

公 告

庁契第 1099 号

下記のとおり一般競争入札に付します。本案件は、競争参加資格確認のための証明書等(以下、「証明書等」という。)の提出、入札及び契約を電子調達システム(GEPS)で行う対象案件です。

令和5年7月26日

支出負担行為担当官

海上保安庁総務部長 高杉 典弘

記

- 競争入札に付する事項
 - 契約件名 海洋汚染分析(トリブチルスズ)
 - 契約内容 仕様書のとおり
 - 納入期限 令和6年2月16日
 - 納入場所 仕様書のとおり
 - 入札方法 電子調達システム(GEPS)の利用本案件は、申請書等の提出、入札及び契約を電子調達システムで行う対象案件である。原則として、当該入札の執行において入札執行回数は2回を限度とする。なお、当該入札回数までに落札者が決定しない場合は、原則として予算決算及び会計令第99条の2の規定に基づく随意契約には移行しない。また、電子調達システムにより難い者は、紙入札参加願、紙契約方式承諾願を提出し、紙入札方式、紙契約方式に代えることができる。その他詳細については、入札説明書による。
- 競争に参加する者に必要な資格
 - 予算決算及び会計令第70条に該当しない者に限る。ただし、未成年者、被保佐人又は被補助人であって、契約に必要な同意を得ている者についてはこの限りではない。
 - 予算決算及び会計令第71条に該当しない者に限る。
 - 令和4・5・6年度国土交通省一般競争参加資格(全省庁統一資格)において、下記「契約の種類」に応じた何れかの等級に格付けされ、関東・甲信越地域の競争参加資格を有する者。また、当該部局において指名停止の措置を受け、指名停止中の期間でない者。
 - 警察当局から暴力団員が実質的に経営を支配する者又はこれに準ずる者として国土交通省公共事業等からの排除要請があり当該状態が継続している者でないこと。
「役務の提供等」の A, B, C又はD等級
- 証明書等の提出期限、提出方法(証明書等提出期限) 令和5年8月9日17時00分
(提出方法)
 - 電子調達システムにより入札参加する場合
以下の書類を電子調達システムにより提出すること。
 - 確認書(電子調達用)
 - 資格審査結果通知書(電子、紙入札共通)
 - 紙入札により入札参加する場合
以下の書類を下記4の窓口へ直接提出又は郵送により提出すること。
(ただし、郵送の場合は配達証明が確認できるものでの郵送に限る)
 - 紙入札方式参加願(紙入札用)
 - 資格審査結果通知書(電子、紙入札共通)
- 契約条項等を示す場所、契約及び入札に関する問い合わせ先 東京都千代田区霞が関2-1-3
海上保安庁総務部政務課予算執行管理室第一契約係
03-3591-6361 (内線 2821)
- 入札説明書の交付期間、交付方法(入札説明書等の交付期間)
令和5年7月26日から令和5年8月9日まで
(交付方法)
入札説明書等の交付は、当庁ホームページの「調達情報」の「入札・落札等の状況」からダウンロードすること。<http://www.kaiho.mlit.go.jp/ope/nyusatsu/r4ippan.html>
また、郵送で交付を希望する者は、A4判用紙が入る返信用封筒(宛先を明記する)並びに重量200gに見合う郵便料金に相当する郵便切手又は国際返信切手券を添付して上記4の係に申し込むこと。
- 入札書等の提出期限 令和5年8月22日 17時00分
- 開札の日時場所 令和5年8月23日 11時00分 海上保安庁入札室
- 入札保証金および契約保証金 免除
- 入札の無効 本公告に示した競争に参加する者に必要な資格のない者のした入札及び海上保安庁入札・見積者心得書その他に関する条件に違反した入札は無効とする。
- 落札者の決定方法
 - 海上保安庁入札・見積者心得書による。
 - 落札者の決定に当たっては、入札書に記載された金額に当該金額の10パーセントに相当する額を加算した額(当該金額に1円未満の端数があるときは、その端数を切り捨てた金額)をもって落札価格とするので、入札者は、消費税及び地方消費税に係る課税事業者であるか免税事業者であるかを問わず、見積もった契約希望金額の110分の100に相当する額を入札書に記載すること。
- 契約書作成の要否 要(ただし、契約金額が150万円に満たない場合は省略することがある)
本業務は、契約手続にかかる書類の授受を電子調達システムで行う対象業務である。なお、電子調達システムによりがたい場合は、発注者の承諾を得て紙契約方式に代えるものとする。
- 仕様に関する問い合わせ先 海上保安庁海洋情報部大洋調査課
03-3595-3601 (松本 内線85-4210)

以上公告する。

入札説明書

(最低価格落札方式)

契約番号：庁契第 1099 号

契約件名：海洋汚染分析（トリブチルスズ）

項目及び構成

- 1 契約担当官等
- 2 調達内容
- 3 競争参加資格
- 4 入札参加申込手続き
- 5 入札書及び関係書類の提出場所等
- 6 その他

- 別紙－1 入札書（海上保安庁様式）
- 様式－1 紙入札方式参加願
- 様式－2 紙契約方式承諾願
- 様式－3 確認書（電子入札参加申し込み用）
- 様式－4 電子証明書変更承諾申請書
- 様式－5 期間委任状
- 様式－6 都度委任状
- 別冊 契約書（案）
- 別冊 仕様書

入 札 説 明 書

海上保安庁の調達契約に係わる入札公告（令和5年7月26日付）に基づく入札については、会計法（昭和22年法律第35号）、予算決算及び会計令昭和22年勅令第165号）、契約事務取扱規則（昭和37年大蔵省令第52号）等に定めるもののほか、この入札説明書によるものとする。

1 契約担当官等

支出負担行為担当官

海上保安庁総務部長 高杉 典弘

2 調達内容

(1) 契約件名

海洋汚染分析（トリブチルスズ）

(2) 契約内容

仕様書のとおり

(3) 納入期限

令和6年2月16日

(4) 納入場所

仕様書のとおり

(5) 仕様説明会の日時等

仕様説明会は実施しない。

なお、仕様内容について質疑等がある場合は、下記へ連絡すること。

仕様書等に関する問い合わせ先

〒100-8932 東京都千代田区霞が関3-1-1

海上保安庁海洋情報部大洋調査課 松本

03-3595-3601

(内線85-4210)

(6) 入札方法

原則として、当該入札の執行において入札執行回数は2回を限度とする。

なお、当該入札回数までに落札者が決定しない場合は、原則として予算決算及び会計令第99条の2の規定に基づく随意契約には移行しない。

また、電子調達システムにより難しい者は、発注者に紙入札方式参加願及び紙契約方式承諾願を提出して紙入札方式、紙契約方式に代えるものとする。落札者の決定は、最低価格落札方式をもって行う。

① 入札者は、一切の経費を含め契約金額を見積もるものとする。

② 落札決定に当たっては、入札書に記載された金額に当該金額の10%に相当する額を加算した金額（当該金額に1円未満の端数がある時は、その端数金額を切り捨てた金額とする。）をもって落札価格とするので、入札者は、消費税及び地方消費税に係る課税事業者であるか免税事業者であるかを問わず、見積もった契約金額の110分の100に相当する金額を記載した入札書を提出しなければならない。

③ 入札者は、入札説明書、仕様書等を熟覧のうえ入札しなければならない。この場合において入札説明書、仕様書等について疑義があるときは、入札書受領の締め切り前までに関係職員の説明を求めることができる。

(7) 入札保証金及び契約保証金 免除

3 競争参加資格

- (1) 予算決算及び会計令第70条の規定に該当しない者であること。
なお、未成年者、被保佐人又は被補助人であって、契約締結のために必要な同意を得ている者は、同条中、特別の理由がある場合に該当する。
- (2) 予算決算及び会計令第71条の規定に該当しない者であること。
- (3) 以下の各号のいずれかに該当し、かつその事実があった後2年を経過していない者。(これを代理人、支配人その他の使用人として使用する者についてもまた同じ。)
 - (ア) 契約の履行に当たり故意に工事若しくは製造を粗雑にし、又は物件の品質若しくは数量に関しての不正の行為をした者
 - (イ) 公正な競争の執行を妨げた者又は公正な価格を害し若しくは不正の利益を得るために連合した者
 - (ウ) 落札者が契約を結ぶこと又は契約者が契約を履行することを妨げた者
 - (エ) 監督又は検査の実施に当たり職員の執行を妨げた者
 - (オ) 正当な理由がなくて契約を履行しなかった者
 - (カ) 前各号のいずれかに該当する事実があった後2年を経過しない者を、契約の履行に当たり、代理人、支配人その他の使用人として使用した者
- (4) 令和4・5・6年度国土交通省競争参加資格(全省庁統一資格審査)において「役務の提供等」のA, B, C又はD等級に格付けされ、関東・甲信越地域の競争参加資格を有する者であること。(ただし指名停止期間中にあるものは除く。)
なお、競争参加資格を有しない者で当該入札に参加を希望する者は速やかに資格審査申請を行う必要があるので下記5(2)へ問い合わせること。
- (5) 警察当局から暴力団員が実質的に経営を支配する者又はこれに準ずる者として国土交通省公共事業等からの排除要請があり当該状態が継続している者でないこと。

4 入札参加申込手続き

- (1) 申込方法
入札参加希望者は、4(5)の各書類を各提出先に持参又は郵送すること。(電子調達システムにより提出するものは除く)
なお郵送にて提出する場合は、提出期限までに提出先に必着すること。(郵送の場合は、配達証明が確認出来るものに限る)
また、代表者から委任を受けている者(以下「受任者」という)が入札を行う場合は期間委任状(様式5)又は都度委任状(様式6)を入札参加手続きまでに提出する(当該委任に係る委任者及び受任者が同じであり、かつ委任事項に変更がない限り、あらかじめ入札等に関する委任状を提出することにより、当該年度に限り、委任状をその都度提出することを省略することができる。この場合において、特定の入札等に関してのみこれと異なる代理人を選任して委任することは認めない。)

期間委任状について

- a 入札、見積についての権限及び契約締結についての権限が委任されていなければならない。
- b 電子入札においては、復代理は認めない。
- c 委任期間は当該年度内を限度とする。
- d 代表者及び受任者の記名・押印された委任状(書面)の提出とする。
- e 原則として期間委任状の委任期間中の都度委任状の提出は認めない。

- (2) 電子調達システムによる証明書等の送信方法
 電子調達システムによる入札参加の申込みを行う場合の使用アプリケーション及びバージョンの指定及び、保存するファイルの形式は次のいずれかとする。

番号	使用アプリケーション	保存するファイル形式
1	一太郎	Ver10形式以下のもの
2	Microsoft Word	Word2000形式以下のもの
3	Microsoft Excel	Excel2000形式以下のもの
4	その他のアプリケーション	PDFファイル 画像ファイル(JPEG形式及びGIF形式) 上記に加え特別に認めたファイル形式

