

平成14年度環境測定分析統一精度管理ブロック会議資料

- 1．環境測定分析統一精度管理ブロック会議とは
- 2．平成14年度ブロック会議議事概要
- 3．環境測定分析統一精度管理調査について（講演資料）
- 4．環境測定分析における金属類測定について（講演資料）
- 5．平成14年度ブロック会議における主な質問と回答他（北海道・東北支部）
- 6．平成14年度ブロック会議における主な質問と回答他（関東・甲信・静支部）
- 7．平成14年度ブロック会議における主な質問と回答他（東海・近畿・北陸支部）
- 8．平成14年度ブロック会議における主な質問と回答他（中国・四国支部）
- 9．平成14年度ブロック会議における主な質問と回答他（九州・沖縄支部）

環境測定分析統一精度管理ブロック会議とは

環境測定分析統一精度管理ブロック会議（以下ブロック会議）は、主に地方公共団体試験研究機関（以下地方環境研究所）の環境測定分析業務の信頼性の確保と分析精度の向上を図ることを目的として、全国環境研協議会精度管理部会の主催により毎年2月頃に全国5支部（北海道・東北、関東・甲信・静、東海・近畿・北陸、中国・四国、九州・沖縄支部）に分かれて開催されている。全国環境研協議会は地方環境研究所66機関から構成され、相互の連携により知識及び技術の向上等を目的としており、ブロック会議には全国環境研協議会の中で環境測定分析に従事する多数の職員が参加している。

環境省では、ブロック会議において環境測定分析統一精度管理調査に関する説明、有識者による講演およびディスカッションの場におけるアドバイザーの派遣等の協力を行っている。

2. 平成14年度環境測定分析統一精度管理調査ブロック会議議事概要

議事項目	時間	主な説明者
1. 開催の挨拶	5 分	開催機関の長
2. 環境測定分析統一精度管理調査について ^{*1}	15分	環境省
3. 平成14年度調査結果(中間報告)について ^{*1}	15分	(財)日本環境衛生センター
4. 環境測定分析における留意点 ^{*2} 金属類測定過去のQ & A 他	30分	有識者
(休憩)	10分	
5. ディスカッション ^{*3}	90分	開催機関
6. 閉会の挨拶等	15分	開催機関

* 1 調査の概要、14年度調査結果概要について、それぞれ環境省、(財)日本環境衛生センターから行う。

* 2 環境測定分析に関わる有識者に、金属類測定分析に関する技術的な事項などについて講演を行う。

* 3 支部ごとに設定したテーマ(下記参照)を中心にディスカッションを行うとともに、出席する有識者、環境省、(財)日本環境衛生センターと情報交換を行う。

支部名	ディスカッションテーマ
北海道・東北	土壌重金属の分析について 環境ホルモン類の分析について 他
関東・甲信・静	分析機器の保守管理、標準作業書(SOP)などについて 重金属類の分析について 他
東海・近畿・北陸	水銀等の分析について 揮発性有機物質の分析について 他
中国・四国	環境ホルモン類の分析について 水銀等の分析について 他
九州・沖縄	重金属類の分析について 環境ホルモン類の分析について 他

3 . 環境測定分析統一精度管理調査について（講演資料）

講演ファイルを添付

4 , 環境測定分析における金属類測定について（講演資料）

講演ファイルを添付

5 . 平成 1 4 年度ブロック会議における主な質問と回答他（北海道・東北支部）

水質試料について

Q . ノニルフェノールの測定値が設定値より高い値となった。その原因としてスタンダードの作成に問題があったのではないかと思われたので、標準物質の配布をお願いしたい。

A . 標準物質について、購入か自作かアンケートしたところ自作のほうが平均的に定量値が高くなる傾向があった。確かにノニルフェノールは秤量しにくい物質であるので、標準物質の配布については今後検討したい。

Q . 今年度、指定された GC/MS 法ではなく LC/MS 法で参加したところ良好な結果が得られた。LC/MS 法が暫定マニュアルに採用される予定はないか。

A . フタル酸とアルキルフェノール類は、昨年度の結果と比較のため分析法を限定した。フタル酸は、昨年より良い結果であった。ノニルフェノールは、CV 値が、28.7%と昨年より悪くなった。CV 値が高くなった原因については、現在解析中であるが、ノニルフェノールの操作ブランクが高かった事が原因の 1 つと思われる。

