

# 平成25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26年7月10日 東京  
平成26年7月22日 福岡  
平成26年7月30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26年6月6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. 水質試料1 (重金属類の分析)

# 1. 1 水質試料1 (カドミウム)

質問なし

# 1. 2 水質試料1

(鉛)

質問なし

# 1. 3 水質試料1 (砒素)

## (1) 予備還元について

### Q1

環境測定分析統一精度管理調査結果（本編）71ページの予備還元において、「今回新JISと旧JIS方式で砒素濃度の回答に有意な差はみられず、当試料に還元の妨害物質が含まれていないことによる可能性がある」と考察されているが、妨害物質は、どの程度存在すると差がみられますか。

# 水質試料1（砒素）

## （1）予備還元について

**A1** 鉄などの妨害物質量がどの程度存在すると砒素の還元が影響を受けるかは、いろいろな条件によって異なるので、厳密なこととは言えません。土壌や底質の分析（底質調査方法、土壌汚染対策法の含有量試験、農用地土壌汚染防止法の分析方法等）に適用される場合、旧来のJIS K 0102の予備還元条件では砒素測定値に影響がみられることがあったので、予備還元法が改正されています。ですから、ごく大雑把にいうと、土壌や底質に存在しているレベルの共存物質質量（例えば、試料中濃度で10 mg/kgの砒素に対して数%の鉄）で妨害がみられることがある、となります。

# 1. 4 水質試料1

(亜鉛)

質問なし

# 1. 5 水質試料1

## (全般)

(1) 標準液の違いが測定値に与える影響について

### Q1

使用する標準液の違いによる測定値への影響はありますか。

- ・ 液性（硝酸ベース、塩酸ベース等）
- ・ 形態（砒素では $\text{As}_2\text{O}_3$   $\text{As}_2\text{O}_5$   $\text{H}_3\text{AsO}_4$ ）

また、ICP質量分析法では、多元素を一斉分析することが多く、標準液は混合標準液を使用するのが一般的です。もしも、単体の標準液を用いて測定すると、結果に違いが生じる可能性はありますか。

# 水質試料1（全般）

（1）標準液の違いが測定値に与える影響について

**A1** 基本的に、いずれの場合も「影響がある」ことを前提に考え、違うものを使う場合は影響がないことを確認して使ってください。液性は、未知試料の溶液と検量線作成用の標準液で一致させる必要がありますので、試料や分析方法によって、適宜使い分けて下さい。例えば、ICP質量分析法では、硝酸酸性で測定することが多いので、標準液も硝酸ベースを使うのが一般的です。ただし、今回の試料のように、試料中に元々塩素が多く含まれている場合は、元の標準液の液性が塩酸ベースでも影響はないと思います。形態も、今回の砒素の分析を例にすると、V価の状態を保って分解し、Ⅲ価に還元して水素化物を発生させています。今回は、前処理から試料溶液と同様に操作すれば、元の標準液がⅢ価でもV価でも変わらなくなりますが、操作によっては影響を受けますので、できるだけ測定する試料中の形態と同じものを使う又は同じになるようにして使うことが望ましいです。

# 水質試料1（全般）

（1）標準液の違いが測定値に与える影響について

**A1** 標準液は、単独と混合したものでは当然違います。マトリックスの影響の意味を考えていただければよいと思います。測定する溶液内に共存する他の元素は、どんなものでも影響があります。ただし、その影響の度合いが、元素及びその濃度によって違うだけです。影響が大きければそれを取り除く（または、試料と検量線作成用の標準液で影響が同じになるようにする）操作を行い、影響が非常に少なくて結果に見えてこない程度であれば特段の操作をしないというだけです。したがって、混合標準液では、元素の組み合わせ及びその濃度には十分注意を払って下さい（今回のCd、Pb、Zn程度であれば、相互に影響が出ることはないと思います）。

## 2. 底質試料 (重金属類：砒素の分析)

## 2. 底質試料 (砒素)

(1) 不溶解物等があるときのろ過について

### Q1

試料中に不溶解物等が存在する場合、「下水道試験方法 上巻 第1章 第1節」に従い試料をろ過した後に水素化物発生ICP発光分光分析法による測定を行っている。その際、ろ過に伴う試料のロスに懸念している。ロスを考慮・補正する目的で検量線の作成に用いる標準液も同様にろ過を行ってよいかかについて知りたい。また、その他のよい手段がありましたら教えていただきたい。

