

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
－北海道・東北支部－

日時：平成29年3月16日（木）13：30～16：00

会場：北海道立道民活動センターかでの2・7 510会議室

1 開会

2 あいさつ

(地独)北海道立総合研究機構環境・地質研究本部環境科学研究センター副所長 大林純一

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 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

国立研究開発法人産業技術総合研究所

エネルギー・環境領域環境管理研究部門環境計測技術研究グループ長 中里 哲也

環境省環境調査研修所教官 渡辺 靖二

国立研究開発法人国立環境研究所

環境リスク・健康研究センター リスク管理戦略研究室室長 櫻井 健郎

(4) ディスカッション

(参)：参加者 (助)：助言者・有識者

今回の調査結果についての質問及び情報交換事項について、提案機関から趣旨説明を行ってから討論を行った。

No.1 ばいじんから溶出する六価クロムの分析について [質問・情報交換事項]

(参-1) 実際のばいじん試料には、様々な妨害物質（共存物質）が含まれているがおり、そのような試料でも三価クロムを除去し原子吸光法や ICP 質量分析法で測定することができるのか。また、ジフェニルカルバジド吸光光度法でも、酸化性物質、還元性物質等が含まれる場合の操作方法は明確には記載されていない。実際に今回の精度管理調査のばいじん試料の六価クロムの結果を見ると変動係数も非常に大きくばらつきがあり、多くの分析機関で苦勞しているのではないかと思いますので、ばいじん試料の六価クロムの測定方法をもう少し明確に示してもらえないか。

(参-2) ばいじん中の六価クロム分析については経験が浅く、他機関にどのような分析法で実施しているかお伺いしたい。また、留意点等がありましたらご教示願いたい。

(有) (1) 妨害を完全に除いたときの真値について

- ・報告値のばらつきが大きくて、今回の結果からはわからない

(2) 妨害の除去について

- ・マトリクスの影響が大きく、添加回収試験をしてから真値を検討する必要がある。
- ・JIS K0102には妨害を除く方法がいくつか記載されているが、今回の試料の分析に対して決め手になるものは今の段階ではない。その上で必要な操作は、酸化する物質と還元する物質を除くことであるが、それではカルシウムイオンが今回の試料では多すぎて除くことができない。カルシウムイオンは硫酸酸性にすると沈殿するので、この試料を機器分析することは難しい。
- ・今回の試料では、六価クロムだけ抽出する方法がいい。
- ・妨害を除く全ての方法を試すことは難しい。

(3) 速やかな分析について 鉛など他の金属で分析時間の影響がみられている

- ・六価クロムに限らず全ての金属で試料の調製まで滞りなく行うのがいい。
- ・今回の調査の六価クロムについては、分析時間の影響に対する評価は難しい。分析に時間をかけると六価クロムから三価クロムへの変換もある。今回のケースでは、報告値のばらつきが大きいのでわからない。

No. 2 水質試料中の金属元素測定時の前処理について [情報交換事項]

(参) ICP 発光分光分析法で金属元素測定を行っているが、鉄や銅といった項目において、ブランクで数～数十 ppb レベルの検出が確認される事案があり、前処理時の汚染を懸念している。そこで、各機関において金属元素分析にかかる前処理時の汚染の確認方法、前処理法及び器具の取扱いについて御教示いただきたい。

(助) ブロック会議参加機関からのコメントにあるとおりだと思う。場合によっては希硝酸の処理の後に塩酸処理をしても良いと思う。 ・プラスチック容器を使ってもいいが、ガラス容器を繰り返し使っても良いと思う。

(参) ろ過のためのろ紙の材質について教えてほしい。PTFE 製のろ紙を使うと鉛の溶出率が下がると聞いている。

(助) 今回の調査結果からはわからない。報告値のばらつきが大きいからかもしれない。ろ紙の材質よりも作業そのものでばらつく。粒子状物質がありろ過のため長時間引圧にすると、溶液中の濃度が変わることがある。粒子状物質が多いときには、ろ過の前に遠心分離をする、ろ紙を複数枚使用するなど、工夫することが必要かもしれない。

No. 3 基準値がない分析項目の検出下限値の算出方法について [要望]

(参) 本調査の銅のように該当する基準値がない項目を試験項目とする場合、機関によって下限値が異なるため、設定濃度が低い場合には「ND」という結果が多くなる可能性があり、定量値のばらつきを評価するという本調査の目的が達成できなくなる恐れがある。

今後の調査では基準値がない項目を試験項目とする場合には下限値の算出方法を示す等の検討をお願いしたい。

⇒ 要望事項のため、環境省への要望とした。

No. 4 ジクロロメタンのブランク低減方法について [情報交換事項]

- (参) ジクロロメタンの分析において、ブランクが高くなる問題がある。パーミアンドトラップ法で分析しているが、検量線の直線式が原点を通らないことがある。ブランクとして使用しているミネラルウォーターをヘリウムガスで1時間パージしてブランク値をある程度低減していますが、より効果的な低減方法について検討しているところである。他機関におけるジクロロメタンのブランク低減方法についてご教示願いたい。
- (助) ブランク水は参加機関の回答に示されているものを使っていて、ブランクに困った経験はない。水由来のブランクではないかもしれない。ブランクの原因には水のほか、ガラス器具、装置のキャリーオーバー、ヘッドスペース法であれば、塩析に使用する塩がある。フタル酸エステル分析用の塩は溶媒で洗っていることがあるので、ブランクの原因になることがある。特級の塩の方がいい。また、使用前に強熱することもブランク低減につながる。装置が原因かどうかを確かめるには、装置を8時間くらい置き、ブランクランと分析を行い、両者を比較するとよい。