中六価クロム測定について質問します。 1.~3.の黒字部分について、令和2年度分を回答しその後変更がない場合は、C列(プルダウン)で「変更なし」を選択ください。赤字部分は新規設問につき、必ず回答をお願いします。

1. アルカリ含浸フィルタ作製について

- 1. アルカリ宮浸ノイルダ作製につい	, 1 (
質問事項	回答(プルダウン)	回答(自由記入欄)
使用したフィルタ(5Cろ紙)の		
メーカー・型番		
フィルタの洗浄・含浸処理に使った		
器具の材質		
器具の洗浄で注意していること		
水のグレード(プルダウンで選択)		
硝酸のメーカー・グレード		
フッ化水素酸のメーカー・グレード		
炭酸水素ナトリウムのメーカー		
・グレード		
一度に洗浄したフィルタの枚数		
および洗浄液(硝酸+フッ化		
水素酸)の容量		
水での洗浄時間・回数		
乾燥に使った器具および条件		
試料採取時までの保管・密閉方法		
および保管時間		

2. 試料採取について

-: MATING C		
質問事項	回答(プルダウン)	回答(自由記入欄)
移送中のフィルタの温度管理方法		
(冷蔵or冷凍、その方法は?)		
使用前の解凍方法・解凍時間		
採取中の天候変化に対する対策		
(雨除けは具体的にどのようにして		
いるのか)		
トラベルブランクの測定頻度		
1回あたりのトラベルブランク測定		
数		
採取中のトラベルブランクの取り扱		
い(採取ホルダとの位置関係、温度		
管理はどうしているか)		
※検事中の理想で言うなけれた。	悪いいもします (物物・ナルダ・おいっしょく)・	ゴニンクの仕事間をおひむてもの 何のもの工品本ル

※採取中の現場写真の添付をお願いいたします。(採取ホルダ・ポンプ・トラベルブランクの位置関係が分かるもの、採取中の天候変化に対する対策が分かるもの、採取中のトラベルブランクの状況が分かるもの)

3. 機器分析方法について

<u>3.1変化 カイロ カ ルバ こ </u>		
質問事項	回答(プルダウン)	回答(自由記入欄)
試料採取~抽出までの保管期間		
抽出~分析までの保管期間		
超音波抽出器のメーカー・型番		
超音波抽出器の発振周波数		
抽出時の水浴の温度管理方法		
使用した分析方法		
(プルダウンで選択)		
分析装置メーカー・型番		
ICカラムの名称		
移動相の組成(濃度まで具体的に)		
移動相に用いた試薬のメーカー・グ		
レード		
分析中の抽出液の温度管理(プル		
ダウンで選択)		

4. その他

T. (V) S		
質問事項	回答	(自由記入欄)
令和4年4月に環境省水・大気		左記で遵守出来なかった点を記載ください。
環境局大気環境課より発出された		
留意事項 ^注 について、それ以前の		
測定での遵守状況を確認します。		
(プルダウンで選択)		
マニュアルの記載事項について、		
ご意見・ご要望があれば、ご記入く		
ださい		

注: https://www.env.go.jp/content/000038927.pdf

六価クロム測定のヒアリングへのご協力ありがとうございました。

2.2.2 ヒアリング結果

(1)アルカリ含浸フィルタの作成方法について(器具・試薬・乾燥条件)(添付資料 1 No.6、No.23) アルカリ含浸フィルタの作成方法に関するヒアリング結果を表 2.2-2 に示す。

事務連絡の(1)に対応する、試薬のグレードや器具の洗浄方法については、マニュアルの記載を考慮し、各事業者が様々な工夫を行っていた。また、フィルタの乾燥方法についても、各事業者で様々な方法がとられていた。

アルカリ含浸フィルタの作成方法については、試料採取前のブランク確認をしていなかったと回答した事業者(本項の(6)にて詳述)以外で、令和3年度の各採取地点・測定月ごとの測定データの中で操作ブランク値が目標定量下限値(0.08 ng/m³)を上回った事例は認められなかったことから、現行マニュアルの記載内容で問題ないものと考える。

表 2.2-2 ヒアリング回答集計結果(その 1)

使用したフィルタ(5C ろ	紙)	フィルタの洗浄・含浸処	理に	器具の洗浄で注意		
のメーカー・型番		使った器具の材質		していること(複数回答)		
回答数	15	回答数	15	回答数	15	
アドバンテック 定量濾紙 No.5C	15	フッ素樹脂(PFA、PTFE など)	7	酸洗浄	7	
		その他の樹脂(PP、PE など)	4	直前に洗浄	5	
		フッ素樹脂とその他の 樹脂を併用	3	使い捨て、専用化	2	
		その他	1	特になし	3	

硝酸のグレード		フッ化水素酸のグレード		炭酸水素ナトリウムのグレード	
回答数	15	回答数	15	回答数	15
サブ ppb オーダーの全クロム規格濃度あり	5	サブ ppb オーダーの全ク ロム規格濃度あり	8	ppm オーダーの全クロム 規格濃度あり	1
ppb オーダーの全クロム 規格濃度あり	9	ppb オーダーの全クロム 規格濃度あり	5	ppm オーダーの重金属としての規格濃度あり	2
詳細不明	1	全クロムの規格濃度なし	2	全クロムの規格濃度なし	12

乾燥雰囲気	乾燥時間		
回答数	15	回答数	15
クリーンブース、HEPA 通気	3	1 目以上	1
真空、減圧	4	一晚、16時間	8
窒素パージ、窒素通気	5	6 時間	1
デシケータ	2	3 時間未満	3
その他	1	回答なし	2

(2)作成したアルカリ含浸フィルタの保管期間・解凍方法について(添付資料 1 No.8)

アルカリ含浸フィルタの保管期間および、解凍方法に関するヒアリング結果を表 2.2-3 に示す。 後述する 2.4.2 で、アルカリ含浸フィルタの保管期間について、冷凍で 1 カ月は変化がないこと を確認したが、ヒアリングでは回答の確認できたすべての事業者が乾燥後 1 カ月以内に試料採 取に供していた。

また、第 1 回検討会において、フィルタの解凍方法に関するご意見があったが、多くの事業者が自然解凍していることが分かった。

表 2.2-3 ヒアリング回答集計結果(その 2)

乾燥後の保管期間	使用時の解凍方法		
回答数	15	回答数	15
7日以内	5	採取地点(外気温)で自然解凍	11
14 日以内	6	移送中(冷蔵)に自然解凍	3
1カ月以内	2	すぐに設置	1
回答なし	2		

(3) 試料採取中の天候変化への対策について(添付資料 1 No.10)

試料採取中の天候変化への対策に関するヒアリング結果、及びカバーの開口部の向きについての確認結果を表 2.2-4 に示す。

第 1 回検討会では、試料採取中の温度と日射が六価クロム測定値に正負の誤差を与えることが示唆された(第 1 回検討会 資料 3~資料 5)が、各事業者がそれぞれ天候変化に対する対策を工夫しており、専用シェルターを用いている事業者もあった(図 2.2-1)。フィルタホルダにカバーをかぶせてほぼ水平に設置する場合には、後述する 2.4.1 で報告のとおり、カバーの形状によっては内部に直射日光が差し込む可能性があるため、注意が必要である。

また、現行マニュアルの 6 ページに「フィルタホルダには直射日光が当たらないようにする」と記載があるが、透明の樹脂製カバーを用いている事業者があったことから、日射の影響について、マニュアルでより踏み込んだ記載をするべきと考える。

表 2.2-4 ヒアリング回答集計結果(その 3)

X == · · · · · · · · · · · · · · · · · ·						
試料採取中の天候変化に対する対象	カバーの開口部の向き(写真より確認	3)				
回答数	15	回答数注1	14			
透明樹脂のカバーを装着	1	(ほぼ)水平	6			
不透明な樹脂のカバーを装着	4	斜め下向き	3			
樹脂+アルミのカバーを装着	4	下向き	2			
アルミホイルで覆う	1	斜め下または下向き(地点による)	1			
金属製のカバーを装着	3	専用シェルター内	2			
専用のシェルターを使用	2					

- 注1 現場写真の提出を依頼していたが、現時点で未提出の事業者が1機関あり。
- 注2 色付きセルはマニュアルの記載事項からの逸脱を示す。







図 2.2-1 専用シェルターを用いた採取の例

(4)トラベルブランク試験について(添付資料 3 No.13)

トラベルブランク試験に関するヒアリング結果を表 2.2-5 に示す。

トラベルブランクフィルタの設置方法については、令和 2 年度と同様、採取フィルタホルダと同じカバー・シェルターに入れる方法、採取フィルタホルダのすぐ近くに同様のカバーを設置して入れる方法、専用箱に入れる方法の 3 つに分かれた。専用箱に入れる方法を採用した事業者の中には、明らかに採取フィルタホルダと温度の異なる場所に置いていた事例もあった。

後述する 2.4.1 及び第 2 回検討会の資料 2 では、専用箱に入れて足元に設置した場合に採取フィルタホルダと温度履歴が必ずしも一致しないことが報告されたことから、専用箱に入れる方法は注意が必要である。

なお、第 1 回検討会において「トラベルブランクフィルタも採取フィルタと同様にホルダに設置する必要があるのでは」という意見をいただいたが、そのように運用している事業者は少なかった。

事務連絡の(4)「地点ごと・採取ごとに必ずトラベルブランク値を測定」に対し、令和3年度測定において地点ごと採取ごとに異なるトラベルブランク値を報告している事業者は3機関であり、それ以外の事業者が多数を占めた。一方で、事務連絡の遵守状況を確認する設問で「事務連絡の(4)が遵守できていなかった」と回答した事業者は4機関にとどまり(本項の(6)にて詳述)、トラベルブランク測定の重要性が周知されていない可能性がある。今回のマニュアル改訂では、地点ごと・採取ごとに必ずトラベルブランク値を測定する旨の周知を徹底する必要があると考える。

表 2.2-5 ヒアリング回答集計結果(その 4)

トラベルブランクフィルタの設置方法		トラベルブランク試験を、地点ごと 採取ごとに実施しているか			
回答数	15	回答数	15		
採取ホルダと同じカバー・シェルター内に 入れる	3	全採取地点・測定月で異なるトラベルブ ランク値を報告	3		
採取ホルダと同じ高さにカバー・シェルターを設置し、その中に入れる	5	トラベルブランク値の報告がない採取地 点・測定月があった	7		
専用箱に入れる(足元など)	4	全採取地点・測定月でトラベルブランク 値を報告していたが、異なる採取地点・ 測定月で同じトラベルブランク値を報告	5		
専用箱に入れる(温度が異なる場所)	3	側た方で同じパンペルフランク値を報告 したり、トラベルブランク値と操作ブランク 値とで同じ値を報告したりしていた	3		

- 注1 斜体字は事務局にて令和3年度六価クロム測定結果より読み取った内容である。
- 注2 色付きセルはマニュアルの記載事項からの逸脱を示す。

(5) 六価クロムの抽出方法について(添付資料 3 No.16、No.17)

六価クロムの抽出方法に関するヒアリング結果について表 2.2-6 に示す。

抽出中の温度管理については、現行マニュアルの注19に「抽出温度は室温(20℃程度)でよい」とあるが、ほとんどの事業者が20℃以下になるように工夫されていた。

超音波装置については、各事業者とも一般的に実験室で使われる装置を有しており、周波数は 28 ~40kHz、出力は 100~300W と様々であった。

試料採取前のブランク確認をしていなかったと回答した事業者(本項の(6)にて詳述)以外で、令和3年度の各採取地点・測定月ごとの測定データの中で操作ブランク値が目標定量下限値(0.08 ng/m³)を上回った事例は認められなかったことから、超音波発生装置のスペックの違いが測定結果に与える顕著な影響はないと考えられ、マニュアルの改訂においては、現行マニュアルの記載通りとしたい。

表 2.2-6 ヒアリング回答集計結果(その 5)

抽出中の水浴の温度管理				
有効回答数	15			
氷冷	7			
20℃を超えないよう冷却・	5			
入れ替え	3			
20℃に設定	2			
室温	1			

メーカー	超音波装置	仕様
アイワ医学工業	AU-50C	120W
アズワン	AS72GTU	35kHz
アズワン	ASU-10/ASU-10M	40kHz
エスエヌディ	US-102	38kHz, 100W
エスエヌディ	US-105/US-13KS	38kHz
シャープ	UT-105/UT-205S	35kHz, 100W
シャープ	UT-206	37kHz, 200W
ヤマト	BRANSON8510J-DTH	44kHz, 320W
Beijing		40KHz
Fine	FU-50C	28kHz, 120W

(6)その他

事務連絡について、令和3年度測定における遵守状況に関するヒアリング結果は表2.2-7のとおりである。

事務連絡に記載の 6 項目のうち、「遵守できていなかった」と複数の事業者より回答があった項目は3項目であった。特に事務連絡の(4)、(5)に相当するトラベルブランク試験に関連する回答が多く寄せられたことから、六価クロムの測定方法におけるトラベルブランク試験の位置づけが他の有害大気汚染物質と異なることを継続的に周知していくことが重要と考える。

表 2.2-7 ヒアリング回答集計結果(その 6)

事務連絡の遵守状況(複数回答)			
回答数	15		
全て遵守できていた	5		
(2)作成したアルカリ含浸フィルタのブランク値確認が出来ていなかった	2		
(4)トラベルブランク試験の試行数、測定頻度が守れていなかった	4		
(5)トラベルブランクフィルタを試料採取フィルタとほぼ同じ温度となる位置	4		
に設置していなかった	4		
(6)検量線作成用標準濃度系列にゼロを入れていなかった	1		

2.3 実地測定によるマニュアル改善点の検討

2.3.1 概要

令和3年度の実地測定では、マニュアルに従って大気中六価クロム化合物を測定したときに、 室内再現性は得られるが、室間再現性が得られないことが分かった。また、令和3年度の検討 会を通して、マニュアルにおける課題を抽出し、様々な角度から検討・議論を行った結果、いく つかの未解決の課題が残った(添付資料1)。

本年度の実地測定では、①環農水研が行う並行測定への参加、及び②同一地点において 事務局従来法にて①と同時測定を行い、環農水研改良法と従来法の結果を比較することで、 以下の未解決課題について検討した。

(実地測定により検討する未解決課題)※添付資料1より抜粋、要旨のみ記載

- ・アルカリ含浸フィルタ作成時の乾燥時間を短縮することで、ブランク値を低減できるのではないか (課題 No.6)
- ・試料採取中の日射が測定値に影響するのではないか(課題 No.10)
- ・採取フィルタとトラベルブランクの条件をどこまで合致させるべきか(課題 No.13)
- ・超音波抽出の条件(水温)が測定値に影響するのではないか(課題 No.17)

2.3.2 採取地点及び日程

採取地点は、昨年度に実地測定を行い、環農水研の並行測定の実施地点でもある泉大津市 役所とした(図 2.3-1、図 2.3-2)。課題 No.10 及び No.13 の検討には高温期の測定が適している ため、日程は8月下旬~9月上旬とした(表 2.3-1)。

地点名		泉大津市役所		
地域分類		一般環境		
	1回目	2022年8月30日11:07		
試料採取日時		~8月31日11:07		
武作打术以口时 	2 回目	2022年9月7日10:45		
		~9月8日10:45		
令和3年度 大気粉じん中六価クロム	夏季	0.039~0.11		
化合物濃度(ng/m³)注1	冬季	0.044~0.11		

表 2.3-1 採取地点と日程

注1 昨年度業務報告書 表 2.2-19 および表 2.2-20 より抜粋



図 2.3-1 泉大津市役所 地図



図 2.3-2 泉大津市役所 周辺環境

2.3.3 測定方法

2.3.3.1 六価クロム測定

事務局が実施する六価クロム測定の内容を表 2.3-2 に示した。

採取フィルタの調製については、環農水研より指定された方法により行った。試料採取は、① 環農水研に指定された方法及び②昨年度の実地測定において事務局が実施したマニュアルに 従った方法の2種類で採取を行った。機器分析は、現行マニュアルに従い、イオンクロマトグラフ ーポストカラム吸光光度法(以下 IC-PC 法)にて実施した。

なお、①の並行測定については、事務局、環農水研のほか、大阪市立環境科学研究センター、 奈良県景観・環境総合センターの4機関が並行して実施し、測定結果を比較した(第1回検討会 資料3)。

表 2.3-2 実地測定内容(事務局)

			农 2.3 2 关地例足内各(事物间)				
測定方法	①環農水研並行測定	②事務局従来法	【参考】マニュアル				
			+事務連絡記載内容				
アルカリ含浸フィルタ	窒素置換(4L/min 程度)		デシケータ内等。				
乾燥方法			但し、ブランクが高い場				
			合は窒素置換または無				
			塵空気通気が有効				
アルカリ含浸フィルタ	乾燥用のデシケータ全体	本を外側から段ボールで	(記載なし)				
乾燥時の遮光	覆って遮光						
アルカリ含浸フィルタ	4~5 時間(含浸から冷冽	東保管までを 1 日以内で	(記載なし)				
乾燥時間	行う)						
採取時の遮光	環農水研が用いるもの	<u>2</u> L ペットボトルを切っ	降雨対策のためフード				
	と同じ百葉箱内で採取	てアルミホイルを巻い	やカバーで覆う。フィル				
		たものをフィルタホルダ	タホルダには直射日光				
		にかぶせる(直射日光	が当たらないようにす				
		は回避)	る。				
採取試料n数	2	2	試料数の 10%程度の				
			頻度で二重測定を実施				
トラベルブランク用	アルミジップに入れて	チャック袋に入れて雨	試料採取フィルタと同じ				
フィルタの設置方法	百葉箱へ	除けカバー内へ	温度履歴となるよう管理				
トラベルブランク用	採取期間中の百葉箱	採取期間中の雨除け	(温度モニタに関する記				
フィルタの温度モニタ	内温度をモニタ	カバー内温度をモニタ	載なし)				
トラベルブランク n 数	3	5	地点ごと採取ごとに3以				
			上				
操作ブランク n 数	5		5以上				
試料採取から抽出・分	試料採取完了後 12 時間	7日以内					
析までの日数							
抽出時温度	氷冷		20℃以下				

2.3.3.2 六価クロム以外の測定項目

a) 全クロム及び浮遊粉じん濃度

六価クロムの測定と同一地点で、全クロム濃度及び浮遊粉じん濃度の測定を行った。

b) SPM

六価クロム測定地点近傍の常時監視測定局のSPM測定値を引用した。報告値は六価クロムの試料採取時間の平均値とした。

c) 気温·湿度

近傍の気象台の気温・湿度を引用した。報告値は六価クロムの試料採取時間の平均値とした。

2.3.4 測定結果

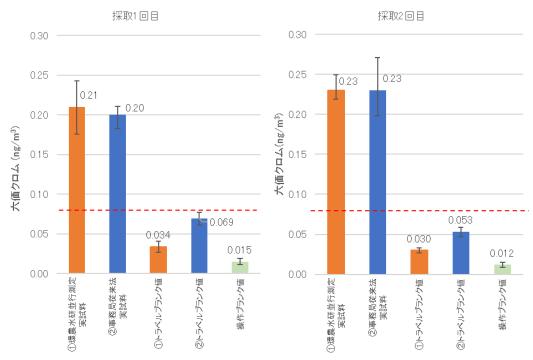
実地測定における六価クロムの測定結果を表 2.3-3 及び図 2.3-3 に、六価クロム以外の測定結果を表 2.3-4 に示した。また、試料採取状況写真を図 2.3-4 にまとめた。

_			採取1回目		採取2回目	
測定項	目	単位	①環農水研	②事務局	①環農水研	②事務局
			並行測定	従来法	並行測定	従来法
다. 나나	n-1	ng/m ³	0.24	0.18	0.22	0.27
実地測定	n-2	ng/m ³	0.18	0.21	0.25	0.20
結果	平均値	ng/m ³	0.21	0.20	0.23	0.23
州木	測定差注1	%	-32	15	13	-27
トラベル	ルブランク値	m = /m=3	0.034	0.069	0.030	0.053
(平均))注2	ng/m ³	(n=5)	(n=3)	(n=5)	(n=3)
操作ブランク値		ng/m ³	0.015		0.015 0.012	
$(n=5)^{-5}$	平均) ^{注2}	ng/m	0.0	713	0.0	712
定量下	限	ng/m ³	0.0)45	0.0)34

表 2.3-3 実地測定結果(六価クロム)

注 1 測定差(%)=(n-2 測定値-n-1 測定値)/n-1 測定値×100

注2 トラベルブランクの各測定値については表2.4-1のA法及び環農水研法として、操作ブランクの各測定値については表2.4-2の7日目及び15日目の結果として記載。



注1 赤色破線は目標定量下限値(0.08 ng/m³)を示す。

図 2.3-3 実地測定結果(六価クロム)

我 2.0 中 关心例 之 和 木 (八 画) 自 工					
測定項目	単位	採取1回目	採取2回目		
気温 ^{注 1}	°C	27.7	26.8		
平均(最低~最高)		$(25.1\sim33.0)$	$(25.3\sim29.8)$		
湿度注1	0/	89	71		
平均(最低~最高)	%	(64~100)	(60~79)		
全クロム	ng/m ³	4.2	5.0		
浮遊粉じん	mg/m ³	0.015	0.007		
SPM ^{注 2}	mg/m ³	0.016	0.009		

表 2.3-4 実地測定結果(六価クロム以外の項目)

- 注1 気温、湿度は近隣の気象台(堺市)のデータ
- 注2 採取期間中の泉大津市役所測定局データの平均

①環農水研並行測定と②事務局従来法とを比較すると、採取1回目、2回目の実地測定結果は、n=2のばらつきが大きいケースがあるものの、平均値に差は見られなかった。トラベルブランク値は2回とも①環農水研並行測定の方が少し低値となった。

操作ブランク値は昨年度と異なり、環農水研より指定された方法により作成したフィルタを用いており、①②共通で、平均 $0.013~\rm ng/m^3$ 、範囲 $0.007\sim0.019~\rm ng/m^3$ (n=10)となった。事務局が昨年度冬季に測定した操作ブランク値(平均 $0.021~\rm ng/m^3$ 、範囲 $0.015\sim0.027~\rm ng/m^3$ 、n=30)と比べると低値となった。





図 2.3-4 事務局法測定 試料採取状況

2.4 追加的業務

2.4.1 採取中のトラベルブランクの管理方法比較

2.4.1.1 目的および方法

昨年度業務のヒアリングでは、トラベルブランクの設置方法は、以下の A~C 法(実施せず、低温で保管等の逸脱と思われるケースを除く。)に大別されており、これらに併せて環農水研並行測定で実施する方法(百葉箱内に設置)も含めて比較した。

A 法:透明ジップ袋にブランクフィルタを入れ、雨除けの保護カバー(遮光)の内側にセットしたものを、採取用フィルタホルダの周辺に設置する。(表3の②と同じ)

B 法: 試料採取用のフィルタホルダにブランクフィルタをセットし、チャック袋に入れて試料採取と同様に準備された保護カバーにセットする。(採取試料との違いは、通気を行わないのみ)

C法:ジップ袋にブランクフィルタを入れ、専用コンテナ(遮光)内にセットしたものを、採取用フィルタホルダの周辺に設置する。(完全遮光)

環農水研法:アルミジップに入れて百葉箱に設置する。

温度の影響を大きく受けると考えられる高温期において、採取期間中の温度をモニタしながら、A~C 法及び環農水研法のトラベルブランク値を比較し、各法の問題点の有無を確認する。 A~C 法及び環農水研法での設置状況写真を次頁の図 2.4-1 に示す。

方法	A 法	B 法	C 法	環農水研法(百葉箱)
説明	ジップ袋にフィルタを入れ、雨除けの 保護カバー(遮光)の内側にセット し、採取用フィルタホルダの周辺に 設置	タをセットし、試料採取と同様に準備	ジップ袋にフィルタを入れ、専用コンテナ(遮光)内にセットし、採取用フィルタホルダの周辺に設置(完全遮光)	アルミジップ袋にフィルタを入れ、百葉箱内に設置(完全遮光)
写真				

図 2.4-1 トラベルブランクフィルタの設置方法

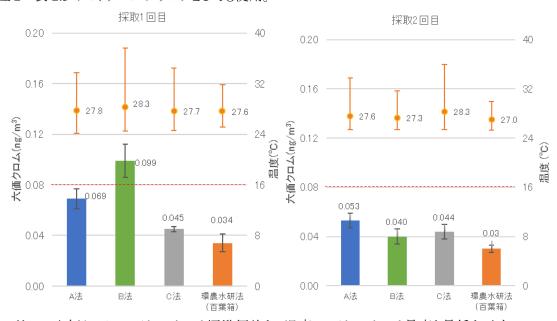
2.4.1.2 結果

トラベルブランク(3-3. ①A~C法、及び①環農水研法(百葉箱)) の測定結果一覧を表 2.4-1 及び図 2.4-2 に示した。また、各設置方法における実測温度の履歴を図 2.4-3 にまとめた。

表 2.4-1 トラベルブランク比較結果

測定項目		単位	採取1回目			採取2回目				
			A 法 ^{注 2}	B法	C法	環農水 研法 (百葉 箱) ^{注2}	A 法 ^{注 2}	B法	C法	環農水 研法 (百葉 箱) ^{注2}
	測定n数	_	3	3	3	5	3	3	3	5
	n-1	ng/m ³	0.062	0.084	(0.043)	(0.024)	0.046	(0.033)	0.052	(0.030)
	n-2	ng/m ³	0.068	0.104	0.045	(0.031)	0.057	0.042	0.040	(0.031)
トラベル	n-3	ng/m ³	0.077	0.109	0.046	(0.041)	0.057	0.044	0.041	(0.026)
ブランク	n-4	ng/m ³	1	1	1	(0.042)	1	_		(0.033)
	n-5	ng/m ³			_	(0.033)	_	_	_	(0.028)
	平均	ng/m ³	0.069	0.099	0.045	(0.034)	0.053	0.040	0.044	(0.030)
	標準偏差	ng/m ³	0.008	0.013	0.002	0.007	0.006	0.006	0.006	0.003
採取時温度	平均	°C	27.8	28.3	27.7	27.6	27.6	27.3	28.3	27.0
	最高	°C	33.7	37.6	34.5	31.8	33.8	31.7	36.0	29.9
	最低	°C	24.1	24.5	24.6	25.1	25.4	25.4	25.4	25.3

- 注1 小数点第3位までの値を示す。括弧書きの値は定量下限値未満を示す。
- 注2 表 2.3-4 のトラベルブランクとしても使用。



- 注1 六価クロムのエラーバーは標準偏差を、温度のエラーバーは最高と最低を示す。
- 注2 赤色破線は目標定量下限値(0.08 ng/m³)を示す。

図 2.4-2 トラベルブランク比較結果

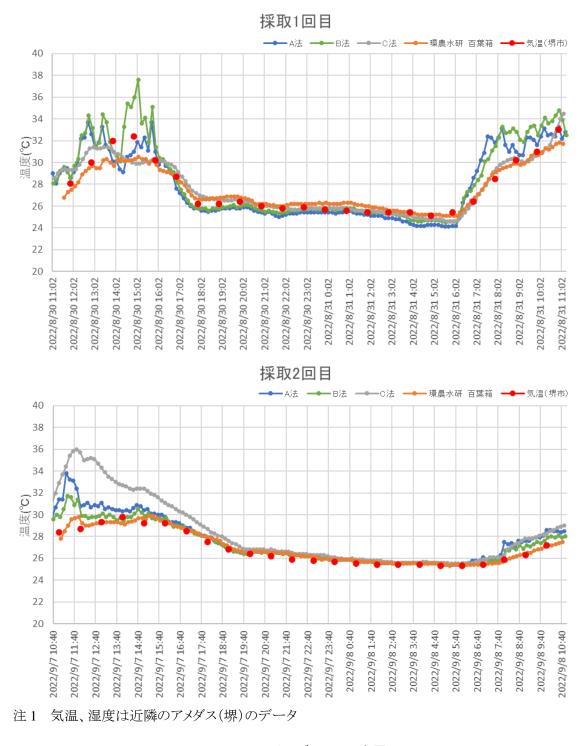


図 2.4-3 トラベルブランク温度履歴

採取 1 回目のトラベルブランク値は、B 法>A 法>C 法>百葉箱の順となり、平均温度の高い設置方法から順にトラベルブランク値が高くなった。採取 2 回目のトラベルブランク値は、A 法>C 法>B 法>百葉箱の順となり、温度の順とは一致しなかった。日射の影響を受ける可能性がある A 法と B 法、完全遮光の C 法と百葉箱とで別個に比較すると、採取 1 回目と採取 2 回目の両方で、トラベルブランク値の順と温度の順が一致した。

