

平成 25 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 25 年 7 月 25 日 (木) 13:30 ~ 16:00

場 所 : 宮崎県庁 7 号館 4 階 7 4 4 会議室

1 開会

2 挨拶

宮崎県衛生環境研究所 所長 竹井正行

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 大久保 敦

(2) 平成 2 4 年度環境測定分析統一精度管理調査結果について

一般財団法人日本環境衛生センター環境科学部 主査 西尾 高好

(3) 環境測定分析における留意点及び精度管理について

東京大学大学院新領域創成科学研究科環境学専攻 准教授 吉永 淳

環境省環境調査研修所 教官 四ノ宮 美保

愛媛大学農学部環境計測学 助手 松田 宗明

4 ディスカッション

(参) : 参加者 (助) : 助言者又は有識者

(1) PCB の分析について

(参) PCB 分析において、当所ではキャピラリーカラム-GC/ECD 法で行った。できればワイドボアカラムを用いたかったが、公定法ではパッキドカラムとキャピラリーカラムについてはアサインの例示があるもののワイドボアについては例示がなくアサイン法が分らなかったため、今回はワイドボアカラムは使えなかった。ワイドボアカラムのアサイン法等について教えていただきたい。

(助) PCB 分析においてはパッキドカラムとキャピラリーカラムが主に用いられる。パッキドカラムは内径 4 ~ 5 mm、長さ 1.5 ~ 3 m のガラス管で、OV1、OV17 等をコーティングしたシリカゲルが充填されている。ECD で測定すると 26 ~ 29 のピーク (1 塩素 ~ 10 塩素化ビフェニール) が出る。ただし、ピークは複数の成分が塊で出たようなものなので、妨害が重なると PCB との判別が難しい。キャピラリーカラムは一般的には長さ 30 m 程度であるが、今回は 5 m のものを使ったところもあり、1 塩素 ~ 10 塩素化ビフェニールを分けていた。ピーク数や形状はパッキドに似ているが、パッキドよりは分離が良く、その分妨害も判別しやすい。キャピラリーカラム (HT8PCB) を用いて MS で測定すると、ピークは 193 程度出る (理想は 209 ピーク) ので、これが最も正確に測定できる。ワイドボアについても、あまり違いはないと思うが、経験がない。

(2) 砒素の分析について

(参) As 分析の水素化物法 AAS の前処理において、当所ではホットプレートを用いて加熱している。加熱では、硝酸をきちんと除去し、硫酸白煙が出ることも確認するように気を付けてはいるが、予備還元で KI を入れたときに、たまに黒色化することがある。黒色化するのは恐らく、硝酸の除去が不十分なのではないかと思うが、このような加熱操作についての助言をお願いしたい。

(助) 加熱操作はホットプレートで行うのが一般的であり、他の方法はない。ホットプレートはプレートの場所により温度むらが起こることがあるので、注意が必要である。硝酸が多少残っても黒色化までには至らないと思うので、黒色化の原因は他にあるのではないか。

5 閉会