LC/MS 法は、良い方法である事は承知しているが、機器自体が高価であることからまだ十分に普及していないので、今すぐ採用される事はない。しかし、将来的には、暫定マニュアルに組み入れられると思われる。

大気試料について

Q . アクリロニトリルの測定値が、設定値より低かったが、正しい濃度が添加されていないのではないか。

A . 間違いなく添加している。キャニスターの内壁に付着していると思われる。キャニスターに付着したアクリロニトリルは、水を入れて加熱すれば取れると思われる。

Q . 普段定量している濃度に比べて設定値が高かった。その理由は何か。

A . 3 ヶ月間安定で、窒素ベースでも安定な濃度という理由で設定した。来年度も実施する予定であるが、実態に合わせた濃度にしたい。

Q . 試料を加圧した状態で送付してほしい。

A . 来年度から検討する。

ダイオキシンについて

- Q . 設定値がかなり低いにもかかわらず、試料の量が少なかった理由は何か。
- A . 昨年の結果を踏まえ（室間精度が 8%と異常に良かった。）、また、使用残の処分の都合上、今年度は 2,3 回分くらいにした。来年度は、希望があれば試料を追加配布したい。
- Q . 認証値はあるのか。
- A . 認証値はないが、均一性はある。
- Q . 設定値が異常に低かった理由は何か。
- A . ばいじん試料としては、通常の値である。
- Q . 塩素数が増えるに従って、CV 値(%)が上昇している事についてはどう思うか。
- A . 細かく解析していない。

土壌試料について

- Q . 試料に添加する酸の適量はどの程度か。
- A . 泥の中の有機物の量によるが、物理的には試料が浸る程度で突沸しない量が良い。
今回のように有機物の量が多く、粒径が細かく分解が難しい試料の場合、スモールサイズで行ったほうが良い。例えば、試料 1g に対し、約 5mL の酸を添加し、100 mL に定容する。但し、スモールサイズで行う場合は、コンタミに注意が必要である。
- Q . 分解終了を見極める方法は。
- A . 硝酸と過塩素酸での分解の場合、褐色の色が残っていなければ終了。王水による分解の場合は、酸化力が弱いのでエンドポイントが分かりにくい。
- Q . 今回、過塩素酸を使用し、その強い酸化作用を痛感した。
- A . 過塩素酸は酸化作用が強く、優秀な分解液である。40 年以上使用しているが爆発した事は無い。もっと使用すべきであると思う。
- Q . Cd の設定値が低かった理由は何か。
- A . 通常の土壌の濃度である。天然物を試料としたので、この濃度になった。

6. 平成14年度ブロック会議における主な質問と回答他（関東・甲信・静支部）

(1) ディスカッション

ア 今回の環境測定分析統一精度管理調査について

(ア) 土壌試料

a 分析上発生した問題

カドミウムを溶媒抽出フレイム原子吸光法で測定したところ、目的よりも大きなバックグラウンドピークが現れ、バックグラウンド補正しても適切に測定できなかった。

溶媒抽出の後、水層に戻したとすれば、水層がいくらか入ってしまったのではないだろうか。適切に測定するには、以下のような方法があるので、試してみてもどうか。

- ・溶媒抽出の後、水層に戻さず、有機層も一緒に燃やしてしまう。
- ・完全に分離させるのであれば、ろ過してしまう。

ICPで分析したので、塩の溶媒抽出での除去はしないが、(ICPの)メーカーによると、鉄のピークがカドミウムに重なるとのことなので、6規定塩酸で除鉄操作を行ったうえで分析した。

注) は地方環境研究所、 は有識者、環境省等からの意見である。

水銀の分析で、ブランク値にばらつきがあった。この原因として、ろ過に用いたガラス繊維ろ紙からの水銀の溶出が考えられるが、どのようにしたら良いか。

ろ紙を予め1規定の温塩酸で洗浄すると良い。また、ガラス繊維ろ紙を用いる場合は、吸引ろ過よりも、他の分解物の吸引を防ぐ意味で、自然落下の方が良い。

b 今回の調査の意図及び調査に関する要望

通常 ICP-AGS の内標準元素として使用しているイットリウムが金属用分析試料に含まれていたり、測定対象元素の含有量が非常に少なかったりしたが、それはなぜか。

今回準備した土壌試料は、今回の検査対象3項目全ての含有量が多いわけではなく、むしろ通常汚染された項目だけが大きい一般的な土壌（関東ロームから採取）を用いた。今後も今回のようなカドミウム、水銀など低濃度分析の機会が多いと考える。また、標準元素については、通常の土壌分析では、他の適当な内標準元素を用いてはどうか。

