

# 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

## — 九州支部 —

日時：平成27年7月27日（月）13:30～16:00

場所：桜の馬場 城彩苑 観光案内所2階 多目的室

### 1 開会

### 2 挨拶

熊本県保健環境科学研究所 所長 市田 弘美

### 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26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システム学専攻 准教授 吉永 淳  
国立研究開発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（元主任教官）

牧野 和夫

#### (4) 質疑応答

(参)：参加者 (助)：助言者・有識者

##### ①水質試料（一般項目、全りん）

(参) 全りんの分析において、当センターでは通常発色試薬を添加して15分反応させた後に、DIBKによる抽出を行っていますが、抽出後の液の発色が悪いことがあります。特に冬季にその傾向が見られやすく対応策を御教示ください。今のところ室温を上げる・反応時間を長くする（15分→20～30分）ことにより対応しています。

(助) 一般的に発色分析では温度と時間がキーとなります。またモリブデン青の発色は低温で悪くなることが知られており、このような条件ではモリブデン青の生成が十分に行われていない可能性があります。DIBK抽出は生成したモリブデン青を抽出する方法であるため、低温の場合抽出効率が悪くなり、発色が悪くなっていると考えられます。JIS K 0102では備考12において、DIBK抽出は20～40℃で実施することが規定されていますので、特に冬季においては室温を十分に高く保って抽出を行うことが重要であると思われます。

(参) 冬季に標準系列が全体的に一定の割合で発色が落ちていると思われる場合でもそのまま測定しても大丈夫でしょうか。

(助) 標準とサンプルが同じ条件下にある場合は大丈夫と思われます。ただ、同じ標準が同様な発色を示さないことは望ましいことではないので、温度に注意して操

作を行ってください。

## ②水質試料（ノニルフェノール）

（参）今回の精度管理試料では NP12 と NP13 のピークとかぶさる夾雑イオンピークがあり、当センターでは GC/MS/MS のプリカーサーイオンとプロダクトイオンの組み合わせを変更し、夾雑イオンピークがひっかからないイオンを選択することで対応しました。クリーンアップで夾雑物質を除去する場合の、技術的なポイントをご教授ください。また、市販のミニカラムなどを使用した簡易的なクリーンアップの方法があれば併せてご教授ください。

（助）今回の試料には 10 種類のアルキルフェノールが添加してあり、ノルマルオクチルフェノールがノニルフェノールの 13 番の位置に検出されます。アルキルフェノールは同じ質量数のフラグメントイオンが生成されるので、保持時間だけが異なるなかでプリカーサーイオン、プロダクトイオンを間違いなく設定するのは難しい状況です。実際に測定してノニルフェノールの 1 2, 1 3 番目の位置でオクチルフェノール由来のイオンが低くなるイオンを選択するしか方法がないと思われます。GC/MS の場合 SIM イオンでは 135、GC/MS/MS の場合プリカーサーイオンでは 135、プロダクトイオンでは 107 を使用するのがいいとの報告がたくさんあります。クリーンアップについて今回の試料では夾雑物が同様な動きを示すので難しいですが、通常はシリカゲル、グラファイトカーボンの報告例があります。充填量、前洗浄溶媒及び溶出溶媒の種類と量、粗抽出液溶媒の種類等については様々です。ミニカラムを用いたクリーンアップ法については、堀井らの、分析化学(2004)に報告例があります。スペルクリン Silica glass を用い、40%酢酸エチル／ヘキサン 20 mL、ヘキサン 30 mL で洗浄後に試料濃縮液を負荷し、ヘキサン 30 mL で洗浄、30%ジエチルエーテル／ヘキサン 10mL で 4-ノニルフェノールを溶出させる方法です。

## 4 次期開催県挨拶

福岡県保健環境研究所

## 5 閉会