

日時 令和4年7月25日(月) 13:30-15:30

会場 環境省

Web会議室(Webex)

1 開会 (司会進行 徳島県立保健製薬環境センター)

2 開催の挨拶

徳島県立保健製薬環境センター

所長 奈須 扶美代 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)

麻布大学 獣医学部

講師 杉田 和俊 氏

(2) 模擬水質試料(ノニルフェノール等)

(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(模擬PM2.5粒子)(無機元素)

国立研究開発法人国立環境研究所 地域環境保全領域

主幹研究員 越川 昌美 氏

5 質疑応答

(1) 模擬排水試料(一般項目等)

Q1 当日質問①

フッ素の蒸留において使用する二酸化けい素の品質は、どういう状態をもって判断すればよいか。色が変わるなど目視で判断可能か。あるいは定期的に交換、購入したほうがよいか。

A1 (杉田専門員)

定期的に交換するのが無難。私のラボでは3か月に1回くらいで交換していた。

Q2 当日質問②

CODの滴定値は3.5~5.5mlになるようにするとの話があったが、海水ではもっと低い値となる。濃度の低い試料を測定する上で注意することがあれば教えていただきたい。また、普段測定するとき、自分の精度をチェックするために模擬試料を使って

いる。模擬試料の設定値は 10 ± 0.5 くらいにしているが、 10.8 くらいになる。これを高いととらえるのか、安定して一定、そういう管理をしていると考えてよいか知見があれば教えていただきたい。

A2 (杉田専門員)

低い値については、試料を濃縮するなどの方法はとれず、滴定範囲に入らなくなってしまうが、 $N=2$, $N=3$ など測定数を増やして確認することが考えられる。また、日頃から模擬試料を使って一定の値を確認することはとてもよいことだと思う。それが設定値と若干ずれていても、一つには一定の値になっていればよいと考えるのが基本。ただ、沸騰水浴上で 30 分加熱の条件は外せないが、その後 50 度付近で行っている滴定の温度を若干上下してみても設定値付近になるのか、今までどおりの値が出るかなど検討されてはどうか。私はこのような模擬試料を使ったことがないので、原因などの知見はない。

(2) 模擬水質試料 (ノニルフェノール等)

Q1 当日質問①

LAS の前処理について、汚染が著しい検体については希釈してから固相抽出する方がよいか。また、固相にはどれくらいの量が負荷できるのか。

A1 (渡辺専門員)

二つの方法がある。一つは、2 連の固相を用い、一つ目と二つ目の固相を一緒に分析して二つ目の固相から LAS が出てきていないか確認する方法。もう一つは試料量を少なくする方法である。サンプルの代表性を確保する必要があるが、LAS の濃度が高いのであれば 500 倍濃縮の操作は必要ではなく、非常に濃度が高いのであれば、前処理は行わずダイレクトに測定する方法もある。

Q2 当日質問②

ノニルフェノールの平均値において、試料の応答値と検量線最高濃度応答値の比が $0.2 \sim 0.5$ の方が 0.1 未満よりも値が大きかったとの結果がある。今回、ノニルフェノールの平均値は設定濃度よりも 1 割程度高めとなっているが、検量線の中心近くでとった定量値の方が高いほうに偏っていた、設定濃度よりずれていたということか。

A2 (渡辺専門員)

検量線の形状をつぶさに調べていないが、最小 2 乗法で直線近似した場合、乖離度が検量線のどこで大きいのが影響し、検量線が下に凸の 2 次曲線の場合は、低いところでプラス誤差が大きくなり、逆に上に凸の場合はその反対になる傾向がある。検量線を引く場合は各検量点での乖離度を確認し $\pm 4 \sim 5\%$ に入るような検量線を引くこと。そのためには、検量線の濃度幅を狭くする、2 次曲線を考える、直線で近似する場合は重み付けを行うなどして検量線の精度を確保する必要がある。今回の結果と

全体の平均値にここで示した結果がどのような影響を与えたかは、詳しくみていないのでわからない。

(3) 模擬大気試料 (模擬 PM2.5 粒子) (無機元素)

Q1 当日質問①

アルミニウムの測定値が低く、ろ過の有無で平均値の違いが出ていたが、ろ過した場合が低い値が多くて、ろ過しない場合はそれほど低い値は出ていなかったということか。

A1 (越川専門員)

ろ過した方が低いのは確かだが、ろ過しなかったものも認証値より低い。沈殿ができた時点でうまくいっていないという結果になっている。ろ過した方がより低くなったので、これは沈殿が原因とわかった。

Q2 当日質問②

ろ過する時のろ過の仕方はマニュアルに載っているか。

A2 (越川専門員)

フローチャートに記載はない。マニュアルにも分解が終わった液をろ過するとの目立つ記載はなかったと思う。ろ過をしなければ正しい値が出るという結果ではない。今回、A1 では沈殿が析出するのが問題だと思われる。

Q3 当日質問③

沈殿が確認された場合はまたもう一度酸を添加して再度マイクロウェーブ分解し直すということになるか。それとも沈殿が析出してしまったらもう溶けないのか。

A3 (越川専門員)

今回の A1 のフッ化物の沈殿に関しては、とにかくフッ化物イオンを取り除かなければならないと考える。そこで、硝酸をもう少し加えて、もう一度口の広い容器で加熱してフッ化物イオンを揮発させてから希硝酸に溶かすことができれば解決すると思う。あるいは A1 が測れるぎりぎりまで希釈して、フッ化物イオン濃度を下げればよいと思う。

Q4 当日質問④

マイクロウェーブ以外の加熱方法を検討するということか。

A4 (越川専門員)

マイクロウェーブでの処理が足りないというわけではなく、マイクロウェーブとは違う方法でフッ化物イオン濃度を下げる必要がある。

Q5 当日質問⑤

認証標準物質について伺いたい。前処理工程がうまくいったかどうか等精度の確認には認証標準物質の代わりになるものが必要となる。今回提供された試料は非常に濃くて、量が実際のPM2.5のフィルターとはだいぶかけ離れた試料であり、日頃の精度管理には使えない。作業環境を汚染して通常の測定にコンタミをおこす恐れもある。もう少し普段の確認に使えそうな標準試料はないか。

A5 (越川専門員)

環境省マニュアルに記載されているものは今回の試料によく似た微粒子の標準試料ばかりで、フィルター上に普通に測定されるくらいの量の微粒子が載ったものが作られているという話はまだない。必要だとの認識はあるがまだできていない。

6 閉会