前処理方法について、詳細でわかりやすい提示がほしかった。また、適切な前処理方法を見出すためには、提供された試料では量が少なく、検体量を増やしてほしい。

底質中金属類の前処理については、酸分解を行っており、有機物の量とは直接に関係しない方法となっている。測定方法については、分析機器の変化もあるが、通常分析している方法（調査マニュアル推奨方法）に照らして行ってほしい。また、試料の量は、多くても5g/回なので、今回送付した量では、10回程度測定できると考えている。

「あたりをつける」ために予備試験をするためと、分析に必要な量が測定対象元素ごとに異なるこ

と、再分析をするときに使う等、分析を終わってみると試料の量はギリギリだった。

* 検体量については、現在の量が妥当かどうかを検討していただくことを環境省にお願いした。

c 土壌分析に関連して - 重金属類の分析

(a) 代表性のある土壌試料の採取及び試料調整

信頼性ある分析を行うには、土壌試料の調製が課題の一つである。その意味で、今回提供の試料の調製は良かったと思う。今回の試料をどの位のメッシュでふるい分けたのか、また、粒径によっては入ってくる重金属が異なると思うが、それをどう考えているか教えてほしい。

今回の試料の調製は 100 メッシュで行った。しかし、通常は 2 mm のメッシュを基本にしている。それを更に分解するならば、細かくすりつぶしてから混ぜて取るというような方法もある。

(b) クロムの定量下限値について

クロムの定量下限値について、目標定量下限値はあっても、クリアーするためにはかなり厳しい状況があるが、他の機関ではどうか。

ICP-MS を使っているが、操作の問題等でかなり苦労している。

平成 9 年度に有害大気汚染物質のモニタリングを始めるにあたり、国が「EPA の 10^{-5} 」の「10 分の 1」を目標定量下限値として決めたという経緯がある。量が少なくてもリスクが高いものについては、分析機器の性能が良くても、分析にかなり苦労するのではないか。

この場合の定量下限値は「標準値」のような意味のようだが、分析に苦労している物質について、分析に ICP-MS を使うとすれば、公定法でなくても、感度を上げる方法はあると思うが。

一方でモニタリングマニュアルに従うということが足かせになっている部分もある。

有害大気汚染物質測定方法マニュアル策定にあたっては、検討会を設置し、学識経験者、地方公共団体の分析担当者等にご検討を頂き、作成している。そのため、測定の現状が考慮されており、測定可能と考えている。(後日回答)

(イ) 模擬大気試料

a 試料濃度の設定値

大気試料濃度は環境基準値に近いものだが、環境測定分析という点からいえば、試料はできるだけ一般環境に近いものを調製するべきだと思う。設定値を一般環境に近いものにしてはどうか。特に、吸着性の高い物質が高濃度入っていると、分析機器の掃除が大変だということも考慮してほしい。

環境基準値程度の濃度における精度や安定性の確認ということも重要である。今回は環境基準値程度の濃度で安定性の確認を行ったが、前回の調査段階では実大気濃度での安定性の確認ができていない。次年度以降の調査では、実大気濃度程度で行う予定なので参加していただきたい。

* この点について、今後は試料濃度と分析機器スペックとの関係についても配慮するよう環境省にお願いした。

(ウ) 分析結果報告HPポートのアクセス

精度管理のHPでは443ポート（セキュリティの保護されたサイト）があり、アクセスできないが、443ポートをよりベーシックなもの（8080ポートなど）に変更が可能か。

443ポートについては、SSLという世界的に標準的な暗号手法であり、様々なHPで使われているようである。これを変えることで、却って接続できない機関が出てきたり、安全性に問題が生じることも考えられるので、是非443ポートでもアクセスできる環境を整えていただきたい。

