

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

- 1 日時 平成16年7月27日（火）
- 2 場所 京都キャンパスプラザ（京都府京都市）
- 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

（座）

- ・これより平成15年度結果に基づくディスカッション6年のヨンをお願いしたい。今年度から、このブロック会議の席上では、結果に基づく議論が可能となった。
- ・共通の試料を分析し、ばらつき状況を把握した上で、ばらつきの減少を目指し、ひいては真値を追求することが本調査の目的である。
- ・ここでは、ばらつきの求め方としてZスコアを採用した。
- ・各分析を担当した人がこの会議に出席して、ばらつきの原因究明につながる議論をしてほしい。

【SOxについて】

（座）

- ・2機関が沈殿滴定、6機関がイオンクロマトグラフィーを採用。精度面で両分析方法に差は見られなかった。

（参）

- ・以前、比濁法（JIS公定法を一部改良）を採用していたが、現在はイオンクロマト法である。本方法は優れた分析方法であると認識している。CV値も低いことから、今後主流となりうるのではないか。

【NOxについて】

（座）

- ・7機関がイオンクロマト法、2機関がPDS法で測定。両分析方法に差はなし。（若干PDS法が優れている？）
- ・排ガス測定は全ての機関で検査業務として行われていると認識。測定に当たってはサンプリングが大切である。

（助）

- ・F機関のデータについては、イオンクロマトに問題があるのではないか。

【VOCについて】

（座）

- ・平成14年度の設定値は基準値濃度であったため、キャニスターの汚染等分析に際して若干の問題があったようだが、今年度は大気中の通常レベル

濃度に設定されていた。

- ・参加機関のほとんどが、平均値よりも低値を報告している。

(参)

- ・平均値ではなく、設定値と各報告値との差を議論すべきではないか。

(座)

- ・決められた方法で分析し、全体でどれだけばらつき、平均値から乖離しているか、そして、真値にどれだけ近づいているかを議論することを目的としているため、平均値を基準として議論したい。

(参)

- ・提出したデータが設定値に近ければそれでいいのではないか。

(座)

- ・設定値が真値であるとは言えないことから、平均値との差をを議論する方が望ましいと考えている。

(助)

- ・設定値と平均値は常にずれており、このずれは全てのデータが持っている。

(参)

- ・アウトソーシングによる分析業務の委託を行っている。委託業者の選定に当たっては、入札前に一定濃度の試料を測定するテストを実施しているが、VOCについては、当方も含めて、設定値よりも低い値を出してくる。

(座)

- ・分析値が低い原因として、キャニスターからのリークは考えられないか？

(参)

- ・昨年度の調査では低い値を出したので、別途A機関の検体(キャニスター)を送付してもらい、再分析したところ、問題はなかった。
- ・今回は減圧したものを送付し、しかも低濃度の試料であったことから、送付中のリークが否定できない。

(座)

- ・キャニスターのリークチェックを定期的に行っている機関は？

(挙手なし)

(助)

- ・精度管理は結果だけでなく、過程もチェックする必要がある。そういう点では、キャニスターのリークチェックも重要な作業と思われる。

(座)

- ・キャニスターの材質は？

(参)

- ・S-canを使用している(SUMMAとの比較はしていない)。
- ・本分析はほとんど自動であるため、濃縮装置のメンテナンスがデータに大きく影響すると考えられる。

(座)

- ・分析対象毎にキャニスターを使い分けている機関は？

(多数挙手)

(助)

- ・ キャニスターの洗浄が大切である。

【フタル酸ジエチルヘキシルについて】

(座)

- ・ 本物質の精度管理はコンタミ対策と考えられるが、その対策について。

(参)

- ・ コンタミ対策として、GCのグリーンセプタムを加熱し、穴を開け、ヘキサンを注入し、フタル酸のピークが出ないことを確認してから、分析を行っている。
- ・ 標準試料と未知試料の間に洗浄用のヘキサンを分析しメモリーの確認をしている。
- ・ 使用する器具・試薬については、200 での加熱処理を行っている。

