

# 平成 28 年度第 2 回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 29 年 3 月 2 日(木) 13 : 30 ~ 16 : 00

会場 富山県民会館 302 号室(富山市新総曲輪 4 番 18 号)

## 1 開会

## 2 挨拶

富山県環境科学センター所長

浦田 裕治

## 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長補佐

石関 延之

### (2) 平成 28 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次長

鹿島 勇治

### (3) 環境測定分析における留意点及び精度管理について

東洋大学生命科学部応用生物科学科教授

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

元愛媛大学農学部

松田 宗明

## 4 質疑応答

(参):参加者 (助):助言者・有識者 (事)事務局

### (1) 廃棄物(ばいじん)試料

(参) 六価クロムをジフェニルカルバジド吸光光度法で測定しようとしたが、硫酸を加えると白色沈殿が生じ、発色しなかった。代わりに硝酸を加えた場合、白色沈殿は生じなかったものの発色も認められず、やはり測定できなかった。鉄共沈-原子吸光光度計又はICP-AESで測定する際も、共存物質による妨害を受けているように考えられた。このような場合の原因と対策についてご教示いただきたい。

(助) 試料には多量のカルシウムが含まれており、白色沈殿は硫酸カルシウムである。カルシウムが発色を妨害するメカニズムは、試薬が影響を受けているのか、六価クロムが影響を受けているのか不詳だが、非特異的な吸着など物理的な影響の可能性もある。

対策としては、JIS K 0102. 65. 2の備考に記されているリン酸緩衝液及び硫酸アルミニウムで処理する方法、試薬添加順の変更(ジフェニルカルバジド、硫酸の順に添加)、試料量を必要最小限にすること、硫酸の添加量を減らすこと等があり得る。

試料量を減らすと感度が落ちるので、長光路のセルを用い、上述の対策法を複数組み合わせることで、多少改善できると考えられる。

廃棄物試料は、一般にこのような共存物が多いと考えられるが、サンプルごとの個

別性が高いので、正直なところ、標準添加法で確認しながらやってみるしかない。

(参) 溶出液が強アルカリだったので、三価のクロムは水酸化物として全て沈殿し、ろ液には六価クロムしかないと考え、遠心分離後ろ過したろ液の全クロムの値をICP又は原子吸光光度計で測定し、その結果を六価クロムの値であると考えすることは可能か？

(助) 非特異的な吸着など共存物質が六価クロムに影響している可能性もあり得るので、ろ液に残ったものを全て六価クロムと捉えることは難しいと考える。

(参) 今回のように高濃度のカルシウムが含まれる等の試料を、希釈なしでICP-MSやICP-AESに導入しても大丈夫なのか。

(助) やめた方がよい。MSの方は特に気をつけるべき。

(参) 溶出試験の容器を縦置きとするか横置きとするかで、鉛の溶出試験結果に差があるが、理由について知見があれば教えていただきたい。

(助) おそらく容器の直径と振幅の関係の問題と考えている。今回は縦置きの方がよく攪拌されたということだろうが、容器サイズに依存する問題なので、一概にどちらの置き方がよいとは言えない。

## (2) 模擬水質試料

(参) 発泡性の試料の場合、採取・密栓後に気泡が生じることがあるが、保管中又は開栓時に留意すべき事項があれば教えて欲しい。

(助) 一般的には、採取後なるべく早く分析すること、また、保管中、開栓時に、振動・衝撃を与えないようにすること等が考えられる。今回の調査の範囲では、空隙率2%の試料であったが、特に問題は生じていない。

(参) 試料希釈時に、操作次第では試料中の揮発性有機化合物が揮発してしまうおそれもあるかと思うが、注意すべき点はあるか。

(助) 一般論としては、容器、試料及び希釈水を十分冷却し、必要量の希釈水をあらかじめバイアルに入れて密栓する。マイクロシリンジでバイアルキャップを貫通させ、針先が希釈水中にある状態で穏やかに試料を注入することが有効と考えられる。

## (3) 底質試料

(参) 当機関では、GC-MSの経年劣化による感度低下で、試料量の増量等の対応が必要だが、既に現状以上の増量は難しい状況にある。どのように対応すべきか。

(助) 使い方がよければ、GCは20~30年、MSは10~20年もつが、PCが壊れて本体が使いにくくなるというのが現状。また、本体より先に周辺機器、特に真空ポンプがよく壊れ、結局使いえなくなってしまう。

経年劣化への対応としては、適切に前処理を行う、高感度・高選択性のGC-MSで分解能1万2千~3千くらいまでで行う、膜厚の薄いS/Nの大きいカラムを用いる、より少ないPFKの導入量ロックマスを行う、MSの過剰な空焚きはMSが磁化して感度低下を招くので避けるなどがある。また、アナライザチューブ交換という手もあるが、経費がかかってしまう。

(4) その他

(参) 試料量を増量してもらいたい。今回のように前処理方法の検討や再測定が必要となる場合等としては量が不足している。

(事) 事務局としてもなるべく十分な量を用意できるよう留意しているが、実試料の場合は、まず濃度を確認してから調製することもあり、十分な量を確保できるとは限らないため、ご容赦願いたい。ただし、参加機関数の関係で試料に余剰が出た場合等には、現在は環境調査研修所で保管しており、再測定に提供することも可能なので、ご利用いただきたい。

5 次期開催機関挨拶

6 閉会