分析結果をHPだけで入力することになった場合、アクセスできない機関の有無も考慮していただければと思う。

イ 分析機器の保守管理について

(ア) 分析機器の使用頻度と点検のバランス

分析機器の精度保持をより確実にするために、定期点検制度を導入してはどうかと考えているが、他の機関はどうお考えか。
機器の保守点検を業者に委託しているが、1社に限られており、点検にかかる費用が適正かどうかチェックができない。他の機関の状況を教えてほしい。

* この2点については、後日会員相互で交流を図ることで、特に議論はしなかった。

(イ) 保守管理に必要な費用の確保

分析機器の保守管理に必要な費用の確保が年々大変になっているが。

* この点についても、後日会員相互で交流を図ることで、特に議論はしなかった。

(ウ) 業者に業務委託する際の「保証」の考え方

分析機器について、企業と保守契約を結んでいるが、企業側の性能保証という考え方と、ユーザーが要求する精度保証にはまだ隔たりがある。他の機関の状況はどうか。

* この点については、事前にアンケートし、その結果から支部内の傾向を簡単に紹介した。詳細は当日配付資料を参照。

(エ) 日常点検、定期点検に関するSOP - その有無及び項目について

日常点検、定期点検等のSOPがあるか。また、どんな項目をチェックしているか。

* この点についても、事前にアンケートし、その結果から支部内の傾向を簡単に紹介した。詳細は当日配付資料を参照。

ウ 標準作業書(SOP)に関する課題等について

(ア) (環境分析項目について) 公定法との関係でどこまでSOPとして定めるのが適当か

環境分析におけるSOPをどこまで定めるのが良いか。当機関では、フローシートのものや機器のマニュアルをSOPとしている。他の機関の状況を教えてほしい。

* この点については、次項の事前アンケートをもとに、支部内の傾向を簡単に紹介した。詳細は当日配付資料を参照。

SOP については、機器の整備・管理状況等を含めて作成し、トレーサビリティができるような状況を将来に向けて整えていく必要がある。しかし、それは一朝一夕にはできないので、少しずつスパイラルアップしながら、情報を蓄積していくことが大切である。

(イ) SOPどおりに作業されるための効率的な手立て

職員の異動などが頻繁になり、SOP をきちんと整備する必要があると感じているが、他の機関の状況を教えてほしい。

* この点については、事前にアンケートし、その結果から支部内の傾向を簡単に紹介した。詳細は当日配付資料を参照。

(ウ) 環境測定分析統一精度管理調査において、日常業務で分析していない項目について分析する場合、新たにSOPを作成するか

日常業務で分析を行っていない項目について分析を行う場合、新たに SOP を作成したうえで、分析を実施するか。

* この点についても、事前にアンケートし、その結果から支部内の傾向を簡単に紹介した。詳細は当日配付資料を参照。

(エ) 「有害大気汚染物質に関する標準作業手順及び記録」の素案作成について

有害大気汚染物質に関しては、環境庁(当時)が平成9年度中に SOP の素案作成するということがあったが、その後どうなっているか教えてほしい。

標準作業手順の基本的な項目については、有害大気汚染物質マニュアルにおいて示している。各分析機関における標準作業手順書については、分析精度の管理上、各試験機関の状況にあわせて作成するものであると考えられるため、各試験機関において、有害大気汚染物質測定マニュアルに示した基本的な項目についての標準作業手順書の作成を行い、その妥当性について検証を行っておくことが望まれる。

環境省から分析業務を依頼していると思われる日環センターなどで SOP は作成しているのだろうか。SOP があるのであれば、精度向上のために、それをいただくわけにはいかないか。

*この点について、日環センター(環境管理技術室経由)より後日、回答があった。

「分析は、環境省の依頼で行っているが、SOPについては、日環センターでは作成していない。」とのこと。

エ その他

(ア) 測定結果の精度管理について

- 装置の検出下限値や定量下限値の決定方法や、ブランク値の取り扱い

検出下限値や定量下限値を決める場合、何度も測定したうえで、それぞれの下限值を決めている。頻繁に測定する物質については、測定を何度もせずつまらせるため、1回の測定で検量線を確認し、設定の必要性の判断をするというようなやり方で良いという考え方もある。ブランク値の扱いについては、定量下限値を超えたものは補正しており、それ以下のものは補正していない。

