

# 平成29年度環境測定分析統一精度管理調査 ブロック会議

## 全参加者からの質問と回答

平成30年2月27日 長野市  
平成30年3月 6日 青森市  
平成30年3月 8日 北九州市  
平成30年3月 9日 広島市  
平成30年3月13日 福井市

## はじめに

ここに示しています質問と回答については、期限内（平成30年2月9日～2月19日）にあった質問です。

これまでと同様、後日ホームページに掲載します。ホームページへの掲載については、以下のように予定しています。

- ・ この場所（説明会）での意見などを含めた回答とします。
- ・ また、回答は表現等の整合性をとります。
- ・ 説明会での質問についても、その回答を掲載します。
- ・ 質問は、これからも受け付けており、随時掲載します。

## 1.1 共通

### (1) 公定法の整備等について

**Q1**

有害大気汚染物質について

有害大気汚染物質測定方法マニュアルについて、測定方法の追加の動きはありますか。

## 1.1 共通

### (1) 公定法の整備等について

**A1**

当該マニュアルには記載されていない六価クロムに関する測定方法の検討を進めており、作成できしだい公表する予定です。

## 1.1 共通

### (2) 今後の調査について

**Q2** 今年度の調査項目から、四塩化炭素が「劇物」となるとして削除されたが、今後、「劇物」となるような項目について統一精度管理における取り扱いはどのようになるのか。

## 1.1 共通

### (2) 今後の調査について-1

**A2** 次年度以降については、劇物も調査対象と出来るように事務局において調整中です。

## 1.1 共通

### (3) 今後の調査について-2

**Q3** その他の試料「廃棄物」を毎年選択できるようにしてほしい。

## 共通

### (3) 今後の調査について-2

**A3**

本調査で取り上げている調査媒体や測定項目は、本調査の「今後の環境測定分析統一精度管理調査のあり方について」（平成28年）において、効果的に調査できるようにあらかじめ5カ年の計画がされています。

次回の計画策定時に、議題の一つとして取り上げることを検討します。

## 1.1 共通

### (4) 調査方法について

**Q4** 報告下限値を明示するか、下限値分析を実施しそれを報告することがわかるよう明示してほしい。日常分析では下限値が取れていることの確認は行っているが、有害大気汚染物質調査とは異なり毎回下限値を報告していない(対象、項目ごとにあらかじめ報告下限値を決めている)。

## 1.1 共通

### (4) 調査方法について

**A4** 次年度の実施要領に明記する方向で検討します。

## 1.1 共通

### (5) 解析方法について

**Q5** 下限値未満の報告が、異常値の棄却と同様に取り扱われている。意味が違うものであるので、区別して取り扱ってはいいかがか。

## 1.1 共通

### (5) 解析方法について

**A5** 解析方法については過去の経緯等がある事から、検討会・調査部会で議論し、必要であれば変更する方向で検討します。

## 2. 模擬排水試料

2.1	COD	1件
2.2	BOD	7件
2.3	ふっ素	5件
2.4	ほう素	2件
2.5	TOC	0件
2.6	その他	(試料量)

## 2. 1 COD

**Q6**

硝酸銀を硫酸を入れる前に加えたとき、あるいは海水を含む検体を測定するときに硫酸銀と5分程度しか反応させなかったとき、の2つの場合について検査結果にどの程度の影響が出るかご教示いただきたい。

## 2. 1 COD

### A6 (回答)

COD測定は溶液化学反応(主に酸化還元および沈殿反応)に基づく測定であり、その値は試薬、器具、操作条件に応じて変化するため、法規制に引用された公定法(例えば、JIS K0102)で規定した条件で行う必要があります。ご質問の硝酸銀の添加を硫酸酸性化の前に行うことですが、塩化物イオンのマスキングを含む共存物質との反応にpH依存性があれば影響を与える可能性があると思います。

また、海水試料と硫酸銀との反応時間についてですが、5分で十分かどうかを予備試験しておいた方が良いと思います。過去の報告(文献1)では硫酸銀は硝酸銀よりも反応が遅いと考え、長い攪拌子を高速攪拌し反応効率を上げ、かつ比較的長時間(30分)でマスキング処理を行っています。

鷹野ら、「海水のCOD分析についての一考察」、岡山県環境保健センター一年報 32, 31-34, 2008.

