

平成24年度環境測定分析統一精度管理調査結果 説明会

参加者からの質問と回答

平成25年7月12日 東京
平成25年7月23日 福岡
平成25年7月29日 大阪

はじめに

ここに示しています質問と回答については、期限内（平成25年6月10日～7月1日）にあった質問です。これまでと同様、後日ホームページに掲載します。

ホームページへの掲載については、以下のように予定しています。

- ・この場所（説明会）での意見などを含めた回答とします。
- ・また、回答は表現等の整合性をとります。
- ・説明会での質問についても、その回答を掲載します。
- ・質問は、これからも受け付けており、随時掲載します。

1. 土壌（農用地土壌）試料 （重金属類の分析）

1. 1 土壌（農用地土壌）試料 （カドミウム）

（1）重金属類の分析（ICP発光分光分析法）について
（カドミウム、銅に共通：銅（1）と同じ）

01 ろ液をそのまま測定すると内部標準液（Y）
を添加することが難しいが、その場合は希釈で対
応するか、若しくは濃縮操作で対応するか、教え
てほしい。

土壌（農用地土壌）試料（カドミウム）

- （１）重金属類の分析（ICP発光分光分析法）について
（カドミウム、銅に共通：銅（１）と同じ）

**A1 全量フラスコに一定量のろ液と、一定量の
内標準液、また必要に応じて一定量の酸を移し入
れ、水を標線まで加えてよく混合した溶液を測定
します。**

1. 1 土壌（農用地土壌）試料 （カドミウム）

（2）分析装置の種類の違いにおける値の違いについて
（カドミウム、銅、砒素に共通：銅（4）及び砒素（2）と同じ）

Q2 カドミウム、銅、砒素とも測定方法が複数種類（原子吸光法、ICP発光分光分析法、ICP質量分析法）があります。測定を行った装置の種類の違いにより、値に有意な違いはあったのでしょうか。

土壌（農用地土壌）試料（カドミウム）

（２）分析装置の種類の違いにおける値の違いについて
（カドミウム、銅、砒素に共通：銅（４）及び砒素（２）と同じ）

A2 カドミウムでは、原子吸光法に比べ、ICP発光分光分析法で、平均値が小さく、室間精度が大きくなる傾向がありました。ヒストグラムを見ると、原子吸光法は平均値付近に高いピークがあり、全体として中央にまとまっていますが、ICP発光分光分析法では、平均値付近のピークが低く、平均値より小さい値に裾を引いています。ICP発光分光分析法で外れ値になったのはすべて小さい値で、いずれも溶媒抽出等マトリックスからの分離操作を行わない絶対検量線法でした。溶出操作から行っているためはっきりしないところがありますが、溶媒抽出による分離や標準添加法による定量といった、マトリックスの影響を取り除く操作を行わない場合に、小さな値になった可能性が考えられます。

1. 2 土壌（農用地土壌）試料 （銅）

（1）重金属類の分析（ICP発光分光分析法）について
（カドミウム、銅に共通：カドミウム（1）と同じ）

Q1 ろ液をそのまま測定すると内部標準液（Y）
を添加することが難しいが、その場合は希釈で対
応するか、若しくは濃縮操作で対応するか、教え
てほしい。

土壌（農用地土壌）試料（銅）

- （１）重金属類の分析（ICP発光分光分析法）について
（カドミウム、銅に共通：カドミウム（１）と同じ）

A1 カドミウム（１）と同じ

全量フラスコに一定量のろ液と、一定量の内標準液、また必要に応じて一定量の酸を移し入れ、水を標線まで加えてよく混合した溶液を測定します。

1. 2 土壌（農用地土壌）試料 （銅）

（2）重金属類の分析（振とう方法）について
（銅、砒素に共通：砒素（1）と同じ）

**Q2 振とう回数150回/分以上若しくは振とうの
向き（縦・横）で銅及び砒素の溶出が不十分に
なっている原因はなにか。**

土壌（農用地土壌）試料（銅）

（２）重金属類の分析（振とう方法）について （銅、砒素に共通：砒素（１）と同じ）

A2 銅に関しては、「横置き／水平振り」が「縦置き／水平振り」に比べ低値を示したが、同時に溶出操作を行ったカドミウムでは逆の傾向が認められるため、どちらかの置き方がより溶出能力が高いことを示したのではなく、特に意味がある結果とは考えられない。振とう回数に関しては、1分間に50～150回と150～300回の水準間で平均値に差がみられたが、原因は不明である。振とうの激しさが関係しているとする、振とう幅に関しても何らかの影響が現れると考えられるが、振とう幅に関しては、5 cm未満と5～15 cmの水準間で平均値、室間精度ともに差はみられなかったことから、振とうの激しさが影響しているものとは考えられない。

1. 2 土壌（農用地土壌）試料 （銅）

（3）重金属類の分析（測定波長）について
（銅、砒素に共通：砒素（1）と同じ）

Q3 各機関の銅の測定波長（ICP発光分光分析法）を教えてください。

土壌（農用地土壌）試料（銅）

（３）重金属類の分析（測定波長）について
（銅、砒素に共通：砒素（１）と同じ）

A3 波長（次ページ）については、少数点以下に数字の違いがみられるが、204.379(Ⅱ)nm, 213.598(Ⅱ)nm, 324.754(Ⅰ)nm, 327.396(Ⅰ)nmの4本の発光線が使用されており、大部分は後者の2本の発光線であった。ここで、(Ⅱ)はイオンの発光線、(Ⅰ)は原子からの発光線を意味します。324.754nmと327.396nmの発光線に対する共存元素のスペクトル干渉の程度を図（次々ページ）に示します。324.754nmに対しては、Tiの発光線が少し重なるが、Ti濃度は高くないので、妨害とはなりません。発光線による、偏り及び精度の違いは認められなかった。

