

日時 令和4年7月22日（金）13:30-15:30

会場 環境省

Web会議室（Webex）

- 1 開会 (司会進行 横浜市環境科学研究所)

- 2 開催の挨拶
横浜市環境科学研究所 所長 百瀬 英雄 氏
環境省水・大気環境局総務課環境管理技術室 室長 鈴木 延昌 氏

- 3 令和3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 環境事業第二部 係長 梶 史生 氏

- 4 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）
（元）一般財団法人日本環境衛生センター 西尾 高好 氏
 - (2) 模擬水質試料（ノニルフェノール等）
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 氏
 - (3) 模擬大気試料（模擬PM2.5粒子）（無機元素）
国立研究開発法人産業技術総合研究所 環境創生研究部門
上級主任研究員 中里 哲也 氏

- 5 質疑応答
 - (1) 模擬排水試料（一般項目等）
 - Q1 事前質問①
BODについて、令和3年度調査においても依然ばらつきがあるように見えるが、硝化以外にもばらつきを生じる要因があると考えられるか。
A1（西尾専門員）
調査結果中には「植種液（市販品以外と市販品）による平均値の差はATU-BODで29 mg/L、BODで27 mg/Lと同程度であり、いずれも市販品の植種液が低値となっている」のような例（本編52ページ表2-2-1-2(6)等を参照）もあり、市販品での酸化は市販品以外と比較して不十分となっていることが想定される。ATU-BODは原理的に硝化がない炭素質の酸化のみを表すため、硝化以外として、ラクトース及びグリシンの炭素質の酸化についても植種液の種類によってばらつきが生じた可能性が

考えられる。なお、本年度の試料は、糖類（ラクトース）、有機窒素化合物（グリシン）、無機窒素化合物（亜硝酸ナトリウム及び塩化アンモニウム）を含んでいる。

Q2 当日質問①

COD分析では、30分間加熱後の5mmol/L過マンガン酸カリウムの残留量が4.5～6.5mlとなるような量の試料を採取することとなっており、滴定に要する5mmol/L過マンガン酸カリウム溶液量にすると3.5～5.5mlであるが、この範囲に入れるのはブランクを差し引いた値なのか、それとも試料の滴定値そのものなのかを教えてください。

A2（西尾専門員）

ブランクを差し引かない、試料の滴定値そのものである。

Q3 当日質問②

CODの結果を見ると、外れ値にはなっていないものの、水浴中の温度が80℃未満のものや試料の保存温度が10℃を超えているものなど、公定法とは異なる分析方法による結果も統計上含まれていると思うが、そのような結果を別々に評価するお考えがあるのかお聞かせいただきたい。

A3（西尾専門員）

水浴中の温度が80℃未満や80～90℃で分析したと回答した機関もあるが、分析結果としては100℃前後の場合とそこまで変わらない結果となっており、実際には沸騰水を使用しているのではないかと考えている。なお、水浴中の温度が80℃未満のように公定法と異なる条件が報告されていたとしても、これらの報告値も含めて解析し、分析結果への影響を調査することとしている。

Q4 当日質問③

分析開始までの試料保存日数が2週間を超える機関が多くあるようだが、有機物は変化しやすいため保存日数が長いのは好ましくないと考えている。その辺はどのようにお考えか。

A4（西尾専門員）

試料保存日数が長い機関でも基本的に10℃以下で保存している。河川水など濃度の低い試料以外であれば、それほど結果に影響しないと個人的には考えており、少なくとも今回の試料では影響は見られない。

Q5 当日質問④

全燐の分析では、発色の際、吸光光度法と流れ分析法のいずれにおいても、試薬としてモリブデン酸アンモニウムが一般的に使用されると思うが、最近、流れ分析

法におけるメーカー推奨の試薬として、モリブデン酸二ナトリウム二水和物を使う事例が多く見受けられる。モリブデン酸二ナトリウム二水和物を使うに際して、注意点やモリブデン酸アンモニウムとの違いについて教えていただきたい。

