

令和4年度環境測定分析統一精度管理調査 九州ブロック会議 議事録

日時 令和4年7月5日(火) 13:30-15:30

会場 環境省

Web会議室 (Webex)

1 開会 (司会進行 佐賀県環境センター)

2 開催の挨拶

佐賀県環境センター

所長 近藤 大輔 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)

国立研究開発法人国立環境研究所 資源循環領域

主幹研究員 山本 貴士 氏

(3) 模擬大気試料 (模擬 PM2.5 粒子) (無機元素)

環境省環境調査研修所

主任教官 藤森 英治 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、硝化抑制BODの結果が硝化抑制を行わなかったBODの結果より高値またはほぼ同値となったが、考えられる要因はあるか。(植種液には河川水を使用)

A1 (西尾専門員)

「BOD (硝化抑制なし) からATU-BOD (硝化抑制あり) を引いた値」は5.19mg/Lと小さい値であり、個々のデータではBOD よりもATU-BOD が大きい値もみられます。このように逆になる原因としては、硝化抑制がほとんど無効な操作となっている、硝化抑制剤 (溶液) が影響している (例えば汚染されている) 等が考えられます。

調査結果では「市販品以外 (河川水や下水等) を用いた場合でも硝化抑制の有無で結果に大きな違いがみられていない」とは、ATU-BOD 測定での硝化抑制が分でない

い及びBOD 測定での酸化（特に硝化）が十分でない等が考えられます。これは、植種液として河川水や下水中に含まれている好気性微生物の種類や量が適切でない結果も含まれていたことが考えられますが、推定の域を超えません（なお、植種液中の微生物の適切性を調べるのは難しいと思われま

す）。

（杉田専門員）
植種液中の微生物を調べるのは難しいと、皆さんに認識していただきたいと思いま

Q2 当日質問①

今回の BOD は硝化抑制有りでの測定ですが、本県では普段硝化抑制を行っていません。普段の業務の中で硝化抑制はどの程度考慮して BOD 測定を行うべきでしょうか。

A2（杉田専門員）

基本的には、硝化抑制 BOD というのはあまり考慮しなくていいと思います。通常は、硝化抑制なしの BOD の測定を行っていると思いますので、そちらのデータを取り続ければいいと思います。

通常と大きく違う結果が出た時には、硝化抑制を考えれば良いです。BOD のほかに窒素やリンなど別の測定項目もあると思いますので、BOD の値が大きくずれた時に、硝化抑制 BOD の測定を考えてみたらいいのではと思います。

Q3 当日質問②

ハウ素について、アゾメチン H 吸光光度法では低値になるという結果が得られていますが、基準超過の判断についてどのように考えればよいでしょうか。

A3（杉田専門員）

今回は、アゾメチン H 吸光光度法が 1 件しかなかったので、低値になるというのも、アゾメチン H 吸光光度法が低値になるのか、そのラボでの操作としての低値になるのかよくわからないので、判断がつきかねるというのが実際だと思います。基本的には、操作としては、非常に単純なので、なんらかの影響なり操作の関係で低めに

Q4 当日質問③

COD についてですが、銀塩の過剰量添加による影響は、どの程度の量過剰に添加すると生じますか。

A4 (杉田専門員)

今回は、比較的塩素の量が少なかったため、銀塩の過剰量添加による影響を検討できる結果を得られていません。経験的に言うと、通常は200mg/L 5mLずついれると思いますが、この5mL単位として1回過剰に入れても影響がでなかったと思います。2回以上で若干の影響がでたかなという感じではないかなと思います。

Q5 当日質問④

ホウ素についてですが、ICP 発光分光分析法ではろ過操作の有無で室間精度 CV に影響が見られていますが、ろ過操作において留意する点があれば教えてください。スライド 54 の文章の部分に「ろ過操作の有無で室間精度 CV に影響がある」とありましたので、ろ過について気を付ける部分について質問させていただきました。

A5 (杉田専門員)

