

**平成30年度環境測定分析統一精度管理調査
ブロック会議
環境測定分析における留意点及び精度管理について
(底質試料)**

1. PCB(詳細項目)

2. 総水銀(参照項目)

3. アルキル水銀(参照項目)

調査対象

- 高等精度管理調査

測定回数 1 ~ 5 回

- 分析対象項目（参照項目）

総水銀、アルキル水銀

試料

- 共通試料 3 : 底質試料

分析対象項目が測定可能な海底質を採取し、約50°Cにおいて乾燥後、夾雑物を除去した。その後、ふるいを通過した部分を集め、さらに混合・均質化し、100 mLのガラス製の瓶に約60 gを入れたものとして、国立研究開発法人産業技術総合研究所より入手

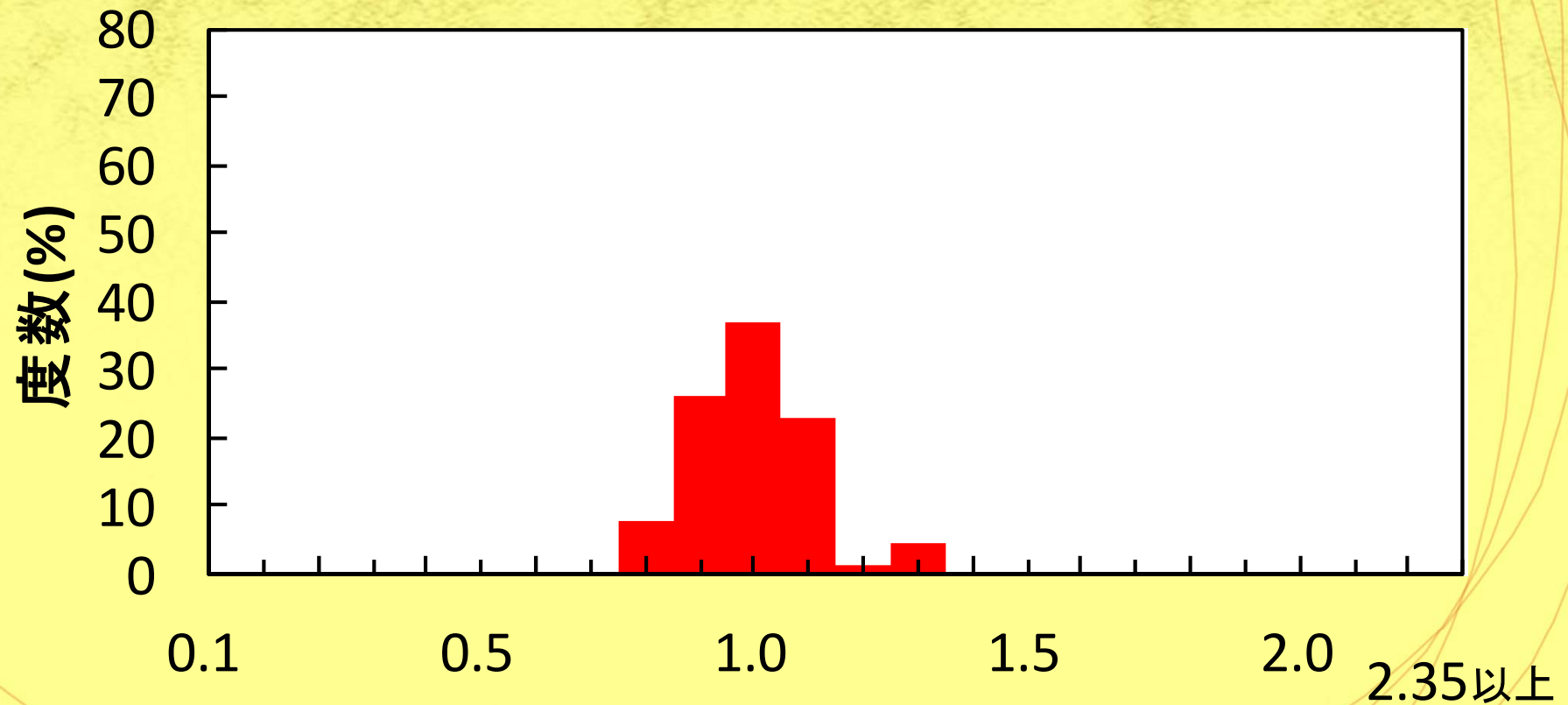
2. 1 総水銀（底質、参照項目）

- 回答数 72（公的機関 8、民間機関 64）

- 分析方法
 - ・ 硝酸・硫酸・過マンガン酸カリウム分解法 43回答
（外れ値：Grubbs大 2、Grubbs小 3 回答）
 - ・ 硝酸・過マンガン酸カリウム分解法 24回答（外れ
値：Grubbs大 1、Grubbs小 1 回答）
 - ・ その他 5回答

