

令和4年度  
水質検査精度管理結果

千葉県水道水質管理連絡協議会

水質検査精度管理委員会



# 目 次

I	水質検査精度管理の背景	1
II	水質検査精度管理（ナトリウム及びその化合物）	2
1	実施の概要	2
(1)	実施項目	2
(2)	検査方法	2
(3)	参加機関	2
(4)	配付試料	2
(5)	実施期間	4
(6)	実施方法	4
(7)	評価基準	4
2	実施結果及び評価	5
(1)	報告データ数	5
(2)	実施結果	5
(3)	基本統計量及びヒストグラム	6
(4)	評価	6
3	データ集計及び解析	6
(1)	報告書の提出期限	6
(2)	試料の保存温度及び試験開始日時（表5-1～表5-4）	6
(3)	分析方法	7
(4)	妥当性評価（表7-1～表7-4）	7
(5)	検量線	7
(6)	確認用試料及び空試験（表9-1～表9-4）	8
(7)	標準原液（表10-1～表10-4）	9
(8)	標準液（表11-1～表11-4）	9
(9)	内部標準原液（表12-1～表12-2）	10
(10)	内部標準液（表13-1～表13-2）	10
(11)	硝酸（表14-1～表14-3）	11
(12)	前処理（表15-1～表15-7）	11
(13)	測定条件（表12-1～表12-2及び表16-1～表16-4）	12
(14)	使用した容器の材質（表8-1～表8-4及び表15-1～表15-7）	12
4	棄却された機関のアンケート結果（表17）	12
5	試験上の留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等	13
6	精度管理に関する意見	14

7	まとめ	1 4
8	資料	1 5
	表5 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時 機器分析開始日時	1 7
	表6 一斉分析項目	1 8
	表7 妥当性評価、定量下限値	1 9
	表8 検量線	2 1
	表9 確認用試料、空試験	2 3
	表10 標準原液	2 4
	表11 標準液	2 6
	表12 内部標準原液	2 8
	表13 内部標準液	2 9
	表14 硝酸	2 9
	表15 前処理	3 0
	表16 使用機器、測定条件	3 3
	表17 棄却された機関のアンケート結果	3 4
III	水質検査精度管理（ホルムアルデヒド）	3 5
1	実施の概要	3 5
	(1) 実施項目	3 5
	(2) 検査方法	3 5
	(3) 参加機関	3 5
	(4) 配付試料	3 5
	(5) 実施期間	3 8
	(6) 実施方法	3 8
	(7) 評価基準	3 8
2	実施結果及び評価	3 8
	(1) 報告データ数	3 8
	(2) 実施結果	3 9
	(3) 基本統計量及びヒストグラム	4 0
	(4) 評価	4 1
3	データ集計及び解析	4 1
	<b>【共通事項】</b>	
	(1) 報告書の提出期限	4 1
	(2) 試料保存温度、試験開始日時、試料開封日時及び機器分析開始日時（表5）	4 1
	(3) 試験方法	4 1
	(4) 一斉分析項目、妥当性評価（表7）	4 2
	<b>【GCMS法】</b>	
	(5) 検量線（表8及び9）	4 3
	(6) 確認用試料（表9）	4 4

(7) 空試験 (表10)	-----	4 5
(8) 標準原液及び標準液 (表10及び11)	-----	4 5
(9) 内部標準原液及び内部標準添加ヘキサン (表12及び13)	-----	4 6
(10) 前処理 (表13及び14)	-----	4 6
(11) ガスクロマトグラフ、質量分析計 (表16)	-----	4 8
(12) 分離カラム (表17)	-----	4 8
(13) 測定条件 (表18)	-----	4 9
(14) 定量方法 (表19)	-----	4 9
<b>【LCUV法】</b>		
(15) 検量線 (表20、21)	-----	4 9
(16) 確認用試料 (表21)	-----	5 0
(17) 空試験 (表22)	-----	5 0
(18) 標準原液及び標準液 (表22及び23)	-----	5 0
(19) 試薬 (表24)	-----	5 1
(20) 調製試薬 (表25)	-----	5 1
(21) 前処理 (表26)	-----	5 1
(22) 液体クロマトグラフ、検出器 (表27)	-----	5 1
(23) 分離カラム (表28)	-----	5 1
(24) 測定条件、定量方法 (表29)	-----	5 2
<b>【LCMS法】</b>		
(25) 検量線 (表30及び31)	-----	5 2
(26) 確認用試料 (表31)	-----	5 3
(27) 空試験 (表32)	-----	5 3
(28) 標準原液及び標準液 (表32及び33)	-----	5 3
(29) 試薬 (表34)	-----	5 3
(30) 調製試薬 (表35)	-----	5 4
(31) 前処理 (表36)	-----	5 4
(32) 液体クロマトグラフ、質量分析計 (表37)	-----	5 4
(33) 分離カラム (表38)	-----	5 4
(34) 測定条件、定量方法 (表39及び40)	-----	5 5
4 貴所の器具の洗浄方法及び留意点	-----	5 6
5 試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等	-----	5 6
6 精度管理に関する意見	-----	5 7
7 備考	-----	5 8
8 まとめ	-----	5 8
9 資料	-----	6 0

【共通事項】

表5 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時  
機器分析開始日時 ----- 6 2

表7 一斉分析項目、妥当性評価 ----- 6 3

【GCMS法】

表8 検量線 ----- 6 4

表9 検量線-2、確認用試料 ----- 6 4

表10 空試験、標準原液 ----- 6 5

表11 標準原液-2、標準液 ----- 6 6

表12 内部標準原液 ----- 6 6

表13 内部標準添加ヘキサシ、前処理 ----- 6 7

表14 前処理-2 ----- 6 8

表16 ガスクロマトグラフ、質量分析計 ----- 6 9

表17 分離カラム ----- 6 9

表18 測定条件 ----- 7 0

表19 定量方法 ----- 7 1

【LCUV法】

表20 検量線 ----- 7 2

表21 検量線-2、確認用試料 ----- 7 2

表22 空試験、標準原液 ----- 7 2

表23 標準原液-2、標準液 ----- 7 3

表24 試薬 ----- 7 3

表25 調製試薬 ----- 7 4

表26 前処理 ----- 7 4

表27 液体クロマトグラフ、検出器 ----- 7 5

表28 分離カラム ----- 7 5

表29 測定条件、定量方法 ----- 7 6

【LCMS法】

表30 検量線 ----- 7 6

表31 検量線-2、確認用試料 ----- 7 7

表32 空試験、標準原液 ----- 7 7

表33 標準原液-2、標準液 ----- 7 7

表34 試薬 ----- 7 7

表35 調製試薬 ----- 7 7

表36 前処理 ----- 7 8

表37 液体クロマトグラフ、質量分析計 ----- 7 8

表38 分離カラム ----- 7 8

表39 測定条件 ----- 7 8

表40 定量方法 ----- 7 8

令和4年度水質検査外部精度管理実施要領 ----- 7 9

付録1 水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法(抜粋) -- 1 0 8

付録2	水道水の水質基準	-----	1 2 7
付録3	データ解析で用いた記号及び用語	-----	1 2 8
付録4	千葉県水道水質管理連絡協議会会則	-----	1 3 2
付録5	水質検査精度管理委員会運営規程	-----	1 3 6
付録6	令和4年度水質検査精度管理委員会委員名簿	-----	1 3 8
付録7	令和4年度参加機関	-----	1 3 9
付録8	水質検査精度管理実施の記録	-----	1 4 0

## I 水質検査精度管理の背景

水道法第4条による水道水の水質基準は、その時々科学的知見の集積に基づき改正が行われてきた。平成4年の水質基準の制定の際には、基準項目が拡大されるとともに、水質基準を補完するための監視項目等が示され、多くの化学物質について注意が払われるようになった。

また、『水道水質管理計画の策定』（平成4年12月厚生省生活衛生局水道環境部長通知）により、都道府県は、水質管理計画の策定を求められ、精度管理については、この管理計画の中で、様々な種類の微量化学物質の検査に対応できるよう、関係水質検査機関内や検査機関相互間での実施に係る計画を盛り込むこととされた。

これを受けて、本県では平成5年11月に『千葉県水道水質管理計画』を策定し、その円滑な実施を図るために、平成6年3月に『千葉県水道水質管理連絡協議会』を発足させた。

この協議会は、水質検査、水質監視に係る様々な問題についての検討と相互の情報交換を行うことを目的としており、目的を達成するために必要に応じて委員会を置くことができることと規定されている。この規定のもと、水質検査精度の向上を図ることを目的として、平成7年7月に『水質検査精度管理委員会』が発足した。

一方、平成4年の水質基準の大幅な改正から約10年が経過し、社会的、科学的状況を踏まえ、水道水質基準項目の見直し及び検査方法等の改正等が行われ、50項目を水質基準とした水質基準に関する省令(平成15年厚生労働省令第101号)が平成16年4月から施行された。

この水質基準改正では、従来の一括改正方式から、最新の科学的知見に従い基準を改正する逐次改正方式に改められた。その後、平成20年4月の塩素酸の追加、平成21年4月の1,1-ジクロロエチレンの削除及びシス-1,2-ジクロロエチレンをシス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレンに改める改正、平成26年4月の亜硝酸態窒素の追加を経て、現在は51項目について水質基準が設定されている。

また、平成16年3月から水質検査を受託できる者が厚生労働大臣による指定制から登録制に改正され、令和4年10月1日現在、県内に検査所を有する大臣登録の水質検査機関は8機関となった。

本委員会においては、年度毎に精度管理を行う水質検査項目を決定し、衛生研究所を主体に水道事業者、大臣登録の検査機関等の参加のもとに特定共通試料に係る検査を実施し、その検査結果により、各検査機関における機関差や誤差要因の解析等の評価を行い、水質検査精度の向上を図っている。

令和4年度は、ナトリウム及びその化合物、ホルムアルデヒドを対象に外部精度管理を実施した。

## II 水質検査精度管理（ナトリウム及びその化合物）

### 1 実施の概要

#### (1) 実施項目

ナトリウム及びその化合物（以下「ナトリウム」という。）

#### (2) 検査方法

ナトリウムは「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法」（平成 15 年厚生労働省告示第 261 号）（以下「告示法」という。）の別表第 3「フレイムレスー原子吸光光度計による一斉分析法」、別表第 4「フレイムー原子吸光光度計による一斉分析法」（以下「フレイム原子吸光法」という。）、別表第 5「誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法」（以下「ICP-発光法」という。）、別表第 6「誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法」（以下「ICP-MS 法」という。）または別表第 20「イオンクロマトグラフ（陽イオン）による一斉分析法」（以下「IC 法」という。）で試験するよう規定されている。

#### (3) 参加機関

参加機関は 33 機関であり、その内訳は水道事業者等及び地方公共団体が 8 機関、登録水質検査機関が 25 機関であった。

#### (4) 配付試料

水質基準値 200 mg/L の 15%程度の測定精度を確認することを目的として、試験溶液の濃度を約 33.3 mg/L に設定した。

令和 4 年 7 月 8 日に配付試料調製後、分注・梱包し発送まで冷蔵庫（4℃）に保存した。

以下、配付試料について示した。

#### ア 標準品

「ナトリウム標準液（Na1000） JCSS 化学分析用」

（関東化学株式会社製 Lot No. 310K9511 保証期限 2023 年 10 月末）

#### イ 試料調製用水

千葉県衛生研究所（以下「当所」という。）で製造した超純水を使用した。

（超純水製造装置：メルク社製 Milli-Q Integral®5）

#### ウ 配付試料の調製

超純水を 35 L ステンレス製タンクに約 29 L 採取し、ナトリウム標準液を 1 L 加えた後、十分に攪拌し、計約 30 L の配付試料を調製した。

エ 配付試料の梱包及び配付方法

「250 mL ポリエチレン瓶」75 本に試料を約 260 mL ずつ分注し、蓋を閉めた後パラフィルムで固定し、これをファスナー付きビニール袋（ラミジップスタンドタイプ）に封入した。これを紙製箱に入れ、ガムテープで封をし、冷蔵室（4℃）で保存した。7月11日の午後、配送業者に32機関分の冷蔵配送を依頼した。1機関に対しては、外部精度管理開始日の前日に当所にて直接配付した。

オ 配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化の確認

配付試料の容器間の均一性を確認するために、分注した75本から調製日当日（0日目）に無作為に5本の試料を抜き取り、IC法に従い測定した。

また、配付試料の保存期間中の経時変化を確認するために、実施要領に基づいて配付試料を保存し、試料調製後5日目、12日目及び19日目に各日5本の試料をIC法に従い測定した。

配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化の結果を表1に示す。

なお、試料調製後5日目は、実施要領において参加機関に示した「外部精度管理開始日時」に、19日目は「外部精度管理開始日時」から2週間目に該当する。ナトリウムの全測定濃度の平均値は34.276 mg/Lであり、変動係数は0.23%であった。

以上の結果より、配付試料の容器間の均一性が確認され、保存期間中の濃度変化はなく、実施要領で規定した手順、調製に用いた機材及び容器による影響を受けないと判断した。

表1 配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化

測定日	容器別測定値*(mg/L)					平均値 (mg/L)	標準 偏差	変動 係数 (%)
	1	2	3	4	5			
0日目	34.179	34.174	34.174	34.192	34.199	34.184	0.011	0.03
5日目	34.250	34.234	34.248	34.231	34.256	34.244	0.011	0.03
12日目	34.381	34.384	34.402	34.417	34.385	34.394	0.015	0.04
19日目	34.275	34.296	34.292	34.287	34.272	34.284	0.011	0.03
平均 (n=20)						34.276	0.079	0.23

※測定値の数値の丸め方はJIS Z 8401による。

(参考) 当所における測定条件等（別表第20 IC法）

試料をディスポーザブルメンブレンフィルターでろ過する。その際、初流液の10 mLは捨て、残りを試験溶液とし、以下の装置及び条件で測定を行った。

<装置等>

すべて島津製作所製を使用

イオンクロマトグラフ	LC-20ADsp (ポンプ)、DGU-20A3R (デガッサー)、SIL-20A (オートサンプラー)、CTO-20A (カラムオープン)、CBM-20A (システムコントローラー)
プレカラム (ガードカラム)	Shim-pack IC-GC4 (3 mm×8 mm)
分離カラム	Shim-pack IC-C4 (4.6 mm×150 mm)
サプレッサ	無
検出器	電気伝導度検出器 CDD-10Avp

<測定条件等>

一斉分析項目	カルシウム、マグネシウム			
検量線	点数	5	設定濃度 (mg/L)	2,5,10,20,50
	フィッティング	直線	重み付け	無
	原点強制通過	無	定量下限値 (mg/L)	2
試料の希釈の有無	無			
試料のろ過	実施の有無	有	フィルターの孔径	0.2 μm
カラムオープン温度	40℃			
溶離液及び流速	しゅう酸、1.0 mL/min			
試料注入量	20 μL			

(5) 実施期間

ア 試料発送年月日

令和4年7月11日 (月)

イ 報告書等の提出期限

電子ファイル及び書類 (紙) とともに令和4年8月3日 (水) を必着とした。

(6) 実施方法

参加機関は、実施要領及び各機関の検査実施標準作業書 (以下「SOP」という。) に従い  
1 測定実施し、その結果を含めた試験結果報告書及び関係書類を当所に提出することとした。  
ナトリウムの報告値については統計処理の都合上、有効数字を3桁 (mg/L) とした。

(7) 評価基準

参加機関の報告値の平均値を用いて、危険率5%でGrubbsの棄却検定を行い、棄却された機関を除いてZスコア及び誤差率を算出した。

なお、Zスコアの絶対値が3以上かつ誤差率が±10%を超えた場合、検査精度が良好でないと評価した。

## 2 実施結果及び評価

### (1) 報告データ数

参加機関数は 33 で、除去された機関はなかったため、データ数は 33 であった。

### (2) 実施結果

全 33 機関の報告値について、危険率 5% で Grubbs の棄却検定を行ったところ、1 機関が棄却された。棄却された機関（機関番号 33）を除いた 32 機関の報告値を昇順で並び替え 1 から 32 まで付番した。以降、当該番号を機関番号としてデータを集計した。なお、機関番号 31 は有効数字 4 桁（35.56）で報告があったため、四捨五入し有効数字 3 桁として統計処理を行った。

参加機関からの報告値等を表 2 に示した。

表 2 参加機関からの報告値等

機関番号	分析方法	報告値 (mg/L)	Z スコア	誤差率 (%)	機関番号	分析方法	報告値 (mg/L)	Z スコア	誤差率 (%)
1	フレーム	31.9	-2.7	-7.1	17	フレーム	34.4	0.1	0.1
2	フレーム	32.7	-1.8	-4.8	18	ICP-MS	34.5	0.2	0.4
3	ICP-MS	32.8	-1.7	-4.5	19	ICP-発光	34.6	0.3	0.7
4	ICP-MS	33.0	-1.5	-3.9	20	IC	34.6	0.3	0.7
5	ICP-MS	33.3	-1.2	-3.1	21	ICP-MS	34.6	0.3	0.7
6	ICP-MS	33.6	-0.8	-2.2	22	ICP-発光	34.7	0.4	1.0
7	IC	33.6	-0.8	-2.2	23	ICP-MS	34.8	0.5	1.3
8	ICP-MS	33.6	-0.8	-2.2	24	ICP-MS	34.9	0.6	1.6
9	ICP-MS	33.7	-0.7	-1.9	25	ICP-MS	34.9	0.6	1.6
10	IC	33.9	-0.5	-1.3	26	ICP-MS	34.9	0.6	1.6
11	ICP-発光	34.0	-0.4	-1.0	27	ICP-MS	34.9	0.6	1.6
12	IC	34.1	-0.3	-0.7	28	フレーム	34.9	0.6	1.6
13	IC	34.2	-0.2	-0.4	29	ICP-MS	35.2	0.9	2.5
14	IC	34.2	-0.2	-0.4	30	ICP-発光	35.2	0.9	2.5
15	IC	34.3	-0.1	-0.1	31*	ICP-MS	35.6	1.4	3.6
16	IC	34.3	-0.1	-0.1	32	ICP-MS	36.4	2.3	6.0

※ 機関番号 31 は有効数字 4 桁（35.56）で報告があったが、四捨五入し有効数字 3 桁として統計処理を行った。

### 棄却された機関

機関番号	分析方法	報告値 (mg/L)
33	ICP-発光	30.4

- ・機関番号は、配付試料の報告値を、小から大に並び替えたデータ集計用の番号である。
- ・Z スコアは中央値、第 1 四分位及び第 3 四分位から計算した。
- ・誤差率は各機関の報告値から中央値を差し引いて百分率を計算した。
- ・分析方法は、告示法別表第 4 フレーム-原子吸光光度計による一斉分析法（フレーム）、別表第 5 誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法（ICP-発光）、別表第 6 誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法（ICP-MS）、別表第 20 イオンクロマトグラフ（陽イオン）による一斉分析法（IC）を示す。

### (3) 基本統計量及びヒストグラム

基本統計量を表 3、各機関における報告値のヒストグラムを図 1 に示した。

なお、基本統計量は四捨五入し、標準偏差は有効数字 2 桁、その他のデータについては有効数字 3 桁で記載している。

表 3 基本統計量

データ数	32
最大値 (mg/L)	36.4
第 3 四分位 (mg/L)	34.9
中央値 (mg/L)	34.4
第 1 四分位 (mg/L)	33.7
最小値 (mg/L)	31.9
標準偏差 (mg/L)	0.89
平均値 (mg/L)	34.3

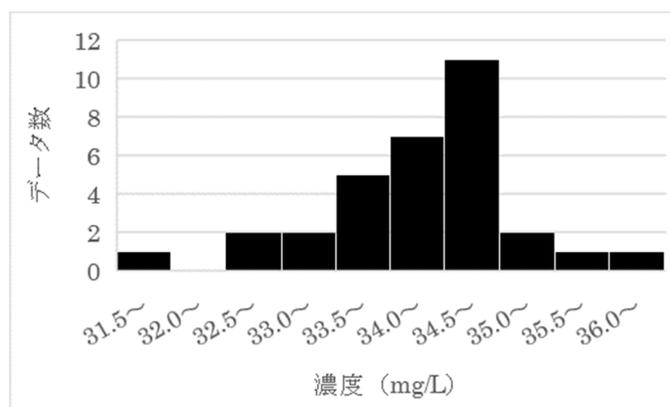


図 1 各機関における報告値のヒストグラム

### (4) 評価

32機関において、評価基準である「Zスコアの絶対値が3以上かつ誤差率が±10%を超えた機関」に該当する機関はなかった。

以上より、検査精度が良好でないと評価された機関はなかった。

## 3 データ集計及び解析

棄却された 1 機関の報告値については統計の対象外としたが、それ以外の報告内容についてはデータ集計及び解析の対象とした。

### (1) 報告書の提出期限

全ての機関が、提出期限までに電子ファイルを提出した。

書類については、期限内に提出しなかった機関が 1 機関（機関番号 15）あった。

### (2) 試料の保存温度及び試験開始日時（表 5-1～表 5-4）

試料の保存温度について、告示法では速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存することが規定されている。全ての機関において試料は 3～10℃で保存されていた。

試験の実施期限について、告示法別表第 4、5 及び 6 では 2 週間以内に試験することが、別表第 20 では 72 時間以内に試験することが規定されている。全ての機関が告示法のとおり試験を開始したが、実施要領で指定した外部精度管理開始日時以前に試験を開始した機関が 1 機関（機関番号 18）あった。

### (3) 分析方法

フレイム原子吸光法に従い実施した機関は 4 機関、ICP-発光法に従い実施した機関は 5 機関、ICP-MS 法に従い実施した機関は 16 機関及び IC 法に従い実施した機関は 8 機関であった。

### (4) 妥当性評価 (表 7-1～表 7-4)

「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(平成 29 年 10 月 18 日付け薬生水発 1018 第 1 号)(以下「妥当性評価ガイドライン」という。)に規定されている検量線の評価及び添加試料の評価を、全ての機関が実施していた。

添加試料の評価を行った水は、水道水が 9 機関、水道水及び精製水が 18 機関、精製水が 6 機関(機関番号 11、24、26、28、29、31)であった。なお、添加を行った水を水道水と回答したが、評価した濃度の設問で精製水も回答した 4 機関については、水道水及び精製水として集計した。また、模擬水道水は水道水として、純水、超純水及び蒸留水は精製水として集計した。

妥当性評価ガイドラインでは、添加試料の評価において、添加する水は原則として検査対象物を含まない水道水とされている。検査対象物が水道水の常在成分である場合等には、定量下限値における評価は精製水又はミネラルウォーター等を用いるとされているが、この場合であっても水道水を用いて常在成分の影響が無いとみなせる濃度で妥当性を評価することが求められている。このことから精製水のみで評価をしている機関は、水道水を用いた評価を併せて実施する必要がある。

添加試料の評価を行った濃度について、定量下限値とした機関は 32 機関、検量線の下限值(定量下限値以下)とした機関は 1 機関であった。なお、定量下限値を超える濃度を回答した機関が 1 機関(機関番号 21)あったが、妥当性評価書より定量下限値で評価を実施していることが確認されたため、定量下限値とした機関として集計した。

### (5) 検量線

#### ア フィットング方法 (表 8-1～表 8-4)

直線を採用した機関が 31 機関、2 次曲線を採用した機関が 2 機関あった。

妥当性評価ガイドラインでは検量線の回帰式にはできるだけ直線回帰モデルを用いるとされている。2 次曲線を使用した場合、直線と比較し不確かさが大きくなり実際の濃度と大きく異なる可能性もあるため、検量線の濃度範囲及び測定物質の特性などを考慮し、最適なフィッティング方法を選択することが重要である。

#### イ 検量線の点数及び設定濃度 (表 8-1～表 8-4)

検量線の点数について、全ての機関が告示法で規定されているとおり、4 点以上設定していた。

告示法で、検量線濃度は検水の濃度範囲を超えてはならないとされている。ナトリウムの検水の濃度範囲は、フレイム原子吸光法では 0.06～0.6 mg/L、ICP-発光法では 0.05～20 mg/L、ICP-MS 法及び IC 法では 0.1～200 mg/L と規定されている。告示法の濃度範囲内

で検量線濃度を設定した機関は 32 機関、告示法の濃度範囲の下限より低い値を含む検量線濃度を設定した機関は 1 機関であったが、告示法の濃度範囲の上限より高い値で検量線濃度を設定した機関はなかった。

妥当性評価ガイドラインでは、検量線の回帰式は原則としてブランク試料を含めずに応答値が得られた濃度の標準試料のみを用いて算出すると規定されている。機関番号 11 は、検量線の設定濃度を 1~10 mg/L、定量下限値を 0.5 mg/L と回答し、定量下限値が検量線の下限を下回っていたことから生データを確認したところ、ブランク (0 mg/L) を含めて検量線を作成していた。

#### ウ 使用した容器 (表 8-1~表 8-4)

検量線の作成について、告示法では標準原液又は混合標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採ると規定されている。メスフラスコを使用した機関が 31 機関、デジチューブを使用した機関が 1 機関 (機関番号 31)、PP 容器を使用した機関が 1 機関 (機関番号 32) あった。デジチューブ及び PP 容器を使用した機関の SOP を確認したところ、使用する容器はメスフラスコと記載されていた。

IC 法において、検量線の作成に用いるメスフラスコの容量は 100 mL と告示法で規定されている。100 mL のメスフラスコを使用している機関が 3 機関、100 mL のメスフラスコと 100 mL 以外のメスフラスコを組み合わせで使用している機関が 3 機関、100 mL 以外のメスフラスコを使用している機関が 2 機関あった。

#### エ 重み付け及び原点強制通過の有無 (表 8-1~表 8-4)

検量線の計算式に重み付けを採用した機関は 12 機関あり、分析方法は、フレーム原子吸光法が 1 機関、ICP-MS 法が 8 機関、IC 法が 3 機関であった。

原点を強制的に通過させて検量線を作成している機関はなかった。

#### オ 定量下限値 (表 7-1~表 7-4)

「水質基準に関する省令の制定及び水道法施行規則の一部改正等並びに水道水質管理における留意事項について (平成 15 年 10 月 10 日健水発第 1010001 号)」 (以下、「水道水質管理における留意事項」という。) において、定量下限は原則として基準値の 10 分の 1 であることと規定されている。全ての機関が基準値の 10 分の 1 (20 mg/L) 以下に定量下限値を設定していた。

### (6) 確認用試料及び空試験 (表 9-1~表 9-4)

#### ア 確認用試料

告示法で、オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、検量線の作成で調製した一定の濃度の標準試料 (以下、「確認用試料」という。) を測定し、算定された濃度と調製濃度との差が±10%を超えないことが規定されている。

オートサンプラーの使用について、有りは 28 機関、無しは 5 機関であったが、確認用試料の測定は全 33 機関が実施していた。確認用試料の算定された濃度と調製濃度との差は全ての機関において±10%以内であった。

#### イ 空試験

告示法では、精製水を一定量採り、試料と同様に試験操作を行い、その濃度が検量線の濃度範囲の下限値を下回ることが規定されている。

フレイム原子吸光法、ICP-発光法、ICP-MS 法に従い実施した全ての機関が、硝酸の添加及び加熱処理を実施していた。IC 法に従い実施した機関のうち、ろ過処理を実施していない機関が 2 機関（機関番号 7、20）あった。なお、当該 2 機関の SOP を確認したところ、空試験について検水と同様の操作を行うことが記載されていた。

空試験の濃度について、検量線の濃度範囲の下限値より高い値を回答した機関が 1 機関（機関番号 25）あったが、生データより、検量線の下限値を下回っていることが確認された。なお、当該機関の SOP には、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることが記載されていた。

#### (7) 標準原液（表 10-1～表 10-4）

告示法で、ナトリウム標準原液の濃度は 1000 mg/L と規定されている。また、標準原液として、値付け証明書等が添付されているものを用いることができるとされている。

全ての機関がナトリウム濃度 1000 mg/L の値付け証明書が添付された市販標準原液(単品)を使用していた。

なお、使用期限については、全ての機関が期限内に使用していた。

#### (8) 標準液（表 11-1～表 11-4）

##### ア 濃度

告示法で、標準液の濃度は、フレイム原子吸光法では 1 mg/L、ICP-発光法では 0.1～10 mg/L、ICP-MS 法では 0.1～100 mg/L、IC 法では 50 mg/L と規定されている。また、ICP-発光法、ICP-MS 法及び IC 法では、検量線の作成に標準原液又は混合標準液を用いることとされている。

フレイム原子吸光法を採用している 4 機関のうち 3 機関が規定の濃度を、1 機関が規定より高い濃度を回答した。

ICP-発光法を採用している 5 機関のうち 2 機関が規定の濃度を、3 機関が規定より高い濃度を回答した。

ICP-MS 法を採用している 16 機関のうち 7 機関が規定の濃度を、1 機関が規定より高い濃度を回答した。また、標準原液を使用していた機関は 3 機関、検量線の設定濃度を回答した機関は 2 機関、回答が存在しないとされた機関は 3 機関であった。

IC 法を採用している 8 機関のうち 6 機関が規定の濃度を、1 機関が規定より高い濃度を回答した。また、標準原液の濃度を回答した機関が 1 機関あった。

#### イ 使用期限

告示法で、標準液の使用期限は、フレイム原子吸光法及び IC 法では都度調製と規定されており、ICP-発光法及び ICP-MS 法では規定されていない。

フレイム原子吸光法を採用している機関のうち 1 機関、IC 法を採用している機関のうち 2 機関が用時調製以外の回答であった。

また、使用期限の過ぎた標準液を使用した機関が 1 機関（機関番号 31）あった。

#### ウ 硝酸添加

ICP-発光法及び ICP-MS 法において、標準液の調製時に硝酸を添加することが告示法で規定されている。標準液の調製時に硝酸を添加していない機関が 1 機関（機関番号 4）あった。

#### エ 調製に使用した容器

IC 法において、標準液の調製に用いるメスフラスコの容量は 1 L と告示法で規定されている。1 L のメスフラスコを使用している機関は 1 機関、1 L 以外のメスフラスコを使用している機関は 7 機関であった。

### (9) 内部標準原液（表 12-1～表 12-2）

告示法では、内部標準物質については、ICP-発光法ではイットリウムを使用し、ICP-MS 法ではベリリウム、コバルト、ガリウム、イットリウム、インジウム及びタリウムのいずれかを内部標準物質として選択すると規定されている。ICP-発光法及び ICP-MS 法を採用している全 21 機関は告示法に従い、適切に内部標準物質を使用していた。ICP-MS 法を採用している機関が選択した内部標準物質の内訳は、ベリリウム 5 機関、コバルト 8 機関、ガリウム 3 機関であった。

また、内部標準原液の種類については、ICP-発光法を採用している機関では市販標準原液（単品）4 機関、自家調製 1 機関であった。ICP-MS 法を採用している機関では市販標準原液（単品）13 機関、市販標準原液（混合）3 機関であった。

使用期限については、全ての機関が期限内に使用していた。

### (10) 内部標準液（表 13-1～表 13-2）

#### ア 濃度

告示法で、内部標準液の濃度は、ICP-発光法では 5～500 mg/L、ICP-MS 法では 1～100 mg/L と規定されている。

ICP-発光法を採用している 5 機関のうち 1 機関、ICP-MS 法を採用している 16 機関のうち 7 機関が規定より低い濃度を回答した。

#### イ 使用期限

使用期限について、告示法では、ICP-発光法では都度調製と規定されており、ICP-MS 法では規定されていない。

ICP-発光法を採用している全 5 機関が用時調製と回答したが、うち 1 機関は調製年月日から 1 か月後を使用期限としていた。

また、使用期限の過ぎた内部標準液を使用した機関が 1 機関（機関番号 31）あった。

#### ウ 硝酸添加

ICP-MS 法において、内部標準液の調製時に硝酸を添加することが告示法で規定されている。内部標準液の調製時に硝酸を添加していない機関が 1 機関（機関番号 8）あった。

#### (1 1) 硝酸（表 14-1～表 14-3）

使用期限を回答した 22 機関のうち、使用期限の過ぎた硝酸を使用した機関が 1 機関（機関番号 26）あった。

#### (1 2) 前処理（表 15-1～表 15-7）

##### ア フレーム原子吸光法

告示法では、検水（または検水を検量線の範囲になるよう希釈したもの）を前処理後の試験溶液 10 mL に対し 10～100 mL の割合になるよう採り、試料採取のときに加えた量を含めて前処理後の試験溶液 10 mL に対して 1 mL の割合となるよう硝酸を加えて加熱し、冷後、精製水を加えて一定量とすると規定されている。

フレーム原子吸光法を採用している 4 機関のうち、3 機関が告示法のと通りの割合で前処理を実施していた。1 機関（機関番号 28）は告示法と異なる割合で硝酸の添加量を回答した。また、全 4 機関が試料を希釈していたが、うち 1 機関（機関番号 2）は加熱後に希釈を実施したと回答した。

##### イ ICP-発光法

告示法では、検水（または検水を検量線の範囲になるよう希釈したもの）50～500 mL を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸を 5 mL となるように加えて加熱し、冷後、精製水を加えて 50 mL にすると規定されている。

ICP-発光法を採用している全 5 機関が、試料を 50 mL 分取し、硝酸を 5 mL 加えていた。また、加熱後は 50 mL に定容していた。

##### ウ ICP-MS 法

告示法では、検水（または検水を検量線の範囲になるよう希釈したもの）を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸を検水 100 mL に対して 1 mL の割合となるように加えて加熱し、冷後、精製水を加えて一定量とすると規定されている。

ICP-MS 法を採用している全 16 機関が告示法のと通りの割合で硝酸を加えていた。試料の分取量は 15～100 mL であった。また、試料を希釈したと回答した 10 機関のうち、加熱後に希釈を実施した機関が 1 機関（機関番号 27）あった。

## エ IC法

告示法では、検水（または検水を検量線の範囲になるよう希釈したもの）を採り、孔径約0.2 μmのメンブランフィルターろ過装置でろ過すると規定されている。

IC法を採用している全8機関が孔径0.2 μmのメンブランフィルターでろ過を実施していた。試料を希釈したと回答した機関は1機関であった。

### (1 3) 測定条件（表 12-1～表 12-2 及び表 16-1～表 16-4）

フレーム原子吸光法、ICP-発光法及びICP-MS法を採用している機関が測定に使用した測定波長及び質量数は告示法の規定のとおりであった。

ICP-MS法を採用している16機関のうち、14機関が多原子イオン低減化用ガスとしてヘリウムを使用していた。

IC法を採用している機関のうち、サプレッサを使用している機関は6機関、使用していない機関は2機関であった。また、定量方法について、告示法ではピーク高さ又はピーク面積で濃度を算出すると規定されているが、全8機関がピーク面積を用いて定量を行っていた。

