

平成 16 年度環境測定分析統一精度管理
ブロック会議（北海道・東北支部）における主な質問と回答

1 日時 平成 16 年 7 月 15 日（木）

2 場所 勾当台会館（宮城県仙台市）

3 ディスカッション

（座）：座長 （参）：参加機関 （助）：助言者または有識者

(1) 環境測定分析統一精度管理調査報告事項全般について

（座）

報告事項全般に関する質疑や意見について

（参）

統一精度管理調査の長期計画を見ると、平成 17 年度以降に有害大気汚染物質の VOC の調査が予定されているが、分析方法はキャニスター法によることになるでしょうか。当県では従来から VOC のモニタリングを固相吸着管法により実施してきたが、この方法により VOC のモニタリングを実施している機関はどのくらいあるのでしょうか。また、外部精度管理の観点から今後統一精度管理調査に参加できる機会はあるのでしょうか。

（助）

固相吸着管法でモニタリングを実施している機関の数については把握していない。

（助）

平成 17 年度の大気調査については、今後（環境測定分析）検討会等で検討されて決定されることになる。なるべく多くの機関に参加してもらいたいと思うが、今のところどうなるかわからない。（ブロック会議後の回答を参照）

（助）

最近ではキャニスター法が殆どらしい。多分、今の状況から統一精度管理調査の分析方法はキャニスター GC/MS にしかならないだろう。

（参）

ダイオキシン類分析のソックスレー抽出時間は 16 時間以上となっているが、参加機関によって抽出時間が異なっている。試みに試料を 17 時間ずつ 3 回抽出してみたところ、異性体によっては 2 回目以降にも抽出されるものがあり抽出時間によっても測定結果が異なるのではないかと推察された。抽出時間と測定結果について解析しているのでしょうか。

（助）

抽出時間と測定結果については解析していない。今回質問があったことを踏まえ、今年度の調査については ASE の問題を含めて調査票の抽出方法等を明確化して検討

したい。

(2) 環境測定分析統一精度管理調査における分析上の問題点等について

(座)

底質試料中のフタル酸エステル分析におけるブランク値の低減方法に関する各機関の実施方法や考え方について

(参)

基本的には余計な分析操作を省略した方がブランク値は下がると思われる。底質のような夾雑物の多い試料ではきちんとクリーンアップすべきではないかという意見もあるが、先ずクリーンアップを省略して分析してみて妨害がなければ良しとし、もし妨害が出たら必要なクリーンアップをして再度分析するというのが現実的な対応と思われる。万一妨害により分析カラムが損傷しても、フタル酸エステルの分析頻度がさほど多くないので必要なコストと割り切るしかない。

(参)

分析器具を硫酸洗いしているが、あまり効果がなかった。

(参)

分析器具を極力新しい溶媒（アセトン、ヘキサン）で洗浄して使用している。手からの汚染があるので洗浄した器具の取扱には特に注意が必要である。分析マニュアルにあるような加熱処理は、放冷中の汚染が懸念されるので最近は実施していない。

(参)

クリーンルーム等の専用の分析室をもたないが、フタル酸エステルを分析する時には、できるだけ入室を制限したり、実験台を溶媒で拭き取りアルミホイルを敷くなど細心の注意を払っている。

(助)

フタル酸エステルの分析ではないが、ダイオキシン類の分析でも何処にでもある物質なのでブランクの低減は重要である。高濃度と低濃度での器具の使い分けはもとより、血液のような極低濃度試料では空調や器具の再洗浄などにも注意しなければならない。

(座)

ダイオキシン類測定マニュアル等では「ソックスレー抽出」とされているが、常時監視業務等での高速溶媒抽出装置（ASE）等の使用について

(参)

「ソックスレー抽出と同等以上であればよい」と解釈して ASE を使用している。

(参)

土壌の分析等に ASE を使用している。試料によって抽出効率が異なり測定値が若

干高めに出るようだが、抽出時間が少なく抽出効率が高いため有効な方法と考えている。

(参)

「ソックスレー抽出と同等以上」ということで ASE を使用している。統一精度管理調査でも ASE 抽出で報告した。

(参)

統一精度管理調査では推奨方法どおりソックスレー抽出で分析して報告した。ASE は試験的に使用している段階で、常時監視業務はソックスレー抽出で行なっている。ソックスレー抽出と比べると、試料によっても異なるが ASE では値がかなり高めに出るものもあった。

(参)

自動ソックスレーを使用している。

(参)

本年 2 月新潟県で開催された昨年度のブロック会議の際、環境省から「現行のダイオキシン類の基準はソックスレー抽出による測定に基づいているので、調査研究等で ASE を使用するとしてもモニタリング業務（常時監視）はソックスレー抽出で行ってください。」とのお話がありましたが、では改めて、ソックスレー抽出と同程度の測定値が得られる方法であれば ASE を使用してもよいことにならないのですか。また、「同程度」とは二重測定と同様に考えて平均値の $\pm 30\%$ とは考えられないのでしょうか。

(助)

ASE はソックスレーに比べて測定値が高めに出ると聞いている。ASE の使用については担当部局に確認します。(ブロック会議後の回答を参照)

(参)

統一精度管理調査の試料を ASE 抽出で分析して報告したら異常値として棄却された。

ASE は抽出率が高くソックスレー抽出に比べて測定値が高めに出るため、分析操作が適正であっても外れてしまうことがある。本調査が分析機関の評価や格付けを行うことを目的とするものではないとはいえ、報告書で分析機関ごとの測定値が明らかになる形で公表されることを考えると不都合と思われる。ダイオキシン類の測定結果は最終的には TEQ で評価されるので、本調査でも TEQ で報告し、評価してはどうか。

(助)

今年度の調査時に測定結果報告票の抽出方法等を明確にするなど、検討したい。