温度履歴を見ると、A 法とB 法とでは採取1回目で急激な温度上昇ピークが複数認められ、採取2回目でも同様のピークが見られた。A 法とB 法では、雨除けカバーを開口部が斜め下(A 法)またはほぼ水平(B 法)となるようにセットしているが、時間帯によっては温度センサー付近に直射日光が当たった可能性が考えられる。C 法では、採取2回目に気温を大きく上回る時間帯があった。これは日射により温められたボックス内の熱がこもった影響と考えられる。

2.4.2 アルカリ含浸フィルタの保管期間によるブランク値の検討 2.4.2.1 目的及び方法

作成後のアルカリ含浸フィルタの保管期間と操作ブランク値の関係については、既に以下の報告がされている。

【報文1】全国環境研究会誌 Vol.45 No.2 (2020)

大気採取 3 ヶ月前及び 1 週間前に作成したアルカリ含浸フィルタを用いて並行測定を実施した結果、測定値の変動率は二重測定の判断基準である±30%以内に収まっており、操作ブランク値も目標値である 0.04 ng/m³を超過した物は無かった。

【報文 2】全国環境研究会誌 Vol.46 No.1 (2021)

作成して7日間及び30日間経過したアルカリ含浸フィルタの操作ブランク値を測定したところ、ともに方法検出下限値(0.006ng/m³)未満であった。

これらの報告から、アルカリ含浸フィルタは作成1ヶ月後でも操作ブランク値が 0.04 ng/m³以内に収まる可能性が考えられる。

しかし、【報文 2】には詳細な実験方法が記載されておらず、サンプルサイズが不明である。また、 【報文 1】についても、作成日の異なるアルカリ含浸フィルタ同士を比較した実験であるため、同日 に作成したアルカリ含浸フィルタの操作ブランク値が時間経過につれてどのように変化するかにつ いては不明である。

そこで、アルカリ含浸フィルタのブランク値を作成直後、約1週間後、約2週間後、約1ヶ月後(各 n=5)で確認することで、既報と同様に作成後1ヶ月後でも操作ブランク値が $0.04~ng/m^3$ 以内に収まるか確認を行った。

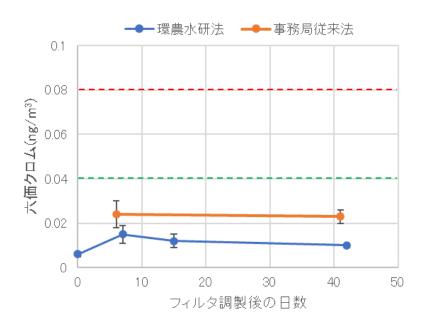
2.4.2.2 結果

アルカリ含浸フィルタの調製からの保管日数の違いによるブランク値の変化を、表 2.4-2 および図 2.4-4 に示した。なお、アルカリ含浸フィルタの調製方法は、表 3 に示した環農水研指定の方法と、昨年度冬季実地測定において事務局が実施したマニュアルに従った方法の 2 種類で比較した。

表 2.4-2 ブランク値 比較結果

測定項目		単位		環農水研指	事務局従来法で調製			
			0 日目	7 日目注2	15 日目注2	42 日目	6 日目	41 日目
	測定n数	_	5	5	5	5	5	5
	n-1	ng/m ³	(0.007)	(0.011)	(0.013)	(0.009)	(0.022)	(0.020)
	n-2	ng/m ³	(0.006)	(0.019)	(0.017)	0.012	(0.024)	(0.024)
ブランク	n-3	ng/m ³	(0.006)	(0.019)	(0.011)	(0.011)	(0.022)	(0.026)
値	n-4	ng/m ³	(0.007)	(0.015)	(0.007)	(0.010)	(0.018)	(0.020)
	n-5	ng/m ³	(0.004)	(0.010)	(0.013)	(0.009)	(0.035)	(0.024)
	平均値	ng/m ³	(0.006)	(0.015)	(0.012)	(0.010)	(0.024)	(0.023)
	標準偏差	ng/m ³	0.001	0.004	0.003	0.001	0.006	0.003

- 注1 小数点第3位までの値を示す。括弧書きの値は定量下限値未満を示す。
- 注 2 表 2.3-4 の操作ブランク値としても使用



- 注1 赤色破線は目標定量下限値(0.08 ng/m³)を示す。緑色破線は操作ブランクの目標値(0.04 ng/m³)を示す。
- 注2 エラーバーは標準偏差を示す。

図 2.4-4 ブランク値比較結果

環農水研指定の方法、事務局従来法ともに、操作ブランクの目標値である 0.04 ng/m³を下回り、保管開始から 1 か月以上経過しても大きな変化はなかった。

また、昨年度にマニュアルに従って調製したフィルタ (調製後、保管は透明チャック袋に入れて冷凍保管 8 か月以上経過)を合わせて測定したところ、 $0.022~ng/m^3$ となった。冷凍 (-20°) で長期間保管しても操作ブランク値は目標値である $0.04~ng/m^3$ を下回ることが示唆された (n=1~測定のため参考データ)。

3. 検討会の設置・運営

専門家からの助言等を得るため検討会を設置し、開催した(3 回)。各検討会における議事次第を以下に示す。また、議事録について添付資料4に示す。

3.1 第一回検討会

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会 第1回 議事次第

日時: 令和 4 年 10 月 20 日(木) 10:00~12:00 会場: Webex Meeting によるオンライン

- 1. 開会
- 2. 環境省挨拶
- 3. 議事
- (1) 令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会の設置について
- (2) 過去の検討会における課題について並びに業務の実施計画及び検討スケジュール(島津テクノリサーチ)
- (3) 誤差の抑制手法にかかる検討・調査結果について(中間報告)(大阪府立環境農林水産総合研究所)
- (4) 実地測定結果について(島津テクノリサーチ)
- (5) 今回の検討結果を踏まえたマニュアル改訂の方向性について
- 4. 連絡事項

【配布資料】

資料 1 令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会の設置について 資料 2 過去の検討会における課題について並びに業務の実施計画及び検討スケジュ

ール

資料3 誤差の抑制手法にかかる検討・調査結果について(中間報告)

資料4 実地測定結果(島津テクノリサーチ実施分)

資料 5 議事(3)、議事(4)を踏まえてご議論いただきたいこと

参考資料1 大気粉じん中のクロムの形態別測定方法

(平成31年3月、有害大気汚染物質測定方法マニュアル第5部第4章)

参考資料 2 「大気粉じん中のクロムの形態別測定方法」に関する留意事項について(周知) (令和 4 年 4 月 26 日 事務連絡、環境省水・大気環境局大気環境課)

参考資料3課題一覧表

参考資料 4 ヒアリングシート

3.2 第二回検討会

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会 第2回 議事次第

日時:令和5年1月17日(火) 10:00~12:00 会場:Webex Meeting によるオンライン

- 1. 開会
- 2. 議事
- (1) 第1回検討会及びその後にいただいたご意見とその対応について
- (2) 誤差の抑制手法にかかる検討・調査結果について(大阪府立環境農林水産総合研究 所)
- (3) 令和3年度大気粉じん中六価クロム測定結果及び事業者へのヒアリング結果について
- (4) マニュアル改訂の方向性について
- 3. 連絡事項

【配布資料】

- 資料1 令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会(第1回) ご意見とその対応
- 資料 2 誤差の抑制手法にかかる検討・調査結果について
- 資料3 令和3年度大気粉じん中六価クロム測定結果及び事業者へのピアリング結果
- 資料4 マニュアル改訂の方向性(対照表)
- 参考資料1 大気粉じん中のクロムの形態別測定方法

(平成31年3月、有害大気汚染物質測定方法マニュアル第5部第4章)

- 参考資料 2 「大気粉じん中のクロムの形態別測定方法」に関する留意事項について(周知) (令和4年4月26日 事務連絡、環境省水・大気環境局大気環境課)
- 参考資料3課題一覧表(令和5年1月版)
- 参考資料 4 令和 4 年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会(第 1 回)議事 録及び検討会後にいただいたご意見
- 参考資料 5 誤差の抑制手法にかかる検討・調査結果について(中間報告) (第 1 回検討会 資料 3)

3.3 第三回検討会

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会 第3回 議事次第

日時:令和5年2月21日(火) 10:00~12:00 会場:Webex Meeting によるオンライン

- 1. 開会
- 2. 議事
- (1) 第2回検討会及びその後にいただいたご意見とその対応について
- (2) マニュアル改訂案について
- 3. 連絡事項

【配布資料】

資料 1 令和 4 年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会(第 2 回) ご質問 とその回答

資料 2-1マニュアル改訂の概要

資料 2-2マニュアル改訂案

参考資料1 大気粉じん中のクロムの形態別測定方法

(平成31年3月、有害大気汚染物質測定方法マニュアル第5部第4章)

参考資料 2 「大気粉じん中のクロムの形態別測定方法」に関する留意事項について(周知) (令和4年4月26日 事務連絡、環境省水・大気環境局大気環境課)

参考資料3課題一覧表(令和5年2月版)

参考資料 4 令和 3 年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会(第 2 回)議事 録

3.4 (三者)打ち合わせの開催

島津テクノリサーチと環境省、及び関連業務の履行機関である環農水研とで情報交換を行うことで、検討会の準備を円滑にする目的で、WEB 打ち合わせを開催した(計 10 回)。 開催日と主な議題を以下に示す。 また、議事メモについて添付資料 5 に示す。

口	開催日	主な議題
1	令和4年7月8日	検討会の開催方式について 今年度のゴールについて
2	令和4年7月14日	実地測定の実施計画について(島津テクノリサーチ、環農水研) 検討会の内容(3回分)および第1回検討会の準備状況について
3	令和4年7月22日	実地測定の実施計画について(島津テクノリサーチ、環農水研) 追加的業務について(島津テクノリサーチ)
4	令和4年10月11日	第1回検討会の準備状況について 第1回検討会資料の添削
5	令和4年11月8日	第1回検討会の振り返り 第2回検討会の準備内容について
6	令和4年12月27日	第2回検討会の準備状況について 第2回検討会資料の添削
7	令和5年1月6日	第2回検討会の準備状況について 第2回検討会資料の添削
8	令和5年1月24日	第2回検討会の振り返り 第3回検討会の準備内容について
9	令和5年2月7日	第3回検討会資料の添削(議事メモなし)
10	令和5年3月1日	第3回検討会の振り返り マニュアル改訂案について 業務完了までのスケジュール確認

4. マニュアル改訂案

令和4年度は、2.1~2.4として記載した種々の検討を行い、また、関連業務を実施する環農水研とともに、検討結果と、結果を考察して得られたマニュアル改善点について、3回の検討会で議論を行った。

昨年度業務と今年度業務の結論のうち、マニュアル改訂に反映すべき内容と、あわせて表現の見直し等を行う内容を4.1 に、これらを踏まえて策定したマニュアル改訂案を添付資料6に、現行マニュアルとマニュアル改訂案の比較対照表を添付資料7に示した。

4.1 方針

4.1.1 検討会での議論を踏まえた変更点

- (0)総論
- ① 六価クロムの測定は、他の有害大気汚染物質と比較して温度管理・遮光対策について一層の注意が必要なことを明記する。(トラベルブランク試験用フィルタの取り扱いなど、一般の有害大気汚染物質と異なる点を強調)【第1節p1】【第2節3(2)p5】
- ② 目標定量下限値が 0.08 ng/m³ であることを明確にする。(WHO 欧州事務局ガイドライン濃度の 1/10 である 0.025ng/m³ まで測定できることが望ましいことは、注 2 として示す)【第 1 節 p1】【脚注 p17】
- (1) 試薬、器具からの汚染対策
- ① 試薬の純度、器具の素材の確認が徹底されるよう修正する。(注 2→注 4 の前半の内容を本文へ、注 3→注 6 の記載箇所を見直し)【第 2 節 1 p2】【第 2 節 2 p2-3】
- (2) 試料採取用フィルタの取扱とブランク値の低減
- ① アルカリ含浸処理後の乾燥方法を明記する。(時間の短縮、遮光など。注 10→注 11 の変更) 【脚注 p17】
- ② 試料採取前のブランク値の確認を徹底するよう明記する。(現行マニュアルの注 11 の内容を本文へ)【第2節3(1) p4】
- ③ アルカリ含浸フィルタの保管期間の事例(1ヶ月程度)を明記する。(注 13)【脚注 p17】
- ④ 試料採取前及び採取後の移送に当たり、遮光並びに温度管理に留意することを明記する。【第2節3(1) p5】
- ⑤ 試料採取時の遮光と温度管理の徹底を明記する。(本文に記載、あわせて採取方法の具体例を注5として示す)【第2節3(2) p5】【脚注 p17】
- (3)トラベルブランク試験用フィルタの取扱とトラベルブランク値の低減
- ①トラベルブランク試験は、地点ごと採取ごとに3試料以上実施するが、温度と日射の影響が同等とみなせる場合は同じトラベルブランク値を使っても良いことを明記する。(本文に記載、あわせて同じトラベルブランク値を使ってよい具体的条件を注15として示す)【第2節3(2) p5】【脚注p17】
- ② 移送中・試料採取中を含めて、温度管理及び遮光の条件を試料採取フィルタの状況に合わせることを本文中に記載する。(現行マニュアルの注 17 の内容を本文へ、注 5 をあわせて参照する)【第 2 節 3(2) p5】【脚注 p17】
- (4)試験液の調製
- ① 超音波抽出時の温度管理の手段として、氷冷を明記する。(注 19→注 16 は解説のみとする) 【第 2 節 3(3) p6】【脚注 p17】
- ② 操作ブランク試験の試料数を記載する。(第 1 部第 2 節に合わせ、5 試料以上と本文に明記) 【第 2 節 3(4) p6】

- (5)機器分析
- ① 条件最適化はフィルタ抽出液等により行う。【第3節3(1) p9】【第4節3(1) p12-13】
- ② 標準溶液の希釈は試験液と同じ濃度の炭酸水素ナトリウム溶液で行うことを原則としつつ、同等のクロマトグラムが得られる場合は水(超純水)でも良いことを記載する。【第 3 節 1(6) p7】 【第 3 節 3(3) p9】【第 4 節 1(7) p11】【第 4 節 3(3) p13】
- ③ 検量線の濃度は目標定量下限値をまたぐ濃度設定となるように、ゼロを入れて 5 段階以上とすることを本文中に明記する。【第3節3(3) p9】【第4節3(3) p13】
- ④ 操作ブランク値の目標値を 0.04 ng/m³ から 0.08 ng/m³ に変更する。(現行マニュアルの注 20 を削除し、目標値は本文に記載)【第 3 節 3(4) p9】【第 4 節 3(4) p13】

4.1.2 技術的課題以外の変更点

- (1)用語の統一
- ①六価クロム、六価クロム化合物 など
- ・六価クロム: 本マニュアルで測定や分析の直接の対象とする酸化数+VI のクロム
- ・六価クロム化合物:酸化数+VIのクロムが、化合物として存在している状況を記述する場合
- ・三価クロム、全クロム など:上記の扱いに準じる

②ブランク

空試験を意味する「ブランク」の語が、本マニュアルでは空試験のほか、その測定値、使用するフィルタ等の意味で使用されていることから、その意味に即した適切な記載に改める。

- ・操作ブランク値/トラベルブランク値/アルカリ含浸フィルタの(調製時の)ブランク値
- ・操作ブランク試験/トラベルブランク試験
- ・操作ブランク試験液/トラベルブランク試験液/(採取した試料の)試験液
- ・操作ブランク試験用フィルタ/トラベルブランク試験用フィルタ/試料採取用フィルタ

③正の誤差、負の誤差

分析化学では、全ての測定結果は一定の不確かさを持つという考え方に基づき、「誤差」という 語が使われなくなってきている。「誤差」という語を使わず「過小評価」「過大評価」といった表現に 改める。

また、過大評価については、大気粉じん由来のクロムのみならずフィルタ由来のクロムの影響もあることが分かるような表現とする。【第2節3(1) p4】【第6節6(1) p35】【脚注p17】

なお、過大評価・過小評価に関する解説については、注1と第6節に集約する。【脚注p17】【第6節6p35-37】

(2)本文と脚注の書き分けの考え方の整理

原則として、マニュアル本文には要件や備えるべき性能・機能を記載し、脚注には本文の解説や要件を満たす事例などを記載する。

(3)表現の適正化

「望ましい」、「可能であれば」、「必要に応じて」、「可能な限り」、「出来る限り」等の履行の要請があいまいな記載は、履行を一様に義務づけることに問題がある場合を除き、履行を求める旨に改める。

(4)検討会で得られた成果やデータの掲載

第1節~第5節の本文には収載せず、第6節(新たに設ける)、脚注などで対応する。

(5) その他の変更

- ①「優先取組物質」の根拠を、大気汚染防止法から中央環境審議会答申に修正する。【第 1 節 p1】
- ② フィルタホルダについて、ヒアリングではバックアップフィルタの使用を示唆する回答がなかった

ため、バックアップフィルタに関する記載を削除する。【第2節2(1) p2-3】

③ 第3節と第4節について、図表を含めて表現を統一する。マニュアル第1部(測定方法の総論) と対応する記載については、第1部での表現に合わせる。

添付資料 1

現行マニュアル 課題一覧表 (今年度業務開始時点)

課題一覧表(1/2)

No)			マニュアルでの記載	課題	R3年度検討会 資料記載箇所	~R3年度 技術的検討内容	R3年度業務完了時 点でさらなる議論・ 検討が必要	R4年度技術的検討内容 環農水研	R4年度検討内容 STR	マニュアル改定の方向性	R4年4月 事務連絡
1		調製前フィルタ	第2節 2(1)b)	JIS P 3801ろ紙(化学分析用)に規定される5種C	定量用ろ紙5種Cには全クロムが存在するため、フィルタの材質を変更できないか	第3回資料4	マニュアルに規定していない様々なフィルタ について検討を実施	Na711 25			フィルタの種類については、定量用ろ紙5種C とする(現行通り)	
2		調製前フィルタ	第2節 2(1)b)	フィルタのサイズは直径47 mmとする。	47mm φ のフィルタが入手困難と回答した機 関があった	第1回資料4-1	47mmはアドバンテックのカタログに未収載だ が、問い合わせれば入手できる				(該当機関に個別に連絡し、マニュアルの変 更はしない)	
3		洗浄 (酸→超純水)	第2節 3(1)①a)	ムを溶出させる。		第2回資料3-1 第3回資料3	・浸漬→振とうに変更 ・溶出液の交換頻度の増加 ・洗浄前に、アルかり含浸+高温暴露を実施 などを行い、フィルタ中の全クロム量を低減す ることができた 冬季実地測定においてマニュアル法と比較したが、有意な差は得られなかった				酸洗浄液を振とうすることでフィルタ中の全クロムを低減できる可能性があることを注として追記する	
4			第2節 3(1)①a)	必要枚数の5種Cフィルタを(1+9)硝酸+(2+98) ふっ化水素酸に浸し、個々のフィルタが酸と 接触するように、軽く混ぜる。	フツ酸の使用について、安全衛生上の理由で回避したい	第2回資料3-1	フッ酸の有無で、フィルタ中の六価クロムは 変わらないが、全クロムの値が減少すること が分かった				フッ酸は使用することとする(現行通り)	
5	試料採取準備	アルかり含浸処理	第2節 3(1)①c)	0.12 mol/L炭酸水素ナトリウム溶液	アルカリ含浸液について、pHで記載してほしいという意見があった アルカリ含浸液のpHについて、あまり詳しく 調べられていない(森田委員)	第1回資料4-1 第2回議事録	アルカリ含浸液の濃度については平成23年度に検討し、0.12mol/Lと決まった				(アルカリ合浸液の濃度については平成23年度に検討しているため、pHの検討は不要と判断し、マニュアルの変更はしない)	
6		乾燥	第2節 3(1)①d)	清浄なシャーレ等に取り出し、デシケータ内 等で乾燥する。	乾燥時間が長い機関で、ブランク値がばらつ いたり高値になる傾向がある	第3回資料2	(未検討)	0	0	〇(ヒアリングにて実態調査)		
7		ブランク確認	第2節 注11	作成したアルカリ含浸フィルタは、同じロット中の10%以上の割合であらかじめ分析操作を行い、ブランク値を大気濃度に換算した値が目標定量下限値以下であることを確認する。これを超える場合は、同じロットのアルカリ含浸フィルタは全て使用しない。	目標定量下限(0.08ng/m³)を超えたら使用しないことになっているが、最終的に操作ブランクが0.08ng/m³を超える機関がある	第3回資料2	_				・試料採取前にプランク確認を実施 ・0.08ng/m ³ を超過する場合は使わない ことを、第2節の3(1)②として本文に記載す る。	事務連絡2
8		保管(フィルタ 調製後)	第2節 注7	アルカリ含浸フィルタの作成は、試料採取時期に合わせて行うとよい。	保管期限が明示されていない	第1回資料4-1	(未検討) 冷凍状態による保管によって30日程度はブラ ンク値の上昇は見られず(全国環境研究会 誌Vol.46 No.1(2021))	0	-	〇(追加的業務2として、左記 報文の追実験を実施)		
9		移送(採取前)	第2節 3(1)②	クロムの形態変化を抑えるため、冷蔵状態と する。可能であれば冷凍して運搬する	冷凍か冷蔵かを明確にしたい	第3回資料3	移送時間が24時間程度なら有意差は認められなかった				現行通りとするが、温度ムラがないよう留意 する	事務連絡3
10		採取	第2節 3(2)	フィルタホルダには直射日光が当たらないようにする。	遮光についての記載があいまい	第3回資料3	冬季の実地測定において光の影響を検討した結果、有意な差は認められなかった。 (夏季の実地測定も必要と考えるが、日射と 温度上昇を切り離して評価することが難し しい)	0	0	O(ヒアリングにて実態調査)		
11			第2節 3(2)	操作は一連の試料採取において試料数の 10%程度以上の頻度で、必ず3試料以上実施する。	「10地点に1回」「10か月に1回」等と解釈する 余地があるため、採取試料と温度履歴が異 なるトラベルブランク試験を行うことで測定値 に対する適切な補正が出来なくなる可能性 がある	第3回資料2	-				<u>地点ごと採取ごと</u> に実施するよう、本文の記載を変更する。試行数(n=3以上)は変更なし	事務連絡4
12	試料採取	トラベルブランク	第2節 注17	温度変化によりブランク値が変化しやすいので、トラベルブランク用フィルタは試料採取用フィルタと同じ温度管理を行う。 試料採取中は試料採取用フィルタ付近のほぼ同じ温度となる位置に置く。	を合わせるのが重要であるが、充分ではな	第3回資料3	-				トラベルブランクと採取フィルタとで温度管理 を同じにすることを <u>本文中に記載</u> する	
13			第2節 3(2)	試料採取操作を除いて、試料採取用フィルタ と同様に持ち運び、取り扱う。	採取フィルタとトラベルブランクで、条件をどこまで合わせる必要があるかを明示したい(温度と光?)	第3回資料3	(10、12とも関連するが、さらに検討が必要と 考える)	0		〇(追加的業務1として、昨年 度ヒアリングした事業者のトラ ベルプランクの取り扱いを3類 型に分け、測定値への影響 を評価する)		事務連絡5
14				CIT 141C11 DEC. 4X71X Jo	トラベルブランクを採取フィルタと条件を合わせた時に、トラベルブランク値が高値となることはあるが、その結果で補正をすることが大切	第3回議事録	-				他の項目とは扱い方の注意が異なることを マニュアルの記載で明記する	
15	1	移送(採取後)	第2節 3(2)	クロムの形態変化を抑えるため、冷蔵(可能 であれば冷凍)して運搬する。	冷凍か冷蔵かを明確にしたい	第3回資料3	移送時間が24時間程度なら有意差は認められなかった				現行通りとするが、温度ムラがないよう留意 する	
16			第2節 2(2)		超音波装置の出力(w)・周波数(Hz)が決まっていない	第3回資料3	(未検討)	0	-	〇(ヒアリングにて実態調査)		
17	試験液の調製	抽出	第2節 注19	抽出温度は室温(20℃程度)でよいが、抽出温度が高いと抽出中に形態変化を生じる可能性があるので、水温の上昇に注意し、必要に応じて抽出途中で水浴の水を取り換える。	抽出時の温度条件があいまい ※測定機関へのヒアリングの結果、水温が 20°C以下になるよう冷却しながら抽出してい る機関があった。	第3回資料3	(未検討)	0	0	O(ヒアリングにて実態調査)		

課題一覧表(2/2)

No.	Ι	程	マニュアルでの記載		課題	R3年度検討会 資料記載箇所	~R3年度 技術的検討内容	R3年度業務完了時 点でさらなる議論・ 検討が必要	R4年度技術的検討内容 環農水研	R4年度検討内容 STR	マニュアル改定の方向性	R4年4月 事務連絡
18		条件最適化	第4節 注29	溶離液の種類とカラム条件によっては、目的物質の検出付近に妨害成分が溶出するので、その場合は溶離液組成の濃度を変更することで妨害物質の影響を軽減できることがある。	IC-PC法において、フィルタ抽出物から(ブランクでも)夾雑物由来のピークが検出される	第3回資料2	_				フィルタ抽出液または操作ブランクへの添加 試験で条件最適化を行うよう、記載する	
19	機器分析	₩ B W	第3節 1(8) 第3節 3(3)a) 第4節 3(3)a)	ナトリウム溶液(希釈溶媒) 濃度がアルカリ含浸フィルタとマトリックスマッ	y切片が高い場合があるが、標準液と抽出液 の組成を合わせれば、補正できるのではないか 、 、標準液を超純水で希釈して、問題なく測定 出来ている機関もある	第3回資料2	(未検討)				マニュアルにも記載しており、化学分析の考え方としても適切なので、検量線作成用の標準液は抽出液とマトリクスマッチングした溶液で希釈する	事務連絡6
20		検量線	第3節 3(3)a) 第4節 3(3)a)	0.1~5 ng/mLになるように、検量線作成用標準濃度系列を作成する。標準濃度系列はゼロを入れて5段階以上とする。	検量線の最低濃度付近の測定値が多い。 目標定量下限値(0.08ng/m³)をまたぐように 設定せずに外挿している機関があった。	第3回資料2	_				0.1~5ng/mLの範囲になっているが、目標定量下限値(0.08ng/m³)をまたぐように設定し、ゼロを入れて5段階以上の標準濃度系列を作成する。濃度範囲は実際の測定値に合わせて適宜変更する。	事務連絡6
21		操作ブランク	第2節 注20	操作ブランク値の目標値は目標定量下限値 0.08 ng/m³の2分の1となる0.04 ng/m³とす る。	注20、注24の記述がわかりにくい	第3回資料2	-				引用を注20の記述に統一する。(左記のマニュアルでの記載に統一する)。	
22		=	-	-	測定値のばらつきに一番影響する工程は何か	第3回議事録	(さらに検討が必要)	0			-	
23		-	-	-	器具・試薬からの汚染対策についてもう少し 具体的に記載必要	第3回議事録	(器具の洗浄方法については要検討)	0	-	〇(ヒアリングにて実態調査)	注6の書き換えで対応可能?	事務連絡1
24			-		測定値の誤差に対する大気粉じんの影響について評価が不十分では?(田邊委員)	第3回資料1	平成23-24年度に検討した結果が第5節 2(2)として収載されている。				(検討済のため、マニュアルの変更はしない)	
25		試料採取	_	-	測定値の誤差に対する湿度の影響について 評価が不十分では?(賢持委員)	第3回資料1	(未検討だが検討方法は?)	0			-	
26	全体		-		事務局で雨天時の湿度の影響による欠測が あったが、雨天時に欠測にならないようにす るにはどうするのが良いか	第3回議事録	_				流量補正機能付きのポンプを使用する	
27		定量	-	-	測定値がばらつく	第3回資料4	機器分析のクロスチェックの結果、大気環境 濃度に換算すると室間では 1σ で $0.02 ng/m^3$ 程度のばらつきがあった。 →目標定量下限を $0.025 ng/m^3$ に下げるのは 難しいことが分かった。				(基礎データとして使用し、マニュアルに直接 反映しない)	