- 外れ値棄却後の平均値：0.489 mg/L

2. 1 総水銀(底質、参照項目)



2.1.1 分析方法の概要

「水銀分析マニュアル」

試料0.5 g (湿重量) 以下

↓ ← 蒸留水1 mL、HNO₃-HClO₄ (1+1) 2 mL、硫酸5 mL
を加え200-230°Cで30分程度加熱分解

50 mLに定容

↓

一定量 (通常5 mL)

↓ +10%SnCl₂

定量 (AAS)

(試料を直接測定、試料を希釈して測定)

(絶対検量線法又は標準添加法)

2.1.2 分析方法の概要

硝酸-過マンガン酸カリウム還流分解法「原子吸光法」 (底質調査方法)

試料10 g (湿重量)、還流冷却器付分解フラス

コ

↓ ←硝酸 (1+1) 50 mL

↓ 過マンガン酸カリウム溶液 (30 g/L)、赤紫色が10
分持続するまで繰り返し10 mL追加

↓ ペルオキシ₂硫酸カリウム (50 g/L) 10 mL

(加熱、1時間)

↓

(冷却40°C)

↓ ←尿素溶液 (100 g/L) 10 mL

↓ ←塩化ビト[®]ピルアンモニウム (200 ml)、
赤紫色が消えるまで

(ろ過)

↓

(定容、200 mL)

↓

試験溶液

試験溶液

↓

(分取)

↓ 硫酸 (1+1) 1 mL

↓ 水を加えて250 mL

(通気回路の組み立て)

↓ 塩化スズ(II)溶液10

mL

定量(AAS)

(試料を直接測定、試料
を希釈して測定)

(絶対検量線法又は標
準添加法)

2.1.3 分析方法の概要

硝酸-硫酸-過マンガン酸カリウム分解法（底質調査方法）

試料10 g（湿重量）

↓ ← 蒸留水で50 mL、硝酸20 mL、硫酸
（1+1）20 mL

↓ 過マンガン酸カリウム溶液（30 g/L）20 mL

↓ ペルオキシ₂硫酸カリウム（50 g/L）
10 mL

（加熱、95°C、2時間）

↓

（冷却40°C）

↓ ← 尿素溶液（100 g/L）10 mL

↓ ← 塩化ヒドロキシルアンモニウム（200 ml
）

（ろ過）

↓

（定容、200 mL）

↓

試験溶液

試験溶液

↓

（分取）

↓ 硫酸（1+1）10 mL

↓ 水を加えて250 mL

（通気回路の組み立て）

↓ 塩化スズ(II)溶液10 mL

定量（AAS）

（試料を直接測定、試料を希釈して測定）

（絶対検量線法又は標準添加法）

2.1.4 分析方法の概要

硝酸-塩化ナトリウム分解法（底質調査方法）

試料10 g（湿重量）、ケルダール
フラスコ

↓ ← 硝酸（1+1）90 mL

↓ ← 塩化ナトリウム溶液（200
g/L）20 mL

（加熱、95°C、2時間）

↓

（ろ過）

↓

（定容、200 mL）

↓

試験溶液

↓

試験溶液

↓

（分取）

↓ 硫酸（1+1）10 mL

↓ 水を加えて250 mL

（通気回路の組み立て）

↓ 塩化スズ（II）溶液10 mL

定量（AAS）

（試料を直接測定、試料を希釈して測定）

（絶対検量線法又は標準添加法）

2.1.5 過去の結果との比較

実施年度 (平成)	試料	主な水銀源	棄却	回答 数	平均値 (注)	室間精度		棄却 率 (%)
						SD	CV%	
12	模擬水質(硫酸 酸性水溶液)	無機水銀イ オン	前	393	0.00225	0.0130	577.1	4.1%
			後	377	0.000682	0.000107	15.8	
14	土壌(火山灰土 壌)	不明	前	328	0.618	5.90	954.8	6.4%
			後	307	0.0483	0.0102	21.1	
18	土壌(火山灰土 壌)	不明	前	359	0.101	0.501	494	3.3%
			後	347	0.0583	0.0118	20.2	
30	底質試料	不明	前	72	0.489	0.182	37.2	9.0%
			後	65	0.489	0.056	11.5	
	模擬排水	無機水銀イ オン(0.001) アルキル水 銀(0.0001)	前	356	0.0147	0.125	853	6.4%
			後	333	0.00110	0.0000959	8.74	

2.2.1 アルキル水銀(底質)

- 分析方法はGC-ECD法のみであり、また検出数が非常に少なかったことから、分析方法別の平均値及び室間精度CVの確認等
は行わなかった。