

底質調査方法

平成24年8月

環境省 水・大気環境局

はじめに

環境省では、底質中の化学物質等の濃度を把握する場合に活用されることを目的として、昭和50年に「底質調査方法」を策定した。策定当時は、PCBや水銀等による底質の汚染が問題になっており、その実態を把握するため、「底質調査方法」により調査・分析が行われてきた。

「底質調査方法」については、昭和63年に行われた後、長らく改定されていなかったところであるが、水質の環境基準項目等の追加やJISの改定、分析技術の進展等を反映させるため、今般、平成20年度から平成22年度にかけて検討を行い改定した。

今般の改定では、水質の環境基準項目、要監視項目に設定されている項目に加え、海洋汚染防止法で設定されている項目、JIS K 0102 工場排水試験方法で測定方法が改定された項目、自治体へのアンケートにおいて要望があった項目等について検討を行い、最新の知見等を踏まえて、内容を充実させた。

底質は、魚介類等の生息の場であると同時に、水質汚濁に係る化学物質等が蓄積・溶出する媒体であり、水環境を構成する重要な要素である。底質中の化学物質等の正確な濃度を把握することは、水環境の状況の把握のみならず、排出抑制対策の立案やその効果の評価等、水環境を保全していく上で貴重なデータとなるので、底質の調査・分析に当たっては、この「底質調査方法」を活用されたい。

なお、この「底質調査方法」は、あくまでも全国を対象とした一般的な底質の調査・分析の方法を定めたものであり、すべての底質に対して十分対応できるように配慮されているわけではない。したがって、具体的な底質の調査・分析に当たっては、実際の環境条件を的確に把握し、この「底質調査方法」を基に調査・分析方法の妥当性を確認した上で、修正や変更を加えることにより、より良い調査結果を得ることが望ましい。その際は、「底質調査方法」の改善に資するために、調査結果を記した報告書等に修正点や変更点を明示していただきたい。こうした調査結果の蓄積や科学的知見の集積によって、今後、必要に応じて「底質調査方法」の見直しを行いたい。

なお、底質調査方法の作成にあたっては、以下の有識者等からなる検討会を設け、ご指導、ご助言をいただいた。

平成24年8月
環境省水・大気環境局水環境課

底質調査方法検討会 委員名簿

(敬称略、座長以下五十音順、所属は平成22年当時)

座長	森田 昌敏	愛媛大学農学部附属 環境先端技術センター センター長
	小森 行也	独立行政法人土木研究所 水環境研究グループ水質チーム 総括主任研究員
	佐々木 裕子	明治薬科大学 客員研究員
	福島 武彦	筑波大学大学院 生命環境科学研究科 教授
	福嶋 実	愛媛大学 農学部 客員教授
	松村 千里	財団法人ひょうご環境創造協会 兵庫県環境研究センター 安全科学科 研究主幹
	吉永 淳	東京大学大学院 新領域創成科学研究科 准教授

目次

I	底質採取法	1
1.	採取時期	1
2.	採取地点	1
2.1	概況調査	1
2.2	精密調査	1
3.	採取方法	2
4.	採取時に実施すべき事項	2
5.	採取時の試料の調製	2
6.	採取フローシート	3
7.	試料採取容器、固定方法、保管方法	3
8.	(参考) 間隙水の抽出方法について	5
9.	(参考) 酸素消費速度	6
II	分析方法	8
1.	結果の表示	8
2.	精度管理	8
2.1	精度管理の考え方	8
2.2	内部精度管理(共通事項)	8
2.3	外部精度管理	16
2.4	その他精度管理に関する事項	16
2.5	試験法別留意事項	20
2.5.1	重量法	20
2.5.2	容量法	21
2.5.3	pH測定	21
2.5.4	吸光光度法	22
2.5.5	原子吸光光度法	23
2.5.6	ICP発光分光法	24
2.5.7	イオンクロマトグラフ法	26
2.5.8	ガスクロマトグラフ質量分析法(揮発性有機化合物)	27
2.5.9	ガスクロマトグラフ質量分析法(農薬、有機化合物等)	28
2.5.10	ICP質量分析法	29
2.5.11	ガスクロマトグラフ法	30
2.5.12	高速液体クロマトグラフ法(HPLC)	31
3.	分析試料の調製	32
3.1	湿試料	32
3.2	風乾試料	33
3.3	乾燥試料	34
3.4	凍結乾燥試料	35
4.	一般項目	36
4.1	乾燥減量	36
4.2	強熱減量	37
4.3	泥分率	38
4.4	水素イオン濃度(pH)	40
4.5	酸化還元電位(ORP)	42

