

令和6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6年10月18日（金）13:30-16:40

会場 Web会議室（Webex）

1 開会 （司会進行 福岡市保健環境研究所）

2 開催の挨拶

福岡市保健環境研究所

所長 近藤 美由紀 氏

環境省水・大気環境局環境管理課

課長補佐 桑原 厚 氏

3 令和5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 環境科学部

係長 梶 史生 氏

4 各共通試料の分析上の留意点等について

（1）共通試料1 模擬水質試料（一般項目等）

国立研究開発法人産業技術総合研究所エネルギー・環境領域

環境創生研究部門環境計測技術研究グループ 上級主任研究員 中里 哲也 氏

（2）共通試料2 土壌試料（溶出試験）（一般項目等）

東京薬科大学

客員教授 藤森 英治 氏

（3）共通試料3 模擬水質試料（揮発性有機化合物）

（元）環境省環境調査研修所

主任教官 渡辺 靖二 氏

5 質疑応答

（1）模擬水質試料（一般項目等）

Q1 当日質問①

外れ値の原因として、検量線の点数を多く、範囲を広くとりすぎていることが挙げられる理由は何でしょうか。

A1（中里委員）

検量線が直線であれば問題ありませんが、サンプル濃度が低くシビアな分析の場合に検量線範囲が非常に広い場合に、外側の点が少しでもずれてしまうと測定結果もずれてしまいます。全ての分析で言えることですが、理想としてはサンプルの濃度が検量線の真ん中付近に来て、それを挟み込むような形で検量線の点を取るのがよいです。また、直線性の相関係数も高くないと精度が取れないため、直線性もご確認ください。他には、標準液の期限や保存方法等にもご注意ください。

## (2) 土壌試料（溶出試験）（一般項目等）

### Q1 当日質問①

振とう後の静置時間について、規定では10分～30分程度で、今回は30分～45分未満の回答が一番多かったとのことですが、この静置時間や、それよりも長い時間静置した場合に、何か有意な差が出るのでしょうか。

### A1（藤森委員）

今回の試料では、砒素とふっ素のどちらも陰イオンで安定であるため、静置時間で差が出にくいですが、例えば廃棄物の溶出試験で鉛のような成分を対象とした場合、再吸着や再沈殿が起きるため、置くと濃度が下がります。これはサンプルや溶出時のpHにもよるが、中性や、アルカリ条件で重金属の溶出を行った場合、速やかにろ過操作に移っていただくことが重要だと思われます。この辺りについては、平成28年度に廃棄物溶出試験の調査をしているので、報告書をご参照ください。

### Q2 当日質問②

ICP-MSについて、砒素の分析で砒素の干渉について同位体比で判別できない場合に、スペクトル干渉の有無をそもそもどのように判断すればよいでしょうか。

### A2（藤森委員）

砒素は同位体が75しかないため、同位体比で判別ができません。例えば塩素に着目して、CaClやArClの干渉があるとすると、塩素の同位体比に応じてArClが75と77に出ます。このような干渉の有無の判断と、干渉を与える元素がそもそも入っているかどうかを定性分析や半定量分析で確認をすること、カルシウムや塩素のモデル領域を実際測ってみてそこに出るかどうかを確認することもやり方の1つです。

## (3) 模擬水質試料（揮発性有機化合物）

### Q1 事前質問①

PT-GC/MS で分析した揮発性有機化合物のうち、ジクロロメタン、シス-1, 2-ジクロロエチレン、トランス-1, 2-ジクロロエチレンの3成分の定量値が平均値に比べ低くなった。原因として何が考えられるでしょうか。

### A1（木村委員）

結果が低くなる原因としては、検量線が不適切であるか、試料中から対象成分が揮散したかのどちらかと考えられます。

VOCs 分析では混合標準を使用するのが一般的であるため、3成分以外が問題のない結果であったのであれば、標準溶液に問題がある可能性は低いと思います。問題となった物質の検量線の濃度範囲が適切であるか、各点の設定濃度と実測濃度に乖離がないかなど、3成分の検量線について確認を行ってください。また、ジクロロメタン

については環境中からの汚染により検量線の切片が大きくなるケースもありますので合わせて確認してください。

ジクロロメタン、シス-1, 2-ジクロロエチレン、トランス-1, 2-ジクロロエチレンは VOCs の中でも沸点が低く、非常に揮発しやすい物質です。試料をバイアルビンに移す際に勢いよく吐出したり、内標添加に手間取ってバイアルの解放時間が長くなる場合、揮散して結果が低くなる可能性があります。

(渡辺委員)

原因として 2 成分で定量したポイントに近い検量点の乖離度は大きくなかったでしょうか。濃度系列標準液（メタノール溶液）調製で揮散した可能性（空の全量フラスコに標準原液を一定量加えた後にメタノールでメスアップするのではなく、メタノールをある程度入れておき、標準原液を一定量加えた後にメタノールでメスアップする必要がある。）、全量フラスコ内で調製した濃度系列標準液（メタノール溶液）の保管方法（すぐに使用しない場合は、GC 用バイアル瓶に満杯に分取し、空隙ができないようにキャップをして冷凍保管しているか。）が考えられます。

## Q2 当日質問①

VOCの試験結果について、ヘッドスペース法とパージアンドトラップ法とで違いなどはあったでしょうか。

## A2（事務局）

ジクロロメタンの結果を見ると、回答数はヘッドスペース法のほうがパージアンドトラップ法に比べ5倍程多かったです。室間精度に着目すると、パージトラップ法の方が低いように見えますが有意差はないため、実際には分析法毎の差はないものと思われま

## Q3 当日質問②

精製水の種類について、ミネラルウォーターを使用していますが、硬度の違い等でおすす

## A3（渡辺委員）

ミネラルウォーターはメーカーによって硬度が違っており、硬度の違いで影響があるとすると、ヘッドスペース法では問題ありませんが、P&T 法では硬度の高い試料を繰り返し分析していると、パージ管に白い沈着が起こるため、研修所に居る時には軟水がいいという風に考えて市販されている天然水を使用していました。あとは200mL や100mL 入りと小さいボトルで売っているもののほうが使い切りで使いやすいです。ミネラルウォーターもメーカーごとに違いがあるため、使用前にブランクテス

トをして下さい。大気中の VOC 測定でも精製水を使用しますが、硬度が高いと問題があるためイオン交換、超純水を沸騰させて VOC を抜きます。冷ます際に室内に置いておくと室内で汚染する可能性があるため、屋外で冷まして使用してしていました。そういう方法でも十分 VOC の分析に対応できるのではないかと考えられます。

6 次期開催機関挨拶

宮崎県衛生環境研究所

環境科学部長 田中 智博 氏

7 閉会