添付資料 2

令和3年度 六価クロム化合物測定結果

令和3年度 大気粉じん中六価クロム化合物並びに関連項目 測定結果まとめ

令村	113年度	大気粉じん中六	価クロム1	L 台物业(ひに関連	里以日 川	定結果ま	2 Ø)						_										
		測定地点						六価ク	ロム化合物						クロム及び・	その化合物]	Ä		項目 t物質(SPM)			浮遊	粉じん
No.	自治体	測定局名	属性	測定回数	平均值	中央値 ng/m³	最大値 ng/m³	最小值 ng/m³	標準偏差 欠測頻度	ND頻度	検出下限 (平均)	操作ブラン ク(平均) ng/m ³	トラベルブ ランク(平 <u>均)</u> ng/m ³		平均值	最大値 ng/m³	最小值 ng/m³	測定回数	平均値 μ g/m³	最大値 μg/m³	最小値 μg/m³	測定回数	平均値 <i>μ</i> g/m ³	最大値 μg/m³
1	函館市	中部小学校測定局	一般環境	12		0.074	ng/ m 0.40	0.003 ND	0.112 0/12	2/12	0.007	0.004	ng/m 0.016	12				. 11	<u>μg/m</u> 10		μg/m 6	12		
	函館市	北美原小学校測定局	一般環境	12		0.080	0.27	0.009 *	0.082 0/12	0/12	0.007		0.017	 					-	-	-	12		
	山形市	山形成沢西局	一般環境	12	0.050	0.045	0.14	0.006 ND		1/12	0.007	0.003	0.010						-	-	-	-	-	-
	<u>茨城県</u> 茨城県	日立市役所局 土浦中村南局	一般環境 沿道	12	0.070 0.036	0.064 0.026	0.20 0.11	0.001 ND 0.001 ND	0.057 0/12 0.033 0/12	1/12	0.003		0.006						9.6 13		2.6 3.7	12 12		
	茨城県	土浦保健所局	一般環境	12	0.030	0.020	0.096	0.001 ND	0.035 0/12	2/12	0.003		0.006						13		4.0	12		
7	茨城県	筑西保健所局	一般環境	12	0.050	0.028	0.19	0.001 ND	0.057 0/12	2/12	0.003		0.006	12	2.3	6.2	0.40	12	20	31	11	12	30	5
	茨城県	神栖消防局	一般環境	12	0.043	0.038	0.13	0.004 *	0.035 0/12	0/12	0.003		0.006						13		4.6	12		
	<u>茨城県</u> 東京都	神栖下幡木局 中央区晴海局	一般環境 一般環境	12 12	0.018 0.065	0.015 0.054	0.048 0.16	0.001 ND 0.007 ND	0.015 0/12 0.046 0/12	3/12 2/12	0.003		0.006						12 15		4.1 4.5	12 12		
	東京都	国設東京新宿局	一般環境	12	0.075	0.067	0.21	0.007 ND	0.048 0/12	1/12	0.017		0.030	1					16		4.1	12		
12	東京都	京葉道路亀戸局	沿道	12		0.047	0.16	0.010 ND	0.047 0/12	1/12	0.017		0.030						18		5.0	12		
	東京都	目黒区碑文谷局	一般環境	12	0.057	0.052 0.049	0.13 0.21	0.006 ND		1/12 2/12	0.017		0.030	1					14 18		4.3	12 12		
	東京都 東京都	大田区東糀谷局 環八通り八幡山局	一般環境 沿道	12	0.069 0.048	0.049	0.21	0.010 ND 0.006 ND		4/12	0.017		0.030	1				12 12	15		3.9 5.5	12		
	東京都	板橋区氷川町局	一般環境	12	0.096	0.090	0.32	0.007 ND		1/12	0.017		0.030						15		5.3	12		
17	東京都	練馬区石神井町局	一般環境	12	0.076	0.066	0.33	0.010 ND		2/12	0.017	0.021	0.030	1					15		5.0	12		
	東京都	足立区西新井局 江戸川区春江町局	一般環境 一般環境	12	0.094 0.075	0.069 0.067	0.26 0.13	0.007 ND 0.032 *	0.077 0/12 0.038 0/12	2/12 0/12	0.017	0.021 0.021	0.030	1				12	16 16		3.1 3.5	12 12		
	東京都 東京都	小金井市保健センター	一般環境	12	0.073	0.030	0.13	0.032 * 0.007 ND	0.038 0/12	4/12	0.017	0.021	0.030						16		3.3	12		
	東京都	東大和市奈良橋局	一般環境	12	0.054	0.048	0.18	0.007 ND	0.047 0/12	3/12	0.017	0.021	0.030	•	3.2	13		12	16		5.6	12		
	東京都	西多摩郡檜原局	一般環境	12	0.036	0.035	0.095	0.006 ND	0.029 0/12	5/12	0.017		0.030					12	8.0		1.0	12	12.8	24.
	市川市 川崎市	市川新田局 大師測定局	一般環境 固定発生源	12 12	0.15 0.22	0.12 0.23	0.31	0.081	0.062 0/12 0.084 0/12	0/12	0.009	0.004 0.000	0.007 0.000						13 18		3	- 12	- 53	10
	川崎市	池上測定局	沿道	12	0.22		2.7	0.074	0.658 0/12	0/12	0.001	0.000	0.006								7	12		
26	川崎市	中原測定局	一般環境	12	0.14	0.15	0.24	0.042	0.064 0/12	0/12	0.001	0.000	0.001	12	4.7				14	37	5	12	30	6
	川崎市	生田浄水場	一般環境	12	0.13		0.34	0.025	0.088 0/12	0/12	0.001	0.000	0.000					11	12	32	5	12	28	5
	金沢市金沢市	駅西局 山科局	一般環境 沿道	6	0.003 0.017	0.003	0.004 ND 0.055	0.003 ND 0.003 ND	0.000 0/6 0.022 0/6	6/6 4/6	0.007	0.004 0.004	0.004 0.003	1		3.8 1.6		- 6	_ 13	22			_	_
	京都市	左京局	一般環境	12	0.029	0.004	0.053 *	0.009 ND	0.017 3/12	3/12	0.007		0.003						10		2.7	_	-	<u> </u>
31	大阪府	泉大津市役所	一般環境	12	0.13	0.078	0.28	0.063	0.084 5/12	0/12	0.018		0.050	9	3.4			12	15		5.8	9	28	4
	大阪市	摂陽中学校局	一般環境	12	0.12		0.35	0.004 ND	0.094 0/12	1/12	0.008		0.035	1				12	14		3	-	-	_
	大阪市 福岡県	菅北小学校局 田川局	一般環境 一般環境	12	0.17 0.087	0.14 0.044	0.65 0.40	0.058 0.002 ND	0.157 0/12 0.127 0/12	0/12 4/12	0.008		0.038						20 20		10 11		_	<u>-</u> -
	福岡県	宗像局	一般環境	12	0.13	0.10	0.32	0.060	0.074 0/12	0/12	0.008		0.038						15		6.5		-	-
	福岡県	古賀局	沿道	12	0.14	0.14	0.30	0.016 *	0.083 0/12	0/12	0.008		0.038						16	27	7.8	-	-	-
	福岡市 福岡市	香椎局 千鳥橋局	一般環境 沿道	12 12	0.082 0.12	0.072 0.13	0.20 0.19	0.004 ND 0.004 ND	0.055 0/12 0.050 0/12	1/12	0.006		0.027 (報告なし)	12						-			_	Ē
	福岡市	大橋局	沿道	12	0.12	0.080	0.13	0.055	0.020 0/12	0/12	0.006			12					_	-	_	_	_	 -
40	福岡市	西新局	沿道	12	0.074	0.067	0.13	0.009 *	0.035 0/12	0/12	0.006		(報告なし)	12		9.5			_	-	_	-	-	-
	久留米市	城南中学校局	一般環境	12	0.048	0.033	0.14	0.002 ND	0.047 0/12	3/12	0.008		0.038						16		7	-	-	
	大分市 大分市	王子中学校測定局 三佐小学校測定局	一般環境 固定発生源	12	0.064 0.061	0.044 0.058	0.17 0.11	0.022 * 0.025 *	0.044 0/12 0.026 0/12	0/12	0.009		0.005 0.004	1					11 13		<u>5</u> 7		_	<u>-</u>
	大分市	東大分小学校測定局		12			0.15	0.022 *		0/12	0.009			1				 			6	_	_	-
	大分市	佐賀関小学校測定局	固定発生源	12	0.048	0.044	0.12	0.015 *	0.031 0/12	0/12	0.009	0.005	0.005	12			0.12	12	13		5	-	-	-
		測定地点						六価ク	ロム化合物						関連 ¹ クロム及びそ									
No.											検出下限		トラベルブ											
140.	業者	測定局名	属性	測定回数	平均値	中央値	最大値	最小値	標準偏差	ND頻度		ク(平均)	ランク(平 均)	測定回数	平均値	最大値	最小値							
					ng/m ³	ng/m ³	ng/m³	ng/m³	ng/m ³		ng/m ³	ng/m ³	ng/m ³	-	ng/m³	ng/m³	ng/m³							
1	東ブロック	国設札幌局	一般環境	12	1		0.27	0.005 ND		0/12	0.008	0.015	0.022	12		3.0								
		根岸小学校局	一般環境	12	0.12	0.11	0.29	0.013 *		0/12	0.007	0.015	0.049	12	7.5	17	0.72							
		国設箟岳局	一般環境	12			0.23	0.029		0/12	0.008	0.018	0.031	12		5.4								
		小名浜玉川町内 土浦中村南局	一般環境 沿道	12			0.14 0.28	0.010 * 0.065		0/12 0/12	0.008	0.015	0.036 0.021	12	1.9	5.5	0.075							
		環七通り松原橋自排測定局		12			0.61	0.096		0/12	0.007	0.017	0.029	-		-	-							
7	東ブロック	国設川崎局	一般環境	12	0.50	0.35	1.9	0.15	0.49 0/12	0/12	0.008	0.015	0.011	12	17	79	1.2							
		健康科学研究センター		12			0.45	0.065		0/12	0.009	0.015	0.018		- -	-	-							
		寒川小学校 東海市名和町局	一般環境 一般環境	12 12			0.51 0.63	0.045 0.24		0/12 0/12	0.008	0.013	0.052 0.005		_ -	- -	- -							
		滋賀県衛生科学センター		12			0.15	0.036		0/12	0.010	0.005	0.005											
12	西ブロック	左京局	一般環境	12			0.10	0.021 *		0/12	0.009	0.004	0.004			-	-							
		泉大津市役所局	固定発生源	12			0.21	0.031 *		0/12	0.009	0.005	0.023											
	西ブロック 西ブロック	国設対馬酸性雨測定所 国設対馬酸性雨測定所	一般環境 一般環境	12			0.39 0.10	0.043 0.009 *		0/12 1/12	0.008	0.004	0.004		0.65	3.6	0.085							
		国設辺戸岬酸性雨測定所		12			0.097	0.033		0/12	0.009	0.004	0.004			1.9								

最大値

 μ g/m 3 44 39

64

78 38 53 59 55 60.9 76.2 64.3 52.8 76.3 62.6 45.8 42.0 48.8 45.4 43.2 87.9 24.9 100 110 60 58

最小値

 μ g/m 3

9.1

6.2 8.6 8.6 12 5.5 9.7 10.1 11.3 8.6 11.9 13.8 5.9 6.2 7.9 8.1 9.8

添付資料3

令和元年度~令和2年度 六価クロム化合物測定実施機関へのヒアリング結果

質問事項	引事項 アルカリ含浸フィルタの作成に用いる器具について						
事業者	フィルタ(5C ろ紙)のメーカ ー・型番	フィルタの洗浄・含浸処理 に使った器具の材質	器具の洗浄で注意してい ること				
自治体 1	アドバンテック 定量濾紙 No.5C	樹脂製	使用時以外は硝酸に浸漬 し、使用時に超純水で洗 浄				
自治体 2	ADVANTEC 5C 47mm	樹脂製	使用時以外は硝酸に浸漬 し、使用時に超純水で洗 浄				
自治体 3	アドバンテック 5C 47m m	樹脂製	なし				
自治体 4	アドバンテック 定量濾紙 No.5C 01531047	PFA バット、プラスチック製 薬さじ	器具は 10%硝酸バスの浸 漬を行い使用する、樹脂 製の水切りカゴ内で乾燥 する				
自治体 5	ADVANTEC, 定量濾紙 No.5C 100 枚入 01531047	ポリプロピレン	1+10 硝酸で洗浄後、精製 水で洗浄している				
自治体 6	アドバンテック 定量ろ紙 No.5 C	PTFE 及び PP 容器と PP 製チップを使用	使用直前に硝酸及び純水 で洗浄				
自治体 7	ADVANTEC 5C 47 mm 01531047	PTFE(フッ素樹脂)ビーカ ー	使用直前に超純水で洗浄				
自治体 8	ADVANTEC 定量ろ紙(No. 5C) Φ110mm	酸での洗浄→テフロンビー カー 水での洗浄・含浸処理→ ポリエチレン製のチャック 袋	使い捨てのため洗浄して いない				
自治体 9	アドバンテック 定量濾紙 No.5C	PTFE, PP	超純水にて洗浄				
自治体 10	ADVANTEC 4-900-11	ジルコニア製ピンセット、テフロンビーカー、ガラスビーカー、ポーパータオル、テフロン製スターラー	専用器具を用いる				
自治体 11	ADVANTEC 製 ITEM:5C (Size;47mm)	PFA	洗浄・含侵に使う器具を、 前日に再度洗浄・乾燥				
自治体 12	アドバンテック Φ47mm	テフロン	クロムのコンタミを防ぐた めに硝酸で洗浄している				
自治体 13	ADVANTEC 5C 47mm	バット、酸・アルカリ溶液作 成ボトルともに PFA 製	特になし				
委託業者1	アドバンテック 定量露紙 5C	PTFE	希硝酸+希フツ酸で空分 解				
委託業者 2	ADVANTEC 5C 47mm	バット、酸・アルカリ溶液作 成ボトルともに PFA 製	特になし				

新明市市	ア	ルカリ含浸フィルタの作	成に用いる試薬につい	いて
質問事項	水のグレード	硝酸のメーカー・グ レード	フッ化水素酸のメーカー・グレード	炭酸水素ナトリウム のメーカー・グレー ド
自治体 1	ラボで精製: 18.2MΩ	関東化学 電子工業用	関東化学 原子吸光分析用	富士フイルム和光 純薬 試薬特級
自治体 2	ラボで精製: 18.2MΩ • cm 以上	関東化学 電子工業用	関東化学 原子吸光分析用	富士フイルム和光 純薬 試薬特級
自治体 3	ラボで精製:	関東化学	関東化学	関東化学
	18.2MΩ	Ultrapur-100	Ultrapur-100	特級
自治体 4	ラボで精製:	関東化学	関東化学	関東化学
	14×104 Ω·m	金属分析用	原子吸光分析用	pH 標準液用
自治体 5	ラボで精製:	関東化学	関東化学	関東化学
	18.2	原子吸光分析用	特級	RoHS2 対応用
自治体 6	ラボで精製 : 15MΩ • cm 以上	富士フイルム和光 純薬 有害金属用	富士フイルム和光 純薬 特級	富士フイルム和光 純薬 特級
自治体 7	ラボで精製: 18.2MΩ • cm 以上	関東化学 金属分析用	関東化学 原子吸光分析用	富士フイルム和光 純薬 試薬特級
自治体 8	ラボで精製:	関東化学	多摩化学工業	ナカライテスク
	18.2Ω •cm 以上	ultrapur-100	超高純度分析用	EXTRA PURE
自治体 9	ラボで精製:	多摩化学	多摩化学	和光純薬
	18.2MΩ	AA-100	AA-100	特級
自治体 10	ラボで精製:	松野園製薬	関東化学	関東化学
	18.3	有害金属測定用	Ultrapur	特級
自治体 11	ラボで精製: UPW 18.2MΩ・cm	関東化学 UP-100	富士フイルム和光 純薬 超微量分析用	富士フイルム和光 純薬 製造専用
自治体 12	ラボで精製:	関東化学	関東化学	和光純薬
	18.2MΩ •cm	超高純度試薬	超高純度試薬	特級
自治体 13	ラボで精製:	関東化学	関東化学	関東化学
	18.2MΩ •cm 以上	電子工業用	Ultrapur100	特級
委託業者1	ラボで精製:	関東化学	関東化学	関東化学
	18.2MΩ/cm 以上	EL	原子吸光分析用	特級
委託業者2	ラボで精製:	関東化学	関東化学	関東化学
	18.2MΩ •cm 以上	電子工業用	Ultrapur100	特級

	アルカリ含浸フィルタ	タ作成時の洗浄条件
質問事項	一度に洗浄したフィルタの枚数、および洗 浄液(硝酸+フッ化水素酸)の容量	水での洗浄時間・回数
自治体 1	200mL の洗浄液に対し 15~20 枚	15 分程度で 7 回
自治体 2	200mL の洗浄液に対し 15〜20 枚	洗浄水を入れた容器にフィルタを入れて 数回転倒混和した後、その水のpHを試験 紙で確認し、中性となるまで繰り返した(7 回)
自治体 3	22 枚·1L	5 分間・5 回
自治体 4	400mL の洗浄液に対しフィルタ 35~40 枚	水を入れた容器にフィルタを入れ、プラス チック製のさじでかき混ぜ、pH 試験紙で pH を確認する。中性になるまで繰り返す。 (2~3 回)
自治体 5	10 枚, 150 mL	1分 × 3回
自治体 6	200mLの洗浄液に対し20枚	洗浄液から出して水を入れた容器に移す際、水の入った洗瓶でろ紙を 2~3 回洗い、その後水を入れた容器に移して攪拌し、pH を試験紙で確認して中性になるまで水を交換した(約5回)
自治体 7	フィルタ 13~15 枚 洗浄液 200 mL を 2 回	洗液が中性になるまで 4、5回
自治体 8	5 枚ずつ、約 100mL	チャック袋に水 2L とフィルタを入れて超音 波洗浄 30 分×3 回
自治体 9	洗浄液 500mL(純水 440mL、硝酸 50mL、 フッ化水素酸 10mL)を 100mL ずつビーカ ーに分取し、100mL の洗浄液に対しフィル タ 5 枚。合計 25 枚作成。	ビーカー内の酸を捨て、超純水を入れ軽く 混ぜて捨てる(3回程度)。超純水を入れ た容器にフィルタを移し30分超音波にか ける。
自治体 10	110mL の洗浄液に対し約 13 枚	洗浄水を入れた容器(テフロン製ビーカー)にフィルタを入れて撹拌した後、その水の pH を試験紙で確認し、中性となるまで繰り返した(6回)。
自治体 11	100mL の洗浄液に対し 40 枚	決められた時間・回数ではなく洗浄水の pH を試験紙で確認し、中性となるまで(通 常 5 回程度)洗浄
自治体 12	10 枚、100mL	フィルタが中性になるまで
自治体 13	フィルタ 40 枚に対し、(1+9)硝酸+(2+98)ふっ化水素酸の洗浄液 250mL で 2 回洗浄(その際、洗浄液は入れ替える)	PFA バットに超純水を入れ、3~5 秒/回ゆるやかに撹拌し、水を換える操作を 5~10回程度行う。 その水の pH を試験紙で確認し、中性となるまで繰り返す
委託業者1	200ml に対し最大 40 枚	洗浄水にフィルタを入れて撹拌し、水を切りながら別の洗浄水に移す。洗浄水の pH を試験紙で確認し、中性となるまで繰り返した(8~10 回)
委託業者2	フィルタ 40 枚に対し、(1+9)硝酸+(2+98)ふっ化水素酸の洗浄液 250mL で 2 回洗浄(その際、洗浄液は入れ替える)	PFA バットに超純水を入れ、3~5 秒/回ゆるやかに撹拌し、水を換える操作を 5~10回程度行う。その水の pH を試験紙で確認し、中性となるまで繰り返す

質問事項	アルカリ含浸フィルタ	タ作成時の乾燥条件
事業者	乾燥に使った器具および条件	試料採取時までの保管・密閉方法 および保管時間
自治体 1	クリーンブースを使用、室温で一晩静置	チャック付き袋に入れて家庭用冷凍庫で 保管、7日以内に試料採取
自治体 2	クリーンブース内に樹脂バットに広げたフィルタを並べ、HEPA フィルタを通した清浄空気を吹き付けて室温で一晩静置	チャック付き袋に入れて家庭用冷凍庫で 保管、7日以内に試料採取
自治体 3	ビニール製ボックスで HEPA フィルタを通 気した空気を吹き付け乾燥。(卓上クリー ンブース HEPA フィルターユニット付	冷凍・ろ紙ホルダ内(チャック袋に入れ、ア ルミパックに入れる)・7-14 日以内
自治体 4	デシケータ内にシャーレの蓋を開けて並 べ、窒素ガスを供給しながら 2~3 時間乾 燥	調製したろ紙をシャーレに入れ、チャック 袋で密閉し冷凍庫で使用時まで1週間程 度保存
自治体 5	デシケータ 25°C 16 時間	ろ紙 1 枚毎にチャック付きビニール袋に入れ、冷凍保存 (-16℃)
自治体 6	汚染のないドラフト内でキムワイプを広 げ、そのうえで自然乾燥(約 1~2 時間)	チャック袋に1枚ずつ入れ、家庭用冷凍庫 で保管。10 日程度で試料採取
自治体 7	真空デシケータにて常温で真空乾燥し1 日以上静置	チャック付袋に入れて密封し冷凍庫で2週 間程度保管
自治体 8	ガス置換デシケータ内にフィルタを並べ、 デシケータと窒素ガス発生装置と接続し、 常に窒素を流しながら約3時間乾燥	チャック袋に入れ冷凍保管、3 日~1 週間ほど
自治体 9	室内気温を 20°Cにし、窒素を充満させた デシケータで約 6 時間乾燥	1 枚ずつフィルタ保存用のプラケースに入れ、チャック付きのビニール袋に入れる。 25 枚分をチャック付きアルミ袋にまとめて 冷凍庫で冷凍保存。1~2 週間内で採取。
自治体 10	遮光性デシケータ内に設置した樹脂製スタンド(自作)に各フィルタを立てた状態で固定する。次にデシケータ内を高純度窒素ガス(>99.999%)で置換したのち、室温で一晩静置。	チャック付きアルミ袋に入れて家庭用冷凍 庫で保管、10 日以内に試料採取。
自治体 11	窒素ガスを6分吹付後、デシケータで一晩 乾燥	1 枚ずつ Petri Slide に入れ 25 枚ずつチャック付き袋に入れて、更に蓋つきタッパに格納し、-20°Cに保った業務用冷凍庫(DAIWA 製型式 623SS-EC)で保管
自治体 12	デシケータ内で乾燥	冷凍保管、輸送時は冷蔵、シャーレ内で 保管、採取後1週間以内に機器測定
自治体 13	真空デシケータ板にラップを敷いてろ紙が 重ならないように並べる。2~4h 減圧乾燥 した後、一度常圧に戻しフィルタを裏返し 配置をずらして一晩減圧乾燥	1 枚ずつ、ADVANTEC PETRI DISH PD-47A に入れ、アルミジップ袋に入れて 家庭用冷凍庫で保管。保管期間は約1ヵ 月
委託業者1	テフロンシート上に重ならないようにフィル タを置き、真空乾燥器で一晩以上乾燥さ せた。	チャック付き袋に入れて冷凍庫で保管、2 週間以内に試料採取
委託業者2	真空デシケータ板にラップを敷いてろ紙が 重ならないように並べる。2~4h 減圧乾燥 した後、一度常圧に戻しフィルタを裏返し 配置をずらして一晩減圧乾燥	1 枚ずつ、ADVANTEC PETRI DISH PD-47A に入れ、アルミジップ袋に入れて 家庭用冷凍庫で保管。保管期間は約1ヵ 月

質問事項	分析室~採取地点間の	フィルタの移送について
事業者	移送中のフィルタの温度管理方法	使用前の解凍方法・解凍時間
自治体 1	分析室から採取担当事業所へは車載冷 凍庫(-10℃)で輸送。採取担当事業所から現場へは保冷剤入りクーラーボックスで輸送。	試料採取地点到着後、外気温にて自然解凍。
自治体 2	分析室から採取担当事業所へは車載冷 凍庫で輸送。採取担当事業所で家庭用冷 凍庫に保管し、測定場所には保冷剤入り クーラーボックスで輸送	試料採取地点到着後、外気温にて自然解凍
自治体 3	クーラーBOX 内冷蔵、保冷剤	すぐに設置(クーラーBOX を出してから移動があるため、場所により2~5分後に設置)
自治体 4	保冷バッグ(保冷剤同梱)で移送。	試料採取地点到着後、外気温にて自然 解凍
自治体 5	クーラーボックスに保冷剤と一緒に入れ 移送。	調査前日にクーラーBOX 内に保冷する。 16 時間程度。
自治体 6	冷凍、ドライアイスを入れた発泡スチロー ルの箱にサンプルを入れ移送	自然解凍、5分程度
自治体 7	保冷剤とともにクーラーボックスにしまっ て移送	クーラーボックス内で運搬から設置に要する時間(最大1時間程度)
自治体 8	冷蔵(フィルタを付けたホルダにアルミホイルを巻いて袋に入れたもの、及び 1 枚ずつ袋に入れたトラベルブランクを、保冷バッグに保冷剤とともに入れて運搬)	10 分程度自然解凍
自治体 9	保冷剤を入れた発泡スチロール容器に入 れ運搬。	採取地点到着後、外気温にて自然解凍。 採取地点まで保冷剤を入れた発泡スチロ ール容器に入れ運搬。
自治体 10	クーラーボックス内に保管(保冷剤により 冷蔵)	特になし(冷蔵であるため)
自治体 11	-20℃で保管した保冷剤を敷き詰めたクー ラーボックスに入れて移送	試料採取地点到着後、外気温にて自然 解凍
自治体 12	冷蔵	採取約20分前に取り出し解凍する
自治体 13	クーラーボックスに保冷剤を入れ、冷蔵状態で保管	採取地点到着後、外気温にて自然解凍。 採取地点まで保冷剤を入れた発泡スチロ ール容器に入れ運搬
委託業者1	保冷剤入りクーラーBOX で冷却しながら 移送	試料採取地点到着後、外気温にて自然 解凍
委託業者2	クーラーボックスに保冷剤を入れ、冷蔵状態で保管	採取現場にて成り行きで解凍