A5（西尾専門員）

流れ分析法では有機・無機態の燐化合物の分解率等を調べることになっている。そこで妥当性が確認できればどちらの方法でも構わないのではないか。（今年の調査では、各種の燐化合物で流れ分析の分解率等の確認を行った機関は、各10%未満であった。多くの機関が機器を信用して分析を行っているようだが、その辺は少し問題があるように思う。）なお、メーカーによると「モリブデン酸アンモニウムは、分析装置を全窒素分析に切り替えたときに汚染源になるが、モリブデン酸二ナトリウムは汚染源にならない」とのことである（会議後追加）。

(2) 模擬水質試料（ノニルフェノール等）

Q1 当日質問①

6月に開催された結果説明会において、事前質問に対する回答の中に、マトリックス効果が見られた場合の対処法として、ポリエチレングリコール溶液の添加が挙げられおり、ポリエチレングリコール300を使用する方法が例示されていた。ポリエチレングリコールには200、300、400などの種類があるが、選び方について考え方をご教示いただきたい。

A1（小林専門員）

結果説明会でどのような説明がなされたか把握していないため、300を選択した理由は分かりかねる。私自身もマトリックス効果の対策としてポリエチレングリコールを使うことはあるが、ポリエチレングリコールの添加にはメリットとデメリットがあるため、状況による。まずは、感度変動などの装置状態の確認や、カラムやインサートの状態など吸着しやすい要因を取り除くことから試してみしてほしい。

(3) 模擬大気試料（模擬PM2.5粒子）（無機元素）

Q1 事前質問①

今回、当該試料の分析を担当したが、粉体試料を扱った経験がほとんどなく、試料の分取、秤量、酸分解等、試料の扱いに苦労した。粉体試料を扱う上での注意点、コツなどあればご教示いただきたい。

A1（藤森専門員）

粉体試料を分取する際には、成分の偏在を防止するために事前に軽く振り混ぜることが大事である。また偏在を防いで代表値を得るためには、試料を数十mg採取することが一般的であると思うが、最小表示桁が小さい天秤のほうが正確な測定ができるため、数十mg採取する場合は0.1mg以下の桁まで測定できる精密な天秤を使用する

ことが望ましい。同時に、秤取の際の静電気の影響を防止するために、天秤や分解容器の静電気除去装置の使用が推奨される。分解に使用する酸は、試料や目的成分によって適切に選択し（有機物を含むか、ケイ酸塩を含むか、難分解性酸化物を含むかなど）、加熱温度、加熱時間等も試料ごとに最適化する必要がある。その他、試料量を減らしてみるなど、条件を調整して分解に努めることが大事である。分解条件については、文献やメーカー等の技術資料を参照いただきたい。

Q2 当日質問①

高濃度試料の分解を行った後の効率的・効果的な分解装置の洗浄方法についてアドバイスをいただきたい。

A2（中里専門員）

まずは分解時の溶液で洗浄するのが基本である。その後、酸の種類を例えば王水などに変えて洗浄する。このときの洗浄方法は、漬け置き洗いではなく、マイクロ波をかけて加熱することが望ましい。また、テフロン容器の場合、多孔質であるため200℃を超えると穴が広がり、そこに溶け残った元素や酸が残る可能性がある。残った酸にマイクロ波が当たり加熱されることにより、特に高温条件において、容器による加熱温度のばらつきが出てしまうことがある。容器を乾燥器に入れて高めの温度で加熱することで残った硝酸等を抜くことができ、容器による加熱温度のばらつきを解消することができる。その他に、分解容器を高濃度用と低濃度用で使い分ける方法もあるが、実際の試料では濃度がどの程度かわからないこともあるため、高濃度が予想されるときは試料量を少なくする等の対応をとるとよい。

Q3 当日質問②

テフロン容器を乾燥機で加熱する際、どの程度まで温度を上げて良いものか。

A3（中里専門員）

温度を上げ過ぎると変形等の心配がある。メーカーによってテフロンの厚み等が異なるため、使用している容器のメーカーに直接聞くのが確実である。

6 次期開催機関挨拶

群馬県衛生環境研究所

所長 猿木 信裕 氏

7 閉会