- (3) ファイル圧縮方法の指定
 ファイルを圧縮して送信する場合は、LZH又はZIP形式とする。（自己解凍方式は不可）
- (4) ファイル容量が大きく電子調達システムにより証明書等を送信できない場合証明書等のファイル容量が10MBを超える場合には、電子調達システムによる入札参加申し込みに必要な「確認書」及び「資格審査結果通知書（写）」のみを、1つのファイルとして（例えばPDF形式のファイル）まとめたものを、電子調達システムから送信し、それ以外の証明書等については、直接5(2)の契約係担当者に手渡すこと。
 直接手渡すことができない場合は、郵送又は民間事業者による信書の送達に関する法律（平成14年法律第99号）第2条第6項に規定する一般信書便事業者若しくは同条第9項に規定する特定信書便事業者による同条第2項に規定する信書便（以下「郵送等」という。）による提出をすることが出来る。この場合、事前に5(2)にその旨を連絡すること。
 なお、参加資格確認後は、入札参加申込者に対して電子調達システムにより通知又は確認通知書を送付する。

- (5) 証明書等の提出期限 令和5年8月9日 17時00分

各提出書類の提出先は次のとおりです。

○電子調達システムにより入札参加する場合

- ・確認書（電子入札用）（電子調達システムにより提出）
- ・資格審査結果通知書（写）（電子調達システムにより提出）

○紙入札により入札参加する場合

- ・紙入札方式参加願（紙入札用）（提出先下記5(2)）
- ・資格審査結果通知書（写）（提出先下記5(2)）

- (6) 証明書等審査結果の通知
 4(1)により提出された証明書等の審査結果を、令和5年8月15日までに電子調達システム又は文書等により通知する。

- ※ 電子調達システム又は紙入札方式参加願による入札参加申込手続きをとらなかった場合は、入札に参加できないので注意すること。
- ※ 入札参加申込手続き後に辞退する場合は、開札日までに「入札辞退書」を5(2)へ提出すること。
なお、入札辞退書等は下記アドレスにて公開しているのでダウンロードして提出すること。
<http://www.kaiho.mlit.go.jp/ope/tyoutatu/youshikitou.html>

5 入札書及び関係書類の提出場所等

- (1) 入札書は電子調達システムにより提出すること。
ただし、発注者に紙入札方式参加願を提出した場合は紙により提出すること。
電子調達システムのURL及び問い合わせ先
政府電子調達システム <https://www.geps.go.jp/>
電子調達システムヘルプデスク TEL 0570-000-683
- (2) 入札書等の提出場所及び契約条項を示す場所及び問い合わせ先
東京都千代田区霞が関2-1-3
海上保安庁総務部政務課予算執行管理室第一契約係 山葉多 朋子
TEL03-3591-6361 内線 2821
- (3) 入札説明書（仕様書等添付）の交付期間
令和5年7月26日 から 令和5年8月9日 まで
- (4) 入札書の提出期限
令和5年8月22日 17時00分
- (5) 入札書の提出方法
- ① 電子調達システムによる場合
- ア 入札書の様式は、電子調達システムによるものとする。
- イ 入札書等の記載事項
- a 契約件名は、定められた件名を記載するものとする。
- b 入札者は、特に指示ある場合を除き、総価で入札しなければならない。
- c 入札書等は、電子調達システムの入力画面上において作成するものとする。
(電子認証書を取得している者であること。)
- ウ 入札書等の提出
- a 入札書等は、電子調達システムにより、当該入札公告した期限までに到達するように提出しなければならない。
- b 電子入札に利用することができる電子証明書は、資格審査結果通知書に記入されている者（以下「代表者」という。）又は代表者から入札・見積権限及び契約権限について期間委任により委任を受けた者の電子証明書に限る。
- ② 紙による入札の場合
- ア 入札書の様式は、別紙-1によるものとする。
- イ 入札書等の記載事項
- a 契約件名は、定められた件名を但しがきのあとに記載するものとする。
- b 入札者は、特に指示ある場合を除き、総価で入札しなければならない。
- c 入札書に記載する日付は、入札書を提出する日とする。
- d 入札書には、入札者の住所及び氏名を記載しなければならない。

- e 受任者（以下「代理人」という）が入札を行う場合は、代理人の住所、氏名（法人にあっては、所在地、法人名及び代理人の役職、氏名）を記載し、代理人の印鑑を押印しなければならない。以下、記載例による。

【記載例】

海保株式会社 代表取締役（社長） ○○ ○○ 代理
東京都千代田区霞ヶ関 2-1-3
海保株式会社 東京支店（又は○○部）
支店長（又は○○部長） ○○ ○○ 印

ウ 入札書等の提出

- a 入札書は、別紙の様式にて作成し、封筒に入れ、かつ、その封皮に「法人名等及び契約件名、開札年月日、「入札書在中）」を朱書するものとする。
- b 電報、ファクシミリ、電話その他の方法による入札は認めない。
- c 入札者は、その提出した入札書の引換え、変更又は取り消しをすることができない。

エ 郵送により提出する場合

支出負担行為担当官等あて郵送（書留郵便又は民間事業者による信書の伝達に関する法律（平成14年法律第99号）第2条第6項に規定する一般信書便事業者若しくは同条第9項に規定する特定信書便事業者（以下「一般信書便事業者等」という。）の提供する同条第2項に規定する信書便（以下「信書便」という。）の役務のうち、書留郵便に準ずるものとして一般信書便事業者等において当該信書物（同法第2条第3項に規定する信書便物をいう。）の引き受け及び配達記録をした信書便。）にすることができる。

郵送する場合においては、二重封筒とし、表封筒には「入札書在中」の旨を記載し、中封筒に入札書を入れ、かつ、その封皮に「法人名等及び契約件名、開札年月日、「入札書在中）」を朱書するものとする。ただし、入札書の提出期限までに到達するように提出しなければならない。

(6) 入札の無効

- ① 本入札説明書に示した競争参加資格のない者、入札条件に違反した者又は入札者に求められる義務を履行しなかった者の提出した入札及び次の各号の1に該当する入札は無効とする。
- ア 委任状が提出されていない代理人のした入札
- イ 所定の入札保証金又は入札保証金に代わる担保を納付し又は提供しない者のした入札
- ウ 記名（外国人又は外国法人にあっては、本人又は代表者の署名をもって代えることができる。）を欠く入札
- エ 金額を訂正した入札
- オ 誤字、脱字などにより意志表示が不明瞭である入札
- カ 公正な競争の執行を妨げた者又は公正な価格を乱し、若しくは不正の利益を得るために連合した者の入札
- キ 同一事項の入札について他人の代理人を兼ね、又は2人以上の代理をした者の入札
- ク 競争参加資格の確認のための書類などを添付することとされた入札にあっては、提出された書類が審査の結果採用されなかった入札
- ケ 競争参加資格のあるものであっても、入札時点において、海上保安庁次長から指名停止措置を受け、指名停止期間中にある者のした入札
- ② 電子入札参加者は、電子証明書を不正使用等してはならない。
不正使用等した場合には当該電子入札参加者の入札への参加を認めないことがある。
なお、当該入札に関し入札権限のある他の電子証明書に変更しようとするときは、電子証明書変更承諾申請書（様式4）を提出すること。
また、電子証明書変更承諾申請書には変更後の電子証明書の企業情報登録画面を印刷したものを添付すること。

- (7) 入札の延期等
入札者が相連合し又は不穩の挙動をする等の場合であって、競争入札を公正に執行することができない状態にあると認められるときは、当該入札参加者を入札に参加させず、若しくは入札の執行を延期し、又はこれを取り止めることがある。
- (8) 開札の日時及び場所
日時：令和5年8月23日 11時00分
場所：海上保安庁入札室
- (9) 開札
- ① 電子調達システムによる場合
- ア 開札及び開披（以下「開札等」という。）は、入札等執行事務に関係のない職員を立ち会わせてこれを行う。
- イ 開札等をした場合において、入札金額のうち予定価格の制限に達した価格の入札がないときは、原則として引続き再度入札を行う。
ただし、契約担当官等がやむを得ないと認めた場合には、契約担当官等が別途指定する日時に再度入札を行う。
- ② 紙による場合
- ア 開札等は、原則として、入札者又はその代理人が出席して行うものとする。
この場合において、入札者等が立ち会わないときは、入札等執行事務に関係のない職員を立ち会わせてこれを行う。
- イ 開札等をした場合において、入札金額のうち予定価格の制限に達した価格の入札がないときは、原則として引続き再度入札を行う。
ただし、契約担当官等がやむを得ないと認めた場合には、契約担当官等が別途指定する日時に再度入札を行う。
- ③ 入札者又はその代理人は、開札場に入場しようとするときは、入札関係職員の求めに応じ競争参加資格を証明する書類、身分証明書等を提示しなければならない。
- ④ 入札者又はその代理人は、開札時刻後においては、開札場に入場することができない。
- ⑤ 入札者又はその代理人は、開札時刻後においては、契約担当官等が特にやむを得ない事情があると認めた場合のほか、開札場を退場することができない。

6 その他

- (1) 契約手続に使用する言語及び通貨 日本語及び日本国通貨
- (2) 入札者に要求される事項
入札者等は、入札公告等で定められた要件を証明した書類を指定した期限までに提出しなければならない。
また、開札日の前日までの間において、契約担当官等から当該書類に関し説明を求められた場合には、それに応じなければならない。
- (3) 落札者の決定方法
- ① 本入札説明書に従い書類・資料を添付して入札書を提出した入札者であって、本入札説明書3の競争参加資格及び仕様を満たすことの出来ることの要求要件をすべて満たし、当該入札者の入札価格が予算決算及び会計令第79条の規定に基づいて作成された予定価格の制限の範囲内であり、かつ、最低価格をもって有効な入札を行った者を落札者とする。
- ただし、落札者となるべき者の入札価格によっては、その者により当該契約の内容に適合した履行がされないおそれがあると認められるとき、又はその者との契約を締結することが公正な取引の秩序を乱すこととなるおそれがある著しく不適當であると認められるときは、予定価格の制限の範囲内をもって入札した者を落札者とするところがある。