## 2. 2 BOD (1)

- Q7** 市販の植種菌製剤の取り扱いについて。
1. 保存方法、保存期間
  2. 活性度が落ちる要因
  3. ろ過の必要はあるか？
  4. 活性度が低い場合の対応方法
  5. 活性度がどの程度低下した場合に、使用に適さないと判断すべきか

## 2. 2 BOD (1)

### A7 (回答)

1. 基本的に製造メーカーの指示通りにしてください。

(参考: 常温保存とされている製剤を開封後5ヶ月冷蔵保存した場合、活性度が低くなったとの報告例あり。福岡県保健環境研究所年報vol.43, 82-86, 2016)

**注: 福岡県の報告はBODシード(常温保存、有効期限2年)を使用**

2. (「落ちる」というより「上がらない」という感覚だと思いますが) 生物製剤で、ロットによるばらつきもよくいられていますので、元々低いものもあるようです。製剤の保管中に一部死滅したり、元気が無くなって、規定通りに作ってもバクテリアが十分に増殖しないためと思われます。

3. 今回の調査では調べておらず、基本的にメーカーの指示通りが良いと思いますが、邪魔に感じるようであればろ過して良いと思います。メーカーの取説等では、「そのまま分散させておく」(BODシード)、「取り除く」(ポリシード)となっています。

## 2. 2 BOD (1)

### A7 (回答続き)

4. 最も難しい問題で、カプセルの使用量を増やす、ばっ気時間を長くする、といったことが行われています。今回の調査では回答数は少ないのですが、植種液の調製の際に24時間ばっ気を行った場合、活性度が229及び224 mg/Lという値が報告されています。また、上述したように製剤のロットによる違いもいわれていますので、別ロットの製剤に変えることも行われています。(製剤の問題ではありませんが、ばっ気空気の洗浄も行うと良いと思います。)

5. JISでは、グルコース・グルタミン酸混合標準液のBODが $220 \pm 10$  mg/L程度とありますので、210 mg/Lが下限の指標となります。あとは、どこまで厳格に考えるかですが、今回の調査では、200 mg/L以上 250 mg/L未満では、市販品と市販品以外で差がありませんでしたので、目安にされると良いと思います。

## 2. 2 BOD (2)

**Q8** 原液からの希釈について。

1. 他の機関では何を用いて希釈しているか（超純水、蒸留水、BOD希釈水）、又その割合は？
2. 他の機関の希釈段数を倍率をご教示ください。
3. 希釈の際に植種はどのようなものが使われているかご教示ください。
4. 希釈には蒸留水を用いたが問題はないか？  
（植種希釈水を用いるべきであったか？）

## 2. 2 BOD (2)

### A8 (回答)

1. 今回の調査の実施要領で、「送付した試料を10倍以上に希釈したものを分析試料とし、そこから規定の希釈を行って分析を行う」となっています。使用した水としては、蒸留水が約4割、超純水が約3割で、イオン交換水が2割弱、その他約1割でした。10倍以上に希釈後の希釈試料の調製については全て植種希釈水が使われていました。(最初の希釈についても希釈水ないし植種希釈水が使われた可能性はありますが、その点は調べていませんので不明です。)
2. 希釈段階は、3段階で行ったところが147回答と最も多く、次いで4段階(70回答)、5段階(58回答)の順でした。倍率は溶存酸素消費率が70~40%に入っていたのは40~100倍程度で、50~80倍程度の値を報告された回答が多かったです。
3. 前述の通り(2.2.5 要因別の解析1)
4. 1. で述べたとおり最初の希釈では問題ありません。次回調査の際はこうした点もきちんと指示するよう検討したいと思います。

## 2. 2 BOD (3)

**Q9** ばっ気方法、培養時間について。

1. 試料のばっ気はどのように行うのがよいか？  
(エアーポンプで吹き込むのとスターラーで攪拌する方法とどちらが適切か？スターラーで攪拌する場合、時間はどのくらい必要か？)
2. D1は希釈試料を調整してから15分後に測定とあるが、どこまで厳密にする必要があるか（±何分まで可？）。D2の培養時間における5日の許容範囲は120時間±何時間まで可か？

## 2. 2 BOD (3)

### A9 (回答)

1. 今回の調査では、ばっ気の方法については質問しておらず、明確な回答はありません。JISでは希釈液調製の際に用いる水について、注(2)で、ばっ気に際しては洗浄した空気を通すことが推奨されていますので、空気の洗浄を考えると、エアープンプをおすすめします。

ばっ気時間は、試料の温度等、状態により異なりますので、一概には言えませんが、試料が20℃に十分なじむ時間+ $\alpha$ 程度が良いと思います。

2. どの程度までが許容範囲かということを示すことはできません。実際の分析では、溶存酸素の定量操作にかかる時間もありますので、D1の15分が厳密でなくても大きな問題はないと思います(希釈試料を調整して落ち着かせる程度なので)。ただ、こうした決まり事は、守って行うことが重要ですので、例えば、タイマーをセットして15分たったら、溶存酸素の測定操作にかかるといった流れで、考えていただければと思います。

D2についても、5日間培養した結果が、短時間の違いで大きく変動することは考え難いと思います。分析全体の流れの中で、時間単位で考えていただければと思います。

## 2. 2 BOD (4)

### Q10 DOの測定について。

隔膜電極法を用いてDO測定を行っていた際、読み取り値の安定が遅く検査がスムーズに進まないことがあった。測定中は検体の攪拌をマグネティックスターラーで行っていたが、攪拌不足以外にドリフトの原因として考えられるものがあれば、ご教示いただきたい。

