

## 水質・土壌分析に関する Q&A 集

(一社) 日本環境測定分析協会  
水質・土壌技術委員会

当水質・土壌技術委員会ではこの数年間に寄せられた御質問の中から日常の分析業務に関する様々な疑問点を解決する一助になるようにと、この度 Q&A 集の作成を始めました。これは会員サービスと水質・土壌技術委員会の活動を知っていただくことを目的とするものです。

以下に示されている回答はあくまでも一例であり、あるいはさらに適切な解決方法等があるかもしれませんが、これらを参考に分析の実務に役立てて頂けたら幸いです。

### 1. 無機分析

**Q-1** アルカリ融解を行う場合、融解剤の選択をどのように行うべきでしょうか。試料の性状に応じて最適な溶融剤を紹介してください。

**A-1** ふっ化水素酸分解、炭酸ナトリウム融解、ピロ硫酸カリウム融解、過酸化ナトリウム融解等がありますが、融解剤の選択は対象項目及び性状により異なるのが実状といえます。また各々長所、短所があり、同一金属を分解するにも有機物の量、けい酸の含有率、酸化物の形態等によって手法と組合せが異なります。ご質問のとおり紹介できる事例があれば非常に良いのですが、様々なケースが考えられますので、明記するのは難しく、回収率等をもとに検討することになります。

**Q-2** 全シリカの炭酸ナトリウムによる融解操作で、炭化、灰化及び融解するときの温度と時間はどの程度にすればよいでしょうか？

A-2 例えば、JIS R 1616:2007「ファインセラミック用炭化けい素微粉末の化学分析法」では、炭化けい素が発火せずに炭酸ナトリウムが熔融しない温度（700～800℃）に保つてできるだけ灰化した後、約 1000℃に加熱して完全に融解することとなっています。また電気炉で行う場合は、700℃で1時間、800℃で2時間、1000℃で20分間加熱するように記載されています。（試料によっても適切な灰化温度は異なると考えられます。550℃で灰化する規格もあれば、有機物が少なく徐々に加熱するとだけ記載された規格もあります。）

Q-3 ICP-AES 法による測定において、測定可能な波長が複数ある場合、選ぶ基準はありますか？

A-3 基本的には JIS K 0102:2013 52.4 に基づき実施しますが、装置及び測定条件によって異なることから、メーカー推奨の優先順位とマトリックスの影響を考慮し、測定波長を選定しても良いと考えます。通常は干渉が少なく、かつ最も高感度な波長を選択しますが、感度との兼ね合いから、あえて低感度の波長を選択することもあります。測定対象（マトリックス等）と求められる感度などを検討して優先順位をつけて決定することとなります。測定時には同一元素においても確認の位置づけで複数波長により測定することを推奨します。

Q-4 ICP-AES 法による測定において、高感度化の方法として超音波ネブライザーの使用があるが、注意する点は何でしょうか？

A-4 高塩分試料については、可能な限り使用しないことが理想ですが、やむを得ない場合は以下の点に留意します。

- ・高マトリックス用ネブライザーを使用する。
- ・使用後必ず取り外して洗浄する。
- ・報告すべき下限値の許す限り希釈する。

超音波ネブライザーは、サンプル導入効率が上がるため、測定対象元素の感度も良くなる一方、妨害も受けやすいとされます。Ca、Na等の塩類によるイオン化干渉の影響が大きくなることが知られており、妨害物質を多く含む試料を測定する際は注意が必要で

す。測定溶液の粘性には大きく左右され、また酸に溶解しない汚れが付着することがあり、交換等が必要になる場合があります。

**Q-5** ICP-MS 法により Na, K 等の軽金属の分析を行いたいのですが、注意する点がありますか？

**A-5** Na や K 等の軽金属は、環境試料中に主要元素として含まれています。従って、これらの元素を ICP-MS 法で測定する際には、高倍率での希釈が必要になります。また K や Ca では、質量干渉による測定妨害が多く見られるので、試料のマトリックスを確認して妨害を除去する工夫が必要です。高倍率での希釈による希釈誤差や質量干渉の除去を考えると、マトリックスの多い環境試料を測定する際にはフレイム原子吸光や ICP-AES 法での測定の方が適しています。測定対象元素の濃度や干渉の有無に応じて、適切な分析方法を選択することが重要です。