- ② 電子調達システムでは、入札参加者の利便性向上のため、電子くじ機能を実装している。電子くじを行うには、入札者が任意で設定した000～999の数字が必要になるので、電子入札事業者は、電子調達システムで電子くじ番号を入力し、紙入札事業者は、紙入札方式参加願に記載するものとする。
落札者となるべき同価格の入札をした者が2人以上あり、くじにより落札者の決定を行うこととなった場合には、以下のとおり行うものとする。
- ア 同価格の入札をした者が電子入札事業者のみの場合
電子入札事業者が入力した電子くじ番号を元に電子くじを実施のうえ、落札者を決定するものとする。
- イ 同価格の入札をした者が電子入札事業者と紙入札事業者が混在する場合電子入札事業者が入力した電子くじ番号及び紙入札事業者が紙入札方式参加願に記載した電子くじ番号を元に電子くじを実施のうえ落札者を決定するものとする。
- ウ 同価格の入札をした者が紙入札事業者のみの場合
その場で紙くじ（又は電子くじ）を実施のうえ落札者を決定するものとする。
- ③ 契約担当官等は、落札者を決定したときは、その翌日から7日以内にその旨を落札者とされなかった入札者に電子調達システム又は書面により通知する。
ただし、開札に立ち会った参加者については、書面による通知を省略する。
- (4) 契約書の作成（ただし、契約金額が150万円に満たない場合は省略することがある）
- ① 競争入札を執行し、落札者を決定したときは、当該落札者とすみやかに、契約書を取り交わすものとする。
- ② 契約書を作成する場合において、契約の相手方が遠隔地にあるときは、まず、その者が契約書の案に記名押印し、さらに契約担当官等が当該契約書の案の送付を受けてこれに記名押印するものとする。
- ③ 上記②の場合において契約担当官等が記名押印したときは、当該契約書の1通を契約の相手方に送付するものとする。
- ④ 契約担当官等が契約の相手方とともに契約書に記名押印しなければ、本契約は確定しないものとする。
- ⑤ 「電子調達システム」による電子契約を行う場合、電子調達システムで定める手続に従い、契約書を作成しなければならない。なお、電子調達システムによりがたい場合は、発注者の承諾を得て紙契約方式に代えるものとする。
紙契約方式の手続をする場合は、紙契約方式承諾願（電子、紙入札共通）を落札決定後に上記5（2）へ提出すること。
- (5) 電子入札参加者側の障害により入札書受付締切時間又は開札時間を延長する場合の基準及び取扱い
- 電子入札参加者側の障害により電子入札ができない旨の申告があった場合は、障害の内容と復旧の可否について調査確認を行うものとする
- すぐに復旧できないと判断され、かつ下記の各号に該当する障害等により、原則として複数の電子入札参加者が参加できない場合には、入札書受付締切予定時間及び開札予定時間の変更（延長）を行うことができるものとする。
- ①天災
②広域・地域的停電
③プロバイダ、通信事業者に起因する通信障害
④その他、時間延長が妥当であると認められた場合
（ただし、電子証明書の紛失・破損、端末の不具合等、入札参加者の責による障害であると認められる場合を除く）
- 変更後の開札予定時間が直ちに決定できない場合においては、その旨をすべての電子入札参加者に電話等で連絡するものとし、開札日時が決定した場合には、その旨を全ての電子入札参加者に電話等で連絡するものとする。

(6) 発注者側の障害により電子入札書受付締切時間又は開札時間を延長する場合の取扱い

発注者側の障害が発生した場合は、電子調達システム運用主管組織（総務省）と協議し、障害復旧の見込みがある場合には、電子入札書受付締切予定時間及び開札予定時間の変更（延長）を行い、障害復旧の見込みがない場合には、紙入札に変更するものとする。
障害復旧の見込みがあるが、変更後の開札予定時間が直ちに決定できない場合においては、その旨を全ての電子入札参加者に電話等で連絡するものとし、開札日時が決定した場合には、その旨を全ての電子入札参加者に電話等で連絡するものとする。

(7) 支払条件は履行完了後、一括払いとする。

(8) 上記によるもののほか、この一般競争入札に参加する場合において了知かつ、遵守すべき事項は、「海上保安庁入札・見積者心得」によるものとする。
<https://www.kaiho.mlit.go.jp/ope/tyoutatu/tyoutatu.html>

(9) 入札者は、入札後、この入札説明書、仕様書等についての不明を理由として異議を申し立てることはできない。

(10) 「責任あるサプライチェーン等における人権尊重のためのガイドライン」（令和4年9月13日ビジネスと人権に関する行動計画の実施に係る関係府省庁施策推進・連絡会議決定）を踏まえて人権尊重に取り組むよう努めること。

入札書

一金

ただし 海洋汚染分析（トリブチルスズ）

入札・見積者心得及び入札説明書等を承諾の上、入札します。

令和 年 月 日

住 所

商号又は名称

代表者氏名

支出負担行為担当官
海上保安庁総務部長 殿

※以下は押印を省略する場合のみ記載すること。

（連絡先は2以上記載すること）

本件責任者（会社名・部署名・氏名）：

担当者（会社名・部署名・氏名）：

連絡先1：

連絡先2：

（注）1.用紙の寸法は、日本産業規格A列4判とする。

2.金額は「アラビア」数字で記入する。

紙入札方式参加願

(序 1099)

1. 発注件名 海洋汚染分析 (トリブチルスズ)

上記の案件は、電子調達システムを利用しての参加ができないため
紙入札方式での参加をいたします。

令和 年 月 日

資格審査登録番号(業者コード)

企業名称

企業郵便番号

企業住所

代表者氏名

代表者役職

電子くじ番号

(連絡先)

電話番号

メールアドレス

入札者

住 所

企業名称

氏 名

※以下は押印を省略する場合のみ記載すること。

(連絡先は2以上記載すること)

本件責任者(会社名・部署名・氏名) :

担当者(会社名・部署名・氏名) :

連絡先1 :

連絡先2 :

支出負担行為担当官
海上保安庁総務部長 殿

※1. 入札者住所、企業名称及び氏名欄は、代表者若しくは委任を受けている場合は
その者が記載、押印する。

2. 電子くじ番号は、電子くじを実施する場合に必要となるので、000~999の任意の
3桁の数字を記載する。

紙契約方式承諾願

1. 件 名 海洋汚染分析（トリブチルスズ）

上記の案件は、電子調達システムを利用しての契約ができないため、紙契約方式での手続きをいたします。

令和 年 月 日

住 所

商号又は名称

代表者氏名

※以下は押印を省略する場合のみ記載すること。

（連絡先は2以上記載すること）

本件責任者（会社名・部署名・氏名）：

担当者（会社名・部署名・氏名）：

連絡先1：

連絡先2：

支出負担行為担当官
海上保安庁総務部長 殿

○宛 先: 海上保安庁 総務部政務課 予算執行管理室 契約係

確 認 書

件名: 海洋汚染分析(トリブチルスズ)

本案件については、「電子入札方式」により参加します。

令和 年 月 日

企業名称

代表者

※以下は押印を省略する場合のみ記載すること。

(連絡先は2以上記載すること)

本件責任者(会社名・部署名・氏名):

担当者(会社名・部署名・氏名):

連絡先1:

連絡先2:

電子入札方式により参加する方は、本入札に使用するICカード券面の番号を記入してください。

【ICカード券面の番号】「シリアルナンバー(SN)」、「ID」などの項目に続く

10桁の数字・英字(例:14桁、16桁)

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

【取得者名】

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

(左つめで記入。「スペース」分も左詰めで記入。枠不足の際は、追加してください。)

*今回限定した上記のICカード以外を以後において使用した場合、「無効」の入札となることがあります。

*上に記入する「数字・英字」等は、誤記のないように十分留意してください。

(担当者連絡先)※押印省略する場合も、担当者のメールアドレスは必ず記載してください。

担当者名:

電話番号:

メールアドレス:

入札参加者は、入札手続きの開始以降、使用していた電子証明書について、電子証明書発行機関の電子証明書の利用に関する規約上の失効事由が生じた場合又は有効期限の満了により開札までの間に使用することができなくなることが確実な場合において、当該入札に関し入札権限のある他の電子証明書に変更しようとするときは、発注者に電子証明書変更承認申請書(様式3)を提出するものとする。この場合において、電子証明書変更承諾申請書には、変更後の電子証明書の企業情報登録画面を印刷したものを添付することとする。

発注者(海上保安庁)は、変更後の電子証明書に関して入札権限等に問題がないことが確認できる場合についてのみ変更を承諾します。

様式 5

期 間 委 任 状

受任者

住 所

氏 名

使用印

私は上記の者を代理人と定め

下記の権限を委任します。

委任期間 令和 年 月 日から

令和 年 月 日まで

委任事項

令和 年 月 日

委任者 住所

商号又は名称

代表者氏名

支出負担行為担当官

海上保安庁総務部長 高杉 典弘 殿

※以下は押印を省略する場合のみ記載すること。
(契約締結に係る権限を委任する場合は押印の省略を不可とする。)
(連絡先は2以上記載すること)
本件責任者(会社名・部署名・氏名):
担当者(会社名・部署名・氏名):
連絡先1:
連絡先2:

様式 6

都 度 委 任 状

受任者

住 所

氏 名

使用印

私は上記の者を代理人と定め

「件名：海洋汚染分析（トリブチルスズ）」に関する下記の権限を委任します。

委任事項

1.

令和 年 月 日

委任者 住所

商号又は名称

代表者氏名

支出負担行為担当官

海上保安庁総務部長 高杉 典弘 殿

※以下は押印を省略する場合のみ記載すること。
(契約締結に係る権限を委任する場合は押印の省略を不可とする。)
(連絡先は2以上記載すること)
本件責任者(会社名・部署名・氏名):
担当者(会社名・部署名・氏名):
連絡先1:
連絡先2:

令和5年度
庁契第1099号

請負契約書（役務）

請負契約書（役務）

収入
印紙

- 契約件名 海洋汚染分析（トリブチルスズ）
- 契約金額 金 円
うち取引に係る消費税額及び地方消費税額 金 円
- 引渡期限 令和6年2月16日
- 引渡場所 仕様書のとおり
- 契約保証金 免除

上記請負作業について、発注者 支出負担行為担当官 海上保安庁総務部長 高杉 典弘 は、
受注者 ●● と、次の条件により請負契約を締結する。

（総 則）

第1条 受注者は、仕様書に基づき、頭書の仕事を完成し、引渡期限までにこれを引渡場所において発注者に引き渡すものとし、発注者は、これに対し、受注者に請負代金を支払うものとする。

（仕様書の解釈等）

第2条 仕様書について疑義を生じたとき又は仕様書に明記されていない事項については、発注者受注者協議して定めるものとし、受注者は、その他軽微なものについては、発注者又は監督すべきことを命ぜられた職員（以下「監督職員」という。）の解釈若しくは指示に従い、請負金額の範囲内をもって行うものとする。

(監督職員)

第3条 発注者は、監督職員を命じたときは、その官職及び氏名を受注者に通知するものとする。

2 受注者は、監督職員の監督実施について、必要な費用を負担するものとする。

3 受注者は、他の条項に定めるもののほか、監督職員から監督の実施について必要な資料の提出又は提示を求められた場合には、これに応ずるものとする。

4 受注者は、監督職員から立ち会いを求められた場合は、これに応ずるものとする。

(権利義務の譲渡等)