土壌（農用地土壌）試料（銅）

（３）重金属類の分析（測定波長）について
（銅、砒素に共通：砒素（１）と同じ）

A3

表 ICP 発光分光分析法における波長に関する解析（銅）

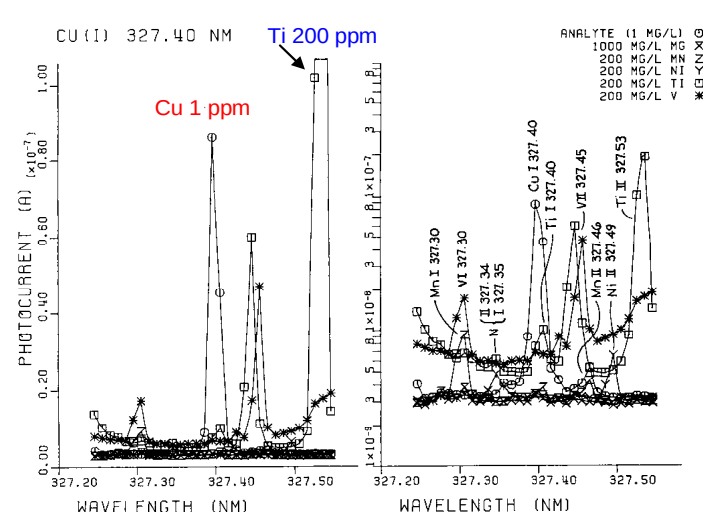
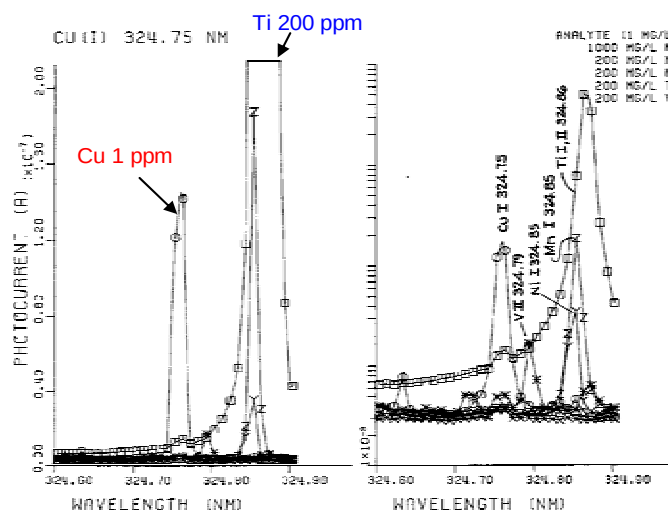
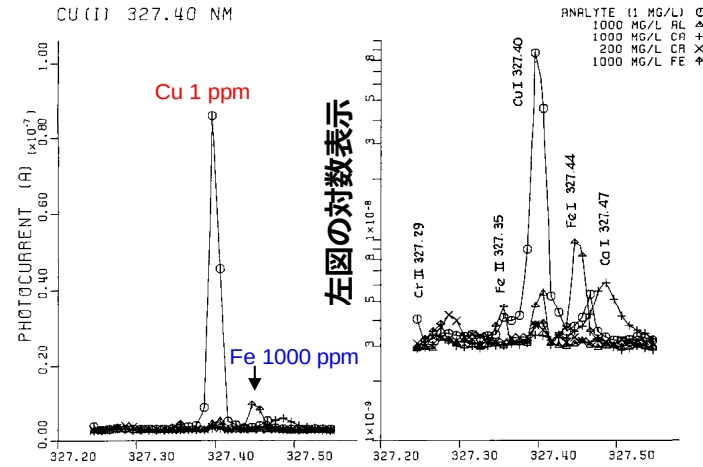
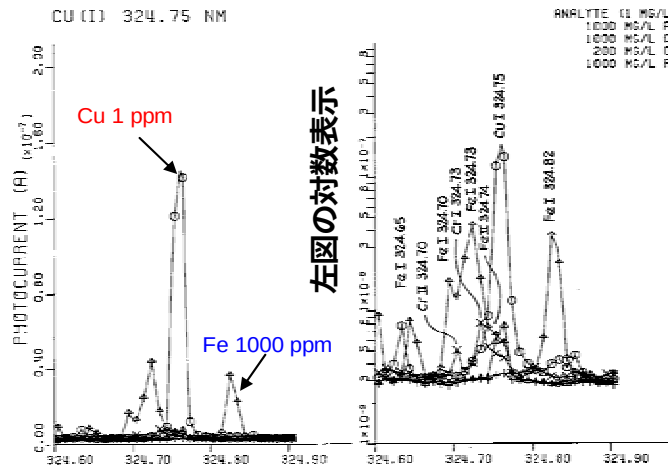
波長	外れ値等を除く				外れ値
	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度		回答数
			S.D. (mg/kg)	CV %	
1. 204.3	1	13.2	-	-	0
2. 213.598	5	12.3	2.79	22.6	1
3. 324.7	18	11.4	2.43	21.3	1
4. 324.725	82	12.3	2.62	21.3	2
5. 324.758	0		-	-	1
6. 324.759	1	5.42	-	-	0
7. 324.761	1	11.4	-	-	0
8. 324.764	1	11.2	-	-	1
9. 324.8	5	13.7	3.45	25.1	0
10. 327.4	42	11.5	2.69	23.3	2
11. 327.754	1	11.1	-	-	0

（注）偏り（平均値の差）及び精度の違いは水準間にみられない（危険率 5%）。

土壌（農用地土壌）試料（銅）

(3) 重金属類の分析（測定波長）について A3 （銅、砒素に共通：砒素（1）と同じ）

銅の発光線に対する共存元素の分光干渉



1. 2 土壌（農用地土壌）試料 （銅）

（４）分析装置の種類の違いにおける値の違いについて
（カドミウム、銅、砒素に共通：カドミウム（２）及び砒素（２）と同じ）

Q4 カドミウム、銅、砒素とも測定方法が複数種類（原子吸光法、ICP発光分光分析法、ICP質量分析法）があります。測定を行った装置の種類の違いにより、値に有意な違いはあったのでしょうか。

土壌（農用地土壌）試料（銅）

（４）分析装置の種類の違いにおける値の違いについて
（カドミウム、銅、砒素に共通：カドミウム（２）及び砒素（２）と同じ）

A 4 銅に関しては、電気加熱原子吸光法を除いて平均値に差はありませんでした。精度に関しては、フレイム原子吸光法はICP質量分析法よりも優れていました。しかし、いつもこのようになるとは限りませんので、一般化して断定することは困難です。

1. 3 土壌（農用地土壌）試料 （砒素）

（1）重金属類の分析（振とう方法）について
（銅、砒素に共通：銅（2）と同じ）

Q1 振とう回数150回/分以上若しくは振とうの向き（縦・横）で銅及び砒素の溶出が不十分になっている原因はなにか。

土壌（農用地土壌）試料（砒素）

（１）重金属類の分析（振とう方法）について
（銅、砒素に共通：銅（２）と同じ）

A1 砒素については、統計的には有意でないものの「縦置き／水平振り」はやや低い傾向がありました。しかし、そもそも砒素の室間精度が悪すぎてこの傾向が本当かどうか明確ではないので、今後測定精度を上げたうえで再検討するべきであると考えられます。

1. 3 土壌（農用地土壌）試料 （砒素）

（2）分析装置の種類の違いにおける値の違いについて
（カドミウム、銅、砒素に共通：カドミウム（2）及び銅（4）と同じ）

Q2 カドミウム、銅、砒素とも測定方法が複数種類（原子吸光法、ICP発光分光分析法、ICP質量分析法）があります。測定を行った装置の種類の違いにより、値に有意な違いはあったのでしょうか。