# 底質試料（砒素）

(1) 不溶解物等があるときのろ過について

**A1** （汚泥中の砒素分析に関する内容であり、今回の調査における試料等でないため、説明会における説明は省略します。下記を参照ください。）

汚泥中の砒素分析における前処理としては、硝酸、硫酸と過塩素酸を用いて有機物等を加熱分解し（最終的には硫酸白煙を発生させる）、分解した液は水（又は希塩酸）を加えて溶解して試験溶液を調製します。分解液には不溶解物等が存在することがあるため、一般的にはろ紙を用いてろ過をして試験溶液を調製します。このときの分解液中の砒素については、酸性溶液でAs(V)まで酸化されたており、ろ過によるロスはないと考えられます。したがって、検量線の作成に用いる標準液のろ過も必要ないと考えられます。なお、過去の本調査でも、参加機関においてろ過によるロスは問題点等になっていません（次ページの「メモ」を参考としてください）。

# 底質試料（砒素）

（1）不溶解物等があるときのろ過について

## A1 「メモ」

本調査では汚泥試料ではありませんが、平成16年度に下水汚泥の焼却残渣を用いて砒素を調査しています。そのときの分析方法は「底質調査方法」であり、硝酸、硫酸（及び過塩素酸）を用いて加熱分解し、5種Bのろ紙を用いてろ過しています。約400と多くの機関の分析結果が得られましたが、そのときの参加機関での留意点や問題点等の中に「ろ過によるロスの問題」はありませんでした。

なお、前処理で多くみられた留意点や問題点等は、「硫酸白煙を十分に発生させ硝酸を完全に除去させる」、「硝酸がなくなるように過塩素酸の白煙を十分に出す」、「試料の突沸に注意する」、「硝酸の除去に留意する」、「試料が乾固しないよう注意する」等でした。

## 2. 底質試料 (砒素)

(2) 過マンガン酸カリウム溶液の添加量について

### Q2

前処理において、呈色を保つように過マンガン酸カリウム溶液を添加することになっているが、溶出液が塩酸溶液のため、かなり大量に入れても消色してしまった。結果的に、マニュアルの3%溶液（3g/L溶液とされます）では持たずに10%溶液（10g/L溶液とされます）を大量添加した。他機関ではどの程度の添加量で対応できましたか。

また、酸化マンガンの沈殿が生成していても溶液自体に呈色していないとロスにつながりますか。

( )は事務局で加筆

## 底質試料（砒素）

(2) 過マンガン酸カリウム溶液の添加量について

**A2** たしかに溶出液は塩酸溶液ですが、砒素分析用に採取する溶出液量がそれほど多くないはず（Asとして0.1~1  $\mu$ gを含む量：今回の場合0.1~1 mL）で、過マンガン酸を大量に消費するようなことは起こらないです。過マンガン酸カリウムは、試料中に含まれる可能性のあるあらゆる砒素化合物をAs(V)まで酸化する目的で、硝酸・硫酸とともに添加しています。しかし、難分解性の有機態砒素が存在するような特殊なケースを除くと、通常の水ではほとんどが無機砒素として存在していますから、呈色していなくても実用上は問題になることは少ないと考えられます。

## 底質試料（砒素）

（2）過マンガン酸カリウム溶液の添加量について

**A2** 今回の試料液（溶出液）に対して前処理に使用した試薬としては、硝酸、硫酸、過マンガン酸カリウム、過塩素酸等がありました。ICP質量分析法ではほとんどが硝酸（又は前処理しない）であった。水素化物発生原子吸光法及び水素化物発生ICP発光分光分析法では**表1**の例（水素化物発生原子吸光法）に示すように硝酸・硫酸・過マンガン酸カリウム、硝酸・硫酸、または硝酸・硫酸・過塩素酸の組み合わせ（又は前処理しない）であり、他の組み合わせ等は少ないです。したがって、過マンガン酸カリウムを使用しているのは、多くは硝酸・硫酸・過マンガン酸カリウムの組み合わせであり、そのときの過マンガン酸カリウム溶液（3 g/L）の使用量に関する砒素濃度の解析結果を**表2**に示します。過マンガン酸カリウム溶液は0.1～11 mLであり、多くは1 mL前後であり、**表2**が示すように過マンガン酸カリウム溶液の使用量と分析結果の関係はみられていません。また、**図1**示すように、試料量と過マンガン酸カリウム溶液の使用量の間にも関係はみられていません。

# 底質試料（砒素）

## （2）過マンガン酸カリウム溶液の添加量について

**A2** 表1 前処理の方法に関する解析（水素化物発生原子吸光法）

（調査結果：資料編の表1-4-1-6(4)-1より抜粋）

前処理に用いた酸等	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S. D. (mg/kg)	CV %
6. 硝酸、硫酸、過マンガン酸カリウム	33	6.32	1.06	16.8
7. 硝酸、硫酸、過塩素酸	14	6.13	0.897	14.6
13. 硝酸、硫酸	18	5.71	0.860	15.1
23. なし（前処理しない）	39	6.20	1.12	18.1