### (1 4) 使用した容器の材質（表 8-1～表 8-4 及び表 15-1～表 15-7）

検量線の調製及び試料の希釈に使用した容器の材質をガラスと樹脂に分けて集計した結果を表4に示す。試料の希釈でガラス製の容器を使用した4機関は検量線の調製でもガラス製の容器を使用していた。また、試料の希釈で樹脂製の容器を使用した16機関のうち、14機関は検量線の調製でも樹脂製の容器を使用していた。

フレーム原子吸光法、ICP-発光法及びICP-MS法において、試料の前処理で加熱に使用した容器の材質は、3機関がガラス、1機関が石英、15機関がポリプロピレン、1機関がPFA、5機関がテフロン又はPTFEと回答した。

ガラス製の器具はナトリウムを組成に含んでいることが多いため、使用する場合は測定に影響がないことを確認することが重要である。

表4 使用した容器の材質（機関数）

分析方法	検量線の調製		試料の希釈		
	ガラス	樹脂	ガラス	樹脂	希釈なし
フレーム原子吸光法	3	1	3	1	0
ICP-発光法	2	3	1	4	0
ICP-MS法	2	14	0	10	6
IC法	7	1	0	1	7

## 4 棄却された機関のアンケート結果（表 17）

棄却された1機関（機関番号33）は、データが逸脱した原因と想定される事項として、機器の不具合（感度の低下）を挙げた。新たにICPを導入していたが、妥当性評価が間に合わず、既存の機器で測定したとのことであった。対応策及び検討した事項として、新しいICPで妥当

性評価を実施後、保管していた配付試料を再測定したところ中央値と近い分析値となったと回答があった。機器に不具合が生じた場合、早急に修理等の対応を行うことが望ましいが、そのまま使用せざるを得ない場合は、精度に問題がないことを確認する必要がある。

#### 5 試験上の留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等

参加機関から記載のあった内容を転載した。

機関番号	検査方法	内容
1	フレイム原子吸光法	Naについては、環境からの汚染リスクが高いため、器具類をすべて超純水で洗浄してから使用する等実施している。
2	フレイム原子吸光法	試験に使用する容器やホルピペト等の器具類は使用前に硝酸と精製水で洗浄して、試料への汚染を防ぐ。
4	ICP-MS 法	作業中、手袋で金属製品に触れない等のコンタミネーション対策をとっています。
8	ICP-MS 法	試料は室温に戻してから分取。 加熱時間厳守。加熱後、室温に戻してからメスアップ。 加熱分解用のデジチューブは一晩、20%硝酸槽で付け置きしたものを使用。 分析機器の定期メンテナンス。
10	IC 法	採取容器: 飲料水分析専用のポリ瓶を用意し、コンタミ等防止の観点から入念に純水で洗浄、乾燥させたものを使用。 採取時 : 採取試料で数回共洗いした後採取し、満水にして直ちに密栓する。 速やかに分析ができない場合は、分析開始まで冷暗所で保存し、72 時間以内に分析。 分析時 : 試料は原則 5 倍希釈したものと原液を測定し、各成分の結果を比較しほぼ同値である事を確認した後、採用値を決定。 また概ね 10 試料毎に確認用試料の測定を行い(所謂差し込み試験)、測定値が設定濃度範囲内(±10%以内)である事を確認する。 オートサンプラーの流路が汚れると注入量が不安定になる恐れがある為、予防的に半年に 1 度はメタノールを用い流路洗浄を実施。 実施後同濃度の標準液を 5 回以上繰り返し分析し、再現性に問題がない事を確認した上で通常の検量線や分析試料の測定を行う。
11	ICP-発光法	検量線を超えることが多いため、正確な希釈操作に注意をしている
22	ICP-発光法	ナトリウムは使用器具と装置の汚染によりバックグラウンドが上昇することが多い為、洗浄不足には充分気を付けている。測定開始前に硝酸と精製水で充分洗浄し、あらかじめブランク値の確認をしてから日常の試験を開始している。

23	ICP-MS 法	測定前のアイドリング時間を長めにとっている。(90 分以上)
25	ICP-MS 法	手指からのコンタミを避けるため一連の操作は手袋をしながら行った。
27	ICP-MS 法	・使用する器具類はすべて硝酸に浸漬後洗浄し使用している。 ・ナトリウムはカウント数が高いため ICP-MS の設定を高分解能にして分析している。
31	ICP-MS 法	・採取後はできるだけ速やかに分析を行なう。 ・分析中は各内部標準物質の回収率に注意する。

## 6 精度管理に関する意見

本精度管理に関する意見を転載した。

機関番号	検査方法	意見
24	ICP-MS 法	試料量について 配付試料の量であるが、50mL チューブの共洗いや試料をこぼしてしまった場合のことを考慮すると、260mL では少ないと考えられた。可能であれば 500mL 程度の配付を希望する。なお、今年度の厚生労働省実施の外部精度管理(カドミウム、アルミニウム)における配付試料量は 1L(1000mL)であった。
10	IC 法	この様な外部精度管理は自社の力量評価に役立つので、今後も積極的に参加していきたい。 もし良好な結果が得られなくても問題点が抽出される機会となるので、その後の分析精度向上に繋がると思われる。

## 7 まとめ

- (1) 本精度管理には、33 機関の参加があり、その報告値を用いて危険率 5%で Grubbs の棄却検定を行ったところ、1 機関（機関番号 33）が棄却された。棄却された 1 機関を除く 32 機関については、評価基準である「Z スコアの絶対値が 3 以上かつ誤差率が±10%を超えた機関」に該当する機関はなく、検査精度が良好と評価された。
- (2) 期限内に書類を提出しなかった機関が 1 機関あった。また、実施要領で指定した外部精度管理開始日時以前に試験を開始した機関が 1 機関あった。
- (3) 妥当性評価ガイドラインで示されている検量線の評価及び添加試料の評価について全 33 機関が実施していたが、添加試料の評価を行う際の添加する水について、精製水のみで評価していた機関が 6 機関あった。
- (4) 空試験について、IC 法を採用している機関において、ろ過処理を行っていない機関が 2 機関あった。

(5) 使用期限の過ぎた標準液及び内部標準液を使用していた機関が 1 機関、使用期限の過ぎた硝酸を使用していた機関が 1 機関あった。

(6) 今回の精度管理において、参加機関には、日常使用している SOP に従い検査を実施することとしているが、報告書への記載間違い、SOP を遵守していない機関が見受けられた。複数人でのチェック体制の強化が必要である。

## 8 資料

参加機関からの報告内容（一部省略）を以下の表のとおりまとめた。

表 5-1 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、機器分析開始日時（別表第 4 フレーム原子吸光法）

表 5-2 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、機器分析開始日時（別表第 5 ICP-発光法）

表 5-3 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、機器分析開始日時（別表第 6 ICP-MS 法）

表 5-4 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、機器分析開始日時（別表第 20 IC 法）

表 6-1 一斉分析項目（別表第 4 フレーム原子吸光法）

表 6-2 一斉分析項目（別表第 5 ICP-発光法）

表 6-3 一斉分析項目（別表第 6 ICP-MS 法）

表 6-4 一斉分析項目（別表第 20 IC 法）

表 7-1 妥当性評価、定量下限値（別表第 4 フレーム原子吸光法）

表 7-2 妥当性評価、定量下限値（別表第 5 ICP-発光法）

表 7-3 妥当性評価、定量下限値（別表第 6 ICP-MS 法）

表 7-4 妥当性評価、定量下限値（別表第 20 IC 法）

表 8-1 検量線（別表第 4 フレーム原子吸光法）

表 8-2 検量線（別表第 5 ICP-発光法）

表 8-3 検量線（別表第 6 ICP-MS 法）

表 8-4 検量線（別表第 20 IC 法）

表 9-1 確認用試料、空試験（別表第 4 フレーム原子吸光法）

表 9-2 確認用試料、空試験（別表第 5 ICP-発光法）

表 9-3 確認用試料、空試験（別表第 6 ICP-MS 法）

表 9-4 確認用試料、空試験（別表第 20 IC 法）

表 10-1 標準原液（別表第 4 フレーム原子吸光法）

表 10-2 標準原液（別表第 5 ICP-発光法）

表 10-3 標準原液（別表第 6 ICP-MS 法）

表 10-4 標準原液（別表第 20 IC 法）

表 11-1 標準液（別表第 4 フレーム原子吸光法）

表 11-2	標準液 (別表第 5 ICP-発光法)
表 11-3	標準液 (別表第 6 ICP-MS 法)
表 11-4	標準液 (別表第 20 IC 法)
表 12-1	内部標準原液 (別表第 5 ICP-発光法)
表 12-2	内部標準原液 (別表第 6 ICP-MS 法)
表 13-1	内部標準液 (別表第 5 ICP-発光法)
表 13-2	内部標準液 (別表第 6 ICP-MS 法)
表 14-1	硝酸 (別表第 4 フレーン原子吸光法)
表 14-2	硝酸 (別表第 5 ICP-発光法)
表 14-3	硝酸 (別表第 6 ICP-MS 法)
表 15-1	前処理① (別表第 4 フレーン原子吸光法)
表 15-2	前処理② (別表第 4 フレーン原子吸光法)
表 15-3	前処理① (別表第 5 ICP-発光法)
表 15-4	前処理② (別表第 5 ICP-発光法)
表 15-5	前処理① (別表第 6 ICP-MS 法)
表 15-6	前処理② (別表第 6 ICP-MS 法)
表 15-7	前処理 (別表第 20 IC 法)
表 16-1	使用機器、測定条件 (別表第 4 フレーン原子吸光法)
表 16-2	使用機器、測定条件 (別表第 5 ICP-発光法)
表 16-3	使用機器、測定条件 (別表第 6 ICP-MS 法)
表 16-4	使用機器、測定条件 (別表第 20 IC 法)
表 17	棄却された機関のアンケート結果

表 5-1 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、機器分析開始日時  
(別表第 4 フレーム原子吸光法)

機関番号	試料到着日時	試料の保存温度(℃)	試験開始日時	試料開封日時	機器分析開始日時
1	7月12日15時30分	4	7月13日10時00分	7月13日10時00分	7月13日13時30分
2	07月12日10時10分	5	07月20日09時00分	07月20日11時30分	07月21日14時00分
17	7月12日11時31分	5	7月15日7時20分	7月14日8時25分	7月15日14時33分
28	7月12日10時00分	4	7月15日10時00分	7月15日10時00分	7月15日13時40分

表 5-2 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、機器分析開始日時  
(別表第 5 ICP-発光法)

機関番号	試料到着日時	試料の保存温度(℃)	試験開始日時	試料開封日時	機器分析開始日時
11	7月12日10時00分	5	7月23日9時30分	7月23日9時30分	7月23日14時10分
19	7月12日10時20分	4	7月14日9時00分	7月14日9時00分	7月15日10時00分
22	7月12日11時30分	4	7月14日9時00分	7月13日11時00分	7月14日14時30分
30	7月12日9時00分	4	7月15日15時00分	7月15日15時30分	7月15日15時30分
33	7月12日15時40分	4	7月22日9時	7月22日9時	7月22日17時50分

表 5-3 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、機器分析開始日時  
(別表第 6 ICP-MS 法)

機関番号	試料到着日時	試料の保存温度(℃)	試験開始日時	試料開封日時	機器分析開始日時
3	7月12日10時00分	4	7月14日13時00分	7月14日14時00分	7月14日15時44分
4	7月12日10時50分	4	7月14日8時50分	7月14日10時55分	7月14日15時48分
5	7月12日12時12分	5	7月13日12時45分	7月13日12時45分	7月15日11時20分
6	7月12日9時10分	5	7月13日9時00分	7月13日9時00分	7月14日18時12分
8	2022年7月12日 12時00分	5	2022年7月14日 9時30分	2022年7月14日 9時30分	2022年7月14日 10時00分
9	7月12日10時37分	5	7月13日9時00分	7月13日13時00分	7月19日13時00分
18	7月12日10時00分	4	7月13日8時30分	7月13日9時00分	7月13日9時24分
21	7月12日10時30分	6	2022/7/19 11時0分	2022/7/19 11時15分	2022/7/19 15時9分
23	7月12日14時00分	4	7月14日16時00分	7月14日16時00分	7月15日11時40分
24	7月12日10時5分	5	7月13日9時00分	7月13日10時30分	7月13日14時41分
25	7月12日10時55分	5	7月13日9時00分	7月13日10時00分	7月13日15時18分
26	7月12日10時0分	4	7月15日9時0分	7月15日9時0分	7月22日10時0分
27	7月12日15時00分	10	7月14日13時00分	7月14日13時00分	7月25日12時00分
29	7月12日14時15分	4	7月13日9時00分	7月13日11時00分	7月13日15時17分
31	7月12日11時00分	3	7月21日9時00分	7月21日8時30分	7月21日10時30分
32	7月12日11時54分	5	7月13日14時05分	7月13日15時10分	7月13日16時03分

表 5-4 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、機器分析開始日時  
(別表第 20 IC 法)

機関番号	試料到着日時	試料の保存温度(℃)	試験開始日時	試料開封日時	機器分析開始日時
7	7月12日 9時15分	7	7月14日 13時00分	7月14日 13時00分	7月14日 14時00分
10	7月12日 10時00分	6	7月13日 09時30分	7月13日 10時00分	7月13日 12時32分
12	7月12日 11時20分	4	7月13日 9時00分	7月13日 11時30分	7月13日 11時50分
13	7月12日 10時25分	4	7月13日 10時36分	7月13日 16時00分	7月13日 18時07分
14	7月12日 10時30分	4	7月13日 9時00分	7月13日 10時30分	7月13日 13時11分
15	7月12日 10時30分	8	7月13日 13時00分	7月13日 13時00分	7月13日 16時00分
16	7月12日 11時	4	7月15日 10時30分	7月15日 10時30分	7月15日 11時30分
20	7月12日 11時00分	4	7月13日 10時00分	7月13日 16時00分	7月13日 12時10分

表 6-1 一斉分析項目 (別表第 4 フレーム原子吸光法)

機関番号	一斉分析項目
1	無
2	無
17	無
28	無

表 6-2 一斉分析項目 (別表第 5 ICP-発光法)

機関番号	一斉分析項目
11	無
19	鉄
22	無
30	無
33	無

表 6-3 一斉分析項目（別表第 6 ICP-MS 法）

機関番号	一斉分析項目
3	B,Mg,Al,Ca,Cr,Mn,Ni,Cu,Zn,As,Cd,Sb,Pb,U,Fe,Se
4	カルシウム、マグネシウム、カリウム
5	カルシウム、マグネシウム、カリウム
6	ホウ素、マグネシウム、アルミニウム、カルシウム、六価クロム、マンガン、鉄、銅、亜鉛、ヒ素、セレン、カドミウム、鉛
8	無
9	カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、マンガン、アンチモン、ウラン、ニッケル、モリブデン
18	ホウ素、アルミニウム、六価クロム、マンガン、鉄、銅、亜鉛、ヒ素、セレン、カドミウム、鉛
21	カルシウム、マグネシウム
23	カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、マンガン
24	カルシウム、マグネシウム、カリウム
25	カルシウム、マグネシウム、カリウム
26	Fe,B,Al,Cd,Pb,Cr,Zn,Cu,Ni,Mn,As,Se,Ca,Mg,K
27	ホウ素、マグネシウム、アルミニウム、カルシウム、クロム、マンガン、鉄、銅、亜鉛、ヒ素、セレン、カドミウム、鉛
29	無
31	マグネシウム、カルシウム
32	カルシウム、マグネシウム

表 6-4 一斉分析項目（別表第 20 IC 法）

機関番号	一斉分析項目
7	カルシウム、マグネシウム
10	アンモニウム、カリウム、マグネシウム、カルシウム
12	カルシウム、マグネシウム
13	カルシウム、マグネシウム
14	カルシウム、マグネシウム
15	アンモニウム、カリウム、マグネシウム、カルシウム
16	無
20	カルシウム、マグネシウム

表 7-1 妥当性評価、定量下限値（別表第 4 フレーン原子吸光法）

機関番号	妥当性評価					定量下限値 (mg/L)
	検量線の評価		添加試料の評価			
	キャリアオーバーの評価	真度・精度の評価	真度・併行精度の評価	添加を行った水	評価した濃度	
1	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)	0.1
2	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値(精製水) 0.2mg/L(水道水)	0.1
17	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)	0.1
28	実施	実施	実施	蒸留水	定量下限値(蒸留水)	0.06

表 7-2 妥当性評価、定量下限値（別表第 5 ICP-発光法）

機関 番号	妥当性評価					定量 下限値 (mg/L)
	検量線の評価		添加試料の評価			
	キャリアオーバー の評価	真度・精度の評価	真度・併行精度 の評価	添加を行った水	評価した濃度	
11	実施	実施	実施	精製水	定量下限値(精製水)	0.5
19	実施	実施	実施	水道水及び精製水	0.2 mg/L (水道水及び精製水)	0.2
22	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(精製水) 5 mg/L(水道水)	1
30	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)	0.06
33	実施	実施	実施	水道水及び精製水	0.2mg/L(精製水) 10mg/L(水道水)	0.5

表 7-3 妥当性評価、定量下限値（別表第 6 ICP-MS 法）

機関 番号	妥当性評価					定量 下限値 (mg/L)
	検量線の評価		添加試料の評価			
	キャリアオーバー の評価	真度・精度の評価	真度・併行精度 の評価	添加を行った水	評価した濃度	
3	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値(精製水) 4mg/L(水道水)	4
4	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値(精製水) 5 mg/L(水道水)	2
5	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値(精製水) 4mg/L(水道水)	0.1
6	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)	0.5
8	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)	0.1
9	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値(精製水) 10 mg/L(水道水)	2
18	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値(精製水) 4mg/L(水道水)	1
21	実施	実施	実施	水道水	10 mg/L(水道水)	0.1
23	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(精製水) 8mg/L(水道水)	0.1
24	実施	実施	実施	精製水	定量下限値(精製水)	0.5
25	実施	実施	実施	模擬水道水	定量下限値(精製水) 0.1 mg/L(水道水)	0.1
26	実施	実施	実施	精製水	定量下限値	0.1
27	実施	実施	実施	水道水	定量下限値	0.1
29	実施	実施	実施	精製水	定量下限値(精製水)	1
31	実施	実施	実施	精製水	定量下限値	1
32	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)	0.1

表 7-4 妥当性評価、定量下限値 (別表第 20 IC 法)

機関 番号	妥当性評価					定量 下限値 (mg/L)
	検量線の評価		添加試料の評価			
	キャリアオーバー の評価	真度・精度の評価	真度・併行精度 の評価	添加を行った水	評価した濃度	
7	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値(精製水) 25mg/L(水道水)	1
10	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値(精製水) 10mg/L(水道水)	0.5
12	実施	実施	実施	超純水、水道水	定量下限値(超純水) 20mg/L(水道水)	4
13	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値	5
14	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(精製水) 10mg/L(水道水)	0.1
15	実施	実施	実施	水道水	定量下限値	0.1
16	実施	実施	実施	水道水 純水	定量下限値(精製水) 定量下限値(水道水)	1
20	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値(精製水) 10mg/L(水道水)	0.1

表 8-1 検量線 (別表第 4 フレーム原子吸光法)

機関 番号	フィッ ティング 方法	検量 線の 点数	検量線の 設定濃度 (mg/L)	検量線の調製				重 み 付 け	原 点 強 制 通 過
				使用した容器	使用した 容器の材質	使用した 計量器具	使用した計量 器具の材質		
1	直線	4	0.1,0.2,0.3,0.5	100mL メスフラスコ	ガラス	マイクロピペット	ポリプロピレン	無	無
2	直線	4	0.1,0.2,0.4,0.6	10mL メスフラスコ	ガラス	ホールピペット	ガラス	無	無
17	直線	4	0.06,0.1,0.3,0.6	10mL メスフラスコ	ガラス	ホールピペット	ガラス	有	無
28	直線	4	0.06,0.1,0.2,0.6	100mL メスフラスコ	ポリエチレン	ホールピペット	ガラス	無	無

表 8-2 検量線 (別表第 5 ICP-発光法)

機関 番号	フィッ ティング 方法	検量 線の 点数	検量線の 設定濃度 (mg/L)	検量線の調製				重 み 付 け	原 点 強 制 通 過
				使用した容器	使用した 容器の材質	使用した 計量器具	使用した計量 器具の材質		
11	直線	4	1,2,5,10	50mL メスフラスコ	ポリメチル ペンテン	ホールピペット	ガラス	無	無
19	直線	5	0.2,0.8,2,8,20	100mL 全量フラスコ	ポリメチル ペンテン	マイクロピペット	ポリプロピレン	無	無
22	直線	5	1, 2, 5, 10, 20	50mL メスフラスコ	ガラス	ホールピペット	ガラス	無	無
30	直線	4	0.06, 0.10, 0.20, 0.50	100mL メスフラスコ	ポリプロピレン	マイクロピペット, ホールピペット	ポリプロピレン	無	無
33	直線	4	0.2,0.5,1,2	50mL メスフラスコ	ガラス	ホールピペット	ガラス	無	無

表 8-3 検量線 (別表第 6 ICP-MS 法)

機関 番号	フイッ ティ ング 方法	検量 線の 点数	検量線の 設定濃度 (mg/L)	検量線の調製				重 み 付 け	原 点 強 制 通 過
				使用した容器	使用した 容器の材質	使用した 計量器具	使用した計量 器具の材質		
3	直線	5	0.5,2,8,32,64	100mL メスフラスコ	ポリプロピレン	マイクロピペット	ポリプロピレン	有	無
4	直線	5	2,5,10,20,40	50mL メスフラスコ	ポリメチル ペンテン	マイクロピペット	ポリプロピレン	無	無
5	2次 曲線	7	0.1,0.2,0.5, 1,4,8,20	50mL、100mL メスフラスコ	ポリメチル ペンテン	マイクロピペット	ポリプロピレン	有	無
6	直線	7	0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0, 20.0, 50.0	100mL メスフラスコ	ポリプロピレン	マイクロピペット	ポリプロピレン	有	無
8	直線	5	0.1, 0.4, 1.5, 5, 20	50mL メスフラスコ	ポリメチル ペンテン	マイクロピペット	ポリプロピレン	無	無
9	直線	5	2, 5, 10, 20, 40	100mL メスフラスコ	PFA	電動ピペット	ポリプロピレン	無	無
18	直線	8	1,2,3,4,8,12, 20,40	50ml メスフラスコ	ポリプロピレン	メスピペット	ガラス	無	無
21	直線	6	0.1, 0.3, 1, 3, 10, 20	100mL メスフラスコ	ポリメチル ペンテン	マイクロピペット	ポリプロピレン	有	無
23	直線	6	0.1,0.4,1.5,5, 20,50	100mL メスフラスコ	ガラス	マイクロピペット	ポリプロピレン	有	無
24	直線	7	0.5,1,2,5,10, 20,50	100mL メスフラスコ	PFA	マイクロピペット	ポリプロピレン	有	無
25	直線	6	0.05, 0.2, 0.5, 2, 5, 20	50mL メスフラスコ	ガラス	マイクロピペット	ポリプロピレン	有	無
26	直線	7	0.1,0.2,0.5,1, 2,5,10	100mL メスフラスコ	ポリプロピレン	ホールピペット	ガラス	無	無
27	2次 曲線	7	0.1、0.4、1、 2、4、10、20	100mL メスフラスコ 50mL メスフラスコ	ポリエチレン	ホールピペット	ガラス	無	無
29	直線	5	1,2,6,10,20	100mL メスフラスコ	ポリプロピレン	マイクロピペット	ポリプロピレン	無	無
31	直線	4	1,2,4,10	デジチューブ	ポリプロピレン	マイクロピペット	ポリプロピレン	無	無
32	直線	6	0.1, 0.4, 1, 2.5, 10, 40	15mLPP 容器	ポリプロピレン	マイクロピペット	ポリプロピレン	有	無

表 8-4 検量線 (別表第 20 IC 法)

機関 番号	フイ ティ ング 方法	検量 線の 点数	検量線の 設定濃度 (mg/L)	検量線の調製				重 み 付 け	原 点 強 制 通 過
				使用した容器	使用した 容器の材質	使用した 計量器具	使用した計量 器具の材質		
7	直線	6	1,2,5,10,25,50	10mL メスフラスコ 20mL メスフラスコ	ガラス	マイクロピペット	ポリプロピレン	無	無
10	直線	5	0.5, 1, 4, 10, 25	100mL メスフラスコ	ポリプロピレン	ホールピペット	ガラス	無	無
12	直線	4	4,10,25,50	20mL メスフラスコ 10mL メスフラスコ	ガラス	ホールピペット	ガラス	無	無
13	直線	4	5,10,20,50	100mL メスフラスコ	ガラス	マイクロピペット	ポリプロピレン	無	無
14	直線	7	0.1, 0.2, 0.5, 2, 5, 20, 50	100mL メスフラスコ	ガラス	ホールピペット	ガラス	無	無
15	直線	8	0.1,0.4,1.5,2.5, 10,20,40,50	100mL メスフラスコ、 200mL メスフラスコ	ガラス	ホールピペット	ガラス	有	無
16	直線	6	1、2、5、15、 25、50	50mL メスフラスコ 100mL メスフラスコ	ガラス	ホールピペット	ガラス	有	無
20	直線	6	0.1,0.4,1,4, 10,40	50mL メスフラスコ 100mL メスフラスコ 200mL メスフラスコ	ガラス	ホールピペット	ガラス	有	無

表 9-1 確認用試料、空試験 (別表第 4 フレーム原子吸光法)

機関 番号	オート サンプラー 使用の有無	確認用試料			空試験				(再掲) 検量線の 設定濃度 (mg/L)
		設定濃度 (mg/L)	測定結果 (mg/L)	誤差率 (%)	実施の 有無	測定結果 (mg/L)	硝酸添加 の有無	加熱処理 の有無	
1	有	0.2	0.199	-0.50	実施	<0.1	有	有	0.1,0.2,0.3,0.5
2	無	0.4	0.401	0.25	実施	<0.1	有	有	0.1,0.2,0.4,0.6
17	無	0.3	0.300	0.00	実施	<0.06	有	有	0.06,0.1,0.3,0.6
28	無	0.2	0.200	0.00	実施	<0.06	有	有	0.06,0.1,0.2,0.6

表 9-2 確認用試料、空試験 (別表第 5 ICP-発光法)

機関 番号	オート サンプラー 使用の有無	確認用試料			空試験				(再掲) 検量線の設定濃度 (mg/L)
		設定濃度 (mg/L)	測定結果 (mg/L)	誤差率 (%)	実施の 有無	測定結果 (mg/L)	硝酸添加 の有無	加熱処理 の有無	
11	無	5	4.92	-1.60	実施	<0.5	有	有	1,2,5,10
19	有	2	1.99	-0.50	実施	<0.2	有	有	0.2,0.8,2,8,20
22	有	10	10.4	4.00	実施	<1	有	有	1, 2, 5, 10, 20
30	有	0.2	0.210	5.00	実施	<0.06	有	有	0.06, 0.10, 0.20, 0.50
33	無	1	1.07	7.00	実施	<0.2	有	有	0.2,0.5,1,2

表 9-3 確認用試料、空試験（別表第 6 ICP-MS 法）

機関 番号	オート サンプラー 使用の有無	確認用試料			空試験				(再掲) 検量線の設定濃度 (mg/L)
		設定濃度 (mg/L)	測定結果 (mg/L)	誤差率 (%)	実施の有無	測定結果 (mg/L)	硝酸添加 の有無	加熱処理 の有無	
3	有	8	7.97	-0.38	実施	<0.5	有	有	0.5,2,8,32,64
4	有	5	5.08	1.60	実施	<2	有	有	2,5,10,20,40
5	有	4	4.08	2.00	実施	<0.1	有	有	0.1,0.2,0.5,1,4,8,20
6	有	5	5.05	1.00	実施	<0.5	有	有	0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0, 20.0, 50.0
8	有	5	5.03	0.60	実施	<0.1	有	有	0.1, 0.4, 1.5, 5, 20
9	有	10	10.2	2.00	実施	<2	有	有	2, 5, 10, 20, 40
18	有	2	2.06	3.00	実施	<1	有	有	1,2,3,4,8,12,20,40
21	有	10	10.2	2.00	実施	<0.1	有	有	0.1, 0.3, 1, 3, 10, 20
23	有	1.5	1.56	4.00	実施	<0.1	有	有	0.1,0.4,1.5,5,20,50
24	有	10.03	10.1	0.70	実施	<0.5	有	有	0.5,1,2,5,10,20,50
25	有	5	5.09	1.80	実施	<0.1	有	有	0.05, 0.2, 0.5, 2, 5, 20
26	有	5	5.20	4.00	実施	<0.1	有	有	0.1,0.2,0.5,1,2,5,10
27	有	2	2.04	2.00	実施	<0.1	有	有	0.1、0.4、1、2、4、 10、20
29	有	1	1.04	4.00	実施	<1	有	有	1,2,6,10,20
31	有	2	2.15	7.50	実施	<1	有	有	1,2,4,10
32	有	0.4	0.411	2.75	実施	<0.1	有	有	0.1, 0.4, 1, 2.5, 10, 40

表 9-4 確認用試料、空試験（別表第 20 IC 法）

機関 番号	オート サンプラー 使用の有無	確認用試料			空試験			(再掲) 検量線の設定濃度 (mg/L)
		設定濃度 (mg/L)	測定結果 (mg/L)	誤差率 (%)	実施の有無	測定結果 (mg/L)	ろ過の 有無	
7	有	5	5.03	0.60	実施	<1	無	1,2,5,10,25,50
10	有	10	10.030	0.30	実施	<0.5	有	0.5, 1, 4, 10, 25
12	有	25	25.1	0.40	実施	<4	有	4,10,25,50
13	有	10	10.0	0.00	実施	<5	有	5,10,20,50
14	有	2	2.02	1.00	実施	<0.1	有	0.1, 0.2, 0.5, 2, 5, 20, 50
15	有	20	20.0	0.00	実施	<0.1	有	0.1,0.4,1.5,2.5,10,20,40,50
16	有	5	4.96	-0.80	実施	<1	有	1, 2, 5, 15, 25, 50
20	有	10	10.1	1.00	実施	<0.1	無	0.1,0.4,1,4,10,40

表 10-1 標準原液（別表第 4 フレーム原子吸光法）

機関 番号	種類	濃度 (mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ 番号	値付け 証明書の 有無	トレーサ ビリティ	期限設定	使用期限
1	市販標準 原液(単品)	1000	ナトリウム標準 液(Na 1000)	富士フイルム 和光純薬	199-10831	有	JCSS	1年	2023年 1月4日
2	市販標準 原液(単品)	1001	ナトリウム標準 液(Na 1000)	関東化学 株式会社	37821-2B	有	JCSS	メーカー 使用期限	2022年 11月末
17	市販標準 原液(単品)	1000	ナトリウム標準 液(Na1000)	関東化学	37821-2B	有	JCSS	メーカー 使用期限	2022年 11月30日
28	市販標準 原液(単品)	1000	ナトリウム標準 液(Na 1000)	富士フイルム 和光純薬	199-10831	有	JCSS	メーカー 使用期限	2023年 4月1日

表 10-2 標準原液（別表第 5 ICP-発光法）

機関番号	種類	濃度 (mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ番号	値付け証明書の有無	トレーサビリティ	期限設定	使用期限
11	市販標準液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	富士フィルム 和光純薬	199-10831	有	JCSS	メーカー 使用期限	2024 年 2 月 29 日
19	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na1000)	関東化学	37821-2B	有	JCSS	メーカー 使用期限	2023 年 10 月末
22	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	富士フィルム 和光純薬	199-10831	有	JCSS	メーカー 使用期限	2023 年 4 月末
30	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na1000)	関東化学	37821-2B	有	JCSS	メーカー 使用期限	2023 年 10 月末日
33	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na1000)	関東化学	37821-2B	有	JCSS	メーカー 使用期限	2022 年 11 月 30 日

表 10-3 標準原液（別表第 6 ICP-MS 法）

機関番号	種類	濃度 (mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ番号	値付け証明書の有無	トレーサビリティ	期限設定	使用期限
3	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	関東化学	37821-2B	有	JCSS	メーカー 使用期限	2022 年 11 月 30 日
4	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液	関東化学	37821-1B	有	JCSS	メーカー 使用期限	2023 年 10 月 31 日
5	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na1000)	関東化学	37821-1B	有	JCSS	半年	2023 年 10 月 31 日
6	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	関東化学	37821-1B	有	JCSS	開封後 1 年間あるいはメーカー保証期限のいずれか早い方の期間で廃棄	2023 年 6 月 29 日
8	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	関東化学株式会社	37821-1B	有	JCSS	メーカー 使用期限	2023 年 10 月 31 日
9	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	関東化学	37821-2B	有	JCSS	メーカー 使用期限	2023 年 10 月 31 日
18	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液	関東化学	37821-2B	有	JCSS	メーカー 使用期限	2023 年 10 月 31 日
21	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	富士フィルム 和光純薬	199-10831	有	JCSS	1 年	2022 年 8 月 29 日
23	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	富士フィルム 和光純薬	199-10831	有	JCSS	メーカー 使用期限	2024 年 2 月末日
24	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	富士フィルム 和光純薬	199-10831	有	JCSS	開封後 1 年またはメーカー使用期限の短い方	2023 年 4 月 6 日
25	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	富士フィルム 和光純薬	199-10831	有	JCSS	メーカー 使用期限	2023 年 4 月 30 日
26	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	富士フィルム 和光純薬	199-10831	有	JCSS	メーカー 使用期限	2022 年 7 月 31 日
27	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	富士フィルム 和光純薬	199-10831	有	JCSS	メーカー 使用期限	2023 年 4 月 30 日
29	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	関東化学	37821-1B	有	JCSS	1 年	2022 年 11 月 30 日
31	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na1000)	富士フィルム 和光純薬	199-10831	有	JCSS	メーカー 使用期限	2022 年 7 月
32	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	富士フィルム 和光純薬	199-10831	有	JCSS	メーカー 使用期限	2023 年 4 月 30 日

表 10-4 標準原液（別表第 20 IC 法）

機関番号	種類	濃度 (mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ番号	値付け証明書の有無	トレーサビリティ	期限設定	使用期限
7	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	富士フイルム和光純薬	199-10831	有	JCSS	メーカー使用期限	2023年4月30日
10	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	関東化学	37821-2B	有	JCSS	用時調整	2023年10月31日
12	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na1000)	関東化学株式会社	37821-2B	有	JCSS	半年	2023年10月31日
13	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	関東化学	37821-2B	有	JCSS	1年	2022年12月16日
14	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	富士フイルム和光純薬	199-10831	有	JCSS	メーカー使用期限	2022年7月末
15	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na 1000)	関東化学株式会社	37821-2B	有	JCSS	1年	2023年10月31日
16	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na1000)	関東化学	37821-2B	有	JCSS	メーカー使用期限	2023年10月31日
20	市販標準原液(単品)	1000	ナトリウム標準液(Na1000)	関東化学	37821-2B	有	JCSS	半年	2022年11月末