第4条 受注者は、この契約により生ずる権利又は義務を第三者に譲渡し、又は承継させてはならない。ただし、あらかじめ、発注者の承諾を得た場合は、この限りでない。

(一括再委託等の禁止)

第5条 受注者は、業務の全部を一括して、又は主たる部分を第三者に委任し又は請け負わせてはならない。

2 前項の「主たる部分」とは、業務における総合的企画、業務遂行管理、手法の決定及び技術的判断等を言うものとする。

(再委託及び再委託内容等の変更の事前承諾義務)

第6条 受注者は、業務の一部（「主たる部分」を除く。）を第三者に委任し、又は請け負わせようとするとき（以下「再委託」という。）は、あらかじめ再委託の相手方の住所、氏名、再委託を行う業務の範囲、再委託の必要性及び契約金額等について記載した書面を発注者に提出し、承認を得なければならない。

なお、再委託の内容を変更しようとするときも同様とする。

2 前項の規定は、受注者がコピー、ワープロ、印刷、製本、トレース、資料整理、計算処理、模型製作、翻訳、参考書籍、文献購入、消耗品購入、会場借上等の軽微な業務を再委託しようとするときは、適用しない。

- 3 受注者は、第1項にて承諾を得た場合において、再委託の相手方がさらに再委託を行うなど複数の段階で再委託が行われるときは、前項の軽微な業務を除き、あらかじめ当該複数段階の再委託の相手方（次条「再委託受託者」という。）の住所、氏名、再委託を行う業務の範囲を記載した書面（以下「履行体制に関する書面」という。）を発注者に提出しなければならない。履行体制に関する書面の内容を変更しようとするときも同様とする。
- 4 受注者は、前項の場合において、発注者が適正な履行の確保のため必要な報告等を求めた場合には、これに応じなければならない。
- 5 第1項のなお書きの規定は、軽微な変更該当するときは、適用しない。

（再委託受託者に対する監督）

第7条 受注者は、発注者又は監督職員が再委託受託者に、請負人に対すると同様の監督をすることができるように必要な措置をとらなければならない。

- 2 受注者は、役務を第三者に請け負わせる場合においても、この契約により受注者の義務とされている事項につきその責を免れない。

（代理人等に関する措置要求）

第8条 発注者又は監督職員は、現場代理人その他受注者の代理人（下請負人は代理人とみなす。以下同じ。）、主任技術者、使用人又は労務者等での契約の履行につき著しく不相当と認められるものがあるときは、受注者に対し、事由を明示して、必要な措置をとるべきことを求めることができる。

（貸与品）

第9条 発注者は、仕様書に記載する貸与品を発注者の指定する場所及び日時に受注者に交付する。この場合において、受注者は、貸与品の交付を受けた都度受領書を発注者に提出し、善良な管理者の注意をもってこれを保管し、かつ、その費用を負担するものとする。

- 2 受注者は、天災地変等の不可抗力又は発注者の責めに帰すべき事由によらないで、貸与品が亡失若しくは損傷し、又はその返還が不可能となったときは、発注者の指定する方法により弁償するものとする。
- 3 受注者は、貸与品を仕様書に基づいて使用し、作業の完了又は契約の変更若しくは解除等によって不用となったものは、その内容を明らかにした書類を作成し、監督職員（監督職員不在の場合は検査職員）の確認を受けて発注者に提出するとともに発注者の指定する時期及び場所において、これを発注者に返還しなければならない。

(納入期限の変更等)

第10条 発注者は、その都合により納入期間又は納入場所を変更することができるものとする。

2 前項の場合において、契約金額を増減する必要があるときは、発注者受注者協議して、その金額を増減するものとする。

(納入の通知及び検査)

第11条 受注者は、成果品を納入するときは、書面をもってその旨を発注者に通知するものとする。

2 発注者は、前項の納入通知を受けたときは、納入場所において、検査を行うものとする。

3 発注者は、第1項の通知を受けたときは、検査を行うべきことを命じた職員（以下「検査職員」という。）により、仕様書等に指定した方法その他発注者の適当と認める方法により検査を行うものとする。

4 受注者は、検査職員から検査の実施について必要な書類等の提示若しくは提出又は説明を求められた場合には、これに応ずるものとする。

(成果品の引渡)

第12条 受注者は、成果品が前条の検査に合格したときは、これを発注者に引き渡すものとする。

2 成果品の所有権は、その引渡しと同時に受注者から発注者に移転するものとする。

第13条 発注者は、成果品の一部が完成した場合において、その部分の検査を行い、合格部分の全部又は一部の引渡し受けることができるものとする。

2 前2条の規定は、前項の検査及び引渡について準用する。

(成果品の転用)

第14条 受注者は、頭書の作業で取得した成果品を発注者の承認を得ずに他に転用してはならない。

(請負代金の支払)

第15条 発注者は、受注者が履行完了後提出する適法な支払請求書を受理してから30日以内（以下「約定期間」という。）に海上保安庁において、その代金を支払うものとする。

2 発注者は、受注者から支払請求書を受領した後、その請求書の全部又は一部が不当であることを発見したときは、その事由を明示して、これを受注者に返付するものとする。この場合においては、その請求書を返付した日から発注者が受注者の是正した支払請求書を受領した日までの期間は、約定期間に算出しないものとする。ただし、この請求書の内容の不当が受注者の故意又は重大な過失によるものであるときは、適当な支払請求書の提出がなかったものとし、受注者の是正した支払請求書を受領した日から約定期間を計算するものとする。

(遅延利息)

第16条 発注者は、約定期間内に代金の支払をしないときは、受注者に対し遅延利息を支払なければならない。

2 遅延利息の額は約定期間満了の日の翌日から支払をする日までの日数に応じ、年2.5パーセントとする。ただし、受注者が代金の受領を遅滞した日数及び天災地変等やむを得ない事由により支払のできなかった日数は、約定期間に算入せず、又は遅延利息を支払う日数に計算しないものとする。

3 前項の規定により計算した遅延利息の額が100円未満であるときは、遅延利息を支払うことを要せず、その額に100円未満の端数があるときは、その端数を切り捨てるものとする。

4 発注者が検査期間内に検査を終了しないときは、検査期間満了の日の翌日から検査を終了した日までの日数は、約定期間の日数から差し引くものとし、又検査の遅延した日数が約定期間の日数を超える場合は、約定期間は満了したものとみなし、発注者は、その超える日数に応じ、前3項の例に準じて計算した金額を受注者に支払うものとする。

(引渡期限の延伸)

第17条 受注者は、引渡期限までに成果品を引き渡すことができないときは、あらかじめ遅滞の理由及び完了可能期日を明示して、発注者に引渡期限の承認を求めなければならない。

2 発注者は、前項の請求に対し、支障がないと認めるときは、これを承認するものとする。ただし、遅延が天災地変その他受注者の責めに帰することのできない事由に基づく場合のほか遅滞金を徴収する。

(遅滞金)

第18条 前条第2項ただし書の規定による遅滞金は、延伸前の納入期限満了の日の翌日から、作業完了までの日数に応じ、請負金額の年3パーセントとする。ただし、請負金額の10分の1を超える場合は、その超過額は遅滞金に算入しないものとする。

(危険負担)

第19条 成果品の所有権が移転する以前に生じた成果品の亡失、変質、変形、消耗、破損等による損失は、すべて受注者の負担とする。ただし、発注者の故意又は重大な過失による場合は、この限りではない。

(契約不適合責任)

第20条 受注者は、成果品の所有権移転後1年以内に、その成果品の種類、品質又は数量に関して契約の内容に適合しないもの(以下「契約不適合」という。)であることが発見されたときは、発注者の請求により、自己の費用をもってこれを修補し、代替物を引渡し又は不足分を引渡さなければならない。また、その契約不適合によって生じた物品の亡失若しくは損傷に対して、損害を賠償するものとする。

(契約の解除)

第21条 下記各号の一に該当するときは、この契約の全部又は一部を解除することができる。

- (1) 受注者から解除の申出があったとき。
- (2) 受注者が第4条、第5条及び第6条の規定に違反したとき。
- (3) 前号のほか、受注者がこの契約に違反し、そのため発注者が契約の目的を達することができないとき。
- (4) この契約の履行について、受注者又はその代理人若しくはその使用人等が、不正の行為をしたとき又はこれらの者が発注者の行う検査若しくは監督を妨げようとしたとき。
- (5) 受注者が破産の宣告を受け、又は居所不明となったとき。

2 前項第1号から第4号までの場合において、受注者は違約金として、契約解除金額に対する10分の1に相当する金額を発注者に支払わなければならない。ただし、第1号の場合において、受注者の責に帰することのできない事由があるときは、この限りではない。

3 受注者(受注者が共同企業体であるときは、その構成員のいずれかの者。以下この項において同じ。)が次の各号のいずれかに該当するときは、この契約を解除することができる。

- (1) 役員等(受注者が個人である場合にはその者を、受注者が法人である場合にはその役員又はその支店若しくは常時契約を締結する事務所の代表者をいう。以下この条において同じ。)が、暴力団員による不当な行為の防止等に関する法律(平成3年法律第77号。以下「暴力団対策法」という。)第2条第6号に規定する暴力団員(以下「暴力団員」という。)であると認められるとき。

- (2) 暴力団（暴力団対策法第2条第2号に規定する暴力団をいう。以下同じ。）又は暴力団員が経営に実質的に関与していると認められるとき。
 - (3) 役員等が、自己、自社若しくは第三者の不正の利益を図る目的又は第三者に損害を加える目的をもって、暴力団又は暴力団員を利用するなどしたと認められるとき。
 - (4) 役員等が、暴力団又は暴力団員に対して資金等を供給し、又は便宜を供与するなど直接的あるいは積極的に暴力団の維持、運営に協力し、若しくは関与していると認められるとき。
 - (5) 役員等が、暴力団又は暴力団員と社会的に非難されるべき関係を有していると認められるとき
 - (6) 下請契約その他の契約に当たり、その相手方が第1号から第5号までのいずれかに該当することを知りながら、当該者と契約を締結したと認められるとき
 - (7) 受注者が、第1号から第5号までのいずれかに該当する者を下請契約その他の契約の相手方としていた場合（第6号に該当する場合を除く。）に、発注者が受注者に対して当該契約の解除を求め、受注者がこれに従わなかったとき。
- 4 前項の規定によりこの契約が解除された場合においては、受注者は、契約金額の10分の1に相当する額を違約金として発注者の指定する期間内に支払わなければならない。

第22条 発注者は、前条に定める場合のほか、自己の都合により、この契約の全部又は一部を解除することができる。この場合において、受注者に損害が生じ解約後30日以内に請求があるときは、発注者は、その損害を賠償するものとする。