文章ではそのように書いていますが、結果の方をよく見ますと、170 の機関がろ過を行わない、ろ過行った機関は約 40 機関ということで、平均値は変わらず、室間精度 0.07、0.09 ということで3%から4%くらいの違い、室間精度 CV の方も 3.5 と 4.5 なので若干ですが、ろ過を行った方がばらつきがあったという結果になります。3.5 と 4.5 であれば、大きな差ではないと思います。明らかに粒子があった場合はろ過を行った方がいいです。粒子が明らかにないようでしたら、ろ過を含めて+ α の操作というのは行わない方が精度としては悪くならないと思います。

(藤森専門員)

ろ過でばらつく原因があるとしたら、ホウケイ酸ガラスを使ったガラス器具を使つてろ過をするのであれば、ガラス器具中のホウ素がばらつきの原因の可能性があらうと思われま

(2) 模擬水質試料 (ノニルフェノール等)

Q1 事前質問①

固相抽出における溶出溶媒の違いや転溶の有無により分析結果に違いが生じたのか。

A1 (日本環境衛生センター)

固相抽出における溶出溶媒の違いや転溶の有無による分析結果の違いは見られませんでした。

Q2 事前質問②

LAS分析についてで、ブランク値の低減に苦慮しているが、洗浄の方法によるブランクへの影響はみられたか。

A2 (小林専門員)

今回の調査結果より、ブランクレベルの低減に有効と思われる要因は以下のとおりとなります。

- ・使用するガラス器具は、温水を使って洗浄する。どうしても洗剤による洗浄が必要な場合は、LAS を含まない銘柄とし、洗浄後に温水を使って丁寧にリンスする。
- ・ニトリル製及びラテックス製の手袋を使用しない。
- ・空試験の結果で固相カラム由来のブランクレベルが高いと判定された時は、固相カラムのコンディショニング工程にメタノール洗浄を加える。メタノール洗浄の方法として、長時間の浸漬が効果的であることを心に留めておく。

Q3 事前質問③

LAS 分析についてで、固相抽出でカートリッジタイプを使用しているが、充填剤の種類により結果への影響は見られたか。

A3 (日本環境衛生センター)

C13-LASにおいては、ODSがその他の充填剤よりも室間精度が小さくなりましたが、LASの各同族体で一貫した結果ではありませんでした。

Q4 当日質問①

LAS 分析の時に、固相抽出材の浸漬について、詳細を教えてください。

A4 (小林専門員)

固相抽出カラムのメタノール浸漬方法と注意点は、以下のとおりとなります。

- ・浸漬する場合、外気からのコンタミを防止するため、密閉可能な容器を用いる。
- ・複数の固相カラムを同時に浸漬してもよいが、十分な量のメタノールを使用する。
- ・浸漬後はすぐに固相カラムを使用する。取り出した後、長時間放置しない。
- ・浸漬容器およびメタノールは毎回交換する。

(岩村専門員)

環境調査研修所における実習での方法は以下のとおりとなります。

- ・固相カラムにコンディショニングに必要な量と同程度の量のメタノールを通液する

※通液の際にカラム内に空気が入らないように注意する

- ・固相カラムの上下にキャップを取り付ける
- ・固相カラムをアルミホイルで覆い、冷蔵庫内で一晩放置する

- ・翌日、所定の方法でコンディショニングを行う

(3) 模擬大気試料（模擬 PM2.5 粒子）（無機元素）

Q1 当日質問①

コリジョンリアクションセルのガスの選択において、ヘリウムではなく、水素を選択したほうが良い元素は何でしょうか。また、最初から決めておくのではなく、測定の都度、最適な方を選択する手法がよい元素などがあるのでしょうか。

A1（藤森専門員）

一般的な話で言うと、カルシウムとセレンは水素が良い元素です。鉄は水素とヘリウムだと水素が若干いいという形になります。この3元素は、水素が良いと思います。逆に、コバルト、銅、貴金属元素、内標準で使うロジウム、レニウムといったものは水素と反応してしまうので、水素を使うのはお薦めできません。ヒ素も水素を使うと非常に感度が落ちてしまいますので、これも水素を使わない方がいいと思います。参考にしてみてください。

6 次期開催機関挨拶

熊本市環境総合センター 環境科学班

主幹兼主査 坂口 美鈴 氏

7 閉会