おロナー	トラベルブランク試験について		
質問事項	1 = ~ =	1回あたりのト	
事業者	トラベルブラン クの測定頻度	ラベルブランク 測定数	採取中のトラベルブランクの取り扱い
自治体 1	毎月毎地点	1	採取ホルダを入れる専用採取器具と同様の器具に 入れ、採取ホルダの近くに置いている。
自治体 2	毎月毎地点	1	トラベルブランクは試料のろ紙と同じ気温となるように、上記塩ビ管連結ホルダの下側とそれを置くスティの間にチャック付き袋に入れた採取フィルタを挟んでアルミホイルで覆っている。
自治体 3	毎月	調査地点(6地 点)毎に1個	上記シェルター内にマイクロスライド及びチャック袋に入れたトラベルブランクフィルタを置き、採取フィルタと同じ位置に固定。遮光はシェルター内で、通気口からの光は入るが、直射日光は当たらない、アルミパックには入れていない)
自治体 4	毎試験	6個	トラベルブランクは遮光容器に入れ測定点付近の 建物内部に設置。採取ホルダからの距離は 3m以 内(但し建物内)。建物内の温度は空調により一定 に保たれている。
自治体 5	年 2 回	3	ボックスに入れ保管。
自治体 6	毎月同一の 1 地点	N=3	本測定場所近辺にキャニスターハウスを設置し、その中に TB を入れておく、温度については特に追加で機材を使うことはしていない
自治体 7	1 地点につき、 4 か月に 1 回	2	上記雨除けカバーを取り付けたフィルタホルダ同士 をチューブで連結し、採取フィルタと同じ高さに固定
自治体 8	フィルタ作製〜 試料採取〜抽 出・測定の1セ ット毎	5 個	採取用ポンプをプラスチック製の箱に入れており、 その余ったスペースにトラベルブランクを入れてい る。採取中の温度管理はしていない。箱は台車の下 段に置いている。
自治体 9	毎月毎地点	3	採取用試料設置時に試料採取ホルダを開放させ、 設置終了後密封し、直射日光を避け、ホルダ近くに 雨除け用ケースに入れておく。回収時にも上記と同 じ。
自治体 10	毎月毎地点	全 3	トラベルブランクフィルタをプラスチックバイアル瓶に 栓をして封入し、バイアル瓶をアルミ製ジップロック (遮光)に封入し、ジップロックをコンテナに常温保管 している。コンテナは試料採取口から離れている
自治体 11	2ヶ月に1回	1 試料	採取場直下に設置している密閉タイプのボックスコ ンテナ内に、専用ケースに入れて保管
自治体 12	毎回	3	採取ホルダと同じ位置、同じ温度となるように静置している
自治体 13	6ヵ月に1回、1 地点	3	実試料のフィルタ取付け・取外し時のみ開封し、試料採取中は雨除けカバー内に保管。フィルタホルダの位置は、実試料と概ね同じ位置。温度管理についても実試料と同条件。
委託業者1	各地点年1回	3	専用の採取箱(特注品)を用い雨除け、遮光を実施。温度管理は未実施
委託業者 2	採取地点ごと に年1回	3 試料	実試料のフィルタ取付け・取外し時のみ開封し、採取中はポンプを設置している小屋の中に保管

質問事項	試料採取後~分析終了までの保管期間について		
事業者	試料採取~抽出までの保管期間	抽出〜分析までの保管期間	
自治体 1	2 営業日以内	長くても1時間以内	
自治体 2	2 営業日以内	長くても1時間以内	
自治体 3	7日以内	数時間以内に注入されるよう逐次抽出	
自治体 4	1~2 日以内	1日以内	
自治体 5	即日~2 週間程度	即日~1 週間程度	
自治体 6	数時間以内	数時間以内	
自治体 7	1 営業日以内	数時間以内に注入されるよう逐次抽出	
自治体 8	1 週間~1 か月ほど	抽出した当日中に分析を開始している	
自治体 9	1週間以内(原則回収日当日)	1週間以内(原則抽出日当日)	
自治体 10	3 日以内	数時間以内	
自治体 11	長くて 1 週間	抽出後 直ぐに分析	
自治体 12	1 週間以内	数時間	
自治体 13	採取終了日から7日以内	最大 12 時間程度	
委託業者1	2 営業日以内	数時間以内	
委託業者 2	採取終了日から7日以内	最大 12 時間程度	

質問事項	試験液調製時の条件について		
事業者	超音波抽出器のメーカー・ 型番	超音波抽出器の発振 周波数(kHz)・出力(W)	抽出時の水浴の温度管理方法
自治体 1	エスエヌディ US-102	38kHz、100W	20℃に設定
自治体 2	エスエヌディ US-102	38kHz、100W	20℃に設定
自治体 3	エスエヌディ US-13KS	38kHz	20℃を超えないように保冷剤を 投入
自治体 4	SHARP UT-206	37kHz•200W	超音波抽出器の表示水温が 20°Cを超えないよう保冷剤を投 入
自治体 5	アズワン ASU-10	40kHz	保冷剤投入により10℃程度に している
自治体 6	Fine FU-50C	28kHz•120W	室温
自治体 7	アイワ医学工業 AU-50C	120 W	氷冷しながら抽出を実施
自治体 8	シャープ UT-105	35kHz•100W	水浴に氷を加えている
自治体 9	ヤマト BRANSON8510J-DTH	44kHz•320W	保冷剤を入れておく
自治体 10	Beijing	40KHz	氷冷
自治体 11	AS ONE AS72GTU	35 kHz	水浴層に氷を詰め、十分冷却 させる。氷は、抽出完了まで溶 解しない十分な量を投入
自治体 12	エスエヌディ US-105	38kHz	水浴に保冷剤を入れて温度上 昇を防止している
自治体 13	アズワン ASU-10M	40kHz	水浴の水を入れ替え 20℃前後 に保つ
委託業者1	シャープ UT-205S	35kHz、200W	氷冷により20℃以下を維持
委託業者 2	アズワン ASU-10M	40kHz	水浴の水を入れ替え 20℃前後 に保つ

質問事項	分析機器、カラムについて		
事業者	使用した 分析方法	分析装置メーカー・型番	IC カラムの名称
自治体 1	IC-ポストカラム 吸光光度法	SHIMADZU HIC-20A Super	Shim-pack IC-SA2
自治体 2	IC-ポストカラム 吸光光度法	SHIMADZU HIC-20A Super	Shim-pack IC-SA2
自治体 3	IC-ポストカラム 吸光光度法	島津・L203056、LC-20AD、 LC-20Ai、CBM-20A、 SIL-20AC、SPD-20AV、 CTO-20A	IC-SA3
自治体 4	IC-ポストカラム 吸光光度法	ThermoFisher INTEGRION	ThermoFisher IonPac AS-7
自治体 5	IC-ポストカラム 吸光光度法	島津製作所 シアン分析システム (六価クロム測定用にポンプ等増 設) UV/UV-VIS 検出器 SHIMADZU SPD-20AV	分離カラム: Shim-Pack IC-SA2 250mm × 4mm, 保護カラム 保護カラム: Shim-Pack IC-SA2(G) 10mm × 4mm
自治体 6	IC-ポストカラム 吸光光度法	サーモフィッシャーサイエンティフ ィック INTEGRION HPIC	Dionex IonPac AS7 4x250mm
自治体 7	IC-ポストカラム 吸光光度法	島津 LC-20AD	Shim-pack IC-SA2
自治体 8	IC-ポストカラム 吸光光度法	島津製作所 ポンプ部: LC-20AD, LC-20Ai 検出器: SPD-M20A	ThermoDionexIonPac AS7
自治体 9	IC-ポストカラム 吸光光度法	サーモサイエンティフィック製 ICS-2100+VWD-IC	Dionex IonPac AS19
自治体 10	IC-ポストカラム 吸光光度法	日本分光 PU-4180/ PU-4085i/CO-4060/UV-4070	Shodex IC SI-90 4E
自治体 11	IC-ポストカラム 吸光光度法	島津製作所 LC-20AD	Shim-Pack IC-SA3
自治体 12	IC-ICP-MS 法	Thermo Fisher Scientific iCAP RQ	Dionex IonPac AG7
自治体 13	IC−ポストカラム 吸光光度法	イオンクロマトグラフ: Thermo Fisher(DIONEX)製 ICS-1100 ポストカラムモジュール: Thermo Fisher(DIONEX)製 PCM-520S 可変波長紫外可視吸光光度検出器: Thermo Fisher(DIONEX)製 VWD	IonPac AS7 4 mm×250 mm (ガードカラム : IonPac AG7 4 mm×50 mm)
委託業者1	IC-ICP-MS 法	LC:1260 Infinity II ICP-MS: 8900 ICP-MS triple Quad 共に Agilent Technologies 製	AS7、AG7(サーモサイエンティフィック)
委託業者 2	IC-ポストカラム 吸光光度法	イオンクロマトグラフ: Thermo Fisher (DIONEX)製 ICS-1100ポストカラムモジュール: Thermo Fisher (DIONEX)製 PCM-520S可変波長紫外可視吸光光度検出器: Thermo Fisher (DIONEX)製 VWD	IonPac AS7 4 mm×250 mm (ガードカラム : IonPac AG7 4 mm×50 mm)

質問事項	和		
事業者	移動相の組成	移動相に用いた試薬の メーカー・グレード	分析中の抽出液の 温度管理
自治体 1	10mmol/L 炭酸ナトリウム -10mmol/L 炭酸水素ナトリウム	富士フイルム和光純薬、試薬 特級	室温
自治体 2	10mmol/L 炭酸ナトリウム −10mmol/L 炭酸水素ナトリウム	富士フイルム和光純薬、試薬 特級	室温
自治体 3	20mmol 炭酸ナトリウム /20mmol 炭酸ナトリウム	関東化学・特級	10℃に設定
自治体 4	125mmol/I 硫酸アンモニウム -50mmol/I アンモニア水	硫酸アンモニウム:関東化学、原子吸光分析用。アンモニア水:関東化学、金属分析用	室温
自治体 5	20mmol/L 硫酸アンモニウム -40mmol/L アンモニア水	硫酸アンモニウム:関東化学 特級、アンモニア水:関東化学 特級	冷却:4℃
自治体 6	125mmol/L 硫酸アンモニウム -50mmol/L アンモニア水	硫酸アンモニウム:富士フイルム和光純薬 試薬特級、アンモニア水(28%):富士フイルム和光純薬 試薬特級	室温
自治体 7	10 mmol/L 炭酸ナトリウム −10 mmol/L 炭酸水素ナトリウ ム	1 mol/L 炭酸ナトリウム溶液:関東化学、イオンクロマトグラフィー用、1 mol/L 炭酸水素ナトリウム溶液:関東化学、イオンクロマトグラフィー用	15℃に設定
自治体 8	125 mmol/硫酸アンモニウム −50 mmol/L アンモニア	硫酸アンモニウム: 和光純薬株 式会社、特級 アンモニア: 関東化学株式会 社、有害金属測定用	15℃に設定
自治体 9	40mM 水酸化カリウム	サーモフィッシャー製 溶離液 カートリッジ EGCⅢ-KOH	室温
自治体 10	20mM Na2CO3 + 5mM NaHCO3	炭酸ナトリウム:富士フイルム 和光・特級 炭酸水素ナトリウム:関東化 学・特級	冷却:4℃(カタログ 値)
自治体 11	硫酸アンモニウム 6.6g、 アンモニア水 1.3ml をミリQ 水で 500ml に定量	硫酸アンモニウム; 富士フイルム和光純薬 Reagent 試薬アンモニア水; 富士フイルム和光純薬 28%アンモニア水	装置の設定温度に 冷却
自治体 12	50mmol/L 硫酸アンモニウム +40mmol/L アンモニア水	(回答なし)	室温
自治体 13	250 mmol/L 硫酸アンモニウム -100 mmol/L アンモニア水	硫酸アンモニウム:関東化学、 試薬特級、アンモニア水:関東 化学、試薬特級	室温
委託業者 1	150mmol/L 硫酸アンモニウム -60mmol/L アンモニア水	硝酸アンモニウム-関東化学、 原子吸光分析用、アンモニア水 -関東化学、金属分析用	冷却
委託業者 2	250 mmol/L 硫酸アンモニウム -100 mmol/L アンモニア水	硫酸アンモニウム:関東化学、 試薬特級 アンモニア水:関東化学、試薬 特級	室温

質問事項	その	他
\	事務連絡記載事項の	マニュアル記載事項についての
事業者	令和3年度までの測定における遵守状況	ご意見・ご要望
自治体 1	全て遵守	_
自治体 2	全て遵守	_
自治体 3	全て遵守	_
	・アルカリ含浸フィルタの移送時、保冷バッ	
	クで保冷をしているが個々のフィルタに対	
 自治体 4	する温度確認は行っていない。	採取地点が多い場合、全地点でトラベル
日泊144	・試料数の 10%以上の頻度でトラベルブラン	ブランクを行うのは難しい。
	ク試験を行っているが、全地点では行って	
	いない。	
	試料採取の際、トラベルブランクのろ紙を	
自治体 5	試料採取するろ紙と同条件に設置していな	_
	かった(採取器材とは離れた場所に置いた	
	ボックス内に入れていた)	
<u>+</u> v. + -	トラベルブランク用フィルタを試料採取用フ	
自治体 6	イルタ付近のほぼ同じ温度となる位置に置	_
	いていなかった。	
☆☆ ₩ 3	トラベルブランク用フィルタを保冷剤ととも	
自治体 7	にクーラーボックスにしまって移送してい *	_
	た。 留意事項(2)の項で、作成したろ紙の一部	
	笛息事項(2)の頃で、15成したつ紙の一部 を事前に測定することとあるが、事前測定	
 自治体 8	と本測定の 2 回を毎月継続して行うことが	
日石体の	他業務との兼ね合い上困難なため、事前	
	測定に関しては行うことができていない。	
	留意事項(5)について、トラベルブランクと	
	試料の温度履歴が乖離する可能性のある	
自治体 9	方法(ホルダー近くの雨除け用ケース)でト	_
	ラベルブランクを保存していた。現在は改	
	善している。	
	事務連絡記載事項は遵守できていたが、	・トラベルブランク値を下げる工夫があれ
自治体 10	機器の不具合に伴い、やむを得ず捕集か	ば紹介していただきたい。
	ら分析までの保管期間が1週間を超える場	・フッ化水素酸/硝酸溶液の廃液処理方
	合があった。	法についても指示があれば助かります。
	・アルカリ含浸フィルタのブランク値の確認:	
自治体 11	4・5 月は未実施	_
H/H FT' ''	・トラベルブランクの試料数:1 検体のみ	
	・標準濃度系列に0を入れていない	
自治体 12	全て遵守	_
ļ ,	(4)トラベルブランク値の測定頻度について	
自治体 13	仕様によりトラベルブランクは 4 月・10 月の	_
エ テル・	み測定していた。	
委託業者1	全て遵守	_
委託業者 2	各地点、採取ごとに必ずトラベルブランクを	
	測定していなかった(ただし泉大津市役所	
	局を除く)。 トラベルブランク田フィルタは試料採取フィ	_
	トラベルブランク用フィルタは試料採取フィ	
	ルタ付近に置いていなかった。	



函館市 六価クロム測定状況

【測定場所】

函館市

【撮影対象】

測定場所全景 (測定局で実施)

採取ホルダ等を入れる専用採取器具は

商定局量上に設置、

水銀等採取口と同じ管にテフロン管を通し。

吸引ポンプは測定局内に設置。



函館市 六価クロム測定状況

【測定場所】

函館市

【撮影対象】

六価クロム測定状況

ブランクは採取ホルダの隣に設置。

採取ホルダ入及びブランク入は、

塩ビ管とアルミを主材料とし、

星根部と内側塩ビ管部の2層構造。



函館市 六価クロム測定状況

【測定場所】

函館市

【撮影対象】

採取ホルダ入 内部状況

採取ホルダは採取ホルダ入内に設置。

採取ホルダ入はる紙に直射日光が

当たらない長さで作成し、

気象状況により現地で若干角度調整。



函館市 六価クロム測定状況

【測定場所】

函館市

【撮影対象】

プランク入 内部状況

ブランクはアルミホイルで遮光の上、 ブランク入内中央に設置し、温度を記録。 透視鏡保のため、ブランク人の内側塩ビ管は 上側と壺を中抜さし、アルミ調を施工。



函館市 六価クロム測定状況

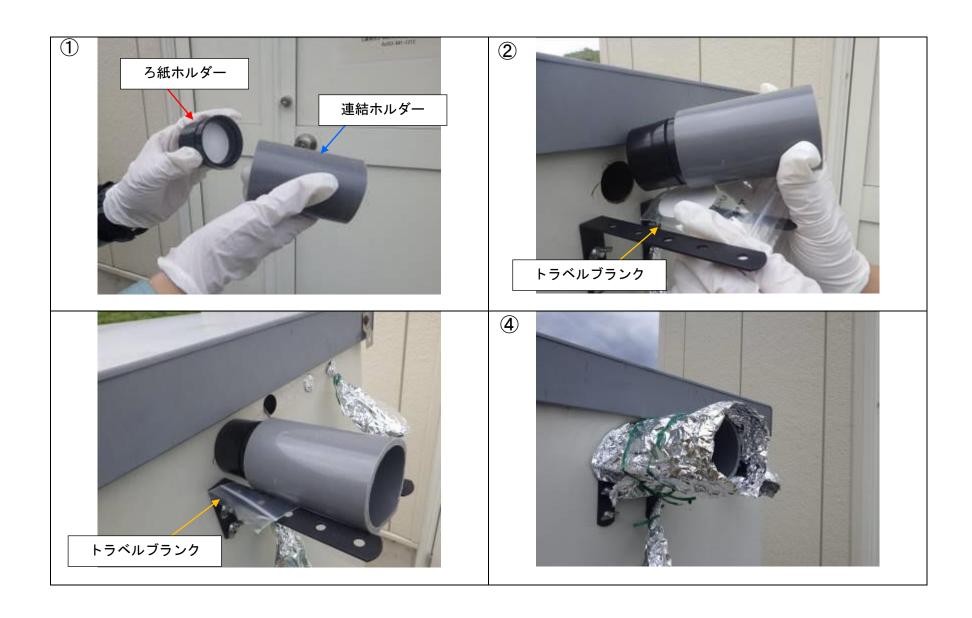
【測定場所】

函館市

【撮影対象】

六価クロム 測定ポンプ

吸引ポンプは測定室内に設置。 使用ポンプはLVS-30 (使用科学) とし、 ポンプ内確正により20℃・101.3kPaの 5L/minで249吸引。











採取ホルダ・ポンプ・トラベルブランクの位置関係が分かるもの



採取中のトラベルブランクの状況が分かるもの









採取中の現場写真



雨対策

ポンプ等を入れてるボックス



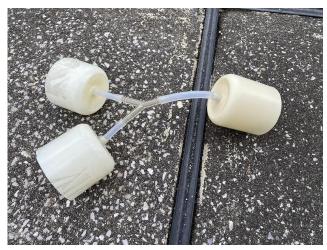




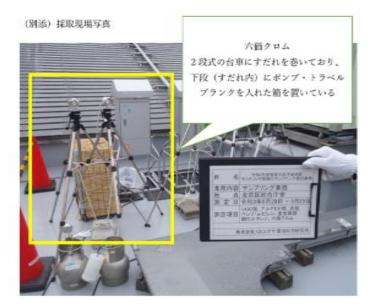
現場写真①



現場写真



現場写真



参考 すだれ無し

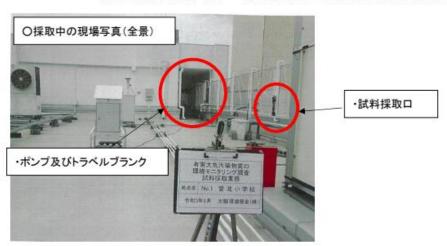




箱の内部(採取時はここにさらにトラベルブランクを置く)



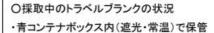
有害大気汚染物質(六価クロム)試料採取中の現場写真(菅北小学校測定地点)







・トラベルブランク(採 取中は格納)









※赤枠の遮光ポリ容器内にトラベルブランク用フィルタを保管している。



設置写真(全体)



採気箱内状況(トラベルブランク)



採取に使用したポンプ

東海市名和局



田川局



赤枠:採取ホルダ 黄枠:ポンプ

添付資料 4

検討会議事録

令和 4 年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会 第 1 回 議事録

1. 日時

令和 4 年 10 月 20 日(木)10:00~12:00

2. 開催形式

オンライン (Webex meeting)

3. 出席者

- <委員>(五十音順)
- ○今村 清(公立大学法人 大阪公立大学 研究推進機構 客員研究員)
- ○加藤 正博(一般財団法人 上越環境科学センター 技術部 検査二課 課長)
- ○賢持 省吾(公益社団法人 日本環境技術協会 常務委員)
- ○杉本 恭利(奈良県景観・環境総合センター 統括主任研究員)
- ○鈴木 茂(学校法人 中部大学大学院 応用生物科学研究科 応用生物学部 客員教授)
- ○田邊 潔(国立研究開発法人 国立環境研究所 環境リスク・健康領域 基盤計測センター 客員研究員)
- ○西村 理恵(地方独立行政法人 大阪府立環境農林水産総合研究所 環境研究部 環境 調査グループ 総括主査)
- ○根津 豊彦(元 神戸市立工業高等専門学校 応用化学科 教授)
- ○森田 昌敏(国立大学法人 愛媛大学 農学部 客員教授)
- 〇山川 茜(国立研究開発法人 国立環境研究所 環境リスク・健康領域基盤計測センター 環境標準研究室 主任研究員)

<環境省>

- ○太田 志津子(水・大気環境局 大気環境課 課長)
- ○東 幸毅 (水·大気環境局 総務課 分析官)
- 奥野 博信 (水·大気環境局 大気環境課 課長補佐)
- ○栗飯原 弘樹(水・大気環境局 大気環境課 係長)
- ○成川 厚仁(水·大気環境局 大気環境課 係員)

<事務局>

- ○林 篤宏(株式会社島津テクノリサーチ 執行役員 兼 試験解析事業部 事業部長)
- ○嶋田 真次(同 試験解析事業部 分析計測センター 副センター長)
- ○市丸 直人(同 試験解析事業部 分析計測センター 副センター長)
- ○豊田 照子(同 試験解析事業部 分析計測センター 副グループ長代行)
- ○髙菅 尚美(同 試験解析事業部 分析計測センター)

4. 議事次第

- 1. 開会
- 2. 環境省挨拶
- 3. 議事

- (1)令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会の設置について
- (2) 過去の検討会における課題について並びに業務の実施計画及び検討スケジュール (島津テクノリサーチ)
- (3) 誤差の抑制手法にかかる検討・調査結果について(中間報告)(大阪府立環境農林水産総合研究所)
- (4) 実地測定結果について(島津テクノリサーチ)
- (5) 今回の検討結果を踏まえたマニュアル改訂の方向性について
- 4. 連絡事項

5. 配布資料

資料1 令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会の設置について

資料 2 過去の検討会における課題について並びに業務の実施計画及び検討スケジュール(島津テクノリサーチ)

資料3 誤差の抑制手法にかかる検討・調査結果について(中間報告)

資料4 実地測定結果(島津テクノリサーチ実施分)

資料 5 議事(3)、議事(4)を踏まえてご議論いただきたいこと

参考資料 1 大気粉じん中のクロムの形態別測定方法

(平成31年3月、有害大気汚染物質測定方法マニュアル 第5部第4章)

参考資料 2「大気粉じん中のクロムの形態別測定方法」に関する留意事項について(周知) (令和 4 年 4 月 26 日 事務連絡、環境省水・大気環境局大気環境課)

参考資料 3 課題一覧表

参考資料 4 ヒアリングシート

6. 議事録

●開会

(環境省・太田課長挨拶)

皆様おはようございます。ただいまご紹介に預かりました環境省 水・大気環境局 大気環境課長の太田でございます。委員の皆様方におかれましては、本日はご多忙の中、本検討会にご出席いただきまして誠にありがとうございます。

さて、クロムにつきましては、クロムおよび三価クロム化合物と六価クロム化合物が大気汚染物質の優先取組物質として位置付けられておりますが、クロム化合物は酸化還元反応を起こしやすく、大気試料の補集中にも形態が変化することから、測定が非常に困難な物質でございます。そこで本検討会では、昨年度より六価クロム化合物について再現よく定量できるよう、当該測定手法の見直しについての検討を開始し、本年4月には昨年度の検討結果を踏まえ、地方公共団体や特定業者の業界団体あてに、本化合物の測定方法の留意事項を事務連絡として発出したところでございます。今年度の本検討会では、昨年度に課題として残った内容につきまして、本日を含め年度末までの3回の検討会でご検討いただき、その結果を有害大気汚染物質測定方法マニュアルの見直しに反映していきたく考えております。

このマニュアルが測定される方々にとってより良いものとなりますよう。委員の皆様方には活発な

ご議論をお願いしまして簡単ではございますが、本検討会の開催にあたりましての私の挨拶とさせていただきます。最後までどうぞよろしくお願い申し上げます。

配布資料の確認、Web によるオンライン形式の会合における注意事項 出席者紹介(検討委員 10 名、および新規委嘱委員の紹介 山川 茜様・環境省・事務局) 座長の選出(事務局)

●議事

(田邊座長)座長就任の挨拶

六価クロムのモニタリング方法開発は、最初はだいぶ前に始まったが、当初から関わってきた者として、改めてこのモニタリングの難しさを感じるとともに、スムーズに開発できなかったことに忸怩たる思いがあります。開発に時間を要している主な理由は大気中の六価の濃度が低い、捕集フィルタにアルカリを含浸しないと負のアーティファクトが生じる、共存する三価のクロムがアルカリ含浸フィルタでは正のアーティファクトを生じる、捕集フィルタを洗浄しても三価のクロムが残って、やはり正のアーティファクト生じる、最後にこれらのアーティファクトの生成に日射、温度などの色々な条件が影響する、ということが挙げられます。

他にも検討課題はあるかもしれませんが、ほぼ完成したモニタリング方法を用いて複数機関で行った測定結果がバラついた前例があり、このことから、最後のアーティファクトの生成には、いろいろなものが影響するのではないか、という事が非常に重要だという認識をさせられました。以上が私の感想ですが、これにとらわれず議論頂きたい。

◇資料1説明 (事務局)

今年度の委員として山川茜先生を新たに加えて議論を進める。開催日程は本日第1回の検討会。今年度にあと2回を予定。第2回の検討会が令和4年12月頃、第3回の検討会を令和5年2月頃に実施予定。

(田邊座長)特に質問等がないので次の議事に進みたい。

◇資料2説明 (事務局)

令和3年度検討会の振り返り、令和3年度終了時点での未解決課題の抽出と、この未解決課題 に対する今年度の対応を提示し、その結果をマニュアルに反映させる趣旨を説明。

課題に対し、事務局よる令和4年度業務内容(実地測定、ヒアリング)と、同じく令和4年度環農水研による業務(検討実験、実地測定)について説明。

3回開催予定の検討会における主な審議内容とおおよその開催予定を事前報告。

◇資料3説明(環農水研 西村様)

令和4年度の環農水研による業務内容及び結果、まとめについて報告。

(田邊座長)

ただいまのご報告に質問をお受けしたいと思います。皆さんいかがでしょうか?

