

日時 令和7年9月22日（月）14:00-17:00

会場 堺市民芸術文化ホール（フェニーチェ堺）
2階 多目的室（Webex併用）

1 開会 (司会進行 堺市衛生研究所)

2 開催の挨拶

堺市衛生研究所

所長 野田 雅一 氏

環境省水・大気環境局環境管理課

課長補佐 福田 功 氏

3 令和6年度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）

東京薬科大学

客員教授 藤森 英治 氏

(2) 共通試料2 模擬水質試料（農薬）

環境省環境調査研修所

教官 木村 久美子 氏

(3) 共通試料3 模擬大気試料（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 意見交換等

(1) 模擬水質試料（一般項目等）

Q1 事前質問① 全りん測定について

吸光光度分析法では、空試験を実施し、得られた吸光度を補正するとありますが、流れ分析法では、空試験について言及が見られません。流れ分析法においては、通常、空試験は不要と考えてよいのでしょうか。

また、今回の実施項目ではありませんが、アンモニア態窒素やフェノール類の項目等では、蒸留時に空試験の実施について言及されており、吸光光度分析法ではその空試験の吸光度について補正を行うよう記載がありますが、流れ分析法の項にはありません。操作ブランクと考え、減算等した方がよいのでしょうか。その際は、吸光光度分析法同様、面積値（もしくは高さ）での補正をするのが望ましいのでしょうか。

A1（小栗委員）

流れ分析法では、水や試薬などのブランク値は全てベースラインに含まれており、標

準液やサンプルに等しく影響されて相殺されるため、空試験を行って補正する必要がない、という見解です。ただし何らかの前処理を追加で行った溶液を測定する場合には、前処理したブランク液を測定し、結果を補正する必要があります。

Q2 事前質問② 鉛の分析について

ICP 質量分析法および ICP 発光分光分析法、原子吸光法で分析を行い、報告そのものは ICP 質量分析法の結果で行った。しかし、それぞれの分析機器で微妙に結果は異なり、塩が多く妨害を受けたことによると思われる。ICP 質量分析法は希釈して塩の影響を低減したが、どういった対策を行えばよかったですでしょうか。

A2 (越川委員、藤森委員)

ICP 質量分析法、ICP 発光分光分析法および原子吸光法において、塩の影響を低減する方法は、1) 希釈、2) 内標準法で補正、3) 標準添加法で補正、4) 溶媒抽出や固相抽出により鉛をマトリックスから分離して濃縮する、が挙げられます。

(2) 共通試料 2 模擬水質試料 (農薬)

Q1 事前質問① 回収率向上について

今回の精度管理結果は、外れ値ではありませんでしたが、中央値と比べ 1 割程度低い値でした。同時に添加回収試験も行いましたが、9 割程度となっており、適切とされる回収率の範囲内ではありますが、前処理でのロス等が考えられる状況です。前処理の方法としては、固相抽出法を採用しており、検体通水後行う固相の乾燥方法・時間等の影響はないか懸念しているところです。前任者からは GC/MS 分析を行うため、しっかりと乾燥させておく必要があるように聞いていますが、乾燥時間を長くすると回収率が格段に下がるようにも感じています。適切な処理方法・乾燥の判断方法等ありましたら、ご教示ください。

A1 (木村委員、小林委員)

GC で測定する場合には水分を除去することが重要であるが、GC で測定できるということは比較的揮発性の高い物質を対象としているということであるため、長時間窒素吹付を行うなどの方法で固相カートリッジを乾燥させると揮発してロスする恐れがある。ジクロロメタン等水と混じりにくい溶媒で溶出させる場合には固相カートリッジの乾燥は非常に重要であるが、アセトンであれば水と混じり合うため、適度な乾燥にとどめ、溶出液をヘキサンに転溶して無水硫酸ナトリウムで脱水するのが最適と考える。

(3) 共通試料 3 模擬大気試料 (揮発性有機化合物)

共通試料 3 についての質問はありませんでした。

6 教育講演

「統一精度管理調査から学ぶ微量元素分析の注意点」

東京薬科大学

客員教授 藤森 英治 氏

Q1 事前質問① キレート樹脂による分離濃縮法について

試料に硝酸を加え煮沸放冷後、pH調整すると沈殿物が生じた時の対応について、そのままキレート樹脂（ディスク型）に負荷すると、目詰まりを起こし通液が困難になる場合があります、良い対処方法があればご教示ください。（事前に遠心分離等で沈殿物を分離後、上澄み液のみをキレート樹脂に負荷しても良いのでしょうか。）

A1 沈殿物が水酸化物沈殿（水酸化鉄、水酸化アルミニウム、水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム）などの場合、微量元素が共沈により除去される恐れがあります。ただし、アンモニア水でpH調整をすれば、溶存状態が安定アンミン錯体を生成して溶液に残存しますので、その場合には問題となりません。事前に必ず添加回収試験を実施し、分析目的元素の回収率を確認してください。

