

平成19年度環境測定分析統一精度管理
ブロック会議（九州支部）における主な質問と回答

1. 開催日

平成19年8月8日（水）

2. 場 所

かごしま県民交流センター（鹿児島市山下町14-50）

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

・調査結果の公定法への反映について

（参）公定法にはない手法がより良い結果を示す旨の知見が得られた場合、この知見を公定法へどのように反映させるのか。

（助）知見を精査した上で公定法の改正時に反映させるか否かを判断していく。

・砒素の分析に関して

（参）底質調査の前処理において、酸分解反応の終了の判断（硝酸を追加しても溶液の着色が変化しない場合に分解が終了しているか否かの判断）はどのように行うべきか。硫酸白煙発生まで加熱を続けても着色が消えなかったので分解反応は終了したと考えたが、その後の濃縮中に着色が消えたため判断に苦慮した。

（助）着色が消えない状態での硫酸白煙発生は爆発の可能性もあり危険。分解反応時の温度は180 だったとのことだが、180 では温度が高すぎ、硝酸が試料と反応する前に蒸発し十分に分解反応が進まなかった可能性があるため、140 程度の温度で時計皿等で蓋をして還流するようにすべきである。

（参）生態試料中（魚類など）に含まれる砒素の含有量調査について、前任者が行った結果と比較すると値が大きく異なる。これは何が問題であると考えられるか。

（助）生態試料中の砒素化合物は難分解性であり、加熱が不十分である可能性はないか。また、高温で加熱する際に分解に使用する試薬が蒸発しないように実験装置が組まれているか。

（参）砒素の分析において予備還元のため酸分解した試料によう化カリウムを添加したところ、一気に茶褐色となり、その後黒色の沈殿が生じた事例があった。どのような成分が影響しているのか。また、砒素分析の装置で前処理まで自動で行ってくれる装置の導入検討をしているが、どのような状況か、他の研究所で同様の装置を試された方がいらっしゃれば教えていただきたい。

（参）試料が熱いうちに還元剤を入れると褐色に変色することがあった。自動前処理装置は当所でも使用しているが、よい結果を得るのは難しいため、前処理は従来どおり機械を

用いずに行っている。

(助) 自動で前処理を行う場合には、試料ごとに細かい条件を詰める必要があると考えられる。

・水銀分析に関して

(参) 水銀化合物を分解するために過マンガン酸カリウム溶液を加えたときに、マニュアルでは10分程度着色した状態を保つこととあるが、すぐ色が消えるため最終的に45ml加えたが、これは操作として正しいか。また、反応終了の判断はどのようになされているか。

(参) 当所では20ml程度しか加えておらず、45mlは過多であると思われる。また、マニュアルにある反応時間の10分にはこだわっていない。

(助) 一度試料を冷ました状態で過マンガン酸カリウムを加えても着色が消えない場合や、二酸化マンガンの沈殿が析出している場合には反応が終了していると考えて差し支えない。

・ダイオキシン類分析に関して

(参) ダイオキシン類の分析の際に、六塩化物の同族体に限り高い濃度で検出されることがあるのだが、これはPCBのフラグメント等が影響しているのだろうか。

(助) PCBについては、クリーンアップの際に異なる分画に分けられるため影響するとは考えがたい。この場では細かい実験の状況が分からないため、何が影響しているか断言するのは難しい。

(参) 処分場の放流水のダイオキシン類分析において回収率が低くなることがある。他の研究所でこのような例はあるか。また、これは試料中の溶存成分や浮遊物が影響している可能性は考えられるか。

(参) 水試料の場合、当所においても回収率はあまり高くない。ダイオキシン類がガラス器具等に吸着してしまうと考えられるので、有機溶媒でよく洗うのが重要と考えている。

(助) ガラス器具などへの吸着の影響は考えられる。ただし、溶存成分等による影響は現在のところ明らかではない。

(参) 水試料のダイオキシン類の分析において、近年公定法にはない“ダイオフロック”という商品を用いる手法が開発されている。この手法を用いた場合に分析精度は十分確保されるか。内標準物質の回収率や定量値等を検討されたことがあればご教示願いたい。

(参) “ダイオフロック”については、サンプルを所有しているのだが、まだ試してはいない。

・分析技術等の継承について

(座) 団塊の世代が退職することによる技術の継承が問題となっているが、各県の研究所では何か対策を行っているか。環境省としてはどのように考えているか。また、人員減少に伴い外部委託が増えている。外部委託が増えた場合の精度管理はどのようにしていくべきと考えているか、併せて環境省に伺いたい。

(参) 団塊の世代の退職による問題は深刻である。SOP(標準作業手順書)の作成や、各研究員間で話し合う体制を整えることにより対処を考えている。また、退職をした人に相談

できるような体制を整えようとしている。

(助) この問題に対する特効薬的な対処法はない。各県などの状況をアンケートなどを通し集め、情報提供していきたい。