土壌（農用地土壌）試料（砒素）

（２）分析装置の種類の違いにおける値の違いについて
（カドミウム、銅、砒素に共通：カドミウム（２）及び銅（４）と同じ）

A2 ふたつの水素化物発生法（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質量分析法との比較では、ICP質量分析法が水素化物発生法よりも平均値が大きい結果でした。なお、この原因は水素化物発生法の効率やマトリックスの影響等と考えられ、前処理（酸分解）、水素化物発生法における予備還元と測定（原子吸光法、ICP発光分光分析法）、ICP質量分析法による測定等の各操作を精査したが、どちらの結果が真値に近いのか、また平均値が大きく異なる原因ははっきりわかりませんでした。

1. 4 土壌（農用地土壌）試料 （全般）

（1）溶出操作（生データ）について

Q1 分析方法別の解析結果だけでなく、今後の溶出操作の参考として、分析結果報告書で回答した各条件項目を一覧に示した各分析機関の生データ（結果）をみたい。

土壌（農用地土壌）試料（全般）

（１）溶出操作（生データ）について

A1 本調査では公表する内容として、分析結果と外れ値の原因等とすることを参加機関の募集時にもお示ししているところです。当方としては現状において、本調査の結果を有効に活用出来る分析結果はご提供していると考えているところですが、他の観点による分析結果が必要だということであれば、ご提供については、その意義も含め可能な範囲で、検討させていただきます。

1. 4 土壌（農用地土壌）試料 （全般）

（2）溶出操作（振とう幅、ろ過操作）について

Q2 1.砒素の振とう幅が10cmと指定され、カドミウム及び銅に関しては指定がないことについては何か根拠がありますか。

2.溶出液調製のろ過操作の際、ろ過後の残渣と容器を純水で洗い込みながらメスアップして（例えば100mL）分析に使用の方が一般的ですか。それとも、上澄みのみをろ過した溶液を分析に使用の方が一般的ですか。

3.報告書（本編53ページ）において「手法の統一性を高めること・・・」とあるが、カドミウム及び銅の振とう回数、振とう幅、ろ過方法等の早急な指定をお願いします。

土壌（農用地土壌）試料（全般）

（２）溶出操作（振とう幅、ろ過操作）について

A 2 1. 元素に応じて振とう幅の指定の有り無しに関しては、特に根拠はないと考えます。分析方法を規定するための検討した時期、検討に用いた論文の記述などが異なっているためではないかと推察されますが、制定時期が古いため詳しく調べることはできません。

2. 上澄み（抽出液）のみをろ過して下さい。

今回の農用地土壌汚染防止法に基づく農用地土壌の溶出試験では、土壌に含まれる対象物質全部を測るのではなく、ある条件でどれだけ溶け出してくるのかを知ることが目的となっています（濃度表示としては土壌単位質量当たりの対象元素の質量（mg/kg）となっていて、土壌含有量を求めている形になっていますが、実態は1mol/L塩酸による溶出試験となっています）。したがって、対象土壌と溶出に用いる溶媒（今回は1mol/L塩酸）の量比も非常に重要なパラメータであり、パーセント程度より良い精度で採取される必要があります。

測定すべき濃度は、土壌と共存している水溶液中の濃度となります。つまり、今回のケースでは、ろ液中の濃度を知ることが目的なので、どのような操作を実施するとしても、ろ液濃度に戻れるような情報を保持できる操作でなければなりません。

土壌（農用地土壌）試料（全般）

（２）溶出操作（振とう幅、ろ過操作）について

A2（2.続き） 仮にろ過で水による洗い込みをした場合、洗液により新たな溶出が起こる可能性があること（＋の誤差を与える）、また、水を加えることにより酸濃度が薄くなり、溶出した重金属類が試料に再吸着を起こす可能性があること（－の誤差を与える）により、最終的に一定量（定容）としたとしても、正しくろ液中の濃度に戻すのは難しいと考えられます。

なお、ろ過をするときですが（一般にろ紙5種Bを使用する）、残渣で濁った液をろ過するか、上澄みの液をろ過するか、2通りがあります。カドミウムではICPで測定する場合メンブランフィルターも認めることになっており、この場合、残渣を含めると目詰まりを起こすため難しいと思います（「農用地土壌汚染対策地域の指定要件に係るカドミウムの量の検定の方法に関するガイドライン」(<http://www.env.go.jp/water/dojo/nouyo/law/guideline/cadmium.pdf>)でも、「抽出操作の留意点」で、「試料液の調製において、孔径0.45 μm のメンブランフィルターを用いて抽出後の懸濁液をろ過する場合には、ろ紙の目詰まりによる測定値の低下を防ぐために、30 分間程度静置した後にろ過の操作を実施する」となっています）。

土壌（農用地土壌）試料（全般）

（2）溶出操作（振とう幅、ろ過操作）について

A2（2.続き）ろ紙の場合とメンブランフィルターの場合の違いをなくす意味で、この点に言及するのであれば、上澄みだけの方が良いかと思います。また、H22年度に行った土壌汚染対策法に基づく土壌の溶出試験では（同様な1mol/L塩酸による溶出試験を行った土壌含有量）、
「上澄み液を孔径0.45 μm のメンブランフィルターでろ過してろ液を採り、定量に必要な量を正確に量り採って、これを検液とする」となっていますので、（合わせる必要もないかもしれませんが）上澄み液をろ過した方が良いと思います。

3.手法の統一に関しては、環境省の担当課において、今回のような調査も一つの要素として、状況を勘案しながら検討していくことになるかと思っています。

1. 4 土壌（農用地土壌）試料 （全般）

（3）試料液の調製について

Q3 ・「農用地土壌に係る測定方法」では、試料液の調製の際に、振とう幅、単位時間あたりの振とう回数等の条件がないが、どのように振とうすればよいか。

・ろ過は上清みをろ過するか、もしくは土壌も一緒にろ過するか。

土壌（農用地土壌）試料（全般）

（３）試料液の調製について

A3 ・カドミウムと銅に関しては、規定されていませんが、砒素とほぼ同程度のものが妥当と考えられます。

・しばらく（約30分）静置して、上澄み（抽出液）のみをろ過してください。前記（２） **Q2 & A2** も参照ください。

1. 4 土壌（農用地土壌）試料 （全般）

（4）振り混ぜ機について

Q4 試料液の調製に必要な条件を満たす振とう機があるならば、推奨される機器を教えてください。

土壌（農用地土壌）試料（全般）

（４）振り混ぜ機について

A 4 条件に合う振とう機はありますが、特に推奨する機器はありません。

2. 底質試料1 (PCBの分析)

2. 底質試料1（PCBの分析）

（1）硫酸処理の代用について

Q1 硫酸処理をやめてダイオキシン用10%硝酸銀シリカ44%硫酸シリカカラムを代用しました。成績はまずまずだったので精製はうまくいったと考えています。操作の簡易性，精製の良さ、安全面から考えたら上記シリカカラムを使ってもいいのではないのでしょうか。