**Q-6** 水銀を ICP-MS 法で測定することは可能ですか？

**A-6** 原理的に不可能ではありませんが、水銀は揮発しやすいこと、測定のライン内にメモリが残りやすいことから、現状の ICP-MS 法は、水銀の測定に適した方法ではありません。

**Q-7** ICP-MS 法による分析値の RSD が 10% を超える場合、考えられる要因は何がありますか？

**A-7** このような場合、まず考えられるのが、ペリスタリックポンプ部のチューブの脈動が大きくなっていることです。ペリスタリックポンプにチューブを装着し直すか、チューブが劣化して伸びている場合は、新しいチューブに交換して装着し直してください。

その他の要因としては、真空ポンプのオイル劣化等により装置内の真空状態が不安定な場合、検出器の劣化による場合等が考えられます。オイル交換等、ユーザー側での対処で状況が改善しないときには、メーカーに相談してください。

**Q-8** 定量下限が高い場合や試料濃度が高い場合には、水素化物発生法を用いずに ICP-AES 法で As や Se の測定をしたいのですが、その際の注意点はありますか？

A-8 As, Se, Sb を ICP-AES 法で測定する際、水素化せずに分析した場合の検出下限値は、水素化した場合の 40~200 倍高くなるというデータがあります。廃棄物溶出試験の基準値比較レベルの測定であれば可能です。但し、高塩類濃度試料のようにマトリックスの高い試料を直接分析する場合、干渉が大きく As や Se が定量できない場合もあります。また JIS 法等の公定法に採用されていないので、あくまでも参考レベルでの分析として考えてください。

**Q-9** 干渉の多い元素(As や Se 等)を ICP-MS 法で測定する際の注意点を教えてください。

A-9 As や Se 等の中質量数領域の元素は、多原子イオンや二価イオンによる干渉が多く見られます。機器の適切なチューニングやコリジョン・リアクションガスによる干渉の除去で通常の水質試料や土壌、廃棄物の溶出液試料にはほぼ対応できます。但し、上述のような高塩類濃度試料では、測定値を過大評価してしまう傾向があります。このような場合には、複数の質量数による測定や複数の内部標準による補正、他の分析方法との比較を行って妥当な分析値を確認する必要があります。

## 2. 有機分析

Q-10 ヘキサン抽出物質においてエマルジョンが生成したり、ヘキサン層が濁った場合の対処方法はないでしょうか？

A-10 対処方法の例としては、分液ロートを温水中に浸して穏やかに吸引ろ過する、また塩を添加する等が考えられます。ヘキサン量が比較的少ない場合は、遠心分離を行う方法も考えられます。

Q-11 シマジンの分析において、試料から対象物質が検出された場合は、濃縮して定性分析により確認を行っていますが、定量下限値付近では感度が不足し確認が困難です。このような場合の評価はどうすべきでしょうか？

(昭和46年環境庁告示59号)

A-11 確認分析は非常に良いことと思います。しかし、質量数を選定し測定するSIM法と一定質量範囲を測定する定性分析では、必然的に感度低下は否めません。また、試料中には様々なコンタミネーションになりうる物質が混在しているため、定量下限値付近の濃度の場合、同一R.T(リテンションタイム)に、時として他の質量数が存在し、マススペクトルが異なってしまうことも否定できません。そこで測定濃度が定量下限値付近の場合には、他の確認方法として条件の変更(カラムもしくは昇温条件を変更する)、参照イオンの追加等について検討することを推奨します。