## 2. 2 BOD (4)

### A10 (回答)

まず考えなくてはいけないこととしては、温度があります。気温と液温に違いがある場合に不安定になりますので、できるだけ一致させた条件下で測定してください。また、これに関連してマグネチックスタラーからの熱にも注意が必要です。回転数が早い、長時間使用しているといった場合に、熱を持ちますので注意してください。次に、電極の汚染・劣化があります。電極に汚れ等があると安定しにくくなります。校正時によく観察して、安定に時間がかかるようでしたら、洗浄や部品の交換等を行ってください。

## 1. 3 ふっ素 (1)

### Q11 蒸留操作について (1)

イオンクロマトでの測定において、未蒸留の試料ではふっ素と塩素の間には何もピークが検出されていなかったが、蒸留後の試料ではふっ素に近接してピークが検出された。この原因について、知見があればお伺いしたい。

# 1. 3 ふっ素 (1)

## A11 (回答)

イオンクロマトの回答の添付資料を見ると、蒸留操作を行った場合、確かに、フッ素イオンと塩化物イオンの間にピークが見られます。蒸留操作により生成ないし混入した物質と思われるのですが、イオンクロマトで蒸留操作を行った回答が少なく、また、回答によりピークの大きさ等が異なるため、現時点で、原因ははっきりしておりません。

ただし、今年度の試料ではふっ素源として、テトラフルオロホウ酸カリウム ( $\text{KBF}_4$ ) を用いています。テトラフルオロホウ酸が分解するとふっ化物イオン ( $\text{F}^-$ ) とほう酸 ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) が生じることから、当該の成分がほう酸である可能性は否定できません。  
ん。(参考文献:「テトラフルオロホウ酸イオンの生成・分解反応の化学平衡と簡易計測への適用」, 電力中央研究所所報, 研究報告: V09018, 平成22年7月)

## 2. 3 ふっ素 (2)

### Q12 蒸留操作について (2)

JIS K 0102では、蒸留に用いる二酸化ケイ素は「結晶質のもので粒経100~150  $\mu\text{m}$ 程度のものを用いるとあり、品質が分からない場合には「白金るつぼ中で1150°C以上で約1時間加熱し、デシケーター中で法令したのものを用いる。」とあるが、加熱せずに使用した場合、どのような問題があるか？

加熱せずに使用しても問題ないメーカー・グレードの二酸化ケイ素があればご教示いただきたい。

## 2. 3 ふっ素 (2)

**A12** 二酸化ケイ素の品質がふっ素の定量値に及ぼす影響については、岡田ら（日本化学会誌，1991(7)，973~978）が詳細に検討しています。密度の小さい多孔質の二酸化ケイ素を水蒸気蒸留に使用すると、ふっ素が不揮発性物質となって表面に付着するために、回収率が低下する結果が得られています。このような多孔質の二酸化ケイ素でも、1150℃以上で強熱することで回収率が改善するため、JIS K 0102 34.1では品質が分からない場合には1150℃以上での強熱処理をすることとされています。なお、JIS K 8885では強熱減量6%以下とされていますが、水蒸気蒸留に使用する品質としては強熱減量0.1%以下の多孔性物質を含まないものが望ましいようです。

実際に使用する際には、事前に必ず添加回収試験を実施し、回収率を確認してください。

## 2. 3 ふっ素 (3)

### Q13 蒸留操作について (3)

ブランク水や実試料を用いた添加回収試験において、回収率が80%程度しか取れない、あるいは安定していない。

回収率を向上させる上で注意すべき点やコツ等をご教示いただきたい。

## 2. 3 ふっ素 (3)

### A13 (回答)

温度(145±5°C)が不十分あるいは留出速度(3~5 mL)が速すぎる場合、あるいは蒸留時間が不十分(受け器の容量が220 mL程度まで;50~70分のはず)な場合には、ふっ素の回収率が低下します。今回の調査でも、留意点として「温度、留出速度に注意した」というコメントが多くされており、十分注意していただければと思います。また、蒸留操作の回ごとに温度や速度条件等が一定でなければ、回収率の再現性が低下しますので注意してください。

## 2. 3 ふっ素 (4)

### Q14 蒸留操作について (4)

塩化物イオンが多い検体の分析方法について、過塩素酸の代わりに硫酸を用い、さらに硫酸銀を添加する方法があるが、公定法には採用されていない。

このような試料について、他の機関ではどのように測定を行っているかご教示いただきたい。

## 1. 3 ふっ素 (4)

### A9 (回答)

塩化物イオンが多い試料の場合に、硫酸銀又は過塩素酸銀を加えて、塩化銀として固定する方法も行われており、今回の調査でも、「硫酸銀を添加した」「添加を検討した」といったコメントが寄せられています。

一般には試料に含まれる塩化物イオンに見合った量（当量は塩化物イオン100 mgあたり、硫酸銀440 mg、過塩素酸銀585 mg）を加えていると思われませんが、調査の対象としていなかったため、詳細は不明です。