底質試料1（PCBの分析）

（1）硫酸処理の代用について

A1 本調査において、硫酸処理を行わず、多層シリカゲルカラムにより精製を行い、測定を行っている回答があります。多層シリカゲルカラムは、DL-PCBsを含むダイオキシン類の分析に用いられ、10%硝酸銀シリカや44%硫酸シリカカラムなどで構成されています。結果は、調査結果（資料編）の表1-2-1-14に示すように平均値及び室間精度（CV%）が、それぞれ136 $\mu\text{g/kg}$ 、23.6%です。本調査の全体（161回答）の平均値及び室間精度（CV%）は、調査結果（本編）の表2-1-11(2)に示すように、121 $\mu\text{g/kg}$ 、42.8%です。また、キャピラリーGC/MS（高分解能型）では、136 $\mu\text{g/kg}$ 、13.6%です。これらの結果から、ダイオキシン用10%硝酸銀シリカ、44%硫酸シリカカラムで、硫酸処理の代用できる可能性は十分にあります。しかし、（硫酸処理せずに）多層シリカゲルカラムにより精製し測定を行っている回答数は、3と少なく、さらに検討が必要です。

なお、一般的には、生物などの有機物質（油脂成分やタンパク質など）が多く含まれる試料については、硫酸処理は欠かせません。試料が無機系（大気、水、土壌等）のものであれば、試料量も考慮しなければなりません。硫酸（22%、44%）シリカゲルカラムのみのクリーンアップでも十分です。なぜなら、最初のアルカリ分解で妨害となる有機物は、ある程度除かれています。

底質試料1（PCBの分析）

（１）硫酸処理の代用について

A1

（資料編）表1-2-1-14 分析方法（クリーンアップ操作）に関する解析（PCB）

分析方法（クリーンアップ 操作）	回答 数	平均値 ($\mu\text{g/kg}$)	室間精度	
			S.D.($\mu\text{g/kg}$)	CV %
1.硫酸処理	4	123	27.3	22.1
2.硫酸処理、シカゲル	99	120	55.9	46.5
4.硫酸処理、シカゲル、硫黄処理	15	122	43.4	35.5
5.シカゲル	14	114	66.2	58.0
6.硫酸処理、多層	4	148	19.5	13.2
7.硫酸処理、シカゲル、ポリジール	5	135	38.6	28.6
10.硫黄処理、多層	3	138	15.8	11.4
14.多層	3	136	32.0	23.6

（注）偏り（平均値の差）及び精度の違いは水準間にみられない（危険率5%）。

（回答数が3以上を抜粋）

底質試料1（PCBの分析）

（１）硫酸処理の代用について

A1

（本編）表2-1-11(2) 分析方法（測定操作）に関する解析（PCB）

分析方法（測定操作）	回答数	平均値 ($\mu\text{g/kg}$)	室間精度	
			S.D. ($\mu\text{g/kg}$)	CV %
1.パットカラム-GC/ECD	97	123	56.3	45.9
2.キャピラリーカラム-GC/ECD	53	115	46.3	40.4
3.キャピラリーカラム-GC/QMS	2	109	-	-
4.キャピラリーカラム-GC/HRMS	9	136	18.5	13.6
全体	161	121	51.6	42.8

（注）偏り（平均値の差）はみられないが、精度の違いは下記の水準間に認められる（危険率5%）。

精度：1と4、2と4

2. 底質試料1（PCBの分析）

（2）PCB分析方法について

Q2 「特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定の方法」（平成4年7月3日厚生省告示第192号）の別表第2に定める方法と同等の精度を有する分析方法として、「絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル」及び「低濃度PCB含有廃棄物に関する測定方法」があります。これらに記載されている抽出・前処理・測定をベースに、「底質調査方法」を含むPCB分析に係わる各マニュアルを見直す必要があるのではないのでしょうか。また、マニュアル改定を検討されているのでしょうか。

底質試料1（PCBの分析）

（2）PCB分析方法について

A2 「底質調査方法」は底質試料、「特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定の方法」は絶縁油（又はその汚染物）等の試料の特性に応じたものであり、前処理（抽出・クリーニングアップ）の操作などについても、それぞれの対象の特性に応じた形で検討されることになります。

2. 底質試料1（PCBの分析）

（3）クリーンアップ操作について

Q3 テフロンコック由来と思われる妨害ピークがクロマトグラムに現れてしまい、正確にクロマトグラムを読みとることが困難でした。可能であれば、他機関のクロマトグラムを確認、およびクリーンアップ操作（特にシリカゲルカラムクリーンアップの分画操作）を確認したいと思います。

底質試料1（PCBの分析）

（3）クリーンアップ操作について

A3 テフロン[®] (Teflon[®]) の商品名で知られる ポリテトラフルオロエチレン

(polytetrafluoroethylene)(PTFE) は、化学的に安定で耐熱性、耐薬品性に優れ、過塩素酸に少し侵される程度で、通常ヘキサンなどの有機溶媒では妨害となるような物質の溶出はないので、「テフロンコック由来と思われる妨害ピーク」は、別のもの（シリコンゴムの炭化水素や可塑剤、溶媒、試薬中の汚染物など）と思われます。

