

平成 27 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 27 年 8 月 5 日（水） 13：30～16:00

会場：各務原市立中央図書館 第 2・3 研修室（各務原市那加門前町 3 丁目 1-3）

1 開会の挨拶

岐阜県保健環境研究所 所長 樋口 行但

2 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 26 年度環境測定分析統一精度管理調査結果について

(一財)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

国立研究開発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

環境省環境調査研修所主任教官 渡辺 靖二

元愛媛大学農学部 松田 宗明

3 質疑応答

(参)：参加者 (助)：助言者・有識者

(1) ノニルフェノールについて

(参) ノニルフェノールの分析において、環境中で検出される場合、それぞれのピークは、標準と同じ比率で検出されると考えてよいか。

(助) 異性体ピークの比率を支配する因子には、①原材料に含まれる異性体比の違いと②環境放出後に生分解や吸着による減量の受けやすさの違いが考えられる。①はバッチの違いにより現れるもので、国内で使用されているものがどのメーカーの洗剤でも同じバッチであれば、製品中では同じと考えられるが、実際には変動を含む可能性がある。②は異性体ごとの基本的な特性であり、たとえ実試料と標準が同じ異性体比であったとしても、環境放出後には変化が現れると考えるべきである。

(参) ノニルフェノールの分析について、環境庁告示第 59 号付表 11 では、固相からの抽出溶媒をアセトン 4ml としており、これを濃縮したのちジクロロメタンに転溶して約 1ml にするとされているが、抽出溶媒は必ずアセトンである必要があるのか。JIS K0450-60-10 では固相から直接ジクロロメタンで抽出することになっており、この場合でも同等な回収率が得られているため、手順がひとつ減ってコンタミや損失の恐れも低減するものと思われる。

また、内部標準物質として JIS K0450-60-10 ではフェナントレン-d₁₀を使用しているところ、付表 11 で 4-n-ノニルフェノール-d₄を選択した理由は何か。そのほかに適当な内部標準物質はないか。

(助) JIS K0450-60-10 ではジクロロメタンを抽出溶媒として使用し、その後に策定された ISO24293 ではアセトン抽出溶媒として採用されていたため、当該分析法の検討結果では、どちらを使用しても回収率に差がなかったことから、本方法ではアセトンを採用している。手順を減らすためには、固相の乾燥を十分に行う必要がある。

また、内部標準物質について、GC/MS 感度変動の検討の際にフェナントレン-d10 では補正できない結果となり、ノニルフェノール-d4 では良好な補正効果が得られたため、採用している。

(参) ノニルフェノール分析の際、固相抽出でアセトンを用いて溶出しヘキサンに転溶しますが、回収率が低下している。転溶の操作や水分除去についての対策はないか。

(助) 固相抽出からの溶出では、樹脂の周囲の水分をキムワイプ等で丁寧に除去することが大切である。転溶時に水分が残ると、目的物質の沈殿生成などで回収率低下を招く可能性があることより、回収操作の前に窒素パージや遠心分離等により水分を十分に除くこと、転溶後には無水硫酸ナトリウムで脱水することが必要である。

(2) LAS について

(参) ブランクの低減のための対策について。

(助) 器具の洗浄、保管方法に関しては、一般論として、洗浄に洗剤を使用しない方が安全である。お湯又は水道水を使って洗浄し、精製水でリンスする。LAS 分析専用のガラス器具を使用することも重要である。また、ニトリル製、ラテックス製手袋は高濃度の LAS を含有していたことがあったので、LAS レベルが検出下限以下だったポリエチレン製の手袋を洗浄して使用するのがよい。

カートリッジについては、複数のメーカー、種類の固相についてブランク試験を行い、レベルが低い製品について、さらにロットから抽出したカートリッジのブランク試験を行い、汚染レベルが低いロットの製品を使用することを推奨する。また、コンディショニングを、アセトニトリル 10mL、メタノール 10mL を流したあと、カートリッジ内にメタノールを残した状態で一晩静置した後、さらにメタノール 10mL、精製水 10mL を流すように変更することでブランクレベルが下がったとの報告があるので、これらを参考にしてほしい。

(参) 塩分濃度が高い実試料で回収率が下がる傾向があるように思われるが、塩分による回収率低下とその改善方法について教えてほしい。

また、サロゲートが市販されていると聞いているが、情報を教えてほしい。

(助) 分析者の間では、海水試料で回収率が低くなると言われているが、原因の特定と対処方法は確立されていない。LC/MS/MS 測定におけるマトリックス効果により回収率が低下している場合の対処方法としては、未検討だが、固相に試料を通水した後に行う洗浄に使用する精製水の量を増やす等が考えられる。さらに、LC/MS/MS 供試検液中の LAS 濃度が高い場合には、検液を希釈することでマトリックス効果を軽減できる可能性がある。

サロゲート物質の件は、LAS 分析におけるマトリックス効果等を補正するには、重水素あるいは ¹³C で標識化した C10~14 LAS が必要である。現在の情報では、重水素標識化 LAS は市販されていないようだ。¹³C 標識化 LAS については、4・ド

デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム(13C6)が市販されている。

(3) その他

(参) 27年度の高等精度管理調査におけるアルデヒド類の分析について、ブランクの取扱いについて教えてほしい。

(助) 捕集管によるブランク値の違いが懸念されるが、ブランク用のカートリッジを送付せず、操作ブランクを回答願う予定である。詳細は、試料の送付時に記載する予定である。

4 次期開催担当機関挨拶

5 閉会の挨拶