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

表2 前処理の方法に関する解析（水素化物発生原子吸光法）

（表1の前処理「6. 硝酸、硫酸、過マンガン酸カリウム」での過マンガン酸カリウム溶液（3g/L）の使用量）

過マンガン酸カリウム溶液（3 g/L） 使用量	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S. D. (mg/kg)	CV %
1. 1 mL未満（最小0.1 mL）	10	5.98	0.950	15.9
2. 1～5 mL	15	6.44	0.942	14.6
3. 5～10 mL	4	5.99	0.822	13.7
4. 10 mL以上（最大11 mL）	4	7.06	1.19	25.3

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

# 底質試料（砒素）

(2) 過マンガン酸カリウム溶液の添加量について

A2

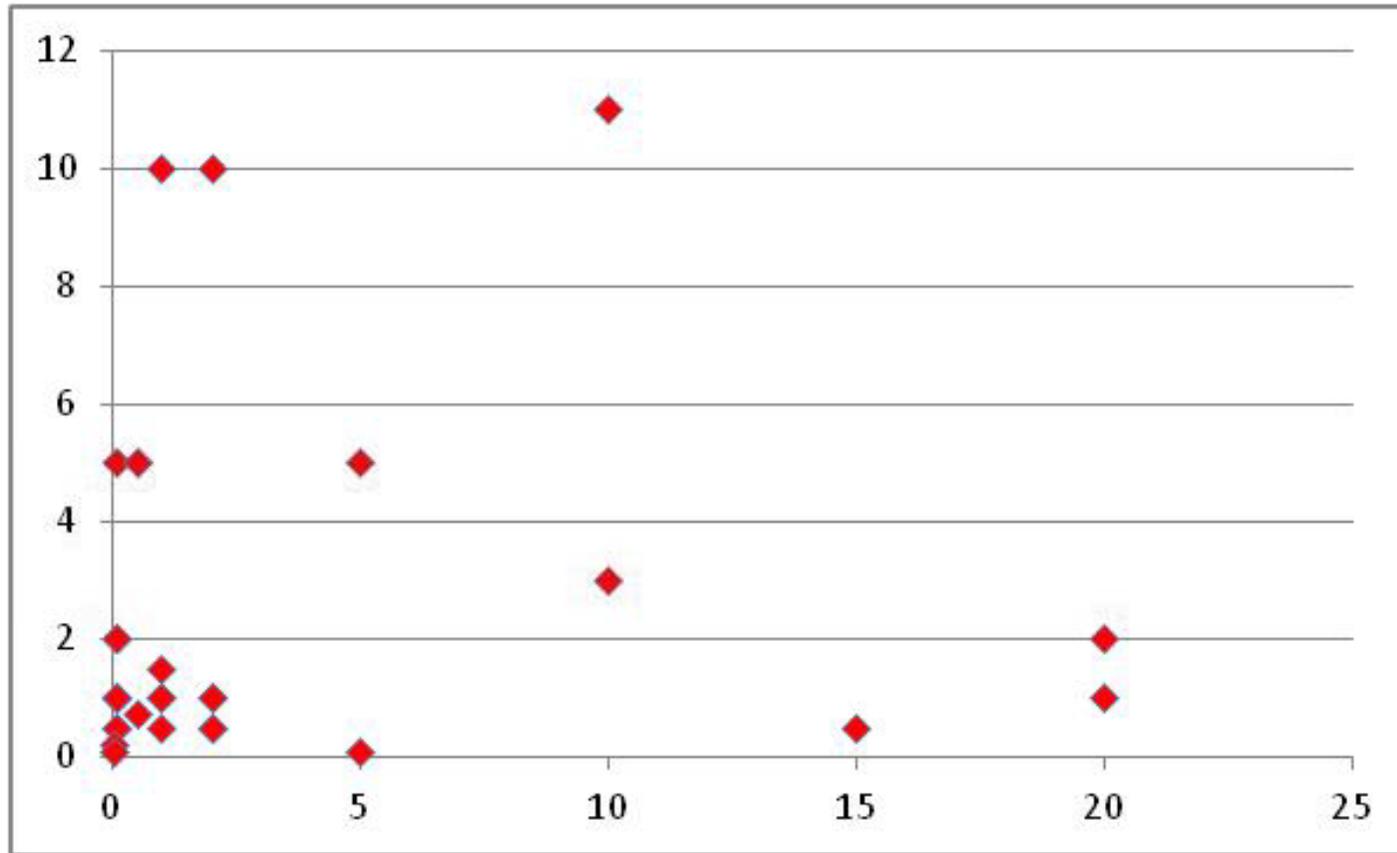


図1 試料量(横軸、mL)と過マンガン酸カリウム溶液(3g/L)の添加量(縦軸、mL)の関係  
(表1の前処理「6.硝酸、硫酸、過マンガン酸カリウム」に該当する部分を対象とした図)