2 前項の損害額は、発注者受注者協議して定めるものとする。

（相殺等）

第23条 この契約により発注者が受注者から取得すべき違約金等がある場合において、発注者が当該金額と相殺することができる債務を受注者に対して有するときは、これを相殺するものとする。

2 前項の規定により相殺を行っても、なお発注者において取得金がある場合又は発注者が違約金等を徴収する場合において、受注者は、発注者の指定する相当の期限までにこれらの金額を支払わないときは、発注者に対し、遅延利息を支払わなければならない。ただし、当該取得金、違約金等が1,000円未満の場合は、この限りではない。

3 第16条第2項及び第3項の規定は、前項の遅延利息について準用する。この場合において、同条第2項中「年2.5パーセント」とあるのは「年3パーセント」と、同項ただし書中「受注者」とあるのは「発注者」、第3項中「100円」とあるのは、「1円」と読み替えるものとする。

(談合等不正行為があった場合の違約金等)

第24条 受注者が、次に掲げる場合のいずれかに該当したときは、受注者は、発注者の請求に基づき、契約額（この契約締結後、契約額の変更があった場合には、変更後の契約額）の10分の1に相当する額を違約金として発注者の指定する期間内に支払わなければならない。

(1) この契約に関し、受注者が私的独占の禁止及び公正取引の確保に関する法律(昭和22年法律第54号。以下「独占禁止法」という。)第3条の規定に違反し、又は受注者が構成事業者である事業者団体が独占禁止法第8条第1号の規定に違反したことにより、公正取引委員会が受注者に対し、独占禁止法第7条の2第1項(独占禁止法第8条の3において準用する場合を含む。)の規定に基づく課徴金の納付命令(以下「納付命令」という。)を行い、当該納付命令が確定したとき(確定した当該納付命令が独占禁止法第63条第2項の規定により取り消された場合を含む。)

(2) 納付命令又は独占禁止法第7条若しくは第8条の2の規定に基づく排除措置命令(これらの命令が受注者又は受注者が構成事業者である事業者団体(以下「受注者等」という。)に対して行われたときは、受注者等に対する命令で確定したものをいい、受注者等に対して行われていないときは、各名宛人に対する命令すべてが確定した場合における当該命令をいう。次号において同じ。)において、この契約に関し、独占禁止法第3条又は第8条第1号の規定に違反する行為の実行としての事業活動があったとされたとき。

(3) 前号に規定する納付命令又は排除措置命令により、受注者等に独占禁止法第3条又は第8条第1号の規定に違反する行為があったとされた期間及び当該違反する行為の対象となった取引分野が示された場合において、この契約が当該期間(これらの命令に係る事件について、公正取引委員会が受注者に対して納付命令を行い、これが確定したときは、当該納付命令における課徴金の計算の基礎である当該違反する行為の実行期間を除く。)に入札(見積書の提出を含む。)が行われたものであり、かつ、当該取引分野に該当するものであるとき。

(4) この契約に関し、受注者(法人にあっては、その役員又は使用人を含む。)の刑法(明治40年法律第45号)第96条の6又は独占禁止法第89条第1項若しくは第95条第1項第1号に規定する刑が確定したとき。

2 受注者が前項の違約金を発注者の指定する期間内に支払わないときは、受注者は、当該期間を経過した日から支払いをする日までの日数に応じ、年3パーセントの割合で計算した額の遅延利息を発注者に支払わなければならない。

(秘密の保持)

第25条 本作業により知得した成果品の内容、情報等の秘密は、これを第三者に漏洩してはならない。

(契約外の事項)

第26条 この契約に定めない事項又はこの契約の履行について、疑義又は紛議を生じたときは、発注者・受注者協議して定めるものとする。

以上契約を証するため、この証書2通を作成し、発注者受注者各1通を保有する。

令和5年8月23日

発注者	住	所	東京都千代田区霞が関2-1-3
	氏	名	支出負担行為担当官 海上保安庁総務部長 高杉 典弘
受注者	住	所	
	氏	名	

仕 様 書

1. 総則

本仕様は、海上保安庁（以下「当庁」という。）が発注する海洋汚染分析（トリブチルスズ）について適用する。

2. 件名

海洋汚染分析（トリブチルスズ）

3. 分析試料の種類及び数量等

分析を行う試料は、当庁が令和4年に採取した以下に示すものとする。

試料の種類	試料数	試料容器の形状	試料の状態
海底堆積物	27	250mL 広口褐色ガラス瓶	湿泥(冷凍)

※以降は、トリブチルスズを「TBT」と表記する。

4. 仕様

(1) 分析方法

前処理及び分析操作の方法は、当庁で定めたマニュアル(大まかな流れを別添に示す)に基づき行うものとする。

(2) 分析用試薬等

① 分析用試薬

試 薬	等 級
n-ヘキサン、ベンゼン、メタノール、エタノール、アセトン 酢酸エチル、ジエチルエーテル、無水硫酸ナトリウム	残留農薬試験用
テトラエチルホウ酸ナトリウム	有機スズ化合物測定用
塩酸	有害金属測定用
酢酸、酢酸ナトリウム三水和物、塩化ナトリウム、 水酸化ナトリウム	特級

② 分析用カラム（以下に示すカラムまたは同等以上を使用すること）

・フロリジルミニカラム

セップパックフロリジル 1g 入り (Waters 製)

③ 窒素ガス

・超高純度窒素ガス (99.99%以上)

(3) 分析機器の条件

測定機器：ガスクロマトグラフ質量分析計を用いること。

カラム：DB-5ms のカラムを使用すること。

(4) 分析従事者

本契約の分析を行う者及びその業務を監督する者は、環境計量士（濃度関係）の資格を有していること。

また、責任者、品質管理者、分析担当者、担当する業務、経験年数、保有資格を記載した従事者名簿を提出すること。

(5) 事業所

計量証明事業所を取得していること。

(6) 数値の取扱

分析結果の数値の取扱については、「JIS Z8401—数値の丸め方」による。また、下記(7)項目に示す定量下限値未満の値については「N.D.」とせず「< 0.0002」とすること。

(7) 定量下限

精度管理上の定量下限は「0.0002 μ g/g」とする。

詳細は別添当庁で定めたマニュアルのとおりとする。

(8) 試料及び容器の取扱

分析に使用する試料は、必要量だけ容器から分取し使用すること。

分析に使用しなかった残りの試料は容器とともに当庁に返却すること。

(9) 成果品

分析記録及び結果は、当庁が準備する電子媒体（CD-R）に Microsoft Excel 2019 で作成・収録した様式を使用し、とりまとめのうえ提出すること。

5. 検査

成果品の納品においては、当庁検査職員における検査を受けることとし、当該検査合格をもって履行完了とする。

検査要領

(1) 上記「4. 仕様」の(9)成果品について、計量方法のチェック及び過去の分析結果との比較検証等を行い、分析結果の品質検査を行う。

(2) 検査の実施場所については下記「7. 納入場所」とする。

6. 支払い

支払いについては履行完了後一括払いとし、当庁総務部長あて請求すること。

7. 納入場所

東京都江東区青海 2-5-18 青海合同庁舎

海上保安庁海洋情報部大洋調査課海洋汚染調査室

8. 履行期限

令和 6 年 2 月 16 日（金）

9. 再委託及び再委託内容等の変更の事前承諾義務

受注者は業務の一部（「主たる部分」を除く。）を第三者に委託し、又は請け負わせようとするとき（以下「再委託」という。）は、あらかじめ再委託の相手方の住所、氏名、再委託を行う業務の範囲、再委託の必要性及び契約金額等について記載した書面を支出負担行為担当官に提出し、承認を得ること。なお、再委託の内容を変更しようとするときも同様とする。

10. その他

- (1) 本仕様の履行にあたり、知り得た関連情報については、他に漏洩してはならない。
- (2) 試料については当庁監督職員が指定する日時に海洋情報部大洋調査課海洋汚染調査室まで引き取りに来ること。
- (3) 本分析に必要な分析機器、試薬類、ガラス器具類、消耗品は受注者が準備すること。
- (4) 分析時に発生した廃液等は受注者が責任をもって適法に処分すること。
- (5) 分析結果の所有権及び著作権は当庁に属するものとする。
- (6) 提出する CD-R は、分析結果を収録した後に、最新のウイルス対策プログラムによりウイルスが存在しないことを確認すること。
- (7) 本仕様書に定めがない事項及び本仕様書に疑義が生じた場合は、当庁監督職員と協議すること。

別添

40度まで加熱(20分程度で解凍)し、解凍後2~3時間静置し上澄液を廃棄

湿泥 2~10g

※50mL 共栓付き遠沈管に2~10g分取(含水比用同時採取)

※操作ブランク測定用は遠沈管に3%塩化ナトリウム水溶液10mL添加し以下の操作を行う

← サロゲート溶液 100μL (TBT-d27 0.1μg/mL)

※軽く振り混ぜ

← 1M 塩酸-メタノール/酢酸エチル (1:1) 混合液 10mL

振とう

20分 ※ガスによる噴出に注意

遠心分離

2,500rpm 20分

水層(上澄み部分)

※100mL 分液ロートに移す

堆積物層

← 1M 塩酸-メタノール/酢酸エチル (1:1) 混合液 10mL

振とう

20分

吸引ろ過

No.5A ろ紙でろ過

※ろ過後 1M 塩酸-メタノール/酢酸エチル(1:1) 混合液
10mL で2回に分けて洗浄

ろ液

※50mL 三角フラスコでろ液・洗浄液とも受ける

残渣

100mL 分液ロートに合わせる

← 酢酸エチル/n-ヘキサン(3:2) 混合液 10mL で 50mL 三角フラスコの内壁を2回に分けて洗浄
洗浄液は 100mL 分液ロートに合わせる(回収率アップのため)

← 10%塩化ナトリウム水溶液 20mL

振とう

5分(15分程度静置)

有機層

水層

※別の 100mL 分液ロートで受ける

← 酢酸エチル/n-ヘキサン(3:2) 混合液 10mL で先に洗浄した三角
フラスコの内壁を2回に分けて洗浄
洗浄液は 100mL 分液ロートに合わせる(回収率アップのため)

振とう

5分(15分程度静置)

有機層

水層

※廃棄

・空になった分液ロートをn-ヘキサン 30mL で数回に分けて洗浄
洗浄液は 100mL 分液ロートに合わせる(回収率アップのため)

※10分程度静置した後に生じた水層を捨てる

水洗

・10%塩化ナトリウム水溶液 20mL で5分間振とう(15分程度静置)

有機層

水層

※廃棄

濃縮

・1mL

- ① 濃縮にマルチベーパーを使用する場合の操作
有機層を 100mL 遠沈管に移し、マルチベーパーで約 1mL まで濃縮する
※温浴は 40 度以下に調整し、突沸、試料の飛散に注意する
- ② 濃縮にロータリーエバポレータを使用する場合
有機層を 100mL ナス形フラスコに移し、約 5mL まで濃縮し、更に窒素気流下で約 1mL まで濃縮(酢酸エチル臭がほとんど無くなるまで)
※温浴は 40 度以下に調整し、突沸、試料の飛散に注意する

