

平成20年度環境測定分析統一精度管理ブロック会議議事録

- 九州支部 -

日時:平成20年8月6日(水) 13:00～15:30

場所:ホテル セントヒル長崎 出島

1 開 会

2 挨拶 長崎県環境保健研究センター所長 仁位敏明

3 議 事

(1)環境測定分析統一精度管理調査について

環境省水・大気環境局総務課環境管理技術室 室長補佐 高橋祐司

(2)平成19年度環境測定分析統一精度管理調査結果について

(財)日本環境衛生センター東日本支局環境科学部環境対策課 課長 西尾高好

4 特別講演

環境測定分析における砒素・セレン等の測定について

(独)産業技術総合研究所環境管理技術研究部門

副部門長(兼)計測技術研究グループ長 田尾 博明

5 ディスカッション

(座):座長・事務局 (参):参加者 (助):助言者・有識者 (環):環境省

(1)ベンゾ(a)ピレンの分析について

(参)実施要領にある既製品でクリーンアップしたが共雑物が多かった

(助)平成19年度の結果からご紹介する。

ベンゾ(a)ピレン分析について、クリーンアップカラムの使用状況は下記のとおり。

メガボンドLとSIを使った機関:2機関

プレセップC:1機関

シナブジルSI:1機関

セップパックプラス:1機関

これらのカラムについてのLOT番号は記載されていなかった。

・メガボンドエリート SI 処理方法

ヘキサン 20 ml コンディショニング。試料液 5 ml を添加し、ヘキサン 20 ml で洗浄。  
5 % アセトン / ヘキサンで回収した。

・プレセップ C

ヘキサン 10 ml でコンディショニング。試料液 1 ml を添加し、10 % ジクロロメタン / ヘキサンで回収した。

・シナブリル SI

コンディショニング未記載。試料 2 ml を添加し、ヘキサン 2 ml で 3 回洗浄。  
5 % アセトヘキサン / アセトニトリルを 3ml で 4 回流して回収した。

・セップパックプラスシリカ

クリーンナップの状態の説明なし。

このような条件下での処理後の SIM クロマトグラム、測定値だが、セップパックプラスシリカを使用した機関が低値を示したのを除き、大きな違いはなかった。

有機スズ化合物については人工的に作った試料なので、妨害物質は含まれていないが既製品のカラムを使用した機関が 2 機関あった。

・フロリジルカラム LOT 等わからない

フロリジルカラムはヘキサン 20 ml でコンディショニング、試料液を添加後付加、5 % エーテル / ヘキサン 20 ml で回収した。

・SEPPAK プラスフロリジル LOT 等わからない

ヘキサン 10 ml でコンディショニング。試料液 1 ml を添加し、5 % エーテル / ヘキサン 10 ml で回収した。

結果の SIM クロマトグラム 測定値は他のデータとの違いは見られなかった。

一般的にカートリッジカラムを使うときの留意点

カートリッジカラムには LOT 番号が記載されている。ひとつの LOT 番号で一連の分析を行う。複数の LOT 番号のカラムを使わないようにする。同じ LOT 番号で分析する場合に、最初に分析対象物質がどういう形で溶出してくるか実験する。何 ml 流せば回収率 100 % になるか確認しておく。一度開封したカラムは使い切る。しまつて別に使うのはblankが高くなるなどの原因になる。

対象物質をあるフラクションで回収する時に、対象物質以外のフラクションや、前処理に使った容器なども分析が終わるまでとっておき、検討すると回収率が上がる。

( 2 ) 回収率に影響を与える要因について

( 参 ) p,p -DDE、p,p -DDD 回収率が変動した

( 助 ) 分析工程は非常にシンプル。一般的に問題となるのは、クリーンナップ過程。今回はほとんどの機関がクリーンナップしていないので考慮に入れない。

シリンジスパイクの添加量が非常に微量。それが正確に添加されているかが問題となる。

さらに添加された部分のスパイクが溶媒抽出の方に移行してきているかが問題になると思われる。感度変動と回収率に相関があればそこに問題があったと分かる。シリンジスパイクとサンプルスパイクの添加量と回収率の相関を検討するとよい。

水との相性のない場合は、アセトンなどを加えたサンプルスパイクを添加するとよい。

さらに試料調整にあたってメスフラスコや分液ロートを使用すると思うが、前の容器にサンプルスパイクが残っていないかを検討するとよい。前の容器をヘキサンなどで洗うとよい。

サンプルスパイクにもよるが揮散性がある場合がある。添加する場合、サンプルの中にマイクロシリンジで添加するなどの配慮をするとよい。

( 3 ) 塩化水素の分析方法について

( 参 ) ブランク試料も送るべきでは？

( 助 ) 質問のように、ブランク試料を送るのも、ひとつの考え方である。ただ今回は、塩素濃度が高かったので、影響しないと判断してブランク試料を送らなかった。すべての項目に関して、ブランク試料をどこまで送るかという問題がある。入っている濃度とブランクの濃度の差が大きい場合は経費の問題もあり、送る必要性は低いと思われる。

( 4 ) ヒ素分析における前処理について

( 参 ) ヒ素分析にてヨウ化カリウム溶液を添加した際、黒色化する。

( 助 ) 分解の際、白煙はでていても硝酸が容器の壁についているなどして硝酸が完全に除けていないことが原因と思われる。過マンガン酸カリウムも加えているので酸化剤が残ってヨウ素が酸化されてヨウ素ガスになって黒色化するのは、酸化剤が残っていると水素化物としては濃度が低くなる。

過マンガン酸カリウムが触媒的に働いて、いくら加えてもどんどん消える現象がままある。加えすぎるとその中のブランクを測っているようなもの。このような際は添加を止めるしかない。また添加回収率を求めるべき。本日紹介した還流冷却装置を付けた加熱を行うと、ヒ素が揮散する恐れがない。

( 5 ) イオンクロによるウォーターディップの影響について

( 参 ) フッ素分析においてウォーターディップの影響が大きかった

( 参 ) 以前、温泉分析でダイオネクス製のイオンクロマトグラフを用いて分析した経験からお話しする。対策としては、溶離液を薄くし、ウォーターディップとフッ素のピークとの距離をとった。また他の方法でも確認した。このことは、ダイオネクスのテクニカルレポートに記載されている。

酸性雨の分析系でも温泉分析と同じカラム使っている。フッ素付近にいろいろピークがでる。溶離液を変えて測定するべきと思われる。

( 参 ) メーカーは溶離液に炭酸を使っていることが原因という。フッ素のあとウォーターディップがあることもある。

( 助 ) 炭酸溶離液そのものに導電率があるが、試料は水溶液として INJECT するので、その部分の導電率が下がるのがウォーターディップ。なくすには同じ溶離液で試料を溶かして(希釈して)測るとよい。