## 3. 水質試料2 (ノニルフェノール等の分析)

## 3. 1 水質試料2 (ノニルフェノール)

(1) 異性体組成比の測定方法について

### Q1

「告示」ではGC/FIDによって異性体の組成比を求めるようになっているが、[参考表1-2-1-4\(2\)～表1-2-1-1-15\(2\)](#)（調査結果：資料編）に示されている「GC/MS測定」や「文献値」から求めても良いと思われるが、これらの場合の問題点は？

# 水質試料2（ノニルフェノール）

## （1）異性体組成比の測定方法について

**A1** メーカーBの標準原液について、GC/FID、GC/MS、文献値、及びメーカー仕様により測定（引用）した異性体組成比を図1に示します。測定方法間で組成比に大きな違いは無いように見え、どの方法で異性体組成比を求めても良いように見えます。

しかし、ノニルフェノールの異性体は告示の方法に書かれた13種類以外に多数存在します。多くの異性体は存在比が低いことから、13種類の異性体としていますが、それぞれのピークには重なった異性体が存在している可能性があります。そのため、GC/MS測定の場合には微量存在する異性体のフラグメントを拾ってしまう可能性があります。更に、SIM測定で得たクロマトグラムの総和から求めた組成比とスキャン測定で得たトータルイオンクロマトグラムから求めた組成比は一致しません。推奨方法でのSIM測定では、例えば異性体番号1では質量数121（定量用）と163（確認用）の2つのフラグメントイオンしかモニタリングしておらず、質量数107、177といった比較的強度のあるフラグメントイオンはモニタリングしていません（図2）。このため、おそらくはスキャン測定から求めた組成比の方が、GC/FID測定から求めた組成比に近いものと推測されます。

# 水質試料2 (ノニルフェノール)

## (1) 異性体組成比の測定方法について

A 1

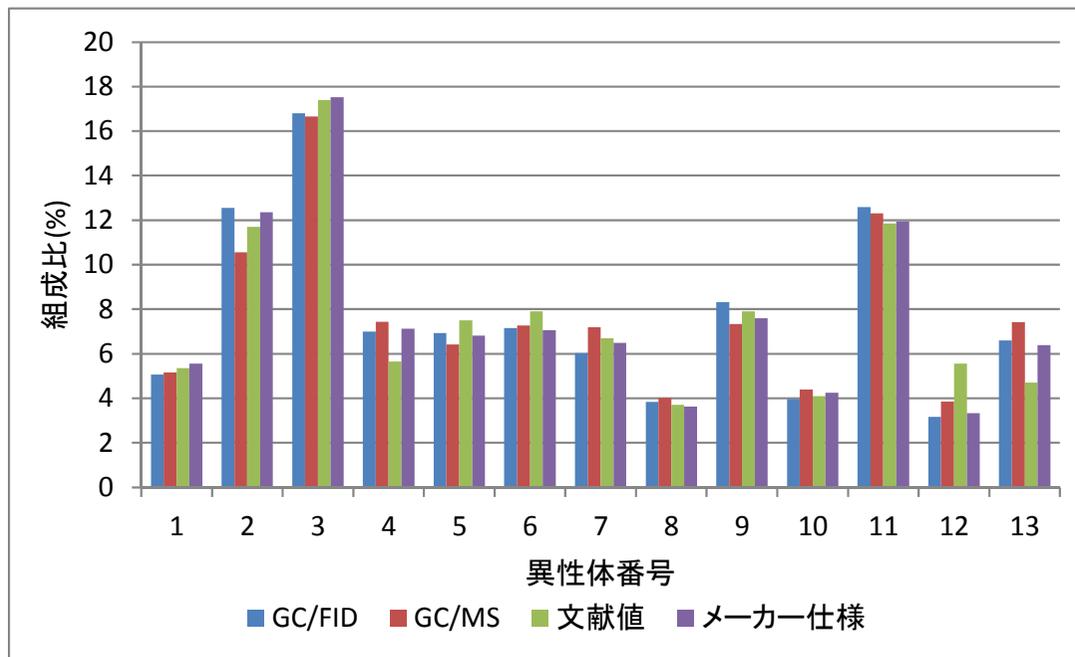
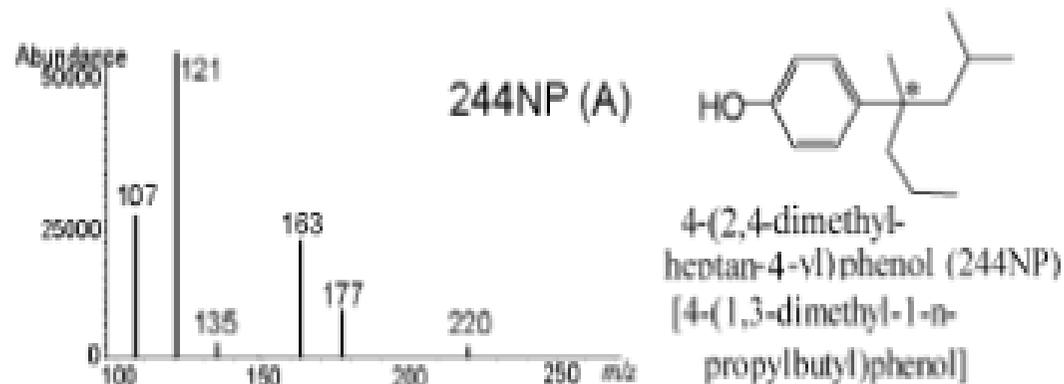