← ・酢酸-酢酸ナトリウム緩衝液 (pH5) 20mL

← ・5%テトラエチルホウ酸ナトリウム水溶液 1mL ※取扱注意薬品

振とう

10分(15分程度静置)

※激しく反応することがあるためテフロンシールで栓を覆う(噴出に注意)

※ロートを使用し 50mL 分液ロートに移す。

← ・n-ヘキサン 5mL で 100mL 遠沈管または 100mL ナス形フラスコを洗浄
洗液はロートを使用し 50mL 分液ロートに合わせる(回収率アップのため)

振とう

10分(15分程度静置)

有機層

水層

※別の 50mL 分液ロートで受ける

← ・n-ヘキサン 5mL で先に洗浄した遠沈管またはナス形フラスコを洗浄
洗液はロートを使用し 50mL 分液ロートに合わせる
(回収率アップのため)

振とう

10分(15分程度静置)

有機層

水層

※廃棄

脱 水

※無水硫酸ナトリウムを入れたガラスろ過器付きロートを使用し
50mL 遠沈管または 50mL ナス形フラスコに移す

濃 縮

- ① 濃縮にマルチペーパーを使用する場合の操作
50mL 遠沈管に移し、マルチペーパーで約 1mL まで濃縮する
※温浴は 40 度以下に調整し、突沸、試料の飛散に注意する
- ② 濃縮にロータリーエバポレータを使用する場合
50mL ナス形フラスコ移し、約 1mL まで濃縮する
※温浴は 40 度以下に調整し、突沸、試料の飛散に注意する

フロリジルカラム

・フロリジル 1g

※n-ヘキサン 10mL を流してカラムコンディショニングした後、濃縮液をフロリジルミニカラムに負荷する

溶 離

※洗液も含めて全て KD 受器に取る

← ・少量の n-ヘキサンで 50mL 遠沈管または 50mL ナス形フラスコの内壁を洗う
洗液はフロリジルミニカラムに流す

← ・5%ジエチルエーテル-n-ヘキサン 6mL をフロリジルミニカラムに流す

濃 縮

※窒素気流下で約 0.2mL まで濃縮
突沸、飛散に注意

← ・内標準溶液 20 μ L (TeBT-d36 1 μ g/mL)

※よく混合する。

G C / M S - S I M

・DB-5ms カラム

海上保安庁で定めたマニュアル

1.1. 有機すず化合物(トリブチルスズ:TBT)

有機すず化合物は、従来から防汚剤・安定剤や農薬類として使用されてきたが、1990年代に内分泌攪乱物質(いわゆる環境ホルモン)として注目され、日本では製造や使用に制限がかけられた。

有機すず化合物の一種であるトリブチルスズ(TBT)化合物やトリフェニルスズ(TPT)化合物は、船舶や漁網の防汚塗料等の成分として、生物付着防止の目的で広く使用されてきており、海水中に溶けだして底質や生物に蓄積し、長期にわたり環境中に残留する。

現在は、船舶の有害防汚方法規制条約(AFS条約)より使用を制限されているが、有機すずを塗布した船舶に関して、全ての船体から除去をしたわけ

なく、海外の船舶では有機すず塗料の上から溶出防止塗布をしているものもあり、塗布面が剝離して溶出していることは十分考えられるため、2001年から海底堆積物中のトリブチルスズ(TBT)化合物のモニタリングを継続している。

TBTの分析は、海底堆積物にサロゲート物質を添加後、1 M 塩酸-メタノール/酢酸エチル混合液で抽出し、さらに酢酸エチル/ヘキサン混合液で再抽出する。濃縮後、緩衝液を加え、テトラエチルホウ酸ナトリウム(NaBEt₄)溶液を添加して誘導体化する。これを、ヘキサンで抽出し、脱水・濃縮後、フロリジルカートリッジカラムによるクリーンアップを行い、GC/MS-SIMで定量する。定量結果は、ビス(トリブチルスズ)オキシド(TBTO)濃度で表す。

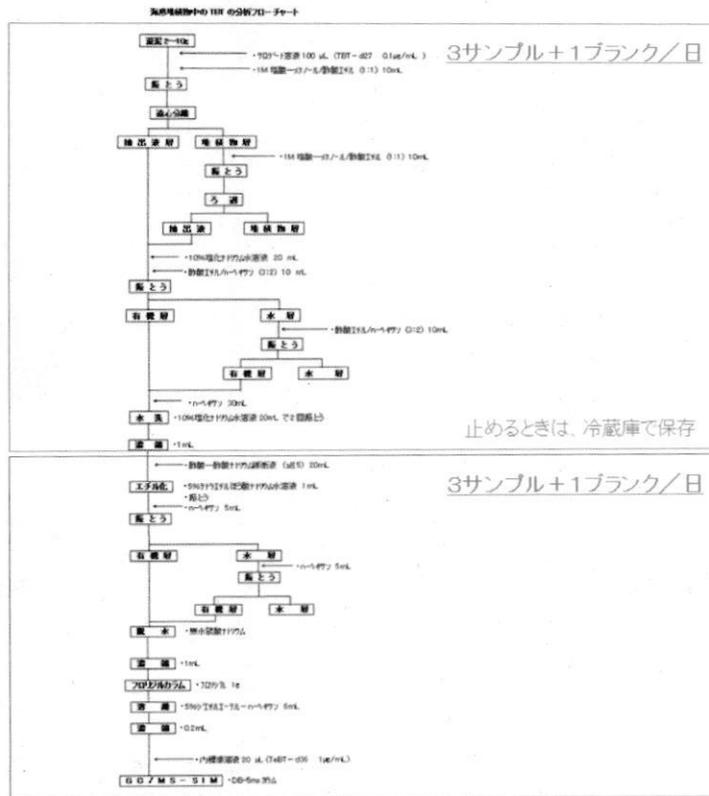
なお、当初 TPT についても試験的に行っていたが、再現性が不十分であることから、最終的に TBT のみ分析を行っている。本マニュアルでは TPT に関する記述は削除しているため、必要があれば旧マニュアル「TBT 分析マニュアル(2002.8.16)」を参照のこと。

1.1.1 使用する試薬

(1) 試薬

ヘキサン: 残留農薬試験・PCB 試験用(5,000倍濃縮)

メタノール: 残留農薬試験用



酢酸エチル: 残留農薬試験用

ジエチルエーテル: 残留農薬試験用

塩酸: 有害金属測定用

酢酸: 試薬特級

酢酸ナトリウム三水和物: 試薬特級

塩化ナトリウム: 試薬特級

テトラエチルホウ酸ナトリウム: 有機スズ化合物測定用(林純薬製または和光純薬製)

無水硫酸ナトリウム: 残留農薬試験用

フロリジルミニカラム: セツパックフロリジル 1g 入り(Waters 製)

以下は、通常使用しない(夾雑物が多くピーク同定が困難なとき使用)。

*エタノール: 残留農薬試験用

*水酸化ナトリウム: 試薬特級

*陰イオン交換樹脂: セツパックプラス Accell QMA 360mg/cartridge (Waters 製)

*陽イオン交換樹脂: TOYOPAK IC-SP M ゲル量 1.0mL (東ソー製)

(2) 試薬の調製(※溶液を量り取る際はメスシリンダーを使用すること。)

① 1M 塩酸-メタノール/酢酸エチル(1:1 v/v)混合液

500mL ビーカーに、メタノール 220mL、酢酸エチル 240mL、塩酸 20mL をそれぞれ量り取り順番に入れ混合し、試薬保存瓶に移す。

② 酢酸エチル/ヘキサン(3:2)混合液

500mL ビーカーに、酢酸エチル 300mL とヘキサン 200mL をそれぞれ量り取り入れて混合し、試薬保存瓶に移す。

③ 10%塩化ナトリウム水溶液

500mL ビーカーに塩化ナトリウム 50g を量り取り、450mL の蒸留水を加えて溶解する。これを 1L 分液ロート(専用)に移し、約 30mL のヘキサンを加え、振とう機で 2 ~ 3 分間振とうする。15 分間静置した後、水層を別の 1L 分液ロートに移し、再びヘキサンを約 30mL 加えて振とう機で 2 ~ 3 分間振とうする。15 分間静置した後、水層を試薬保存瓶に保存する。

④ 3%塩化ナトリウム水溶液

500mL ビーカーに塩化ナトリウム 15g を量り取り、485mL の蒸留水を加えて溶解する。これを 1L 分液ロート(専用)に移し、約 30mL のヘキサンを加え、振とう機で 2 ~ 3 分間振とうする。15 分間静置した後、水層を別の 1L 分液ロートに移し、再びヘキサンを約 30mL 加えて振とう機で 2 ~ 3 分間振とうする。15 分間静置した後、水層を試薬保存瓶に保存する。

⑤ 酢酸-酢酸ナトリウム緩衝液(pH5)

専用の試薬保存瓶に、下記 2M 酢酸 59mL と 2M 酢酸ナトリウム 141mL を入れ混合する。

(5-i) 2M 酢酸

500mL メスフラスコに酢酸 60ml を量り取り、蒸留水を加えて 500mL に定容する。これを 1L 分液ロートに移し、約 30mL のヘキサンを加え、振とう機で 2 ~ 3 分間振とうする。15 分間静置した後、水層を別の 1L 分液ロートに移し、再びヘキサンを約 30mL 加えて振とう機で 2 ~ 3 分間振とうする。15 分間静置した後、水層を試薬保存瓶に保存する。

(5-ii) 2M 酢酸ナトリウム

500mL メスフラスコに酢酸ナトリウム三水和物 136g を量り取り、蒸留水を加えて 500mL に定容する。これを 1 L 分液ロートに移し、約 30mL のヘキサンを加え、振とう機で 2 ~ 3 分間振とうする。15 分間静置した後、水層を別の 1L 分液ロートに移し、再びヘキサンを約 30mL 加えて振とう機で 2 ~ 3 分間振とうする。15 分間静置した後、水層を試薬保存瓶に保存する。