(鈴木委員)

2点ほどお伺いします。結構厳しい状況というか、低濃度のところで苦労されて測っておられるの

で大変だなと思いますが、7ページの記述で、8月の8日から9日の採取日にペットボトルを用いた場合と百葉箱を用いて行った場合で、有意にペットボトルの方が低かったと記されています。ペットボトルの8月8日から9日を見ますと、標準偏差が片方30%ぐらいだと、遮光なしだと200%になりますよね。これを考慮して有意差検定をされているのでしょうか?というのが一つ目の質問です。

もう一つは、表7を見ていて単純に質問なのですが、ペットボトルが百葉箱よりもトラベルブランクが低い時がありますね。8月22日から23日の時ですが、これはどういうふうに解釈されているか、この2点をお伺いできればと思います。

(西村委員)

有意差検定ですけれども、単純に検定をしたので、ばらつきを考えるにしても数も少ないですし、 この方法が良いのか、検定の有意差を出すのはこれで妥当なのか、というところは今後詰めていき たいと思います。

二つ目の質問のトラベルブランク値の方ですが、濃度が低いので、これに数値的な差があるのかといったところもあるので。すみません、もう一度質問をお願いします。

(鈴木委員)

非常に低いところを測っているのでなかなか判断が難しいというのも十分察しているが、一般的に、ここの記述では遮光をしないペットボトルの方のトラベルブランクが高くなるっていう傾向が記述されています。それに対して例えば多分日照が少ない時なのでしょうけれども、8月22日から23日の採取中では遮光しないペットボトルのトラベルブランクが低いというケースが出ていたため、これはどのように解釈されているのでしょうか?遮光しないペットボトルの標準偏差が小さい。

(西村委員)

定量下限値が違ってくるという事でしょうか。

(鈴木委員)

定量下限値がそれで低くなるわけですよね。その辺はどんな風に考察されているのでしょうか? という質問です。

(西村委員)

やはり濃度の低いところですので、ばらつきの方を考えますと難しいところがあり、ご指摘のように こちらの値だけで判断していいのかというところもあるので、こちらの下限はばらつきの方も踏まえて もう一度再考したいと思います。

(根津委員)

7頁表7をみると、先ほどから議論いただいているように非常に低いところでされているので苦労があることは十分に分かっており、ちょっと変な質問で申し訳ないが、この表の中で測定値というのは冷凍保存しているブランク(何もやってないフィルタ)の差し引いた値ということでよろしいんでしょうか?それからトラベルブランク値を引いたというのは、そういった意味では全体の操作を加味して、トラベルブランクというのが増えた部分ということで、この表の図の読み方としては低濃度なのでそんなに議論できる内容ではないと思いますが、この表7のオレンジ色の棒とブルーの表の差というのが、トラベルで増えた部分だという解釈でよいのでしょうか。

(西村委員)

測定値の方はこちらに書いておりますように、トラベルブランクを差し引いた値で表7の方の値というのはトラベルブランクを引いた値になります。測定値の大きい、小さい、を議論する時に、引いているトラベルブランク値の値が違うのでそれを引いた後で議論するとこちらの影響も含まれるというところから、操作ブランク値は全て一緒ですのでそれを差し引いた値という事で表示をさせていただいております。すなわちこの差というのがトラベルブランクの差ということになります。

(根津委員)

ありがとうございました。非常によく一致していて、逆に驚いているぐらい良いデータだなと思っております。

(今村委員)

同じような質問なのですが、これだけの測定値の変動というのは非常に大きな問題になるが、そうなるといわゆる有意水準で、どっちにそのグループとして、有意判定をしないといけないと思うが、その有意判定の結果というのはどこかに書かれていると判断しやすい。測定値が低いのでどうしようもないと言えばそうなのだけれども、有効数字を例えば3桁か2桁かにして、この表7の例えばペットボトルの8月8日から9日の値が0.03っていうのは0.03として評価したのか。0.02かそのもう一つ、下の値を考慮して有意判定したのか、それはどちらですか?

(西村委員)

その有意差判定した時の結果を確認しないと駄目ですが、多分同じ桁数に合わせて判定したと 思う。確かに有効数字をきっちり確認しながらやらないといけないので、もう一度確認します。

(今村委員)

その下の表を見ていると、百葉箱の値は非常にばらつきが少ないんですね。だから、そういう意味ではペットよりか百葉箱の方が値としては、ばらつきが小さいという結果ですよね、私もそのようにすっきり見えている、そうするとペットの方はばらつきが大きいということは、気象関係の影響は少なからず出ているだろうという判定はできるのではないかと思います。そういった意味では、この結果は非常に面白くて、百葉箱の値の方は、ばらつきがなくていい値。いい値かどうかは別にして、ちゃんとした値は出ているのではないか、ばらつきのない値が出ているのではないか、と判断できると思います。

(西村委員)

ありがとうございます。

おそらくその百葉箱ですと、その内部の各フィルタの条件が同じになるんですけれども、やはりペットボトルですと1個につき1個しか入れられないので完全に合わせるのがむずかしく、それでばらつくのだと思っています。

(今村委員)

気象庁でもこの百葉箱というのはあまり最近使ってないようなんですね。新しいシェルターみたいなものが使われているようなんですけど、やはり温度の影響を非常に受けやすいという話ですけど、

どっちがいいのかどうか別にして通風性のある容器に変わっているみたいなんですけど、その辺はどうですか。

(西村委員)

すいません、それは確認できてなかったので、百葉箱でしかやっておらず、分からないです。

(今村委員)

百葉箱は良い値が出ていると思います。

(西村委員)

ありがとうございます。

(田邊座長)

私からよろしいでしょうか?これはそういうことができるかどうか、という質問2つです。

1つ目が、フィルタのブランクを色々低くされる、上手に一定の低い値を目指されたという経験から、管理目標が 0.08ng/m³と 0.04 ng/m³とあるので少し混乱するんですが、さらにどれくらいまでだったら皆さん作れるんじゃないか?というようなある程度の目安があればどこかで教えていただきたいという点と、2つ目が照度計みたいなのものを用いて、光の影響はある程度定量化できないでしょうか、という質問です。ブランクフィルタでも良いので、直射日光あるいは太陽をそのまま当てた時と 50%遮光した時、90%遮光した時、完全に遮光した時に六価クロム濃度に対してどれぐらいアーティファクトができるか、とか、それと並行して直射日光でサンプリングをした時と百葉箱の中と遮光したペットボトルの中と、それから遮光したペットボトルなんかであれば照り返しがあるので、そういった光量を測定して、光の影響をある程度定量化できないでしょうか?という質問です。

(西村委員)

ご質問ありがとうございます。

1つ目の操作ブランク値をどこまで下げられるかというところですが。先ほどから話が出ていますように、濃度の方が非常に低濃度ですので、低いところまでどこまで信頼性のある定量ができるのかといったところにも関わってくるので、なかなか 0.04 ng/m³より低いところの値を議論するのは難しいのかな、という感触はあります。

(田邊座長)

結構です。参考になります。

(西村委員)

2つ目の方の照度計なんですけれども、確かな遮光と言っても光と温度の両方の要因がありまして、温度の方は測定することによって分かるんですけども、光の方を定量化できないので、私どもも温度がよく効いているのか、光なのかというところは疑問に思っているところです。この辺りは環境省とも相談して、今年度どこまでするか、これから低温期になって日射量も少なくなってくるため、なかなか難しいとは思いますが、相談させていただきたいです。

(田邊座長)

ありがとうございます。他にございますか?

(鈴木委員)

今の件ですが、遮光している時にずっと空気を流して、空冷していたら温度の影響をある程度抑制できるんじゃないかと思います。

百葉箱は自然通気でいいと思うが、ペットボトルの方がやはり結構温まると思う。トラベルブランクフィルタも空気を通していないから余計温まるかもしれないと思った。なるべく温度を一定にさせるのであれば、いわば周辺の空気をずっとペットボトル自体に流していたら、空気の影響は差し引いて光の影響が見えるんじゃないかと思った。つまり温度は、百葉箱と大差ないぐらいのところまで行くかもしれません。

(西村委員)

ただ温度記録したのは採取しているフィルタの方ですので、吸引している状態で、それで違いがあるので、やはり温まってしまうところがあります。

(鈴木委員)

確かに、一生懸命空気を通してあげないといけないかもしれないですね。 工夫されて大きいペットボトルを使えるか、とかいろいろあるかもしれませんけど。

(西村委員)

ありがとうございます。

トラベルブランクフィルタのところの通気の件は、実際に実験をやっていて私も少し思ったところでございまして、こちらは通気されているけどこっちは通気していないので、そこのところは気になってはおります。

(根津委員)

乾燥の時に、いわゆる室内の普通の空気と、それから無塵空気、粉じんを取った時の空気で結構大きな違いが出ているんですけれども、1つはどんな形で無塵にしたかという点と、それからこの粉じんと言いますか、エアロゾルがどうしてこれだけ影響してしまったんだろうというような考察というのはございますか?

(西村委員)

無塵空気と窒素を流した時の違いということでしょうか?

(根津委員)

室内でいわゆる除じんしない普通の空気で乾燥した時とそれから粉じんを取った時で、かなり大きな違いが出ているように見られましてですね、これは1つは除塵というのはどんな形でされたのかというのと、それからこのエアロゾルというか粉じんがどうしてこれだけの違いを生んでしまったというのが何か考察として考えられることがございませんでしょうかという趣旨でございます。

(西村委員)

ありがとうございます。

無塵空気の方はデシケータとしてこちら(2頁図1)を使いまして、通す空気はフィルタで粒子の方をカットした状態で中に導入したという状況でございます。この室内と無塵空気との違いですけれども、室内の方は、このまま開放型で置いておりましたので、ガスが流れている状態ではなかったというところで、そのアルカリ含浸フィルタの乾く速度が少し違っているのかな、というところを思っています。と言いますのは、1回目の時に遮光するのに、こういった形でフィルタをそのままアルミ箱で覆ったのですが、そうするとやっぱり通気性が悪くなったので乾燥時間が長くなりブランク値が高くなるといったことだったので、やはり、ガスを流すことで、大気の流れを作ることも重要なのかな、というふうに思った次第です。

(根津委員)

(濃度が)低いところなので、きっと細かい考察はおそらくやられていても無理なのかな、という気はしたんですけれども、やっていた感覚としてこんなのではないかというのがもし分かったら嬉しいなと思い、質問させていただきました。

(西村委員)

ありがとうございます。

(今村委員)

その件で質問です。資料3を読んだ時、無塵空気っていうことにちょっと疑問を持ったんですが、 島津さんの説明の時にPUFフィルタを使ったっという様な発言があったと思うがそういう事ですか?

(西村委員)

HEPA フィルタではないです。実際にやったものが今いないので。

(今村委員)

どこまで無塵にしたかっていうところです。

(西村委員)

確かに完全に無塵ではないかもしれないです。

(今村委員)

完全には難しいと思うんですけど、HEPA フィルタではないんですね。

(西村委員)

はい、そうです。

(今村委員)

どれくらいまで差し引くかというのは分からないですね。島津さんと同じかなと思ったんであの最初の島津さんの説明があった時に同じことかなと思ったんですが、どうも条件が違うみたいですね

(西村委員)

はい、PM2.5 で使っているテフロンフィルタで粉じんの 2.5 の粒子をカットしたものを通気しまし

た。

(腎持委員)

似たようなところになりますが、表2になります。窒素の雰囲気で1日置いてしまうといわゆるブランク値が上がってしまったということなんですけども、意外と大きい感じがしたんですけれども、これに関連してトラベルブランクとして常温に戻した時ですね。いわゆる冷却するとそれほど変化しないですけど、常温に戻すと変化するっていうことならば、例えば未開封の状態で一度常温に戻して、それでいわゆる密封状態でやった時のデータってこの温度でどう変わってくのか、この先どうなっていくのか、というような情報はお持ちでないでしょうか?

(西村委員)

ご質問ありがとうございます。そういった未開封で室温において置くといった実験はやっていない ので情報はありません。

(賢持委員)

了解しました。今後そういったような計画はあるんでしょうかね?

(西村委員)

マニュアルの操作方法についての検討というところで、未開封のまま置いておくというのは考えにはありませんでした。

(腎持委員)

了解しました。

1点、単なる質問なんですが、いろいろ冷凍冷却していたものを実際のフィールドで常温で使う わけなんですが、その時の常温への戻し方はどの様にされていたのでしょうか。冷たく冷却された まま開封するってことはないと捉えてよろしいのでしょうか。その辺の手順があまり文章化されてい ないのでよく分からないんです。

(西村委員)

ありがとうございます。マニュアルでも運搬する時に冷低温状態ということですので、今おっしゃられたように、採取の現場までは保冷された状態で、一気にろ紙を外へ出してしまったという状態です。

(賢持委員)

いわゆるホルダの中で常温に戻してから出すっていうわけではないよね、そうすると例えば、そこで結露が起きるって可能性はあると考えてよろしいんでしょうか。

(西村委員)

そうですね。なくはないです。

(賢持委員)

そこのところの手順もどうすべきか。文章化して明文化した方がいい気がしました。

(西村委員)

ありがとうございます。

(田邊座長)

時間がちょっと押してきたので、一旦、次の島津テクノ(事務局)の説明を頂いた後、もう1回議論の時間がありますので、特にマニュアルを書く時に影響しそうなことについてはこの次のところ(議事5)で議論していただく予定になっていますので、次の議題に移らせていただきたいと思います。 島津テクノの方から説明お願いします。

◇資料4説明 (事務局)

(田邊座長)

ありがとうございます。

先ほどの西村さんの資料と補完的な関係にあるという意味では矛盾したところもないようですが、 多分皆さんから質問がいくつか出そうな気がします。よろしくお願いします。

(根津委員)

様々な改訂があったマニュアルを全部読み通しているわけではないですが、トラベルブランクについては、有害大気のマニュアルを作成した当初には、サンプリング時に試料を吸引する以外の操作については全く同じにするのが原則になっていたと思います。それが変わっていないのであれば資料4の6頁に示されている B 法というのが本来のトラベルブランクのやり方なのかなという気がします。もし改正がなかったのであれば各自治体では B 法が今までの標準であるというような認識というのがあるのかどうなのかについて、素朴に知りたいなと思いました。

(事務局)

それについてですが、昨年度の本業務の中で、国内の六価クロムを測定している測定機関の方にヒアリングを行いましたが、事務局の方で報告を受けたトラベルランクの設置の方法として分類したところ、今回の A 法 B 法 C 法のこの三つに分類されました。従って根津先生の発言にあった B 法のトラベルブランクの設置が浸透しているという様には解釈できませんでした。

(環境省)

環境省大気環境課です。補足します。

昨年度のヒアリングの調査で事務局から説明がありました通り、トラベルブランクの取扱いでこの6 頁 図3の C 法のような扱いをしているようなところが見られました。そのような状況があったので参 考資料2で示しているとおり、留意事項をまとめて事務連絡を出しています。こちらの(5)が、トラベ ルブランク用フィルタの扱いについてというところでして、再度注意喚起しております。補足は以上 です。

(根津委員)

当初(マニュアルを)書いた時に特にエビデンスがあるわけではないが、採取以外は全部同じ操作をするというのを基本に考えていたというのが念頭にあったため今回逆に A、B、C というように様々な方法でされていたということなので、エビデンスを含めて貴重なデータだと思っています。特

にデータを見る限りでやはり B 法がある意味一番厳しい方法で、やる側からすると測定下限値を低くするという意味では、B 法は一番やりたくない方法だろうという気がします。この辺の解釈等についてももう一度明確にしておいた方が今後よくなるのかなというような意味で確認させていただきました。

(環境省)

根津先生ご指摘の通り、マニュアル上もこのトラベルブランクについては試料採取操作を除いて、 試料採取フィルタとともに同等に取り扱うということであり、考え方を変えているということはございま せん。ただどこまで同じにするかと言ったところが業者によって現在、若干バラついているというふう に考えています。

(今村委員)

6頁、図3のトラベルブランク設置状況のところで完全遮光と書かれている。C 法、環農水研法ですが、A 法、B 法は遮光されていないですか。チャック袋に入れるっていうことはアルミジップでないと遮光されてないですね。

(事務局)

A法とB法に関しては透明のチャック袋に入っていますので完全な遮光ではありません。C法に関しては、コンテナの蓋を完全に塞いでしまうので、中には光が入り込まない形になります。環農水研の方法はアルミジップの袋にフィルタを入れているので、完全に遮光されていると考えています。

(今村委員)

分かりました。そこで、この結果について、トラベルブランクの結果がこの B 法だけ採取1回目の 方が高いがこの理由はなぜでしょうか?

温度に相関があるから、温度の影響と結論されているが、次の場合(採取2回目)だとモードレベルとしてはあまり変わりがない。だからむしろ、そういうふうな考え方よりかは、この操作上での A、B 法での採取1回目に何かミスがあったんじゃないかとも考えられる。その辺の結論の仕方が問題ないかと思いました。例えば次の A、B、C 各方法の第2回目採取には温度に対する相関がおそらくないと思われます。

(田邊座長)

今村さんいいですか。

先ほど(資料3 環農水研)西村さんの方でも温度と光と両方影響するので両者が分けられないという話が出ていて、今回の A 法、B 法、C 法、環農水研法では、C 法と環農水研法は光がない。そこに加えて例えば B 法、2回目の C 法は温度が高いので、二つの要因が重なっているので、解釈がとても難しい。

ただ、資料3で説明いただいた内容と合わせて眺めると、光と温度と両方影響しているらしいと考えて、このデータを眺めると矛盾する点がないので、確かに光が当たっていると(六価クロムの値は)高めになるし、温度が上がると高めになるんだなと私は納得しました。多分、光の影響を定量化して光と相関関係があって、温度とも相関関係があることが立証されれば今のような解釈になりますが、そこら辺の書きぶりが難しいと思います。

(今村委員)

そのとおりです。ある意味、相関があるというようにあまり結論づけたことは書かない方がいいと思い意見しました。

(つづいて)10 頁、図6の解釈で質問よろしいでしょうか?

採取1回目は結構湿度が高かったように見えますが、雨とかそういった情報は無いのでしょうか。 8頁、表5を見ると、湿度平均で89%。朝方10時くらいだから結構高かったのではないかと思われます。2回目の湿度が71%。これもよく分からないが、湿度ということも考えられる要因なのかどうかという質問です。

(事務局)

第1回目の気候について、測定期間中の後半の部分で降雨が観測されています。この部分が、表5湿度の採取1回目の湿度のカッコ内のところ、64から100を示している。この100の部分については、降雨の期間に相当すると思われます。質問の測定期間中に降雨はありました。

今回の六価クロムの測定で湿度に関連するファクターをどのように設定していくか、あるいはどのようにデータを採るかについては(検討方法を)考え辛く、湿度の関係については良好な手を打てないというのが現状です。

(今村委員)

はい了解しました。いわゆるトラベルブランクですから、フィルタが開封され、密封状態にならなくなるのは採取開始の時と終了時の時だけですね。

(田邊座長)

他よろしいでしょうか。

この次で両方合わせた結果から、どういう注意点があるかを整理することになっていますので、 特に今回分からないという質問があればお受けいたします。

(鈴木委員)

表の7で質問です。事務局の結果の方で0日目っていうデータがないのは一緒に調整したっていうふうに考えていいのか。それとも試料は別なんでしょうか。

(事務局)

この操作ブランクに用いているアルカリ含浸フィルタの採取が採取日当日にあたりますので採取 に関連する作業が1日のうちに終わらなかったため、事務局の従来法のオレンジの方の分につい ては、0日目が測定できませんでした。

(鈴木委員)

それでは0日目が環農水研の測定値とは同じではない可能性があるってことですね。

(事務局)

それは未確認な部分になりますので、そうなると思います。

(田邊委員)

他いかがでしょうか?よろしければ次の議論に移りたいと思います。

◇資料5説明 事務局

(田邊座長)

それでは主な論点として4点まとめていただいていますが、これ以外もあればそれも含めてご意見をいただきたいと思います。

(鈴木委員)

資料5 .議事3のまとめの2番目なんですけど、「気象条件によっては」というのはすごく不明瞭な表現ですので、これは例えば晴天時はその影響が大きいっていうふうに見えたんですけど、例えばそういう風に書くっていうのはいかがでしょうか。

(西村委員)

なにぶん実施したのが何回か繰り返し実験をしたかったんですが、晴れた日にサンプリングをすることができなかったので少し濁した書き方で(実験を)やった時は確かに晴天だったんですけれども、繰り返し実験をした上でそう書いた方がいいのかなというところで、今回は採取時の気象条件によってはということで、微妙な書き方で申し訳ないんですが、こういう書き方をさせていただいております。

(鈴木委員)

そうですか。実際に採取する人にとっての情報としては、条件によっては、というだけですと分からないですよね。だから、もうすこし実験を繰り返されるのが1番ふさわしいかと思います。もしこれから実験が難しいようであれば、これまでのやったところでは、というような感じで具体的になんとか伝わるような方がいいんじゃないかと思います。

(西村委員)

この文言がマニュアルにそのまま記載されるということではないと思いますので、その辺はまた事務局や環境省と相談をして決めていけたらいいのかなと思っております。

(田邊座長)

先ほど温度と光の影響を分けて考えられないか、ということで、照度計を用いた簡易なチェックができないかということを申し上げました。温度についてもブランクフィルタで、遮光状態で温度をあげた時とそうじゃない時、1日放っていたらどれくらい影響が出るかのような、ある程度の目安を示すことができないでしょうか?

(田邊座長)

先ほど冷凍保存の話とそれを室温に戻した時に、室温で放置した場合にどうデータが変わりますか、と質問が出ていたんですけれども、その室温とか、ある程度の温度で、それが例えば 50℃で置いた時と 20℃で置いた時と 10℃で置いた時で、冷凍保存した場合に比べてこれぐらいブランク上がっていきますという情報があれば今議論している気温と日照の話に、少し解釈ができるようになるのではないか、という意見なんですが。

(西村委員)

今、マニュアル 1-5-4 の8ページのところにこれは事務局の方でされたと思いますが、冷凍と冷蔵 10℃と常温 25℃において、それぞれ経時変化で操作ブランクを見られた結果というのが載っておりまして、このことではないでしょうか。これでちょっと見られるのかな、と思います。

(田邊座長)

かなり上がっていましたかね?

(西村委員)

はい。常温で私どもも、最初に試した時に何回かやったことがあるんですけれど、ちゃんとまとめてはいないですが、常温で置いておくと濃度がすごい上がっていく、というのはここですね。

(田邊座長)

(24 時間の箇所を指して)なるほど。じゃあ 35℃とか言ったらえらいことになるわけですね。

(西村委員)

そうですね。

(田邊座長)

なるほど。そして、温度についてはある程度の情報があって、光についてはどうも怪しいというか やはり遮光すると下がるという情報があるけれどその光の方は強さに関する定量的な情報がないか ら、こうしようと言いにくい、そういう状況なんですね。

(西村委員)

はい、同じ考えでいます。

(田邊座長)

分かりました。

(田邊座長)

他、質問よろしくお願いします。

4点議事のまとめのご質問というか、マニュアルの方向性についてというのがありますが、具体的にこの4つについて特に皆さんからいろんな意見をもらいたいということのようです。いかがでしょうか。乾燥の時間を短くするというような話がこの最後のマニュアルに踏み込んで追加する必要があるかという議論の点なんですが、真空乾燥で短時間で乾燥してしまって、その日のうちに冷凍保存するというようなオプションがあれば、それを必ず実施するというふうに言えるかどうか別ですが、それを想定して数時間で終わることもできると書ければいいような気がしますが、いかがでしょうか?

(鈴木委員)

座長のおっしゃるとおりでいいと思いますが、真空乾燥のデータが欲しいかもしれませんね。

(西村委員)

真空乾燥につきましては私どもの方では実施していませんが、環境省の業務を委託されている 業者が真空デシケータを用いて(アルカリ含浸フィルタを)乾燥しています。その時は乾燥時間とし ては終夜乾燥、翌日の朝にフィルタの回収をされていて、それでもブランク値の方がかなり低かっ たので、真空デシケータとそのガス通気デシケータとでは乾燥の条件というところが違うのかなとい うのは感じています。真空デシケータだと短時間と書かなくてもブランク値は低くなる可能性がある と思います。

(今村委員)

その点で1番気になったんですが、資料3の表1-1と表1-2とあまりにも濃度が低いので、(乾燥)時間が減るとブランク値が減るっていうのが気になったところで、これだけ差は出てくるんですか? (12 時間)なぜでしょうか?

(西村委員

正直、乾燥時間が長くなってこんなに差が出るのかといったところですが、最初マニュアルを見てやった時にもブランク値がすごい高くなってしまい、下げるのに苦労したところがありました。やはり真空デシケータはまた別としてガス通気とした場合に表面が濡れた状態でいる時間が長いと、どうしてもブランク値が上がってしまうところがあり、三価(のクロム)が中にあるのでそれで上がっているのかなというふうに思います。

(今村委員)

ろ紙から溶出してくるのですか?

(西村委員)

はい。そのように思っています。

(今村委員)

ろ紙から溶出したもの測っているということですね?

(西村委員)

そうですね。中にはどうしても三価のクロムとしては残ってしまっているのでそれが出てきてしまう。それはトラベルブランクもそうだと思うんですけれども。

(今村委員)

全てそうみたいですね。

(西村委員)

はい。

(今村委員)

これを議論すると長くなるのでこれで、一応これはこれで終わりたいと思います。

(根津委員)

今回のデータで百葉箱が非常に有効だということはよくわかりましたが、実際に現場でやるということを考えた時に、結局、直射日光が当たっても温度があまり上がらない空間で測定をするのがきっといいんだろうと思います。あまり百葉箱を全面に出してしまうと、例えば(百葉箱は)温度湿度をはかるものなので、掃除をしているところはほとんどないだろうと思います。そういった意味では例えばペットボトルのようなものというのが実用的にやるには1番やりやすい方法なのかと思いますが、この辺をどう表現したらいいのかというあたり、何かいいアイデアありませんでしょうか?