表 11-1 標準液（別表第 4 フレーム原子吸光法）

機関番号	ナトリウムの濃度(mg/L)	調製年月日	期限設定	使用期限	(再掲) 検量線の設定濃度 (mg/L)
1	1	2022年7月13日	用時調製	2022年7月13日	0.1,0.2,0.3,0.5
2	1	2022年7月21日	用事調製	2022年7月21日	0.1,0.2,0.4,0.6
17	1	2022年7月15日	用事調整	2022年7月15日	0.06,0.1,0.3,0.6
28	10	2022年7月15日	標準原液の期限を超えない	2023年4月1日	0.06,0.1,0.2,0.6

表 11-2 標準液（別表第 5 ICP-発光法）

機関番号	ナトリウムの濃度(mg/L)	調製年月日	期限設定	使用期限	硝酸添加の有無	(再掲) 検量線の設定濃度 (mg/L)
11	50	2022年7月23日	用時調整	2022年7月23日	有	1,2,5,10
19	200	2022年7月8日	一ヶ月	2022年8月8日	有	0.2,0.8,2,8,20
22	50	2022年7月14日	用時調製	-	有	1, 2, 5, 10, 20
30	1	2022年7月15日	用時調製	2022年7月15日	有	0.06, 0.10, 0.20, 0.50
33	10	2022年7月22日	用時調製	2022年7月22日	有	0.2,0.5,1,2

表 11-3 標準液 (別表第 6 ICP-MS 法)

機関 番号	ナトリウムの濃度 (mg/L)	調製年月日	期限設定	使用期限	硝酸 添加 の有無	(再掲) 検量線の設定濃度 (mg/L)
3	— ※1	—	—	—	—	0.5,2,8,32,64
4	200	2022年7月14日	用事調製	2022年7月14日	無	2,5,10,20,40
5	20	2022年7月13日	用時調製	2022年7月19日	有	0.1,0.2,0.5,1,4,8,20
6	0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0, 20.0, 50.0	2022年7月14日	用時調製	2022年7月14日	有	0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0, 20.0, 50.0
8	100	2022年7月7日	2週間	2022年7月21日	有	0.1, 0.4, 1.5, 5, 20
9	—	—	—	—	—	2, 5, 10, 20, 40
18	100	2022年7月13日	用時調製	2022年7月13日	有	1,2,3,4,8,12,20,40
21	1000 (標準原液か ら直接調製)	2022年7月19日	用事調製	2022年7月19日	有	0.1, 0.3, 1, 3, 10, 20
23	-	-	-	-	-	0.1,0.4,1.5,5,20,50
24	0.5,1,2,5,10,20,50 ※2	2022年7月13日	用事調製	2022年7月13日	有	0.5,1,2,5,10,20,50
25	100	2022年7月13日	用事調製	2022年7月13日	有	0.05, 0.2, 0.5, 2, 5, 20
26	10,5,2,1,0.5,0.2,0.1	2022年7月22日	用時調製	用時調製	有	0.1,0.2,0.5,1,2,5,10
27	20	2022年7月25日	用時調整	2022年7月25日	有	0.1, 0.4, 1, 2, 4, 10, 20
29	-	-	-	-	-	1,2,6,10,20
31	50	2022年7月19日	用事調製	2022年7月19日	有	1,2,4,10
32	40	2022年7月13日	3ヵ月	2022年10月13日	有	0.1, 0.4, 1, 2.5, 10, 40

※1:以下、備考欄から転載。「ナトリウム標準液については、標準原液をそのまま使用し標準液調整を行っています。」

※2:以下、備考欄から転載。「設問番号 41 の「ナトリウムの濃度(mg/L)」については、標準原液から直接希釈して検量線用標準液を調製しているため、設問番号 16 の「検量線の設定濃度(mg/L)」と同一の記載とした。」

表 11-4 標準液 (別表第 20 IC 法)

機関 番号	ナトリウム の濃度 (mg/L)	調製年月日	期限設定	使用期限	調製に使用した容器	(再掲) 検量線の設定濃度 (mg/L)
7	50	2022年7月14日	用時調整	2022年7月14日	10mL メスフラスコ	1,2,5,10,25,50
10	50	2022年7月13日	用時調整	2022年7月13日	1000mL メスフラスコ	0.5, 1, 4, 10, 25
12	50	2022年7月13日	用事調製	—	100mL メスフラスコ	4,10,25,50
13	1000	2022年7月13日	用時調製	2022年7月13日	100mL メスフラスコ	5,10,20,50
14	50	2022年7月13日	用時調整	2022年7月13日	100mL メスフラスコ	0.1, 0.2, 0.5, 2, 5, 20, 50
15	50	2022年7月13日	用時調製	2022年7月13日	200mL メスフラスコ	0.1,0.4,1.5,2.5,10,20, 40,50
16	50	2022年7月15日	1週間	2022年7月21日	100 mL メスフラスコ	1, 2, 5, 15, 25, 50
20	200	2022年7月13日	1ヶ月	2022年8月13日	100mL メスフラスコ	0.1,0.4,1,4,10,40

表 12-1 内部標準原液 (別表第 5 ICP-発光法)

機関番号	内部標準物質の種類	内部標準物質の測定波長 (nm)	種類	内部標準物質の濃度 (mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ番号	期限設定	使用期限
11	イットリウム	371.029	市販標準原液(単品)	1000	イットリウム標準液(Y 1000)	富士フイルム和光純薬	258-00661	メーカー使用期限	2024年4月30日
19	イットリウム	371.029	市販標準原液(単品)	1000	イットリウム標準液(Y1000)	関東化学	47012-1B	メーカー使用期限	2023年12月末
22	イットリウム	371.029	市販標準原液(単品)	1000	イットリウム標準液(Y 1000)	富士フイルム和光純薬	258-00661	メーカー使用期限	2023年6月末
30	イットリウム	371.029	市販標準原液(単品)	1000	イットリウム標準液(Y1000)	関東化学	47012-1B	メーカー使用期限	2023年12月末日
33	イットリウム	371.029	自己調製	1000	酸化イットリウム, 4N	関東化学	47003-33	半年	2022年10月31日

表 12-2 内部標準原液 (別表第 6 ICP-MS 法)

機関番号	内部標準物質の種類	内部標準物質の質量数	種類	内部標準物質の濃度 (mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ番号	期限設定	使用期限
3	ベリリウム	9	市販標準原液(単品)	1000	ベリリウム標準原液(Be 1000)	関東化学	04869-1B	メーカー使用期限	2022年9月30日
4	ベリリウム	9	市販標準原液(単品)	1000	ベリリウム標準原液	関東化学	04869-1B	メーカー使用期限	2023年7月31日
5	コバルト	59	市販標準原液(単品)	1000	コバルト標準液 (Co1000)	富士フイルム和光純薬	033-16181	半年	2022年12月31日
6	コバルト	59	市販標準原液(単品)	1000	コバルト標準液 (Co 1000)	富士フイルム和光純薬	033-16181	開封後1年間あるいはメーカー保証期限のいずれか早い方の期間で廃棄	2023年1月13日
8	コバルト	59	市販標準原液(単品)	1000	コバルト標準液 (Co 1000)	富士フイルム和光純薬	033-16181	メーカー使用期限	2023年9月30日
9	ガリウム	71	市販標準原液(混合)	1000	ZSTC-1786	SPEX	ZSTC-1786	メーカー使用期限	2022年8月31日
18	ベリリウム	9	市販標準原液(単品)	1000	ベリリウム標準原液	関東化学	04869-1B	メーカー使用期限	2022年9月30日
21	ガリウム	71	市販標準原液(単品)	1000	ガリウム標準液 (Ga 1000)	富士フイルム和光純薬	070-05781	1年	2022年8月3日
23	コバルト	59	市販標準原液(混合)	100	多元素混合標準液 W-XI	富士フイルム和光純薬	131-16211	メーカー使用期限	2023年7月末日
24	コバルト	59	市販標準原液(単品)	1000	PLCO2-2Y	SPEX	PLCO2-2Y	開封後1年またはメーカー使用期限の短い方	2023年2月28日
25	ガリウム	71	市販標準原液(単品)	1000	Gallium	SPEX	25-46GAY	メーカー使用期限	2023年5月31日
26	コバルト	59	市販標準原液(単品)	1002	コバルト標準液 (Co 1000)	富士フイルム和光純薬	033-16181	メーカー使用期限	2023年9月30日
27	ベリリウム	9	市販標準原液(単品)	1000	ベリリウム標準原液	関東化学	04869-1B	メーカー使用期限	2023年7月31日
29	ベリリウム	9	市販標準原液(単品)	1000	ベリリウム標準液 (Be 1000)	関東化学	04869-1B	1年	2022年9月30日
31	コバルト	59	市販標準原液(混合)	1000	ICP 汎用混合液	SPEX CertiPrep	ZSTC1786	メーカー使用期限	2023年5月
32	コバルト	59	市販標準原液(単品)	1000	コバルト標準液 (Co 1000)	富士フイルム和光純薬	033-16181	メーカー使用期限	2023年9月30日

表 13-1 内部標準液（別表第 5 ICP-発光法）

機関番号	内部標準物質の濃度(mg/L)	調製年月日	期限設定	使用期限
11	5	2022 年 7 月 23 日	用時調整	2022 年 7 月 23 日
19	40	2022 年 7 月 8 日	用事調製	2022 年 8 月 8 日
22	5	2022 年 7 月 14 日	用時調製	-
30	1	2022 年 7 月 15 日	用時調製	2022 年 7 月 15 日
33	5	2022 年 7 月 22 日	用時調製	2022 年 7 月 22 日

表 13-2 内部標準液（別表第 6 ICP-MS 法）

機関番号	内部標準物質の濃度(mg/L)	調製年月日	期限設定	使用期限	硝酸添加の有無
3	1	2022 年 7 月 14 日	用時調整	2022 年 7 月 14 日	有
4	1	2022 年 7 月 14 日	3 か月	2022 年 10 月 14 日	有
5	10	2022 年 7 月 6 日	半年	2022 年 10 月 12 日 ※1	有
6	1	2022 年 7 月 12 日	調製後 1 ヶ月以内	2022 年 8 月 11 日	有
8	0.05	2022 年 7 月 13 日	2 週間	2022 年 7 月 27 日	無
9	1	2022 年 7 月 19 日	用事調製	2022 年 7 月 19 日	有
18	10	2022 年 6 月 30 日	メーカー使用期限	2022 年 9 月 30 日	有
21	10	2022 年 7 月 1 日	1 月	2022 年 7 月 31 日	有
23	0.1	2022 年 7 月 15 日	用事調製	2022 年 7 月 15 日	有
24	0.05	2022 年 7 月 13 日	用事調製	2022 年 7 月 13 日	有
25	10	2022 年 7 月 13 日	3 ヶ月	2022 年 10 月 12 日	有
26	0.05	2022 年 7 月 22 日	用時調製	用時調製	有
27	0.025	2022 年 7 月 25 日	用時調整	2022 年 7 月 25 日	有
29	1	2022 年 7 月 13 日	用時調整	2022 年 7 月 13 日	有
31	0.05	2022 年 7 月 19 日	用事調製	2022 年 7 月 19 日	有
32	0.05	2022 年 7 月 13 日	3 か月	2022 年 10 月 13 日	有

※1:以下、備考欄から転載。「内部標準液の使用期限は開封後、半年より前にメーカー使用期限が切れるため、期限が短くなっている。」

表 14-1 硝酸（別表第 4 フレーム原子吸光法）

機関番号	製品名	メーカー名	カタログ番号	使用期限
1	硝酸 1.38	富士フイルム和光純薬	141-01366	2023 年 1 月 12 日
2	精密分析用 硝酸 1.38	シグマアルドリッチ	21-1600-5	2022 年 7 月 31 日
17	硝酸 1.42	関東化学	28163-5B	2022 年 10 月 31 日
28	硝酸 1.38(精密分析用)	富士フイルム和光純薬	149-02886	なし

表 14-2 硝酸（別表第 5 ICP-発光法）

機関番号	製品名	メーカー名	カタログ番号	使用期限
11	硝酸 1.38	関東化学	64003-03	2022 年 9 月 30 日
19	硝酸(1.42)	関東化学	64202-03	2022 年 11 月 30 日
22	硝酸 1.38	富士フイルム和光純薬	140-04016	-
30	硝酸 1.38	関東化学	28163-09	2026 年 12 月末日
33	硝酸 1.38	関東化学	28163-09	2024 年 6 月末

表 14-3 硝酸（別表第 6 ICP-MS 法）

機関番号	製品名	メーカー名	カタログ番号	使用期限
3	硝酸 1.42	関東化学	28163-5B	2023 年 2 月 28 日
4	硝酸 1.42	関東化学	28163-5B	2022 年 12 月 31 日
5	硝酸 1.42	関東化学	64202-03	2022 年 7 月 24 日
6	硝酸(1.38)	富士フイルム和光純薬	140-04016	2023 年 7 月 10 日
8	硝酸 1.38	関東化学	UN2031	2022 年 9 月 17 日
9	硝酸 1.42	関東化学	28163-5B	2022 年 10 月 31 日
18	硝酸 1.38 EL	関東化学	64003-03	2022 年 7 月 20 日
21	硝酸(1.42) 電子工業用	富士フイルム和光純薬	143-09741	2024 年 1 月 31 日
23	硝酸(1.38)	富士フイルム和光純薬	140-04016	-
24	硝酸(1.38)	富士フイルム和光純薬	140-04016	2023 年 7 月 12 日
25	硝酸 1.42	関東化学	UN2031	2023 年 7 月 12 日
26	電子工業用 EL 硝酸 1.38	関東化学	64003-03	2022 年 7 月 13 日
27	硝酸(1.38)	富士フイルム和光純薬	140-04016	2025 年 7 月 13 日
29	硝酸 1.42	関東化学	28163-5B	2022 年 7 月 31 日
31	硝酸 1.38ELグレード	関東化学	64003-03	2022 年 8 月 10 日
32	硝酸(1.38)	富士フイルム和光純薬	140-04016	2023 年 4 月 25 日

表 15-1 前処理①（別表第 4 フレーム原子吸光法）

機関番号	希釈						
	希釈の有無	希釈倍率(倍)	使用した容器	使用した容器の材質	使用した計量器具	使用した計量器具の材質	希釈試料の加熱処理の有無
1	有	100	100mL メスフラスコ	ガラス	マイクロピペット	ポリプロピレン	希釈後に加熱
2	有	100	100mL メスフラスコ	ガラス	ホールピペット	ガラス	加熱後に希釈
17	有	100	50mL メスフラスコ	ガラス	ホールピペット	ガラス	希釈後に加熱
28	有	100	100mL メスフラスコ	ポリエチレン	ホールピペット	ガラス	希釈後に加熱

表 15-2 前処理②（別表第 4 フレーム原子吸光法）

機関番号	試料の分取量 (mL)	硝酸の添加量 (mL)	加熱処理						
			加熱処理の有無	使用した容器	使用した容器の材質	加熱用機器	加熱温度 (°C)	加熱時間 (分)	加熱後の最終定容量 (mL)
1	50	5	有	50mL チューブ	ポリプロピレン	ホットプレート	120	90	50
2	10	1	有	50mL ビーカー	テフロン	ホットプレート	90	30	10
17	50	5	有	200mL ビーカー	石英	アサヒ理化 ホットプレート	200	65	50
28	50	1	有	50mL チューブ	ポリプロピレン	Smart Block II	130	60	50

表 15-3 前処理① (別表第 5 ICP-発光法)

機関 番号	希積						
	希積の 有無	希積倍 率(倍)	使用した容器	使用した 容器の材質	使用した 計量器具	使用した計量 器具の材質	希積試料の加 熱処理の有無
11	有	4	100mL メスフラスコ	ポリメチルペンテン	ホールピペット	ガラス	無
19	有	5	100mL 全量フラスコ	ポリメチルペンテン	マイクロピペット	ポリプロピレン	希積後に加熱
22	有	2.5	100mL デジチューブ	ポリプロピレン	ホールピペット	ガラス	希積後に加熱
30	有	100 ※1	50mL メスフラスコ	ポリプロピレン	ホールピペット	ポリプロピレン	希積後に加熱
33	有	50	50mL メスフラスコ、 100mL コニカルビーカー	ガラス	ホールピペット	ガラス	希積後に加熱

※1:以下、備考欄から転載。「希積については試料 5mL をホールピペットで分取し、50mL 定容。さらにそこから 5mL をホールピペットで分取し硝酸 5mL を加え、50mL 定容したものを加熱分解した。(100 倍希積)」

表 15-4 前処理② (別表第 5 ICP-発光法)

機関 番号	試料の 分取量 (mL)	硝酸の 添加量 (mL)	加熱処理						
			加熱 処理 の有無	使用した容器	使用した 容器の材質	加熱用機器	加熱 温度 (℃)	加熱 時間 (分)	加熱後の 最終定容 量(mL)
11	50	5	有	300mL ビーカー	PFA	ホットプレート	220	30	50
19	50	5	有	100mL ビーカー	テフロン	ホットプレート	150	60	50
22	50	5	有	100mL デジチューブ	ポリプロピレン	DigiPREP MS	95	120	50
30	50	5	有	100mL テフロンビーカー	テフロン	ホットプレート	200	30	50
33	50	5	有	100ml コニカルビーカー	ガラス	ホットプレート	95	60	50

表 15-5 前処理① (別表第 6 ICP-MS 法)

機関 番号	希積						
	希積の 有無	希積倍 率(倍)	使用した容器	使用した 容器の材質	使用した 計量器具	使用した計量器具 の材質	希積試料の加 熱処理の有無
3	無	—	—	—	—	—	—
4	有	5、10 ※1	100mL メスフラスコ	ポリメチルペンテン	マイクロピペット	ポリプロピレン	希積後に加熱
5	有	2	50mL デジチューブ	ポリプロピレン	マイクロピペット	ポリプロピレン	希積後に加熱
6	無	—	—	—	—	—	—
8	有	10	100mL メスフラスコ	ポリメチルペンテン	マイクロピペット	ポリプロピレン	希積後に加熱
9	有	5	50mL チューブ	ポリプロピレン	電動ピペット	ポリプロピレン	希積後に加熱
18	無	—	—	—	—	—	—
21	有	5	100mL ビーカー	PTFE	マイクロピペット、 メスシリンダー	ポリプロピレン、 ポリメチルペンテン	希積後に加熱
23	無	—	—	—	—	—	—
24	無	—	—	—	—	—	—
25	有	2	50mL チューブ	ポリプロピレン	ホールピペット	ガラス	希積後に加熱
26	有	10	100mL メスフラスコ	ポリプロピレン	ホールピペット	ガラス	希積後に加熱
27	有	5	50mL チューブ	ポリプロピレン	マイクロピペット	ポリプロピレン	加熱後に希積
29	有	2	100mL メスフラスコ	ポリプロピレン	ホールピペット	ガラス	希積後に加熱
31	有	10	50mL デジチューブ	ポリプロピレン	マイクロピペット	ポリプロピレン	希積後に加熱
32	無	—	—	—	—	—	—

※1:以下、備考欄から転載。「設問番号 74：実施要領に、「配付試料に含まれる測定物質の濃度は、概ね水質基準値の 1/10 から水質基準値の範囲内となるよう調製している。」とあったので、検量線濃度範囲に収まるよう、5 倍希積、10 倍希積した試料も測定しました。ただ、無希積試料の濃度が検量線範囲に収まったことから、無希積試料の結果を報告しています。」

表 15-6 前処理② (別表第 6 ICP-MS 法)

機関 番号	試料の 分取量 (mL)	硝酸の 添加量 (mL)	加熱処理						
			加熱 処理 の有無	使用した容器	使用した 容器の材質	加熱用機器	加熱 温度 (°C)	加熱 時間 (分)	加熱後の 最終定容 量(mL)
3	15	0.15	有	15mL チューブ	ポリプロピレン	デジプレップミニ	100	120	15
4	15	0.15	有	15mL チューブ	ポリプロピレン	ヤマト ヒーティング ブロック HF200	110	80	15
5	50	0.5	有	50mL チューブ	ポリプロピレン	Digi PREP MS	90	76	50
6	50	0.5	有	50mL DigiTUBEs	ポリプロピレン	DigiPREP MS	95	60	50
8	50	0.5	有	50mL デジチューブ	ポリプロピレン	DigiPREP Jr	95	60	50
9	50	0.5	有	50mL チューブ	ポリプロピレン	DigiPREP Jr	105	20	50
18	100	1	有	200ml ビーカー	ポリテトラフル オロエチレン	ホットプレート	100	60	100
21	100	1	有	100mL ビーカー	PTFE	ホットプレート	95	30	100 ※1
23	50	0.5	有	50mL チューブ	ポリプロピレン	DigiPREP MS	95	90	50
24	50	0.5	有	50mL チューブ	ポリプロピレン	DigiPREP MS	95	100	50
25	50	0.5	有	50mL チューブ	ポリプロピレン	DigiPREP Jr、 ホットプレート	105	60	50
26	100	1	有	100mL コニカルビーカー	ガラス	KS-HP21PK-B ホットプレート	95	30	100
27	50	0.5	有	50mL チューブ	ポリプロピレン	DigiPREP Jr	105	120	50
29	50	0.5	有	50mL デジチューブ	ポリプロピレン	DigiPREP Jr、 ホットプレート	105	120	50
31	50	0.5	有	50mL デジチューブ	ポリプロピレン	DigiPREP MS	95	60	50
32	50	0.5	有	50mL ビーカー	ガラス	デジタルホット プレート	80	30	50

※1:以下、備考欄から転載。「前処理で加熱後定容に使用した容器は、ポリメチルペンテン製の 100mL メスフラスコです。」

表 15-7 前処理 (別表第 20 IC 法)

機関 番号	希釈						ろ過	
	希釈の 有無	希釈倍 率(倍)	使用した容器	使用した 容器の材質	使用した 計量器具	使用した計量 器具の材質	ろ過の 有無	フィルターの 孔径(μm)
7	無	—	—	—	—	—	有	0.2
10	有	4	100mL メスフラスコ	ポリプロピレン	ホールピペット	ガラス	有	0.2
12	無	—	—	—	—	—	有	0.2
13	無	—	—	—	—	—	有	0.2
14	無	—	—	—	—	—	有	0.2
15	無	—	—	—	—	—	有	0.2
16	無	—	—	—	—	—	有	0.2
20	無	—	—	—	—	—	有	0.2

表 16-1 使用機器、測定条件（別表第 4 フレーム原子吸光法）

機関番号	使用機器のメーカー名	測定波長(nm)
1	島津製作所	589
2	日立製作所	589.0
17	日立ハイサイエンス	589.0
28	島津製作所	589.0

表 16-2 使用機器、測定条件（別表第 5 ICP-発光法）

機関番号	使用機器のメーカー名	測定波長(nm)
11	Varian	589.592
19	アジレントテクノロジー	589.592
22	アジレントテクノロジー	589.592
30	アジレントテクノロジー	589.592
33	SII 社	589.592

表 16-3 使用機器、測定条件（別表第 6 ICP-MS 法）

機関番号	使用機器のメーカー名	測定質量数	多原子イオン低減化用ガス
3	アジレントテクノロジー	23	ヘリウム
4	アジレントテクノロジー	23	ヘリウム
5	サーモフィッシャーサイエンティフィック	23	ヘリウム
6	アジレントテクノロジー	23	ヘリウム
8	アジレントテクノロジー	23	ヘリウム
9	パーキンエルマー	23	ヘリウム
18	アジレントテクノロジー	23	—
21	アジレントテクノロジー	23	ヘリウム
23	アジレントテクノロジー	23	ヘリウム
24	パーキンエルマー-ジャパン	23	ヘリウム
25	アジレントテクノロジー	23	ヘリウム
26	アジレントテクノロジー	23	ヘリウム
27	サーモフィッシャーサイエンティフィック	23	ヘリウム
29	アジレントテクノロジー	23	ヘリウム
31	アジレントテクノロジー	23	—
32	アジレントテクノロジー	23	ヘリウム

表 16-4 使用機器、測定条件 (別表第 20 IC 法)

機関番号	分離カラムのメーカー名	分離カラムの型式	サブレッサの使用の有無	使用機器のメーカー名	カラムオープン温度(°C)	試料注入量(μL)	溶離液の成分名	流速(mL/min)	ピークの読み取り方法
7	島津製作所(株)	Shim-pack IC-SC1	無	島津製作所(株)	40	50	7mM-メタンスルホン酸	1.0	ピーク面積
10	サーモフィッシャーサイエンティフィック	IonPac CS16	有	サーモフィッシャーサイエンティフィック	40	25	メタンスルホン酸	1.0	ピーク面積
12	サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社	DIONEX IONPac CS12A	有	サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社	40	25	メタンスルホン酸	1.0	ピーク面積
13	サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)	Dionex IonPac CS16	有	サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)	40	25	メタンスルホン酸	1.0	ピーク面積
14	Thermo Fisher Scientific	Dionex IonPac CS12A	有	Thermo Fisher Scientific	35	25	メタンスルホン酸	1.0	ピーク面積
15	サーモフィッシャーサイエンティフィック	IonPac CS17	有	サーモフィッシャーサイエンティフィック	35	25	メタンスルホン酸	1.35	ピーク面積
16	島津製作所	Shim-pack IC-C4	無	島津製作所	40	20	しゅう酸	1.0	ピーク面積
20	サーモフィッシャー	Dionex IonPac CS12A	有	サーモフィッシャー	35	25	メタンスルホン酸	1.0	ピーク面積

表 17 棄却された機関のアンケート結果

機関番号	データが逸脱した原因として想定される事項	対応策・検討した事項(予定含む)等
33	機器の不具合(精度管理サンプル到着前にメーカーとのやりとりで、入射窓、入射光学系ミラーの交換を推奨されていました。)。新たに ICP を導入していましたが、妥当性評価が間に合わず、古い ICP で測定し、報告しました。機器の不具合は、感度の低下、これにより検量線が引けない項目もありました。	サンプルは冷蔵保管していたため、新しい ICP で再測定しました。結果は、n=3 で①33.7②34.6③34.4 mg/L と、中央値と近い分析値と判りました。古い ICP は予算の関係で、修理がまだのため、使用していません。新しい ICP での妥当性評価は実施しました。

### Ⅲ 水質検査精度管理（ホルムアルデヒド）

#### 1 実施の概要

##### （1）実施項目

ホルムアルデヒド

##### （2）検査方法

ホルムアルデヒドは「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法」（平成 15 年厚生労働省告示第 261 号）（以下「告示法」という。）の別表第 19「溶媒抽出—誘導体化—ガスクロマトグラフ—質量分析法」（以下「GCMS 法」という。）、別表第 19 の 2「誘導体化—高速液体クロマトグラフ法」（以下「LCUV 法」という。）または別表第 19 の 3「誘導体化—液体クロマトグラフ—質量分析法」（以下「LCMS 法」という。）で試験するよう規定されている。

##### （3）参加機関

参加機関は 31 機関であり、その内訳は水道事業者等及び地方公共団体が 6 機関、登録水質検査機関が 25 機関であった。

##### （4）配付試料

水質基準値 0.08 mg/L（80 µg/L）の 30%程度の測定精度を確認することを目的として、試験溶液の濃度を 22.5 µg/L に設定した。

令和 4 年 7 月 11 日に配付試料を調製後、分注・梱包し発送まで冷蔵室（4℃）に保存した。以下、配付試料について示した。

#### ア 標準品及び試薬

- ・「ホルムアルデヒド標準液（1000 mg/L）」  
（関東化学株式会社製 Lot No.310K9501 保証期限 2024 年 10 月末）
- ・「アセトニトリル LC/MS 用」  
（富士フイルム和光純薬株式会社製 Lot No.TPN2501）

#### イ 試料調製用水

千葉県衛生研究所（以下「当所」という。）で製造した超純水を使用した。  
（超純水製造装置：メルク社製 Milli-Q Integral® 5）

#### ウ 配付試料の調製

ホルムアルデヒド標準液 1 mL をアセトニトリルで 10 mL に定容し、ホルムアルデヒド中間標準液（100 mg/L）を調製した。5 L メスフラスコにホルムアルデヒド中間標準液 4.5 mL を添加し、超純水で 5 L に定容し、添加用標準液を調製した。

35L ステンレス製タンクに超純水を 15 L 採取し、これに添加用標準液 5 L を加え、マグネチックスターラーで十分に攪拌し、20 L の配付試料を調製した。

#### エ 配付試料の梱包及び配付方法

「100 mL 透明ガラス瓶」60 本に試料を約 110 mL ずつ分注し、蓋を閉めた後パラフィルムで固定し、ファスナー付きビニール袋（ラミジップスタンドタイプ）に封入した。これを紙製箱に入れ、ガムテープで封をし、冷蔵室（4℃）で保存した。調製日の午後、配送業者に 30 機関分の冷蔵配送を依頼した。1 機関に対しては、調製日翌日に当所にて直接配付した。

#### オ 配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化の確認

配付試料の容器間の均一性を確認するために、調製した配付試料 60 本から無作為に 5 本の試料を抜き取り、調製日当日（0 日目）に LCMS 法に従い測定した。

次に、配付試料における保存期間中の濃度変化を確認するために、調製した試料を実施要領に基づいて冷蔵保存し、試料調製後 2 日目、4 日目及び 8 日目に各日 5 本ずつ測定した。告示法で示されている試験実施期限の「72 時間目」に該当する 5 日目の測定は行わなかったが、8 日目の測定を行い、経時変化を確認した。これらの結果を表 1 に示した。

なお、試料調製後 2 日目は、実施要領において参加機関に示した「外部精度管理開始日時」に該当する。ホルムアルデヒドの全測定濃度（20 データ）の平均値は 23.6 µg/L であり、調製濃度の 22.5 µg/L に対し、約 105% の値であった。また、変動係数は 2.7 % であった。

以上の結果より、配付した試料は、容器間で濃度均一性があり、保存期間中の濃度変化はなく、精度管理用配付試料として適切であることを確認した。

なお、LCMS 法の測定時の試料を用いて、同日に LCUV 法で同一容器の測定を行ったので、参考までにその結果を表 2 に示した。LCMS 法同様、良好な結果であった。

表 1 配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化（LCMS 法）

	容器別測定値 <sup>注)</sup> (µg/L)					平均値 (µg/L)	標準偏差 (µg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
0 日目	22.4	23.3	23.4	23.2	23.2	23.1	0.40	1.7
2 日目	22.7	23.4	23.3	23.7	23.5	23.3	0.38	1.6
4 日目	23.2	23.5	23.9	23.6	23.4	23.5	0.26	1.1
8 日目	23.0	24.9	24.3	25.2	24.0	24.3	0.86	3.5
平均 (n=20)						23.6	0.66	2.7

注) 測定値の数値の丸め方は JIS Z 8401 による

表 2 配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化 (LCUV 法)

	容器別測定値 <sup>注)</sup> ( $\mu\text{g/L}$ )					平均値 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準偏差 ( $\mu\text{g/L}$ )	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
0 日目	22.1	22.0	22.3	22.5	22.4	22.3	0.21	0.9
2 日目	22.9	22.8	23.2	22.9	22.4	22.8	0.29	1.3
4 日目	22.9	22.8	22.5	22.4	22.5	22.6	0.22	1.0
8 日目	22.5	22.3	23.3	24.2	22.2	22.9	0.85	3.7
平均 (n=20)						22.7	0.50	2.2

注) 測定値の数値の丸め方は JIS Z 8401 による

当所における測定条件等

①LCMS 法

<装置等>

すべて島津製作所(株)製を使用

液体クロマトグラフー質量分析計	LC30AD-LCMS-2020 システム
分離カラム	Shim-pack FC-ODS 2.0 mm $\times$ 75 mm, 3 $\mu\text{m}$

<測定条件等>

検量線	点数	4
	設定濃度( $\mu\text{g/L}$ )	8, 20, 40, 80
	フィッティング方法	直線
	定量下限値( $\mu\text{g/L}$ )	8
確認用試料	設定濃度( $\mu\text{g/L}$ )	20
測定条件	カラム温度( $^{\circ}\text{C}$ )	30
	試料注入量( $\mu\text{L}$ )	1
	移動相	A 液: 精製水 B 液: アセトニトリル
	流速( $\text{mL/min}$ )	0.2
	送液条件(A 液 : B 液)	50:50
	質量分析計	LCMS-2020
	イオン化法	ESI ネガティブ
	濃度の算出方法	ピーク面積
	イオン検出方法	SIM
モニターイオン( $m/z$ )	209	

## ②LCUV 法

<装置等>

分析機器は島津製作所(株)製を使用

液体クロマトグラフ-PDA	LC-30AD-SPD-M20A
分離カラム	ジーエルサイエンス(株)製 InertSustain C18 4.6 mm ×150 mm, 5 μm

<測定条件等>

検量線	点数	4
	設定濃度(μg/L)	8, 20, 40, 80
	フィッティング方法	直線
	定量下限値(μg/L)	8
確認用試料	設定濃度(μg/L)	20
測定条件	カラム温度(°C)	40
	試料注入量(μL)	20
	移動相	A 液 : 精製水 B 液:アセトニトリル
	流速(mL/min)	1.0
	送液条件(A 液 : B 液)	50:50
	検出器	フォトダイオードアレイ検出器(SPD-M20A)
	測定波長(nm)	360

### (5) 実施期間

ア 試料発送年月日 令和4年7月11日(月)

イ 報告書等の提出期限

電子ファイル及び書類(紙)ともに令和4年8月3日(水)を必着とした。

### (6) 実施方法

参加機関は、実施要領及び各機関の検査実施標準作業書(以下「SOP」という。)に従い、前処理以降の操作を1測定実施し、試験結果報告書及び関係書類を当所に提出することとした。ホルムアルデヒドの報告値については統計処理の都合上、有効数字を3桁(μg/L)とした。

### (7) 評価基準

Grubbsの棄却検定を行い、測定値が5%棄却限界値を超える機関を除外する。その後、Zスコア及び誤差率を算出し、「Zスコアの絶対値が3以上かつ誤差率が±20%を超えた場合」に該当する機関は精度が良好でないと評価する。

## 2 実施結果及び評価

### (1) 報告データ数

参加機関数は31であった。除去された機関はなかったため、データ数は31であった。

## (2) 実施結果

全 31 機関の報告値について、危険率 5% で Grubbs の棄却検定をおこなったところ、棄却された機関はなかった。全 31 機関の報告値を最小値から昇順に並べ 1 から 31 まで付番し、機関番号とした。以降、当該番号をデータの集計に用いる各機関の識別番号とした。報告値の集計結果を表 3 に示した。