## 2. 3 ふっ素 (5)

### Q10 試料量について

今回の試料では、試料量が蒸留するのに十分でないことから、結果に影響するような妨害成分は含まれていないものと推測し、蒸留しないで分析した。

この推測の妥当性、蒸留の要・不要、蒸留が必要ということであれば共通試料の量は適切であったか、について見解をお伺いしたい。

## 1. 3 ふっ素 (5)

**A10** JISにも記述があるように、ふっ素化合物はフッ化物イオン、金属ふっ化物などの総称であり、目視ではその化学形態は判断できません。JISで採用されている分析法は、原理的にふっ化物イオンを対象とする分析法なので、必ず蒸留操作が必要です。ふっ素の工業利用は多岐にわたり、様々なふっ素化合物が排水に含まれることが考えられますので、蒸留の要・不要という判断は非常に困難です。

公定法に準拠し、排水分析の際には必ず蒸留操作を実施することを徹底してください。本年度の調査では、ふっ素源としてフッ化物イオンとテトラフルオロほう酸イオンが用いられたので、蒸留操作なしでは正確な分析はできませんでした。試料量は余裕があったとは言えませんが、不適切であったとまでは言えないと思われれます。

## 2. 4 ほう素

### Q11 試料について

・ 今回の試料に限ってアゾメチンH法がICP-MS法と比較して1/10の値であった。妨害物質は特に認められなかったが、どのような要因が考えられるか。

・ 今回、アゾメチンH吸光光度法を適用した全施設の測定値が棄却されており、原稿の分析方法が適さない化合物の存在が明らかとなっている。

効果的な前処理方法等についてご教示いただきたい。

なお、JISに記載はないが、硝酸酸性状態で加熱(100°C10分)による前処理を行ったところ、検定範囲内の結果となった。

## 2. 4 ほう素

**A11** アゾメチンH吸光光度法は、JISにも記載があるようにほう酸を対象とした分析法です。今回の共通試料に含まれるほう素は、テトラフルオロほう酸イオンなので、アゾメチンHとは錯体を生成しません。テトラフルオロほう酸イオンを吸光光度法で測定するのであれば、メチレンブルー吸光光度法を使用してください。ただし、メチレンブルー吸光光度法では、陰イオン界面活性剤を除去する操作の過程でテトラフルオロほう酸イオンが除去されるため、注（2）の炭酸ナトリウム融解が必要となりますので注意してください。なお、硝酸処理により測定値が改善したことから、酸化処理によりほう酸イオンが生成していることが示唆されます。

## 2. 4 ほう素 (2)

### Q11 内標準について

・ J I S K 0 1 0 2において、定量法として内標準法によることができる」とあり、内標準物質としてイットリウムが規定されているが、その理由があればご教示願いたい。また、コバルトのように測定波長ならびに質量数がほう素とより近いものを内標準物質として用いることは適当かお伺いしたい。

## 2. 4 ほう素(2)

### A11(1)

JIS K 0102ではICP-AESにおける内標準元素としてYが例示されています。これは、Yが排水中にほとんど含まれていないために、ただし、Bの主な発光線(247.9 nm)は原子線ですので、イオン線であるY 371 nmを使用すると、高マトリックス試料を測定する際には補正が困難となります。このような場合には、例えば原子線であるAu 242.8 nmを使用する(ICP発光分析, 共立出版, p. 85) ことで補正が適切に実施できます。

## 2. 4 ほう素(2)

### A11(2)

ICP-MSにおける内標準には、Y及びInが指定されています。これも排水中の存在度が小さいことが理由ですが、いずれの元素も質量数がBとはかなり異なりますので、質量数 ( $m/z$ ) の近いBeを使用する方が適切であると考えられます。

いずれにしても、内標準を選択する際には事前に定性分析により候補をいくつか選択し、ICP-AESの場合には原子線・イオン線をそろえた上で波長の近い元素を、ICP-MSの場合には質量数とイオン化エネルギーの近い元素を選択し、添加回収試験や標準物質の分析によりその妥当性を確認してください。

## 2. 5 TOC

質問なし

## 1. 6 その他

### Q11 試料量について

1. BODが項目となるときは、水質試料の試料量の増加について検討していただきたい。
2. (BOD) 検査に要する試料の量について、複数の検査対象物質を測定する際に不足しないよう余裕を持たせてほしい。
3. (ふっ素) 今回の試料では、試料量が蒸留するのに十分でないことから、結果に影響するような妨害成分は含まれていないものと推測し、蒸留しないで分析した。この推測の妥当性、蒸留の要・不要、蒸留が必要ということであれば共通試料の量は適切であったか、について見解をお伺いしたい。

## 1. 6 その他

### A11 (回答)

実施要領にも記載しておりますが、送付している試料量は十分な量となるように、あらかじめ計画して配布しております。

実施要領「(4)一般項目の分析方法」：「この試料の分析対象項目は、ほう素を除いて公共用水域の水よりも高濃度に調製しており、例えば、BOD等の測定に際しては、送付した共通試料1を10倍以上希釈したものを分析試料とし、そこから規定の希釈を行って分析を行う事を想定した試料量としている。そのため、5項目全てを分析する場合等、試料の分取量については注意する。」

