

平成 26 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 26 年 7 月 24 日（木）13:30～16:00

場 所：沖縄県男女共同参画センター（ていりる 2 階）
第 2 会議室

1 開会

2 挨拶

沖縄県衛生環境研究所 所長 国吉 広典

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 服部 和彦

（2）平成 25 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

独立行政法人 産業技術総合研究所地質情報研究部門

地球化学研究グループ長 岡井 貴司

独立行政法人 国立環境研究所資源循環・廃棄物研究センター

主任研究員 山本 貴士

環境省環境調査研修所 講師

牧野 和夫

4 ディスカッション

（参）：参加者 （助）：助言者又は有識者

（1）ノニルフェノールの分析について

（参）ノニルフェノールの分析についてですが、標準液や添加回収試験液を繰り返し測定すると感度が低下してしまいます。具体的には、50ppb の標準液の測定を繰り返したところ、2 回 3 回と回数を経るごとに約 20% ずつピーク面積が減少しました。カラムの注入口側をカットすると感度が戻るなので、カラムへの吸着による劣化と考えられましたが、メーカーによると数回程度の分析では劣化しないとのことでした。この問題に関して対策等ありましたらご教示下さい。

（助）確かに 2～3 回でカラムが劣化することはまず考えられない。MS は日常的な感度変動はあり得る。特に MS/MS では、イオン源の汚染などに対してシビアになってくるので、その辺りの確認が必要。ガスクロ側に何らかの不具合があり、空気が入ってカラムにダメージを与えているかもしれない。注入口のナット、フェラルの劣化による空気の混入、また、レギュレーター等のトラブルによる空気混入も確認した方が良い。あと、注入口の温度が若干低いのではないかと？低いことで、注入口付近のカラムに吸

着していることが考えられるので、280℃くらいに上げてみてはどうか。インサートについても、使用しているかもしれないが、不活性化されたものを使用してはどうか。その他として、試料調製の際の脱水の不十分などが考えられる。

(参) ノニルフェノールの分析の時のみ感度低下がみられるので、注入口の温度が低いというあたりが一番可能性が高いかもしれません。

(2) 砒素の前処理について

(参) 砒素の前処理について、多量の有機物を含む場合は硫酸、硝酸に加え過塩素酸を加え有機物を分解することになっています。多量の有機物とはどの程度の状態又は濃度であるのか教えてください。

(助) 基本的に過塩素酸を加えるのは難溶解性有機砒素化合物がある場合で、難溶解性のものを分解するもう一つの方法は過マンガン酸カリウムを加えること。過マンガン酸カリウムを使用した方が操作は簡単である。ただ、加える量が多くなるようだと過塩素酸を使用した方がよい。目安としては、過マンガン酸カリウム 2~3ml がボーダーラインである。あまり加えすぎると塩濃度が高くなり、析出し沈澱することがある。過塩素酸を加える際は有機物が混在すると危険なので、まず、硫酸・硝酸で十分分解して、硝酸が残っている状態で過塩素酸を加えてあげることが一つの条件。また、過マンガン酸カリウムが 2~3ml を超える状態というのは、どういうことかということ、計算上の目安ではあるが、COD が過マンガン酸カリウムによる滴定なので、一つの目安になる。前処理に使用する過マンガン酸カリウムの濃度は 0.3% で、COD の測定に用いる濃度は 5mmol、約 0.08% なので、COD の滴定で 10ml 位が目安と言えよう。

分解にどの程度時間がかかるかということ、時間的には過マンガン酸カリウムの方が時間的には早いですが、塩濃度のこと等考えると、酸の場合とはばせばよいので、あとの操作がやりやすい。まず、硫酸・硝酸でできるだけ分解し、まだ残っているようであれば硝酸が混在している状態で過塩素酸を加えて分解させるのが良い。

(参) 当県では少し特殊ではあるが、魚の総砒素を測定している。魚中の分解しにくい砒素化合物（アルセノベタイン等）がなかなか分解できなかったが、温度を上げればいいのではということで、ホットプレートで 400℃、10~20 分加熱することで、きれいに分解できている。もし、条件等必要であれば後で問い合わせ下さい。

(3) 精度管理調査における砒素の分析結果について

(参) 砒素の分析方法別の解析についての説明のところ、水試料と底質試料とでは大きな差はみられませんが、H24 土壌試料においては、水素化物発生原子吸光法と ICP 質量分析法とでは差の比率が高くなっていることについて何か知見がありましたら教えてください。

(助) 予備還元が十分であったかどうかという点、また水と土壌ではその後の処理の仕方の差、土壌では希土類の影響も考えられ、ひ直接的な比較は難しい。

5 閉会