表 3 参加機関からの報告値の集計結果

機関番号	分析方法	報告値 (µg/L)	Zスコア※	誤差率 (%)
1	GCMS	17.8	-3.0	-20.5
2	GCMS	18.5	-2.5	-17.4
3	LCMS	19.1	-2.1	-14.7
4	GCMS	19.8	-1.7	-11.6
5	GCMS	20.0	-1.5	-10.7
6	GCMS	20.8	-1.0	-7.1
7	GCMS	20.9	-1.0	-6.7
8	LCUV	21.0	-0.9	-6.2
9	LCUV	21.1	-0.8	-5.8
10	GCMS	21.2	-0.8	-5.4
11	GCMS	21.5	-0.6	-4.0
12	LCUV	21.6	-0.5	-3.6
13	GCMS	22.0	-0.3	-1.8
14	GCMS	22.2	-0.1	-0.9
15	LCUV	22.4	0.0	0.0
16	LCMS	22.4	0.0	0.0
17	GCMS	22.6	0.1	0.9
18	GCMS	22.6	0.1	0.9
19	LCUV	22.8	0.3	1.8
20	LCUV	22.8	0.3	1.8
21	GCMS	23.0	0.4	2.7
22	GCMS	23.1	0.4	3.1
23	GCMS	23.1	0.4	3.1
24	GCMS	23.2	0.5	3.6
25	LCUV	23.2	0.5	3.6
26	LCUV	23.5	0.7	4.9
27	LCUV	23.6	0.8	5.4
28	GCMS	23.6	0.8	5.4
29	GCMS	24.0	1.0	7.1
30	LCUV	24.9	1.6	11.2
31	GCMS	26.8	2.8	19.6

※Zスコアは小数点第二位を四捨五入して小数点第一位までの値として表示している。

機関番号1は、Zスコアの絶対値は3未満(2.95)であったことから評価基準を満たした。

- ・機関番号は、配付試料の測定値を、小から大に並び替えたデータ集計用の番号である。
- ・Zスコアは中央値、第1四分位及び第3四分位から計算した。
- ・誤差率は各機関の測定結果から中央値を差し引いて百分率を計算した。

### (3) 基本統計量及びヒストグラム

全31データの基本統計量を表4、各機関における報告値のヒストグラムを図1に示した。なお、基本統計量は四捨五入し、有効数字3桁で記載した。

表 4 基本統計量

データ数	31
最大値(μg/L)	26.8
第 3 四分位(μg/L)	23.2
中央値(μg/L)	22.4
第 1 四分位(μg/L)	21.1
最小値(μg/L)	17.8
標準偏差(μg/L)	1.83
平均値(μg/L)	22.1

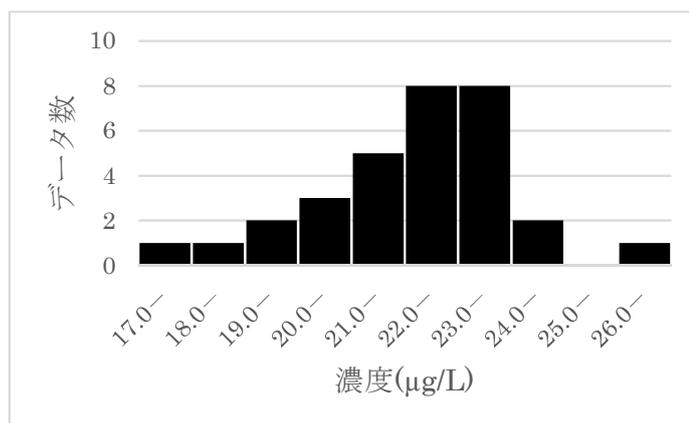


図 1 各機関における報告値のヒストグラム

#### (4) 評価

実施要領で定めた評価基準である「Z スコアの絶対値が 3 以上かつ誤差率が±20%を超えた機関」はなく、すべての機関が評価基準を満たす結果であった。

### 3 データ集計及び解析

全 31 機関から報告された報告内容についてデータの集計及び解析を行った。

#### 【共通事項】

##### (1) 報告書の提出期限

書類の提出期限を 1 日超過した機関が 1 機関（機関番号 8）あったが、その他の機関は提出期限までに電子ファイル及び書類を提出した。

##### (2) 試料保存温度、試験開始日時、試料開封日時及び機器分析開始日時（表 5）

試料の保存について、告示法では「速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72 時間以内に試験する」と規定されている。全 31 機関において、試料は 4~10℃の温度で保存していると報告があり、検査開始まで適切に冷蔵保存されていた。また、全ての機関が実施要領で規定した外部精度管理開始日時から 72 時間以内に試験を開始していた。

試料開封日時については、試験開始日の前日に開封した 1 機関を除き、試験開始日時とほぼ同じ時間に開封していた。

機器分析開始日時については、「機器で分析を開始した日時を記入」するように注意事項を示したが、試験開始日時前に開始したと報告した機関が 1 機関あった。また、試験開始日の翌日に開始した機関が 4 機関あった。機器等の問題が生じたのかは不明であるが、試験溶液調製後は速やかに分析することが望ましい。

##### (3) 試験方法

試験方法は、GCMS 法に従い実施した機関が 19 機関、LCUV 法に従い実施した機関が 10 機関、LCMS 法に従い実施した機関が 2 機関であった。試験方法別のサンプル数が不足してお

り、試験方法の違いによる基本統計量の比較評価は適切ではないが、参考までにそれぞれの試験方法別の基本統計量を表 6 に示した。

GCMS 法、LCUV 法及び LCMS 法の中央値はそれぞれ 22.2 µg/L、22.8 µg/L 及び 20.8 µg/L であり LCMS 法で若干低い測定値を示したが、おおむね同様の測定結果であった。

表 6 試験方法別基本統計量

	GCMS 法	LCUV 法	LCMS 法
データ数	19	10	2
最大値(µg/L)	26.8	24.9	22.4
第 3 四分位(µg/L)	23.1	23.4	21.6
中央値(µg/L)	22.2	22.8	20.8
第 1 四分位(µg/L)	20.9	21.8	19.9
最小値(µg/L)	17.8	21.0	19.1
標準偏差(µg/L)	2.02	1.15	1.65
平均値(µg/L)	21.9	22.7	20.8

#### (4) 一斉分析項目、妥当性評価 (表 7)

水道水質要検討項目であるアセトアルデヒドと水質基準項目であるホルムアルデヒドとの同時分析法\*が報告されており、アセトアルデヒドを含めた他物質との同時分析に関する状況を把握するために報告を求めたが、すべての機関がホルムアルデヒドの単独分析と報告した。しかし、参加機関から提出された SOP を確認したところ、アセトアルデヒドとの同時分析法を採用した SOP を提出した機関が 1 機関あった。

妥当性評価については「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(平成 29 年 10 月 18 日付け薬生水発 1018 第 1 号)(以下「妥当性評価ガイドライン」という。)において、「検量線の評価」及び「添加試料の評価」を行うことが規定されている。

検量線の評価は全 31 機関が実施していると報告したが、添加試料の評価は 1 機関(機関番号 22)が未実施との報告であった。しかし、「添加をおこなった水」、「評価した濃度」の項目にデータの記載があったため、当該機関が提出した妥当性評価書を確認したところ、水道水に定量下限値濃度を添加して評価しているとの記載があった。そのため、全 31 機関が検量線及び添加試料の評価を実施していると判断した。

添加試料の評価を行った水の種類は、水道水が 21 機関、水道水及び精製水(純水含む)が 5 機関、Volvic が 1 機関(機関番号 15)、精製水が 4 機関(機関番号 1、4、13、21)であった。「添加する水は原則として検査対象物を含まない水道水とされており、検査対象物が水道水の常在成分である場合等には、定量下限値における評価は精製水又はミネラルウォーター等を用いる」とされている。さらに、「この場合であっても水道水を用いて常在成分の影響が無いとみなせる濃度で妥当性を評価すること」が妥当性評価ガイドラインで求められている。そのため、妥当性評価ガイドラインを遵守して妥当性評価を実施した場合、「添加をおこなっ

た水」の種類は「水道水」または「水道水及び精製水」となっている必要がある。これら以外の回答をした機関が 5 機関（機関番号 1、4、13、15、21）あった。

一方、「評価した濃度」の欄には、水の種類である「水道水」または「水道水及び精製水」に対応した添加濃度がそれぞれ記載されている必要がある。7 機関（機関番号 1、3、4、13、15、20、21）については、これらを満たす適切な記載とはなっていなかった。また、報告書に記載された「添加をおこなった水」と「評価した濃度」に記載されている水の種類が一致していない機関（機関番号 3、15、20）が 3 機関あった。

機関番号 15 は、添加を行った水を Volvic と報告していたが、評価した濃度において、Volvic 及び水道水の濃度が報告されており、また妥当性評価書においても水道水での評価結果が記載されていたため、水道水の評価を行っていると判断した。なお、水道水への添加濃度を 2 種類報告していた機関番号 31 について、妥当性評価書を確認したところ、水道水への添加濃度を自機関の定量下限値である 0.003 mg/L 及び 0.01 mg/L の 2 濃度で実施しており、ともに妥当性評価を満たす結果であった。

参加機関の約 1/4 にあたる 7 機関（機関番号 1、3、4、13、15、20、21）が、妥当性評価の実施状況について自機関の実施状況を正しく報告していないことが確認された。これらの機関については、妥当性評価ガイドラインに規定されている実施内容等について再度確認する必要がある。

※小林ら、水環境学会誌、Vol.39、No.6、211-224(2016)

## 【GCMS 法】

GCMS 法を用いた 19 機関から報告された内容について、データの集計及び解析を行った。

### (5) 検量線（表 8 及び 9）

#### ア 直線性

全 19 機関の決定係数( $r^2$ )は 0.998~1.00 の範囲であり、いずれの機関も良好な直線性を示していた。

#### イ フィッティング方法

直線を採用していた機関が 18 機関、2 次曲線を採用していた機関が 1 機関あった。妥当性評価ガイドラインでは、検量線の回帰式にはできるだけ直線回帰モデルを用いるとされている。2 次曲線を使用した場合、直線と比較し不確かさが増加する可能性があるため、検量線の濃度範囲を狭くするなど、最適なフィッティング方法を選択することが重要である。

2 次曲線を使用していた機関の SOP を確認したところ、フィッティング方法の種類は SOP において規定されていなかった。当該機関の検量線のデータを確認したところ、フィッティング方法として直線を採用した場合においても、良好な決定係数( $r^2$ )を示すと推察されるデータであった。

#### ウ 検量線点数及び設定濃度

告示法では、「検量点の数は4点以上設定すること」となっており、全19機関で検量点は4点以上設定されていた。検量点の数は4点の機関が6機関、5点の機関が9機関、6点の機関が3機関、7点の機関が1機関であった。

告示法では、「1~100 µg/Lの濃度範囲内で調製する」と規定されており、全19機関が告示法の濃度範囲内で調製していた。

#### エ 検量線の調製

検量線の作成について、告示法では「ホルムアルデヒド標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて50 mLとする」と規定されている。全19機関でメスフラスコを使用していたが、10~200 mLの容量のメスフラスコを使用している機関が7機関あった。また、使用した計量器具についてはマイクロシリンジ、ホールピペット、デジタルピペットが使用されており、マイクロシリンジを使用している機関が最も多かった。

告示法では、検量線の作成に使用する計量器具について規定はない。マイクロシリンジは精度が良く溶媒の揮発も少ないため使用されることが多いが、手技の差が出やすい。また、マイクロピペットは操作は簡便だが、溶媒を扱う時には溶媒の揮発により正確に計量できない場合があるため、十分な回数プレリンスを行うなど適切に操作し精度良く計量する必要がある。それぞれの器具の特性を理解し、適切な器具を選択し、SOPに規定した計量器具を用いて適切に計量することが重要である。

#### オ 検量線の定量下限値及び設定理由

定量下限値は、全19機関が基準値の1/10(8 µg/L)以下の濃度で設定していた。その内訳は1 µg/Lが4機関、2 µg/Lが2機関、4 µg/Lが1機関、5 µg/Lが2機関、8 µg/Lが10機関であった。また、定量下限値の設定理由は、基準の1/10または1/10以下の濃度とした機関が16機関、告示法の濃度範囲の下限(1 µg/L)の濃度とした機関が2機関、告示法の濃度範囲の下限及び空試験値から定量下限値を設定(2 µg/L)した機関が1機関であった。

#### (6) 確認用試料 (表9)

全19機関がオートサンプラーを使用していた。告示法では、「オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に検量線の作成で調製した一定の濃度の試料を測定し、算定された濃度と調製濃度との差が±20%を超えないこと」と規定されている。

全19機関の確認用試料の設定濃度は、2~50 µg/Lであった。誤差率は-10~6%の範囲であり、いずれの機関も±20%以内であった。確認用試料の濃度については、告示法において規定されていないため、各検査機関において濃度を規定する必要があるが、一般的に高濃度試料に比べ低濃度試料の方が機器分析の測定のバラツキが大きくなることから、検量線濃度範囲の状況、機器の性能などを考慮し、検量線濃度範囲内のなるべく低い濃度に設定することが望ましい。本精度管理で参加機関が設定した確認用試料の濃度は、基準値の1/10濃度で

ある 8 µg/L に対し 25%~625%の範囲であった。確認用試料の測定頻度は、1 機関（機関番号 18）のみ試験終了後だけ実施しているとの報告であったが、当該機関の SOP を確認したところ、「おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試験終了後」に実施するとの記述があった。当該機関からはサンプルスケジュールの提出がなかったため、本精度管理に対する実施状況については不明であった。その他の機関は妥当性評価ガイドラインに従い、おおむね 10 試料ごと及び試料の試験終了後に測定を実施していると報告していた。

#### (7) 空試験（表 10）

告示法では、精製水を一定量採り、試料と同様に試験操作を行い、その濃度が検量線の濃度範囲の下限值を下回ることを確認するよう規定している。

全 19 機関が空試験を実施しており、検量線の濃度範囲の下限值未滿と回答した機関が 13 機関あったが、その他の 6 機関（機関番号 1、5、7、13、29、31）については検量線の濃度範囲の下限值ではない濃度未滿と報告していた。

機関番号 1 は、検量線の最低濃度を 5 µg/L、定量下限値を 8 µg/L と報告していたが、提出された SOP では定量下限値は 5 µg/L と記載されていた。機関番号 5 は、検量線の最低濃度を 1 µg/L、定量下限値を 8 µg/L、空試験の測定結果を 8 µg/L 未滿と報告していた。機関番号 7 は、検量線の最低濃度を 6 µg/L、定量下限値を 8 µg/L、空試験の測定結果を 8 µg/L 未滿と報告していた。機関番号 13 は、検量線の最低濃度を 1 µg/L、定量下限値を 2 µg/L、空試験の測定結果を 2 µg/L 未滿と報告していたが、当該機関の SOP では定量下限値は 1 µg/L と記載されていた。機関番号 29 は、検量線の最低濃度を 1 µg/L、定量下限値を 8 µg/L、空試験の測定結果を 8 µg/L 未滿と報告していた。当該機関の SOP には定量下限値についての記載がなく、空試験において検量線濃度範囲の下限值を下回ることと記載されていた。また、提出された妥当性評価書では定量下限として Volvic に 1 µg/L 添加していると記載があった。機関番号 31 は、検量線の最低濃度を 3 µg/L、定量下限値を 8 µg/L、空試験の測定結果を 8 µg/L 未滿と報告していた。特段の理由がない限り、検量線の下限值濃度を定量下限値とすることが一般的であり、告示法の空試験の記載において、空試験の検量線濃度範囲の下限值を下回ることと記載されているのは、この一般的な原則に基づくものと考えられる。SOP には定量下限値を明記すること、特段の理由があり検量線の最低濃度と定量下限値が異なる場合には、自機関の定量下限値に関する運用方法について SOP に明記し、妥当性評価の実施に際しても適切に実施することが必要である。

#### (8) 標準原液及び標準液（表 10 及び 11）

全 19 機関が市販の標準原液を使用しており、その濃度はすべて 1000 mg/L であった。ホルムアルデヒド標準液の濃度は、告示法で規定されている 10 mg/L が 18 機関、20 mg/L が 1 機関（機関番号 17）であった。また、告示法では標準液の使用期限を都度調製と規定しているが、告示法に従い都度調製としていた機関は 18 機関、調製日から 6 ヶ月としていた機関が 1 機関（機関番号 29）であった。

(9) 内部標準原液及び内部標準添加ヘキサン (表 12 及び 13)

ア 内部標準原液

内部標準原液について、告示法では「濃度は 1000 mg/L」と規定されている。調製濃度は全機関が告示法の規定濃度であり、市販標準原液を使用している機関が 18 機関、自家調製している機関が 1 機関であった。市販標準原液を使用していた機関は、試薬メーカーが定める使用期限内の使用であった。また、自家調製していた機関の SOP を確認したところ、調製後 1 年間の使用期限を設定していた。

イ 内部標準添加ヘキサン

内部標準添加ヘキサンは、告示法では「内部標準原液をヘキサンで 2000 倍に薄めたもの」と規定されており、内部標準である 1-クロロデカンの濃度は 0.5 mg/L である。1-クロロデカンの濃度を 0.5 mg/L と報告した機関は 17 機関、2 mg/L と報告した機関は 1 機関 (機関番号 17)、500 mg/L と報告した機関は 1 機関 (機関番号 5) であった。

告示法と異なる濃度で調製していた 2 機関の SOP を確認したところ、機関番号 17 は、SOP では内部標準原液をヘキサンで 500 倍希釈した内部標準液(2 mg/L)を 4 mL 添加するとの記載があり、試験溶液中の 1-クロロデカンの最終濃度は、告示法規定の濃度より高い濃度になっていることが確認された。その他の 1 機関については、SOP において告示法の規定濃度である 0.0005 mg/mL(0.5 mg/L)に調製することとなっており、単位を間違えたことによる報告ミスと判断した。

告示法では「使用期限は都度調製」となっており、都度調製 (使用期限を調製日としている機関含む) していた機関は 16 機関であった。一方、告示法の規定と異なる使用期限を設定していた機関は 3 機関あり、2 週間が 1 機関 (機関番号 14)、6 ヶ月が 2 機関 (機関番号 5、29) であった。

(10) 前処理 (表 13 及び 14)

ア 試料の分取量と希釈の有無

告示法では、「試料分取量は 50 mL」と規定されている。50 mL 分取していた機関は 15 機関、25 mL 分取していた機関は 4 機関であった。告示法では、「検水に含まれるホルムアルデヒドの濃度が 0.1 mg/L を超える場合には、0.001~0.1 mg/L となるように精製水を加えて 50 ml に調製したもの」と規定されており、25 mL 採取していた 4 機関は、すべて 2 倍希釈を実施し、試料分取量を 50 mL としていた。また、1 機関は試料分取量を 50 mL とし、5 倍希釈を実施していた。これらの 5 機関は、検量線の最大濃度が比較的低い濃度 (機関番号 13 が 50 µg/L、機関番号 18 が 20 µg/L、機関番号 22 が 40 µg/L、機関番号 28 が 20 µg/L、機関番号 29 が 20 µg/L) に設定されていることから、試験溶液を希釈することを前提とした SOP であると考えられる。しかし、ほとんどの機関の SOP 及び試験記録では、希釈の実施の有無等について明記されておらず、また、希釈していない試験溶液と希釈した試験溶液の片方もしくは両方を分析するのかが明記されていなかった。また、二つの測定値の

結果の採用に関する規定についても SOP 及び記録用紙に記述がなかった。さらに希釈倍数を考慮した最終的な測定結果の計算過程が確認できる定型化した記録様式も確認できなかった。

過去の精度管理において、試験溶液の希釈倍数に起因した報告ミスがあり、精度不良となった機関が複数あった。希釈という操作は、報告値に間違いを生じさせるリスクのひとつと考えられることから、希釈が不要となる検量線濃度範囲への変更や、希釈を実施する場合には SOP において希釈の実施方法について規定し、希釈に関する記録用紙を適切に整備し、検査結果を確認することが必要と考えられる。

## イ 前処理

### ① ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン溶液

告示法では、ホルムアルデヒドをフッ素誘導体化する方法として、「ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン溶液を 3 mL 加えて 2 時間静置すること」となっている。参加機関の添加量は全て告示法で規定されている 3 mL であり、反応時間は 1 機関を除き 2 時間であった。24 時間と報告していた 1 機関（機関番号 29）の SOP を確認したところ、2 時間との記載があったが、報告された機器分析開始日時が 7 月 14 日 20 時 38 分（表 5）であり、実施記録においても 7 月 14 日は誘導体化までの操作を実施したと記録されていることから、反応時間は報告書のとおり 24 時間であったと判断した。SOP において、反応時間は 2 時間と規定しているため、24 時間の誘導体化反応は SOP 逸脱と考えられる。一方、その他の機関は添加量、反応時間を告示法の規定のとおり報告していた。

### ② 硫酸（1+1）及び塩化ナトリウム

告示法では「硫酸（1+1）を 0.8 mL、塩化ナトリウムを 20 g 加えて混合すること」となっている。17 機関が告示法に従い添加していたが、2 機関（機関番号 2、17）は告示法と異なる添加方法を実施していた。そのうち、1 機関（機関番号 2）は（1+2）硫酸を 1 mL、残りの 1 機関（機関番号 17）は硫酸（1+1）を 1 mL 加えたと報告していた。

### ③ 内部標準添加ヘキサン

告示法では、内部標準物質の添加方法として、「内部標準添加ヘキサン 5 ml を加えて 5 分間激しく振り混ぜて数分間静置すること」となっている。内部標準ヘキサンの添加量は 18 機関が告示法の規定に従っていたが、1 機関（機関番号 17）は告示法と異なる 4 mL を添加していた。振とう時間については全機関が告示法の規定のとおり 5 分であった。静置時間については、表 15 のとおりであった。告示法では数分間と規定されているが、検査が同一条件で実施され、再現性が確保されるように、静置時間を決めていない 9 機関については、SOP で静置時間を規定することが望ましい。

表 15 静置時間

報告された静置時間	機関数
数分 (間)	2
2 分間	1
5 分間	4
10 分間	4
30 分間	1
決めていない	7

④ ヘキサン層分取量及び無水硫酸ナトリウム

ヘキサン層の分取量について、告示法には規定がない。ヘキサン層の分取量について、分取可能な全量と報告していた機関が 10 機関、分取量を定めている (1~5 mL) と報告した機関は 5 機関、決めていないと報告した機関は 4 機関であった。

無水硫酸ナトリウムの添加量について、告示法では「少量」と規定されている。無水硫酸ナトリウムの添加量を一定量 (0.1~3 g) としている機関が 6 機関、少量または決めていないと報告した機関が 13 機関あった。また、脱水時間 (3 分、15 分、30 分) を定めている機関は 3 機関あり、その他 16 機関は決めていないと報告した。ヘキサン層の分取量、無水硫酸ナトリウムの添加量及び脱水時間については、検査が同一条件で実施され、再現性が確保されるように、これらの機関については SOP で規定することが望ましい。

(1 1) ガスクロマトグラフ、質量分析計 (表 16)

ガスクロマトグラフー質量分析計は、島津製作所製が 15 機関、アジレントテクノロジー製が 3 機関、ガスクロマトグラフはアジレントテクノロジー製、質量分析計は日本電子製を組み合わせた機関が 1 機関あった。質量分析計は、全ての機関が四重極型を使用していた。

なお、ガスクロマトグラフと質量分析計を逆に報告していた機関があった。分析者は機器の不調時において、サポートセンターへの問い合わせ等の自己対応、メーカー修理等に関して、機器管理責任者とともに機器使用者として適切に対応する必要がある。そのため、機器の情報を正確に把握しておくことは重要と考えられる。

(1 2) 分離カラム (表 17)

告示法では分離カラムについて、「内径 0.20~0.53 mm、長さ 25~30 m の熔融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に 100%ジメチルポリシロキサンを 0.10~0.30 μm の厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの」と規定されている。内径は全機関が例示の範囲内であり、0.25 mm が 17 機関、0.32 mm が 2 機関であった。カラムの長さは 60 m と報告した 1 機関を除き、その他 18 機関は 30 m であった。分離カラムの固定相 (カラム液相) として例示されている 100%ジメチルポリシロキサンは、米国薬局方の固定相のコード番号 (USP コード) において G1 または G2 相当となり、無極性カラムに該当する。参加機関が使用した分離カラムは、9 機関が G1 または G2 相当の無極性カラム、10 機関が G27 等の微極性または低極性カラムであった。膜厚については 0.25~1.5 μm のカラムが用

いられていた。膜厚を厚くすることにより試料負荷量を増加させることが可能となるが、分析時間が長くなること、昇温分析時のベースラインのドリフトが大きくなることが問題となる。検量線濃度、試料注入量、分析時間など様々な条件を考慮し、適切な分離カラムを選択することが必要である。

#### (1 3) 測定条件 (表 18)

測定条件は表 18 のとおりであった。分析に用いるキャリアーガスは、告示法では「純度 99.999 v/v%以上のヘリウムガス又はこれと同程度の感度を得られるもの」と規定されている。キャリアーガスとしてヘリウムを使用していた機関が 18 機関、水素ガスを用いていた機関が 1 機関あった。

なお、昨今のヘリウムガス供給不足をうけて、令和 4 年 5 月 13 日付け厚生労働省医薬・生活衛生局水道課事務連絡が発出され、妥当性評価ガイドラインを満たすことを条件に、水素ガス等のキャリアーガスを使用することは差し支えないと通知されている。キャリアーガスに水素ガスを用いる場合には、妥当性評価を満たすことを確認し、また分析機器設置場所の換気環境などを整備し、安全性の確保に留意する必要がある。

#### (1 4) 定量方法 (表 19)

定量方法について、告示法では「ピーク高さ又はピーク面積の比で濃度を算出する」と規定されている。全 19 機関がピーク面積を定量に用いていた。

フラグメントイオンの  $m/z$  値について、告示法ではフッ素誘導体化した「ホルムアルデヒドは 181、195、161 のフラグメントイオンのピーク高さまたはピーク面積と 1-クロロデカン は 91、105 のフラグメントイオンのピーク高さまたはピーク面積との比を求め濃度を算出すること」となっている。ホルムアルデヒドのフラグメントイオンの  $m/z$  値については、複数報告した機関が多かったが、定量イオンの  $m/z$  値だけではなく、定性確認イオンとしての  $m/z$  値を含めて報告したものと考えられた。内部標準物質である 1-クロロデカンについても同様に、内部標準に用いる定量イオンと定性確認イオンの両方を報告した機関が多かった。以上の結果から、すべての機関が告示法で規定されたフラグメントイオンを選択し、定量を行っているものと判断した。

### 【LCUV 法】

LCUV 法を用いた 10 機関から報告された内容について、データの集計及び解析を行った。

#### (1 5) 検量線 (表 20、21)

##### ア 直線性

全 10 機関の決定係数( $r^2$ )は 0.999~1.00 の範囲であり、いずれの機関も良好な直線性を示していた。

##### イ フィッティング方法

全 10 機関が直線を採用していた。

#### ウ 検量線点数及び設定濃度

告示法では、「検量点の数は4点以上設定すること」となっており、全10機関で4点以上設定されていた。検量点の数は4点の機関が7機関、5点の機関が3機関であった。

告示法では、「5~100 µg/Lの濃度範囲内で検量線を調製する」と規定されており、全10機関が告示法の濃度範囲内で調製していた。

#### エ 検量線の調製

検量線の作成について、告示法では「ホルムアルデヒド標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて10 mLとする」と規定されている。全10機関でメスフラスコが使用されていたが、告示法と異なる容量の50 mL及び100 mLのメスフラスコを使用している機関が4機関（機関番号20、26、27、30）あった。また、使用した計量器具についてはマイクロシリンジ、ホールピペット、マイクロピペットが使用されていた。

#### オ 検量線の定量下限値及び定量下限値の設定理由

定量下限値は、全10機関が基準値の1/10(8 µg/L)以下の濃度で設定していた。その内訳は5 µg/L、8 µg/Lがそれぞれ5機関であった。また、定量下限値の設定理由は、基準の1/10以下の濃度に設定した機関が8機関、告示法の濃度範囲の下限(5 µg/L)とした機関が2機関であった。

#### (16) 確認用試料（表21）

全10機関がオートサンプラーを使用していた。

全10機関の確認用試料の設定濃度は、10~40 µg/Lの範囲であった。また、誤差率は-13.5~2%であり、いずれの機関も±20%以内であった。確認用試料の測定頻度は、全機関がおおむね10試料ごと及び試料の試験終了後に実施していた。

#### (17) 空試験（表22）

告示法では、精製水を一定量採り、試料と同様に試験操作を行い、その濃度が検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認するよう規定している。

全10機関が空試験を実施しており、検量線の濃度範囲の下限値未満と回答した機関が9機関あったが、1機関（機関番号19）については、検量線の濃度範囲の下限値ではない濃度未満と報告していた。機関番号19は、検量線の最低濃度を5 µg/L、定量下限値を8 µg/Lと報告していた。なお、当該機関は、SOPにおいて報告範囲を8 µg/L以上、測定可能範囲を5 µg/L以上と記載していた。

#### (18) 標準原液及び標準液（表22及び23）

標準原液については、9機関が市販の標準原液を使用し、1機関が自家調製していた。市販の標準原液を使用していた1機関は、その濃度を986 mg/Lと報告していた。検査記録を確認したところ、製品名として示されている1000 mg/Lの濃度ではなく、ロット毎に個別に示されるJCSS値付けの濃度を報告し、また定量計算にもその濃度を使用しているものと考え

えられた。ホルムアルデヒド標準液の濃度は、全機関が告示法で規定されている 10 mg/L と報告した。また、全機関が告示法の規定どおり使用期限を都度調製と報告していた。

#### (19) 試薬 (表 24)

参加機関が用いた試薬は表 24 のとおりであった。機関番号 30 は、リン酸についてシグマアルドリッチ製を使用したと報告しており、製品検索を行ったところ、製品番号ではなく CAS 番号を報告していることが確認された。検査に使用する市販の試薬等については、購入ミスや取り間違いが起きないように SOP にメーカー名、製品番号、同等品の使用可否等を規定し、適切に使用することが必要である。

#### (20) 調製試薬 (表 25)

リン酸 (1+4) の調製量は 10~250 mL、DNPH の調製量は 50~100 mL の範囲で両調製試薬ともに、告示法に従い適切に調製されていた。使用期限については、調製日の報告を求めなかったため、報告内容及び各機関の SOP を確認したところ、両調製試薬ともに全機関が期限を設定し、その期限は都度調製~1年の幅で設定されていた。

#### (21) 前処理 (表 26)

試料の分取量については、全機関が告示法の規定に従い 10 mL であった。希釈を実施している機関はなかった。また、全機関が告示法の規定に従い、リン酸 (1+4) の添加量は 0.2 mL、DNPH の添加量は 0.5 mL で静置時間 20 分であった。

#### (22) 液体クロマトグラフ、検出器 (表 27)

液体クロマトグラフ及び検出器は、いずれの機関も同一メーカーの製品を組み合わせで使用しており、その内訳は島津製作所製が 7 機関、日立製作所製、アジレントテクノロジー製及び日本分光製がそれぞれ 1 機関であった。検出器は紫外外部吸収検出器が 6 機関、フォトダイオードアレイ検出器が 4 機関であった。なお、報告のあった検出器の型番号から検索したところ、フォトダイオードアレイ検出器を紫外外部吸収検出器と報告した機関が複数確認された。単波長検出器とフォトダイオードアレイ検出器は、検出感度の違いなど検出器としての特徴が異なることから、使用機器の情報について、分析者は正確に把握しておく必要がある。

#### (23) 分離カラム (表 28)

告示法では分離カラムについて「内径 2~5 mm、長さ 15~25 cm のステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が 2~5  $\mu\text{m}$  のシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの」と規定されている。カラム内径は全機関が告示法例示の範囲内であり、2.1 mm が 1 機関、3.0 mm が 2 機関、4.6 mm が 7 機関であった。カラムの長さは、1 機関が 7.5 cm、その他 9 機関は 15 cm であった。分離カラムの固定相として例示されているオクタデシルシリル基を化学結合したシリカゲル充填のカラムは、逆相系カラムの代表的

なカラムであり、参加機関が使用した分離カラムは例示のカラムと同系統のものが用いられていた。粒径については 3.5  $\mu\text{m}$  が 2 機関、5  $\mu\text{m}$  が 8 機関であった。

#### (2 4) 測定条件、定量方法 (表 29)

##### ア 測定条件

カラムオープンの温度は、1 機関が 30°C、その他 9 機関は 40°C 設定であった。30°C と報告した機関の SOP を確認したところ、40°C 設定と記載されており、報告ミスと判断した。カラムオープンについては、クーラー機能の有無により室温付近でのカラムの温調能力に差が生じる。そのため、検査対象項目を同定するための重要な指標となる保持時間を安定させるためには、機器を設置している室内の設定温度とカラムオープン設定温度との明確な温度差 (10°C 以上) を設けることが重要となる。

試料注入量は 10~50  $\mu\text{L}$  と幅があった。試料注入量の増加は、検査対象成分のシグナル強度を増加させることに関して効果的ではあるが、溶媒効果によるピーク形状の崩れやピーク幅がブロードになることにより近傍の妨害ピークとの分離度が低下するなど多くの問題が生じる可能性がある。設定した検量線濃度や機器の性能などを考慮し、適切な試料注入量を選択する必要がある。

試験溶液の入ったバイアル瓶を冷却する機能について報告を求めたところ、バイアルラックの温度を 4°C に設定している機関が 4 機関、5°C が 1 機関、設定をせずに室温としている機関が 5 機関あった。

移動相については、全 10 機関が精製水及びアセトニトリルの 2 液を用いており、精製水とアセトニトリルの混合比を 50:50、55:45、60:40 に設定し、アイソクラティック分析をしている機関がそれぞれ 7 機関、1 機関、1 機関あった。また、精製水とアセトニトリルの混合比を 5 分間で 60:40 から 10:90 に変化させたグラジエント分析を実施している機関が 1 機関あった。流速は 0.4~1.0 mL/min の範囲であった。検出波長は全機関が 360 nm であった。

##### イ 定量方法

定量方法について、告示法では「ピーク高さ又はピーク面積で濃度を算出する」と規定されている。9 機関がピーク面積、1 機関がピーク高さを用いて定量を行っていた。ホルムアルデヒドの保持時間は 4.2~8.0 分の範囲であった。