貴機関と同様な条件で分析されたクロマトグラムを以下に示します。

試料 1 回目 GC クロマトグラム

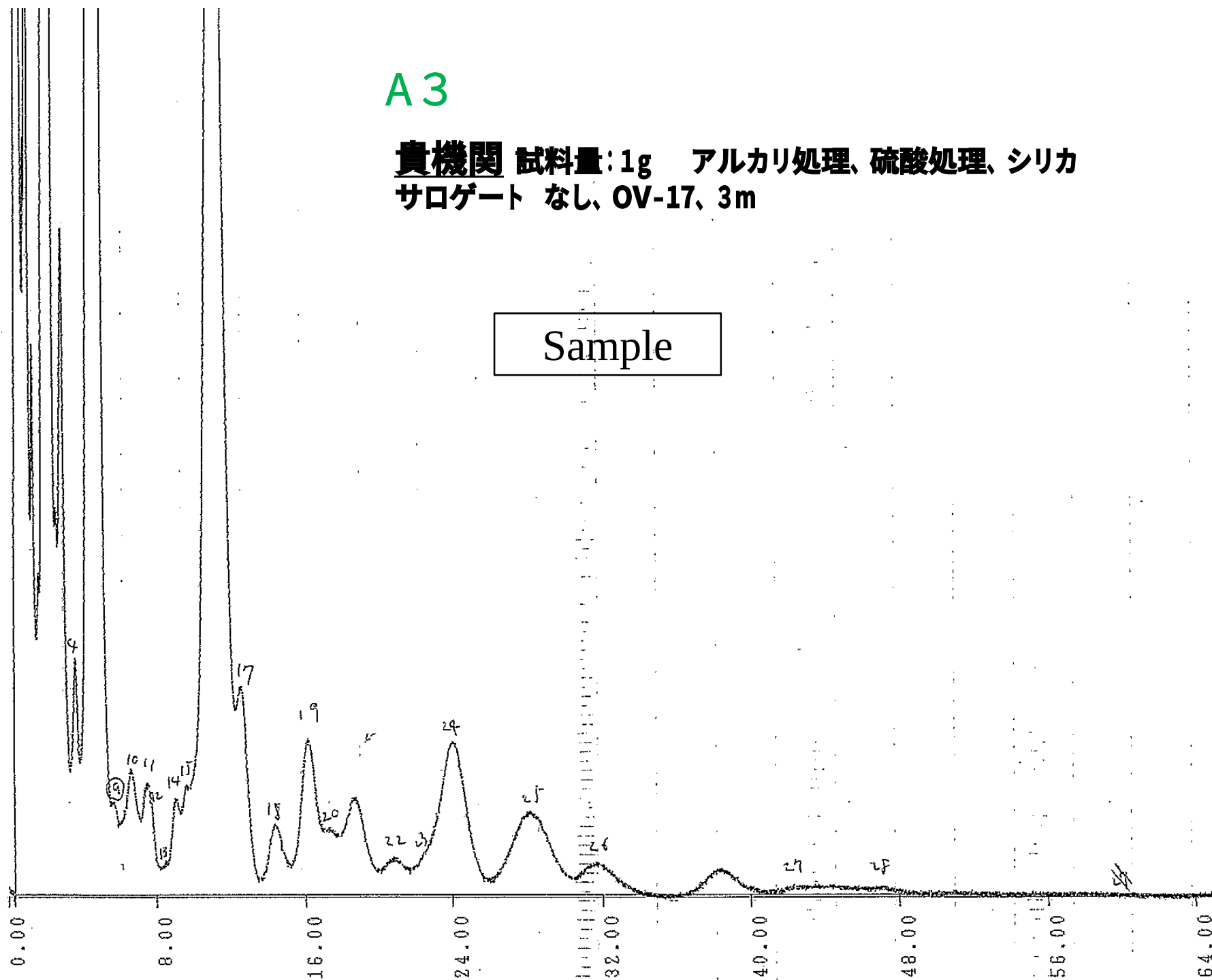
Name: CROMAT715 16:11 OCT. 15, 2012 Sample: 046

ATTN: 16 POSI: 0

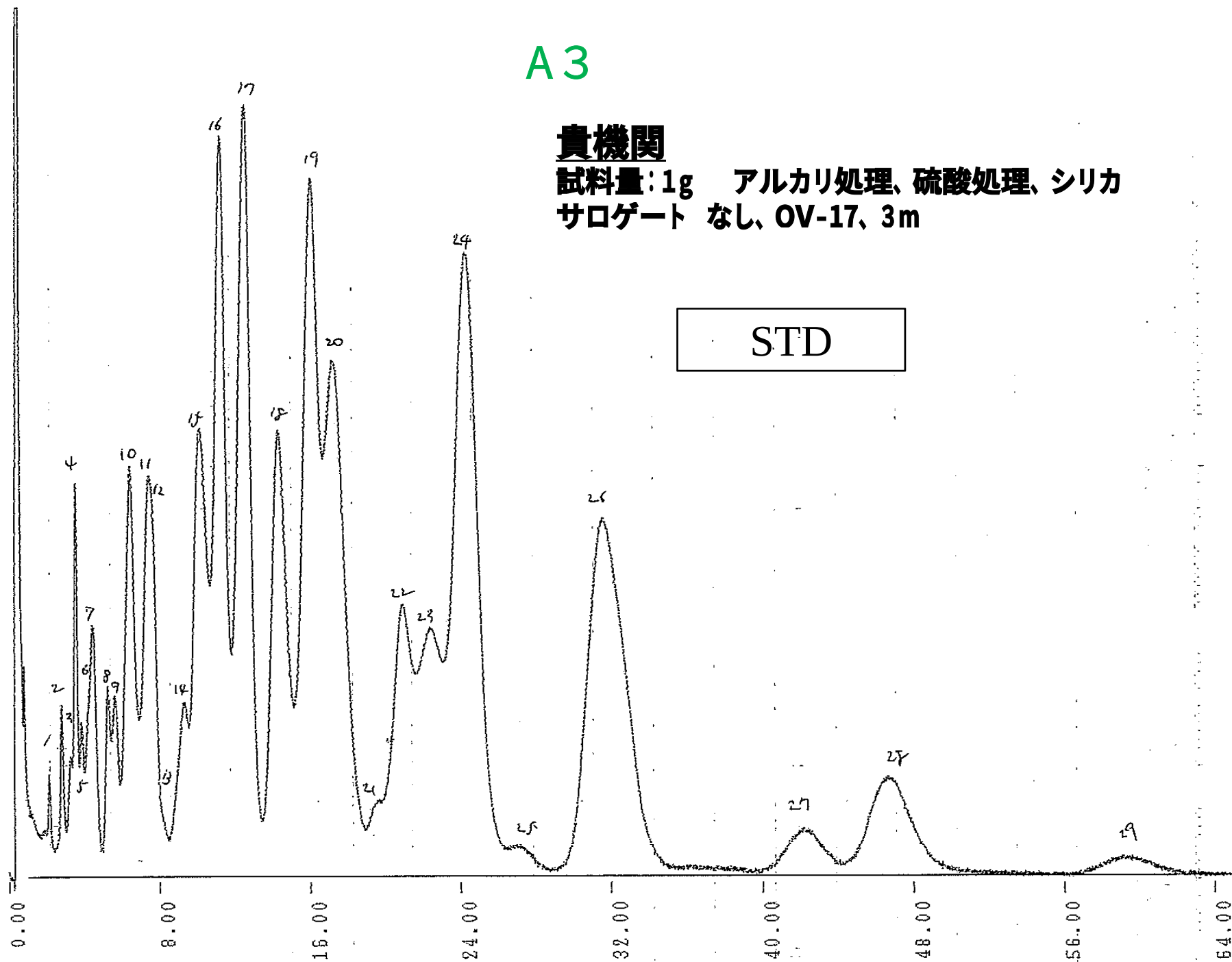
A3

貴機関 試料量: 1g アルカリ処理、硫酸処理、シリカ
サロゲート なし、OV-17、3m

Sample



Name: CROMAT726 19:18 OCT. 16, 2012 Sample: 057 ATTN: 16 POSI: 0
標準PCB 1 μ g/mL GCクロマトグラム



