

平成16年度環境測定分析統一精度管理
ブロック会議（中国四国）における主な質問と回答

- 1 日時 平成16年8月5日（木）
- 2 場所 岡山国際交流センター（岡山県岡山市）
- 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）

- ・質疑は報告、特別講演を含めて行う。
- ・事前に提出されていた質問事項について、主意説明のうえ各県の状況を言ってもらふこととする。

質問1

土壌試料（ダイオキシン類）の測定結果が中央値から3割程度低い結果となり、原因を検討した結果、ソックスレー抽出における温度と抽出サイクル数に問題があると考えられた。

抽出部の温度、抽出サイクル数等について留意点があればご教示願いたい。なお、アルミホイルを被せると温度が20 ぐらい高くなり測定値も平均値となった。

各県の回答

（参）

分析試料はAとDについて実施した。抽出サイクルは3～4回/時間、16時間抽出条件で行ったので、55～60回程度と思われる。測定結果は全体平均よりやや低めであった。

精度管理調査後、再度抽出サイクルを5～6回/時間の条件で測定したところ全体平均値に近い値になった。温度は測っていないが100 は超えていると思う。

（参）

ソックスレー抽出装置にアルミホイルを被せている。抽出サイクルは、3～5回/時間、18時間抽出の条件で行った。温度は突沸しない程度の温度。値はやや高めに出ていた。

（参）

ソックスレー抽出装置にアルミ箔を2～3重に覆っている。抽出フラスコ容量は300mlを使用し、抽出サイクルは1回/10～15分の条件で実施した。100 は超えていると思われる。

蛍光灯もUVカットに換えた。

（助）

抽出部及びフラスコ部はアルミホイルで囲むことにより抽出温度を高め維持すること、光分解を防止する点でも重要である。抽出サイクルは、300mlの抽出器の場合は4～6回転/時間、約100回転での抽出を目途としていると思うが、それくらいでよい。

500mlの大型抽出器を使用する場合は、1回/20～30分しか回らないので、もう少し温度を上げて回転数を上げた方がよい。

(座)

その他、報告、特別講演を含めて質問等はないか。

質問2

ASE法で抽出した場合、結果が高めに出ているという話があったが、ばい塵等でも高く出るのか。

(助)

所沢の研修所でソックスレー、ASE等、4種類の抽出法について実施した結果、ばい塵でも高めに出ると聞いている。ASEが抽出が良すぎて硫黄分等のマトリックス成分と一緒に抽出され、それをどのように押さえるかが問題である。

これからは、食品、生物にも応用されてASEが有用になってくる。溶媒の使用量が少ないので作業者の健康面から言っても良いのではないか。

(参)

公定法がソックスレー抽出となっている。研究用には使用できても問題があるのではないか。

(助)

JIS改訂のときに提案されるかもしれない。改訂作業は遅れており、9月～10月頃にパブリックコメントが得られるスケジュールと聞いている。

(座)

高くなりすぎて環境基準を超える事態となったらどうなるか。

(助)

基準を変えることもあるかもしれないし、隠れていた状況が明らかになることはよいことではないか。

質問3

クリーンアップ、分画、精製、回収、硫黄の除去等について、独自の良いアイデアはないか。

(参)

活性炭をリバースで流すことを行っている。平均して回収率9割程度である。プレセップの多層カラムによりクリーンアップした場合、2,3,7,8-TCDDの回収率が20～30%と低い事例があった。ロットごとに回収率を求めることが望ましい。

(参)

試料の種類によるが硫黄を除去する方法としてソックスレー抽出時にフラスコに銅片を入れておく、シリカゲルカラムに硝酸銀シリカゲルを追加して、硫黄分を除く等の工夫を行っている。市販多層カラムを使用しても問題はなかった。

(参)

プレセップ多層カラムを使用しても結果には問題がなかった。

カラムにより2分画でクリーンアップする方法について検討中である。マトリックスの少ない試料への適応により省力化が可能と考えられる。

(参)

試料によってクリーンアップは若干変えている。環境大気は硫酸処理、シリカゲルカラム、活性炭分散シリカゲル、土壌、底質等については多層シリカゲルカラム、活性炭分散シリカゲルの組み合わせで行っている。これら多層シリカゲル、活性炭分散シリカゲルについては硝酸銀シリカゲルを除き、全て自作している。また、底質で鉛油成分が多量に出てくると活性炭カラムの分画がずれることがあるため、活性炭カラムの前にアルミナカラム処理を行い、前捨てを取ることで、鉛油成分を除去している。

(参)

活性炭カラムを使用せず。アルミナカラムを使用している。

(助)

一般PCBとモノ、オルトの差だが、キヤピラリーカラムのメーカーの努力と分析者の努力、協力しながらそれぞれの異性体をきっちり取ること、試料により組み合わせを考えたアイデアが必要となる。

質問4

鉛の分析方法は各県どのような方法を採用されているか。また、特に注意していることはないか。

(参)

電気加熱原子吸光

(参)

溶媒抽出 フレーム原子吸光

(参)

フレーム原子吸光又はICP/MS (15年度は不参加)

(参)

電気加熱原子吸光

(参)

溶媒抽出 フレーム原子吸光

(参)

ICP/MS

(参)

担当者が出席していないので不明

(参)

ICP/MSがよい。発光は低く出る。

(参)

フレーム原子吸光。マトリックスの補正方式が種々あり、A社のAAはきれいな川の水しか正しい値をだせないが、B社のAAはかなり汚い水でも出せる。補正方式も偏光ゼーマン等種類があり、測定値は方式により明確な差がある。機器間誤差

を取る（解析する）ことはしないのか。

（助）

どの方法を採用してもできるはずである。分析する方の知識に基づいて、どの方法を選択するか決めることが必要となる。分析試料のマトリックスはそれぞれ異なるので、試料の分解方法、溶媒抽出、測定機器、マトリックス補正方法等をうまく組み合わせて最良の方法を選択することが望ましい。妨害のあるものは溶媒抽出を始めから取る必要がある。

質問5

キャニスター法でVOCを測定する場合、ブランク値を下げるにどのような工夫をしているか。今回、ベンゼン、ジクロロメタンが高く検出されている。

（参）

器具を焼く、精製水は沸騰させている。操作する部屋は別にしている。

（参）

部屋によって汚染レベルに差があり、汚染していない分析室を選んでいる。

（参）

VOCの測定室で有機溶剤の使用をしない。

（参）

同じフロアで汚染源となる有機溶剤を使用しない。