#### 【LCMS 法】

LCMS 法を用いた 2 機関から報告された内容について、データの集計及び解析を行った。

#### (2 5) 検量線 (表 30 及び 31)

##### ア 直線性

2 機関の決定係数( $r^2$ )はともに 0.999 であり、いずれの機関も良好な直線性を示していた。

##### イ フィッティング方法

2 機関ともに直線を採用していた。

#### ウ 検量線点数及び設定濃度

告示法では、「検量点の数は4点以上設定すること」となっている。2機関の検量点は4点以上設定されており、4点及び5点であった。

告示法では、検量線は「5～100 µg/Lの濃度範囲内で調製する」と規定されている。2機関ともに告示法の濃度範囲内で調製していた。

#### エ 検量線の調製

検量線の作成について、告示法では「ホルムアルデヒド標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて10 mLとする」と規定されている。2機関ともにメスフラスコを使用していたが、1機関は50 mL及び100 mL容量のメスフラスコを使用していた。また、使用した計量器具についてはホールピペット、デジタルマイクロシリンジが使用されていた。

#### オ 検量線の定量下限値及び定量下限値の設定理由

定量下限値は、2機関ともに基準値の1/10 (8 µg/L)以下の濃度である5 µg/Lに設定していた。また、定量下限値の設定理由は、2機関ともに基準の1/10以下の濃度であった。

#### (26) 確認用試料 (表 31)

2機関ともにオートサンプラーを使用していた。

2機関の確認用試料の設定濃度は、10 µg/L及び30 µg/Lであった。また、誤差率は-5%及び4.7%であり、ともに±20%以内であった。確認用試料の測定頻度は、2機関ともにおおむね10試料ごと及び試料の試験終了後に実施していた。

#### (27) 空試験 (表 32)

告示法では、精製水を一定量採り、試料と同様に試験操作を行い、その濃度が検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認するよう規定している。

2機関ともに空試験を実施しており、その測定値は検量線の濃度範囲の下限値を下回っていた。

#### (28) 標準原液及び標準液 (表 32 及び 33)

標準原液については、2機関ともに市販の標準原液を使用していた。その濃度はともに1000 mg/Lであった。ホルムアルデヒド標準液の濃度は、2機関ともに告示法で規定されている10 mg/Lであった。また、2機関ともに告示法の規定どおり使用期限を都度調製と報告していた。

#### (29) 試薬 (表 34)

参加機関が用いた試薬は表 34 のとおりであった。

### (3 0) 調製試薬 (表 35)

2 機関のリン酸 (1+4) の調製量は 5 mL 及び 100 mL であった。

DNPH の調製量について、1 機関は 100 mL、もう 1 機関は未記入であった。未記入の機関 (機関番号 3) が報告した表 34 の DNPH 試薬をカタログ番号から検索したところ、ジールサイエンス製の市販の DNPH 溶液 (1 mg/mL in Acetonitrile) を用いていることが確認された。機関番号 3 の SOP を確認したところ、富士フイルム和光純薬製の特級試薬を用いて DNPH 溶液を調製することとなっていたが、市販の調製試薬を使用していることから自機関の SOP 逸脱と考えられた。

使用期限については、調製日の報告を求めなかったため、報告内容と各機関の SOP を確認したところ、2022/7/14 と報告した機関の試験開始日が 2022/7/14 (表 5) であったこと、市販の調製試薬が 1.5 mL×10 本のアンプル封入製品であることから、1 アンプルを開封したら当日の使用に限定しているものと推察された。設定無しと報告した機関について、SOP を確認したところ、DNPH 溶液調製後冷蔵庫で保管する旨の記載があったが、期限が明記されておらず、また調製記録も添付されていなかったことから、報告のとおり使用期限を設定していないものと考えられた。

DNPH 溶液の調製において、市販の調製試薬を用いる場合には、粉体から調製する方法が記載されている現行 SOP の改定が必要であり、その使用方法等についても明記する必要がある。また、使用期限を設定していない機関については、試薬の調製量、使用頻度、検体数により試薬の消費量が異なることから調製試薬を使い切るまでの期間が一定しない。そのため、DNPH 溶液については、SOP において調製方法や使用期限等を規定することが望ましい。

### (3 1) 前処理 (表 36)

試料の分取量については、2 機関ともに告示法の規定に従い 10 mL であった。希釈を実施している機関はなかった。また、報告書の記載欄を設けていなかったため、SOP を確認したところ、2 機関ともにリン酸 (1+4) の添加量は 0.2 mL、DNPH の添加量は 0.5 mL で静置時間 20 分であった。

### (3 2) 液体クロマトグラフ、質量分析計 (表 37)

液体クロマトグラフ及び質量分析計は 2 機関ともに同一メーカーの製品を組み合わせで使用しており、島津製作所製及び日本ウォーターズ製であった。質量分析計の種類は 2 機関ともに四重極型であった。

### (3 3) 分離カラム (表 38)

告示法では分離カラムについて「内径 2~5 mm、長さ 5~15 cm のステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が 2~5 µm のシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの」と規定されている。2 機関のカラムの内径は 2 mm 及び 2.1 mm、長さは 15 cm 及び 10 cm であった。2 機関が使用した分離カラムは例示のカラムと同系統のものが用いられていた。粒径については 3 µm 及び 1.8 µm のカラムが用いられていた。

### (34) 測定条件、定量方法 (表 39 及び 40)

#### ア 測定条件

カラムオーブンの温度は 2 機関ともに 40°C の設定であった。試料注入量は 1  $\mu$ L 及び 2  $\mu$ L であった。バイアルラックの温度は 15°C 及び 10°C であった。移動相は 2 機関ともに精製水及びアセトニトリルの 2 液を用いており、精製水とアセトニトリルの混合比は 50:50 のアイソクラティック分析であった。流速は 2 機関ともに 0.2 mL/min であった。報告内容及び SOP を確認したところ、質量分析計のイオン化法は、2 機関ともに ESI ネガティブであった。

#### イ 定量方法

定量方法について、告示法では「ピーク高さ又はピーク面積で濃度を算出する」と規定されており、2 機関ともにピーク面積を用いて定量を行っていた。ホルムアルデヒドの保持時間は 3.2 分及び 4.3 分であった。

モニターイオンの  $m/z$  値について、告示法では「選択イオン測定の場合、モニターイオンが 209、181、120、選択反応測定の場合、プリカーサイオンが 209、モニターイオンが 46、151、163」と規定されている。イオン検出方法は 1 機関が選択イオン測定 (SIM)、1 機関が選択反応測定 (SRM) との報告であったが、SOP を確認したところ、2 機関ともに SRM であり、プリカーサイオンは 2 機関ともに 209、プロダクトイオンはそれぞれ 151 及び 163 であった。2 機関ともに告示法どおりの  $m/z$  値を用いていた。

#### 4 貴所の器具の洗浄方法及び留意点

参加機関が記載した内容を転載した。

機関番号	内 容
3	標準溶液調整用の精製水、ブランク水にホルムアルデヒドが含まれていないか確認後、試験を行っている
8	標準作成に用いる 100 mL メスフラスコおよび、1 mL ホールピペット、マイクロシリンジはアセトニトリルにて洗浄。その他の器具類は超純水で超音波洗浄後、よく超純水で濯いで 100°C 以上で 2 時間乾燥。
9	水道水→超音波洗浄（約 5 分）→精製水で順番で洗浄を行う。 測定用バイアルは常に新品を使用する。
16	器具を使用後は速やかに洗浄し、水道水で 5 回以上すすいだ後に精製水ですすぎ、105°C で 1 時間乾燥させ、放冷後は試験室内の空気になるべく触れないように、ドライキャビネットに保管しています。メスフラスコや試験管は、専用使用し、標準液を作成する際のメスフラスコ等は濃度ごとに定めた専用のものを使用しています。
20	中性洗浄剤を希釈して超音波洗浄機に入れ、既定の時間、超音波洗浄をする。 終了後、水道水でよくすすぎ、その後精製水で洗浄し乾かす。
25	器具は、アルカリ洗浄液に漬け、超音波洗浄(15 分)後、水道水ですすぎ、精製水で置換し乾燥させている
26	メチルアルコールで器具を洗浄し、乾燥させる。
30	ガラス器具は中性洗剤で洗浄し、イオン交換水、超純水の順ですすぎ洗いし器具乾燥器で乾燥する。

#### 5 試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等

参加機関が記載した内容を転載した。

機関番号	内 容
4	採取容器：ホルムアルデヒド分析専用のガラス瓶を用意し、コンタミ等防止の観点から入念に純水及びアセトンで洗浄、乾燥させたものを使用。 採取時：採取試料で数回共洗いした後採取し、残留塩素が含まれている場合にはチオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w/v%）を 0.2ml 添加後満水にして、直ちに密栓する。 速やかに分析ができない場合は、分析開始まで冷暗所で保存し、72 時間以内に分析。 分析時：使用する分液ロートは予めアセトンで洗浄、乾燥しておく。 また分液ロートで振とう、静置し水層を捨てた後、コックやその下部の内壁に水層が残留している可能性がある為、必要に応じてキムワイプ等で拭き取る。

機関番号	内 容
8	毎回、分析開始時にポンプ圧力等を点検し、表に記入して機器管理を実施している。また、検体の前処理では、DNPH 添加後は必ず 20 分以上静置し、確実に発色するようにしている。
9	検体や試薬は共洗いを行ってから使用する。 汚染防止のため検体の前処理が終わってから標準試料の前処理を行う。
13	試験は ISO/IEC17025 認定および水道 GLP 認定に基づいて実施しています。 測定時、機器の感度変動を確認するため 10 試料ごとに確認用の標準測定を実施し±20%以内であることを確認しています。 確認用の標準は、2µg/L と 5µg/L の二点を使用し、傾きの変化がないことを確認しています。
16	誘導体化試薬添加後は、試料と試薬が十分攪拌されるよう、ボルテックスミキサーで攪拌しています。
20	標準液を作成する際、希釈の間違いに留意する。 器具の汚染によるコンタミに気を付ける。
24	ホルムアルデヒド分析では、純水の性状によって空試験結果に影響するので、毎回留意して確認するようにしている。
26	検量線管理記録簿等を活用し、日々の検量線の傾き、切片を管理している。

## 6 精度管理に関する意見

今回の精度管理に関する意見を転載した。

機関番号	意 見
3	報告書の提出をメールや HP アップロード等の電子形式で検討していただきたい
4	この様な外部精度管理は自社の力量評価に役立つので、今後も積極的に参加していきたい。 もし良好な結果が得られなくても問題点が抽出される機会となるので、その後の分析精度向上に繋がると思われる。
13	外部精度管理で余った分の試料を弊センター内部の教育用（複数人で測定や別の分析方法等）として技術向上に役立てたいため、試料量を増やしていただけたら幸いです。
16	試料量がもう少し欲しいです。他は特にありません。
24	設定濃度等、特に問題と感じたことはありませんでした。
25	測定開始日と試料到着日が別日に設定されているおかげで、通常業務の作業がある中、精度管理の作業に取り組みやすかった

## 7 備考

備考欄の記載内容を転載した。

機関番号	意見
24	キャリアーガス流量については、通常線速度で制御しているため、線速度から算出した値(1.54mL/min)となっている。
28	弊社の検量線の濃度範囲を超過したため、2倍希釈して再度検査した値を記入した。

## 8 まとめ

- (1) 今回の精度管理には、水道事業者等及び地方公共団体、登録水質検査機関から合わせて 31 機関の参加があった。報告値を用いて危険率 5%で Grubbs の棄却検定を行ったところ、棄却された機関はなかった。評価基準である「Z スコアの絶対値が 3 以上かつ誤差率が±20%を超えた機関」に該当する機関はなく、全 31 機関において評価基準を満たす結果となった。
- (2) 試験方法は、GCMS 法に従い実施した機関が 19 機関、LCUV 法に従い実施した機関が 10 機関、LCMS 法に従い実施した機関が 2 機関あった。
- (3) 告示法において、標準液は使用の都度調製と規定されているが、GCMS 法を採用した 1 機関が使用期限を調製日から 6 ヶ月間としていた。
- (4) 妥当性評価ガイドラインで示されている検量線の評価及び添加試料の評価について全 31 機関が実施していたが、添加試料の評価を行う際の添加する水について、精製水のみで評価していた機関が 4 機関あった。また、添加を行った水、評価した濃度に記載された水の種類が報告書上で一致しない機関が数機関あり、提出された SOP などの書類を確認したが、詳細は不明であった。
- (5) GCMS 法の標準液について、告示法では 10 mg/L としているが、20 mg/L に調製している機関が 1 機関あった。
- (6) GCMS 法の内部標準添加ヘキサンは、告示法において使用の都度調製することとなっているが、使用期限を 2 週間または 6 ヶ月に設定している機関が 3 機関あった。
- (7) GCMS 法のペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン溶液を用いた誘導体化反応の時間、LCMS 法の DNPH 溶液の調製方法について、自機関の SOP 逸脱と判断される報告があった。
- (8) 参加機関には、チェックシートを示し、必要な書類として報告書書類一式を提出することとしているが、検査フロー及び試薬の記録等の提出がなく実施状況の詳細が把握できない機関が複数みられた。また、ホルムアルデヒドではなく、ハロ酢酸の SOP を添付してきた機関があった。

(9) 検量線濃度範囲の下限値と定量下限値が異なる機関が複数あったが、SOPに定量下限値が明記されていない、定量下限値未満の測定値をどのように扱うかが記載されていない機関があった。

(10) 今回の精度管理において、参加機関には、日常使用しているSOPに従い検査を実施することとしているが、報告書への記載ミスと思われる機関が多数見受けられた。精度管理においても通常の依頼検査同様に複数人で検査結果をチェックし、承認する組織的な体制の強化が必要と考えられる。

## 9 資料

以下の表の作成に当たっては、参加機関から提出された報告書の内容を転載した。

### 【共通事項】

表 5 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、機器分析開始日時

表 7 一斉分析項目、妥当性評価

### 【GCMS 法】

表 8 検量線

表 9 検量線-2、確認用試料

表 10 空試験、標準原液

表 11 標準原液-2、標準液

表 12 内部標準原液

表 13 内部標準添加ヘキサン、前処理

表 14 前処理-2

表 16 ガスクロマトグラフ、質量分析計

表 17 分離カラム

表 18 測定条件

表 19 定量方法

### 【LCUV 法】

表 20 検量線

表 21 検量線-2、確認用試料

表 22 空試験、標準原液

表 23 標準原液-2、標準液

表 24 試薬

表 25 調製試薬

表 26 前処理

表 27 液体クロマトグラフ、検出器

表 28 分離カラム

表 29 測定条件、定量方法

### 【LCMS 法】

表 30 検量線

表 31 検量線-2、確認用試料

表 32 空試験、標準原液

表 33 標準原液-2、標準液

表 34 試薬

表 35 調製試薬

表 36	前処理
表 37	液体クロマトグラフ、質量分析計
表 38	分離カラム
表 39	測定条件
表 40	定量方法

表 5 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、機器分析開始日時

機関 番号	試料到着日時	試料の 保存温度 (°C)	試験開始日時	試料開封日時	機器分析開始日時
1	7月12日15時30分	4	7月14日13時30分	7月14日14時00分	7月14日20時50分
2	7月12日10時00分	4	7月15日9時50分	7月15日9時50分	7月16日17時00分
3	7月12日10時00分	5	7月14日13時00分	7月14日15時00分	7月14日19時00分
4	7月12日10時00分	6	7月14日9時00分	7月14日9時15分	7月14日16時42分
5	7月12日10時20分	4	7月14日10時00分	7月14日10時15分	7月14日16時00分
6	7月12日12時12分	5	7月13日10時30分	7月13日10時30分	7月13日14時02分
7	7月12日11時31分	5	7月13日13時00分	7月13日13時15分	7月13日18時01分
8	7月12日10時30分	4	7月13日10時30分	7月13日10時40分	7月13日13時0分
9	7月12日15時00分	10	7月13日10時35分	7月13日10時40分	7月13日16時19分
10	7月12日15時40分	4	7月14日9時15分	7月14日9時15分	7月14日17時30分
11	7月12日10時25分	4	7月14日11時25分	7月14日14時10分	7月14日18時10分
12	7月12日11時	4	7月13日14時00分	7月13日14時00分	7月14日10時00分
13	7月12日10時55分	5	7月13日9時00分	7月13日9時00分	7月13日18時51分
14	7月12日11時54分	5	7月13日14時30分	7月13日14時50分	7月13日18時00分
15	7月12日11時20分	4	7月13日9時00分	7月13日10時30分	7月13日12時51分
16	7月12日12時00分	5°C	7月14日15時00分	7月14日17時15分	7月14日20時45分
17	7月12日14時15分	4	7月14日13時00分	7月14日13時30分	7月14日18時00分
18	7月12日10時0分	4	7月14日8時30分	7月14日8時30分	7月13日12時0分
19	7月12日15時00分	5	7月13日9時00分	7月13日9時20分	7月13日18時00分
20	7月12日11時00分	4	7月13日14時00分	7月13日14時00分	7月13日23時14分
21	7月12日10時05分	5	7月14日9時30分	7月14日11時15分	7月14日17時00分
22	7月12日10時00分	4	7月14日13時20分	7月14日13時30分	7月14日16時26分
23	7月12日11時00分	4	7月13日9時00分	7月13日9時20分	7月14日5時20分
24	7月12日9時00分	4	7月13日9時00分	7月13日9時30分	7月13日19時54分
25	7月12日9時15分	7	7月13日15時00分	7月13日15時00分	7月13日17時55分
26	7月12日10時00分	4	7月13日20時00分	7月13日21時45分	7月14日1時51分
27	7月12日10時30分	4	7月13日9時0分	7月13日9時40分	7月13日11時01分
28	7月12日9時10分	5	7月15日11時40分	7月14日13時16分	7月15日18時31分
29	7月12日11時30分	4	7月13日14時00分	7月13日14時30分	7月14日20時38分
30	07月12日10時10分	5	07月13日09時00分	07月13日11時00分	07月13日12時10分
31	7月12日10時30分	4	7月13日10時00分	7月13日10時45分	7月13日15時19分

表7 一斉分析項目、妥当性評価

機関 番号	一斉分析項目	妥当性評価				
		検量線の評価		添加試料の評価		
		キャリー オーバー	真度・ 精度	真度・ 併行精度	添加を行った水	評価した濃度
1	無し	実施	実施	実施	精製水	5µg/L(精製水)
2	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
3	なし	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(精製水)
4	無し	実施	実施	実施	精製水	定量下限値(精製水)
5	無し	実施	実施	実施	水道水及び精製水	1 µg/L(精製水・水道水)
6	無し	実施	実施	実施	精製水及び水道水	定量下限値
7	無し	実施	実施	実施	水道水	0.006mg/L
8	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
9	無し	実施	実施	実施	水道水	5µg/L(水道水)
10	無	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
11	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
12	無し	実施	実施	実施	水道水 純水	定量下限値(水道水) 定量下限値(純水)
13	無し	実施	実施	実施	精製水	2µg/L
14	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
15	無し	実施	実施	実施	Volvic	定量下限値(Volvic) 50µg/L(水道水)
16	なし	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
17	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
18	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
19	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
20	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(精製水)
21	無し	実施	実施	実施	精製水	定量下限値(精製水)
22	無し	実施	実施	未実施	水道水	定量下限値
23	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
24	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
25	無し	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値
26	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
27	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
28	無し	実施	実施	実施	精製水, 水道水	定量下限値(精製水) 10 µg/L(水道水)
29	なし	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
30	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
31	無し	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水) 0.01mg/L(水道水)

【GCMS 法】

表 8 検量線

機関 番号	直線性	フィッティング 方法	点数	設定濃度(μg/L)	調製	
	決定係数 (r <sup>2</sup> )				使用した器具	メスフラスコの 容量(mL)
1	0.999	直線	5	5,10,20,50,100	マイクロシリンジ	50
2	0.999	直線	4	8, 20, 40, 80	ホールピペット	50, 100, 200
4	0.999	直線	6	8, 10, 20, 50, 80, 100	マイクロピペット	50
5	1.00	直線	7	1, 2, 5, 10, 20, 50, 100	マイクロシリンジ	100
6	0.999	直線	5	1,4,15,50,100	マイクロシリンジ	50
7	0.999	直線	4	6,20,60,100	マイクロシリンジ	50mL
10	0.999	直線	5	8,12,16,20,40	ホールピペット	50
11	0.998	直線	4	8, 16, 24, 32	マイクロシリンジ	50
13	0.999	直線	6	1,2,5,10,20,50	マイクロシリンジ	10,50,100,200
14	0.999	直線	5	5, 10, 25, 50, 100	マイクロシリンジ	10
17	0.999	直線	5	5,10,20,40,80	マイクロシリンジ	100
18	1.000	直線	5	1, 2, 5, 10, 20	マイクロシリンジ	10
21	1.00	2次曲線	6	1,2,5,10,20,50	マイクロシリンジ	50
22	1.00	直線	4	4,8,20,40	デジタルピペット	50
23	1.00	直線	4	8, 20, 30, 50	マイクロシリンジ	50
24	1.000	直線	5	2, 8, 20, 40, 100	マイクロシリンジ	50
28	1.000	直線	5	1,2,5,10,20	マイクロシリンジ	50
29	0.999	直線	5	1, 2, 5, 10, 20	マイクロシリンジ	10
31	0.999	直線	4	3, 10, 30, 100	ホールピペット	50

表 9 検量線-2、確認用試料

機関 番号	検量線		確認用試料				測定頻度
	定量下限値 (μg/L)	定量下限値の 設定理由	オートサン プラーの 使用の有無	設定濃度 (μg/L)	測定結果 (μg/L)	誤差率 (%)	
1	8	基準の 1/10 以下	有	50	50.5	1	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
2	8	基準の 1/10 以下	有	40	41.1	2.75	10 の試料ごとに試験終了後及 び全ての試料の試験終了後
4	8	基準の 1/10 以下	有	50	49.9	-0.2	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
5	8	基準の 1/10 以下	有	20	19.8	-1	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
6	1	告示法の 濃度範囲の下限	有	15	13.6	-9.33	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
7	8	基準の 1/10	有り	20	18.13	-9.35	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
10	8	基準の 1/10 以下	有	16	16.0	0	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
11	8	基準の 1/10 以下	有	16	15.2	-5	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後

機関 番号	検量線		確認用試料				測定頻度
	定量下限値 ( $\mu\text{g/L}$ )	定量下限値の 設定理由	オートサン プラーの 使用の有無	設定濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	測定結果 ( $\mu\text{g/L}$ )	誤差率 (%)	
13	2	基準の 1/10 以下	有	2	1.8	-10	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
14	5	基準の 1/10 以下	有	25	24.9	-0.4	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
17	5	基準値の 1/10 以下	有	10	10.6	6	10 試料毎及び試験終了後
18	1	基準の 1/10 以下	有	10	9.9	-1	試験終了後
21	1	告示法の 濃度範囲の下限	有	4.975	5.1	2.51	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
22	4	基準の 1/10 以下	有	8	8.42	5.25	試料測定前及びおおむね 10 試 料毎及び試験終了後
23	8	基準の 1/10 以下	有	20	20.8	4	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
24	2	告示法の濃度範囲かつ、空試験 値から定量下限 値を設定した	有	20	20.3	1.5	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
28	1	基準の 1/10 以下	有	10	10.0	0	概ね 10 試料ごと 及び最後の試料の後
29	8	基準の 1/10 以下	有	8	7.8	-2.5	おおむね 10 試料 及び試験終了後
31	8	基準の 1/10 以下	有	30	31.5	5	10 試料以内及び試験終了後

表 10 空試験、標準原液

機関 番号	空試験		標準原液					
	実施 状況	測定 結果 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準原液の種類	濃度 ( $\text{mg/L}$ )	証明書 の有無	製品名	メーカー 名	カタログ 番号
1	実施	<8	市販標準原液 (単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	F	066-06561
2	実施	<8	市販標準液 (単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	F	066-06561
4	実施	<8	市販標準原液 (単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
5	実施	<8	市販標準液 (単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	F	066-06561
6	実施	<1	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
7	実施	<8	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
10	実施	<8	市販標準原液 (単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
11	実施	<8	市販標準原液 (単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
13	実施	<2	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
14	実施	<5	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
17	実施	<5	市販標準品 (単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
18	実施	<1	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
21	実施	<1	市販標準原液 (単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
22	実施	<4	市販標準原液 (単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	F	066-06561
23	実施	<8	市販標準原液 (単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
24	実施	<2	市販標準原液	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96

機関 番号	空試験		標準原液					
	実施 状況	測定 結果 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準原液の種類	濃度 ( $\text{mg/L}$ )	証明書 の有無	製品名	メーカー 名	カタログ 番号
28	実施	<1	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
29	実施	<8	市販標準品 (単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
31	実施	<8	市販標準原液 (単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96

メーカー名：K（関東化学）、F（富士フイルム和光純薬）

表 11 標準原液-2、標準液

機関 番号	標準原液		標準液		
	グレード	使用期限	濃度 ( $\text{mg/L}$ )	調製年月日	使用期限
1	JCSS	2023/4/30	10	2022/7/14	都度調整
2	JCSS	2022年12月末	10	2022/7/15	都度調整
4	JSCC 化学分析用（水質試験用）	2024/2/29	10	2022/7/14	都度調製
5	JCSS	2023/4	10	2022/7/14	都度調製
6	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2024/6/30	10	2022/7/13	都度調製
7	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2024/2/28	10	2022/7/13	都度調整
10	JCSS 化学分析用（水質試験用）	2025年2月末	10	2022/7/14	都度調製
11	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2024/10/31	10	2022/7/14	都度調製
13	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2024/10/31	10	2022/7/13	都度調製
14	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2025/2/28	10	2022/7/13	都度調製
17	化学分析用	2025/2/28	20	2022/7/14	都度調整
18	-	2024/6/30	10	2022/7/13	都度調製
21	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2024/2/28	10	2022/7/14	都度調製
22	JCSS 化学分析用（水質試験用）	2023/4/30	10	2022/7/14	都度調製
23	JCSS 化学分析用（水質試験用）	2025/2/28	10	2022/7/13	都度調製
24	JCSS 化学分析用	2025/2/28	10	2022/7/13	都度調製
28	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2025/2/28	10	2022/7/15	都度調製
29	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2024年10月末	10	2022/6/11	調製日から6ヶ月
31	JCSS 化学分析用（水質試験用）	2023/10/31	10	2022/7/13	都度調整

表 12 内部標準原液

機関 番号	種類	濃度 ( $\text{mg/L}$ )	製品名	メーカー 名	カタログ 番号	グレード	使用期限
1	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準液	F	034-19031	水質試験用	2022/11/30
2	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準液	F	034-19031	水質試験用	2024/4/1
4	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準原液	K	08193-96	水質試験用	2024/6/30

機関番号	種類	濃度 (mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ番号	グレード	使用期限
5	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準液 (1mg/mL ヘキサン溶液)	F	034-19031	水質試験用	2022/11
6	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準原液	K	08193-96	水質試験用	2022/10/31
7	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準原液	K	08193-96	水質試験用	2022/10/31
10	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準原液	K	08193-96	水質試験用	2022年10月末
11	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準原液	K	08193-96	水質試験用	2022/10/31
13	自家調製	1000	1-クロロデカン	F	045-00152	—	2023/5/10
14	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準液	F	034-19031	水質試験用	2024/4/30
17	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準原液	K	08193-96	水質試験用	2022/10/31
18	市販標準溶液	1000	1-クロロデカン標準液	F	034-19031	水質試験用	2024/4/1
21	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準液	F	034-19031	水質試験用	2022/11/30
22	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準液	F	034-19031	水質試験用	2024/4/30
23	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準原液	K	08193-96	水質試験用	2022/10/31
24	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準原液	K	08193-96	水質試験用	2024/6/30
28	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準原液	K	08193-96	水質試験用	2022/10/30
29	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準原液	F	034-19031	水質試験用	2022年/11月
31	市販標準原液	1000	1-クロロデカン標準液	F	034-19031	水質試験用	2022/11/30

メーカー名：K（関東化学）、F（富士フイルム和光純薬）

表 13 内部標準添加ヘキサン、前処理

機関番号	内部標準添加ヘキサン			前処理		
	濃度 (mg/L)	調製年月日	使用期限	試料の分取量 (mL)	希釈	
					実施の有無	倍数
1	0.5	2022/7/14	都度調製 2022/7/14	50	無	-
2	0.5	2022/7/15	2022/7/15	50	無	—
4	0.5	2022/7/14	都度調製	50	無	—
5	500	2022/7/14	2023/1/14	50	無	—
6	0.5	2022/7/13	2022/7/13	50	無	—
7	0.5	2022/7/13	都度調整	50	無	—
10	0.5	2022/7/14	都度調製	50	無	—
11	0.5	2022/7/14	2022/7/14	50	無	—
13	0.5	2022/7/13	2022/7/13	25	有	2
14	0.5	2022/7/13	2022/7/27	50	無	—
17	2.0	2022/7/14	2022/7/14	50	無	—
18	0.5	2022/7/13	都度調製	50	有	5
21	0.5	2022/7/14	2022/7/14	50	無	—
22	0.5	2022/7/14	2022/7/14	25	有	2

機関 番号	内部標準添加ヘキサン			前処理		
	濃度 (mg/L)	調製年月日	使用期限	試料の分取量 (mL)	希釈	
					実施の有無	倍数
23	0.5	2022/7/13	2022/7/13	50	無	-
24	0.5	2022/7/13	都度調製	50	無	-
28	0.5	2022/7/15	2022/7/15	25	有	2
29	0.5	2022/2/1	2022/7/31	25	有	2
31	0.5	2022/7/13	2022/7/13	50	無	-

表 14 前処理-2

機関 番号	前処理									
	ペンタフルオロベンジル ヒドロキシルアミン溶液		硫酸 (1+1)	塩化ナト リウム	内部標準添加 ヘキサン			ヘキサン層 分取量(mL)	無水硫酸ナトリウム	
	添加量 (mL)	反応時間 (hr)	添加量 (mL)	添加量 (g)	添加量 (mL)	振とう 時間 (分)	静置 時間(分)		添加量 (g)	脱水時間 (分)
1	3	2	0.8	20	5	5	決めていない	決めていない	決めていない	決めていない
2	3	2	1 a)	20	5	5	数分	分取可能な 全量	少量	決めていない
4	3	2	0.8	20	5	5	数分間	分取可能な 全量	少量	決めていない
5	3	2	0.8	20	5	5	5	分取可能な 全量	決めていない	決めていない
6	3	2	0.8	20	5	5	決めていない	約 4 mL	決めていない	決めていない
7	3	2	0.8	20	5	5	2	分取可能な 全量	決めていない	決めていない
10	3	2	0.8	20	5	5	10	分取可能な 全量	決めていない	決めていない
11	3	2	0.8	20	5	5	10	決めていない	決めていない	決めていない
13	3	2	0.8	20	5	5	5	1	0.1	決めていない
14	3	2	0.8	20	5	5	決めていない	5	0.2~0.4	決めていない
17	3	2	1	20	4	5	30	1	決めていない	決めていない
18	3	2	0.8	20	5	5	決めていない	決めていない	決めていない	決めていない
21	3	2	0.8	20	5	5	決めていない	決めていない	決めていない	決めていない
22	3	2	0.8	20	5	5	決めていない	分取可能な 全量	決めていない	決めていない
23	3	2	0.8	20	5	5	5	3	1.5	決めていない
24	3	2	0.8	20	5	5	10	分取可能な 全量	決めていない (脱水が目視 出来るまで添 加)	3
28	3	2	0.8	20	5	5	決めていない	分取可能な 全量	約 1	30
29	3	24	0.8	20	5	5	10	分取可能な 全量	2	決めていない
31	3	2	0.8	20	5	5	5	分取可能な 全量	3	15

a) 該当機関から(1+2) 硫酸を使用していると報告

表 16 ガスクロマトグラフ、質量分析計

機関 番号	ガスクロマトグラフ (GC)		質量分析計 (MS)		
	メーカー名	型式	メーカー名	型式	種類
1	島津製作所	GC-2010	島津製作所	QP-2010	四重極型
2	島津製作所	GC2030	島津製作所	GCMS-QP2020NX	四重極型
4	島津製作所	QP-5050A	島津製作所	GC-17A	四重極型
5	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010	四重極型
6	島津製作所	GC-2010 Plus	島津製作所	GCMS-QP2020	四重極型
7	アジレントテクノロジー	8890A	アジレントテクノロジー	7000D	四重極型
10	アジレントテクノロジー	7890A	日本電子	JMS-Q1000GC	四重極型
11	島津製作所	GC-2030	島津製作所	QP2020 NX	四重極型
13	島津製作所	GC-2030	島津製作所	GC-MS QP2020NX	四重極型
14	株式会社 島津製作所	GC-2010	株式会社 島津製作所	GCMS-QP2010	四重極型
17	アジレントテクノロジー	7890A	アジレントテクノロジー	5975C	四重極型
18	島津製作所	GC2010	島津製作所	GCMS-QP2010	四重極型
21	島津製作所	GCMS-TQ8040	島津製作所	GCMS-TQ8040	四重極型
22	アジレントテクノロジー	8890	アジレントテクノロジー	5977B	四重極型
23	島津製作所	GC-2030	島津製作所	GCMS-QP2020NX	四重極型
24	島津製作所	GC - 2010	島津製作所	GCMS-QP2010	四重極型
28	SHIMADZU	GC-2010	SHIMADZU	GCMS-QP2010	四重極型
29	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010Plus	四重極型
31	島津製作所	GC-2010plus	島津製作所	GCMS-QP2020	四重極型

表 17 分離カラム

機関 番号	分離カラム					
	メーカー名	型式	内径(mm)	長さ(m)	膜厚(μm)	使用開始年月日
1	島津ジーエルシー	BPX5	0.25	30	0.25	2018/11/19
2	アジレントテクノロジー	HP-5MS	0.25	30	1.0	2021/9/14
4	ジーエルサイエンス	InertCap1	0.25	30	1.5	不明
5	島津製作所	SH-I-5Sil MS	0.25	30	0.25	2021/12/2
6	RESTEK	Rtx-1	0.25	30	1.0	2014/7/28
7	J&W	DB-1	0.25	30	1	2021/8/1
10	アジレントテクノロジー	HP-5	0.32	30	0.25	2020/5/1
11	島津ジーエルシー	SH-Rxi-5Sil MS	0.25	30	0.25	2019/1/16
13	GL サイエンス	TC-1	0.25	30	0.25	2021/12/22
14	Restec 社	Rtx-1	0.25	30	1	2022/7/8