この2点について、他の機関ではどうしているか教えてほしい。

日常的に測定する物質については、定量下限値を決める際に、何回かのデータを取っておき、ブランクがどの位かを把握する方法もある。ブランク値が定量下限値より高くなった場合の取り扱いは、ケースバイケースで処理をするしかないだろう。

ブランク値が定量下限値より低くなった場合、当機関では、その値は信頼できないとみなしている。従って実際の測定結果からブランク値を引くということとはできない(補正しない)と考えるが、その点はどうか。

実際は空試験の値であり、定量下限値より低いことから、補正すべきだと考える。ただし、ブランク値が検出下限値以上であることを注意してほしい。

4 その他

今回のブロック会議ディスカッションでのやり取りについて、その代表的なものを有意義な情報を提供する目的で、精度管理のHPに掲載したい。ただし氏名は載せないで、了解いただきたい。

* このことについて、会場から特に異議はなかった。

注) は地方環境研究所、 は有識者、環境省等からの意見である。

7. 平成14年度ブロック会議における主な質問と回答他（東海・近畿・北陸支部）

テーマ	質問および回答
1. 水銀分析後の処理について	<p>Q：硫硝酸等強酸の廃棄方法等について</p> <p>A：廃棄物処理業者に、処理を委託している。</p>
2. 試料採取容器〔キャニスター〕の洗浄方法について	<p>Q：優先取り組み物質でないが、エチルベンゼン、キシレン以降の揮発性有機化合物がキャニスターに残る。有効な洗浄方法を知りたい。</p> <p>A：水を約100mlキャニスターに入れて、加熱して洗浄すれば良いとのこと。</p>
3. VOC（有害大気汚染物質）モニタリング、キャニスターについて	<p>Q：1,3-ブタジエンやアクリロニトリルの定量下限値について</p> <p>A：・暫定基準はクリアできるが、EPA基準をクリアするのが難しい。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・下限値は基準値の1/10であるが、ブタジエンやアクリロニトリルは規制値がないので、EPAの1/10を目標下限値としている。 ・1,3-ブタジエンやアクリロニトリルについては目標定量下限値の達成が厳しいので、その10倍を暫定的な定量下限値にしている。現在もそのままなのか、環境省に問い合わせる。 ・そのままである。有害大気汚染物質測定方法マニュアル策定にあたっては、検討会を設置し、学識経験者、地方公共団体の分析担当者等にご検討頂き作成している。そのため、定量下限値についても、測定の現状が考慮され設定されていると考えている。 <p>（後日回答）</p>
4. 大気試料における揮発性有機化合物の分析について	<p>Q：試料ガス作成者の都合もあると思うが、今回の試料は濃度が高かったので、加圧後更に10倍に希釈して分析した。希釈せずに分析した方がいいのか迷ったが、こちらとしては普段分析しているような状態（濃度）で分析した。この方が精度管理の趣旨からいっても良いとおもったので、そうしたが、実際のところどうか見解をお伺いしたい。</p>

テーマ	質問および回答
	<p>A：今回は試料濃度が高かったので、希釈して測定した機関、MSの感度を悪くして測定した機関、濃縮量を少なくして測定した機関があった。一般的には希釈して分析するのが正当な方法である。MSの感度を悪くして測定する方法は邪道である。また濃縮量を少なくする方法は標準ガスもサンプルと同様に少なくして分析しなければならない。使用する機器によって濃縮量の適量があるので、外れる場合は正しくはかれることを前もって確認する必要がある。</p>
5．内部標準ガスについて	<p>Q：有害大気モニタリングのVOCの分析で内部標準としてトルエンd8を使用しているが、ある時新しいものに交換してから、エチルベンゼンが検出されるようになった。メーカーに返送して調べてもらったが、混入していないとのことだった。ガスボンベとレギュレーターの接ぎ目をパーズすると検出されなくなったが、それから1ヶ月程たつと検出された。結局、どこからエチルベンゼンがでてくるのか、原因がわからなかった。他の機関でもこのようなことが起こったことはなかったでしょうか。もし、考えられる原因がわかれば、ご教示下さい。</p> <p>A：なし</p>
6．標準ガスについて	<p>Q：調整方法（希釈方法）による分析値の差はあるのか。</p> <p>A：シリンジ法、流量比混合法は50～500倍の希釈に、また圧希釈法は10～50倍の希釈に適する方法である。</p>
7．アルキルフェノール等の分析について	<p>Q：今回の精度管理調査におけるアルキルフェノールの分析について、誘導体化法を採用しなかったため、カラムへの吸着等の汚染があり、ピーク形状および成分の保持時間の変化があったため、精度の確保に苦慮した。</p> <p>アルキルフェノール等の極性のある物質の調査を行う場合は、誘導体化法も使用可能としたほうが良かったと思う。</p> <p>なお、極性のある物質の分析を行う場合は、誘導体化法を採用するのが一般的であると考えます。</p> <p>A：ノニルフェノールは昨年度調査に続く追跡調査であり、今年度は昨年度分析実施の少なかった誘導体化を採用せずに調査している。なお、通常分析では、誘導体化した方がよいことが多い。</p>