図1 各測定方法による標準原液(メーカーB)中の異性体組成比

図2 異性体番号1の異性体とマススペクトル\*

\*Katese et al., Chemosphere, 70, 1961-1972 (2008)



# 水質試料2（ノニルフェノール）

## （1）異性体組成比の測定方法について

**A1** 文献値の引用に関して、今回文献値を引用した2機関はいずれもメーカーBの標準原液を使用していますが、組成比は一致していません（表1）。これは引用元の文献に記載されている組成比が異なることによります。文献値を引用する場合には、微量存在する異性体のピークがずれを生じて比率が変動する可能性があり得るため、カラムや昇温条件などを文献値と一致させて分析を行う必要があります。

表1 文献値から引用した異性体組成比の違い

異性体番号	1	2	3	4	5	6	7
機関ア	5.2	11	17.3	4.7	7.5	8.9	6.7
機関イ	5.5	12.4	17.5	6.6	7.5	6.9	6.7
異性体番号	8	9	10	11	12	13	
機関ア	3.8	8	4.2	11.4	5.7	5.6	
機関イ	3.6	7.8	4	12.3	5.4	3.8	

## 3. 1 水質試料2 (ノニルフェノール)

(2) 異性体番号12の測定方法について

### Q2

異性体番号12は、異性体比率が少なく、クロマトピークも小さいため、測定が困難で、今回の参考表1-2-1-15（調査結果：資料編）においてもCV%が一番大きくなっている。これを感度を上げて、精度良く測定するにはどのように対処したら良いですか。

## 水質試料2（ノニルフェノール）

### （2）異性体番号12の測定方法について

**A2** ご指摘のとおり、異性体番号12は組成比が小さいものであり、GC/MSでの検出が比較的困難です。

試料中のノニルフェノール濃度が定量下限である0.06  $\mu\text{g/L}$ として、推奨方法とおりに試料調製を行った場合に回収率が100%であったと仮定すると、最終検液中1  $\mu\text{L}$ のノニルフェノール量は60 pgとなります。今回の調査での異性体番号12の組成比の平均値は3.07%であるので、異性体番号12の量は1.8 pgとなります。最近のGC/MSであれば0.1 pg程度を測定できる感度を有しているはずですから、推奨方法とおりに試料調製とGC/MS測定を行えば問題なく分析できると考えられます。

それでも感度不足で分析が行えないというのであれば、試料量を増やすか、最終検液の量を少なくする（＝濃縮率を上げる）といった対応が可能です。

## 3. 1 水質試料2 (ノニルフェノール) (3) ブランクについて

### Q3

- ・ノニルフェノールはブランクで検出されますか。検出されるとすれば、どの程度検出されますか。
- ・前処理等で使用する器具は、使用前に洗浄もしくは乾燥させて使用しますか。それによってブランクのノニルフェノールの検出は抑えられますか。

# 水質試料2（ノニルフェノール）

## （3）ブランクについて

**A3** 空試験（ブランク）と試料の指示値の比に関する解析を行っており（調査結果：資料編の表1-2-1-3(23)）、0.1未満の水準が82機関、0.1以上0.3未満の水準が5機関、0.3以上1.0未満の水準が2機関でした。平均値に特定の傾向は見られませんでした。精度は0.1未満の水準（CV 19.1%）に対して0.3以上1.0未満の水準（CV 26.8%）で有意に悪化していました。

前処理で使用する器具からのブランクの低減対策に関して、多くの機関では、アセトンやアルコールによる器具の洗浄、200℃程度での空焼きなどの操作により、ブランクの軽減を図っています。なお、これらの対策は告示の付表やJIS K 0450-60-10にも記載されているものです。