機関 番号	分離カラム					
	メーカー名	型式	内径(mm)	長さ(m)	膜厚(μm)	使用開始年月日
17	アジレントテクノロジー	DB-5MS	0.25	30	0.5	2020/12/20
18	Agilent Technologies	VF-5ms	0.25	30	0.25	不明
21	RESTEK	Rxi-1ms	0.25	30	1.0	2022/1/25
22	アジレントテクノロジー	DB-5MS	0.25	30	0.5	2020/12/14
23	Restek	Rxi-5Sil MS	0.32	30	0.25	2019/5/17
24	アジレントテクノロジー	DB-1	0.25	30	1	2016/4/1
28	SHIMADZU	Rtx-1MS	0.25	30	1.0	2004/1/1
29	GLサイエンス	InertCap1	0.25	60	1.50	不明
31	島津製作所	SH-Rxi-5Sil MS	0.25	30	1	2016/9/26

表 18 測定条件

機関 番号	分離カラムの昇温条件	注入口 温度 (°C)	イオン源 温度 (°C)	キャリアーガス	キャリアーガス 流量(mL/min)	試料 注入量 (μL)
1	40°C (3min 保持) →20°C/min で昇温 →200°C (0min 保持) →30°C/min で 昇温→250°C (3min 保持)	250	230	ヘリウム	1.8	1
2	70°C (1min 保持) →15°C/min で昇温 →160°C(0min 保持) →20°C/min で昇 温→200°C (0min 保持)	250	200	ヘリウム	1.54	1
4	40°C (2min 保持) →10°C/min で昇温 →250°C (3min 保持)	250	230	ヘリウム	0.7	2
5	50°C (2 min 保持) →15°C/min で昇 温→150°C (0 min 保持) →5°C/min で昇温→200°C (5 min 保持)	250	200	ヘリウム	0.99	1.2
6	40 °C(1 min 保持) → 20 °C/min で昇 温→ 150 °C(5.5 min 保持)	250	200	ヘリウム	50	1
7	40°C→10°C/min を 200°Cに→ランタ イム 20min→280°Cで 3min (ポスト ラン)	200	250	ヘリウム	1	1
10	40°C(3min 保持) →8°C/min で昇温 →180°C	200	200	ヘリウム	1.5	1
11	40°C(2min 保持)→10°C/min で昇温→ 250°C(3min 保持)	250	200	ヘリウム	1.74	1
13	50°C(2min 保持)→15°C/min で昇温 →150°C→20°C/min で昇温→200°C →15°C/min で昇温→250°C(3min 保 持)	250	175	ヘリウム	1.41	1
14	50°C(2min 保持) → 15°C/min で昇温 → 250°C(5min 保持)	250	200	ヘリウム	53.7	1
17	40°C (1 min 保持) →10°C/min で昇 温→150°C→30°C/min で昇温→270°C (1min 保持)	250	230	ヘリウム	定圧分析 (注 入口 212KPa)	1
18	50°C(2min 保持)→8°C/min で昇温 125°C(0min 保持)→20°C/min で昇温 200°C(5min 保持)	200	200	ヘリウム	1.45	2
21	50°C(1min 保持)→15°C/min で昇温 →200°C(2min 保持)→25°C/min で昇 温→250°C(3min 保持)	200	230	ヘリウム	1.41	1

機関番号	分離カラムの昇温条件	注入口温度(°C)	イオン源温度(°C)	キャリアーガス	キャリアーガス流量(mL/min)	試料注入量(μL)
22	40°C (1min 保持) →20°C/min で昇温 →140°C (0min 保持) →10°C/min で昇温→230°C (0min 保持) →30°C/min で昇温→280°C (3min 保持)	250	280	ヘリウム	1	1
23	40°C (1 min 保持) →15°C/min で昇温→150°C (0 min 保持) →30°C/min で昇温→250°C (2 min 保持)	250	200	水素	2.23	1
24	50°C(2 min 保持)→7°C/min で昇温→170°C(0 min 保持)→20°C/min で昇温 →250°C(2 min 保持)	250	250	ヘリウム	1.54	1
28	50°C(2min 保持)→15°C/min で昇温→250°C(5min 保持)	250	200	ヘリウム	全流量 50.0ml/分 カラム流量 1.21ml/分	1
29	70°C(1min 保持)→20°C/min で昇温→270°C(3.5min 保持)	250	230	ヘリウム	4	1
31	40°C(2min 保持)→10°C/min で昇温 →200°C(4min 保持)	250	200	ヘリウム	1.55	1

表 19 定量方法

機関番号	ピークの読み取り方	定量計算方法	ピークの保持時間(分)	イオン検出方法	フラグメントイオンの質量数(m/z)	
					ホルムアルデヒド	1-クロロデカン
1	ピーク面積	内部標準法	6.606	SIM	181, 195	91,105
2	ピーク面積	内部標準法	5.818	SIM	181.00	91.00
4	ピーク面積	内部標準法	13.51	SIM	181, 195	91, 105
5	ピーク面積	内部標準法	6.20	SIM	181, 195, 161	91, 105
6	ピーク面積	内部標準法	6.34	SIM	181,195,161	91,105
7	ピーク面積	内部標準法	9.9	SIM	181,195,161	91,105
10	ピーク面積	内部標準法	8.6	SIM	181,195	91,105
11	ピーク面積	内部標準法	7.479	SIM	181, 195	91, 105
13	ピーク面積	内部標準法	5.87	SIM	181,195,161	91,105
14	ピーク面積	内部標準法	8.116	SIM	181, 195	91, 105
17	ピーク面積	内部標準法	9.56	SIM	181,195	91,105
18	ピーク面積	内部標準法	7.36	SIM	181, 195, 161	91, 105
21	ピーク面積	内部標準法	7.379	SIM	181,195,161	91,105
22	ピーク面積	内部標準法	7.84	SIM	181,195	91,105
23	ピーク面積	内部標準法	4.6	SIM	181, 195	91, 105
24	ピーク面積	内部標準法	11.28	SIM	195, 161, 181	91, 105
28	ピーク面積	内部標準法	7.17	SIM	181,195	91,105
29	ピーク面積	内部標準法	9.279	SIM	181, 195, 161	91, 105
31	ピーク面積	内部標準法	11.25	SIM	181, 195	91, 105

【LCUV 法】

表 20 検量線

機関 番号	直線性	フィッティング 方法	点数	設定濃度(μg/L)	調製	
	決定係数 (r <sup>2</sup> )				使用した器具	メスフラスコの 容量(mL)
8	1.00	直線	5	5,20,40,60,80	マイクロシリンジ	10
9	0.999	直線	5	5, 10, 25, 50, 100	マイクロピペット	10
12	0.999	直線	5	8,10,20,50,100	マイクロピペット	10
15	1.00	直線	4	8,20,40,80	ホールピペット	10
19	0.999	直線	4	5,10,20,40	マイクロシリンジ	10
20	1.000	直線	4	8,16,40,80	ホールピペット	50,100
25	0.999	直線	4	5, 20, 50, 80	マイクロシリンジ	10
26	0.999	直線	4	8,20,40,80	ホールピペット、マイ クロピペット	10, 100
27	0.999	直線	4	5,10,20,40	マイクロピペット	100
30	0.999	直線	4	5,10,20,50	ホールピペット	100,50

表 21 検量線-2、確認用試料

機関 番号	検量線		確認用試料				
	定量下限値 (μg/L)	定量下限値の 設定理由	オートサン プラーの 使用の有無	設定濃度 (μg/L)	測定結果 (μg/L)	誤差率 (%)	測定頻度
8	5	基準の 1/10 以下	有	20	17.3	-13.5	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
9	5	基準の 1/10 以下	有	10	10.1	1	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
12	8	基準の 1/10 以下	有	20	20.0	0	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
15	8	基準の 1/10 以下	有	40	40.8	2	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
19	8	基準の 1/10 以下	有	10	9.00	-10	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
20	8	基準の 1/10 以下	有	40	39.9	-0.25	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
25	5	告示法の 濃度範囲の下限	有	20	19.5	-2.5	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
26	8	基準の 1/10 以下	有	20	19.8	-1	10 試料毎及び試験終了後
27	5	告示法の 濃度範囲の下限	有	10	10.1	1	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
30	5	基準の 1/10 以下	有	19.72	19.6	-0.6	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後

表 22 空試験、標準原液

機関 番号	空試験		標準原液					
	実施 状況	測定 結果 (μg/L)	標準原液の種類	濃度 (mg/L)	証明書 の有無	製品名	メーカー 名	カタログ 番号
8	実施	<5	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
9	実施	<5	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	F	066-06561

機関 番号	空試験		標準原液					
	実施 状況	測定 結果 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準原液の種類	濃度 ( $\text{mg/L}$ )	証明書 の有無	製品名	メーカー 名	カタログ 番号
12	実施	<8	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
15	実施	<8	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	F	066-06561
19	実施	<8	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
20	実施	<8	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
25	実施	<5	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	F	066-06561
26	実施	<8	自家調整	1000	—	ホルムアルデヒド液	K	16061-00
27	実施	<5	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
30	実施	<5	市販標準原液(単品)	986	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96

メーカー名：K（関東化学）、F（富士フィルム和光純薬）

表 23 標準原液-2、標準液

機関 番号	標準原液		標準液		
	グレード	使用期限	濃度 ( $\text{mg/L}$ )	調製年月日	使用期限
8	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2025年2月末	10	2022/7/13	都度調製
9	水質試験用	2022/12/31	10	2022/7/13	都度調整
12	JCSS 化学分析用(水質検査用)	2024/10/31	10	2022/7/14	都度調製
15	JCSS(試験研究用)	2022/12/31	10	2022/7/13	都度調整
19	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2024/10/31	10	2022/7/13	都度調整
20	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2025/2/1	10	2022/7/13	都度調整
25	JCSS	2022/12/31	10	2022/7/13	都度調整
26	—	2023/6/10	10	2022/7/13	都度調整
27	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2023年5月末	10	2022/7/13	都度調製
30	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2023/5/31	10	2022/7/13	都度調製

表 24 試薬

機関 番号	移動相に用いる有機溶媒			リン酸			DNPH		
	製品名	メーカー 名	カタログ 番号	製品名	メーカー 名	カタログ 番号	製品名	メーカー 名	カタログ 番号
8	アセトニトリル	K	01033-3B	リン酸	K	32187-00	2,4-ジニトロ フェニルヒ ドラジン	K	10412-30
9	アセトニトリル	F	015-08633	りん酸	F	167-02166	2,4-ジニトロ フェニルヒ ドラジン	K	10412-30
12	アセトニトリル	F	018-19853	りん酸	F	167-02166	2,4-ジニトロ フェニルヒ ドラジン	F	049-03612

機関 番号	移動相に用いる有機溶媒			リン酸			DNPH		
	製品名	メーカー 名	カタログ 番号	製品名	メーカー 名	カタログ 番号	製品名	メーカー 名	カタログ 番号
15	アセトニトリル	K	01031-2B	りん酸	F	167-02166	2,4-ジニトロ フェニルヒ ドラジン	K	10412-30
19	アセトニトリル	F	015-08633	りん酸	F	167-02166	2,4-ジニトロ フェニルヒ ドラジン	F	049-03612
20	アセトニトリル	K	01031-2B	りん酸	K	32187-00	2, 4-ジニ トロフェニ ルヒドラ ジン	K	10412-30
25	アセトニトリル	F	015-08633	りん酸	F	167-02166	2, 4-ジニ トロフェニ ルヒドラ ジン	F	049-03612
26	アセトニトリル	K	01031-2B	りん酸	K	32187-86	2, 4-ジニ トロフェニ ルヒドラ ジン	F	049-03612
27	アセトニトリル -Plus-	K	01033-79	りん酸	K	32187-00	2,4-ジニトロ フェニルヒ ドラジン	F	049-03612
30	アセトニトリル	M	7505-8	リン酸	S	7664-38-2	2,4-ジニトロ フェニルヒ ドラジン	F	049-03612

メーカー名：K（関東化学）、F（富士フイルム和光純薬）、M（メルク）、S（シグマアルドリッチ）

表 25 調製試薬

機関 番号	リン酸(1+4)			DNPH		
	リン酸(mL)	調製量(mL)	使用期限	DNPH 採取量(g)	調製量(mL)	使用期限
8	20	100	2023/7/11	0.1	100	2023/7/11
9	20	100	2022/10/12	0.1	100	2022/10/12
12	10	50	2022/10/13	0.1	100	2022/8/1
15	2	10	都度調整	0.1	100	都度調整
19	20	100	調製日から 1ヶ月	0.1	100	調製日から 二日間
20	10	50	都度調整	0.1	100	都度調整
25	20	100	2022/10/6	0.05	50	2022/10/6
26	50	250	2022/10/11	0.1	100	2022/8/11
27	20	100	2023/7/8	0.1	100	2022/9/8
30	5	25	2022/7/13	0.1	100	2022/7/13

表 26 前処理

機関 番号	試料の分取量 (mL)	希釈の有無	倍数	リン酸(1+4)添加量 (mL)	DNPH 誘導体化	
					添加量(mL)	静置時間(分)
8	10	無	—	0.2	0.5	20
9	10	無	-	0.2	0.5	20

機関 番号	試料の分取量 (mL)	希釈の有無	倍数	リン酸(1+4)添加量 (mL)	DNPH 誘導体化	
					添加量(mL)	静置時間(分)
12	10	無	-	0.2	0.5	20
15	10	無	-	0.2	0.5	20
19	10	無	-	0.2	0.5	20
20	10	無	—	0.2	0.5	20
25	10	無	-	0.2	0.5	20
26	10	無	—	0.2	0.5	20
27	10	無	-	0.2	0.5	20
30	10	無	—	0.2	0.5	20

表 27 液体クロマトグラフ、検出器

機関 番号	液体クロマトグラフ (LC)		検出器		
	メーカー名	型式	種類	メーカー名	型式
8	島津製作所	LC-20A	紫外外部吸収検出器	島津製作所	SPD-M20A
9	島津製作所	LC-20A	紫外外部吸収検出器	島津製作所	SPD-20A
12	島津製作所	Prominence	フォトダイオードアレイ検出器	島津製作所	SPD-M20A
15	島津製作所	LC-10A	紫外外部吸収検出器	島津製作所	SPD-10AV
19	日立製作所	L-2160U	フォトダイオードアレイ検出器	日立製作所	L-2455U
20	島津製作所	P r o m i n e n c e	紫外外部吸収検出器	島津製作所	S P D - 2 0 A
25	島津製作所(株)	LC20-AD, SIL-20AC, CTO-20A, SPD-20A, CBM-20A, DGU-20A3R	紫外外部吸収検出器	島津製作所(株)	SPD-20A
26	アジレント・テクノロジー	1100	紫外外部吸収検出器	アジレント・テクノロジー	G1315B
27	日本分光	EXTREMA	フォトダイオードアレイ検出器	日本分光	MD-4010
30	島津製作所	LC-20A	フォトダイオードアレイ検出器	島津製作所	SPD-M20A

表 28 分離カラム

機関 番号	分離カラム				
	メーカー名	型式	内径(mm)	長さ(cm)	粒子径(μm)
8	日本 Waters	SunFire C18	4.6	15	3.5
9	ジールサイエンス	Inertsil ODS-3	3.0	15	5
12	ジールサイエンス	InertSustain C18	4.6	15	5
15	ジールサイエンス	Inertsil ODS-SP	4.6	15	5
19	Waters	Atlantis dC18	2.1	15	5
20	ジールサイエンス	I n e r t S u s t a i n C 1 8	4.6	15	5
25	ジールサイエンス	InertSustain C18	4.6	15	5

機関 番号	分離カラム				
	メーカー名	型式	内径(mm)	長さ(cm)	粒子径(μm)
26	アジレント・テクノロジー	XDB-C18	3.0	7.5	3.5
27	日本分光	J-Pak Vario XBP C18-L	4.6	15	5
30	J-ENG	J-Pak XBP C18-L	4.6	15	5

表 29 測定条件、定量方法

機関 番号	液体クロマトグラフ (LC)			液体クロマトグラフ (LC) の移動相					定量方法	
	オープン 温度 (°C)	注入量 (μL)	バイアル ラックの 温度 (°C)	A 液	B 液	流速 (mL/min)	条件	検出 波長 (nm)	保持 時間 (分)	濃度の 算出
8	40	30	4	精製水およびアセトニトリル	—	1.0	精製水:アセトニトリル = 1:1	360	5.8	ピーク面積
9	40	10	4	精製水	アセトニトリル	0.400	A:B=50:50	360	6.4	ピーク面積
12	40	50	4	精製水	アセトニトリル	0.8	A:B=50:50	360	8.0	ピーク面積
15	40	20	設定無し(室温)	精製水	アセトニトリル	1.0	A:B=50:50	360	6.5	ピーク面積
19	30	15	設定無し(室温)	精製水	アセトニトリル	0.5	A:B=60:40	360	5.9	ピーク面積
20	40	50	4	精製水	アセトニトリル	1.0	A:B=50:50	360	5.3	ピーク面積
25	40	20	設定無し(室温)	精製水	アセトニトリル	1.0	A:B=50:50	360	5.8	ピーク面積
26	40	20	設定無し(室温)	精製水	アセトニトリル	0.5	A:B=60:40を2分間保持し、5分までにA:B=10:90に混合比を変化	360	4.2	ピーク高さ
27	40	50	5	アセトニトリル	精製水	1.0	A:B=45:55	360	6.4	ピーク面積
30	40	50	設定無し(室温)	精製水	アセトニトリル	1.0	A:B=50:50の混合液	360	4.6	ピーク面積

【LCMS 法】

表 30 検量線

機関 番号	直線性	フィッティング 方法	点数	設定濃度(μg/L)	調製	
	決定係数 (r <sup>2</sup> )				使用した器具	メスフラスコの 容量(mL)
3	0.999	直線	4	5,10,20,50	ホールピペット	10
16	0.999	直線	5	5,10,20,30,50	デジタルマイクロシリンジ	50, 100

表 31 検量線-2、確認用試料

機関 番号	検量線		確認用試料				
	定量下限値 ( $\mu\text{g/L}$ )	定量下限値の 設定理由	オートサン プラーの 使用の有無	設定濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	測定結果 ( $\mu\text{g/L}$ )	誤差率 (%)	測定頻度
3	5	基準の 1/10 以下	有	10	9.5	-5	おおむね 10 試料毎 及び試験終了後
16	5	基準の 1/10 以下	有	30	31.4	4.7	10 試料毎及び試験終了後

表 32 空試験、標準原液

機関 番号	空試験		標準原液					
	実施 状況	測定 結果 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準原液の種類	濃度 ( $\text{mg/L}$ )	証明書 の有無	製品名	メーカー 名	カタログ 番号
3	実施	<5	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96
16	実施	<5	市販標準原液(単品)	1000	有	ホルムアルデヒド標準液	K	16117-96

メーカー名：K（関東化学）

表 33 標準原液-2、標準液

機関 番号	標準原液		標準液		
	グレード	使用期限	濃度 ( $\text{mg/L}$ )	調製年月日	使用期限
3	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2024/6/30	10	2022/7/14	都度調整
16	JCSS 化学分析用(水質試験用)	2025/2/28	10	2022/7/14	都度調整

表 34 試薬

機関 番号	移動相に用いる有機溶媒			リン酸			DNPH		
	製品名	メーカー 名	カタログ 番号	製品名	メーカー 名	カタログ 番号	製品名	メーカー 名	カタログ 番号
3	アセトニトリル	K	01033-79	りん酸	K	32187-00	2,4-ジニトロ フェニルヒ ドラジン	G	1022- 10003
16	アセトニトリル	K	01033-76	リン酸	F	167-02166	2,4-ジニトロ フェニルヒ ドラジン	F	049-03612

メーカー名：K（関東化学）、F（富士フイルム和光純薬）、G（GLサイエンス）

表 35 調製試薬

機関 番号	リン酸(1+4)			DNPH		
	リン酸( $\text{mL}$ )	調製量( $\text{mL}$ )	使用期限	DNPH 採取量( $\text{g}$ )	調製量( $\text{mL}$ )	使用期限
3	1	5	2022/7/14	—	—	2022/7/14
16	20	100	設定なし	0.1	100	設定なし

表 36 前処理

機関 番号	試料の分取量 (mL)	希釈の有無	倍数	DNPH 誘導体化時間(分)
3	10	無	—	20
16	10	無	-	20

表 37 液体クロマトグラフ、質量分析計

機関 番号	液体クロマトグラフ (LC)		質量分析計 (MS)		
	メーカー名	型式	メーカー名	型式	種類
3	島津製作所	Nexera	島津製作所	LCMS-8050	四重極型
16	日本ウォーターズ株式会社	ACQUITY UPLC H-Class	日本ウォーターズ(株)	Xevo TQ-S micro	四重極型

表 38 分離カラム

機関 番号	分離カラム				
	メーカー名	型式	内径(mm)	長さ(cm)	粒子径(μm)
3	島津製作所	Shim-pack FC-ODS	2	15	3
16	日本ウォーターズ株式会社	ACQUITY UPLC HSS T3	2.1	10	1.8

表 39 測定条件

機関 番号	液体クロマトグラフ (LC)			液体クロマトグラフ (LC) の移動相				MS
	オープン 温度 (°C)	注入量 (μL)	バイアル ラックの 温度 (°C)	A 液	B 液	流速 (mL/min)	条件	イオン化法
3	40	1	15	精製水	アセトニトリル	0.2	A : B=50 : 50	ネガティブ
16	40	2.0	10	精製水	アセトニトリル	0.2	A:B=50 : 50	ESI ネガ ティブ

表 40 定量方法

機関 番号	濃度の算出方法	保持時間 (分)	イオン検出 方法	選択イオン測定 (SIM)	選択反応測定(SRM)	
				モニターイオン 質量数(m/z)	プリカーサイオン 質量数(m/z)	プロダクトイオン 質量数(m/z)
3	ピーク面積	3.2	SIM	—	209	151
16	ピーク面積	4.3	SRM	—	209.0	163.0

# 令和4年度水質検査外部精度管理実施要領

## 1. 精度管理対象項目

ナトリウム及びその化合物（以下、「ナトリウム」という。）

ホルムアルデヒド

## 2. 概要及びフロー

参加機関は、千葉県衛生研究所から送付された未知濃度の試料を、通常の水質検査業務と同様の方法（各機関の検査実施標準作業書（以下、「SOP」という。））により濃度を測定し、千葉県衛生研究所医薬品・生活環境研究室宛に結果を報告する。千葉県衛生研究所はその報告を取りまとめ、結果等を参加機関へ公表する。

### (1) 試料の配付

発送予定：令和4年7月11日（月）※7月12日（火）に到着予定

（衛生研究所に来所して受け取る場合、来所日は7月12日（火）とする）



### (2) 試料の測定

外部精度管理開始日時：令和4年7月13日（水）午前9時



### (3) 報告書（電子ファイル及び書類）の提出

提出締め切り：**令和4年8月3日（水）必着**



### (4) 測定結果の解析及び取りまとめ

暫定結果の通知：令和4年9月予定



### (5) 集計結果の公表

結果公表の通知：令和5年2月予定

## 3. 試料の配付

- ・参加項目に関わらず、すべての参加機関に対し、ナトリウム1試料及びホルムアルデヒド1試料を配付する。
- ・試料の配付方法は、業者による配送または来所による受取りとする。
- ・配付試料に含まれる測定物質の濃度は、概ね水質基準値の1/10から水質基準値の範囲内となるよう調製している。
- ・試料が7月12日の午後4時までに届かない時または到着時に破損していた場合は、すみやかに千葉県衛生研究所に電話で連絡すること（直通：043-266-7983）。

測定項目	送付容器	内容量	発送方法・梱包サイズ
ナトリウム	250 mL ポリエチレン瓶	約 260 mL	冷蔵配送・着払い 縦 12 cm×横 12 cm×高さ 25 cm
ホルムアルデヒド	100 mL ガラス瓶	約 110 mL	

※ 1 項目のみ参加する機関は、参加項目の試料のみ測定し、参加しない項目の試料は各機関の廃棄方法に従って適切に処分すること。

#### 4. 試料の測定

##### (1) 測定方法

「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成 15 年厚生労働省告示第 261 号）」（以下、「告示法」という。）に定められた下表のいずれかの方法に基づき、各機関で作成した SOP に従って測定すること。

測定項目	検査方法（告示法）
ナトリウム	別表第 3：フレイムレス—原子吸光光度計による一斉分析法
	別表第 4：フレイム—原子吸光光度計による一斉分析法
	別表第 5：誘導結合プラズマ—発光分光分析装置による一斉分析法
	別表第 6：誘導結合プラズマ—質量分析装置による一斉分析法
	別表第 20：イオンクロマトグラフ（陽イオン）による一斉分析法
ホルムアルデヒド	別表第 19：溶媒抽出—誘導体化—ガスクロマトグラフ—質量分析法
	別表第 19 の 2：誘導体化—高速液体クロマトグラフ法
	別表第 19 の 3：誘導体化—液体クロマトグラフ—質量分析法

##### (2) 外部精度管理開始日時

令和 4 年 7 月 13 日（水）午前 9 時を外部精度管理開始日時とする。本時刻を日常検査における採水時刻とし、告示法で示された制限時間内に試験を開始すること。

##### (3) 留意点

- ア 試料到着後、試験開始まで、冷蔵庫等の冷暗所に保存すること。
- イ 各機関で作成した SOP に従い試験を行い、ナトリウム及びホルムアルデヒドのいずれも測定結果を 1 つだけ各試験結果報告書に記入すること。配付試料は測定に十分な量を送付しているが、配付試料が余ってもやり直しはしないこと。
- ウ 「ナトリウム」の試料については、硝酸は添加していない。自機関の SOP に従い必要に応じて硝酸を添加すること。  
「ホルムアルデヒド」の試料については、告示法に示された試料採取時の残留塩素除去剤（チオ硫酸ナトリウム、塩化アンモニウム）を各機関において添加する必要はない。
- エ 測定終了後の配付試料は、各機関の廃棄方法に従って適切に処分すること。

## 5. 試験結果報告書（電子ファイル）の提出

- (1) 千葉県健康福祉部薬務課から送付される報告書ファイル（Excel ファイル）は、ナトリウム及びホルムアルデヒドの2種類あるが、参加項目の測定結果及び操作に係る項目を全て入力する。

入力後、ファイル名をナトリウムは「機関名\_ナトリウム.xlsx」、ホルムアルデヒドは「機関名\_ホルムアルデヒド.xlsx」に変更して保存すること。

※書式、記入順序等を変更しないこと。

- (2) 報告書ファイル（Excel ファイル）は4(1)の表で示した検査方法ごとにシート分けされているので、実施した検査法のシートのみ回答すること。

実施していない検査法のシートについては削除すること。

- (3) 参加項目の電子ファイル（2項目参加する場合は2つ、1項目のみ参加の場合は参加項目のみ）を電子メールに添付し、メールの件名を「令和4年度精度管理報告書」とし、千葉県衛生研究所（[eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp](mailto:eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp)）へ送信する。

※Excel ファイル以外の電子ファイルは添付しないこと。

- (4) 各機関からの電子メールの受信及び添付ファイルの確認後、各機関宛てに受付完了のメールを返信するが、確認には時間を要する場合がある。

※パスワードには対応するが、添付ファイルが開けない等の不具合がある場合は受理しない（受付完了メールは送付しない）。

- (5) 試験結果報告書入力時の留意点

ア 得られた測定結果は、各機関が通常使用している SOP に従い濃度を算出し、試験結果報告書には有効数字 **3桁**で入力すること。なお、報告する数値の単位はナトリウムは mg/L、ホルムアルデヒドは μg/L とすること。

イ 記入欄は、報告書の「記入例」及び「選択肢・注意事項」に従って記入すること。

ウ 回答が記入欄に入りきらない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入のうえ、各シート末尾の備考欄に設問番号とともに回答を記入すること。

## 6. 試験結果報告書（書類）の提出

以下の書類を A4 サイズで作成し、千葉県衛生研究所へ提出する。なお、各書類の原本は、各機関で保存すること。

- (1) 印刷した試験結果報告書

- (2) 試験に使用した SOP 及び操作手順を示したフローシート等の写し

(3) 測定データに係る書類一式の写し

測定結果の計算過程の記録、試料の希釈の記録、測定条件、サンプルスケジュール等、標準品や試薬（調製試薬）に関する記録、試料や検量線のチャート（クロマトグラム等）、検量線結果レポート等の写し

※第三者が理解できるよう、試験操作の順番に従って全ての記録を時系列に並べること。

(4) 妥当性評価書の写し

妥当性評価書については「水道水質検査方法の妥当性ガイドライン（最終改正：平成 29 年 10 月 18 日付け薬生水発 1018 第 1 号）」の別紙 2 妥当性評価書の記載例を参考とすること。

(提出先) 〒260-8715  
千葉県千葉市中央区仁戸名町 666-2  
千葉県衛生研究所 医薬品・生活環境研究室

7. 提出期限

試験結果報告書の提出期限は外部精度管理開始日から 21 日後とし、期日を下表に示す。なお、試料を再発送した場合も提出期限は下表に示す期日とする。

提出期日	電子ファイル	書類
令和 4 年 8 月 3 日 (水)	午後 5 時	必着

8. 評価方法

棄却検定を行い、測定値が 5 %棄却限界値を超える機関を除外する。

Z スコア及び誤差率を算出し、下表に該当する機関は精度が良好でないと評価する。

測定項目	評価基準
ナトリウム	Z スコアの絶対値が 3 以上かつ誤差率が ±10% を超えた場合
ホルムアルデヒド	Z スコアの絶対値が 3 以上かつ誤差率が ±20% を超えた場合

・報告の遅延もしくは未提出、無効な測定結果及び日常の検査精度に影響のある実施要領違反と判断した結果については、測定結果を無効とし、棄却検定前に除外する。

9. 問い合わせ先

千葉県衛生研究所 医薬品・生活環境研究室

電子メールアドレス：[eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp](mailto:eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp)

## 送付物チェックシート

送付漏れのないように、電子ファイルの送付、書類の送付の際にご活用ください。

なお添付の必要はありません。

機 関 名	
記 入 者 氏 名	
記 入 日	

### 【電子ファイル】

試験結果報告書（電子ファイル）の送付（8月3日午後5時締切）

<input type="checkbox"/> 報告書の記入漏れはないか
<input type="checkbox"/> メールには、Excelファイルのみ添付しているか（送付状不要）
<input type="checkbox"/> メール の 件名 を「令和4年度精度管理報告書」としたか
<input type="checkbox"/> 電子ファイルのファイル名を「機関名_項目名.xlsx」に変更したか <input type="checkbox"/> ナトリウム <input type="checkbox"/> ホルムアルデヒド

### 【書類】

試験結果報告書（書類）の送付（8月3日必着）

	ナトリウム	ホルムアルデヒド
印刷した試験結果報告書	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
SOPの写し	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
操作手順を示したフローシート等の写し	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
測定データに係る書類一式の写し		
測定結果の計算過程の記録	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
試料の希釈の記録	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
測定条件、サンプルスケジュール等	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
標準品や試薬（調製試薬）に関する記録	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
試料や検量線のチャート（クロマトグラム等）	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
検量線結果レポート等の写し	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
測定結果を得るために必要な全ての情報	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
妥当性評価書の写し	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

## 試験結果報告書(ナトリウム及びその化合物)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、英数字以外は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

**別表第3:フレイムレス—原子吸光度計による一斉分析法**

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
1	試験機関名			〇〇市水道局		
2	試料到着日時			〇月〇日〇時〇分	自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に到着した日時を記入	
3	試料の保存温度(°C)			4	自機関での試料保存温度(°C)を記入	
4	試験開始日時			〇月〇日〇時〇分	試験操作を開始した日時を記入	
5	試料開封日時			〇月〇日〇時〇分	試料を開封した日時を記入	
6	機器分析開始日時			〇月〇日〇時〇分	機器で分析を開始した日時を記入	
7	測定結果(mg/L)			20.0	測定結果を一つだけ記入 有効数字は3桁で記入	
8	一斉分析項目			無	一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「無」と記入	
9	妥当性 評価	検量線の 評価の 実施状況	キャリーオーバーの評価	実施	「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(最終改正平成29年10月18日付薬生水発1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入	
10			真度・精度の評価	実施		
11		添加試料の 評価の 実施状況	真度・併行精度の評価	実施		
12			添加を行った水	水道水		【水道水・水道水及び精製水・精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合(井戸水等)は具体的に記入
13			評価した濃度	定量下限値(精製水) 0.05 mg/L(水道水)		添加濃度が定量下限値と同じ場合は、「定量下限値」、異なる場合は濃度に単位をつけ、添加した水の種類とともに記入
14	検量線	フィッティング方法		直線	【直線・2次曲線】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
15		検量線の点数		4	測定に用いた検量線の濃度点の数を記入	
16		検量線の設定濃度(mg/L)		0.02, 0.05, 0.1, 0.2	設定濃度を記入(実測値は記入しない)	
17		調製	使用した容器	10mL メスフラスコ	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に用いた最終容器の容量及び種類を記入(記入例は標準液を設定濃度ごとに10mLメスフラスコに採り定容した場合)	
18			使用した容器の材質	ポリメチルペンテン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
19			使用した計量器具	マイクロピペット	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に用いた計量器具の種類を記入	
20			使用した計量器具の材質	ポリプロピレン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
21		重み付け		無	【有・無】のいずれかを記入	
22		原点強制通過		無	【有・無】のいずれかを記入	
23		定量下限値(mg/L)		0.02	ナトリウムの定量下限値(mg/L)を記入	
24		確認用 試料	オートサンプラー使用の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
25			設定濃度(mg/L)		0.05	設定濃度(mg/L)を記入
26			測定結果(mg/L)		0.0517	有効数字3桁で記入
27	誤差率(%)		#DIV/0!	自動で計算されるため、記入不要 誤差率=測定結果÷設定濃度×100-100		