Q2 事前質問② 昨年度の統一精度の金属の検体（鉛）について

昨年度の検体は、マトリックスが多く含まれていたため、以下に示す方法で検討しましたが、それぞれの方法で分析値のずれが生じました。こういった場合は、どの分析値を採用すれば良いか、また分析値のずれの原因とその対策法をご教示ください。

- ・ 酸分解－ICP/OES 中央値より低めの値
- ・ 酸分解－キレート－ICP/OES . . . 中央値より低めの値
- ・ 酸分解－ICP/OES（標準添加法） . . 中央値付近であるが、バラツキが大きい
- ・ 酸分解－ICP/MS 中央値より高めの値

A2 経験上優先的に確認すべき事項を例示します。

- ・ 酸分解－ICP/OES 中央値より低めの値
→内標準元素の妥当性を確認してください。
- ・ 酸分解－キレート－ICP/OES . . . 中央値より低めの値
→添加回収試験により回収率を確認してください。
- ・ 酸分解－ICP/OES（標準添加法） . . 中央値付近であるが、バラツキが大きい
→添加濃度が適切であるか確認してください。
- ・ 酸分解－ICP/MS 中央値より高めの値
→内標準元素の感度変動が80%以内であるか確認してください。

Q3 事前質問③ 検量線の乖離率について

ICP-MSの測定にはNogasとHe（or H₂）コリジョンなど、2種以上の方法で測定しており、測定時毎回検量線を引き直すようにしています。しかしながら、Nogas方式／コリジョン方式のどちらか一方で、各検量点での乖離率10%を超えてしまうことがあります。

ます。(ホウ素などでよく見られます。すべての測定元素でずれるわけではなく、何種かの元素でのみ起こります。) 本来、検体のマトリックス等を加味して測定方式を選択したいのですが、検量線がうまく引けた方で測定結果を出さざるを得ないこともあります。なにか対処策がありましたら、ご教授ください。

A3 検量線の乖離率が大きい場合は、以下の点について確認してください。

①信号強度が小さい

特に信号強度が 100 cps を下回る場合

②バックグラウンドが高い

信号強度がバックグラウンド強度を下回る場合

③標準液の安定性

硝酸酸性では不安定な元素の場合

④スペクトル干渉の影響

共存元素や酸によるスペクトル干渉が問題となる場合

Q4 事前質問④ BOD の求め方について

この度の JIS K 0102 の改訂では、当初は硝化細菌の影響を受ける試料は、硝化細菌の影響を除く前処理が明記されていたが、その後の追補版ではこの記載は除かれた。実際、硝化細菌の影響を受ける試料は硝化細菌の影響を除くべきなのか、あるいは硝化細菌の影響は無視していいものか。また、硝化細菌の影響は何を持って判断すべきものでしょうか。例えば、生物処理で硝化細菌をいれていても、十分硝化細菌繁殖していなければ影響はないとして無視してもいいものでしょうか。

A4 JIS K0102-1 の以下の注釈についてご確認ください。

アンモニアなどの窒素化合物を酸化(硝化)する硝化細菌が繁殖している試料は、希釈試料 1 000 mL について N- (2-プロペニル) チオ尿素溶液 (1 mg/mL) [N- (2-プロペニル) チオ尿素 0.1 g を水に溶かして 100 mL とする。] 2 mL, 又は 2-クロロ-6- (トリクロロメチル) ピリジンの粉末 10 mg を添加する。なお、調製した N- (2-プロペニル) チオ尿素溶液 (1 mg/mL) は 0 °C~10 °C の暗所に保存する。2-クロロ-6- (トリクロロメチル) ピリジンの粉末添加でこれが溶けずに一部が浮上した場合は、培養瓶に移すときなどに混入しないように注意する。なお、2-クロロ-6- (トリクロロメチル) ピリジンは、水に溶けやすいように他の試薬と混合したものがあり、これを用いてもよい。

Q5 当日質問① ルーチンの金属分析における干渉対策について

ICP-MS で工場排水中の金属を測定している際、しばしば干渉等は見受けられるが、毎回のルーチン検査で、複数の m/z を用いて測定することは運用上難しい状況です。こういった場合には、現実的にはどのような対応策がありますか。

A5 検体を希釈することが有効です。工場排水の場合は、基準値が ppm オーダーであるため、1000 倍ほど希釈しても測定可能です。ICP-MS、ICP 発光ともに高マトリックスの検体も測定可能と言われることもありますが、より正確に測定するためには可能な限り検体を希釈することが望ましいです。

ただ、時間やコストがかけられるのであれば、複数の質量数で測定することが望まれます。その中で低い値が一番妥当な値と言えます（正しい値とは限りません。）ので、ICP-MS、ICP 発光ともに可能な限り 1 回で多く情報を得ておき、その中から必要な情報を抽出する方法が良いです。

7 次期開催機関挨拶

富山県環境科学センター

次長・生活環境課長 神保 高之 氏

8 閉会