(環境省)

我々が言わなければならないことを言っていただいて大変申し訳なく、そしてありがたく思っています。

まさにそこは一つ議論すべきところだと思っております。今回の実験で百葉箱を使うとある程度結果が安定しそうだなと思っている一方で、今回用いている百葉箱は一応持ち運び可能なポータブルな物ということで使っていると思うのですが、実際に測定局にわざわざ百葉箱を持って行って採取を行うのは大変なんじゃないかなという気もしております。マニュアルの中にどう表現すべきか、百葉箱と書いてしまうのか、それともある種、性能規定と申しますか、「ちゃんと遮光すること」というようなことだけ書いておくのか、どっちがいいのかというのは環境省としでも悩んでいるところです。

この点、ご意見いただけますと大変ありがたく存じます。よろしくお願いします。

(今村委員)

そういった意味で今、気象庁では百葉箱を使っていないですよね。

新たなシェルターが使われているようですが、それだともっとコンパクトだと思います。現物を見たことがないので(定かではありませんが)。

(賢持委員)

よく測定局で使っている温湿度計っていうのは白いシェードがついたような自然体流型と、通風型のステンレスの2 重構造になって間に空気を通すような形で熱を遮断するものが使われていると思います。その辺を参考にされでもいいんじゃないかなと思います。

(田邊座長)

おそらく日射と温度をどこまで再現性良く制御するかという問題になっていると思いますが、市販のそういうものの性能をそのまま利用するのがいいのか、それが結構大変なので、日射を遮ることと、遮っているものが鉄板などだと結局輻射熱で温度が上がるので温度が上がらないようにする必要があることなどを、どこまでどういう方法がよさそうだというのを挙げてみて、その中で具体的に使えそうなものを探すことになると思う。日射と温度の影響が大きいということきちんと書いて、そのためこういうことに注意すべきだとか、極めてデリケートな測定なので、トラベルブランクの管理も試料と完全に一致させる必要があるとか、精神論になりますけれど、まずそれをはっきりさせておいて、それに沿うにはこうしたらいいというのをできる範囲で決めるという手順を踏んだ方が、まとまるんじゃないかという気がします。

(鈴木委員)

担保できるもの、できているものについては、こういうものはできているとマニュアルに明記してもいいと思います。

(環境省)

例えば百葉箱も一つだと思いますし、ペットボトルでも通風をしっかりしたものとか、使えそうであるとか言うことも分かってきておりますので、そういったところを、注釈とかでマニュアルに紹介をさせていただく、そういう方法も一つなのかなと聞いていて思いました。

(鈴木委員)

私もそれで賛成です。確実に証拠が取れているものは取れているというふうに明記されればいいかと思います。

(環境省)

ありがとうございます。

(今村委員)

シェルター方式だと採取口が下に向きますが、それでも構わないんですよね。一般のフィルタ方式だと横にするため、光はどうでも入ってくるので、それを避けるためには下に向けてシェルター方式にして下から(大気を)引くと言っても可能性としてもあるんですよね。その辺は色々検討していただければと思います。

(環境省)

そのシェルター方式とかも含めて一度、現状の確認をさせていただき、どこまでかけるのかといったところを検討させていただきたいと思います。

(田邊座長)

今の話に関連して測定局を使う場合には、局舎の中で異常な高温にならないとか、集合配管から取るようなやり方もありうるというそこまで考えてもよろしいんでしょうか? 局舎の中で採っていいのであればかなり色々な管理ができると思います。

(環境省)

島津テクノリサーチさんの感覚をお伺いしたいんですけれど、局舎の中で諸々の有害大気の測定をするということってあり得ますか?いろんな現場を見させていただいているのですが、あまりそういう例を把握できていません。

(事務局)

有害大気のモニタリングのサンプリングで、局舎の中でサンプリングを実施したという経験はございません。やはり局舎の中は測定装置及び、測定装置をオペレートする装置がセットされており、関係ない物を中に持ち込んで測定するというのは認められないというような、自治体の方からの反応が予想されます。

(環境省)

ありがとうございます。

(西村委員)

有害大気モニタリングですが、大阪府でやられている方法ではガス状の水銀とかアルデヒド類とかは測定局舎の中のマニホールドから取るっていうこともされているので、ガス状だとそういう方法はできると思いますが、六価クロムの場合は粉じんですので、マニホールドから採取するというのはなかなか難しい。となると局舎から穴を開けて採取するってことになるので局舎の中でやるというのは現実的ではないのかなと思います。

(根津委員)

局舎から採る場合には、SPM の測定なんかでも β線に投入する時にあまり推奨されていないだろうと思います。それから、分配管というのもいつも清掃しているわけではないので溜まったほこりで異常値を出してしまうというような可能性もあります。分配管から取るというのはできたら外した方がいいような気がします。

(田邊座長)

他にこの四つの議論の論点で何かご意見があればよろしくお願いします。

(鈴木委員)

異論はないんですがいずれにしても、実際に測定する方に参考になるような具体的なこれならできるという事例はどれにも書き加えていただければと思います。

(田邊座長)

他いかがでしょうか。色々、今日議論いただいた中で、できる範囲でこれはできるということを明確にしつつ、きちんとこれはすべきだということは書く、という極めて当たり前ですが、そういう方向性で、検討を進めるというように私は理解しましたが、そういう意味でいくと、マニュアル改訂の方向性についてのトラベルブランクの設置法 A、B、C、環農水研法についてはその方向性でどこまで書き込めるかということを事務局の方で再度整理していただければと思います。

(事務局)

今の内容で理解しました。トラベルブランクの設置法 A、B、C、環農水研法に関連して次回の検討会で具体的なマニュアル改訂の案を準備することになりますので、今ご意見いただいた内容を反映して、対応してまいりたいと思います。

(田邊座長)

この後で、忘れていたとか気がついたということがあれば、事務局の方に個別にご連絡いただければありがたい。

(Webexのチャットに)西村さんの方から、資料3の有意差検定について、数値を丸める前の生の値でデータが等分散か非等分散かを加味して検定しました。と追加のコメントが入っていますので質問がそのままになっていた方ご了解いただければと思います。

●事務連絡

議事録確認のお願い、謝金の支払方法について(事務局) 追加のご意見については、10月27日までに事務局へ 次回検討会は12月の予定

●閉会

【検討会委員からの追加意見およびコメント 2022.10.25 現在】

(山川委員)

<コメント>

アルカリ含浸フィルタの保管期限について

・保管方法について、マニュアルには「清浄な容器に移し、密封して使用時まで冷凍保存する。」と記載されておりますが、容器の種類(例:アルミホイルに包み、ダブルバッグにする等)、詳細な記載があれば分かりやすいかと思います。

<質問>

- ・乾燥時間や乾燥雰囲気によってブランクが変化する点、気になりました。洗浄後のフィルタに残った三価クロムが、酸化されることによって六価クロムになるのでしょうか。洗浄後フィルタの全クロム(または三価クロム)濃度は確認されておりますでしょうか。
- ・試験液を用いた試料抽出温度の検討で六価クロム標準液を使用されていますが、土壌など六価クロムの認証値または参考値が付与された標準物質を用いて試験されたことはありますでしょうか (例:NIST SRM 2701)。標準液と粉じんとでは、物質のマトリクスが大きく異なるため、同様の作業で回収率を見積ることは困難かと思いました。

(杉本委員)

- ○4.現行マニュアルの改訂の方向性についていずれが支配的と考えられるのか
 - (a)フィルタ乾燥時の六価クロムの上昇は、
 - 1.雰囲気からのクロムの汚染
 - 2.雰囲気中の物質がフィルタ中の三価クロムと反応した
 - 3.乾燥中の熱履歴によるもの
 - 4.その他
- ○(c)実験結果より正負の誤差が抑制されていると思うが、その程度は不明であるため例えば、添加回収実験を追加で行いその程度を把握しておく方が良いのではないか。
- ○(d)環農水研調査の百葉箱中の測定において透明ジップ袋にトラベルブランクを入れたものを追加し実験する必要があるのではないか。
- ○(その他) 測定箇所 1 地点ごとにトラベルブランクを n=5 にするとなると、測定総数がかなり増え、1 日で測定できる地点数がかなり少なくなる。状況が許せば、省略しても良いという事にはできないか(例えば、同じ気象台のデータを参照している地点同士等)

以上

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会 第2回 議事録

1. 日時

令和5年1月17日(火) 10:00~12:00

2. 場所

Webex meeting によるオンライン開催

3. 出席者 (敬称略)

- <委員>(五十音順)
- ○今村 清(公立大学法人 大阪公立大学 研究推進機構 客員研究員)
- ○加藤 正博(一般財団法人 上越環境科学センター 技術部 検査二課 課長)
- ○賢持 省吾(公益社団法人 日本環境技術協会 常務委員)
- ○杉本 恭利(奈良県景観・環境総合センター 統括主任研究員)
- ○鈴木 茂(学校法人 中部大学大学院 応用生物科学研究科 応用生物学部 客員教授)
- ○田邊 潔(国立研究開発法人 国立環境研究所 環境リスク・健康領域 基盤計測センター 客員研究員)
- ○西村 理恵(地方独立行政法人 大阪府立環境農林水産総合研究所 環境研究部 環境 調査グループ 総括主査)
- ○根津 豊彦(元 神戸市立工業高等専門学校 応用化学科 教授)
- ○山川 茜(国立研究開発法人 国立環境研究所 環境リスク・健康領域基盤計測センター 環境標準研究室 主任研究員)

<環境省>

- 〇太田 志津子(水·大気環境局 大気環境課 課長)
- ○東 幸毅(水·大気環境局 総務課 分析官)
- ○奥野 博信(水·大気環境局 大気環境課 課長補佐)
- ○栗飯原 弘樹(水·大気環境局 大気環境課 係長)
- ○成川 厚仁(水·大気環境局 大気環境課 係員)

<事務局>

- ○林 篤宏(株式会社島津テクノリサーチ 執行役員 兼 試験解析事業部 事業部長)
- ○吉田 秀司(同 環境事業部 副事業部長)
- ○嶋田 真次(同 試験解析事業部 分析計測センター 副センター長)
- ○市丸 直人(同 試験解析事業部 分析計測センター 副センター長)
- ○豊田 照子(同 試験解析事業部 分析計測センター 無機分析 G 副グループ長代行)
- ○稲葉 ふみ(同 試験解析事業部 分析計測センター 無機分析 G)

4. 議事次第

- (1) 第1回検討会及びその後にいただいたご意見とその対応について
- (2) 誤差の抑制手法にかかる検討・調査結果について(大阪府立環境農林水産総合研究所)
- (3) 令和3年度大気粉じん中六価クロム測定結果及び事業者へのヒアリング結果について

(4) マニュアル改訂の方向性について

5. 配布資料

資料1 令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会(第1回)ご意見 とその対応

資料2 誤差の抑制手法にかかる検討・調査結果について

資料 3 令和 3 年度大気粉じん中六価クロム測定結果及び事業者へのヒアリング結果

資料4 マニュアル改訂の方向性(対照表)

参考資料 1 大気粉じん中のクロムの形態別測定方法 (平成 31 年 3 月、有害大気汚染物質測定方法マニュアル 第 5 部第 4 章)

参考資料 2 「大気粉じん中のクロムの形態別測定方法」に関する留意事項について(周知) (令和4年4月26日 事務連絡、環境省水・大気環境局大気環境課)

参考資料3 課題一覧表(令和5年1月版)

参考資料 4 令和 4 年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会(第1回)議事録 及び検討会後にいただいたご意見

参考資料 5 誤差の抑制手法にかかる検討・調査結果について(中間報告) (第 1 回検討会 資料 3)

6. 議事録

● 開会

配布資料の確認、オンライン形式の会合における注意事項(事務局)

議事

議事1 第1回検討会及びその後にいただいたご意見とその対応について 資料1 説明(事務局)

鈴木委員 湿度の件について、湿度が高い時に六価クロム濃度が高くなる傾向があると評価してもよいのではないか。当てはまらないケースも多々あるが、川崎のデータで図2も図3も湿度の高い時にのみ、六価クロム濃度も非常に高い値であった。湿度が高い時には非常に高い値がでるという認識は持った方がよい。

事務局 この図では、80%を超える湿度の時に、六価クロム濃度が最も高い値と次に高い値が出ており、おっしゃる通りの傾向が確認できる。同じエリアの測定地点でありながら低い値も出るということも考慮すると、六価クロムの測定値に与える影響として湿度だけでなく、温度や光などの複合的な要因が重なったときに高くなるのではないか。このあたりの解析は難しい。六価クロムと気象との関係(温度、浮遊粉じん、SPM)について同様にプロットしたものがあるので、そちらも参考に考える必要がある。

鈴木委員 湿度が高いことだけが六価クロム濃度に影響しているわけではないが、湿度が高いことが影響する場合がある。そのような対応、あるいはデータの見方をした方がよいのではないか。

事務局 そのように考える。

環境省 湿度が高くなれば六価クロム濃度が高くなる結果も見えるが、もう少し様々な観点から考察しなければならない。例えば、全クロムの濃度なども関係すると思うの

で、湿度のみが要因で高くなるというのは疑問である。

鈴木委員 その通りで、湿度が直接効いているのか、湿度が高い時の他の要素が効いているのか、(湿度と他の要素が)複合的に効いているのか不明だ。(資料 1 では)湿度と六価クロム濃度に関係がないように読めるので、もう少し正確に記述した方がよい。

環境省 ご意見承った。

根津委員 湿度が高いと六価クロム濃度が高くなるという傾向が複数機関でみられれば記載の必要が出てくるが、今回の場合は1機関で特異的に出ているという見方もできるため、湿度についての言及はこのデータからは断定できないのではないか。

田邊委員 環境省の意見のとおり、可能性はあるが今の状況では何が影響しているかはっきりしない、という認識である。もう少しデータを解析しないと明確なことはわからないということが結論のように思う。記載の仕方が誤解を招くという鈴木委員のご指摘の通りでもある。根津委員の危惧されたこともこのような理解であればよいかと思う。

議事2 誤差の抑制手法にかかる検討・調査結果について

資料 2 説明(西村委員)

今村委員 窒素パージの流量の記載がない。真空は時間がかかるのか。水分が残っている にも関わらず、ブランク値があまり変わらないのは興味深い。ろ紙の段階で湿度 が問題になってくると以前より思っていたが、乾燥時間が長くなっても水分の影響はあまりないという結果になったのではないか。

西村委員 窒素ガス置換デシケータでは流量 4 L/min で乾燥した。今回用いた真空デシケータは簡易なものだが、ポンプはキャニスターの真空引きに使用しているものなのである程度の能力はある。もっと高価なものを使用すれば乾燥時間は短くなると予想されるが、簡易なものでは乾燥時間が長くなってしまうということは確認できた。乾燥は(窒素ガス置換デシケータでは)中心部まで完全に乾燥できているのかという疑問が残るが、真空デシケータを用いた場合は表面だけでなく完全に乾燥できたのではないか。そういった理由でブランク値に差がないのではないかと考えている。

今村委員 どのような条件(減圧)で実施したかが重要になるので、そのデータが必要になる のではないか。

西村委員 環境省への報告書ではこのような点も細かく記載しているが、今回の検討会資料については簡単に記載した。

田邊委員 今村委員のご意見としては、そのような細かい点もマニュアルに記載しないとマニュアルを見て分析をする人がどのように行えばよいかわからないという趣旨でよろしいか。

今村委員 その通り。どのように実施したかという条件を書かないと理解できない。 もう一点、超音波抽出は疎密波なので、水浴での使用の場合には設置箇所により抽出効率が異なるため、マニュアルへの記載が必要だと思う。水抽出のクロムを対象としているので、過激な抽出温度でなくても抽出できる、と注釈として書く必要があるのではないか。

環境省 超音波の照射条件について資料3でアンケート結果も含めての報告後、ご議論

いただければと思う。

議事3 令和3年度大気粉じん中六価クロム測定結果及び事業者へのヒアリング結果について

資料3 説明(事務局)

田邊委員 表4の乾燥方法でデシケータやクリーンブースなどあったが、乾燥方法の違いに よるブランク値のデータはあるか。

事務局お見せできる形で用意していないが、特に差はない。

田邊委員いずれも十分低いという認識でよいか。

事務局 はい。

田邊委員 議事 2 で、水の存在による影響があるかという話が出ており、デシケータには空気が、クリーンブースには空気と水蒸気が存在するため、何か差があるかと思ったが、差は生じないということであれば、どこかに記載すべき有効な情報だと思う。

事務局 承知した。

根津委員 トラベルブランクフィルタは、原則論として「採取以外の操作は試料とおなじように扱うこと」というのが有害大気汚染物質測定方法マニュアルでは大前提となっている。事務局からのヒアリング結果では、遵守できていたかという点で、アナウンスが必要だろうということだった。個別に様々なトラベルブランクフィルタの扱いをするのは非常に複雑になるため、原則論を通していくという考え方が必要という趣旨を理解していただきたい。

田邊委員 有害大気汚染物質測定方法マニュアルを作ったときからの話なのでよく分かる。 六価クロムではこの原則を特に厳重に守らなければ、光や温度の影響でサンプルと差が出てしまったり、トラベルブランク値そのものがばらついたり、温度や光の条件が異なるのに別地点で同じトラベルブランク値を使用すると誤差が生じるということをはっきりとどこかに記載すべきというご意見かと思う。

田邊委員 表6で遮光していない逸脱があったという事業者で、トラベルブランク値が高いといったことはあったのか。

事務局 まだ確認できていない。

田邊委員 もし高ければ、トラベルブランクフィルタの取扱いを注意すべき具体例になると思うので、是非、確認いただきたい。

事務局 承知した。

議事4 マニュアル改訂の方向性について

資料4 説明(事務局)

田邊委員 ①トラベルブランク試験について、ご意見を伺いたい。

田邊委員 トラベルブランク試験について光と温度の両方をできるだけ揃えるというのはこの 通りでよいが、六価クロムの測定そのものに対して、光と温度に注意することは、 どこかに記載済みか。記載がなければ記載し、トラベルブランクフィルタも同じ条 件で扱うと書くとよいかと思う。本文に、地点ごと、採取ごとに実施すると記載す べきかどうかということだが、かなり負担が増えるので悩ましい。

鈴木委員 はっきりとは言いにくいが、光の影響がとても大きいという点は他の有害大気汚

染物質との大きな違いである。令和3年度測定の一部でトラベルブランク試験の 適切な実施が確認できなかったことも踏まえ、光の影響(遮光の状況)がとても大 きい点が他の有害大気汚染物質と違うと明記した方が良い。

事務局 光の影響については、マニュアル本文の「フィルタホルダには直射日光が当たらないようにする」という記載をもうすこし詳細に記載、あるいは注釈として遮光時に使用するものを例示する方向性で考えている。

根準委員 同じような地点だからほかの地点と共有してもいいのではないかという解釈が生 じないようにすればよいと思う。

環境省 環境省としても、六価クロムの測定においては光、温度の影響を受けやすい点が他の物質と異なることは把握している。測定方法の中に書くという案もあるが、 六価クロム測定の考え方として、温度と光に十分注意するという部分は明記し、 この点を理解していただいた上で、個々の工程の中でどのようなところを注意したらよいかという形のマニュアルにしていきたい。ご意見を参考にさせていただく。

田邊委員 全地点でトラベルブランク試験を実施すると、分析数が大幅に増加して大変になる。どこまで論理的に省力化できるか。ただし、勝手に解釈して不適切なことをされてしまうのも困る。光を遮光して、通風をよくして外気温と同じようにする、という採取方法を指定できた場合、同日に似たような測定局でサンプリングの際にトラベルブランク試験を必ず両方でするようにとは言いにくい。やらなくてもよいと解釈できる、非常に微妙なところである。

2 つ提案がある。1 つは、(環農水研の実験で)遮光方法の違いによるトラベルブランク値の違いはなかった。薄暗い状況であれば光の影響はあまり受けず、外気温と同じになっていれば有意な差は見られないということが、現在我々が持っている知見である。遮光の方法を例示して丁寧に記載するという話は別途あったので、これが達成できるのであれば、必ず各地点ではからなければならないということではない。きちんと伝わるような表記ができればよい。トラベルブランクフィルタはなるべくサンプルと同じように扱うという原則はそのまま、なるべく各地点で取ることが望ましいと書くのがよいのだろうか。その辺をうまく伝えられるといいと思う。

鈴木委員 トラベルブランク試験の数は n=5 なのか。

田邊委員 (マニュアルの要求は)n=3である。

鈴木委員 (分析数を減らす方向で)緩めるのであれば、n=1 でもいいとする案もあるが、n=0とするのは心配である。

田邊委員 これまでに出てきているデータで、トラベルブランク値がどの程度ばらついている のか気になる。1機関で複数のトラベルブランク値を取っているデータはあるか。

事務局 (令和 3 年度測定結果は)月別平均値しかないので不明だが、「夏季にトラベル ブランク試験を n=3 で行いばらつきを調べた結果、定量下限値を大きく上回っ た」という事例を聞いている。

田邊委員 その n=3 は複数地点でとったということか。

事務局 同一地点での採取と聞いている。

西村委員 (分析数を減らす方向で緩めるのであれば、)高温期は、トラベルブランク値がばらつき、かつ高値となるため、n=3 でトラベルブランク試験を実施し、地点ごとの

実施は各自治体で確認したうえで(地点間で値に)差がなければ省略できる、と考える。低温期に関しては、地点による差があまりないと考えられ、また、操作ブランク値とあまり変わらないことから、トラベルブランク値と操作ブランク値が同等であることが確認出来れば、トラベルブランク試験は省略できると考えてもいいかもれない。

田邊委員 省略できるというのは、他の有害大気汚染物質と同様に減らすということか。

西村委員 その通り。

田邊委員 マニュアルの記載としては、高温期はデータがばらつくことが多いので、採取ごと に実施するというご意見か。

西村委員 その通り。何が原因かよくわからないので、高温期はトラベルブランク試験をきっ ちり実施したほうがよいと思う。

田邊委員「当面は」とつけるか。

鈴木委員 西村委員に実際の経験を踏まえてご意見いただきたい。高温期に概ね似たような状況である場合、1 地点は n=3、他地点は n=1 というのはいかが。

西村委員 全くトラベルブランク試験を実施しないとなると、差があるかどうかわからなくなるので、1 地点は n=3 で他地点は n=1 でもよいと思う。ばらつきもあるため、記載のしかたを工夫しないと、それでよいと捉えられてしまうため難しい。実施する側としては、複数地点で採取する場合にフィルタ作成数が多いと煩雑になるため、減らせるとありがたい。田邊委員がおっしゃったように、当面の間(採取ごと地点ごとに)自治体で実施して知見を得られたら変えていけばよいと思う。

鈴木委員 1地点で n=3、同様の条件で n=1 の場合、それらを比較するとトラベルブランク値 の見当が大まかにつく。マニュアルに「当面は」と書くのは適切ではないと思う。

田邊委員 マニュアルにどのように記載し、実施する際にどのように指示するかの組み合わせになると思うので、記載の仕方は環境省に考えていただきたい。科学的に考えて、n=1のみの地点とn=3の地点で数値が微妙に違った場合、統計的な処理ができないためどうするか非常に悩ましい。有害大気汚染物質測定方法マニュアルの基本的な精度管理の考え方から、1つのデータが他の3つと検定で外れた場合、その地点は測定やり直しになってしまう。ばらつきがないということが確かめられれば、他の有害大気汚染物質のトラベルブランク試験と同様にしてもよいと思う。最低1つは測定してばらつかないことを確認してもよいが、それが外れた場合は測定がやり直しになることを書かざるを得ない。今回色々と指定をして、トラベルブランク値がばらつかないことを期待しているが、その場合は省略してもよい。省略する上で、外れた数値になった場合は測定がやり直しとなる、と記載することは安全弁になると思う。

鈴木委員 n=1 地点が n=3 の地点のばらつきの範囲を大きく超えた場合は欠測となる。欠測がどの程度出るか見てみたい。n=3 ずつ実施というのが望ましいが、相当重たいマニュアルになるのではないか。

環境省 この場合は n=1、この場合は n=3 と書き出すと非常に細かいマニュアルとなって しまう。マニュアル上には原則を記載したい。n 数についてはどちらかに統一した い。いろいろと情報が集まった段階やマニュアル改訂の段階で、いただいたご 意見(低温期であれば n=3も必要ないのではないか等)を整理し、自治体宛ての 通知や事務連絡で細かいところを定めていきたい。 田邊委員 最初は n=3 を実施していただき、安定したブランク値が出るようであれば、他の有害大気汚染物質と同様の体制にしてもよいと思う。照り返しが強く、温度が上昇するような測定地点は、他地点と比較してトラベルブランク値が高くなると思う。そのような場合は別に実施しなければならないなどとする。マニュアルに厳格に記載すると、運用上大変不自由になると思う。

田邊委員 目標定量下限値を 0.08ng/m³ に統一したいとのこと、ご意見を伺いたい。

根津委員 色々な情報を記載するとわからなくなってしまうので、0.08ng/m³ で統一するというのは良いと思う。0.08ng/m³ は世界全体でみると緩い基準となっている。規格は忘れたが、現在、ダブルスタンダードになっており、低めの値では0.04ng/m³ などが出てきている。将来的にもっと厳しくなる可能性があることが示唆できる注釈があってもよいのではないか。

事務局 現行マニュアル(参考資料1)p1 に、「目標定量下限値は、EPAの105リスクレベル基準が0.8ng/m3であることから、その10分の1である0.08ng/m3を測定できることとし、可能であれば、更に低レベルの基準であるWHO欧州事務局ガイドラインの0.25ng/m3の10分の1である0.025ng/m3まで測定できることが望ましい。」と記載されているが、根津委員のお考えと合っているか。

根津委員 先ほど申し上げたダブルスタンダードは、まさにこの部分である。マニュアル中には EPA の 0.08ng/m³で統一すればよい。この一文があれば WHO のガイドラインが主流になったときの抑えになるので良いと思う。

田邊委員 この文章のほかにも 0.08ng/m³とは記載しつつ、なるべく低くしてほしいと当該箇所に記載するということで良いと思う。

田邊委員 ①「流量調整機能つきのポンプを使用する」と本文に記載するか、注釈に記載するか、ご意見を頂きたい。

西村委員 p3(d)に流量調整装置との記載があるが、ポンプの箇所に記載するという考えなのか。

環境省 今までご議論いただき、ポンプのところにより具体的に記載してはどうか、とご提 案させていただいた。

流量調整機能付きというのは、(c)で明記すべきか、(c)と(d)を一体化するか、分離すべきか等、全体的な記載をどうするかご意見を頂きたい。分かりやすい書き方という観点でご意見頂きたい。

田邊委員 趣旨は理解した。(c)には「連続的に使用できるもの」と書いてあるので、必ずしも 流量調整機能付きのものでなくてもよい。キャパシティの大きいものに流量調整 機を付けて使用するケースもあると思う。 現場はどうか。

西村委員 (環農水研では)一体型の流量調整機能付きのポンプを使用している。他の自治体や事業者は、田邊委員がおっしゃったような能力の大きいポンプに流量調整機をつけて使用している場合もある。必ずしも流量調整機能付きのポンプとする必要はないのではないか。現在の書き方でよいと思うが、有害大気汚染物質によって、(c)、(d)、(e)に分かれて記載されているものと、ポンプの中に全て記載されているものもあるため、環境省からの議論内容として挙げられているではないか。

根津委員 PM2.5 のマニュアルでは条件を厳しくしている。同じレベルで記載すると、過剰 になってしまうので、書き方としてはこれで十分だと思う。

田邊委員 本文に追加する必要はないが、(c)、(d)、(e)を一体として使用してもよいという注 にするということでよいか。

根津委員 その通りだ。

環境省 根津委員、貴重なご意見、参考にさせていただく。他の物質との書き方も含めて 修正を検討していく。

田邊委員 ②1 か月程度は保存可能と本文に追加するか、注釈にするか。ご意見いただきたい。

田邊委員 3か月使用できたという話はあるか。

西村委員 第1回検討会の参考資料に出していたと思うが、3か月前に作成したフィルタと、 その月に作成したフィルタで並行測定を1年間実施し、測定値が両方でほぼ同 じであることを確認した。冷凍方法によって3か月保管できたというのは確認して いるが、マニュアルにそこまで書く必要はないと思う。採取が1か月ごとなので、 その都度フィルタを作成することが原則である。毎月サンプリングをするため、1 か月以内に作成すればいいということで、事務局のほうで提案されているのでは ないか。

田邊委員 きちんと保管すればずっと使えると記載するのは心が痛む。

西村委員 各機関で検討したうえで運用されることは問題ないが、我々の検討結果のみで マニュアルに記載することは難しいのではないかと考えている。

田邊委員 保管状況がきちんとしていないと 1 か月持たないかもしれないという逆の可能性 も 0 ではないという理解でよいか。

今村委員 それであれば、使用前にチェックするという一文を入れるといいのではないか。1 か月程度でも保管できるという話なので、使用する前に再度ブランクをチェックするという項目をいれたほうがいい。

根津委員 本文に記載した場合、保管がきちんとしているという前提はあるものの、1 か月間 は変化しないことを保証するという受け取り方になってしまうのではないか。注に、 検討結果では 1 か月程度では変化が見られなかったと記載する、に留めておく のが安全ではないか。

田邊委員 使用前にブランクを確認するのは原則なので、今村委員のご意見はすでに記載されているかと思う。保管できると書くのであれば念を押した方がよい。1 か月間は変化しなかったという事例を書くとともにチェックをすることと記載すると、機関によっては3か月保管してチェックして使用する可能性を否定はしないというニュアンスでよいか。

今村委員 その通りで、概ね1か月もつという程度で進めておく。

田邊委員 このようなニュアンスで注に記載するということでよいか。

事務局 承知した。

環境省 環境省も承知した。

田邊委員 議事2で議論に上がった、超音波装置について、マニュアルに盛り込むか。

今村委員 盛り込む方がいいと思う。超音波抽出は必ずしも均一に再現性良くできるという

報告はあまりないが、水抽出のクロムを対象としている場合は強い条件で抽出しなくても容易に抽出できるという結果なので、この点を少し入れた方がよいかもしれない。

田邊委員 非常に小さい超音波洗浄槽に抽出用の容器をたくさん並べると危ないかもしれ ないということかと思ったのだが。

今村委員 ダイオキシンのような抽出が非常に難しいものに対して、細かい報告がある。やはり疎密波なので、場所により疎と密の箇所ができるため、うまくやらなければいけないが、六価クロムの場合は抽出効率を上げて抽出すると、むしろ悪い結果が出るのではないかと思った。あまり強い条件で抽出しなくてもよい、とまで書く必要もないが、注釈に水で抽出するクロムを対象に処理していることを明記する方がよい。