テーマ	質問および回答
8．外れ値について	<p>Q：各試料別に外れ値の多かった分析項目について、その主な発生要因は何か。また、それに対する留意点は何か。</p> <p>A：大気試料については、外れ値が少なく、統計的外れ値が102施設中ベンゼンが3，トリクロロエチレンが4，テトラクロロエチレンが6であったが、同時分析なので、実際の施設数は少ない。今回の場合、配布した試料の濃度が高かったため、希釈する必要があったが、その際、希釈率の計算ミスが最も多かったように思う、そのためすべての項目が外れ値である場合があった。外れ値等に関するアンケートはほぼ回収され、現在解析作業を行っているが、これらについては最終的な報告書の分析上の留意点として載せる予定である。</p>
9．検出限界および定量限界について	<p>Q：検出限界および定量限界を求めるにはどのような方法を用いているか教えて頂きたい。</p> <p>A：有害大気汚染物質では、検量線作成に用いる一番低濃度の標準ガスと操作ブランクの繰り返しテストを行い、その大きい方の標準偏差の10倍を定量下限値にしている。</p>
10．コンタミの除去	<p>Q：分析の前処理におけるコンタミの除去で、フタル酸等測定の際、ふきつけのN₂およびBlank水のコンタミを除去するのに、どのように活性炭を使用しておられるかお聞きしたいです。</p> <p>A：なし</p>
11．土壌溶出試験について	<p>Q：振とう抽出後の放置時間によって、再吸着があるかどうかの考え方について、底質測定マニュアルを見直す必要があるのでは。</p> <p>A：底質測定マニュアル（底質調査方法）については平成14年度中に見直し、国環研のホームページに掲載する予定である。</p>
12．海水中の重金属試験について	<p>Q：海水中の重金属類の測定において、どのような前処理を行っているか</p> <p>A：東大の海洋研の天川さんが「ぶんせき」進歩総説「海水の微量元素の分析」(2001年4月)を書いている。</p>

テーマ	質問および回答
13. 土壌中の全量試験について	<p>Q：含有試験と定量下限値との関係について</p> <p>A：なし</p>
14. 分析に供する試料量および使用酸量の少量化について	<p>Q：灰化では多量の酸や溶媒及び時間を使用した。底質調査法にこだわらずに考えて、現在の最良な環境負荷の少ない分析方法はどのようなものだろうか。</p> <p>A：・簡便な方法で測定しても、公定法で対処しないと認められないジレンマがある。</p> <p>・ISO14001を取得して、環境への負荷量を減らすために、薬品使用量をモニタリングして目標を掲げて減らしたり、減らした分析法を開発したりしている。</p> <p>・環境への負荷量がより少ない分析法も必要と思われるが、環境省ではリスクがどのくらいあるか等を考慮して分析法を決めているのが現状と思われる。</p>
15. 塩酸や硝酸の実験室保管方法について	<p>Q：実験室内のクロムメッキが緑色に錆びている。検討し改良した実例があったら紹介してほしい。</p> <p>A：・スチールロッカーで保管している。錆びてくる。</p> <p>・ステンレス製の薬品保管庫に保管している。開封済みの分については、ビニール袋に入れて保管している。</p> <p>・塩化ビニール製の保管庫に保管している。現時点では良好</p>
16. 水銀分析の分解方法について	<p>Q：試料の分解については、湿式分解法が公定法とされているが、加熱分解法等による分解方法についての情報を頂きたい。</p> <p>A：・加熱気化の段階で一部揮散する恐れがあったり、前処理の段階で水分、ハロゲン、有機物、イオウとかの影響を受けるのではないかという理由があって公定法にならないのでは。</p> <p>・加熱分解法はサンプルサイズが小さいので、データのバラツキがやすい。</p>

