

平成 28 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 28 年 7 月 28 日(木)10:00～12:30  
場所：大阪市立環境科学研究所 大会議室

1. 開会の挨拶

大阪市立環境科学研究所 所長 平木 万美子

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 石関 延之

(2) 平成 27 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 技師 紀平 あずさ

(3) 環境測定分析における留意点及び精度管理について (60 分)

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

国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 第三室室長 小林 憲弘

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) 模擬大気試料 1 について

(参) 共存物質としてシュウ酸を添加した理由は何か？分析に妨害があるのか？イオンクロマトで硝酸イオンと重なって定量が不正確になる可能性があるか？

(助) 実際の PM2.5 試料にシュウ酸が含まれているので、今回の模擬試料に添加した。普通のイオンクロマトを使った場合、分析対象となったアニオンの中では硫酸が最後に出てくるが、シュウ酸は硫酸の後に出てくるので、硝酸の妨害となることはない。

(参) 今回の調査は模擬試料だったので次のような現象はなかったが、実際のサンプルのクロマトでは、分析値に影響が出るほどではないが、陽イオンでアンモニアとカリウムのピークの後に「肩」が出たり、カリウムとカルシウムの間にブロードなピークが出ることもある。何か情報はないか？

(助) アミン類の陽イオンの可能性がある。機器メーカーが検討した例がある。アンモニアの後ろには、エタノールアミン、ジエタノールアミン、メチルアミンが出てくる可能性がある。カリウムの後は、ジメチルアミノエタノール、トリエタノールアミンが候補として挙げられる。気になるようであれば、標準液を用いて確認、同定すれば良い。カリウムとカルシウムの間にはマンガンが出てくる可能性がある。ICP/MS 等で測定して値を比較してみると良い。

(参) アンモニアの検量線が 2 次曲線になることがある。他の物質でもそのようなことがあるか？

(助) ケースバイケース。なるべく直線領域で定量する。領域によっては 2 次曲線になることがあり得るが、その場合は点数を増やす。

## (2) 模擬大気試料2について

(参) アルデヒドの分析開始日が遅いほど室内精度が悪い結果となったのは、吸着が原因か？

(助) 分析開始日が遅い場合に平均値がどちらかに偏ったわけではない。色々なことが考えられる。吸着するなら高い方にずれる。一方で、溶出されにくくなるかもしれない。あるいは、抜けていってしまう可能性もある。分析開始が遅れることで、一つの要因ではなく色んな要因を生むことになって誤差が生じ、ばらつきが大きくなったと考えられる。

(参) アルデヒドの分析で実際にどれくらいサンプルを保存できるか目安はあるか？今回の調査結果では1か月位保存していても有意差がなかったようであるが。

(助) 参考になるデータとは思いますが、各個別機関に当てはまるかは分からないので、できるだけ早く分析するべき。どれ位保存可能かは各分析機関で検証したほうが良い。今回の結果を過信するのは良くない。

(参) アルデヒドの分析において、GC の場合はカチオン妨害樹脂を通して未反応の DNPH を除くが、LC の場合は通さない。当機関では、LC で分析しているが、カチオン妨害樹脂を通して未反応の DNPH を除いたうえで測定している。この違いについて何かご意見があるか？

(助) HPLC では、DNPH は保持されずに最初に抜けてくるので、適切な測定波長を選べば測定に問題はない。注意を要するのは MS を使う場合で、未反応の DNPH が大量に MS に入ってしまう、イオン化室の汚れや、リテンションタイムの近い場合はイオン化の阻害などが生じてしまう。そのような場合は、分離を良くすることや、未反応の DNPH をできるだけ入れないように LC のスイッチングバルブの切り替えにより、最初に DNPH が溶出する時間はドレインに捨てるなどの対応をすることで、より高い精度が得られる。

## (3) その他

(助) 昨年度は参加機関が少なかった。参加機関の方から、どうすれば参加しやすいか意見があれば参考にしたい。調査への要望もお聞きしたい。

(参) 昨年度は水質がなかった。底質も普段は分析していない。昨年度は初めて PM2.5 のイオン成分が調査項目に入ったが、PM2.5 の他の項目（金属や炭素成分）をやれば、参加機関は増えるのではないかと思う。

(参) 試料の配布日がもう少し詳細に決まっていれば、他の業務と調整ができて参加しやすい。

(助) 参加機関が何百もあり、参加試料も機関ごとに異なるので、配布日を限定することは難しいことは、ご理解いただきたい。ただ例えば、上旬とあれば 10 日までには到着するよう送付しているの、それで対応して欲しい。

## 4. 閉会