

令和3年度 環境測定分析統一精度管理調査 中国四国ブロック会議 議事録

日時 令和3年9月17日（金）13:30-15:30

会場 （一財）日本環境衛生センター

Web会議室（Webex）

1 開会 (司会進行 島根県保健環境科学研究所)

2 開催の挨拶

島根県保健環境科学研究所

所長 近藤 一幸 氏

環境省水・大気局総務課環境管理技術室

室長 鈴木 延昌 氏

3 議事

(1) 令和2年度環境測定分析統一精度管理調査 調査の概要

一般財団法人 日本環境衛生センター 環境事業第二部

係長 梶 史生 氏

(2) 環境測定分析における留意点及び精度管理について

1) 模擬排水試料（一般項目等）

麻布大学獣医学部 講師

杉田 和俊 氏

2) 模擬水質試料（農薬）

(元) 環境省環境調査研修所 主任教官

渡辺 靖二 氏

3) 模擬大気試料（無機元素）

環境省環境調査研修所 主任教官

藤森 英治 氏

4 質疑応答

(1) 模擬排水試料（一般項目等）について

Q1 BODの測定（初日）において、希釈した試料のD0が9.3mg/L程度を示すことがある。過ばっ気と思われるが、改善方法を教えて欲しい。

A1 規定どおり15分程度放置してから測定してもなお高い値を示すようなら、さらにしばらく放置してから測定すると安定して測れる。

Q2 今年度のBOD測定は硝酸還元菌の影響を見るのが大きな目的と考えているがいか

がか？

A2 硝酸還元菌の影響の確認は今回の目的のひとつ。令和2年度の課題として出てきたので、今回、令和3年度はそのあたりを明確に探求することを掲げている。

(2) 模擬水質試料（農薬）について

- Q1 農薬の混合標準液の保存について、市販されている農薬の混合標準液の保存方法は一般的には冷凍が望ましいと考えているが、冷凍の場合は吸着などの影響で濃度が低下する物質がある。冷凍と冷蔵のどちらが望ましいか？
- A1 市販されている農薬の混合標準液は冷凍で配布されているので、冷凍保存で問題ないとする。農薬の組み合わせによっては分解が心配される場合があるので、混合で販売されているもの以外の組み合わせで保存する場合は、保存性試験を行ってから保存する必要があると考える。また、混合標準液の保証期間は、極性のある物が入っている場合は半年、極性のないものだと1年くらいになっている。混合標準液を保証期間以上に保存することは避けてほしい。
- Q2 ジノテフランの分析が難しく、苦勞している。前処理、分析装置のどちらの影響が大きだろうか？
- A2 クロマトグラフィーをみないと判断できない。溶出時間が早い物質なので、調整溶媒が原因の可能性もある。個人的には、固層抽出には問題ないとする。

(3) 模擬大気試料（無機元素）について

- Q1 精度管理調査の範囲外だが、工場排水の分析にあたって ICP 質量分析法を用い、前処理を鉄共沈で行い六価クロムの分析をしているが、回収率が3割程度と、対応に苦心している。改善方法をご教示いただきたい。
- A1 六価クロムについては、いろいろな分野で問題となっている。鉄共沈の場合は、いかにクロムの価数を保ったまま前処理できるかが重要。中性域において鉄共沈で回収されるクロムの価数が変わってしまうため、前処理の際の pH 調整が不適切な場合は6価で沈殿させたつもりが、3価になってしまっている場合がある。また、サンプルによっては、6価で共沈させたつもりが、共存成分の影響によって3価に還元されてしまっている場合もある。いろいろなケースがあるための確なアドバイスはできかねる。全体的な話をすれば、『比色分析でクロムの色が見えない』といった問題もある。ジフェニルカルバジドと硫酸の添加順を替えると有効な場合もあるが、この課題も解決していない。廃棄物の溶出試験の分析法の検討においても、これらの課題について継続的に検討を行っているところであり、何らかの方法を提示したいと考えている。まずは、全クロムを測定してその結果が六価クロムの基準値の1/10以下であればとりあえず差し支えないと判断できる。その上で六価クロムの値を求めると良い。環境研修所でも大きな課題としてとらえており、いろいろと検討しているので、もう少し待ってほしい。
- Q2 PM2.5 の試料を分析する上で、ナトリウム、カリウムのインターフェイスへのメモリーについて、バックグラウンドはどのくらいを目指せばよいか？
- A2 大気中の濃度に換算した時の目標定量下限値を下回ることが目標。目標定量下限

値の値がバックグラウンド信号を超えないことが原則。試料の吸引時間を調整するなどしてみてはどうか。

Q3 ICP 質量分析法によるカルシウムの分析について、水素ガスを使って m/z 40 を使用して分析するのが理想ということか。水素ガスを使用して m/z 44 で分析してもよいか。

A3 水素ガスを使ってもアルゴンによる干渉がなくなるわけではない。 m/z 44 ではブランクはゼロになるが m/z 40 に比べて感度が下がる。感度の良い m/z 40 を使用すべき。カルシウムの測定だけを考えれば、水素ガスの流量を上げて意図的に感度を落とす手法もある。また、カルシウム 1mg/L の濃い標準液を別途準備して測定するのも手法のひとつ。

5 閉会（次期開催機関 徳島県立保健製薬環境センター）