4.6	硫化物	43
4.7	過マンガン酸カリウムによる酸素消費量 (COD _{sed})	47
4.8	窒素	51
4.8.1	全窒素	51
4.8.1.1	中和滴定法	51
4.8.1.2	インドフェノール青吸光光度法	56
4.8.2	アンモニア態窒素	59
4.8.2.1	中和滴定法	59
4.8.2.2	インドフェノール青法	61
4.8.3	亜硝酸態窒素及び硝酸態窒素	63
4.8.3.1	亜硝酸態窒素	63
4.8.3.2	硝酸態窒素	65
4.9	りん	68
4.9.1	全りん	68
4.9.2	りん酸態りん	72
4.10	全有機炭素 (TOC)	78
4.11	シアン化合物	81
4.11.1	4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法	81
4.11.2	ピリジン-ピラゾロン吸光光度法	86
4.12	ふっ素	88
4.12.1	ふっ素化合物	88
4.12.1.1	ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光光度法	88
4.12.1.2	イオン電極法	90
4.12.1.3	イオンクロマトグラフ法	93
4.12.2	ふっ素 (全分解) (炭酸ナトリウム融解法)	96
4.13	ヘキサン抽出物質	99
4.13.1	ヘキサン抽出物質 (重量法)	99
4.13.2	(参考法) ヘキサン抽出物質中の鉱油等の定性分析方法	101
4.14	全有機塩素化合物	108
5.	金属	114
5.1	カドミウム	114
5.1.1	フレイム原子吸光法	114
5.1.2	電気加熱原子吸光法	121
5.1.3	ICP 質量分析法	124
5.1.4	ICP 発光分光分析法	128
5.2	鉛	131
5.2.1	フレイム原子吸光法	131
5.2.2	電気加熱原子吸光法	132
5.2.3	ICP 質量分析法	133
5.2.4	ICP 発光分光分析法	135
5.3	銅	138
5.3.1	フレイム原子吸光法	138
5.3.2	電気加熱原子吸光法	139
5.3.3	ICP 質量分析法	140
5.3.4	ICP 発光分光分析法	142
5.4	亜鉛	145
5.4.1	フレイム原子吸光法	145
5.4.2	電気加熱原子吸光法	146
5.4.3	ICP 質量分析法	147
5.4.4	ICP 発光分光分析法	149
5.5	鉄	152
5.5.1	フレイム原子吸光法	152