# 3. 1 水質試料2 (ノニルフェノール)

(4) ノニルフェノールの分析 (サロゲートの回収率等) について

## Q4

今回参加した項目ではありませんが、ノニルフェノールの分析について困っていることがあるのでご意見を聞かせて下さい。

GC/MSにて検量線用標準液を測定した際、下表のように内標準物質に対するサロゲート物質の面積比が標準液の濃度が高くなるにつれて大きくなります。試料のサロゲート回収率を計算する際、それぞれの検量点の内標準物質に対するサロゲート物質の面積比の平均値を用いて算出していますが、検量点の選び方によってサロゲート回収率、測定値が大きく変動します。

この現象に関して、他機関ではどのような状況でしょうか。同様の現象がみられる機関では、どのように濃度計算されていたでしょうか。また、改善方法などがありましたら教えてください。

STD ( $\mu\text{g/mL}$ )	0	0.1	0.3	0.6	1
4-NP-1306 area	124127	130376	146659	162149	176026
I. S. area	234699	220590	218786	234705	236110
4-NP-1306 area/I. S. area	0.529	0.591	0.670	0.691	0.746

※ I. S., 4-NP-1306のバイアル中濃度はともに0.1  $\mu\text{g/mL}$  (溶媒はヘキサン), 注入量お3  $\mu\text{L}$ 。

## 水質試料2（ノニルフェノール）

(4) ノニルフェノールの分析（サロゲートの回収率等）について

**A4** 内標準物質に対するサロゲート物質の面積比について、他機関の状況を調査しました(表1)。37機関の内、ご指摘と同様の傾向(標準液濃度が高くなると大きくなる)を示す機関数は13と確かに多いのですが、関連が認められない機関や逆の傾向を示す機関もそれなりにあり、一概には言えないようです。

なお、サロゲート回収率を求める際には、すべての濃度で内標準物質に対するサロゲート物質の面積比を求め、それらの平均値を用いて計算している機関が多いようです。

表1 内標準物質に対するサロゲート物質の面積比の標準液濃度との関連

評価	回帰曲線		機関数
	傾き	$r^2$	
大きくなる	正	0.8より大	13
どちらかと言えば大きくなる	正	0.5より大0.8より小	5
関連は認められない	正、負	0.5より小	17
どちらか小さくなる	負	0.5より大0.8より小	1
小さくなる	負	0.8より大	1

## 3. 1 水質試料2 (ノニルフェノール)

(5) 昇温条件、標準品のメーカー、サロゲート回収率の改善について

### Q5

- ①異性体組成比を求めるために測定しているFIDの昇温条件と、GC/MSの昇温条件は同一とする必要はありますか。
- ②調査結果(資料編)のP. 91から記載されている標準品メーカーのA~Hを明らかにすることはできますか。
- ③当社の分析結果ではサロゲート回収率が50%台と低いが、どのようにすれば改善できますか。
- ④当社では内部標準の4-n-ノニルフェノール-d<sub>4</sub>がテーリングする現象がしばしば起こりますが、他の分析機関でもそのような現象は確認されていますか。また、その場合にはどのように対処していますか。

## 水質試料2（ノニルフェノール）

（5）昇温条件、標準品のメーカー、サロゲート回収率の改善について

### A5

①前記（1）のとおり、カラムや昇温条件が変わると異性体の分離状況が変わってきますので、同一にすべきです。

②標準品メーカーのA～Hとその他については、分析結果報告書〔5〕におけるメーカーの選択肢1～9に該当します。分析結果報告書〔5〕で確認ください。

③サロゲートの回収率に影響する分析条件（要因）は幾つかありますが、これらの要因とサロゲート回収率の間には特定の傾向はないようです（図1）。以下のような対策を地道に行うことが肝要です。

- ・ pHを適切に設定する。
- ・ 溶出前に固相を十分に脱水する。同様に転溶後も十分に脱水する。
- ・ 窒素吹付による濃縮時に窒素を穏やかに吹付け揮散を防ぐ。また、乾固させない。

# 水質試料2 (ノニルフェノール)

(5) 昇温条件、標準品のメーカー、サロゲート回収率の改善について

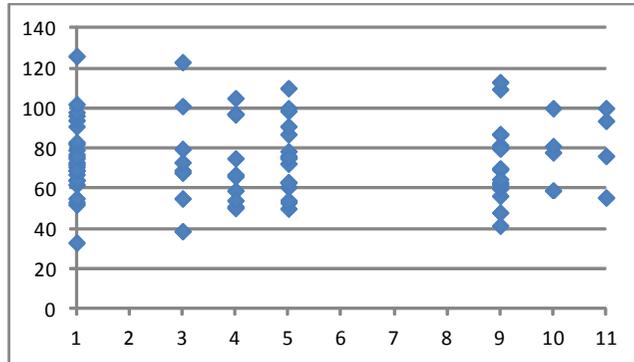
## A5 図1 分析条件とサロゲート回収率との関係

上段の図 (固相カラムの型式 通水方法)