田邊委員かけすぎるな、でもちゃんとかけてと言いたいのか。

今村委員 その通りである。水溶性の物質はきちんと抽出されるので特に問題ない。注 19 に抽出温度は 20℃でもよいとあった。できるだけ低い温度でも大丈夫という話だった。

田邊委員 温度を下げれば反応しにくくなった。

今村委員 超音波装置の周波数について、他の物質の場合 20~200Hz 程度の低周波数のほうが抽出効率は良い。

田邊委員 どなたか、三価クロムを強力な超音波にかけると六価クロムが生成するというよう な知見はおありか。

今村委員 環農水研の実験では、温度を上げると六価クロムが増えた。

西村委員 第1回検討会で報告した(参考資料5)。室温より高い30℃での抽出では操作ブランク値が上昇した。

今村委員 その意味で20℃というのはどうかと思った。

田邊委員 これは氷冷にするのではないか。

今村委員 強い条件で抽出しなくてもよいということ。どのような装置で抽出されたか分からないが、超音波洗浄器でできたのであれば、場所によって抽出効率は違うが、抽出効率を上げて抽出しなくてもよいということだと思う。

田邊委員 承知した。記述としては現在の書き方でよく、温度に関しては氷冷にしたら行いやすい。温度管理は面倒なので、氷冷が一番楽だという話がでているので、このような形でまとめるというのでよいか。

今村委員 温度上昇に応じて、水を取り替えてもよいし、温度を下げてもよい。

田邊委員 承知した。

● 事務連絡

議事録の確認のお願い、謝金の支払い方法について(事務局) 追加のご意見については 1/24 までに事務局へ

● 閉会

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会 第3回 議事録

1. 日時

令和5年2月21日(火) 10:00~12:00

2. 場所

Webex meeting によるオンライン開催

3. 出席者(敬称略)

- <委員>(五十音順)
- ○今村 清(公立大学法人 大阪公立大学 研究推進機構 客員研究員)
- ○加藤 正博(一般財団法人 上越環境科学センター 技術部 検査二課 課長)
- ○賢持 省吾(公益社団法人 日本環境技術協会 常務委員)
- ○杉本 恭利(奈良県景観・環境総合センター 統括主任研究員)
- ○鈴木 茂(学校法人 中部大学大学院 応用生物科学研究科 応用生物学部 客員教授)
- ○田邊 潔(国立研究開発法人 国立環境研究所 環境リスク・健康領域 基盤計測センター 客員研究員)
- ○西村 理恵(地方独立行政法人 大阪府立環境農林水産総合研究所 環境研究部 環境 調査グループ 総括主査)
- ○根津 豊彦(元 神戸市立工業高等専門学校 応用化学科 教授)
- ○山川 茜(国立研究開発法人 国立環境研究所 環境リスク・健康領域基盤計測センター 環境標準研究室 主任研究員)

<環境省>

- 〇太田 志津子(水·大気環境局 大気環境課 課長)
- ○東 幸毅(水·大気環境局 総務課 分析官)
- ○奥野 博信(水·大気環境局 大気環境課 課長補佐)
- ○栗飯原 弘樹(水·大気環境局 大気環境課 係長)
- 〇成川 厚仁(水·大気環境局 大気環境課 係員)

<事務局>

- ○林 篤宏(株式会社島津テクノリサーチ 執行役員 兼 試験解析事業部 事業部長)
- ○吉田 秀司(同 環境事業部 副事業部長)
- ○嶋田 真次(同 試験解析事業部 分析計測センター 副センター長)
- ○市丸 直人(同 試験解析事業部 分析計測センター 副センター長)
- ○豊田 照子(同 試験解析事業部 分析計測センター 無機分析 G 副グループ長代行)

4. 議事次第

- (1) 第2回検討会でいただいたご意見とその対応について
- (2) マニュアル改訂案について

5. 配布資料

資料1 令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会(第2回)でいただいたご意見とその対応

資料 2-1 マニュアルの改訂方針

資料 2-2 マニュアル改訂案

参考資料 1 大気粉じん中のクロムの形態別測定方法 (平成 31 年 3 月、有害大気汚染物質測定方法マニュアル 第 5 部第 4 章)

参考資料 2 「大気粉じん中のクロムの形態別測定方法」に関する留意事項について(周知) (令和 4 年 4 月 26 日 事務連絡、環境省水・大気環境局大気環境課)

参考資料 3 課題一覧表(令和 5 年 2 月版)

参考資料 4 令和 4 年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査検討会(第 2 回) 議事録

※資料 2-1 については、検討会当日の説明の中で、以下の修正を行った。

該当箇所	誤	正	
1. (2) ①	脚注 <u>p39</u>	脚注 <u>p38</u>	
1. (2)③	脚注 <u>p38</u>	脚注 <u>p39</u>	
2. (4)	第6節、脚注、事務連絡など	第6節、脚注など	
2. (5)③	第5章の本文	<u>第5節</u> の本文	

6. 議事録

● 開会

配布資料の確認、オンライン形式の会合における注意事項(事務局)

● 議事

議事1 第2回検討会でいただいたご意見とその対応について

資料1 説明(事務局)

杉本委員 図 1 を見ているが、私が実験した感触では、このような大小関係にはならない。 乾燥中の雰囲気よりも、以降の温度管理がブランク値に影響しているように思う。

事務局 この図は、ヒアリングで得られた各事業者の乾燥方法についての回答を元に、報告された操作ブランク値を集計して解析したものであり、必ずしも乾燥方法だけが反映された結果にはなっていない。今回は、(どの乾燥方法でも)操作ブランク値が目標定量下限値である0.08 ng/m³を下回るか、という観点で見ており、その点については(いずれの乾燥方法も)問題ないと考える。

ブランク値の大小関係には、ご指摘の通り温度管理も大きく影響する。フィルタのブランク値が 0.08 ng/m³を下回るには、乾燥後速やかに冷凍するのが必須要件と考える。

杉本委員 0.08 ng/m³を下回るのが重要という点については、その通りだと思う。

ただ、乾燥中の雰囲気(による違い)を表す実験としては適切ではない。事業者間の違いとしては、抽出温度が氷冷か室温か等もあり、その違いが図の大小関係に効いているように思うが、抽出温度も併せて比較したデータはあるか。

環境省 この図については、自治体や委託された事業者が実際に測定をしたときの操作ブランク値であり、乾燥条件以外、例えば温度等の条件がバラバラな状態でグラフ化している。そのような条件下で有意差検定をしてこのような形で(資料として)作成したので、グラフを見ると例えば清浄空気と窒素とで操作ブランク値を下げるのに優劣があるように見えるが、この有意差自体にあまり意味がなく、他の条件との兼ね合いでたまたまこういう結果になった可能性も否定できないと考える。

事務局からもあったが、この結果については、平均値+ σ の値がいずれの条件でも0.08 ng/m³を下回っている、さらには平均値+ 2σ で見ても0.08 ng/m³を下回っている、つまり、ほとんどの事業者で 0.08 ng/m³を下回る(操作ブランク)値が得られていることがポイントだと思っている。

田邊座長 この表はマニュアルの本文や脚注には入れないのか。

事務局マニュアルに入れることはない。

田邊座長(乾燥)方法による差があるような誤解を受けないようにしていただきたい。

鈴木委員 同意見である。資料 1 では詳しく解析されており検定もしていただいたが、他の要素も加味されているということであれば、参考資料であったとしてもあまり詳しく書くのは控えた方が良い。

議事2 マニュアル改訂案について

資料 2-1、資料 2-2(前半) 説明(事務局)

鈴木委員 アルカリ含浸フィルタの作成が(今回の改訂の)重要な要素の一つだと思うが、資料 2-2 P9④の記述が消極的な印象を受ける。「配慮するのが有効」とあるが、「このようにやってください」というような書き方が良い。対応する注 10 についても、「有効である」とあり、「そうでなくても良い」という印象を受ける。ここをもう少し正確に、実施すべき内容を整理していただきたい。

事務局 今回のマニュアルでは、乾燥方法に様々な事例があるため、どこまで(マニュアルに)書くかという点については、この場で委員の先生方にお聞きしたい。 現時点では、資料 2-2 P9のb)(として本文に追加した)アルカリ含浸フィルタのブランク値の確認のところで、目標定量下限値以下であることが確認できれば、細かいことは各事業者に委ねる、というストーリーになっている。

鈴木委員 なるほど、でもそこが不安だ。

田邊座長 別の議論(資料 2-1 の 2.(3)、後半で説明)で、「推奨される」「望ましい」等の書き 方はわかりにくいので、やらなければいけないことははっきり書く、という全体の書 き方の方針を示していたが、「有効である」というのは微妙なので、「こうすると下が った」という書き方が良いのでは。

西村委員 乾燥条件について、事業者によって色々だということは理解しているが、遮光する というのは要件として本文に入れた方が良いと思う。私ども(大阪府立環境農林水 産総合研究所(以下、環農水研))の実験では、遮光しなかったときに(ブランク値 が)目標定量下限値を超えるということが起こっていたので、遮光は(必須)要件に 入れたほうが良い。

事務局でも、今年度の検討でフィルタ乾燥時に遮光した場合のブランク値を測定し、遮光によってブランク値が低減することを確認した。本文に(必須要件として)記載することは問題ないと考える。

ただ、どの程度光を遮る必要があるのか。遮光と記載することで、写真現像用の暗室のような完全遮光を想定して(事業者に)過剰な負担を強いることも懸念される。 事務局では、乾燥用のデシケータに段ボール箱をかぶせて照明の光を遮断する程度で、ブランク値の低下が確認できた。

本文に記載すること自体は問題ないと考える。

- 環境省 (環農水研等の)室内実験で遮光の効果を確認していることは把握している。本文中に書くべきだと考えている。
- 田邊座長 いま話題になっているのとは異なるが、(作成後のアルカリ含浸フィルタを)冷凍保管するというのは、本文か、脚注か。
- 事務局 ラボでの冷凍保管は本文に書かれている。移送時は、冷蔵又は冷凍で、これも本 文に記載されている。
- 田邊座長 であれば、注10の前半の、遮光状態で乾燥し速やかに冷凍する、という内容が本 文に移動で、デシケータ等の事例については注10に残す。注10に残す内容に ついても、「望ましい」「有効である」等ではなく、明確な表現で記載するのが良い。
- 賢持委員 同じく注 10 で、真空デシケータ等の実施例が挙げられているが、前回の検討会 (第2回検討会資料3)ではデシケータに関連して「通気」という言葉が出てきたが、単に置換するだけではなく通気する必要があると思うので、通気という言葉をどこかに残しておく方が良いのではないか。 あと、通気の目的は強制乾燥であって酸素を遮断することではない、という理解で
- 事務局 ヒアリング回答では置換だけなのか通気しているのかが分からない事例が多く、現時点では「置換」としたが、これまでの環農水研や事務局の検討結果からは、「通気」の方が適切と考える。変更したいがどうか。 後半のご質問に対して、基本的には強制乾燥だが、前回の検討会の環農水研の報告(第2回検討会資料2)では、減圧デシケータの方が(窒素通気デシケータと比較して)ブランク値の低減に有効という結果だったので、酸素の遮断も有効と考える。これらの書きぶりはどうすれば良いか。
- 賢持委員 乾燥させるためには通気をしなければならない。環農水研の検討(第 1 回検討会 資料3)では4L/minで通気している。初期置換時はそれくらい必要だが、ある程度 (デシケータ内の)置換が終わったらそこまでの流量は必要ない。ただ、(フィルタ から)水分が出てくるので、それを流去するために通気は必要と考える。
- 根津委員 今回の改訂案は、現行マニュアルに比べてシンプルで読みやすくなった。 「六価クロム」「六価クロム化合物」等、用語の統一を意識しておられるが、資料 2-2 P3 計算式では、「化合物」の入っているもの入っていないものが混在しており、明 確に区別していただきたい。
 - 2点目に、資料 2-2 P10 の最初の行「アルカリ含浸フィルタは保管時の温度によりブランク値の変化が確認」とある。温度が高いとブランク値が上がるということが言いたいのだと思うが、もう少しストレートな表現にしたほうが読みやすくなると思う。 3点目、資料 2-2 P11 の後半(トラベルブランク試験の試行数)に関連して、例えばトラベルブランク値が目標定量下限値を上回ってしまった場合に全て欠測となる

のか、と質問されたときに、欠測としてもう一度でやり直し、と答えて良いのか。これは実測(に関わる重要な判断)になるので、現場レベルではなくて事業者として検討することだと思うが、(この文章を)きちんと読むと検討してやり直す、とも読める。このような質問に対する回答とのリンクを考えて、文章を修正したほうが良い。

事務局 1 つ目の「化合物」のある/なしについては、後半でも説明するが、(ご指摘いただいた)P3 計算式の箇所は、修正漏れと思われるので、事務局で確認する。

2つ目、保管時の(ブランク値が上がる)要因は温度だけなのか、という問題についても、事務局にて表現を検討する。

3つ目の、トラベルブランク値が高値の場合の対応については、資料 2-2 では P31 第 5 節の 1 で「適切な精度管理を行うため、本マニュアル第 1 部第 1 章の図 1 のフローに従い確認を行うこと」としており、トラベルブランク値が高くなった場合にどうするのかもこちらのフローに記載されている。フローの内容を第 5 部第 4 章 (六価クロムの測定方法)にどこまで入れ込むのか、という点については、後半でご議論いただきたい。

田邊座長 いまの内容(トラベルブランク値が高値の場合の対応)は、後半の議論で再度取り上げたい。

ブランクフィルタをどう作ってどう管理するかについては、ここまでの議論で宜しいか。本文と脚注の書き分けをどこまではっきり書くかということになると思うので、事務局はこれでまとめていただきたい。

- 根津委員 他の有害大気汚染物質との整合性もあると思うが、採取するのは試料空気、測定するのはそこで採取された粉じん中のクロムである。資料 2-2 P2 の文章だけを見た時に、試料空気を採取するということが明記されておらず、気になった。
- 西村委員 トラベルブランクフィルタをどのように設置するかに関連して、日射と温度上昇を抑制することが記載されているが、資料 2-2 P4「(1) 試料採取装置」のところにも同じように書いた方が良い。(実際には)「2 器具および装置」の項を見て準備をするので、こちらに書いた方が、読み手には親切である。
- 賢持委員 p5 の冒頭に「フードやカバーで覆うこと」とあるが、実施例はもう少し後に出てくる 注 h に書いてある。この箇所にも注 h へのリンクを貼るのが良いのではないか。
- 田邊座長 資料 2-2 P11 で、トラベルブランクフィルタは試料採取時に密封すると書かれているが、密封しない方が良いと思う。吸着捕集材や反応を利用した捕集の場合は開封した途端に採取が始まるので密封しないといけないが、フィルタで浮遊粒子状物質を集める場合は、そのまま空気に曝しておくのが昔からのトラベルブランク試験の原則である。あえて密封と書かず、逆に開放系で置くとした方が良いのではないか。
- 鈴木委員 迷い込んで入って来る粒子状物質が気になるので、密封しておく方が良いように 思う。
- 田邊座長 (トラベルブランクフィルタは)フィルタホルダにセットして(試料採取用フィルタの) 隣に置いておくのが一般的である。シャーレに入れて蓋をするのでもよいが、密封 してしまうと空気も何もかも遮断されるため、(試料採取以外は全く同じようにすると

いう意味での)ブランク試験と言えなくなるのではないか。

- 鈴木委員 例えば普通のビニール袋は、膜が気体を完全に遮断するわけではないので空気の出入りがある。それで充分なのかは分からないが、いずれにせよ、やり方を明示しないと、逆に(還元性)粒子(等)を取り込んで(試料採取用フィルタと異なる酸化還元反応が起こって)しまう不安がある。田邊座長のおっしゃる方針の場合、フィルタホルダにセットして全体を(ビニール袋等で)封じる等のかたちであれば、良いのではないか。
- 田邊座長 フィルタ捕集の場合は、錆が落ちるなどの事故は防ぐ方が良いが、たまたま(フィルタに)付着する粒子も込みでトラベルブランク試験である。ハイボリウムエアサンプラでの試料採取の場合は、カセットにフィルタをセットしてシェルターの中に置いておくのがトラベルブランク試験になっている。事故を防ぐ程度のフタは必要だが、過激な言い方をすれば、フィルタホルダにセットしてポンプだけ繋がずに置いておくというのがトラベルブランク試験の原則である。密封すると言ってしまうと、他の様々な要因を反映しないブランク試験となってしまうことが心配だ。
- 鈴木委員 トラベルブランク試験の定義については、様々な議論があるのかもしれないが、トラベル=運搬中のブランクなので、運搬中の汚染に着目し、測定時については別ではないか。他の委員の意見も聞きたい。
- 田邊座長 トラベルブランクという名称で統一しているが、(今回やろうとしているのは)実質的 にはフィールドブランクである。
- 環境省 トラベルブランク試験の定義については、マニュアル第 1 部(測定方法の総論)第 2 章 4.4.に「トラベルブランク試験は、試料採取準備時から試料分析時までの汚染の有無を確認するためのものであり、採取操作以外は試料と全く同様に扱い持ち運んだものを分析し、トラベルブランク値とする」と記載されている。環境省としては、運搬し、採取、準備をする段階までは同じ条件で扱い、採取中は密封し、採取が終われば再び同じ条件で扱う、と認識している。他の有害大気汚染物質でも同様の扱いをしている。
- 賢持委員 個人的には田邊座長の意見に納得しているが、根本的な変更でもあり、来年度以 降に検討試験をしていただき、その結果を見てから判断したほうが良い。
- 環境省 この場は六価クロムの測定方法の見直しに焦点を絞っているが、トラベルブランク 試験の考え方については、マニュアル全体にまたがる議論となる。田邊座長のご 指摘はごもっともだが、マニュアル全体の見直しの際に課題として取り組むこととし、 今回の改訂では、これまで通り採取中は密封として進めたい。
- 田邊座長 本マニュアルでのトラベルブランク試験の定義については、きちんと定義されているように見えるが、「試料採取以外は同様」のところが、フィルタ捕集だと(個人的には)ポンプで引く/引かないの話だと思うがグレーゾーンになっている。近いうちにきちんと議論して、結論を出していただきたい。
- 田邊座長 資料 2-2 P11 に出てくるトラベルブランク試験を共用して良いという話のところに、 温度と光しか書いていないが、他の箇所と同様に湿度も記載いただきたい。
- 西村委員 資料 2-2 P10 試料採取のところで、(ホルダの向きが)月毎にあっち向きこっち向き とならないように、設置方法を一連のモニタリングで同じにしておくべきと考えるが、

その辺りを脚注として記載していただきたい。

賢持委員 資料 2-2 P12 で、抽出時は氷冷と書かれているが、対応する注 19 では 20℃くらい で問題ないと書かれている。混乱するのでは。

事務局 注19では、水温の上昇に注意することが記載されていればよいので、前半を削除するのはどうか。

環境省 確かに混乱するので、注 19 の 20℃のところは削除する。

田邊座長 質問だが、資料 2-2 P19 に検量線について書かれているが、実際はどのように検 量線を引いているか。検出下限値付近の測定だと、通常は y 切片を固定した回帰 直線を用いるのだが。

事務局の実際の例では、ゼロ点と最低濃度(大気濃度換算 0.08 ng/m³)、及び最低濃度の 2 倍、5 倍、・・・といったポイントで設定している。現行マニュアルでは、検量線の最高濃度も決まっているような書き方であった。また、最低濃度の 1/2(大気濃度換算 0.04 ng/m³)のポイントも、検量線には入れていないが確認測定を行っている。

田邊座長 0.04 ng/m³を測っていて値がずれていなければ問題ないという考え方だと思うが、 どういう回帰式を使っているのかを聞きたい。

事務局 検量線が直線か、二次かという意味か。

田邊座長 検量線は直線で測定していると思う。単純な回帰直線を引くと切片が出ることがあるが、そういう場合に y 切片を固定した検量線としているかどうかが知りたい。

環境省 昨年度のヒアリングで、一部の事業者に対して実際の検量線を見せていただいた が、強制的に原点を通しているような検量線はなかったと記憶している。

事務局 昨年度収集した 6 事業者分のデータでは、強制的に原点を通した検量線は確認 していない。

田邊座長 先ほどのトラベルブランクの話題と同様、(マニュアルの見直しのたびに)何度かこのような話題が出ているが、検量線を単純に最小二乗法で計算すると、高濃度の測定ポイントの誤差がゼロ点近くのポイントに波及し、本来ゼロを通るはずの検量線に変な y 切片ができる。検出下限値付近の濃度で定量をする際、そのせいで2~3倍値がずれてしまうことがある。なので、ゼロ点を測定してシグナルがない場合は、原点強制通過の検量線とした方が正確に定量できる。逆にゼロ点を通らないとわかっている場合は、測定したゼロ点(y 切片)を強制通過する検量線とした方が、低濃度の測定値が正確に得られる。

六価クロムのように、非常に低濃度のところを測る場合は、このようなゼロ点強制通 過の検量線にしないと、誤差が出るので注意しないといけない。

鈴木委員 ゼロ点については、ブランク値(y 切片)が多少なりとも検出されるので、それを意図した記載になっていると思った。原点を必ず通す検量線とする、と受け取られると困る。先ほどの田邊座長の考えと一致しているかはわからないが、ゼロ点の意味をもう少し明確にしたほうが良い。単純に原点を通ると読み取れる記述ではない方が良い。

田邊座長 私もそのつもりで発言した。ゼロ点の測定値を通る検量線とする。検量線のゼロ点でシグナルがなければ原点を通るし、何らかのシグナルが得られるときは y 切片の

ある検量線となる。

- 鈴木委員 様々な人が読むマニュアルなので、機械的に原点を通ると誤解のないような記述 にしてほしい。
- 環境省 人それぞれの解釈が出てきそうな部分なので、誤解がないように文言を追加する。
- 杉本委員 具体的な確認だが、測定装置で「原点強制通過」「ブランク値強制通過」「(ゼロ点を特別扱いしない通常の)最小二乗法」の選択肢がある場合に、「ブランク値強制 通過」を選ぶ、ということか。
- 田邊座長 そのつもりで発言した。何も考えずに「最小二乗法」を選ばないでほしい。

記載がない。ここに注 21 へのリンクを貼ってはどうか。

資料 2-1、資料 2-2(後半) 説明(事務局+環境省)

- 西村委員 事務局からの説明でも触れられていたが、資料 2-2 の注 21 について、残しておくべきと考える。先ほど(前半の議論で)根津委員からもあったが、トラベルブランク値を精度管理の判断材料にするのであれば、残しておくべきだ。 資料 2-2 P19 を見ると、操作ブランク試験液の測定のところには、測定して何を確認すべきかが記載されているが、トラベルブランク試験液の測定のところにはその
- 事務局 注 21 については、我々も直前まで判断に迷っていた。文章が長く読みづらいため、端的に図で表した第 1 部に誘導するのが良いのではないか、というのが現状(配布した資料2-2)である。だがこの部分を無くすと、強調すべき部分が弱くなるということも感じており、現行の読みづらい文章を、簡潔に書く方向で整理している。この部分は、測定値の評価の中でも重要な欠測の判断を伴うので、削除せず残す方向で考えている。
- 田邊座長 欠測の判断の部分は重要という話と、マニュアルの中での本文と脚注の役割分担 も関係してくるので、それらを含めて検討いただきたい。
- 賢持委員 第6節を新たに設け、そこに検討結果を載せるというのは、ありがたい。表やグラフにまとめるときは、必ずそれぞれの実験で母集団の条件が異なることが分かるようにしてほしい。データが独り歩きしないよう、その背景が分かるようにしていただきたい。
- 根津委員 (一連の測定の)誤差要因を over estimate と under estimate に分けている。これまでの検討の中で何が over で何が under なのかはかなり紐づけされたが、全く不確定な誤差要因を指す用語は必要にならないか。あるいは、誤差要因としては under / over しかないから全て整理できる、という解釈で良いのか。
- 事務局 今年度の環農水研の検討結果(第1回検討会資料3)で、(似たような気象条件でも) over になるときと under になるときがあるという事例があったので、厳密に分けてしまうのはどうかとも思ったが、over か under かということよりも、温度・湿度・紫外線に注意することが重要と考えおり、用語については細かく精査していない。
- 根津委員 これまでは artifact という語で逃げてきた。六価クロムの場合 (over と under の) 両方 あることはよくわかったし、比較的紐づけもされている。ただ、全く分からないものに ついて、何か言及したほうが安全かもしれない。

環境省 過去の検討結果も精査し、例示としてこういう場合に六価クロムの測定値が上昇したといったことが、なるべく(マニュアルに)書けるよう検討する。

根津委員 六価クロムの場合、何がどういう影響をしているかが非常に難しい。これまでにか なりの部分が分かってきたと思うが、今後想定していなかったものが出てきたときの ために、artifact のような言葉を残しておくと良いのではないか。

田邊座長 誤差の書き方を整理するというのは賛成だ。六価クロムのフィルタ作成等では、根津委員の言うように、artifact すなわち生成したり反応で失われたりが絡んでいるので、今回整理したのだと思う。マニュアルに全て書くのは難しいが、不確かさにも色々あるので、artifact だけにとらわれず、ばらつき(昔から言われている誤差)や何かの影響でのデータのずれ(系統誤差)なども意識して整理していただきたい。「過大評価」「過小評価」の案は、根津委員の言う artifact に近いが、それ以外にも検量線の持つ不確かさなど色々あるので、それらを意識すると整理しやすいかと思う。

杉本委員 資料 2-2 で注 30 のグラフタイトルに「正の誤差」が残っているが、良いのか。 事務局 修正する。

田邊座長 第6節をまとめるときに、(賢持委員より)データの出し方を注意しなくてはいけないという意見もあり、作業を進めていく中で何をどこまで書くかが再び問題になるかもしれない。一度作ってからになると思うが、マニュアルの第6節になるのかマニュアル本体とは切り離した分冊等にするのか、という話も出るように思うが。

環境省 マニュアル(第5部第4章)だけを見ればすべてが分かるというものを目指したいので、データ等もマニュアルの中で第6節としてまとめたい。 例えば他の有害大気汚染物質では、クロマトグラムの例示については同じマニュアルの中で示している。分冊化するのではなく第6節の中に様々なデータをまとめて示したい。

西村委員 第 6 節作成に関連して、実際に測定をする人はマニュアルを読めば(六価クロム 測定が)artifact があり欠測も起こりうる(難しい測定だという)ことが理解できると思う が、委託する側(自治体等)でも分かるよう、第 6 節には事例や写真など入れて分 かりやすくして欲しい。

環境省 環農水研より写真を提供いただくことは可能か。

西村委員 可能である。

田邊座長 今日の議論はここで終了する。先ほど環境省からあったように、まとめた段階で委員の皆さんに再度点検等をお願いする。

今回が最後の検討会となるが、ようやく改良された測定法がまとまった。これを用いて得られたデータをもとに、光や温度、湿度との関係も今後さらに検討されると思う。先ほど(根津委員のご意見に)あったように、過大評価/過小評価以外の未知の影響があるかもしれないなど、まだ検討の余地が残された測定法だと思う。フィルタの取り扱いによって浮遊粒子中のクロムが過大評価/過小評価されることもある程度予測されているが、良い測定法が出来たことでそれらの基礎的な検討も可

能になったと思うので、環境省と一緒に引き続き改良していく必要がある。

事務局 本日の検討会終了後、最終的なマニュアル改訂案を作成するが、詳細な表現等 についてはこれまでの検討・議論の内容をもとに環境省と事務局とで推敲する。座 長である田邊委員にご判断を仰ぐケースも出てくるかもしれないので、ご了承いた だきたい。

● 環境省挨拶

● 事務連絡

議事録の確認のお願い、謝金の支払い方法について(事務局) 追加のご意見については 2/28 までに事務局へ

● 閉会

【検討会委員からの追加意見およびコメント 2023.02.28 現在】

賢持委員

いずれも資料 2-2 の改正案の欄に対する、追加意見・感想です。

記述場所	p.11 改正案欄の上から 4 行目
現在の記述	具体的には、 試料採取準備中(試料採取用フィルタの開封時点から試料採取を開始するまでの間) は開封しておき、再び密封して試料採取中は試料採取用フィルタの側に置いておく。 試料採取終了時に再び開封し、試料採取用フィルタの密封と同時にトラベルブランク 試験用フィルタも密封し、試料採取用フィルタと同様に遮光状態で運搬し冷凍保管する。
感想意見	「何を」開封/密封/開封するのかを追記し、文章整理をされた方が良いと考えます。

記述場所	p.11 の中段
現在の記述	六価クロムのトラベルブランクは、・・・・・・過小評価・過大評価を補正する目的で行う。
感想意見	「補正」の詳細が「5節の式(3)」に記載されている事を、注記した方が、わかりやすいと思います。

記述場所	p.12 の下から 1 行目
現在の記述	操作ブランク <u>用</u> 試験液及びトラベルブランク <u>用</u> 試験液
感想意見	操作ブランク試験液及びトラベルブランク試験液

記述場所	p.27 の下から 7 行目
現在の記述	トラベルブランク <u>用</u> 試験液について
感想意見	トラベルブランク試験液について

記述場所	p.40 下から1行目
現在の記述	「実験では・・・」
感想意見	「実験」だけでは、何の実験か不明です。説明を加えた方が良いと考えます。 (新たに加えられる、第6節の事だと理解しています)

記述場所	p.41 上から3行目
現在の記述	「その中に]
感想意見	何の中か、具体的に記述した方が良いと考えます

現在の記述 記述場所	「有効である」 p.9 下から 10 行目, p.38 上から 8, p.45 中段, p.47 下から 8 行目「・・するとよい」p.47 下から 8 行目, p.47 下から 5 行目
感想意見	「しなければならない事項」なのか「する事が望ましい事項」なのか「参考情報」か、 判別できる、統一された記述が望ましいと考えます。

今村委員

- 1. 資料1の表1、2及び図1について
- ○「表1 アルカリ含浸フィルタの乾燥方法と操作ブランク値の関係(令和3年度 ヒアリング結果より)」の標準偏差と「図1 アルカリ含浸フィルタの乾燥方法と操作ブランク値との関係」のエラーバーの整合性が取れていないのでは?