5.5.2	電気加熱原子吸光法	153
5.5.3	ICP 質量分析法	154
5.5.4	ICP 発光分光分析法	156
5.6	マンガン	159
5.6.1	フレイム原子吸光法	159
5.6.2	電気加熱原子吸光法	160
5.6.3	ICP 質量分析法	161
5.6.4	ICP 発光分光分析法	163
5.7	ニッケル	166
5.7.1	フレイム原子吸光法	166
5.7.2	電気加熱原子吸光法	167
5.7.3	ICP 質量分析法	168
5.7.4	ICP 発光分光分析法	170
5.8	モリブデン	173
5.8.1	電気加熱原子吸光法	173
5.8.2	ICP 質量分析法	174
5.8.3	ICP 発光分光分析法	176
5.9	ひ素	178
5.9.1	ジエチルジチオカルバミン酸銀吸光光度法	178
5.9.2	水素化物発生原子吸光法	182
5.9.3	ICP 質量分析法	185
5.9.4	水素化物発生 ICP 発光分光分析法	187
5.10	セレン	190
5.10.1	水素化物発生原子吸光法	190
5.10.2	ICP 質量分析法	192
5.10.3	水素化物発生 ICP 発光分光分析法	194
5.11	アンチモン	196
5.11.1	水素化物発生原子吸光法	196
5.11.2	ICP 質量分析法	199
5.11.3	水素化物発生 ICP 発光分光分析法	200
5.12	クロム	203
5.12.1	クロム (酸抽出)	203
5.12.1.1	電気加熱原子吸光法	203
5.12.1.2	ICP 質量分析法	204
5.12.1.3	ICP 発光分光分析法	206
5.12.2	総クロム (全分解)	208
5.12.2.1	アルカリ融解-吸光光度法	208
5.12.2.2	ICP 質量分析法	212
5.12.2.3	ICP 発光分光分析法	214
5.12.3	六価クロム (吸光光度法)	216
5.13	ほう素	218
5.13.1	炭酸ナトリウム融解-メチレンブルー吸光光度法	218
5.13.2	ICP 質量分析法	221
5.13.3	ICP 発光分光分析法	223
5.14	水銀	226
5.14.1	総水銀	226
5.14.1.1	硝酸-過マンガン酸カリウム還流分解法	226
5.14.1.2	硝酸-硫酸-過マンガン酸カリウム分解法	230
5.14.2	アルキル水銀 (Ⅱ) 化合物	232
5.14.2.1	アルカリ処理-トルエン抽出法	232
5.14.2.2	アルカリ処理-ジチゾントルエン抽出法	237
5.15	ベリリウム	243

5.15.1	電気加熱原子吸光法	243
5.15.2	ICP 質量分析法	244
5.15.3	ICP 発光分光分析法	246
5.16	バナジウム	248
5.16.1	電気加熱原子吸光法	248
5.16.2	ICP 質量分析法	249
5.16.3	ICP 発光分光分析法	251
5.17	ウラン	253
5.17.1	ICP 質量分析法	253
6.	有機化合物	255
6.1	揮発性有機化合物 (VOC)	255
6.1.1	パージ・トラップーガスクロマトグラフ質量分析法	255
6.1.2	ヘッドスペースーガスクロマトグラフ質量分析法	264
6.2	農薬	267
6.2.1	農薬	267
6.2.2	有機塩素系農薬、ポリ臭化ビフェニル及びベンゾ[a]ピレン	275
6.3	界面活性剤	284
6.3.1	陰イオン界面活性剤	284
6.3.1.1	メチレンブルー吸光光度法	284
6.3.1.2	直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム (LAS)	290
6.3.2	非イオン界面活性剤	295
6.3.2.1	ポリオキシエチレン型非イオン界面活性剤 (臭化水素酸分解法)	295
6.3.2.2	ノニルフェノールエトキシレート (高速液体クロマトグラフ法)	299
6.4	ポリ塩化ビフェニル (PCB)	303
6.4.1	パックドカラムーガスクロマトグラフ法	303
6.4.2	キャピラリーカラムーガスクロマトグラフ法	312
6.4.3	キャピラリーカラムーガスクロマトグラフ四重極形質量分析法	316
6.4.4	キャピラリーカラムーガスクロマトグラフ高分解能形質量分析法	322
6.5	有機スズ化合物	326
6.5.1	プロピル誘導体化法	326
6.5.2	(参考法) エチル誘導体化法	335
6.6	多環芳香族炭化水素	342
6.7	ベンゾフェノン、4-ニトロトルエン	351
6.8	フタル酸エステル類	357
6.9	アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル (DEHA)	366
6.10	アルキルフェノール類、ビスフェノール A 及びクロロフェノール類	372
6.10.1	トリメチルシリル誘導体化法	372
6.10.2	エチル誘導体化法	380
6.11	エストラジオール類	387
6.11.1	エストラジオール類 (メチル誘導体化ーガスクロマトグラフ質量分析法)	387
6.11.2	エストラジオール類 (ペンタフルオロベンジル誘導体化ーガスクロマトグラフー負イオン化学イオン化質量分析法)	395
6.12	1,4-ジオキサン	402
6.13	フェノール	406
6.14	ホルムアルデヒド	412
III	溶出試験	416
1.	溶出率の算定法	416
2.	総水銀	416