(参)

- ・ D体の回収率が異常に高い(150%)場合、D体の添加量を減らし、濃縮試料のボリュームを増やすと、良好な回収率(100%前後)を得た経験がある。

(参)

- ・ 農薬の場合、標準試料はマトリックスがないので、回収率が高く出る傾向にあり、マトリックスを添加すると100%前後に落ち着く。よってこの場合でも、マトリックスの影響ではないか。

(助)

- ・ いずれの参加機関においても、良好なデータが得られている。ブランクのコントロールがうまくいっている結果ではないか。

【鉛について】

(座)

- ・ 4つの分析方法に明確な差は見られなかった。
- ・ 1mol/l-HClで抽出することとなっているが有機物対策はどうか。

(助)

- ・ 公定法の濃度どおり実施すれば問題ない。基本的に有機物関係は前処理段階で取り除ける。

(座)

- ・ 前処理としてマイクロウェーブ装置を導入しているところは？

(4 機関が挙手)

(参)

- ・ A機関ではユニフレックス製のマイクロウェーブ装置を導入している。12検体が同時処理でき、密閉系で酸添加量も少なく、コンタミの心配もなく使い勝手のいいものと思われる。当方では、主に大気中の粉じん分解に

使用している。ただ問題点としては、多量のサンプルを処理出来ないことから、対象試料中の微量金属を測定できるかどうか、さらに弗酸を添加して完全分解を行っており、そのままではICP/MSに直接試料導入できないことから、別途蒸発・乾固の操作が加わる。

(助)

- ・マイクロウェーブの公定法化については、今後賛同の声が挙がれば入っていくものと思われるが、その前に操作法の検討(現公定法との兼ね合い)が必要である。現時点では、公定法と同等であるという保証はなく、使用に当たっては取扱に注意が必要である。

【ダイオキシン類について】

(参)

- ・測定値が低くなるのは、ソックスレーの抽出効率が悪いためではないかと考えられる。(サンプル量が少なく、トルエンの回転数が上がらないため。)また、当方ではソックスレーの上部において温度制御(保温)をしていない。温度を測ってみたところ底部で60~70、ろ紙トップで100 ぐらいであった。
- ・紫外線によりダイオキシンがどの程度分解されるかのデータをつかんでいないため、紫外線対策である遮光措置も施していない。

(助)

- ・ソックスレーの上部の保温がないと、抽出効率は低下する。また試料量に対しトルエン量が少ない場合にも同様である。

(参)

- ・前処理における各種方法の選択基準は？

(助)

- ・各種情報によると、試料媒体別では燃焼試料の場合、アルミナカラム処理が必要となり、生物試料の場合、アルミナと活性炭の併用が良いようだ。

(座)

- ・ASEによる分析の場合、抽出効率が良いために測定値が高く出る傾向にある。

(A及びB機関が採用)

(環境省)

- ・ASEは現在のところ公定法ではない。

(ブロック会議後の回答を参照)

【測定値の評価について】

(座)

- ・当所では、ダイオキシン類特異データ検索システムを採用し、得られたデータのダイオキシンの異性体組成から、異常値を検出している。

(参)

- ・当所でも同様のシステムを利用し、ピークパターンから判断している。

(参)

- ・前のバージョンを利用している。併せてエクセルで関数及びチェック項目を設定し、クロマトと比較・判断を行っている。

(座)

- ・放射線関係では、空間放射線空気吸収線量率の評価において、平均値±標準偏差の3倍を基準に異常値を判定している。

(参)

- ・ 科学的手法を用いて、客観的にデータを統計処理する必要がある。

【標準作業手順書（SOP）について】

(助)

- ・プロでない人が見てもわかるものを作る。誰がみて、記載内容とおりにやっても同じデータが出せるものが望ましい。長いものは避け、簡潔な内容にとどめる。