次回以降に同様な懸念がある場合には、試料ボトルのラベル等に、より強く注意を促すこと等を検討します。

### 3. 模擬排ガス試料 (窒素酸化物等の分析)

3.1 NO<sub>x</sub>      0件

3.2 SO<sub>x</sub>      1件

## 3. 1 NOx

質問なし

## 3. 2 SO<sub>x</sub>

**Q12** 通常、硫黄酸化物の測定にあたっては大気試料を現場で過酸化水素の吸収させて分析しており、テドラバッグからの捕集に慣れていなかった。今回のような大気試料を補修する際のコツ、具体的な方法等があればご教示いただきたい。

# A12(1)

# 3. 2 SOx

質問中にあるように、通常、硫黄酸化物の測定にあたっては「排ガスを現場で「過酸化水素水に20 L（流量1～2 L/min）程度吸収させ分析」していると思います。この調査では、プッシュ缶に入った試料ガス（約7 L）であり、本来行わない操作方法「テドラバッグ（袋）に試料ガスを移してから吸収させ分析」が多かったと思われます。

○試料ガス組成が変わらないように注意する

袋へガスを移すとき、事前に袋中に少量の試料ガスを入れて排出した後に試料ガスを入れる等の操作を行い（プッシュ缶にから袋へガスを移すときは、袋にノズルを付けて行うとよい）、速やかに栓をする。なお、特定悪臭物質の採取方法に規定されている「袋を吸引ケースに入れて減圧吸引する装置」を用いる場合には、多くのガス量が必要であり、望ましくないと考えられる。

○試料ガスのリーク、吸収不足がないように注意する

試料の入った袋、吸収瓶（2個）、次いでポンプ、ガスメーター等を接続して、ポンプで吸引・吸収させている例が多いと思います。このときにはガスのリークがないように（特に接続部分に）注意し、過酸化水素水（吸収液）で吸収する。調査結果でのガス量は1～4 L程度（1 Lが多い）であり、現場での20 L程度よりも少ないため、少しのリークや吸収不足もその影響は大きくなるので注意する（また、ガス量が少ないため、流量（L/min）も少なくした方が操作性がよいと思われます）。

# A12(2)

# 3. 2 SOx

○操作は速やかに行う

プッシュ缶から袋へガスを移した後、速やかに吸収液に吸収させる。

○その他

吸着性・腐食性の少ないガラス製の器具等、適切なものを使用する。接続のシリコンゴム管等は、古いものは使用しない方がよいと考えられる。

以上のように、具体的な方法や注意点等は、ガス（試料）の取り扱いと大きく変わらないと考えられます。

## 4. 模擬水質試料 (VOCの分析)

## 4. 1 1,1-ジクロロエチレン

**Q13** 1,1-ジクロロエチレン等の分析にあたって、試料の希釈操作の有無による測定値の違いについての評価、説明をお伺いしたい。

# 4. 1. 1,1-ジクロロエチレン

## A13 (回答)

- 1,1-ジクロロエチレンは、他の分析種に比べて沸点が低く、試料の希釈操作中に揮散・消失する可能性が比較的高い。
- 表1に分析法別に希釈の有無によって設けた4水準間の平均値、室間CV%の検定結果を示す。
- 平均値には有意差が認められず、室間CV%がパージ・トラップ法で希釈なしがヘッドスペース法で希釈ありに比べて有意に小さかった。
- 本分析種では、検量線の位置(検量線の最高濃度の応答値に対する検体の応答値の比)について設けた水準間で、0.75以上の水準が0.75未満の水準に比べて有意に室間CV%が低かった。
- 検液の希釈により、検量線の位置が変化したことが、室間CV%の変化として間接的に観察された可能性が考えられる。
- 希釈倍率と検量線の位置の関係を図1に示す。
- 希釈なし(図中倍率1)を含め倍率に関係なく、検量線の位置はばらついてはいたが、希釈倍率が大きくなるにつれて、検量線の位置が小さくなる傾向が見られた。
- 希釈倍率と報告値の関係を図2に示す。
- 両者の間に明瞭な関係は認められなかった。
- 本キャンペーンの結果からは、希釈操作により報告値の平均値に反映されるほどのロスがあったとはいえない。
- 室間CV%をわずかに大きくした可能性がある。
- しかしながら、この影響が希釈操作によるロスのような直接的影響か、検量線の位置が変化したことによる間接的な影響かは不明である。

表1 外れ値棄却後の解析  
希釈の有無と平均値・空間精度

分析法	希釈	水準	回答数	平均値	空間精度
パーティトラップ- GC/MS法	なし	1	27	0.0178	16.7%
	有り	2	21	0.0172	18.7%
ヘッドスペース- GC/MS法	なし	3	178	0.0165	17.4%
	有り	4	92	0.0161	19.5%