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
28	空試験	実施の有無		実施	【実施・未実施】のいずれかを記入	
29		測定結果(mg/L)		<0.02	空試験の測定結果を有効数字3桁で記入 検量線の下限值未満の場合は記入例にならって記入(記入例は検量線の下限值(0.02 mg/L)未満だった場合)	
30		硝酸添加の有無		有	空試験について前処理(硝酸添加)を実施したか【有・無】のいずれかを記入	
31		加熱処理の有無		有	空試験について前処理(加熱)を実施したか【有・無】のいずれかを記入	
32	標準原液	標準原液の種類		市販標準原液(単品)	【自家調製・市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)】のいずれかを記入	
33		ナトリウムの濃度(mg/L)		1000	ナトリウムの標準原液の濃度(mg/L)を記入	
34		製品名		ナトリウム標準液(Na 1000)	市販品の場合は名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入	
35		メーカー名		富士フイルム和光純薬	市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入	
36		カタログ番号		199-10831	市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のカタログ番号を記入	
37		値付け証明書の有無		有	市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか【有・無】のいずれかを記入 自家調製の場合は「-」と記入	
38		トレーサビリティ		JCSS	自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記入	
39		期限設定		1年	【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
40	使用期限		2022年〇月〇日	市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を記入		
41	標準液	ナトリウムの濃度(mg/L)		1	ナトリウムの標準液の濃度(mg/L)を記入	
42		調製年月日		2022年〇月〇日	標準原液から標準液を調製した年月日を記入	
43		期限設定		1年	【用時調製・半年・1年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
44		使用期限		2022年〇月〇日	調製した標準液の期限を記入	
45	硝酸	製品名		硝酸1.42		
46		メーカー名		関東化学		
47		カタログ番号		28161-00		
48		使用期限		2022年〇月〇日	試験に使用した硝酸の使用期限を記入	
49	前処理	試料の分取量(mL)		50	1試料あたりの分取量(mL)を記入	
50		硝酸の添加量(mL)		1	1試料あたりの硝酸(原液)の添加量(mL)を記入	
51		加熱	試料の加熱処理の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
52			使用した容器		50mL チューブ	加熱に用いた容器の容量及び種類を記入 試料の加熱処理を無と回答した場合は「-」と記入
53			使用した容器の材質		ポリプロピレン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の加熱処理を無と回答した場合は「-」と記入
54			加熱用機器		DigiPREP Jr、ホットプレート	
55			加熱温度(°C)		95	
56			加熱時間(分)		90	加熱開始から終了までの時間ではなく、加熱温度に達してからその温度で保持した時間(分)を記入
57	加熱後の最終定容量(mL)			10	加熱後に精製水を加えて定容した量(mL)を記入 加えた精製水の量ではないので注意すること	

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項
58	前処理	希釈	試料の希釈の有無	有	【有・無】のいずれかを記入
59			希釈倍率(倍)	10000	試料の希釈を有と回答した場合は希釈倍率(倍)を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
60			使用した容器	100mL メスフラスコ	希釈試料の調製に用いた容器の容量及び種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
61			使用した容器の材質	ポリメチルペンテン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
62			使用した計量器具	マイクロピペット	希釈試料の調製に用いた計量器具の種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
63			使用した計量器具の材質	ポリプロピレン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
64			希釈試料の加熱処理の有無	希釈後に加熱	【希釈後に加熱・加熱後に希釈・無】のいずれかを記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
65	使用機器	メーカー名	アジレントテクノロジー		
66	測定条件	測定波長(nm)	589.0	試験に使用したナトリウムの測定波長(nm)を記入	

貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。

本精度管理について、意見の記入をお願いします。

備考欄

報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。  
また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

## 試験結果報告書(ナトリウム及びその化合物)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、英数字以外は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

**別表第4：フレイム—原子吸光度計による一斉分析法**

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
1	試験機関名			〇〇市水道局		
2	試料到着日時			〇月〇日〇時〇分	自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に到着した日時を記入	
3	試料の保存温度(°C)			4	自機関での試料保存温度(°C)を記入	
4	試験開始日時			〇月〇日〇時〇分	試験操作を開始した日時を記入	
5	試料開封日時			〇月〇日〇時〇分	試料を開封した日時を記入	
6	機器分析開始日時			〇月〇日〇時〇分	機器で分析を開始した日時を記入	
7	測定結果(mg/L)			20.0	測定結果を一つだけ記入 有効数字は3桁で記入	
8	一斉分析項目			カルシウム、マグネシウム	一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「無」と記入	
9	妥当性 評価	検量線の 評価の 実施状況	キャリーオーバーの評価	実施	「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(最終改正平成29年10月18日付薬生水発1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入	
10			真度・精度の評価	実施		
11		添加試料の 評価の 実施状況	真度・併行精度の評価	実施		
12			添加を行った水	水道水		【水道水・水道水及び精製水・精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合(井戸水等)は具体的に記入
13			評価した濃度	定量下限値(精製水) 0.12 mg/L(水道水)		添加濃度が定量下限値と同じ場合は、「定量下限値」、異なる場合は濃度に単位をつけ、添加した水の種類とともに記入
14	検量線	フィッティング方法		直線	【直線・2次曲線】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
15		検量線の点数		4	測定に用いた検量線の濃度点の数を記入	
16		検量線の設定濃度(mg/L)		0.06, 0.1, 0.3, 0.6	設定濃度を記入(実測値は記入しない)	
17		調製	使用した容器	10mL メスフラスコ	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に用いた最終容器の容量及び種類を記入(記入例は標準液を設定濃度ごとに10mLメスフラスコに採り定容した場合)	
18			使用した容器の材質	ポリメチルペンテン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
19			使用した計量器具	マイクロピペット	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に用いた計量器具の種類を記入	
20			使用した計量器具の材質	ポリプロピレン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
21		重み付け		無	【有・無】のいずれかを記入	
22		原点強制通過		無	【有・無】のいずれかを記入	
23		定量下限値(mg/L)		0.06	ナトリウムの定量下限値(mg/L)を記入	
24		確認用 試料	オートサンプラー使用の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
25			設定濃度(mg/L)		0.1	設定濃度(mg/L)を記入
26			測定結果(mg/L)		0.104	有効数字3桁で記入
27	誤差率(%)		#DIV/0!	自動で計算されるため、記入不要 誤差率=測定結果÷設定濃度×100-100		

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
28	空試験	実施の有無		実施	【実施・未実施】のいずれかを記入	
29		測定結果(mg/L)		<0.06	空試験の測定結果を有効数字3桁で記入 検量線の下限值未満の場合は記入例にならって記入(記入例は検量線の下限值(0.06 mg/L)未満だった場合)	
30		硝酸添加の有無		有	空試験について前処理(硝酸添加)を実施したか【有・無】のいずれかを記入	
31		加熱処理の有無		有	空試験について前処理(加熱)を実施したか【有・無】のいずれかを記入	
32	標準原液	標準原液の種類		市販標準原液(単品)	【自家調製・市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)】のいずれかを記入	
33		ナトリウムの濃度(mg/L)		1000	ナトリウムの標準原液の濃度(mg/L)を記入	
34		製品名		ナトリウム標準液(Na 1000)	市販品の場合は名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入	
35		メーカー名		富士フイルム和光純薬	市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入	
36		カタログ番号		199-10831	市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のカタログ番号を記入	
37		値付け証明書の有無		有	市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか【有・無】のいずれかを記入 自家調製の場合は「-」と記入	
38		トレーサビリティ		JCSS	自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記入	
39		期限設定		1年	【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
40	使用期限		2022年〇月〇日	市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を記入		
41	標準液	ナトリウムの濃度(mg/L)		1	ナトリウムの標準液の濃度(mg/L)を記入	
42		調製年月日		2022年〇月〇日	標準原液から標準液を調製した年月日を記入	
43		期限設定		1年	【用時調製・半年・1年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
44		使用期限		2022年〇月〇日	調製した標準液の期限を記入	
45	硝酸	製品名		硝酸1.42		
46		メーカー名		関東化学		
47		カタログ番号		28161-00		
48		使用期限		2022年〇月〇日	試験に使用した硝酸の使用期限を記入	
49	前処理	試料の分取量(mL)		10	1試料あたりの分取量(mL)を記入	
50		硝酸の添加量(mL)		1	1試料あたりの硝酸(原液)の添加量(mL)を記入	
51		加熱	試料の加熱処理の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
52			使用した容器		50mL チューブ	加熱に用いた容器の容量及び種類を記入 試料の加熱処理を無と回答した場合は「-」と記入
53			使用した容器の材質		ポリプロピレン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の加熱処理を無と回答した場合は「-」と記入
54			加熱用機器		DigiPREP Jr、ホットプレート	
55			加熱温度(°C)		95	
56			加熱時間(分)		90	加熱開始から終了までの時間ではなく、加熱温度に達してからその温度で保持した時間(分)を記入
57			加熱後の最終定容量(mL)		10	加熱後に精製水を加えて定容した量(mL)を記入 加えた精製水の量ではないので注意すること

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項
58	前処理	希釈	試料の希釈の有無	有	【有・無】のいずれかを記入
59			希釈倍率(倍)	100	試料の希釈を有と回答した場合は希釈倍率(倍)を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
60			使用した容器	100mL メスフラスコ	希釈試料の調製に用いた容器の容量及び種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
61			使用した容器の材質	ポリメチルペンテン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
62			使用した計量器具	マイクロピペット	希釈試料の調製に用いた計量器具の種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
63			使用した計量器具の材質	ポリプロピレン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
64			希釈試料の加熱処理の有無	希釈後に加熱	【希釈後に加熱・加熱後に希釈・無】のいずれかを記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
65	使用機器	メーカー名	アジレントテクノロジー		
66	測定条件	測定波長(nm)	589.0	試験に使用した測定波長(nm)を記入	

貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。

本精度管理について、意見の記入をお願いします。

備考欄

報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。  
また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

## 試験結果報告書(ナトリウム及びその化合物)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、英数字以外は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

**別表第5: 誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法**

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
1	試験機関名			〇〇市水道局		
2	試料到着日時			〇月〇日〇時〇分	自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に到着した日時を記入	
3	試料の保存温度(°C)			4	自機関での試料保存温度(°C)を記入	
4	試験開始日時			〇月〇日〇時〇分	試験操作を開始した日時を記入	
5	試料開封日時			〇月〇日〇時〇分	試料を開封した日時を記入	
6	機器分析開始日時			〇月〇日〇時〇分	機器で分析を開始した日時を記入	
7	測定結果(mg/L)			20.0	測定結果を一つだけ記入 有効数字は3桁で記入	
8	一斉分析項目			カルシウム、マグネシウム	一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「無」と記入	
9	妥当性 評価	検量線の 評価の 実施状況	キャリーオーバーの評価	実施	「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(最終改正平成29年10月18日付薬生水発1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入	
10			真度・精度の評価	実施		
11		添加試料の 評価の 実施状況	真度・併行精度の評価	実施		
12			添加を行った水	水道水		【水道水・水道水及び精製水・精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合(井戸水等)は具体的に記入
13			評価した濃度	定量下限値(精製水) 5 mg/L(水道水)		添加濃度が定量下限値と同じ場合は、「定量下限値」、異なる場合は濃度に単位をつけ、添加した水の種類とともに記入
14	検量線	フィッティング方法		直線	【直線・2次曲線】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
15		検量線の点数		4	測定に用いた検量線の濃度点の数を記入	
16		検量線の設定濃度(mg/L)		2, 5, 10, 20	設定濃度を記入(実測値は記入しない)	
17		調製	使用した容器		50mL メスフラスコ	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に用いた最終容器の容量及び種類を記入(記入例は標準液を設定濃度ごとに50mLメスフラスコに採り定容した場合)
18			使用した容器の材質		ポリメチルペンテン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
19			使用した計量器具		マイクロピペット	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に用いた計量器具の種類を記入
20			使用した計量器具の材質		ポリプロピレン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
21		重み付け			無	【有・無】のいずれかを記入
22		原点強制通過			無	【有・無】のいずれかを記入
23		定量下限値(mg/L)			2	ナトリウムの定量下限値(mg/L)を記入
24		確認用 試料	オートサンプラー使用の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
25			設定濃度(mg/L)		5	設定濃度(mg/L)を記入
26			測定結果(mg/L)		5.28	有効数字3桁で記入
27	誤差率(%)		#DIV/0!	自動で計算されるため、記入不要 誤差率=測定結果÷設定濃度×100-100		

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
28	空試験	実施の有無		実施	【実施・未実施】のいずれかを記入	
29		測定結果(mg/L)		<2	空試験の測定結果を有効数字3桁で記入 検量線の下限値未満の場合は記入例にならって記入(記入例は検量線の下限値(2 mg/L)未満だった場合)	
30		硝酸添加の有無		有	空試験について前処理(硝酸添加)を実施したか【有・無】のいずれかを記入	
31		加熱処理の有無		有	空試験について前処理(加熱)を実施したか【有・無】のいずれかを記入	
32	標準原液	標準原液の種類		市販標準原液(単品)	【自家調製・市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)】のいずれかを記入	
33		ナトリウムの濃度(mg/L)		1000	ナトリウムの標準原液の濃度(mg/L)を記入	
34		製品名		ナトリウム標準液(Na 1000)	市販品の場合は名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入	
35		メーカー名		富士フイルム和光純薬	市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入	
36		カタログ番号		199-10831	市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のカタログ番号を記入	
37		値付け証明書の有無		有	市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか【有・無】のいずれかを記入 自家調製の場合は「-」と記入	
38		トレーサビリティ		JCSS	自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記入	
39		期限設定		1年	【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
40		使用期限		2022年〇月〇日	市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を記入	
41	標準液	ナトリウムの濃度(mg/L)		1	ナトリウムの標準液の濃度(mg/L)を記入	
42		調製年月日		2022年〇月〇日	標準原液から標準液を調製した年月日を記入	
43		期限設定		1年	【用時調製・半年・1年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
44		使用期限		2022年〇月〇日	調製した標準液の期限を記入	
45		硝酸添加の有無		有	標準液調製時に硝酸を添加したか【有・無】のいずれかを記入	
46	内部標準物質	内部標準物質		イットリウム	試験に使用したナトリウムに対する内部標準物質を記入	
47		内部標準物質の測定波長(nm)		371.029	使用した内部標準物質の測定波長(nm)を記入	
48		内部標準原液	標準原液の種類		市販標準原液(単品)	【自家調製・市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)】のいずれかを記入
49			内部標準物質の濃度(mg/L)		1000	内部標準物質の標準原液の濃度(mg/L)を記入
50			製品名		イットリウム標準液(Y 1000)	市販品の場合は名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入
51			メーカー名		富士フイルム和光純薬	市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入
52			カタログ番号		255-00671	市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のカタログ番号を記入
53			期限設定		1年	【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
54			使用期限		2022年〇月〇日	市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を記入
55			内部標準液	内部標準物質の濃度(mg/L)		5
56		調製年月日			2022年〇月〇日	標準原液から標準液を調製した年月日を記入
57		期限設定			1年	【用時調製・半年・1年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
58		使用期限			2022年〇月〇日	調製した標準液の期限を記入

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
59	硝酸	製品名		硝酸1.42		
60		メーカー名		関東化学		
61		カタログ番号		28161-00		
62		使用期限		2022年〇月〇日	試験に使用した硝酸の使用期限を記入	
63	前処理	試料の分取量 (mL)		50	1試料あたりの分取量 (mL) を記入	
64		硝酸の添加量 (mL)		5	1試料あたりの硝酸(原液)の添加量 (mL) を記入	
65		加熱	試料の加熱処理の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
66			使用した容器		50mL チューブ	加熱に用いた容器の容量及び種類を記入 試料の加熱処理を無と回答した場合は「-」と記入
67			使用した容器の材質		ポリプロピレン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の加熱処理を無と回答した場合は「-」と記入
68			加熱用機器		DigiPREP Jr、ホットプレート	
69			加熱温度(°C)		95	
70			加熱時間(分)		90	加熱開始から終了までの時間ではなく、加熱温度に達してからその温度で保持した時間(分)を記入
71			加熱後の最終定容量 (mL)		50	加熱後に精製水を加えて定容した量 (mL) を記入 加えた精製水の量ではないので注意すること
72			希釈	試料の希釈の有無		有
73		希釈倍率(倍)			10	試料の希釈を有と回答した場合は希釈倍率(倍)を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
74		使用した容器			100mL メスフラスコ	希釈試料の調製に用いた容器の容量及び種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
75		使用した容器の材質			ポリメチルペンテン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
76		使用した計量器具			マイクロピペット	希釈試料の調製に用いた計量器具の種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
77	使用した計量器具の材質			ポリプロピレン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入	
78	希釈試料の加熱処理の有無			希釈後に加熱	【希釈後に加熱・加熱後に希釈・無】のいずれかを記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入	
79	使用機器	メーカー名		アジレントテクノロジー		
80	測定条件	ナトリウムの測定波長 (nm)		589.592	試験に使用したナトリウムの測定波長 (nm) を記入	

貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。

本精度管理について、意見の記入をお願いします。

備考欄

報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。  
また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

## 試験結果報告書(ナトリウム及びその化合物)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、英数字以外は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

**別表第6: 誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法**

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
1	試験機関名			〇〇市水道局		
2	試料到着日時			〇月〇日〇時〇分	自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に到着した日時を記入	
3	試料の保存温度(°C)			4	自機関での試料保存温度(°C)を記入	
4	試験開始日時			〇月〇日〇時〇分	試験操作を開始した日時を記入	
5	試料開封日時			〇月〇日〇時〇分	試料を開封した日時を記入	
6	機器分析開始日時			〇月〇日〇時〇分	機器で分析を開始した日時を記入	
7	測定結果(mg/L)			20.0	測定結果を一つだけ記入 有効数字は3桁で記入	
8	一斉分析項目			カルシウム、マグネシウム	一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「無」と記入	
9	妥当性 評価	検量線の 評価の 実施状況	キャリーオーバーの評価	実施	「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(最終改正平成29年10月18日付薬生水発1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入	
10			真度・精度の評価	実施		
11		添加試料の 評価の 実施状況	真度・併行精度の評価	実施		
12			添加を行った水	水道水		【水道水・水道水及び精製水・精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合(井戸水等)は具体的に記入
13			評価した濃度	定量下限値(精製水) 5 mg/L(水道水)		添加濃度が定量下限値と同じ場合は、「定量下限値」、異なる場合は濃度に単位をつけ、添加した水の種類とともに記入
14	検量線	フィッティング方法		直線	【直線・2次曲線】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
15		検量線の点数		4	測定に用いた検量線の濃度点の数を記入	
16		検量線の設定濃度(mg/L)		2, 5, 10, 20	設定濃度を記入(実測値は記入しない)	
17		調製	使用した容器	50mL メスフラスコ	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に用いた最終容器の容量及び種類を記入(記入例は標準液を設定濃度ごとに50mLメスフラスコに採り定容した場合)	
18			使用した容器の材質	ポリメチルペンテン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
19			使用した計量器具	マイクロピペット	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に用いた計量器具の種類を記入	
20			使用した計量器具の材質	ポリプロピレン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
21		重み付け			無	【有・無】のいずれかを記入
22		原点強制通過			無	【有・無】のいずれかを記入
23		定量下限値(mg/L)			2	ナトリウムの定量下限値(mg/L)を記入
24		確認用 試料	オートサンプラー使用の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
25			設定濃度(mg/L)		5	設定濃度(mg/L)を記入
26			測定結果(mg/L)		5.28	有効数字3桁で記入
27	誤差率(%)		#DIV/0!	自動で計算されるため、記入不要 誤差率=測定結果÷設定濃度×100-100		

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
28	空試験	実施の有無		実施	【実施・未実施】のいずれかを記入	
29		測定結果(mg/L)		<2	空試験の測定結果を有効数字3桁で記入 検量線の下限值未満の場合は記入例にならって記入(記入例は検量線の下限值(2 mg/L)未満だった場合)	
30		硝酸添加の有無		有	空試験について前処理(硝酸添加)を実施したか【有・無】のいずれかを記入	
31		加熱処理の有無		有	空試験について前処理(加熱)を実施したか【有・無】のいずれかを記入	
32	標準原液	標準原液の種類		市販標準原液(単品)	【自家調製・市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)]のいずれかを記入	
33		ナトリウムの濃度(mg/L)		1000	ナトリウムの標準原液の濃度(mg/L)を記入	
34		製品名		ナトリウム標準液(Na 1000)	市販品の場合は名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入	
35		メーカー名		富士フィルム和光純薬	市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入	
36		カタログ番号		199-10831	市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のカタログ番号を記入	
37		値付け証明書の有無		有	市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか【有・無】のいずれかを記入 自家調製の場合は「-」と記入	
38		トレーサビリティ		JCSS	自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記入	
39		期限設定		1年	【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
40		使用期限		2022年〇月〇日	市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を記入	
41	標準液	ナトリウムの濃度(mg/L)		1	ナトリウムの標準液の濃度(mg/L)を記入	
42		調製年月日		2022年〇月〇日	標準原液から標準液を調製した年月日を記入	
43		期限設定		1年	【用時調製・半年・1年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
44		使用期限		2022年〇月〇日	調製した標準液の期限を記入	
45		硝酸添加の有無		有	標準液調製時に硝酸を添加したか【有・無】のいずれかを記入	
46	内部標準物質	内部標準物質		ガリウム	試験に使用したナトリウムに対する内部標準物質を記入	
47		内部標準物質の質量数		71	使用した内部標準物質の質量数を記入	
48		内部標準原液	標準原液の種類		市販標準原液(単品)	【自家調製・市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)]のいずれかを記入
49			内部標準物質の濃度(mg/L)		1000	内部標準物質の標準原液の濃度(mg/L)を記入
50			製品名		ガリウム標準液(Ga 1000)	市販品の場合は名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入
51			メーカー名		富士フィルム和光純薬	市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入
52			カタログ番号		255-00671	市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のカタログ番号を記入
53			期限設定		1年	【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
54			使用期限		2022年〇月〇日	市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を記入
55			内部標準液	内部標準物質の濃度(mg/L)		5
56		調製年月日			2022年〇月〇日	内部標準原液から内部標準液を調製した年月日を記入
57		期限設定			1年	【用時調製・半年・1年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
58		使用期限			2022年〇月〇日	調製した標準液の期限を記入
59		硝酸添加の有無			有	内部標準液調製時に硝酸を添加したか【有・無】のいずれかを記入

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
60	硝酸	製品名		硝酸1.42		
61		メーカー名		関東化学		
62		カタログ番号		28161-00		
63		使用期限		2022年〇月〇日	試験に使用した硝酸の使用期限を記入	
64	前処理	試料の分取量 (mL)		50	1試料あたりの分取量 (mL) を記入	
65		硝酸の添加量 (mL)		0.5	1試料あたりの硝酸 (原液) の添加量 (mL) を記入	
66		加熱	試料の加熱処理の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
67			使用した容器		50mL チューブ	加熱に用いた容器の容量及び種類を記入 試料の加熱処理を無と回答した場合は「-」と記入
68			使用した容器の材質		ポリプロピレン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の加熱処理を無と回答した場合は「-」と記入
69			加熱用機器		DigiPREP Jr、ホットプレート	
70			加熱温度 (°C)		95	
71			加熱時間 (分)		90	加熱開始から終了までの時間ではなく、加熱温度に達してからその温度で保持した時間 (分) を記入
72			加熱後の最終定容量 (mL)		50	加熱後に精製水を加えて定容した量 (mL) を記入 加えた精製水の量ではないので注意すること
73			希釈	試料の希釈の有無		有
74		希釈倍率 (倍)			10	試料の希釈を有と回答した場合は希釈倍率 (倍) を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
75		使用した容器			100mL メスフラスコ	希釈試料の調製に用いた容器の容量及び種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
76		使用した容器の材質			ポリメチルペンテン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
77		使用した計量器具			マイクロピペット	希釈試料の調製に用いた計量器具の種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
78		使用した計量器具の材質			ポリプロピレン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
79	希釈試料の加熱処理の有無			希釈後に加熱	【希釈後に加熱・加熱後に希釈・無】のいずれかを記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入	
80	使用機器	メーカー名		アジレントテクノロジー		
81	測定条件	測定質量数		23	試験に使用したナトリウムの質量数を記入	
82		多原子イオン低減化用ガス		ヘリウム	多原子イオン低減化用ガスを使用した場合は、名称を記入 使用していない場合は「-」と記入	

貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。

本精度管理について、意見の記入をお願いします。

備考欄

報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。  
また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

# 試験結果報告書(ナトリウム及びその化合物)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、英数字以外は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

別表第20: イオンクロマトグラフ(陽イオン)による一斉分析法

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
1	試験機関名			〇〇市水道局		
2	試料到着日時			〇月〇日〇時〇分	自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に到着した日時を記入	
3	試料の保存温度(°C)			4	自機関での試料保存温度(°C)を記入	
4	試験開始日時			〇月〇日〇時〇分	試験操作を開始した日時を記入	
5	試料開封日時			〇月〇日〇時〇分	試料を開封した日時を記入	
6	機器分析開始日時			〇月〇日〇時〇分	機器で分析を開始した日時を記入	
7	測定結果(mg/L)			20.0	測定結果を一つだけ記入 有効数字は3桁で記入	
8	一斉分析項目			カルシウム、マグネシウム	一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「無」と記入	
9	妥当性 評価	検量線の 評価の 実施状況	キャリーオーバーの評価	実施	「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(最終改正平成29年10月18日付薬生水発1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入	
10			真度・精度の評価	実施		
11		添加試料の 評価の 実施状況	真度・併行精度の評価	実施		
12			添加を行った水	水道水		【水道水・水道水及び精製水・精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合(井戸水等)は具体的に記入
13			評価した濃度	定量下限値(精製水) 5 mg/L(水道水)		添加濃度が定量下限値と同じ場合は、「定量下限値」、異なる場合は濃度に単位をつけ、添加した水の種類とともに記入
14	検量線	フィッティング方法		直線	【直線・2次曲線】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
15		検量線の点数		4	測定に用いた検量線の濃度点の数を記入	
16		検量線の設定濃度(mg/L)		2, 5, 10, 20	設定濃度を記入(実測値は記入しない)	
17		調製	使用した容器		100mL メスフラスコ	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に用いた最終容器の容量及び種類を記入(記入例は標準液を設定濃度ごとに100mLメスフラスコに採り定容した場合)
18			使用した容器の材質		ガラス	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
19			使用した計量器具		ホールピペット	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に用いた計量器具の種類を記入
20			使用した計量器具の材質		ガラス	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
21		バイアル への分注	使用した器具		スポイト、パスツールピペット	検量線の設定濃度に調製した溶液を分析用バイアルに分注する際に用いた器具の種類を記入 器具を使用しない場合は「-」と記入
22			使用した器具の材質		ポリエチレン	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 器具を使用しない場合は「-」と記入
23		重み付け			無	【有・無】のいずれかを記入
24		原点強制通過			無	【有・無】のいずれかを記入
25		定量下限値(mg/L)			2	ナトリウムの定量下限値(mg/L)を記入
26		確認用 試料	オートサンプラー使用の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
27			設定濃度(mg/L)		5	設定濃度(mg/L)を記入
28	測定結果(mg/L)			5.28	有効数字3桁で記入	
29	誤差率(%)		#DIV/0!		自動で計算されるため、記入不要 誤差率=測定結果÷設定濃度×100-100	

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
30	空試験	実施の有無		実施	【実施・未実施】のいずれかを記入	
31		測定結果(mg/L)		<2	空試験の測定結果を有効数字3桁で記入 検量線の下限值未満の場合は記入例にならって記入(記入例は検量線の下限值(2 mg/L)未満だった場合)	
32		ろ過の有無		有	空試験について前処理(ろ過)を実施したか【有・無】のいずれかを記入	
33	標準 原液	標準原液の種類		市販標準原液(単品)	【自家調製・市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)】のいずれかを記入	
34		ナトリウムの濃度(mg/L)		1000	ナトリウムの標準原液の濃度(mg/L)を記入	
35		製品名		ナトリウム標準液(Na 1000)	市販品の場合は名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入	
36		メーカー名		富士フイルム和光純薬	市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入	
37		カタログ番号		199-10831	市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のカタログ番号を記入	
38		値付け証明書の有無		有	市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか【有・無】のいずれかを記入 自家調製の場合は「-」と記入	
39		トレーサビリティ		JCSS	自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記入	
40		期限設定		1年	【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
41	使用期限		2022年〇月〇日	市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を記入		
42	標準液	ナトリウムの濃度(mg/L)		50	ナトリウムの標準液の濃度(mg/L)を記入	
43		調製年月日		2022年〇月〇日	標準原液から標準液を調製した年月日を記入	
44		期限設定		1年	【用時調製・半年・1年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
45		使用期限		2022年〇月〇日	調製した標準液の期限を記入	
46		調製に使用した容器		1000mL メスフラスコ	標準液の調製に用いた容器の容量及び種類を記入	
47	前処理	希釈	試料の希釈の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
48			希釈倍率(倍)		100	試料の希釈を有と回答した場合は希釈倍率(倍)を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
49			使用した容器		100mL メスフラスコ	希釈試料の調製に用いた容器の容量及び種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
50			使用した容器の材質		ガラス	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
51			使用した計量器具		ホールピペット	希釈試料の調製に用いた計量器具の種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
52			使用した計量器具の材質		ガラス	【ポリプロピレン・ポリエチレン・ガラス】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
53		ろ過	試料のろ過の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
54			フィルターの孔径(μm)		0.2	試料のろ過を有と回答した場合は使用したフィルターの孔径(μm)を記入 試料のろ過を無と回答した場合は「-」と記入
55	使用 機器	分離カラム	メーカー名		島津製作所	
56			型式		Shim-pack IC-C4	
57		サプレッサの使用の有無		無	【有・無】のいずれかを記入	
58		電気伝導度検出器のメーカー名		島津製作所		
59		カラム及び検出器以外の機器のメーカー名		島津製作所		

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項
60	測定 条件	カラムオープン温度(°C)		40	
61		試料注入量(μL)		20	
62		溶離液の成分名		しゅう酸	
63		流速(mL/min)		1.0	
64	定量 方法	ピークの読み取り方法		ピーク面積	【ピーク面積・ピーク高さ】のいずれかを記入 その他の場合は具体的に記入

貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。

本精度管理について、意見の記入をお願いします。

備考欄

報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。  
また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

## 試験結果報告書(ホルムアルデヒド)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、英数字以外は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

**別表第19 溶媒抽出—誘導体化—ガスクロマトグラフ—質量分析法**

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
1	試験機関名			〇〇市水道局		
2	試料到着日時			〇月〇日〇時〇分	自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に到着した日時を記入	
3	試験開始までの試料の保存温度(°C)			4	自機関での試料保存温度(°C) 冷蔵庫の設定温度を記入	
4	試験開始日時			〇月〇日〇時〇分	試験操作を開始した日時を記入	
5	試料開封日時			〇月〇日〇時〇分	試料を開封した日時を記入	
6	機器分析開始日時			〇月〇日〇時〇分	機器で分析を開始した日時を記入	
7	測定結果(μg/L)			40.0	<b>単位間違いに注意すること</b> 有効数字は3桁で測定結果を一つだけ記入	
8	一斉分析項目			アセトアルデヒド	一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「無し」と記入	
9	妥当性 評価	検量線の 評価の 実施状況	キャリーオーバーの評価	実施	【水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン】(最終改正平成29年10月18日付厚生労働省1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入	
10			真度・精度の評価	実施		
11		添加試料の 評価の 実施状況	真度・併行精度の評価	未実施		
12			添加を行った水	水道水		【水道水・水道水及び精製水・精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合(井戸水等)は具体的に記入
13			評価した濃度	定量下限値(精製水) 20 μg/L(水道水)		添加濃度が定量下限値と同じ場合は、「定量下限値」、異なる場合は濃度に単位をつけ、添加した水の種類とともに記入
14	検量線	直線性	決定係数( $r^2$ )	0.999	有効数字3桁で記入	
15		フィッティング方法		直線	【直線・2次曲線】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入	
16		検量線の点数		4	測定に用いた検量線の濃度点の数を記入	
17		検量線の設定濃度(μg/L)		8, 20, 40, 80	設定濃度を記入(実測値は記入しない)	
18		調製	使用した器具		マイクロシリンジ	標準液を添加する際に使用した計量器具を記入 【マイクロシリンジ】【マイクロピペット】などを記入
19			メスフラスコの容量(mL)		50	標準液調製に用いたメスフラスコの容量(mL)を全て記入
20		定量下限値(μg/L)			8	ホルムアルデヒドの定量下限値(μg/L)を記入
21		定量下限値の設定理由			基準の1/10以下	【告示法の濃度範囲の下限・基準の1/10以下】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入
22		確認用 試料	オートサンプラー使用の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
23			設定濃度(μg/L)		20	設定濃度(μg/L)を記入
24	測定結果(μg/L)			19.9	小数点以下第1位の値で記入	
25	誤差率(%)		#DIV/0!	-0.5	自動で計算されるため、記入不要 誤差率=測定結果-設定濃度×100-100	
26	測定頻度			おおむね10試料毎及び試験終了後	【おおむね10試料毎及び試験終了後】など具体的に記入 実施していない場合には「測定せず」と記入	
27	空試験	実施の有無		実施	【実施・未実施】のいずれかを記入	
28		測定結果(μg/L)			<8	空試験の測定結果(μg/L)を有効数字2桁で記入 定量下限値未満の場合は記入例にならって記入(記入例は定量下限値(8 μg/L)未満だった場合)

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
29	標準原液	標準原液の種類		市販標準原液(単品)	【市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)・自家調製】のいずれかを記入	
30		ホルムアルデヒドの濃度(mg/L)		1000	ホルムアルデヒドの標準原液の濃度(mg/L)を記入	
31		市販標準原液の値付け証明書の有無		有	市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか【有・無】のいずれかを記入 自家調製を使用した場合は「-」と記入	
32		製品名		ホルムアルデヒド標準液	市販品の場合は、名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入(希釈に用いた溶媒については記入不要)	
33		メーカー名		関東化学	市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入(希釈に用いた溶媒については不要)	
34		カタログ番号		16117-96	市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬の番号を記入	
35		グレード		JCSS化学分析用(水質試験用)	自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記入	
36		使用期限		202〇/〇/〇	市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を西暦で記入	
37	標準液	濃度(mg/L)		10	標準原液から希釈調製した濃度(mg/L)を記入	
38		調製年月日		202〇/〇/〇	標準原液から標準液を調製した年月日を西暦で記入	
39		使用期限		都度調製	【都度調製・調製日から1週間・調製日から1ヶ月】のいずれかを記入、それ以外の場合には具体的に記入	
40	内部標準原液	内部標準原液の種類		市販標準原液	【市販標準原液・自家調製】のいずれかを記入 それ以外の場合は回答をそのまま記入	
41		濃度(mg/L)		1000	内部標準原液の濃度(mg/L)を記入	
42		製品名		1-クロロデカン標準原液	市販品の場合は、名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入(希釈に用いた溶媒については記入不要)	
43		メーカー名		関東化学	市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入(希釈に用いた溶媒については不要)	
44		カタログ番号		08193-96	市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入	
45		グレード		水質試験用	自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記入	
46	使用期限		202〇/〇/〇	市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を西暦で記入		
47	内部標準添加ヘキサン	濃度(mg/L)		0.5	内部標準添加ヘキサンの濃度(mg/L)を記入	
48		調製年月日		202〇/〇/〇	調製した年月日を西暦で記入	
49		使用期限		202〇/〇/〇	設定指定している使用期限を西暦で記入	
50	前処理	試料の分取量(mL)		50	試料の分取量(mL)を記入	
51		希釈	実施の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
52			倍率(倍)		5	実施有と回答した場合は希釈倍率(倍)を記入 無と回答した場合は「-」と記入
53		ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン溶液	添加量(mL)		3	ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン溶液の添加量(mL)を記入
54			反応時間(hr)		2	反応(静置)時間(hr)を記入
55		硫酸(1+1)	添加量(mL)		0.8	硫酸(1+1)の添加量(mL)を記入
56		塩化ナトリウム添加量(g)			20	塩化ナトリウムの添加量(g)を記入
57		内部標準添加ヘキサン	添加量(mL)		5	添加量(mL)を記入
58			振とう時間(分)		5	振とう時間(分)を記入
59			振とう後の静置時間(分)		5	振とう後の静置時間(分)を記入 決めていない場合は「決めていない」と記入
60		ヘキサン層分取量(mL)			3	ヘキサン層分取量(mL)を記入 分取量を決めていない場合には「決めていない」と記入 それ以外の場合には「分取可能な全量」等具体的に記入
61		無水硫酸ナトリウム	添加量(g)		3	添加量(g)を記入 決めていない場合は「決めていない」と記入 使用していない場合は「使用していない」と記入
62			脱水時間(分)		20	脱水時間(分)を記入 決めていない場合は「決めていない」と記入