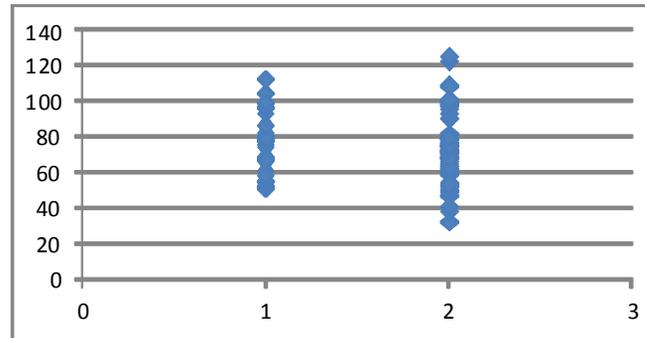
下段の図 (脱水方法

転用溶媒の種類

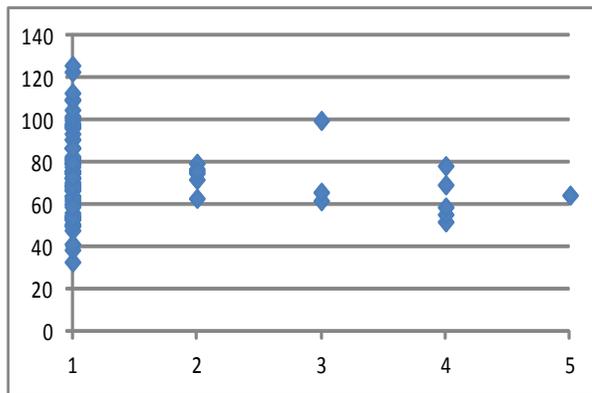
クリーンアップの方法)



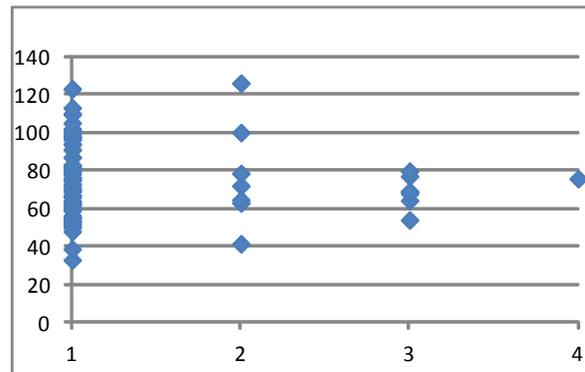
サロゲートの回収率(%)の分布(固相の型式別)  
横軸: 1~11; 型式A~K



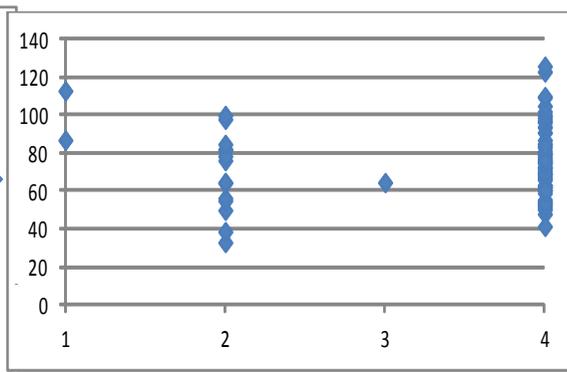
サロゲートの回収率(%)の分布(通水方法別)  
横軸: 1吸引、2加圧



サロゲートの回収率(%)の分布(脱水方法別)  
横軸: 1 窒素、2 窒素&遠心分離、3 遠心分離、4 吸引、5 加圧



サロゲートの回収率(%)の分布(転用溶媒の種類別)  
横軸: 1 ジクロロメタン、2 ヘキサン、3 転用せず、4 その他



サロゲートの回収率(%)の分布(クリーンアップの方法別)  
横軸: 1 フuming硫酸、2 シリカゲル、3 その他、4 行わない

## 水質試料2（ノニルフェノール）

（5）昇温条件、標準品のメーカー、サロゲート回収率の改善について

### A5

④他機関の報告を見ても、4-n-ノニルフェノール-d<sub>4</sub>は分枝型の異性体と比較してテーリングしやすいようです。対処方法としては、以下のような方法が考えられます。

- ・ 注入口のメンテナンスを行う（インサートを洗浄・交換する、セプタムを交換する）。
- ・ カラムのメンテナンスを行う（カラムの注入口側を切断する、カラムを交換する）。
- ・ 測定時にポリエチレングリコール溶液を共注入する。

# 3. 1 水質試料2 (ノニルフェノール)

(6) 分析の改善について

## Q6

- ①分析に使用しているジクロロメタンに変わる溶剤はないでしょうか。
- ②異性体の組成比をFIDを用いて行う必要性はどのようなところにあるのでしょうか。
- ③サロゲートの回収率が50%前後となります。回収率の向上方法はありませんでしょうか。

