

「平成25年度環境測定分析統一 精度管理調査」の概要

環境省 水・大気環境局
総務課環境管理技術室

調査対象

基本精度管理調査 (1 試料)
模擬水質試料

高等精度管理調査 (2 試料)
模擬水質試料
底質試料

試料 1

基本精度管理調査
・模擬水質試料1 (重金属類分析用) …… 共通試料1

分析対象項目: カドミウム、鉛、砒素、亜鉛の4つ。
分析方法: 「水質汚濁に係る環境基準について」
(昭和46年環境庁告示第59号) に定める方法

試料 2

高等精度管理調査

・模擬水質試料2(ノニルフェノール等分析用)・・・共通試料2

分析対象項目:ノニルフェノール、4-t-オクチルフェノール及び
LAS(直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩)

分析方法:ノニルフェノールとLASは「水質汚濁に係る環境基準について」
(昭和46年環境庁告示第59号)に定める方法

4-t-オクチルフェノールはノニルフェノールと同時分析が可能

具体的には

ノニルフェノール及び4-t-オクチルフェノールは

固相抽出(又は溶媒抽出)-ガスクロマトグラフ質量分析法(GC/MS)

LASは

固相抽出-高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法(GC/MS/MS)

試料 2

注意点

ノニルフェノール

- ・4-ノニルフェノールの13異性体を測定し、ノニルフェノールの濃度を求める。
(13異性体は参考値として報告する)
- ・標準物質(ノニルフェノール)は、13異性体の混合物であり、異性体の組成比を求める。その組成比を用いて試料中の各異性体を定量する。
- ・異性体の組成比は、ガスクロマトグラフ法(GC/FID)によって求める。

LAS

- ・C10-LAS ~ C14-LAS(下記)を測定して、それぞれの物質及びLASの濃度を求める(C10-LAS ~ C14-LASの物質及びLASを分析対象として報告する)。
- ・C10-LAS : デシルベンゼンスルホン酸及びその塩
- ・C11-LAS : ドデシルベンゼンスルホン酸及びその塩
- ・C12-LAS : ウンデシルベンゼンスルホン酸及びその塩
- ・C13-LAS : トリデシルベンゼンスルホン酸及びその塩
- ・C14-LAS : テトラデシルベンゼンスルホン酸及びその塩
- (全体 LAS : 直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩)
- ・C10-LAS ~ C14-LASの標準物質(標準液)を使用して定量する。

試料 3

高等精度管理調査

・底質試料(有機塩素化合物・砒素分析用) ……共通試料3

24年度の追跡調査

分析対象項目: 2種類(有機塩素化合物、砒素)

有機塩素化合物

詳細項目(3項目): p,p'-DDT、p,p'-DDE、p,p'-DDD

参照項目(16項目): α -HCH、 β -HCH、 γ -HCH(リンデン)、 δ -HCH、
アルドリン、ディルドリン、エンドリン、cis-クロルデン、
trans-クロルデン、オキシクロルデン、cis-ノナクロル、
trans-ノナクロル、ヘキサクロロベンゼン(HCB)、
o,p'-DDT、o,p'-DDE、o,p'-DDD

(*)参照項目は分析結果のみを提出

分析方法: 溶媒抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法(GC/MS)

試料 3

有機塩素化合物

(H24の問題点等)

H24年度の結果は、回答数は少なく、ばらついており、精度の実態が明らかになったとは言えなかった。また、分析方法により精度の違いがみられた。

その理由としては、夾雑物(硫黄、鉱油等)を多く含み、クリーンアップ操作がうまくいかなかったこと、サロゲート等の標準品が購入できなかったこと等が考えられる。

(追跡調査を行うに当たっての主な対処内容)

クリーンアップ操作例及び留意する点等を平成24年度の調査結果(本編)に示す。

本説明会等において、この追跡調査を説明し、クリーンアップ操作の検討やサロゲート等の標準品の早期の準備を可能とする。

参加機関での分析期間を長くし、クリーンアップ操作の検討や適切なクリーンアップ操作等を可能とする。

推奨方法として、平成24年度では「外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル」としていたが、今年度は「モニタリング調査マニュアル」及び「底質調査方法」を追加して、クリーンアップ操作の方法例等を増やす。

試料 3

砒素

平成24年度の結果(農用地土壌試料での結果)は、水素化物発生法(水素化物発生原子吸光法及び水素化物発生ICP発光分光分析法)とICP質量分析法の平均値が異なっていたが、その原因等は明らかでなかった。

25年度は、マトリックスの類似する試料(マトリックスの多い試料)である底質試料で調査(追跡調査)を行う。

砒素の分析方法は、(試料は底質であるが)「農用地土壌汚染対策地域の指定要件に係る砒素の量の検定の方法を定める省令」による。具体的には、「試料液の調製(1mol/L塩酸による溶出操作)」後、「検定の操作」を行って砒素を測定する。

スケジュール

参加機関の募集

募集期間(7月5日～8月6日)

環境省での募集の報道発表資料(7月5日)

募集案内の詳細は、本調査専用のホームページに掲載

試料等の送付

9月上旬

分析結果等の提出期限

(1)水質試料1(重金属類)

水質試料2(ノニルフェノール等)

底質試料(砒素)

ホームページへ記入:10月17日(木)

用紙へ記入 :10月10日(木)

(2)底質試料(有機塩素化合物)

ホームページへ記入:11月14日(木)

用紙へ記入 :11月7日(木)

調査結果の報告(公開等)

- ・部分的な中間報告(暫定版)...12月
(分析結果の提出期限が10月のもの)
- ・中間報告(全体) ... 1月中旬頃
- ・「調査結果報告書」 ... 翌年6月頃公表及び参加機関へ送付

その他

ホームページを参照ください。

<http://www.seidokanri.go.jp/index.html>