A3

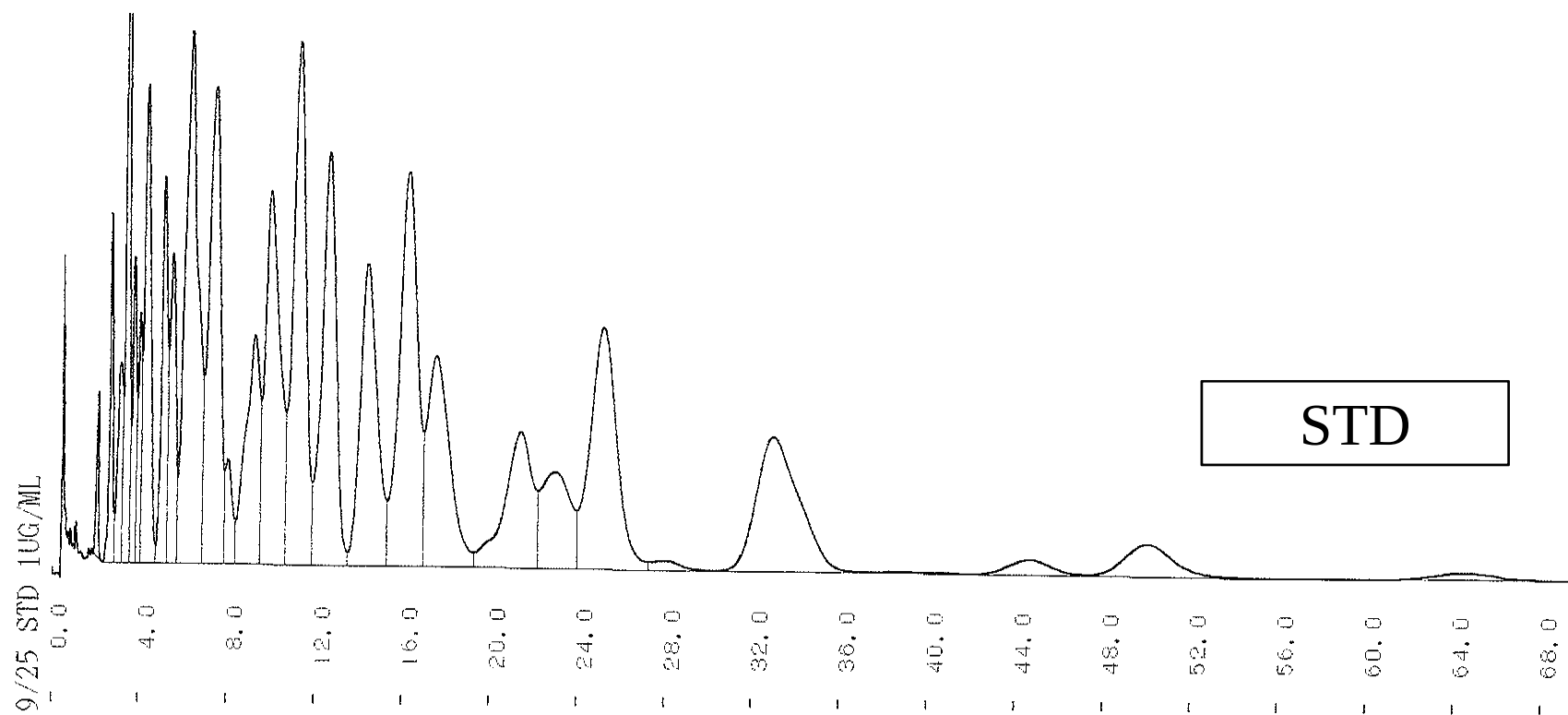
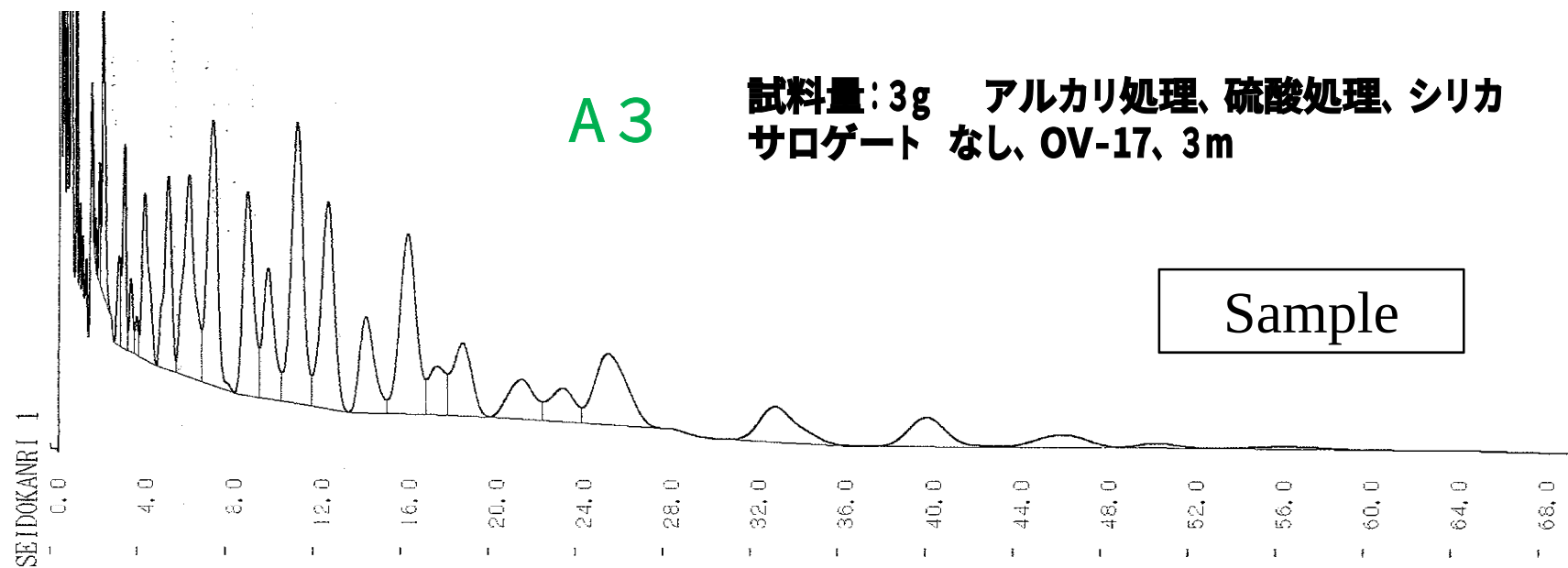
貴機関

