

日時 令和5年6月28日(水) 13:30-15:30

会場 環境省 Web会議室 (Webex)

1 開会 (司会進行 福島県環境創造センター)

2 開催の挨拶

福島県環境創造センター 所長 青木 浩司 氏
環境省水・大気環境局総務課環境管理技術室 室長補佐 柴 里実 氏

3 令和4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) 土壌試料 (金属等)

環境省環境調査研修所 主任教官 藤森 英治 氏

(3) 模擬水質試料 (PFOS 等)

麻布大学獣医学部獣医学科 公衆衛生学第1研究室 講師 杉田 和俊 氏

5 質疑応答

(1) 模擬排水試料 (一般項目等)

Q1 事前質問①

JISK0102 46.3.1 ペルオキシ二硫酸カリウム分解法では、「塩化物イオンを多く含む試料の場合は塩素が生成してモリブデン青の発色を妨害するおそれがあるので、分解後の溶液に亜硫酸水素ナトリウム溶液 (50g/L) を1mL加える、又は、塩素臭のなくなるまで煮沸し、放冷後、水で60mLとする。」とあるので、当センターでは塩素臭がなくなるまで煮沸しました。この操作の有無で本調査における測定値に差がありましたでしょうか。

A1 (西尾専門員)

塩素の妨害除去については、きちんとした調査をしていません。みなさんからコメントがあったので、塩素妨害除去処理をしたとの記載のあったものと、記載がなかったものを区別して集計し示させていただきました。ほとんどが塩素除去処理をしてなくて、してもしなくてもたいして報告値は変わらなかったという結果となり

ました。これは、この方法の基になっている JISK0102 の方法では、塩化物イオンは基本的に 4 % 程度、いわゆる海水では影響はないと書いてあり、今回の試料は海水の 1/10 程度なので影響はなかったと思います。今後、塩素イオンが高い場合は処理するのが良いと思います。

Q2 当日質問①

水質の As の測定について、ICP/MS 法で測定した時に ArCl でスペクトル干渉の値が高かったということでしたが、当所も ICP/MS 法で測っていて、だいたい 5.2ppb とか平均値に近い値でした。当所もコリジョンリアクションセルを使用しているが、5 倍希釈して 1ppb の値であったので、これ以上希釈はできないところまで希釈して測定した。今回のような塩が多い試料の場合、水素化物発生法のほうが良かったですか。それとも ICP/MS 法で別の方法でスペクトル干渉を除く方法をとった方が良いのでしょうか。

A2 (西尾専門員)

5.2 ppb は、平均値レベルであったのかと思いますが、高めの値です。コリジョンリアクションセルだけを使用して、うまくいっている機関が多いが、うまくいっていない機関も少しあるため、平均値として高くなったと思います。自分のところの条件で分析してどのような値が出ているか知ることが大切です。分析条件を検討することもあります。干渉補正式を使い補正することを併用したりして、自分の機関でできる方法を確立して下さい。

Q3 当日質問②

当日質問①において、塩素を別に測って補正した方が良いということでしょうか。

A3 (西尾専門員)

JISK0102 にある干渉補正式を使い、75 以外の質量数を測り、理論上で計算してください。今回の調査では干渉補正式を使用しているところは 1 カ所ぐらいしかなかったと思います。

(2) 土壌試料 (金属等) について

質問等なし

(3) 模擬水質試料 (PFOS 等) について

Q1 事前質問①

モニターイオンによる分岐異性体の感度差について総括評価の留意点で、有機フッ素類全般に、モニターイオンとしてどのイオンを選択するかにより直鎖体と分岐

異性体の感度が異なるとのことでした。当センターの測定結果では、PFOAにおいて特にその傾向が強く、413>359と比較して413>169では2本目の分岐異性体のピーク高さがかなり大きくなっています。このような感度差をなるべく拾わないようにするためには、プリカーサーイオンをモニターイオンとする方法もあるようですが、プリカーサーイオン自体は直鎖と各分岐異性体で感度差がないのか、知見がありましたらご教示ください。

A1 (杉田専門員)

プリカーサーイオンをモニターイオンとする場合、フラグメントイオンの生成率の違いを原因とする感度差は生じません。しかし、装置の機種間差、みなさん使っている装置が3社ぐらいあり、いろいろなグレードもあるのでそこではばらつきはある。直鎖体と分岐異性体そのものの感度差は無くならないため、単に、同一分析条件下でのモニターイオンの違いを考慮しなくて良いというだけで、正確な定量値が得られるようになるわけではありません。正確な定量値を得るためには、プリカーサーイオンをモニターイオンとしても、直鎖体と分岐異性体両方の標準品がそろるのが一番良いです。また、プリカーサーイオンをモニターイオンとした場合、当然のことから感度の低下が懸念されるので、フラグメントイオンを測定しながら、分岐異性体の標準物質を入手するなり、認証標準物質で値付けされているものと比べることが必要だと思います。

Q2 当日質問①

実サンプルを測定すると分岐異性体が多く出ているものがあります。現状でなるべく正しい値を測定しようとしているが、全ての分岐異性体の標準品を入手することはできないので、工夫が必要になります。事前質問①の回答の最後のプリカーサーイオンをモニターイオンとした場合、当然のことから感度の低下が懸念されるというのは、選択性の問題でしょうか。

A2 (杉田先生)

選択性というか1回壊してますのでプリカーサーイオンが大きいものであればそれに比例して感度的に担保できると思います。コリジョンで壊しているの、そこでプリカーサーイオンがどのくらい出てくるかわからないため、感度の低下が懸念されるということです。

Q3 当日質問②

当日質問①の回答において、これはMRMでのプリカーサーイオンの場合ということですね。当センターはQ-TOFを使っていて、プリカーサーイオンのまま測ると、それが一番強度が高いので測っています。

A3 (杉田先生)

Q-TOF ならフラグメントを起こさせないで、分解能も高いはずなので、そのまま測ったほうが良いと思います。

6 閉会