⑥ 5%テトラエチルホウ酸ナトリウム (NaBEt₄) 水溶液

テトラエチルホウ酸ナトリウム 1g を 25mL 試験管に入れ 15mL の蒸留水で溶解する (NaBEt₄ 1g は、バイアルに入っているため、パスツールピペットを使って容器内を洗浄しながら試験管に洗液を入れると良い)。セパロートに No.5A ろ紙を付けて受けに別の 25mL 試験管をセットし、ロート用吸引鐘、減圧装置とその経路を確認する (経路は、マルチベーパーと共用でコックを切り替え)。減圧装置を起動し、ろ紙とセパロートを蒸留水で洗う (減圧装置はスイッチを入れると 800hPa なので、このままでよい)。セパロート受けの試験管を別の 25mL 試験管に変えて、溶解した NaBEt₄ 溶液を吸引ろ過する。ろ紙とセパロートを 5mL の蒸留水で洗い、洗液をろ液とあわせ、20mL とする。試験管に約 2mL のヘキサンを加え、蓋をして 2 分間振とうし、静置後ヘキサン層を取り除く。この操作をさらに 2 回繰り返す。最後は、ヘキサンを少し残す (ヘキサン層が蓋となり NaBEt₄ 溶液の蒸発を防いでくれる)。試験管に栓をし、テフロンテープで密封をして冷蔵庫に保管する。

※テトラエチルホウ酸ナトリウムは白色の粉末であるが、開封後は徐々に黄変する。空気に長時間触れると自然発火する。試薬がキムワイプ等に付着すると数十秒後に発火するため、ふき取ったキムワイプ等は直ちに水に浸ける。溶液の色が黄色くなったら劣化しているため、作り直す。この溶液は、冷蔵庫内で 1 ヶ月程度は安定である。

⑦ 5%ジエチルエーテル-ヘキサン

5mL のジエチルエーテルと 95mL のヘキサンを量り取り、試薬保存瓶に入れ混合する。以下は、通常使用しない (夾雑物が多くピーク同定が困難なとき使用)。

*精製水

蒸留水 500mL にヘキサン約 30mL を加え 1L 分液ロートで 2 ~ 3 分間振とうし、水層を別の分液ロートに移す。再びヘキサンを約 30mL 加えて振とうする。水層を試薬瓶に移す。

*0.2M 水酸化ナトリウム水溶液: 500mL メスフラスコに水酸化ナトリウム約 4g を量り取り、精製水を加え溶解し 500mL に定容する。

*陰イオン交換カラム

使用する直前に 0.2M 水酸化ナトリウム水溶液 10mL、精製水 20mL、エタノール 20mL を流して調整する。

*1M 塩酸: 10mL の濃塩酸と 110mL の精製水を混合する。

*陽イオン交換カラム

使用する直前に 1M 塩酸 10mL、精製水 20mL、エタノール 20mL を流して調整する。

*1M 塩酸含有メタノール: 10mL の濃塩酸と 110mL のメタノールを混合する。

(3) 標準試薬

① TBT 標準原液 (100 μ g/mL、100ppm)

100mL メスフラスコに、トリブチルスズクロライド (TBT-Cl) 10.0mg を正確に量り取り、ヘキサンで定容する。この溶液はスタンダードベッセルに入れて、テフロンテープで密封をして冷蔵庫に保管する。(通常、無くなるまで使用)

② 10ppm TBT 標準溶液 (10 μ g/mL)

50mL メスフラスコに、ホールピペットで TBT 標準原液 5mL を分取し、ヘキサンで定容する。この溶液はメスフラスコのまま、テフロンテープで密封をして冷蔵庫に保管する。(通常、年 1 回調製)

③ 1.0ppm TBT 標準溶液 (1 μ g/mL)

10mL メスフラスコに、ホールピペットで 10ppm TBT 標準溶液 1mL を分取し、アセトンで定容する。この溶液はメスフラスコのまま、テフロンテープで密封をして冷蔵庫に保管する。(通常、月 1 ~ 2 回調製)

④ 0.1ppm TBT 標準溶液 (0.1 μ g/mL)

10mL メスフラスコに、ホールピペットで 1.0ppm TBT 標準溶液 1mL を分取し、アセトンで定容する。この溶液は毎日調製すること。

※ TBT 標準原液については、「有機すず標準試薬セット」(関東化学(株)製)を用いてもよい。

1mg/mL トルエン溶液 5mL 強が入ったアンプルなので 4.3345g (20℃で 5mL のトルエンに相当)を正確に量り取り、ヘキサンで 50mL とする。

(4) 内部標準物質

① TeBT-d36 内部標準原液 (100 μ g/mL、100ppm)

100mL メスフラスコに、テトラブチルスズ-d36 10.0mg を正確に量り取り、ヘキサンで定容する。この溶液はスタンダードベッセルに入れて、テフロンテープで密封をして冷蔵庫に保管する。(通常、無くなるまで使用)

② 10ppm TeBT-d36 内部標準溶液 (10 μ g/mL)

10mL メスフラスコに、ホールピペットで TeBT-d36 内部標準原液 1mL を分取し、ヘキサンで定容する。この溶液はメスフラスコのまま、テフロンテープで密封をして冷蔵庫に保管する。(通常、年 1 回調製)

③ 1.0ppm TeBT-d36 内部標準溶液 (1 μ g/mL)

10mL メスフラスコに、ホールピペットで 10ppm TeBT-d36 内部標準溶液 1mL を分取し、ヘキサンで定容する。この溶液はメスフラスコのまま、テフロンテープで密封をして冷蔵庫に保管する。(通常、月 1 ~ 2 回調製)

(5) サロゲート物質

① TBT-d27 サロゲート原液 (100 μ g/mL)

100mL メスフラスコに、トリブチルスズクロライド-d27 10.0mg を正確に量り取り、ヘキサンで定容する。この溶液はスタンダードベッセルに入れて、テフロンテープで密封をして冷蔵庫に保管する。(通常、無くなるまで使用)

② 10ppm TBT-d27 サロゲート溶液 (10 μ g/mL)

10mL メスフラスコに、ホールピペットで TBT-d27 サロゲート原液 1mL を分取し、ヘキサンで定容する。この溶液はメスフラスコのまま、テフロンテープで密封をして冷蔵庫に保管する。(通常、年 1 回調製)

③ 1.0ppm TBT-d27 サロゲート溶液 (1 μ g/mL)

10mL メスフラスコに、ホールピペットで 10ppm TBT-d27 サロゲート溶液 1mL を分取し、アセトンで定容する。この溶液はメスフラスコのまま、テフロンテープで密封をして冷蔵庫に保管する。(通常、月 1 ~ 2 回調製)

④ 0.1ppm TBT-d27 サロゲート溶液 (0.1 μ g/mL)

10mL メスフラスコに、ホールピペットで 1.0ppm TBT-d27 サロゲート溶液 1mL を分取し、アセトンで定容する。この溶液は毎日調製すること。

※各原液は、調整後スタンダードベッセルに移し、テフロンテープで外蓋をシールし、保存する。原液の入ったスタンダードベッセルは、使用後重量を量り、次回使用する際に揮発による減量があった場合には、スタンダードベッセルが前回終了時の重量になるまでヘキサンを追加する。

※ 10ppm 溶液については、比較的短期間に連続して使用する際、原液容器を毎回開封することを避けるため、ワーキングスタンダードとして扱う。残量が調整量の半分になったら廃棄し、新たに調整する。

1.2 試料の前処理

1.2.1 抽出

(1) 海底堆積物試料を冷凍庫から取り出し、瓶割れが無い事を確認する。試料を水温 40 °C に設定したウォーターバスに入れ解凍する。(20 分程度で解凍)。解凍後ウォーターバスから取り出し、2-3 時間静置し、生じた上澄みの水を廃棄する。

(2) 試料瓶の中の堆積物をガラス棒又はステンレス葉さじで十分に攪拌し、その中から 2 ~ 10 g (堆積物の汚染程度による) を 50mL 共栓付き遠沈管に mg 単位まで正確に量り取る。同時に、あらかじめ重量を計測した磁製蒸発皿に含水量測定のための試料を取り、湿泥試料と磁製蒸発皿の重量を量る(湿重量)。重量を量った後に堆積物専用の乾燥機に入れ 110 °C で約 3 時間乾燥させる(乾燥が不十分な時は乾燥するまで)。デシケータ中で放冷後、乾泥試料と磁製蒸発皿の重量を量り(乾重量)、湿重量と乾重量の差から堆積物の含水量を求め、遠沈管にとった湿泥試料の乾重量を計算する。

(3) ブランク測定用の遠沈管に 3%塩化ナトリウム水溶液 10mL を入れる。

※堆積物試料の分析は、通常 3 個の堆積物試料と 1 個のブランクを同時に同じ調整の試薬を同量用いて処理することとで、試薬及び操作ブランクをとる。ブランク値の扱いについては、1.5 データの扱いを参照。

(4) 各遠沈管に、試料添加用 0.1ppm サロゲート溶液 (0.1 μ g/mL) をマイクロピペットを用いて 100 μ L ずつ添加し、軽く振り混ぜる。

※最終的には、 $0.1\mu\text{g/mL} \times 0.1\text{mL} = 0.01\mu\text{g} \rightarrow 0.2\text{mL}$ に定容、 $0.01\mu\text{g} \div 0.2\text{mL} = 0.05\mu\text{g/mL}(\text{ppm})$ となる。