# 水質試料2（ノニルフェノール）

## A6

### （6）分析の改善について

①ノニルフェノールを固相抽出し、アセトンで溶出させた後の転用溶媒のことと思いますが、調査結果では多くが公定法とおりのジクロロメタンを使用しています。しかし、1割程度はヘキサンを用いていました。なお、分析結果としては、統計的な違いはありませんでした（表1（調査結果：資料編の表1-2-1-3(13)-6）を参照ください）。

表1 固相抽出（溶出液の転溶）に関する解析

転溶	回答数	平均値 ( $\mu\text{g/L}$ )	室間精度	
			S. D. ( $\mu\text{g/L}$ )	CV %
1 転溶(ジクロロメタン)	59	0.728	0.145	19.9
2 転溶(ヘキサン)	7	0.623	0.169	27.1
3 転溶せず	7	0.766	0.171	22.3
4 ジクロロメタンを追加して水分を析出させる	1	0.644	-	-

（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%）。

# 水質試料2（ノニルフェノール）

## （6）分析の改善について

### A6

②GC/FIDの感度は対象物質の炭素量に比例しますので、ノニルフェノールの異性体によらず感度は一定であり、正しい組成比が得られます。一方、ノニルフェノールのマススペクトルは異性体毎に異なるため、SIM測定で特定のフラグメントイオンのみモニタリングしている場合、正しい組成比は得られないと考えられます。

③前記（5）の③に同じ。

## 3. 1 水質試料2 (ノニルフェノール)

(7) サロゲート物質の回収率の低下について

### Q7

サロゲート物質の回収率にばらつきが出てしまいます。様々な要因で回収率低下が起こりえると思いますが、特にカラムクロマト処理をした後の溶出液を濃縮器を用いて濃縮する際に回収率が悪くなっているように思えます。どのような点に気をつけて濃縮を行えば、安定的な回収率が得られるでしょうか。

# 水質試料2（ノニルフェノール）

（7）サロゲート物質の回収率の低下について

**A7**

前記（5）の③に同じ。

## 3. 2 水質試料2

### (4-t-オクチルフェノール)

質問なし

## 3. 3 水質試料2

(LAS：直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩)

(1) 標準添加回収率について

### Q1

LASを固相抽出してLC/MS/MSで分析する際、回収率を確認するため、純水に標準液を添加したものを分析しました。しかし、炭素数が大きくなるにつれて回収率が悪い結果となりました。原因として考えられることを教えてください。また、その対策方法もお願いします。

C10～C12：95～105%

C13：80～90%

C14：70～80%

# 水質試料2

(LAS：直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩)

(1) 標準添加回収率について

## A1

LASはアルキル鎖長が長くなると脂溶性が高くなり、固相や有機溶媒への分配が非常に高くなります。そのため、一旦抽出したLASを溶出（逆抽出）する際に、長鎖の同族体は回収率が低くなってしまいます。カラムからの溶出を十分な液量で行うことで、固相に吸着したままの長鎖LASの回収率を改善することは可能です。

## 3. 3 水質試料2

(LAS：直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩)

(2) ブランク値 (空試験値) について

### Q2

LASの操作ブランク値の低減がなかなかうまくいかない。アセトン、アセトニトリル、メタノールの溶剤の他に、10%水酸化ナトリウム水溶液での器具洗浄を試みているが、低減できない。他の機関では、どのように実施しているか知りたい。低減方法を教えてほしい。

# 水質試料2

(LAS：直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩)

(2) ブランク値 (空試験値) について

**A2** 一般にこのような微量有機化合物の測定では、ブランク値の低減について注意すべき点は、以下のとおりです。

- ①器具からのコンタミネーションを防ぐため、ガラス器具はアセトンやメタノールのような有機溶媒で洗浄し、200℃程度の乾燥機で数時間空焼きを行います。洗浄・乾燥はできる限り使用直前とし、保管する際には清浄な容器や袋に入れるなど、雰囲気からの汚染に注意します。
- ②使用する試薬や溶液は特級や分析用などの用途に合ったもので、できるだけ新しい試薬を使用します。希釈用の水は、超純水やミネラルウォーターを使用します。
- ③操作中の雰囲気からの汚染を防ぐため、実験室、実験台などは常に清潔に保つこと、さらにLASのような合成洗剤の主成分として日常的に使用されている物質の場合には、器具洗浄用の洗剤にLASが含まれていないかの確認が大切ですし、さらには流しなども一般用途と区別するなどの配慮が必要です。また、ゴム手袋もLASを含む場合があるので、使用にあたっては注意してください。

# 4. 底質試料 (有機塩素化合物の分析)

質問なし