(注)精度の違いは水準間に見られないが、偏り(平均値の差)は以下の水準間に認められる。(危険率5%)平均値:1と4

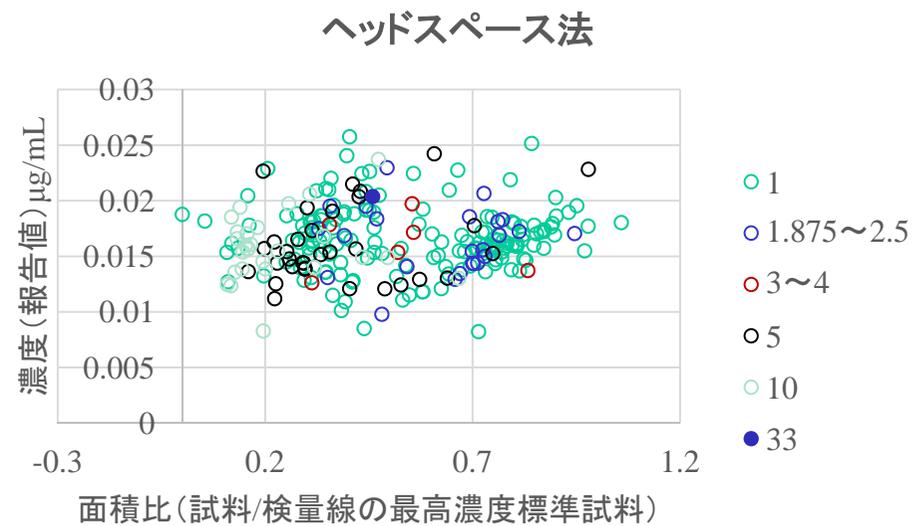
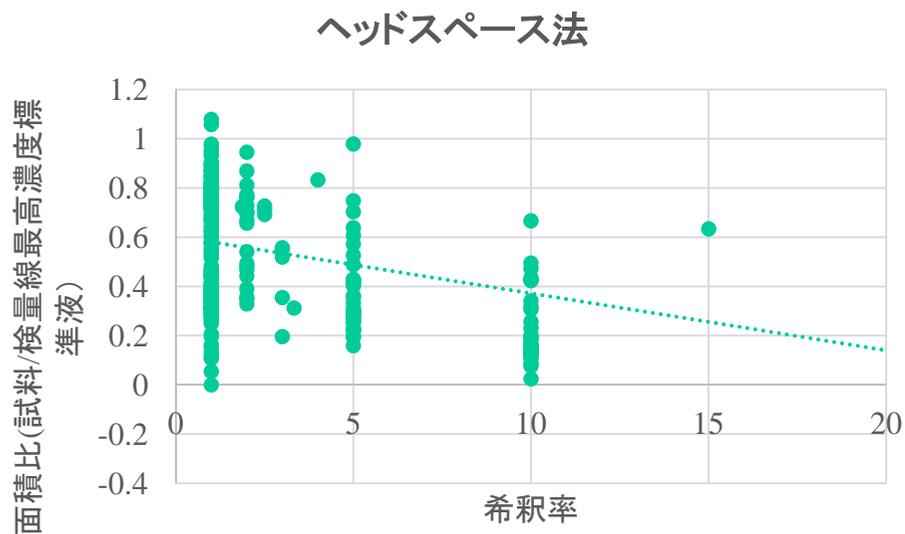
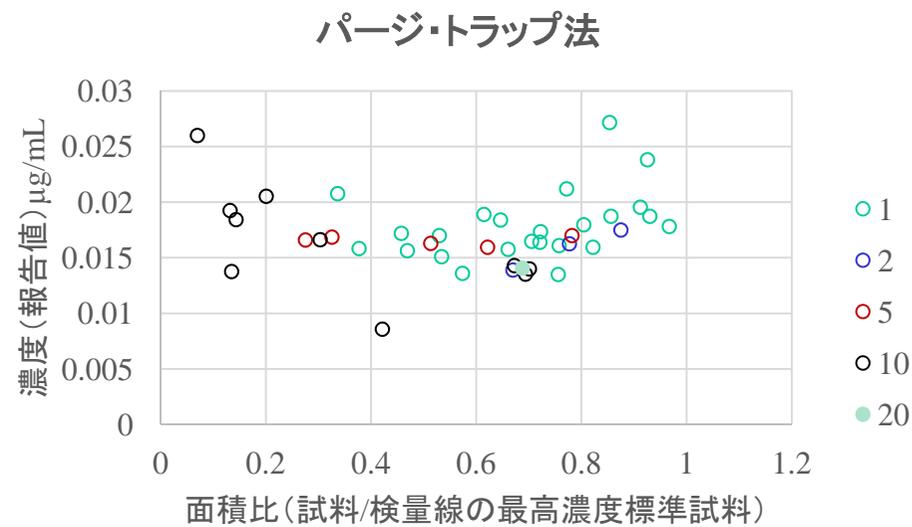
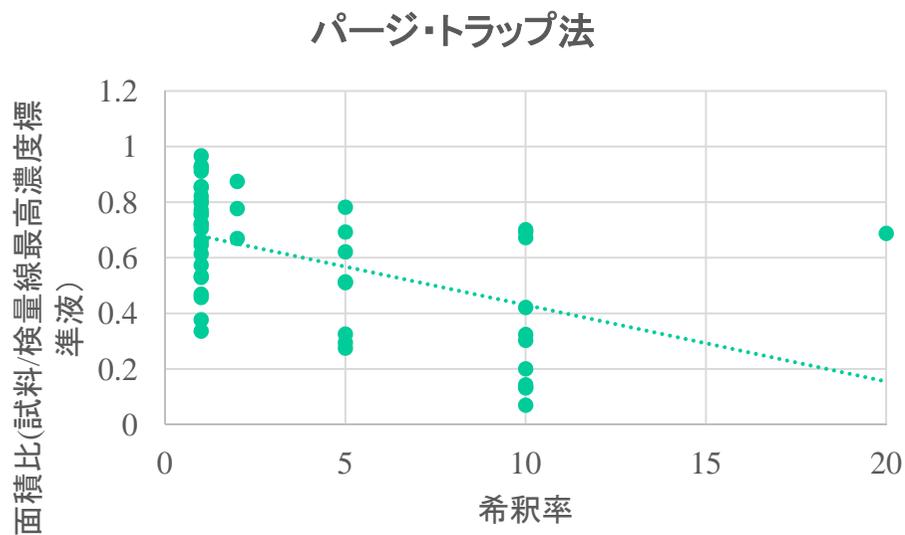