- (5) 1M 塩酸-メタノール/酢酸エチル(1:1)混合液 10mL を遠沈管に加える。このとき、ガスの発生がある程度収まるまで栓をしない(ガラス棒で攪拌してもよい)。共栓をして遠沈管振とう機で 20 分間振とう抽出する(AS ONE 製 ALMIGHTY SHAKER AW-1 ではスピード 250 程度で振とうする)。振とう中、ガスが発生し圧力が上がると噴出し回収率が下がるため、テフロンシールで栓を覆い栓が抜けないように注意する。
- (6) 遠沈管を 2500rpm で 20 分間遠心分離し、上澄みを 100mL 分液ロートへ移す。
- (7) 遠沈管の中の残さに 1M 塩酸-メタノール/酢酸エチル(1:1)混合液 10mL を加え、(5)と同様に 20 分間振とう抽出する。セパロートに No.5A ろ紙を付けて受けに洗浄用三角フラスコをセットし、ロート用吸引鐘、減圧装置とその経路を確認する(経路は、マルチベーパーと共用でコックを切り替え)。減圧装置を起動し、圧力を 800hPa まで減圧させた後、ろ紙とセパロートを 1M 塩酸-メタノール/酢酸エチル(1:1)混合液で洗う。
セパロート受けの三角フラスコを別の試料用三角フラスコに変えて、遠沈管の内容物を吸引ろ過し、ろ液を三角フラスコに受ける。さらに 1M 塩酸-メタノール/酢酸エチル(1:1)混合液 10mL で残さを 2 回に分けて洗浄し、洗浄液も三角フラスコに受ける。
- (8) ろ液を先の抽出液の入った 100mL 分液ロートに合わせる。三角フラスコの内壁を酢酸エチル/ヘキサン(3:2)混合液 10mL で 2 回に分けて洗浄し、分液ロートに合わせる。分液ロートに 10 %塩化ナトリウム水溶液 20mL を加え、分液ロート振とう機で 5 分間振とう抽出し、15 分間静置する。水層を別の 100mL 分液ロートにとる。この分液ロートに、先に洗浄した三角フラスコの内壁をさらに新たな酢酸エチル/ヘキサン(3:2)混合液 10mL で 2 回に分けて洗浄し、分液ロートに合わせて、5 分間振とう抽出し、15 分間静置する。
- (9) 水層を廃棄し、有機溶媒層を分液ロートに合わせる。空になった分液ロートをヘキサン 30mL で数回に分けて洗浄し、洗液を分液ロート内の有機溶媒層に加え、10 分程度静置した後に生じた水層を捨てる。有機溶媒層を 10 %塩化ナトリウム水溶液 20mL を加えて 5 分間振とうし、15 分間静置後水層を捨てる。新たな 10%塩化ナトリウム水溶液 20mL で同様の操作を繰り返す。
- (10) 有機溶媒層を 100mL 遠沈管に移し、マルチベーパーで約 1mL まで濃縮する。湯浴は 40 °C 以下に調節し、突沸、試料の飛散に注意する。
※ロータリーエバポレーター使用時は、以下のとおり。
- (10') 有機溶媒層を 100mL なす形フラスコに移し、ロータリーエバポレーターで約 1mL まで濃縮する。湯浴は 40 °C 以下に調節し、突沸に注意する。さらに、窒素気流下で酢酸エチル臭がほとんど無くなるまで濃縮する。試料の飛散に注意する。
- ※(8)~(9)の操作の過程で、分液ロートを静置してもエマルジョンが残っている場合には、有機溶媒層とともにエマルジョンを 50mL 共栓付き遠沈管に移し、2500rpm で 10 分間遠心分離したのち、有機溶媒層を分取する。
- ※抽出液に挟雑物が多く、ピークの同定が困難な場合、又は十分な回収率が得られない場合には、(8)の操作の後、次の(9')・(12')操作を行ってから、1.2.2 誘導体化の操作に進む。
- (9') 有機溶媒層を分液ロートに合わせ、ヘキサン 30mL を加えて生じた水層を捨てる。有機溶媒層を 10 %塩化ナトリウム水溶液 20mL を加えて 5 分間振とうし、静置後水層を捨てる。水層が中性になるまで(約 4 回)この操作を繰り返す。

- (10')有機溶媒層を無水硫酸ナトリウムで脱水後、100mL 遠沈管に移し、マルチペーパーで約 1 mL まで濃縮する。湯浴は 40 °C 以下に調節し、突沸、試料の飛散に注意する。また、圧力は 700hPa までは 50hPa 程度毎に連続的に減圧し、その後は徐々に 400hPa まで下げる (300hPa 以下では回収率が悪くなる)。
- (11')遠沈管内の残留物を 10mL のエタノールで溶解し、あらかじめ調整済みの陰イオン交換カラムと陽イオン交換カラム(上が陰イオン交換カラム)を直列に接続したカラムに 1mL/min の速度で流し入れる。エタノール 20mL でカラム洗浄後、陰イオン交換カラムを取り除く。
- (12')1M 塩酸含有メタノール 15mL を陽イオン交換カラムに通し、溶出液を 100mL 遠沈管に受ける。マルチペーパーで 2mL まで濃縮する。

1.2.2 誘導体化

- (1)抽出液の入った 100mL 遠沈管に、酢酸-酢酸ナトリウム緩衝液(pH5)20mL 及び 5%テトラエチルホウ酸ナトリウム水溶液 1mL を駒込ピペットで添加し、共栓をして遠沈管振とう機で 10 分間振とうして誘導体化を行う。激しく反応することがあるのでテフロンシールで栓を覆い噴出しに注意する。
- (2) 15 分間静置後、反応溶液をロートを使用して 50mL 分液ロートに移す。ヘキサン 5mL で 100mL 遠沈管を洗浄し、洗浄したヘキサンを分液ロートに移して 10 分間振とう抽出する。
- (3) 15 分間静置後、水層を別の 50mL 分液ロートに移す。ヘキサン 5mL で、先に洗浄した 100mL 遠沈管をさらに洗浄し、洗浄したヘキサンをロート使って分液ロートに移して 10 分間振とう抽出する。15 分間静置後水層を捨て、ヘキサン層を(2)の分液ロートに合わせる。事前にヘキサンで洗浄したガラスろ過器上の無水硫酸ナトリウムで、分液ロート内のヘキサン層を脱水し、50mL 遠沈管に移す。分液ロートを静置してもエマルジョンが残っている場合には、ヘキサン層とともにエマルジョンを 50mL 共栓付き遠沈管に移し、2500rpm で 10 分間遠心分離したのち、ヘキサン層を分取する。

1.2.3 精製

- (1)マルチペーパーで、50mL 遠沈管のヘキサン回収液を約 1mL まで濃縮する。湯浴は 40 °C 以下に調節し、突沸、試料の飛散に注意する。また、圧力は 700hPa までは 50hPa 程度毎に連続的に減圧し、その後は徐々に 400hPa まで下げる (300hPa 以下では回収率が悪くなる)。
- (2)フロリジルミニカラムにヘキサン 10mL を流してコンディショニングする。
- (3)ヘキサン濃縮液をフロリジルミニカラムに負荷し、負荷時に流出する液を KD 受器で受け回収する。少量のヘキサンで 50mL 遠沈管の内壁をあらひ、フロリジルミニカラムに流す。5% ジエチルエーテル-ヘキサン 6 mL をフロリジルミニカラムに流して溶出液を負荷時の流出液と合わせて回収する。
- (4) KD 受器の回収液を、窒素気流下で約 0.2mL まで濃縮する。突沸、飛散に注意する。

1.2.4 測定用試料溶液の調整

1.0ppm TeBT-d36 内部標準溶液(1 μ g/mL)を、KD 受器にマイクロピペットを用いて 20 μ L

加え、パスツールピペットを使いよく混合する。調製した溶液を、GC用の1.5mLサンプルバイアルに入れたGC用200 μ Lインナーチューブに入れ、GC/MSで測定する。

1.3 検量線作成用標準溶液の調製

- (1) あらかじめ3%食塩水30mLを入れた50mL分液ロートを6個用意する。
- (2) ホールピペットを使い、0.1ppm TBT標準溶液(0.1 μ g/mL)から1、2、5mL、1.0ppm TBT標準溶液(1 μ g/mL)から1、2、5mLを分取し、それぞれ分液ロートに添加する。それぞれの分液ロートに1.0ppm TBT-d27サロゲート溶液(1 μ g/mL)をホールピペットで0.5mLずつ添加する。

最終的には10mL定容なので、TBT標準溶液0.01、0.02、0.05、0.1、0.2、0.5 μ g/mL(ppm)

TBT-d27サロゲート溶液0.05 μ g/mL(ppm)

- (3) 酢酸-酢酸ナトリウム緩衝液(pH5) 1mLを加えて軽く振り混ぜる。
- (4) 5%テトラエチルホウ酸ナトリウム水溶液1mLを添加して10分間振とうし、誘導体化を行う。
- (5) ヘキサン2.5mLで5分間振とう抽出し、静置する。水層を新しい分液ロートに移す。水層をヘキサン2.5mLでさらに抽出する。静置後水層を廃棄する。
- (6) 有機溶媒層を回収し、無水硫酸ナトリウムで脱水後、10mLメモリ付き試験管に移す。
- (7) 1.0ppm TeBT-d36内部標準溶液(1 μ g/mL) 1mLをホールピペットで試験管に加え、ヘキサンで試験管の目盛り10mLに定容する。(TeBT-d36内部標準溶液0.1 μ g/mL)
- (8) 調整した溶液を、GC用の1.5mLサンプルバイアルに入れ、GC/MSで測定する。

1.3 測定

測定条件は以下のとおり。測定方法の詳細は各測定機器のマニュアルに従う。

1. GC/MS測定条件

使用機種 : ガスクロマトグラフ質量分析計(島津製作所 GCMS-QP2010ULTRA)

カラム : (5%フェニル)-メチルポリシロキサン(J&WDB-5ms30m \times 0.25mm ϕ ,膜厚0.25 μ m)

カラム温度 : 60 $^{\circ}$ C(2min) \rightarrow 20 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 300 $^{\circ}$ C(2min)

キャリアーガス: He, 1.0mL/min

注入法: スプリットレス(1分後パージ)

注入量: 2 μ L

注入口温度: 280 $^{\circ}$ C

インターフェース温度: 300 $^{\circ}$ C

検出器: 1.13kV(感度により調整)

SIM モニターイオン:

TBT 263.10 (261.10)

TBT-d27 318.30 (316.30)

TeBT-d36 318.30 (316.30)

()は確認用イオン

1.4 計算

(1) 検量線

検量線作成用標準溶液の測定を行い、TBT とサロゲート物質(TBT-d27)とのピーク面積比を縦軸に、TBT とサロゲート物質(TBT-d27)との濃度比を横軸にとり検量線を作成する。

(2) 定量

試料を測定し、試料の TBT とサロゲート物質(TBT-d27)とのピーク面積比から、検量線により試料の TBT とサロゲート物質(TBT-d27)との濃度比を求める。また、サロゲート物質(TBT-d27)と内部標準物質(TeBT-d36)とのピーク面積を同様に求め、その回収率を求める。

(3) 計算

TBT 化合物は、次式により TBTO 換算として試料中の濃度を求める。

$$\text{計算値}(\mu\text{g/g}) = \frac{\text{濃度比} \times \text{サロゲート物質添加量}(\mu\text{g})}{\text{乾泥量}(\text{g})} \times 0.916$$

サロゲート物質の回収率は、次式により計算する。

$$\text{サロゲート物質の回収率}(\%) = \frac{\text{試料のサロゲート物質と内部標準物質とのピーク面積比}}{\text{検量線作成用標準溶液のサロゲート物質と内部標準物質とのピーク面積比}} \times 100$$

1.5 データの扱い

- (1) 定量下限値は、検量線作成用の最低濃度試料を 5 ～ 7 回測定し、得られた濃度値の標準偏差の 10 倍とする。これは、検量線の作成と同時に確認しておく。
- (2) サロゲート物質の回収率が 50%未満であるときは、再分析を行う。低回収率の原因が多量の挟雑物によるエチル化の妨害であると見られる場合には、分析に供する堆積物の量を減らすか、陰イオンー陽イオンカラム処理を加える。
- (3) ブランク溶液中の TBT 濃度が同時に調製した試料溶液中濃度の 10%よりも高い場合は、コンタミにより正しい値が得られていないので、ブランク試料を再分析とする。

参考文献

清水潤子, 野坂琢磨 : 海底堆積物中における有機スズ化合物の分析及び定量法の開発, 及び主要湾域におけるトリブチルスズ化合物 (TBT) 汚染調査結果について, 海洋情報部技法, 23, 126-134, (2005)