### 3. 分析一般

Q-12 シアンの基準値は「検出されないこと」とされていますが、定量下限値を0.1mg/Lとした場合に、例えば0.05mg/Lが検出された時は基準値超過の扱いになるのでしょうか？

A-12 環水規等で規定されている下限値は、実際には「報告下限値」です(平成13年環水企第92号など)。各ラボではそのオーダーに従って検量線の最低濃度、供試量などを満足する方法で実施し定量下限値としているのが一般的と思われます。シアンの場合

合は、定量下限値が通常は0.1mg/L（根拠は上記環水企92号の他に平成元年環告39号）とされているので、このオーダーに対しては0.1mg/L未満であれば基準値超過とは見なさないのが原則です。

Q-13 告示等に規定がない項目における数値の丸め方について教えてください。

A-13 公共用水域における水質分析結果の数値の丸め方は、平成5年3月29日環水規51号（公共用水域水質測定結果の報告について；平成11年3月12日環水規80号改定）に記載されています。これらで規定される数値の取扱いのほとんどが切り捨て処理ですので、公共用水域の水質分析の場合は定めがなければ切り捨てが一般的と考えられます。JIS Z 8401 等もご参照ください。

Q-14 標準品の保管方法について教えてください。

A-14 標準物質の種類にもよりますが、一般的には遮光して冷蔵保管です。標準物質の容器等に記載されている有効期限は未開封のものに対してであり、開封後の濃度を保証するものではありません。保管期限については、あらかじめ標準物質が変質しない期間の妥当性を確認して決める必要があります。種類にもよりますが、無機物質は暗所保存、有機物質は冷暗保存です。標準液を希釈して保存する場合は、遮光容器に調製日、調製者氏名、使用期限等を明記してください。またコンタミネーションにも注意する必要があります。農薬類の標準品には保管中に変質するものがあるので、検量線用溶液を測定中にクロマトグラム上で分解生成物等の不明のピークの有無の確認を行ってください。

Q-15 絶対検量線法、標準添加法、内標準法の特徴と使い分けを教えてください。

A-15 絶対検量線法は、吸光光度法やFL-AAS等で幅広く用いられる方法で、標準液の濃度と指示値の関係式（検量線）を作成し、試料の指示値をその式に代入して濃度を算出します。標準添加法は、マトリックスが未知な試料をNF-AAS法などで測定するときに用いられます。内標準法は、GC法やICP法等で採用される方法で、試料の注入量等によるばらつきは同時に測定した内標準物質の指示値との比により相殺されます。

Q-16 再分析が有効な期間はどのように判断したらいいのでしょうか？

A-16 分析は試料採取後できる限り速やかに行うことが原則で、再分析が有効な期間も試料の変質が起こらない日数の範囲内ということになります。定常的に同様な性質の試料を測定する必要があるに関しては、予め保存性の確認等を行って変質の起こらない範囲を把握していると有益と思われれます。pH、BOD、細菌類のように再分析ができない項目もあります。

Q-17 精度管理調査に参加しましたが、結果が外れ値の評価を受けました。今後どのような対処をしたら良いのでしょうか？

A-17 まず原因を究明する必要があります。試料の取り間違い、調製方法の不備、計算間違い等がないかどうか、機器分析法で検量線法を用いる場合では、定量方法が妥当かどうか、前処理の方法や測定方法が他機関と異なっていないかを確認します。試料が残っていれば、原因究明のため再測定することも選択肢の一つと思われれます。原因が究明できた後は是正措置、予防措置をとることとなります。

水質・土壌分析の中でお困りのことがありましたら、日本環境測定分析協会のホームページから、件名に「水質土壌 Q&A」と明記して [info@jemca.or.jp](mailto:info@jemca.or.jp) 宛てにお寄せください。いただいたご質問は「環境と測定技術」の中で、上記の Q&A のような形式で匿名でご紹介させていただくことがあります。