

平成 21 年度環境測定分析統一精度管理ブロック会議議事録

- 東海・近畿・北陸支部 -

日時：平成 21 年 7 月 23 日（木）13：30～15：40

場所：金沢勤労者プラザ 305 研修室

1 開会

2 挨拶

石川県保健環境センター 所長 山田正人

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

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 20 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土壌・底質中のフタル酸エステル等有機化合物測定について」

(独)国立環境研究所循環型社会・廃棄物研究センター 主任研究員 山本貴士

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) 廃棄物(ばいじん)試料の分析について

(座) 議題の提出経過について説明願います。

(参) 各項目について希釈倍数がまちまちで、希釈倍数を決めるのに時間を要した。高濃度の塩類の存在下で、妨害物質により測定誤差が生じやすく、一つの分析法だけでなく、複数の分析法で測定したほうがより精度が得られたと考えられる。

(座) 先ほどの議事で、分析機器によって得られるデータも異なることをお聞きしたが、この点について助言者の方、意見を願います。

(助) 複数の分析法で測定することは、精度という観点からは良い結果が得られると思うが、業務量的に難しい面もあるかと思う。無機の分析だと ICP や ICP/MS で多元素を一括分析したい希望もあるかと思うが、各濃度がまちまちで複数の希釈試料を調製しなければならない場合もある。ケースバイケースである。

(座) 参加者の方、意見ををお願いします。

(参) 今回 ICP/MS で分析をした。希釈倍数については、今回の試料にはカルシウムが多く含まれていることから、1000 倍に希釈して定性分析を行い、対象物質についてどの程度の濃度か確認してから希釈倍数を決定した。使用した測定機器は 1 台のみである。使い慣れた機器のほうが精度良くデータが得られると考える。

(参) 砒素は水素化物発生原子吸光度計、カドミウム及び鉛は ICP で同時分析した。濃度は未知であるので、まず、当所の「水質検査マニュアル」に従って試料を処理した。しかし、鉛の濃度が非常に高く、200 倍希釈して一から前処理を行った。かなり手間がかかった。

(参) カルシウム以外は ICP/MS で測定し、カルシウムは ICP とイオンクロマトグラフで分析した。カルシウムの濃度が高く 10000 倍に希釈して分析した。両測定ではほぼ同じ値が得られ、3 回の測定でより変動の少ないイオンクロマトグラフの結果を報告した。カドミウム及び鉛は同時分析した。イオンクロマトグラフの測定結果より塩化物イオン濃度が非常に高いことがわかったので、砒素の分析時には、標準試料に同程度の塩化物イオンを添加して測定した。

(参) カルシウムはイオンクロマトグラフで、それ以外は ICP で測定した。複数の分析法については、フレイムレス原子吸光度計でチェックし、概ね同等の値を得ている。

(参) カルシウム以外を測定したが、まず、1000、100、10 倍と希釈し希釈倍数を決定した。鉛は濃度が高く 500 倍に希釈し、他の項目とは別に ICP で測定した。砒素は原子吸光度計により測定したものを報告したが、ICP/MS で測定したデータもある。両測定値は概ね同程度であった。

(2) 廃棄物(ばいじん)試料(ダイオキシン類)について

(座) 議題の提出経過について説明願います。

(参) 高塩素化物(OCDD, OCDF)の回収率が悪くなる傾向があり、試料中に活性炭が含まれているのではないかと推察している。このため、2 回ほど簡易抽出操作を繰り返すことで、回収率 60%以上として報告した。他機関における回収率の状況や、適切な改善方法などがあればお伺いしたい。

(座) 参加者の方、意見ををお願いします。

(参) 回収率が低い場合は、再抽出(5 時間または 10 時間)を行い抽出が完全に行われたのか確認している。

(助) 今回の調査では、全体的に 4 から 8 塩素化物のほとんど良く似た回収率が報告されており、80~100%の回収率であった。数機関で 8 塩素化物の回収率が低い報告がある。おそらく抽出ではなく、どこかで(クリーンアップで)損失しているのではないかと考えられる。活性炭はおそらく入っていない。

なお、説明会でも同様な質問が提出されており、後日ホームページに説明会での回答を掲載しますので参照ください。

(3) 検量線について

(参) 平成 21 年度版の化学物質環境実態調査実施の手引きでは、検量線は 5 点以上、なるべく等間隔となるように設定することとされているが、実際に、検量線を作成される際には何点以上、間隔等についてどのようにされているのか。農薬等の同時多成分の分析をされている場合について、とくにご教示いただきたい。また、検量線に二次曲線を使用しているケースはあるか。

(座) 参加者の方、意見ををお願いします。

(参) 5 点ほどで行っている。等間隔ではなく、例えば 0.1、0.25、0.5、0.75、1.0 というような間隔で行っている。

(座) 二次曲線を使用している機関はあるか。

(参) 二次曲線は使用していない。直線性がある範囲で定量している。 R^2 の観点から見ると、 R^2 は離れた点に影響されやすく、また測定機器の性能もあり、 $R^2 = 0.995$ というレベルを確保するのに等間隔の検量線は厳しいと考える。

(参) 直線性があり、報告下限値以上の範囲で定量している。

(助) 20 年度のエコ調査結果からは等間隔で検量線を作成している機関は少ない。有機スズだと 3 点から 8 点で作成している例が多く、5 点で作成しているところが一番多い。検量線の範囲は、最大濃度と最小濃度の比が 10 倍から 50 倍である。濃度間隔は最高濃度の次はその 1/2、次はまたその 1/2・・・であり、希釈して調製するのが容易なためと思われる。有機塩素化合物だと 4 点から 6 点ぐらい、やはり 5 点で作成している機関が一番多い。検量線の範囲は最大濃度と最小濃度の比が 20 倍から 50 倍が多い。

(4) その他

(座) その他ご質問がありませんか。

(参) ダイオキシン類は 2 年計画で今年が 2 年目にあたるが、来年度以降の予定はどうか。

(環) 22 年度については(議事で説明した)調査計画にあるが、詳細については検討会、調査部会で決定する。ダイオキシン類は今回 2 カ年の調査で、今年度は追跡調査ということで考えている。要望があれば調査計画にないものも検討はしていきたい。