テーマ	質問および回答
17. ISO9001、ISO17025の取得について	<p>Q：近年、多数の府県市（全体、試験研究機関）においてISO14001が取得されてきています。品質管理の規格であるISO9001やISO17025について、各機関における取得意向の有無をお聞かせ下さい。</p> <p>A：・ノウハウを含めたマニュアルの作成、測定技術を伝えるシステム作りができればと考えている。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・独立法人化になれば、取らなければ生き残れない。 ・研修センターで管理者の精度管理の研修を立ち上げて欲しいとの要望がある。

8 . 平成14年度ブロック会議における主な質問と回答他（中国・四国支部）

「環境ホルモン類の分析について」

- Q . フタル酸ジ - n - ブチルの試験に使用するヘキサン（ヘキサン 3 0 0 ）を測定してもフタル酸が相当量検出された。他所の状況を伺いたい。
また、アルキルフェノール類の試験で、ジクロロメタンで器具を十分に洗浄して抽出を行っており、洗液からはアルキルフェノールは検出しなかったが、空試験としてブランク水（Milli - Q SP TOC）を抽出するとノニルフェノールが検出された。合せて状況を伺いたい。
- A .
- ・ヘキサン 5 0 0 0 を使用している。
 - ・フタル酸専用ヘキサンを使用している。開封すると 2 ~ 3 H で汚染されるので、なるべく小さい容器（ 2 0 0 m l ）で購入し、1 度の試験で使い切るようにしている。
 - ・ヘキサンを蒸留して使用してはどうか。
 - ・GC/MS のセプトム等からも検出されるので、溶媒以外も検討する必要がある。
- Q . コンタミはどこでも起きる。V O C の試験では試験日を決めて他の試験室で使用しないように調整している。また、キャニスター等は汚染されると取れない。コンタミを避けるためにどうしているのか。
- A .
- ・試験のスケールを小さくし、クリーンベンチ的なドラフトで引いている。
 - ・使用する直前まで器具を 1 0 0 で焼いている。
 - ・今回の V O C の検体は、検出される濃度ということで環境基準程度としたため、結果的に濃度が高すぎた。
 - ・クリーンルームがある。
- Q . ノニルフェノールの測定で、1 3 年度の質問と回答に「環境水、生態内では標準品と組成の変化はない」とあったが、工場・事業場排水では、処理方法の違いにより異性体組成に変化するのか教えて欲しい。
- A . 環境水では変化がないとの調査報告は得ているが、排水処理方法の違いにより変化が出るかどうかは報文を調べてみたい。

「水銀等(重金属)の分析について」

- Q. 今回の精度管理調査を行った際、ブランク値が高くなってしまったが、どのようにすればブランク値を下げることができるのか？
- A. 試薬と器具からのコンタミは、ジチゾンと四塩化炭素の混合溶液で振ってやることにより防ぐことができる。(水銀があるとジチゾンの緑色がピンク色になる)
- Q. 薄い濃度(10ppb以下)のスタンダードは、すぐに劣化するがどのようにすれば劣化は防げるか？
- A. 0.1%システインを添加してやれば、ある程度の劣化は防げる。それでも劣化することはある。
- Q. 底質での水銀分析では、どのようなことを注意すればよいか？
- A. 分解中にトラップをつけて水銀の放散を防ぐことと、ブランク値を下げる事が重要である。
- Q. 元素分析を行う際に、多くの元素について、原子吸光法とICP-AES法、ICP-MS法の3つのうち、ICP-MS法が感度、精度等について一番良いと思うが、公定法でICP-MS法が導入されている元素はまだ少ない。水銀についても測定可能と考えるが、公定法に導入されないのはなぜか？
- A. ICP用のキャリアガスのアルゴンガスには水銀が存在しているという報告があり、水銀のBL値が上がる。砒素では、サンプル中に塩素が存在すると塩素とアルゴンの分子イオンにより砒素の質量数と同じ物ができ、砒素の定量に対して干渉を起こす。他にも何か問題があるため公定法になっていないのではないかと。
- Q. JIS法はやや古くないか？
- A. 5年毎に改訂している・・・
- Q. 土壌の水銀分析の際に、硝酸-硫酸-過マンガン酸カリウムによる分解を行ったが、今回の試料では色が消えなかったのでエンドポイントがわかりにくく、かなりの量の過マンガン酸カリウムを加えてしまった、過マンガン酸カリウムの適量は？
- A. 報告書のフローシートに量を記すようになっており調査結果を下記に示す。(後日回答)