図1 希釈率と検量線濃度範囲の関係

図2 希釈率と報告値の関係

## 4. 1 1,1-ジクロロエチレン

**Q14** 平成29年度環境測定分析統一精度管理結果において、外れ値棄却後の平均値が設定濃度に対して82.5%と他の項目と比べて低くなっているが、その原因について知見があればご教示願いたい。

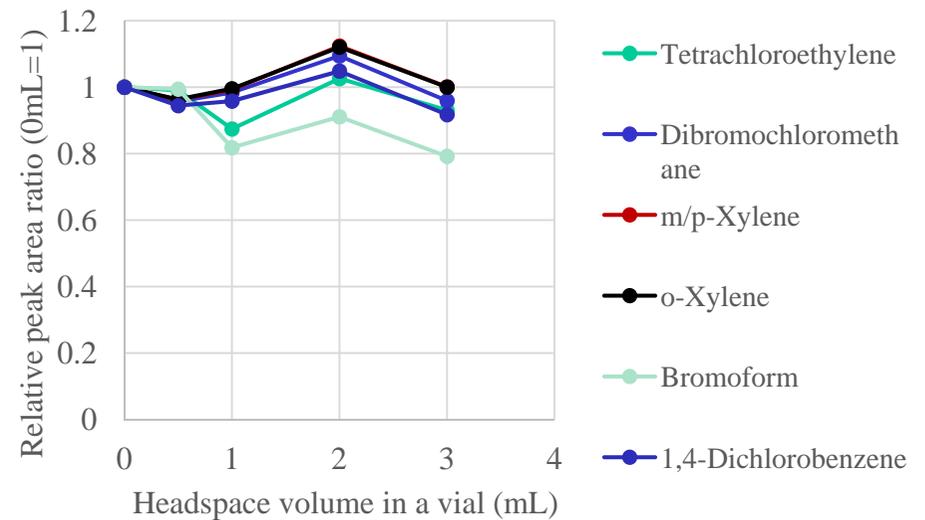
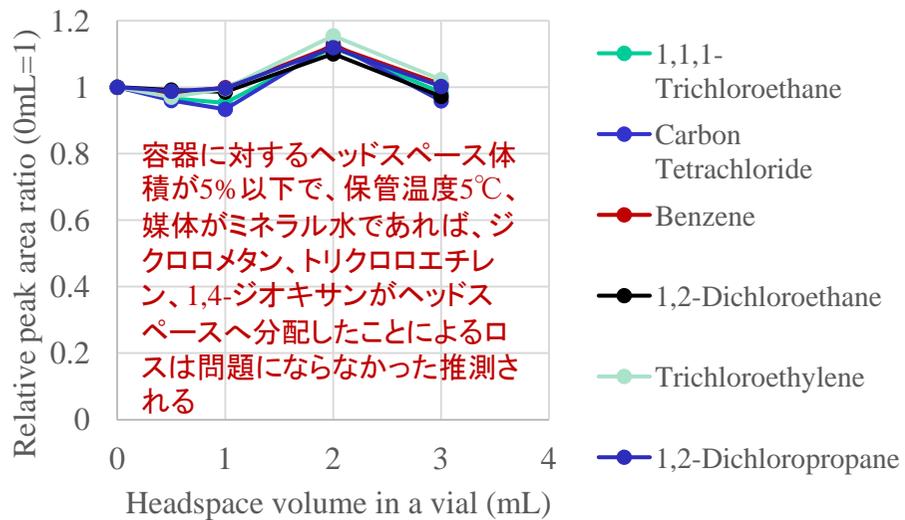
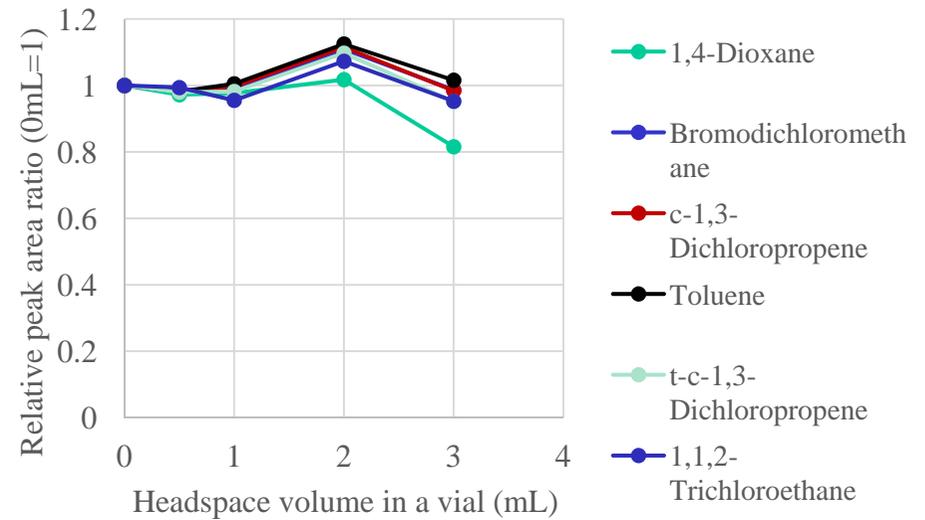
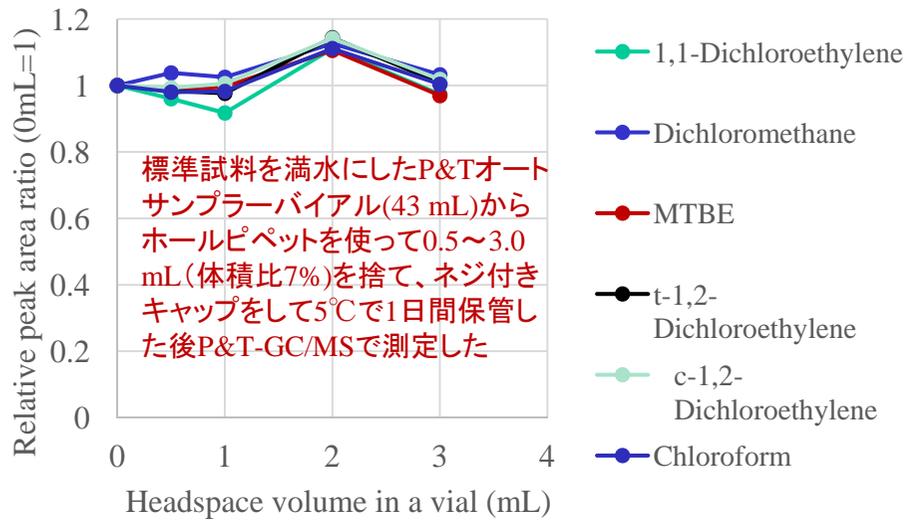
(参照項目である1,1,1-トリクロロエタン及びテトラクロロエチレンについても同様に設定濃度に対して82.0%及び78.0%と低くなっている。)

## 4. 1 1,1-ジクロロエチレン

### A14 (回答)

- 試料瓶保護のために設けた配付試料の空隙が測定結果に影響しないことは確認している (図3)。
- 水試料のVOC濃度 (0.20及び1.0 ng/mL) の1ヶ月間の安定性を確認している。
- 以上から、調製時に揮発性が高いVOCや水溶解度が低いVOCにおいて、試料調製時にロスが大きくなり、設定濃度よりも低くなったものと考えている。

# 図3 配布試料瓶の空際にVOCsが分配したことによるロスの推定試験結果



# 図4 水試料中のVOCの保存性

**試料調製:** evianボトルにVOC混合標準液を添加し、混合した試料液(750 mL)を43 mL容バイアルに分注した。

**試料保管:** 冷蔵庫(約6°C)でHS測定用検液調製時まで保管した。

**測定試料調製:** HS用バイアル(22 mL容)に塩化ナトリウム(3 g)、保管したバイアルビン試料10 mL、内標準溶液2  $\mu$ Lを添加した。

**定量:** HS-GC-MS(SIM)法で測定し、濃度段階ごとの保管期間0日の試料の内標準との比の平均を1として、33日間の濃度の変化を調べた。

**結果:** 1,1-ジクロロエチレンを含む25種のVOCについて、約1ヶ月の保管中に濃度減少は認められなかった。