試料量: 1g アルカリ処理、硫酸処理、シリカ
サロゲート なし、OV-17、3m

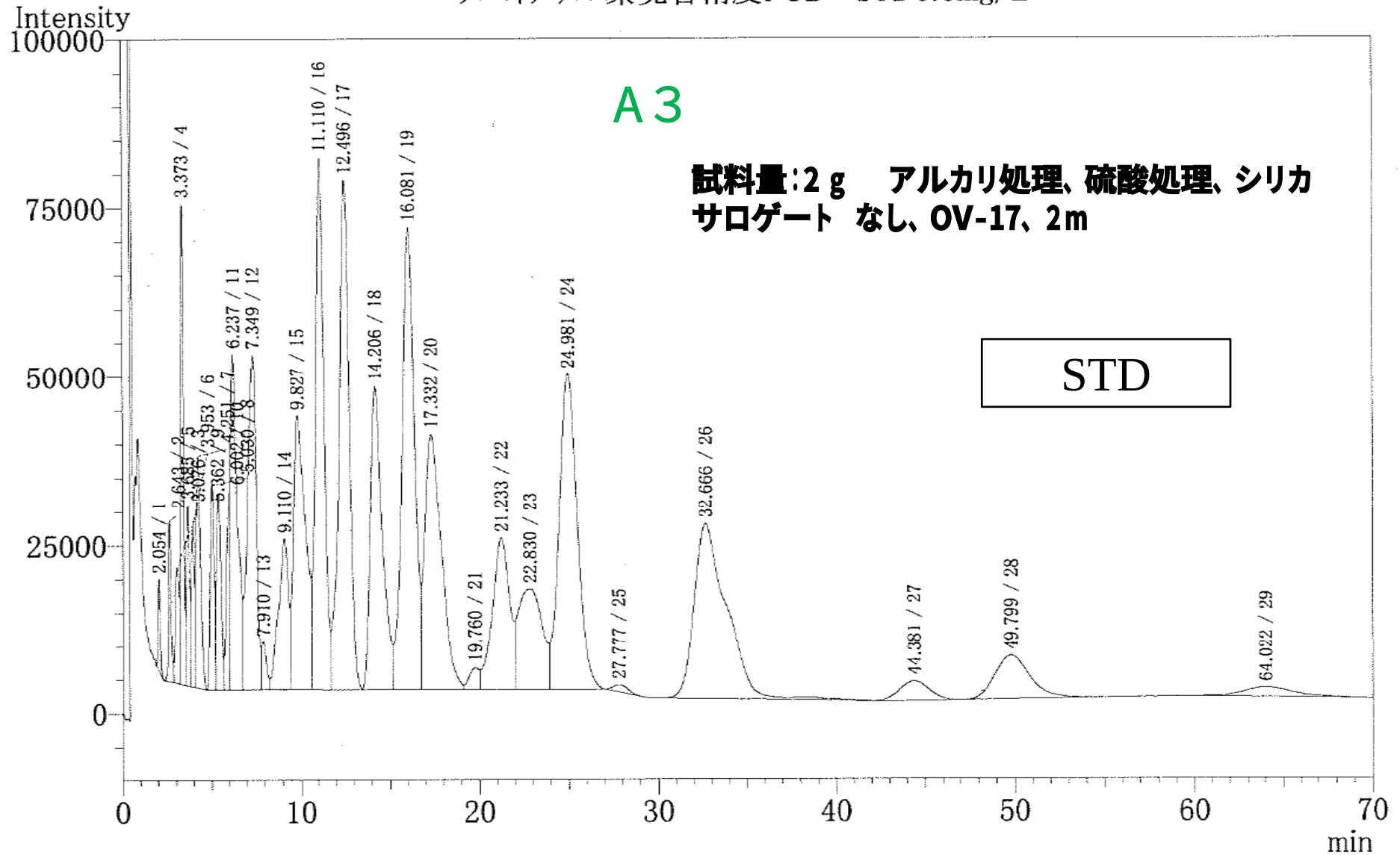
STD

A3

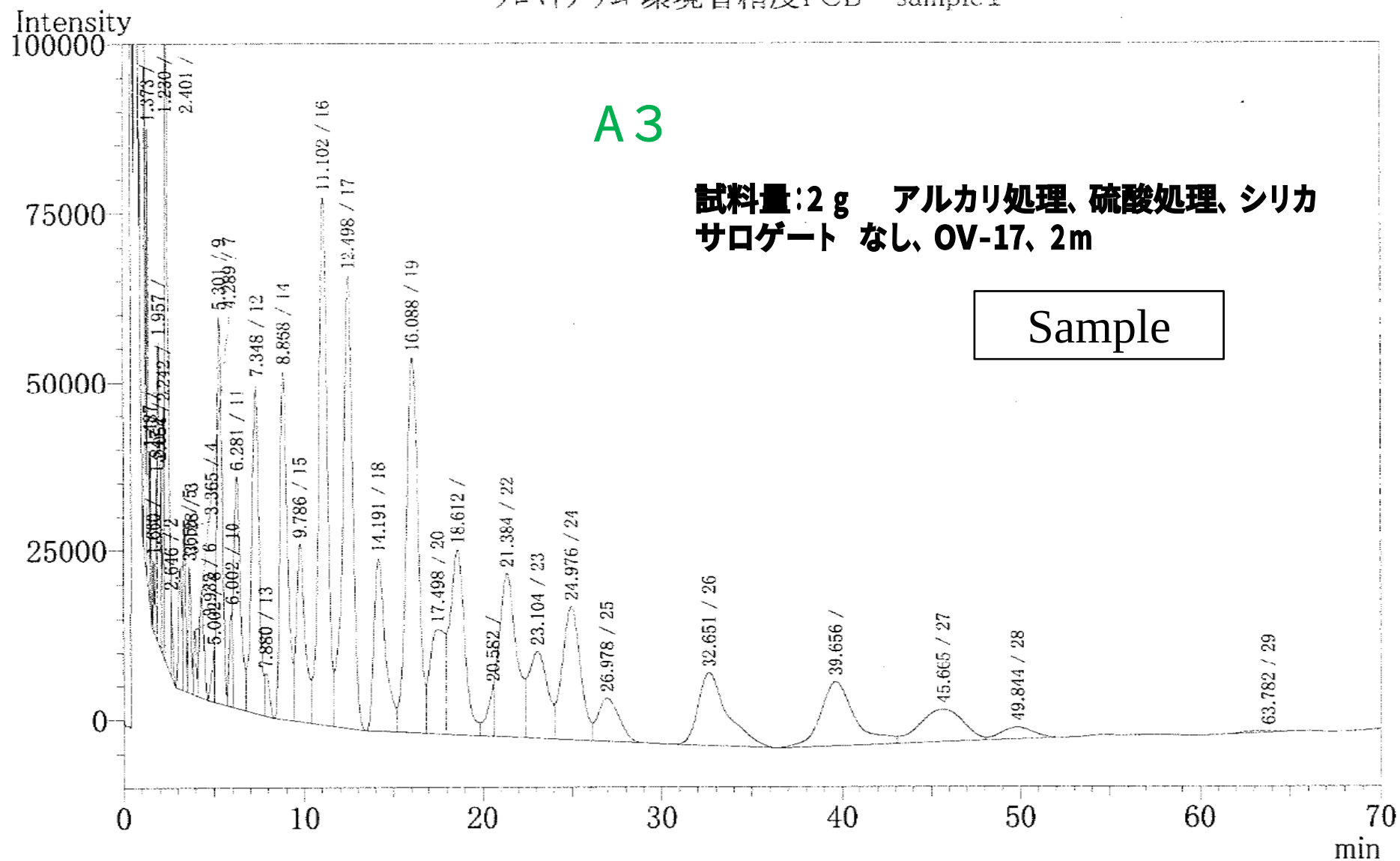
試料量: 3g アルカリ処理、硫酸処理、シリカ
サロゲート なし、OV-17、3m