水銀分析における過マンガン酸カリウム溶液の使用量

使用量(ml)	~ 10	10 ~ 25	25 ~ 50	50 ~ 75	75 ~ 100	100 ~ 200	200 ~ 300	300 ~ 400	400 ~
回答数	8	60	44	12	7	3	0	1	0

Q. 鉄の0.01ppm~0.05ppmの範囲のスタンダードが、すぐに劣化してしまうがどうすれば解消されるか？

A. スタンダードを入れている容器をテフロン製の物に替えれば、防げると思う。

Q. ICP-超音波ネブライザによる鉛の添加回収試験を行った所、1割程度しか回収できなかった。電気加熱電子吸光法でも1割程度しか回収できなかった。なぜか？

A. 電気加熱原子吸光法では、マグネシウムと塩素による妨害の可能性が考えられる。塩化物があると予備乾燥時(比較的低い温度)で揮散することがある。

Q. 分解時の発泡の対処法は？

A. 徐々に加熱し、急激な加熱をさける。ヒーターの位置で加熱の程度が異なるので注意しながら加熱する。容器を少し大きな物にする。

9.平成14年度ブロック会議における主な質問と回答他（九州・沖縄支部）

（1）ディスカッション

議題

- ア 重金属の分析について
- イ 環境ホルモンの分析について

まず、各研究所から「重金属の分析について」「環境ホルモンの分析について」ということで、分析の現状と、日頃デ - タの信頼性を高めるためにどういうことに留意されているか、また、精度管理で悩んでおられることはないか、環境省等に質問したいことはないのか等について、それぞれ報告していただいた。

各研究所の状況については、次のとおり。

要点

(1)分析の現状について

分析項目については、担当者を決めて実施。

ロ - テ - ションで分析担当者を変えている。

(2)日頃デ - タの信頼性を高めるために留意していること

各項目の分析手順書は作成している。

内部精度管理については、デ - タに異常値が出た場合は、複数回の測定や担当者を変えて測定実施。

高額な分析機器の保守点検については、委託費を当初予算に組んでいる。

環境省統一精度管理調査への参加については、できる限り参加している。

(3)日頃、精度管理で悩んでおられることなど

分析者の高齢化が進み、将来、職員の異動に伴う分析技術レベルの低下が心配される。職員の異動が早くなっており、技術維持が課題。

財政難の折、機器の更新が困難。また、機器の保守点検（修繕を含む）の予算確保が難しい状況。

(4)環境省等に質問したいこと

Q：将来、地方研究所も独立法人組織になった場合、環境計量証明事業所の登録を受けなければいけないのか

A：現時点では、特にそういうことはないと思う。

Q：底質の試験方法としては、底質試験方法（昭和63年環水管第127号）が用いられているが、ICP発光分析装置やICP質量分析装置が普及したため、現在の原子吸光法は使いづらい。改正の考えはないのか。

A：平成14年度中に改訂版を国環研のホ - ムペ - ジに掲載する予定である。（後日回答）

(5) 助言者からのアドバイス

（調査の資料を見ると）多くの機関で（抽出方法や液量など）操作法の改変を行っているようだが、（13年度と14年度のフタル酸ジブチルの結果を見ると）操作法を遵守することが精度管理の上で重要と言える結果が出ている。手を抜くためではなく、測定結果を良くするためのノウハウを蓄積していただきたい。

技術レベルの低下という話があったが、もし異動があったとしても、前任者

と後任者とでうまく引継をしていただくことが大事。
本に書いていないことをマニュアル化する。あまり細かく手順書を作っても、
試料が異なれば変わってくるので意味がない。