清浄空気の標準偏差 0.007 $\rightarrow \pm 0.0035$ 窒素 0.021 $\rightarrow \pm 0.0105$ 真空 0.008 $\rightarrow \pm 0.004$ デシケータ 0.013 $\rightarrow \pm 0.0065$ その他 0.0002 $\rightarrow \pm 0.0001$

(この場合、ND は 0 ということですね?)

- ND は定量下限値以下で不確定値です。統計計算には入れない方がいいと思います。従って、表 2 の有意差検定には ND の測定値(0)は除いて処理すべきです(平均値、標準偏差も同様) (統計処理は、田邊先生が専門なので確認ください)
- 2. 資料 2-2 マニュアル改訂案について
- 詳細は、添付 PDF に記載修正していますので参照願います。
- (1) 試料採取の準備、a) アルカリ含浸フィルタの作成の項について ①~③はこれまでの検証試験結果に基づいて、フィルタの洗浄、含浸方法を記載するようお願いします。フィルタブランクの低減化について詳細に検討されていますので、その手順を記載してはどうでしょうか?

西村委員

資料 2-2 マニュアル改訂案への意見(次頁に続く)

該当箇所		意見
p.4 第2節 1 (3)	JIS 規格特級より純度が高く、全クロムのブランク値が極力少ない高純度試薬とする。	「JIS 規格特級より純度が高い」が明確でない。例えば、硝酸の JIS 規格の微量金属測定用は特級と純度は同じで、クロム濃度に規定がある。(特級は規定なし) ⇒「全クロムのブランク値が極力少ない高純度のもの。」としてはどうか。
p.40 注 h	試料採取中は、直射日光や降雨の影響を受けず、外気温と温度差が生じないよう通気が充分確保された状態とし、試料採取用フィルタとトラベルブランク試験用フィルタを同じ環境になるよう設置する。	試料採取の要件と考える。本文(p.10 試料採取)に移動させてはどうか。
p.5 第2節 2 (1)	試料採取時、フィルタホルダ周囲は直射日光や降 雨の影響を受けないよう、アルミホイルや樹脂製の フードやカバーで覆うこと。	茶褐色ボトルでは温度の抑制が不十分であった。 ⇒「アルミホイルや樹脂製の」を削除してはどうか。 (p.6 図1の※と同じ文章にする。)
p.6 第2節 2 (3)	容量 10 mL 程度の樹脂製の試験管等。必要以上 に大きすぎないこと。	容量 10 mL 程度と規定しており、要件として「必要以上に大きすぎないこと。」 は必要か。(また、吸着や溶出がなければ大きくても問題ないと考える。) ⇒「必要以上に大きすぎないこと。」を削除してはどうか。
p.7 第2節 2 (6)	内容量 1 - 数 mL 程度の専用のもの。	何の専用か明確でない。(オートサンプラー専用、メーカー専用、六価クロム分析専用) ⇒「専用の」を削除してはどうか。
p.8 第2節 3	過大評価、過小評価の程度の検討例を第5節の2 に示す	第5節の2→第 6 節
p.8 第2節 3(1)a)	なお、フィルタ中に含まれる原料由来のクロム化合物が一連の操作で除去しきれず	【質問】原料由来と確認されていますか。(過去に石英フィルタは、フィルタ製造工程で用いる金属製鋳型(クロム等)によるものと聞いたことがあります。)
p.10 第2節 3(2)	試料採取後のアルカリ含浸フィルタは、クロムの形態変化を抑えるため、大気粉じん捕集面を上方に向けて、フィルタホルダごとアルミホイル等で包み、容器又は袋に入れて密封し、さらにアルミ蒸着袋等で遮光し、確実に冷蔵又は冷凍して運搬する。	「クロムの形態変化を抑えるため」の操作は遮光と保冷でないか。 ⇒「クロムの形態変化を抑えるため、アルミ蒸着袋等で遮光して確実に冷蔵又は冷凍して運搬する。」としてはどうか。
p.11 第2節 3(2)	具体的には、試料採取準備中(試料採取用フィル	「側に置いておく」を具体的に記載してはどうか。

	タの開封時点から試料採取を開始するまでの間) は開封しておき、再び密封して試料採取中は試 料採取用フィルタの側に置いておく	⇒例えば、「試料採取中は試料採取用フィルタと同じ温度と日射の履歴となるように側に置いておく。」としてはどうか。
p.16 第 3 節 3(2)c)	分離カラム、保護カラム	保護カラムの装着は必須でないと考える。(PM2.5 のイオン分析は分離カラムのみの記載です。) ⇒「保護カラム」と「保護カラムは分離カラムの前に取り付ける。」を削除してどうか。
p.16 第 3 節 3(2)d)	分離カラムを使用した時に良好な分離が得られるもの。	「cの分離カラムを使用した時に良好な分離が得られるもの。」としてはどうか。
p.18 第 3 節 3(1)	分析条件は、標準溶液だけではなく第2節の3の (3)で調製した試験液、又は試験液に標準溶液を 添加した溶液を測定して、確認し選定すること。	何を確認して分析条件を選定するのかが明確でない。 ⇒「クロマトグラムのピーク強度と形状を確認し選定すること。」としてはどうか。
p.23 第 4 節 1(3)	硫酸アンモニウム、アンモニア水、炭酸ナトリウム、 炭酸水素ナトリウム等。(注 2) 第3節の1の(3)に準ずる。	(1),(2)同様に第3節に準ずるのみの記載でよいのではないか。 ⇒「硫酸アンモニウム、アンモニア水、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム等。 (注2)」を削除してはどうか。
p.24 第 4 節 2(2)d)	溶離液	同上 ⇒a)~c)とあわせて、「第3節の 2 の(2) a)~d)に準じる。」としてはどうか。
p.26 第 4 節 3(1)	IC-PC 法におけるイオンクロマトグラフの分析条件の具体例を2例示すが、これを参考にして適宜設定する。	PM2.5のイオン分析(アニオン)ではKOH溶離液の使用事例が多い。KOH溶離液の分析条件も示してはどうか。 ・・・・分析条件の提供は可能です。
現行マニュアル (1-5-4)27	条件例2 注意事項	p.24 第 4 節 2(2)d)に注)として記載してはどうか。

添付資料 5

打ち合わせ議事メモ

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査業務 第1回打ち合わせ議事メモ

日時:令和4年7月8日 10時~11時

場所:オンライン(Webex Meeting)

参加者: 東様、奥野様、栗飯原様、成川様(環境省)

西村様、武田様(大阪府立環境農林水産総合研究所、以下環農水研)

林(主任技術者)、吉田(営業担当者)、嶋田(技術責任者)、市丸、髙菅尚美、豊田(書記)(島津テクノリサーチ、以下 STR)

(下線部はSTR の持ち帰り課題)

- 1. 検討会について
 - 検討委員については、環境省より前年度と同じ先生方に内諾をいただいている。ご高齢の先生もいらっしゃるが、今年度決着をつけるということで快諾いただいた。STR にて委嘱手続きを進めていただきたい。連絡先については、今村先生の所属が改組(大阪府立大学→大阪公立大学)した以外は変更なし。(環境省)
 - 今年度の検討会は、原則 WEB 開催とし、検討を進めていく中でどうしても対面の方が良いとなった場合は、改めて会場開催を検討する。
 - 夏季実地測定の日程から逆算して、試料採取前に第 1 回検討会を開催するのは難しいので、委嘱手続き終了後、夏季実地測定の計画のみ事務局から委員の先生方に報告し、メール等でご意見を伺った上で実地測定に進むこととし、第 1 回検討会は実地測定と同時並行で実施する。(環境省)
 - 検討会の開催時期と議事(案)をまとめたものを、早急に作成し三者で共有すること。

2. 夏季実地測定の計画について

- 測定地点は、泉大津市役所と、川崎市池上測定局とする。8 月下旬~9 月上旬を想定。
- 前年度の最後にまとめた課題一覧表のどの項目に対応した測定をするのかを、計画段階で明示すること。(環境省)
- 泉大津市役所での実地測定においては、環農水研とSTRとで同時測定する方向。トラベルブランク等の条件を変えた追加データ取得や同時測定における条件のすり合わせなど、二者で充分に打ち合わせを行うこと。
 - 具体的には、STRにて実地測定計画のたたき台を作成し、次回打ち合わせにてすり合わせる。
- 川崎市池上測定局においては、自治体の実施する定期測定との兼ね合いがあるので、 自治体と STR の同時測定とするのかどうか、同時測定の場合方法を合わせるのか合わ せないのか、等を検討の上、環境省から川崎市に打診する。(環境省)

3. マニュアル改訂及びその他の業務について

- 今年度業務はマニュアル改訂案をFIX するところまでやる必要があるので、
 - 第1回検討会:前年度の議論を反映したマニュアル改訂案(「ここは今年度検討するため 内容未定」という箇所あり)を示す。
 - 第2回検討会:実地測定等による検討データを示し、第1回で内容未定とした箇所について内容の方向性を示す。
 - 第3回検討会:最終案を示し、ご承認いただく。
 - という流れで進めていきたい。(環境省)
- ヒアリングについては、前年度何度かに分けて質問した内容を、1 回のやり取りで全部間けるようにする。第 2 回検討会で簡単にまとめ、改訂案につなげていただきたい(環境省)。具体的な質問様式を早急に作成する。
- ヒアリングで、実測定とトラベルブランクのそれぞれの設置状況を写真で収集すると良い

のではないか。(環農水研)

- 4. 次回打ち合わせについて
 - 7/14(木)13 時~

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査業務 第2回打ち合わせ議事メモ

日時:令和4年7月14日 13時~14時半

場所:オンライン(Webex Meeting)

参加者: 東様、奥野様、栗飯原様、成川様(環境省)

西村様、武田様(大阪府立環境農林水産総合研究所、以下環農水研)

林(主任技術者)、吉田(営業担当者)、嶋田(技術責任者)、市丸、髙菅尚美、豊田(書記)(島津テクノリサーチ、以下 STR)

1. 検討会について

- 委員の委嘱手続きについては、必要な書類を作成し、今週中に発送予定。(STR)
- 3回分+ αの議事次第(案)を共有。
 - →マニュアル改訂案については、第1回で未定部分を含めた案を示し、第2回で未定部分の方針を示し、第3回で最終案を示すことになると思うが、議事次第(案)の中で分かるような表現としていただきたい。(環境省)
 - →環農水研の業務については4月より着手しており、第1回で業務計画だけでなく速報値までお示しできる予定である。第2回でまとめを示してご意見をいただき、その補足を第3回で行う、という流れになる。(環農水研)
 - →上記内容を修正したものを共有する。(STR)

2. 実地測定計画について

- 昨年度業務で作成した課題表と今年度業務の位置づけを三者で確認。
- STR の実地測定計画を説明。
 - →追加的業務 1 として計画している、完全遮光下での温度を変えて(下げて)のトラベルブランク測定は、科学的検証としては重要だが、マニュアル改訂を早急に進めるという見地からは重要度が低い気がする。(環境省)
 - →環農水研の計画と重複している部分があるので、お互いの仕様・計画を持ち寄って、 別途すり合わせを行う。ただし、環農水研はすでに検討を進めているので、STR の計画 を変更する方向となる。(環農水研)
- 環農水研の今年度業務計画を説明。ラボでの種々の検討の後、大阪市環境科学研究センター/奈良県景観・環境保全センター/STR/環農水研の4機関での並行測定(8月、9月、11月の計3回)、別途環境省委託業者との並行測定も予定している。
 - →STR の今年度業務では、実地測定は 2 回分と見積もっている。もう一地点の実地測定を取り下げて、環農水研との並行測定に 2 回参加することは可能。(STR)
 - →いずれにせよ、環農水研・STR 双方の業務計画と付随する書類を持ち寄って、再度実地測定の計画を練り直す必要がある。

3. 次回打ち合わせについて

▼ 7/22(金)13 時~ この打ち合わせをもって、実地測定計画を FIX する必要あり。

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査業務 第3回打ち合わせ議事メモ

日時:令和4年7月22日 13時~14時半

場所:オンライン(Webex Meeting)

参加者:東様、奥野様、成川様(環境省)

西村様(大阪府立環境農林水産総合研究所、以下環農水研)

林(主任技術者)、吉田(営業担当者)、嶋田(技術責任者)、市丸、髙菅尚美、豊田(書記)(島津テクノリサーチ、以下 STR)

- 1. STR の実地測定/環農水研の並行測定について
 - STR は、泉大津市役所での環農水研主催の並行測定(8 月、9 月)に参加。川崎市での 試料採取は実施しない。
 - 各回とも、環農水研指定の方法と、昨年度 STR が実施した方法とで、各 n=2 の同時測定を行い、その結果を比較・考察する。環農水研指定の方法での測定結果については、別途環農水研で4機関分をまとめて比較・考察する。
 - 試料採取日については、環農水研にて4機関の予定を調整し、後日決定する。
 - 環農水研の並行測定は3回を予定しているが、3回目(11月)はどうするか? →静環センターと調整がつくようなら、静環センターに参加してもらう。別途、環農水研・ 静環センター・環境省でのすり合わせが必要。

2. STR の追加的業務について

- 提案書に示した追加的業務(トラベルブランクの温度管理、調製フィルタの保存安定性) について、大部分が環農水研の今年度業務及び昨年発表された報文の範囲と重複するため、見直し案を提示し、三者で協議。
- ▶ラベルブランクの温度管理については、昨年度業務でヒアリングした機関のトラベルブランク管理が3パターンに分かれるため、その3パターンでの比較を、泉大津市役所での実地測定と併行して実施する。
- 調製フィルタの保存安定性については、環農水研(3か月)と仙台市(1か月)の報文が既にあることを踏まえ、STRにて1か月の追実験を行い、マニュアルに反映させる。
 →マニュアルの注7に「アルカリ含浸フィルタの作成は、試料採取時期に合わせて行うと良い」とあるが、これを本文に持ってきて、注では「作成後1か月は安定であった」等の記載としてはどうか。

3. 今後の進め方について

- 本日の打ち合わせで STR の今年度の業務計画が FIX できたので、スケジュール表及び 課題表に(実地測定だけでなく全体を)落とし込み、7/29(金)までに環境省と共有すること。
- 上記の後、委員の先生方に「この計画で実地測定を進めます」と案内する(環境省からになるのか、STRからになるのかは、環境省で検討中)。

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査業務 第4回打ち合わせ議事メモ

日時:令和4年10月11日 14時~16時半

場所:オンライン(Webex Meeting)

参加者: 東様、奥野様、栗飯原様、成川様(環境省)

西村様、武田様(大阪府立環境農林水産総合研究所、以下環農水研) 林(主任技術者)、吉田(営業担当者)、嶋田(技術責任者)、市丸、髙菅尚美、稲葉、豊田 (書記)(島津テクノリサーチ、以下 STR)

- 1. 第1回検討会の議事次第及び配布資料について
 - 各資料の内容確認を行った(詳細略、各資料に反映させること)。
 - 議事 3(STR 実地測定結果)と議事 4(環農水研中間報告)の順番を入れ替える。
 - 議事3と議事4とで似た実験を行い異なる結果が得られているので、環農水研とSTRとで別途すり合わせを行い、内容に齟齬がないようにすること。(環境省)
 - STR資料の最後に記載している検討会で議論したい内容については、議事5として別途 議論の時間を設けてはどうか。
 - 修正した資料は10/13AM中にメールで環境省に送ること。

2. その他

- 第1回検討会の座長レクは10/18(火)16時~。田邊先生了解済。
- 国環研の山川先生を検討委員に追加する手続きについては、委嘱に対する承諾書の原本到着待ち。第1回検討会に出席する旨も確認した。(STR)
 - →山川先生が事前レクを必要とされる場合、10/19 に行うので、協力をお願いしたい。 (環境省)

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査業務 第5回打ち合わせ議事メモ

日時:令和4年11月8日 15時~17時

場所:オンライン(Webex Meeting)

参加者: 東様、奥野様、栗飯原様、成川様(環境省)

西村様、武田様(大阪府立環境農林水産総合研究所、以下環農水研) 林(主任技術者)、吉田(営業担当者)、嶋田(技術責任者)、市丸、髙菅尚美、稲葉、豊田 (書記)(島津テクノリサーチ、以下 STR)

- 1. 第1回検討会及びその後にいただいたご意見とその対応について
 - ◆ 各意見に対する対応について、三者で協議を行った。
 - 第2回検討会の議事としてSTRより報告するが、第1回検討会の中で解決した意見については掲載しない。また、意見を出した各委員の名前は残し、対応について回答した人の名前は消す。
 - 意見をもとに、追加で調査する内容は、以下の3点。
 - ✓ 令和3年度自治体測定結果を用いて、測定値・トラベルブランク値と湿度との相関の有無を調べる(STR)
 - ✓ アルカリ含浸後のフィルタの乾燥方法に関して、真空デシケータでも検討実験を行う(環農水研)
 - ✓ 11 月の並行測定において、百葉箱内に設置するトラベルブランクを、アルミジップ 袋から透明ジップ袋に変更するとどうなるかを調べる(環農水研)

2. マニュアル改訂案について

- 課題表に第 1 回検討会での報告・議論した内容を追記したもの、及びそこからマニュアル改訂点を抜き出したものを、三者で共有した。
- 上記改訂点を現行マニュアルに反映させた改訂案(Word ファイルの変更履歴機能を使って作成)を、今週中にSTRより環境省に提示する予定。
- 記載内容を注として示すのか本文に記載するのかは、行政判断の側面もあるため、上記の一覧表及びマニュアル改訂案の内容を精査し、検討会での提示方法について検討する。(環境省)

3. その他

- 令和3年度測定データおよびヒアリングシートの回収状況について、STRより中間報告。 環農水研への依頼(データおよびヒアリングシート)と、環境省の委託業者へのヒアリング シートの依頼がまだであることが判明したため、環境省に対応いただく。
- 第2回及び第3回検討会の日程調整の状況について、STRより中間報告。 第2回検討会は12月開催を軸に調整中だが、環境省として1月開催とする意向がある ため、さらに1月も含めた各委員の予定確認を行う。
- 次回打ち合わせは、ヒアリング結果(11/11 提出期限)の取りまとめが終わった時点で実施予定。

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査業務 第6回打ち合わせ議事メモ

日時:令和4年12月27日 10時~12時

場所:オンライン(Webex Meeting)

参加者: 東様、奥野様、栗飯原様、成川様(環境省)

西村様、武田様(大阪府立環境農林水産総合研究所、以下環農水研) 林(主任技術者)、吉田(営業担当者)、嶋田(技術責任者)、市丸、髙菅尚美、豊田(書記)(島津テクノリサーチ、以下 STR)

- 1. 第2回検討会に向けてのスケジュール確認
 - 第2回検討会は1/17(火)10時~、座長レクは1/13(金)10時半~。いずれも開催案内とWebex URL は配信済。今回の座長レクには環農水研にも参加いただく。
 - 検討会資料については、1/11(水)頃に検討会委員に配布し、座長レクを踏まえて修正 する場合は、当日までに修正版を配布することとする。 資料 2(環農水研作成分)については、1/10(火)に最終確定版を三者で共有予定。
 - 年明けに検討会開催案内をリマインドする(STR)。

2. 検討会資料について

- 議事次第、資料 1、資料 2、資料 3 について、三者で内容確認を行った。資料 2 の末尾のまとめについては、資料 4 にも反映させること(環境省→STR)。
- 資料 4 については、Word 版対照表(資料 4-1)と Excel 表(打ち合わせでは資料 4-2 としましたが、参考資料3とする?)の両方を配布することとする。対照表(12/26素案)について、環境省内で各改訂点を本文中に示すのか注として追加するのかを含めて精査いただき、その内容をエクセル表にも反映させる。
- 資料 3 と資料 4 については、環境省と STR の二者で再度打ち合わせを行う。1/6(金) 夕 方の予定。

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査業務 第7回打ち合わせ議事メモ

日時:令和5年1月6日 15時30分~17時

場所:オンライン(Webex Meeting)

参加者:東様、奥野様、成川様(環境省)

林(主任技術者)、嶋田(技術責任者)、市丸、豊田(書記)(島津テクノリサーチ、以下 STR)

1. 第2回検討会資料の確認

- 議事次第、資料1、資料3について、内容の確認を行った。
- 資料4については、1/4に栗飯原様よりメールで送付いただいたものと、作成中の参考資料3での相違点について、確認いただいた。
- 前回打ち合わせで環農水研・西村様より依頼のあった、第1回検討会の資料を配布する 件については、参考資料5とし、環農水研にて準備いただくよう、環境省より連絡する。
- 資料3に収載する泉大津市役所の令和3年度六価クロム関連項目のデータ提供について依頼(STR→環境省)。

2. 第2回検討会に向けての今後のスケジュールなど

- 議事進行要領は STR にて作成中。各議事の時間配分について確認。
- 1/10 夕方までにすべての検討会資料を一度環境省に送付し、環境省内で最終確認後、 STR にて 1/13 までに委員の先生方に配布予定。
- この打ち合わせ終了後に、委員の先生方にリマインドメールを送る(STR)。
- 現時点では森田先生以外は全員出席予定。 森田先生については、資料を送り事前に意見をお聞きすること(環境省→STR)。

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査業務 第8回打ち合わせ議事メモ

日時:令和5年1月24日 13時~14時30分

場所:オンライン(Webex Meeting)

参加者: 東様、奥野様、栗飯原様、成川様(環境省)

西村様、武田様(大阪府立環境農林水産総合研究所、以下環農水研) 林(主任技術者)、嶋田(技術責任者)、市丸、豊田(書記)(島津テクノリサーチ、以下 STR)

- 1. 第2回検討会の振り返り
 - 議事概要は 1/19 に STR→環境省に送付済
 - 議事録については、追加の意見が本日までなので、確認次第、本日 1/24 に送付予定。
- 2. 第3回検討会の議事について
 - 議事次第は 1/19 に STR→環境省に送付済。
 - 議事1 第2回の検討会で出たご意見とその対応について、素案(STR 作成)を確認。引き続き3者でメール等による打ち合わせを行い、対応を結論付ける。 実際の検討会では、あくまで宿題として持ち帰った意見のみ収載していることを強調すること(環境省→STR)。
 - 議事 2 マニュアル改訂案について、資料 2-1 と資料 2-2 の素案(環境省作成)を確認。 これまでの議論で決まった事項の記載漏れはないか、ヒアリング結果等と比較し実現性 が乏しい内容はないか、現行の有害大気汚染物質等測定方法マニュアルの第 1 部(総 論)や第 5 部第 1 章(重金属類)と矛盾している箇所はないか等、STR で確認し、資料と して仕上げる。

3. 今後のスケジュール

- 資料 1、資料 2-1、資料 2-2 について、完成に向けてメール等を用いて 3 者で連携する。 第 3 回検討会は、環農水研は検討委員としての参加となるが、都合が許す限り検討会準 備にも携わっていただく。
- 次回打ち合わせは、1/7(火)13時~とする。
- 座長レクは 1/13 (PM) または 1/14 (~15 時まで)を候補日とし、田邊座長の予定を確認する(STR)。

令和4年度大気粉じん中六価クロム化合物測定方法調査業務 第10回打ち合わせ議事メモ

日時:令和5年3月1日 13時~14時30分

場所:オンライン(Webex Meeting)

参加者: 東様、奥野様、栗飯原様、成川様(環境省)

西村様、武田様(大阪府立環境農林水産総合研究所、以下環農水研) 林(主任技術者)、嶋田(技術責任者)、市丸、豊田(書記)(島津テクノリサーチ、以下 STR)

- 1. 第3回検討会の振り返り
 - 議事概要は 2/24 に STR→環境省に送付済
 - 議事録については、賢持委員、今村委員、西村委員(環農水研)の追加意見を加えたものを、本日3/1に送付予定。
- 2. マニュアル改訂案について
 - 現時点での進捗状況を共有し、STRで気になった箇所(3点)について協議。
 - 環農水研の追加意見について説明いただき、その一部について改訂案での記載内容を 協議。
 - 技術的留意事項は第 5 節までの本文と脚注で全て網羅し、脚注は第 5 節の後ろにまとめる。
 - 第6節については、令和3年度・令和4年度の検討結果のうち、マニュアルを利用する 人にとって有用な内容を、技術情報として収載する(海外マニュアルでのAPPENDEXの イメージ)。

写真やデータについては、環農水研とSTRとで自由にやり取りして良い(環境省)。

- 今後のスケジュールとしては、3/6 に STR→環境省に改訂案を提出、その週のうちに環境省→田邊座長の順に内容を確認いただき、STR にて修正の後、3/17FIX を予定。
- 3. STR 業務完了までのスケジュール
 - 昨年度利用した印刷会社に再び依頼する場合、内容を FIX して PDF を送った後、約一週間後に環境省に成果物を届けることが可能 (STR)。
 - 報告書はマニュアル改訂案を除いて 3/10 には一度環境省に送付し、内容確認・修正の 後、3/17FIX を予定。