

平成18年度環境測定分析統一精度管理  
ブロック会議（九州）における主な質問と回答

- 1 開催月日 平成18年9月14日（木）
- 2 場所 ウェルとばた（北九州市戸畑区汐井町1-6）

3 ディスカッション

（座）：座長 （参）：参加機関 （助）：助言者又は有識者

（参） ほう素のICPでの測定について

対象物質の濃度が高い場合、測定後間隔をあけた後測定するとよいとのことだが、具体的にはどのくらいの濃度をいうのか。

（助） 10ppmくらいになると、スプレーチャンバー等に付着して少しずつ蒸気が出てくるので、できるだけ濃度の濃いところでは使わない方がよい（高濃度での検量線は作成しない）。ほう素は $H_3BO_3$ と酸であり、チャンバー内洗浄に時間がかかる。他の元素はイオンや塩類として存在するため気化しないが、ほう素は酸となるため気化する。

（参） ほう素の吸光光度法での測定について

硝酸イオンの妨害があり、今後の対応（公定法）はどのようになりますか。

（助） 硝酸イオンの妨害については、昭和41年の文献に硝酸イオンがあると干渉しやすくなりブランク値が上がってしまうとの記述がある。現在のJISには、硝酸イオンの妨害を書いてないので、「硝酸酸性にしてはいけない」と入れることを考えている。

（参） 芳香族化合物の分析について

塩析を行った方が抽出効率がよいといわれているが、その効果を教えていただきたい。

（助） あまり大きな影響はないと思うが、本日、手持ちのデータがないので、後日お知らせする。

（後日回答分）

抽出時の塩析剤として、塩化ナトリウムを添加しており、その添加量に関する解析を行い、結果を以下に表として示します。

多くの回答（機関）は、溶媒にヘキサンを使用し、塩化ナトリウムの添加量は50gでした。「塩析剤を添加しない」、「50g未満の添加」、「50gを超える添加」の回答も少しあったが、3項目の結果をとおして、分析結果と有意な違いがみられていません。

塩化ナトリウムの添加量に関する解析 (ベンゾ(a)ピレン)

抽出溶媒 塩化ナトリウムの添加量(g)	回答 数	平均値 ( $\mu\text{g/l}$ )	室間精度	
			S.D. ( $\mu\text{g/l}$ )	CV %
1.1 ヘキサン 0 (なし)	3	0.0332	0.0133	39.9
2 50未満	8	0.0296	0.00693	23.4
3 50	65	0.0304	0.00685	22.5
4 50を超える	2	0.0376	-	-
2. その他 ジクロロメタン 50	1	0.0327	-	-

(注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは水準間にみられない (両側危険率 5%)。

塩化ナトリウムの添加量に関する解析 (ベンゾフェノン)

抽出溶媒 塩化ナトリウムの添加量(g)	回答 数	平均値 ( $\mu\text{g/l}$ )	室間精度	
			S.D. ( $\mu\text{g/l}$ )	CV %
1.1 ヘキサン 0 (なし)	4	0.0168	0.00400	23.8
2 50未満	8	0.0215	0.00512	23.8
3 50	66	0.0253	0.00705	27.9
4 50を超える	1	0.0273	-	-
2. その他 ジクロロメタン 50	1	0.0259	-	-

(注) 精度の違いは水準間に認められないが、偏り (平均値の差) は以下の水準間に認められる (両側危険率 5%)。

平均値 : 1.1と1.3

塩化ナトリウムの添加量に関する解析 (4-ニトロトルエン)

抽出溶媒 塩化ナトリウムの添加量(g)	回答 数	平均値 ( $\mu\text{g/l}$ )	室間精度	
			S.D. ( $\mu\text{g/l}$ )	CV %
1.1 ヘキサン 0 (なし)	3	0.0824	0.0295	35.9
2 50未満	10	0.0835	0.0283	33.9
3 50	65	0.0889	0.0269	30.2
4 50を超える	2	0.0903	-	-
2. その他 ジクロロメタン 50	1	0.0977	-	-

(注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは水準間にみられない (両側危険率 5%)。

- (参) 砒素の水素化物発生装置での測定について  
検量線のダイナミックレンジが非常に狭く、1桁の範囲内では直線性がとれない。そのため試料を希釈して測定している。他の機関の対応は如何か
- (参) 1~10ppb程度であり、10ppbを超えると検量線が寝てしまう。また、吸収セルを短くすると1ppb程度が測定できないので、希釈している。しかし、ピークエリアで定量すると10ppbまでは可能である。
- (助) 感度がよすぎるためである。砒素に限らず自己吸収が起こるので吸光度0.4程度以下で測定することが適当である。検量線の範囲を超える濃度の場合は、希釈して測定を行う必要がある。原子吸光分析法のダイナミックレンジはそもそも2桁ぐらいである。
- (参) 土壌、底質の測定方法について  
底質調査方法について、今後改訂の予定はあるか
- (助) すぐに改訂する予定はないと思われる。平成13年も検討されていたが、改訂には至っていない。  
この統一精度管理調査においては、底質調査方法には記載されていないが、排水分析等で採用されているICP法等は使用可能としている。
- (参) 調査結果の外れ値の原因について  
外れ値の原因は、どの程度明らかになっているのか。原因をフィードバックしてもらえると今後の参考になる。
- (助) 重金属及びダイオキシン類については半数くらいが判明し、その多くがピークなどの読み方の間違い、計算や転記ミス等である。その他については、不明なことが多い。  
外れ値については、報告書の中で考えられる原因等を表記しているため、各機関で参考とできるようにしている。
- (助) 例えば、有機物に関しては、ピーク形状が悪かったり、検量線の引き方が悪いことも多く、バックグラウンドも影響するので難しい。一連の操作を考え直してもらおう材料にしてほしい。
- (助) なるべく注意点は報告書に掲載するようにしたいと考えているが、毎年、対象物質が変わっている点も多い。
- (参) 底質のB(a)P(18年度の調査項目)の分析について  
前処理等がその日で終了せず、翌日まで持ち越す場合、どこまで行うのが適切か。  
また、その保存方法は。
- (助・参) 遮光は確実にすること。どこまで行うかはあまり気にしなくてもいいのでは。

ただし、抽出溶媒（アセトン）中では抽出液の極性が高いので望ましくない。ヘキサン中では安定であり、できればヘキサン転溶まで行った方がよい。

（参） ダイオキシン類の測定について

分離の悪い物質（1,2,3,7,8,9-HxCDF 等）があるので困っているが、他の機関では如何か。

（参） 1本のカラムで全部分離するのは難しい。1,2,3,7,8,9-HxCDF については、SP2331 で分離しないのは、しかたのないことである。この1,2,3,7,8,9-HxCDF 等については、新しいJIS法では、複合ピークで算出してもよいことになっている。

（参） 環境水の分析方法について

環境水中のカドミウム及び鉛等の分析において、フィルターを用いる方法が公定法になる予定はあるか。

（助） 今のところないが、要望があれば検討はする。

（参） 大気のキャニスターでの分析について

大気の調査では、試料を充てんしたキャニスターが送り返されてくるが、すぐに分析ができない場合、どのくらいの期間安定か。また、安定性を示すデータはあるか。

（助） 調査試料中の対象項目については、常識的に安定であると考えられる項目は別として、3ヶ月程度の安定性は調べている。大気の試料については、充てんしている濃度程度での安定性は事前に調べている。