クロマトグラム 環境省精度PCB-STD0.5mg/L



クロマトグラム 環境省精度PCB-sample 1



2. 底質試料1（PCBの分析）

（4）抽出操作について

Q4 特に低塩素化PCBのサロゲート回収率が悪かったのですが、

i. 粗抽出液によるサロゲート回収率の差違は認められましたでしょうか。

ii. カラムクリーンアップのみの操作で約50%のサロゲートのロスが確認できました（シリカゲル0.5～1g）。そこで、クロマトグラフィーにおけるシリカゲルの充てん量の分布と、溶出に使用する溶媒の種類の分布を教えてください。

iii. シリカゲルクロマトグラフィー後の濃縮方法によるサロゲート回収率の差違は認められましたでしょうか。

底質試料1（PCBの分析）

（4）抽出操作について

A 4 i. 全体の161回答のうち150はGC/ECDであり、サロゲートは使用していません。サロゲートを使用しているのはGC/MSであり、11回答（QMSが2、HRMSが9）少ないため、粗抽出液の回収率の差違を解析するのは難しいです。

（参考のために）回収率を集計した結果については調査結果（資料編）の表2-5-2-8に記載しており、低塩素化PCBの回収率が低くそうにみえます。なお、サロゲートの添加は、QMSでは2回答とも抽出後、HRMSでは抽出前8と抽出後1回答となっています。

底質試料1（PCBの分析）

（４）抽出操作について

A 4

表2-5-2-8 サロゲート回収率（％）

分析項目	回答数	平均値 ％	最小値 ％	最大値 ％	中央値 ％
1塩素化物	11	56.4	8.5	79.0	67.0
2塩素化物	11	75.1	33.9	110.8	78.0
3塩素化物	11	80.5	42.8	108.7	84.0
4塩素化物	11	81.6	61.1	99.7	81.0
5塩素化物	11	89.6	53.6	106.0	90.0
6塩素化物	11	90.6	58.5	112.0	90.5
7塩素化物	11	88.8	61.8	119.0	90.5
8塩素化物	11	95.3	78.0	119.0	96.1
9塩素化物	10	89.8	68.8	110.0	87.5
10塩素化物	10	81.1	52.0	109.0	87.8

底質試料1（PCBの分析）

（4）抽出操作について

A 4 ii. クロマトグラフィーにおけるシリカゲルの充てん量の分布と溶出に使用する溶媒の種類の分布について、表として示します。

シリカゲルの充てん量については、2 g 多く、次いで3 g、4 g となっていました。溶出溶媒については、1回答を除きヘキサンとなっていました。

なお、シリカゲルクロマトグラフィーの実施は、GC/MS では2回答（QMS、HRMSが各1）と少ないです。

底質試料1（PCBの分析）

（4）抽出操作について

A 4

表 シリカゲルの充てん量

シリカゲルの充てん量（g）	回答数
1未満	4
1～2	4
2	78
2～3	1
3	29
3～4	0
4	11
4～5	0
5	5
5を超える	6

表 溶出に使用する溶媒の種類

溶媒	回答数
ヘキサン	136
15%ジエチルエーテル/ヘキサン	1

底質試料1（PCBの分析）

（4）抽出操作について

A 4 **iii.** シリカゲルクロマトグラフィーの実施については、GC/MSでは2回答（QMS、HRMSが各1）と少ないため、シリカゲルクロマトグラフィー後の濃縮方法によるサロゲート回収率の差違を解析するのは難しいです（差違はわかりません）。

3. 底質試料2 (有機塩素化合物の分析)

3. 底質試料2

(有機塩素化合物の分析)

(1) GC/HRMSを使わずに、p,p'-DDTをうまく検出するには？

Q1 GC/HRMSではなく、GC/QMSで測定するとき、クリーンアップはなにが一番効果的であるか（フロリジル、銅還元処理だけでは夾雑物がとれなかった）。

底質試料2（有機塩素化合物の分析）

（1）GC/HRMSを使わずに、p,p'-DDTをうまく検出するには？

A1 今回の調査は参加機関が非常に少なく、ND及び外れ値を棄却後のGC/QMSによる回答は6（タンデムQMSは除く）であり、残念ながらどのクリーンアップ方法が一番効果的であるかは検証できていません。これら6回答の測定値とクロマトグラム等を見ると、フロリジルー還元銅のみのクリーンアップ操作では妨害成分の除去は十分でなく、クロマトグラムの良い例で示したように、フロリジルー還元銅ー3連カートリッジ（活性炭/フロリジル/NH₂）で良好な結果を得た機関、他にフロリジルー還元銅ー活性炭カラムクロマトグラフィーにて比較的良好なクロマトグラムと測定値を得た機関がありました。

今回のGC/QMSによる参加機関では実施例がありませんが、フロリジルー還元銅に硫酸処理ー硫酸シリカゲルカラムクロマトグラフィーによるクリーンアップ操作を追加することによってクロマトグラム上の妨害成分が低減されます。ただし、参加機関の報告から、硫酸処理ー硫酸シリカゲルカラムクロマトグラフィーー還元銅処理だけでは十分でなく、p,p'-DDTの分析にはフロリジルあるいはシリカゲルカラムクロマトグラフィーによる分画操作が必要であると考えられます。また、さらにグラフアイトカーボンカートリッジカラムによるクリーンアップ操作を追加するとDDT及びDDDのクロマトグラム上の妨害成分はより低減されます。

3. 底質試料2 (有機塩素化合物の分析)

(2) 妨害物質の除去方法について

Q2 底質試料2には、硫黄と鉱物油が多量に含まれ、p,p'-DDT、p,p'-DDEとp,p'-DDDのピークと重なっていた。どのように除去、分離することが効果的ですか。

底質試料2（有機塩素化合物の分析）

（2）妨害物質の除去方法について

A 2 今回の詳細項目（p,p'-DDT、p,p'-DDE及びp,p'-DDD）のピークと重なるような妨害成分は硫黄や鉍物油ではなく、他の夾雑成分によるものであると考えられます。このような成分の除去方法としては前の質問（1）への回答、本説明会の資料及び平成24年度の調査結果（本編）に記載した留意点等を参考にしてください。

しかし、硫黄や鉍物油はクロマトグラム上の直接的な妨害成分ではなくとも、硫黄が含まれていると、濃縮過程で結晶が析出して操作上問題となるばかりでなく、極性キャピラリーカラムにダメージを与えたり、物質によってはカラムへの吸着が起こり、感度が低下するなどの支障をきたします。また、鉍物油の共存は、SN比の低下、バックグラウンドの上昇、ピーク形状の悪化等の原因となるため、これらの除去操作は必要です。硫黄や鉍物油の除去操作については、本説明会の資料及び平成24年度の調査結果（本編）に記載した留意点等を参考にしてください。

4. その他

4. その他

(1) 調査結果説明会の開催場所について

要望 環境測定分析統一精度管理調査結果説明会
を東北でも開催いただければと思います。