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
63	使用 機器	ガスクロマト グラフ	メーカー名	アジレントテクノロジー		
64			型式	7890A		
65		質量分析計	メーカー名	アジレントテクノロジー		
66			型式	5975C		
67			種類	四重極型	【四重極型・イオントラップ型】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入	
68		分離カラム	メーカー名	アジレントテクノロジー		
69			型式	HP-5MS		
70			内径(mm)	0.25		
71			長さ(m)	30		
72			膜厚(μm)	0.5		
73	使用開始年月日		202〇/〇/〇	使用開始日が不明の場合には「不明」と記入 西暦で記入		
74	測定 条件	分離カラムの昇温条件		40 °C(1 min保持) → 10 °C/minで昇温 → 100 °C(0 min保持) → 20 °C/minで昇温 → 280 °C(3 min保持)	記入例を参考に、分離カラムの温度条件を記入	
75		注入口温度(°C)		250		
76		イオン源温度(°C)		230		
77		キャリアーガス		ヘリウム		
78		キャリアーガス流量(mL/min)		1		
79		試料注入量(μL)		1		
80	定量 方法	ピークの読み取り方		ピーク面積	【ピーク面積・ピーク高さ】のいずれかを記入 その他の場合は具体的に記入	
81		定量計算方法		内部標準法	【内部標準法・絶対検量線法】のいずれかを記入 その他の場合は具体的に記入	
82		ピークの保持時間(分)		14.2		
83		イオン検出方法		SIM	【SIM・SCAN】等を記入 その他の場合は具体的に記入	
84		フラグメントイ オンの質量数	ホルムアルデヒド(m/z)		181, 195	定量イオンを記入 定量イオンの他に確認イオンがある場合は、記入例に従い、 定量イオン、確認イオンの順で記入 その他の場合には具体的に記入
85			1-クロロデカン(m/z)		91, 105	

貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。

本精度管理について、意見の記入をお願いします。

備考欄

報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。  
また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

## 試験結果報告書(ホルムアルデヒド)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、英数字以外は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

**別表第19の2 誘導体化—高速液体クロマトグラフ法**

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
1	試験機関名			〇〇市水道局		
2	試料到着日時			〇月〇日〇時〇分	自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に到着した日時を記入	
3	試験開始までの試料の保存温度(°C)			4	自機関での試料保存温度(°C) 冷蔵庫の設定温度を記入	
4	試験開始日時			〇月〇日〇時〇分	試験操作を開始した日時を記入	
5	試料開封日時			〇月〇日〇時〇分	試料を開封した日時を記入	
6	機器分析開始日時			〇月〇日〇時〇分	機器で分析を開始した日時を記入	
7	測定結果(μg/L)			40.0	<b>単位間違いに注意すること</b> 有効数字は3桁で測定結果を一つだけ記入	
8	一斉分析項目			アセトアルデヒド	一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「無し」と記入	
9	妥当性 評価	検量線の 評価の 実施状況	キャリーオーバーの評価	実施	「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(最終改正平成29年10月18日付業生水発1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入	
10			真度・精度の評価	実施		
11		添加試料の 評価の 実施状況	真度・併行精度の評価	未実施		
12			添加を行った水	水道水		【水道水・水道水及び精製水・精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合(井戸水等)は具体的に記入
13			評価した濃度	定量下限値(精製水) 20 μg/L(水道水)		添加濃度が定量下限値と同じ場合は、「定量下限値」、異なる場合は濃度に単位をつけ、添加した水の種類とともに記入
14	検量線	直線性	決定係数( $r^2$ )	0.999	有効数字3桁で記入	
15		フィッティング方法		直線	【直線・2次曲線】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入	
16		検量線の点数		4	測定に用いた検量線の濃度点の数を記入	
17		検量線の設定濃度(μg/L)		8, 20, 40, 80	設定濃度を記入(実測値は記入しない)	
18		調製	使用した器具		マイクロシリンジ	標準液を添加する際に使用した計量器具を記入 「マイクロシリンジ」「マイクロピペット」などを記入
19			メスフラスコの容量(mL)		10	標準液調製に用いたメスフラスコの容量(mL)を全て記入
20		定量下限値(μg/L)			8	ホルムアルデヒドの定量下限値(μg/L)を記入
21		定量下限値の設定理由			基準の1/10以下	【告示法の濃度範囲の下限・基準の1/10以下】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入
22		確認用 試料	オートサンプラー使用の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
23			設定濃度(μg/L)		20	設定濃度(μg/L)を記入
24	測定結果(μg/L)			19.9	小数点以下第1位の値で記入	
25	誤差率(%)		#DIV/0!	-0.5	自動で計算されるため、記入不要 誤差率=測定結果-設定濃度×100/100	
26	測定頻度			おおむね10試料毎及び試験終了後	「おおむね10試料毎及び試験終了後」など具体的に記入 実施していない場合には「測定せず」と記入	
27	空試験	実施の有無		実施	【実施・未実施】のいずれかを記入	
28		測定結果(μg/L)			<8	空試験の測定結果(μg/L)を有効数字2桁で記入 定量下限値未満の場合は記入例にならって記入(記入例は定量下限値(8 μg/L)未満だった場合)

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
29	標準原液	標準原液の種類		市販標準原液(単品)	【市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)・自家調製】のいずれかを記入	
30		ホルムアルデヒドの濃度(mg/L)		1000	ホルムアルデヒドの標準原液の濃度(mg/L)を記入	
31		市販標準原液の値付け証明書の有無		有	市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか【有・無】のいずれかを記入 自家調製を使用した場合は「-」と記入	
32		製品名		ホルムアルデヒド標準液	市販品の場合は、名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入(希釈に用いた溶媒については記入不要)	
33		メーカー名		関東化学	市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入(希釈に用いた溶媒については不要)	
34		カタログ番号		16117-96	市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入	
35		グレード		JCSS化学分析用(水質試験用)	自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記入	
36		使用期限		2020/0/0	市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を西暦で記入	
37	標準液	ホルムアルデヒドの濃度(mg/L)		10	ホルムアルデヒドの標準原液の濃度(mg/L)を記入	
38		調製年月日		2020/0/0	標準原液から標準液を調製した年月日を西暦で記入	
39		使用期限		都度調製	【都度調製・調製日から1週間・調製日から1ヶ月】のいずれかを記入、それ以外の場合には具体的に記入	
40	試薬	移動相に用いる有機溶媒	製品名		アセトニトリル	移動相に用いた有機溶媒を記入
41			メーカー名		富士フィルム和光	
42			カタログ番号		012-19851	
43		リン酸	製品名		りん酸	
44			メーカー名		富士フィルム和光	
45			カタログ番号		167-02161	
46		DNPH	製品名		2,4-ジニトロフェニルヒドラジン	
47			メーカー名		富士フィルム和光	
48	カタログ番号			049-03612		
49	調製試薬	リン酸(1+4)	リン酸(mL)		20	調製に用いたリン酸の量(mL)を記入
50			調製量(mL)		100	リン酸と精製水を混合して調製したリン酸(1+4)の最終量(mL)を記入
51			使用期限		2020/0/0	設定している使用期限を西暦で記入
52		DNPH溶液	DNPH採取量(g)		0.1	調製に用いたDNPHの量(g)を記入
53			調製量(mL)		100	DNPHをアセトニトリルで溶解し、調製したDNPH溶液の最終量(mL)を記入
54			使用期限		2020/0/0	設定している使用期限を西暦で記入
55	前処理	試料の分取量(mL)			10	試料の分取量(mL)を記入
56		希釈の実施の有無			無	【有・無】のいずれかを記入
57		希釈倍率(倍)			-	希釈の実施有と回答した場合は希釈倍率(倍)を記入 無と回答した場合は「-」と記入
58		リン酸(1+4)添加量(mL)			0.2	
59		DNPH誘導体化	添加量(mL)		0.5	DNPHの添加量(mL)を記入
60			誘導体化静置時間(分)		20	DNPH添加後の静置時間(分)を記入

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項
61	使用機器	液体クロマトグラフ(LC)	メーカー名	島津製作所	
62			型式	Nexera	
63		検出器	種類	フォトダイオードアレイ検出器	紫外部吸収検出器又はフォトダイオードアレイ検出器
64			メーカー名	島津製作所	
65			型式	SPD-M20A	
66		分離カラム	メーカー名	ジールサイエンス	
67			型式	InertSustain C18	
68			内径(mm)	4.6	
69			長さ(cm)	15	
70			粒子径(μm)	5	
71	測定条件	LC	カラムオープン温度(°C)	40	
72			試料注入量(μL)	20	
73			サンプル温度(°C)	4	バイアル瓶をセットしたオートサンプラーの設定温度冷却していない場合には「設定無し(室温)」と記入
74		LC (移動相)	A液の種類	精製水	
75			B液の種類	アセトニトリル	
76			流量(mL/min)	1.0	
77			移動相条件	A:B=50:50	記入例を参考に、移動相条件を記入グラジエント分析またはその他の条件を用いた場合には、具体的に記入
78		検出波長(nm)		360	
79	定量方法	ピークの保持時間(分)		6.1	
80		濃度の算出方法		ピーク面積	【ピーク面積・ピーク高さ】のいずれかを記入 その他の場合は具体的に記入

貴所の器具の洗浄方法及び留意点について記入をお願いします。

貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。

本精度管理について、意見の記入をお願いします。

備考欄

報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。  
また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

## 試験結果報告書(ホルムアルデヒド)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、英数字以外は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

### 別表第19の3 誘導体化—液体クロマトグラフ—質量分析法

設問番号	記入項目	記入欄	記入例	選択肢・注意事項		
1	試験機関名		〇〇市水道局			
2	試料到着日時		〇月〇日〇時〇分	自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に到着した日時を記入		
3	試験開始までの試料の保存温度(°C)		4	自機関での試料保存温度(°C) 冷蔵庫の設定温度を記入		
4	試験開始日時		〇月〇日〇時〇分	試験操作を開始した日時を記入		
5	試料開封日時		〇月〇日〇時〇分	試料を開封した日時を記入		
6	機器分析開始日時		〇月〇日〇時〇分	機器で分析を開始した日時を記入		
7	測定結果(μg/L)		40.0	<b>単位間違いに注意すること</b> 有効数字は3桁で測定結果を一つだけ記入		
8	一斉分析項目		アセトアルデヒド	一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「なし」と記入		
9	妥当性 評価	検量線の 評価の 実施状況	キャリーオーバーの評価	実施	「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(最終改正平成29年10月18日付業生水発1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入	
10			真度・精度の評価	実施		
11		添加試料の 評価の 実施状況	真度・併行精度の評価	未実施		
12			添加を行った水	水道水		【水道水・水道水及び精製水・精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合(井戸水等)は具体的に記入
13			評価した濃度	定量下限値(精製水) 20 μg/L(水道水)		添加濃度が定量下限値と同じ場合は、「定量下限値」、異なる場合は濃度に単位をつけ、添加した水の種類とともに記入
14	検量線	直線性	決定係数( $r^2$ )	0.999	有効数字3桁で記入	
15		フィッティング方法		直線	【直線・2次曲線】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入	
16		検量線の点数		4	測定に用いた検量線の濃度点の数を記入	
17		検量線の設定濃度(μg/L)		8, 20, 40, 80	設定濃度を記入(実測値は記入しない)	
18		調製	使用した器具	マイクロシリンジ	標準液を添加する際に使用した計量器具を記入 「マイクロシリンジ」「マイクロピペット」などを記入	
19			メスフラスコの容量(mL)	10	標準液調製に用いたメスフラスコの容量(mL)を全て記入	
20		定量下限値(μg/L)		8	ホルムアルデヒドの定量下限値(μg/L)を記入	
21		定量下限値の設定理由		基準の1/10以下	【告示法の濃度範囲の下限・基準の1/10以下】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入	
22		オートサンプラー使用の有無		有	【有・無】のいずれかを記入	
23		設定濃度(μg/L)		20	設定濃度(μg/L)を記入	
24	確認用 試料	測定結果(μg/L)		19.9	小数点以下第1位の値で記入	
25		誤差率(%)	#DIV/0!	-0.5	自動で計算されるため、記入不要 誤差率=測定結果-設定濃度×100/100	
26		測定頻度		おおむね10試料毎及び試験終了後	「おおむね10試料毎及び試験終了後」など具体的に記入 実施していない場合には「測定せず」と記入	
27	空試験	実施の有無		実施	【実施・未実施】のいずれかを記入	
28		測定結果(μg/L)		<8	空試験の測定結果(μg/L)を有効数字2桁で記入 定量下限値未満の場合は記入例にならって記入(記入例は定量下限値(8 μg/L)未満だった場合)	

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項		
29	標準原液	標準原液の種類		市販標準原液(単品)	【市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)・自家調製】のいずれかを記入		
30		ホルムアルデヒドの濃度(mg/L)		1000	ホルムアルデヒドの標準原液の濃度(mg/L)を記入		
31		市販標準原液の値付け証明書の有無		有	市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか【有・無】のいずれかを記入 自家調製を使用した場合は「-」と記入		
32		製品名		ホルムアルデヒド標準液	市販品の場合は、名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入(希釈に用いた溶媒については記入不要)		
33		メーカー名		関東化学	市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入(希釈に用いた溶媒については不要)		
34		カタログ番号		16117-96	市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入		
35		グレード		JCSS化学分析用(水質試験用)	自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記入		
36		使用期限		2020/0/0	市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を西暦で記入		
37	標準液	ホルムアルデヒドの濃度(mg/L)		10	ホルムアルデヒドの標準液の濃度(mg/L)を記入		
38		調製年月日		2020/0/0	標準原液から標準液を調製した年月日を西暦で記入		
39		使用期限		都度調製	【都度調製・調製日から1週間・調製日から1ヶ月】のいずれかを記入、それ以外の場合には具体的に記入		
40	試薬	移動相に用いる有機溶媒	製品名		アセトニトリル	移動相に用いた有機溶媒を記入	
41			メーカー名		富士フィルム和光		
42			カタログ番号		012-19851		
43		リン酸	製品名		りん酸		
44			メーカー名		富士フィルム和光		
45			カタログ番号		167-02161		
46		DNPH	製品名		2,4-ジニトロフェニルヒドラジン		
47			メーカー名		富士フィルム和光		
48			カタログ番号		049-03612		
49		調製試薬	リン酸(1+4)	リン酸(mL)		20	調製に用いたリン酸の量(mL)を記入
50				調製量(mL)		100	リン酸と精製水を混合して調製したリン酸(1+4)の最終量(mL)を記入
51				使用期限		2020/0/0	設定している使用期限を西暦で記入
52	DNPH溶液		DNPH採取量(g)		0.1	調製に用いたDNPHの量(g)を記入	
53			調製量(mL)		100	DNPHをアセトニトリルで溶解し、調製したDNPH溶液の最終量(mL)を記入	
54			使用期限		2020年0月0日	設定している使用期限を西暦で記入	
55	前処理	試料の分取量(mL)		10	試料の分取量(mL)を記入		
56		希釈の実施の有無		無	【有・無】のいずれかを記入		
57		希釈倍率(倍)		-	希釈の実施有と回答した場合は希釈倍率(倍)を記入 無と回答した場合は「-」と記入		
58		DNPH誘導体化静置時間(分)		20	DNPH添加後の静置時間(分)を記入		
59	使用機器	液体クロマトグラフ(LC)	メーカー名		島津製作所		
60			型式		Nexera		
61		質量分析計(MS)	メーカー名		島津製作所		
62			型式		LCMS-2020		
63			種類		四重極型	【四重極型・イオントラップ型】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入	
64			分離カラム	メーカー名		島津製作所	
65		型式			Shim-pack FC-ODS		
66		内径(mm)			2		
67		長さ(cm)			7.5		
68			粒子径(μm)		3		

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
69	測定 条件	LC	カラムオープン温度(°C)		30	
70			試料注入量(μL)		1	
71			サンプル温度(°C)		4	バイアル瓶をセットしたオートサンプラーの設定温度冷却していない場合には「設定無し(室温)」と記入
72		LC (移動相)	A液の種類		精製水	
73			B液の種類		アセトニトリル	
74			流量(mL/min)		0.2	
75			条件		A:B=50:50	記入例を参考に、移動相条件を記入 グラジエント分析またはその他の条件を用いた場合には、具体的に記入
76	MS	イオン化法		ESI法ネガティブ		
77	定量 方法	濃度の算出方法			ピーク面積	【ピーク面積・ピーク高さ】のいずれかを記入 その他の場合は具体的に記入
78		ピークの保持時間(分)			3.1	
79		イオン検出方法			SIM	【SIM・SRM】のいずれかを記入 【SIM】を選択した場合は設問番号「72」、【SRM】を選択した 場合には設問番号「73-74」のみ記入
80		選択イオン 測定(SIM)	モニターイオン 質量数(m/z)		209	
81		選択反応 測定(SRM)	プリカーサイオン 質量数(m/z)		-	
82			プロダクトイオン 質量数(m/z)		-	

貴所の器具の洗浄方法及び留意点について記入をお願いします。
貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。
本精度管理について、意見の記入をお願いします。
備考欄
報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。 また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

付録1 水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（抜粋）

別表第3

フレイムレス—原子吸光光度計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム及びマンガンである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸

(3) 硝酸(1+1)

(4) 硝酸(1+30)

(5) 硝酸(1+160)

(6) 塩酸(1+1)

(7) 塩酸(1+50)

(8) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)

(9) 金属類標準原液

表1に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液 1ml は、それぞれの金属を 1mg 含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表1 金属類標準原液(1mg/ml)の調製方法

金属類	調製方法
カドミウム	カドミウム 1.000g を採り、少量の硝酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+160)を加えて 1L としたもの
セレン	二酸化セレン 1.405g をメスフラスコに採り、少量の精製水で溶かした後、硝酸(1+160)を加えて 1L としたもの
鉛	鉛 1.000g を採り、少量の硝酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+160)を加えて 1L としたもの
ヒ素	三酸化ヒ素 1.320g を採り、少量の水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、塩酸(1+50)を加えて 1L としたもの
六価クロム	二クロム酸カリウム 2.829g をメスフラスコに採り、少量の精製水で溶かした後、硝酸(1+160)を加えて 1L としたもの
亜鉛	亜鉛 1.000g を採り、少量の硝酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+160)を加えて 1L としたもの
アルミニウム	アルミニウム 1.000g を採り、少量の塩酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+30)を加えて 1L としたもの
鉄	鉄 1.000g を採り、少量の硝酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+160)を加えて 1L としたもの
銅	銅 1.000g を採り、少量の硝酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+160)を加えて 1L としたもの
ナトリウム	塩化ナトリウム 2.542g を精製水に溶かして 1L としたもの
マンガン	マンガン 1.000g を採り、少量の硝酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+160)を加えて 1L としたもの

(10) 金属類標準液

表2に掲げる方法により調製されたもの  
これらの溶液は、使用の都度調製する。

表2 金属類標準液の濃度及び調製方法

金属類	濃度(mg/ml)	調製方法
カドミウム	0.0001	カドミウム標準原液を精製水で10000倍に薄めたもの
セレン	0.001	セレン標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
鉛	0.001	鉛標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
ヒ素	0.001	ヒ素標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
六価クロム	0.001	六価クロム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
亜鉛	0.001	亜鉛標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
アルミニウム	0.001	アルミニウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
鉄	0.01	鉄標準原液を精製水で100倍に薄めたもの
銅	0.001	銅標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
ナトリウム	0.001	ナトリウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの
マンガン	0.001	マンガン標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの

2 器具及び装置

- (1) フレームレス—原子吸光光度計及び中空陰極ランプ
- (2) アルゴンガス

純度 99.99v/v%以上のもの

3 試料の採取及び保存

試料は、硝酸及び精製水で洗浄したポリエチレン瓶に採取し、試料1Lにつき硝酸10mlを加えて、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2週間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

検水10~100ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表3に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの)を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が1mlとなるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が10ml以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて10mlとし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液をフレームレス—原子吸光光度計に注入し、表3に示すそれぞれの金属の測定波長で吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

表3 対象金属の濃度範囲及び測定波長

金属類	濃度範囲(mg/L)	波長(nm)
カドミウム	0.0001~0.01	228.8
セレン	0.001~0.1	196.0
鉛	0.001~0.1	283.3
ヒ素	0.001~0.1	193.7
六価クロム	0.001~0.1	357.9

亜鉛	0.001～0.1	213.8
アルミニウム	0.001～0.1	309.3
鉄	0.01～1	248.3
銅	0.001～0.1	324.7
ナトリウム	0.002～0.2	589.0
マンガン	0.001～0.1	279.5

#### 5 検量線の作成

金属類標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに硝酸1ml及び精製水を加えて10mlとする。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表3に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度と吸光度との関係を求める。

#### 6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

#### 7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度(以下この7において「調製濃度」という。)に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

### 別表第4

#### フレイム—原子吸光光度計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、亜鉛、鉄、銅、ナトリウム、マンガン及びカルシウム、マグネシウム等(硬度)である。

#### 1 試薬

##### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

##### (2) 硝酸

##### (3) 硝酸(1+1)

##### (4) 硝酸(1+160)

##### (5) 金属類標準原液

カルシウム及びマグネシウム以外の物質については、別表第3の1(9)の例による。

カルシウム及びマグネシウムについては、表1に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液1mlは、それぞれの金属を1mg含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表1 カルシウム及びマグネシウムの標準原液(1mg/ml)の調製方法

金属類	調製方法
カルシウム	炭酸カルシウム 2.497g をメスフラスコに採り、少量の硝酸(1+1)で溶かした後、精製水を加えて 1L としたもの
マグネシウム	硝酸マグネシウム(6 水塩) 10.550g をメスフラスコに採り、硝酸(1+160)を加えて 1L としたもの

(6) 金属類標準液

カルシウム及びマグネシウム以外の物質については、別表第3の1(10)の例による。カルシウム及びマグネシウムについては、表2に掲げる方法により調製されたものこれらの溶液は、使用の都度調製する。

表2 カルシウム及びマグネシウムの標準液の濃度及び調製方法

金属類	濃度(mg/ml)	調製方法
カルシウム	0.01	カルシウム標準原液を精製水で 100 倍に薄めたもの
マグネシウム	0.001	マグネシウム標準原液を精製水で 1000 倍に薄めたもの

2 器具及び装置

- (1) フレーム—原子吸光光度計及び中空陰極ランプ
- (2) アセチレンガス

3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表3に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの)を前処理後の試験溶液の量(以下この4において「調製量」という。)10ml に対して 10~100ml の割合となるように採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が調製量 10ml に対して 1ml の割合となるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が調製量以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて一定量とし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液をフレーム中に噴霧し、原子吸光光度計で表3に示すそれぞれの金属の測定波長で吸光度を測定し、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

ただし、カルシウム、マグネシウム等(硬度)については、まずカルシウム及びマグネシウムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。

硬度(炭酸カルシウム mg/L)

$$= [\text{カルシウム}(\text{mg/L}) \times 2.497] + [\text{マグネシウム}(\text{mg/L}) \times 4.118]$$

表3 対象金属の濃度範囲及び測定波長

金属類	濃度範囲(mg/L)	波長(nm)
亜鉛	0.02~0.2	213.8
鉄 ※	0.01~0.1	248.3
銅	0.04~0.4	324.7
ナトリウム	0.06~0.6	589.0
マンガン ※	0.005~0.05	279.5
カルシウム	0.02~0.2	422.7
マグネシウム	0.005~0.05	285.2

※印は 10 倍濃縮が必要な金属である。

#### 5 検量線の作成

金属類標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように硝酸を加え、更に精製水を加えて一定量とする。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表 3 に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (2) と同様に操作して、それぞれの金属の濃度と吸光度との関係を求める。

#### 6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記 4 (1) 及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記 4 (1) 及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

#### 7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度(以下この 7 において「調製濃度」という。)に調製した溶液について、上記 4 (2) に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね 10 の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記 4 及び 5 の操作により試験し直す。

### 別表第 5

#### 誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法

ここで対象とする項目は、カドミウム、鉛、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン及びカルシウム、マグネシウム等(硬度)である。

#### 1 試薬

##### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

##### (2) 内部標準原液

酸化イットリウム(III)0.318g を採り、硝酸 5ml を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、精製水を加えて 250ml としたもの

この溶液 1ml は、イットリウム 1mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

##### (3) 内部標準液

内部標準原液を精製水で 2~200 倍に薄めたもの

この溶液 1ml は、イットリウム 0.005~0.5mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

##### (4) 硝酸

##### (5) 硝酸(1+1)

##### (6) 硝酸(1+30)

##### (7) 硝酸(1+160)

##### (8) 塩酸(1+1)

##### (9) 金属類標準原液

カドミウム、鉛、六価クロム、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム及びマンガンについては、別表第 3 の 1 (9) の例による。また、カルシウム及びマグネシウムについては、別表第 4 の 1 (5) の例による。

ホウ素については、ホウ酸 5.715g をメスフラスコに採り、精製水に溶かして 1L としたもの  
これらの溶液 1ml は、それぞれの金属を 1mg 含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

(10) 金属類混合標準液

カドミウム、鉛、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガ  
ン、カルシウム及びマグネシウムのそれぞれ一定量の標準原液を混合して硝酸を添加後、  
精製水で 100～10000 倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液 1ml は、それぞれの金属を 0.0001～0.01mg 含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

2 器具及び装置

(1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置

(2) アルゴンガス

別表第3の2(2)の例による。

3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 50～500ml (検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表2に示す濃度範囲の上限  
値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの)を採  
り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が 5ml となるように硝酸を加え、静かに加  
熱する。液量が 45ml 以下になったら加熱をやめ、冷後、内部標準液を試験溶液の内部標準  
物質濃度がおおむね 0.5～50mg/L となるよう一定量加え、更に精製水を加えて 50ml とし、  
これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

なお、内部標準液は、前処理の任意の段階での添加でもよい。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液を誘導結合プラズマ発光分光分析装置に導入し、表2に示す  
それぞれの金属の測定波長で発光強度を測定し、イットリウムに対するそれぞれの金属の発  
光強度比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求  
め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

ただし、カルシウム、マグネシウム等(硬度)については、まずカルシウム及びマグネシウ  
ムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。

硬度(炭酸カルシウム mg/L)

$$= [\text{カルシウム (mg/L)} \times 2.497] + [\text{マグネシウム (mg/L)} \times 4.118]$$

表2 各金属の濃度範囲及び測定波長

金属類	濃度範囲(mg/L)	測定波長(nm)
カドミウム	0.0003～0.05	226.502、214.438
鉛	0.001～0.1	220.353
六価クロム	0.001～0.1	267.716、206.149
ホウ素	0.006～2	249.773、208.893
亜鉛	0.001～2	202.546、213.856
アルミニウム	0.001～2	396.152、309.271
鉄	0.001～2	259.940、238.204
銅	0.001～2	324.754、224.700
ナトリウム	0.05～20	589.592

マンガン	0.001～0.1	257.610
カルシウム	0.05～20	422.673、396.847、393.366
マグネシウム	0.05～10	279.553
イットリウム ※		371.029

※印は内部標準物質である。

#### 5 検量線の作成

金属類標準原液又は金属類混合標準液をそれぞれ段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ濃度となるように硝酸及び内部標準液を加え、更に精製水を加えて一定量とする。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表2に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度と発光強度比との関係を求める。

#### 6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

#### 7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度(以下この7において「調製濃度」という。)に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

### 別表第6

#### 誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法

ここで対象とする項目は、カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン及びカルシウム、マグネシウム等(硬度)である。

#### 1 試薬

##### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

##### (2) 内部標準原液

表1に掲げる方法により調製されたもの

これらの溶液1mlは、それぞれの内部標準物質を1mg含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表1 内部標準原液の調製方法

内部標準物質	調製方法
ベリリウム	硫酸ベリリウム(4水塩)4.914gをメスフラスコに採り、少量の精製水で溶かした後、硝酸(1+160)を加えて250mlとしたもの
コバルト	コバルト0.250gを採り、少量の硝酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+160)を加えて250mlとしたもの

ガリウム	ガリウム 0.250g を採り、少量の硝酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+160)を加えて 250ml としたもの
イットリウム	酸化イットリウム(III)0.318g を採り、硝酸 5ml を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、精製水を加えて 250ml としたもの
インジウム	インジウム 0.250g を採り、少量の硝酸(1+1)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸(1+160)を加えて 250ml としたもの
タリウム	硝酸タリウム(I)0.326g をメスフラスコに採り、少量の硝酸(1+1)で溶かした後、精製水を加えて 250ml としたもの

(3) 混合内部標準液

ベリリウム、コバルト、ガリウム、イットリウム、インジウム及びタリウムのうち使用する内部標準物質を選択し、それぞれ一定量の内部標準原液を混合して硝酸を添加後、精製水で 10~1000 倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液 1ml は、それぞれの内部標準物質を 0.001~0.1mg 含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(4) 硝酸

(5) 硝酸(1+1)

(6) 硝酸(1+30)

(7) 硝酸(1+160)

(8) 塩酸(1+1)

(9) 塩酸(1+50)

(10) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)

(11) 金属類標準原液

ホウ素、カルシウム及びマグネシウム以外の物質については、別表第3の1(9)の例による。

ホウ素については、別表第5の1(9)の例による。

カルシウム及びマグネシウムについては、別表第4の1(5)の例による。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

(12) 金属類混合標準液

カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン、カルシウム及びマグネシウムのそれぞれ一定量の標準原液を混合して硝酸を添加後、精製水で 10~10000 倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液 1ml は、それぞれの金属を 0.0001~0.1mg 含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

2 器具及び装置

(1) 誘導結合プラズマ質量分析装置

鉄の検査を行う場合は、ガス分子との衝突又は反応による多原子イオン低減化機能を有するもの

(2) アルゴンガス

別表第3の2(2)の例による。

(3) 多原子イオン低減化用ガス

必要な衝突又は反応作用が得られる種類又は組合せであるもの

3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表2に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの)を採り、試料採

取のときに加えた量を含めて硝酸を検水 100ml に対して 1ml の割合となるように加え、静かに加熱する。液量が検水 100ml に対して 90ml の割合以下になったら加熱をやめ、冷後、混合内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がおおむね 0.005~0.5mg/L となるよう一定量加え、更に精製水を加えて一定量とし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

なお、混合内部標準液は、前処理の任意の段階での添加でもよい。

## (2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液を誘導結合プラズマ質量分析装置に導入し、表 2 に示すそれぞれの金属の質量数及び内部標準物質の質量数のイオン強度を測定し、内部標準物質に対するそれぞれの金属のイオン強度比を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

ただし、カルシウム、マグネシウム等(硬度)については、まずカルシウム及びマグネシウムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。

硬度(炭酸カルシウム mg/L)

$$= [\text{カルシウム}(\text{mg/L}) \times 2.497] + [\text{マグネシウム}(\text{mg/L}) \times 4.118]$$

表 2 各金属の濃度範囲及び質量数

金属類	濃度範囲(mg/L)	質量数
カドミウム	0.0002~0.1	111、112、114
セレン	0.0004~0.1	77、78、80、82
鉛	0.0002~0.1	208
ヒ素	0.0002~0.1	75
六価クロム	0.0002~0.1	52、53
ホウ素	0.002~2	11
亜鉛	0.001~2	64、66
アルミニウム	0.001~2	27
鉄	0.001~2	54、56
銅	0.001~2	63、65
ナトリウム	0.1~200	23
マンガン	0.0002~0.1	55
カルシウム	0.1~200	43、44
マグネシウム	0.1~200	24、25
ベリリウム ※		9
コバルト ※		59
ガリウム ※		71
イットリウム ※		89
インジウム ※		115
タリウム ※		205

※印は内部標準物質である。

## 5 検量線の作成

金属類標準原液又は金属類混合標準液をそれぞれ段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように硝酸及び混合内部標準液を加え、更に精製水を加えて一

定量とする。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表2に示す濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度とイオン強度比との関係を求める。

#### 6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの金属の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

#### 7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度(以下この7において「調製濃度」という。)に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

### 別表第20

#### イオンクロマトグラフ(陽イオン)による一斉分析法

ここで対象とする項目は、ナトリウム及びカルシウム、マグネシウム等(硬度)である。

#### 1 試薬

- (1) 精製水  
測定対象成分を含まないもの
- (2) 溶離液  
測定対象成分が分離できるもの
- (3) 除去液  
サプレッサを動作させることができるもの
- (4) 硝酸(1+1)
- (5) 硝酸(1+160)
- (6) ナトリウム標準原液  
別表第3の1(9)の例による。
- (7) カルシウム標準原液  
別表第4の1(5)の例による。
- (8) マグネシウム標準原液  
別表第4の1(5)の例による。
- (9) 陽イオン混合標準液  
ナトリウム標準原液 50ml、カルシウム標準原液 50ml 及びマグネシウム標準原液 50ml をメスフラスコに採り、精製水を加えて1Lとしたもの。  
この溶液1mlは、ナトリウム、カルシウム及びマグネシウムをそれぞれ0.05mg含む。  
この溶液は、使用の都度調製する。

#### 2 器具及び装置

- (1) メンブランフィルターろ過装置  
別表第12の2(1)の例による。  
別表第12の2(1)：孔径約0.2 $\mu$ mのメンブランフィルターを備えたもの
- (2) イオンクロマトグラフ

#### ア 分離カラム

サプレッサ型は、内径 2~5mm、長さ 5~25cm のもので、陽イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの。

ノンサプレッサ型は、内径が 4~4.6mm、長さ 5~25cm のもので、シリカ材若しくはポリマー基材に陽イオン交換基を被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの。

#### イ 検出器

電気伝導度検出器

### 3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72 時間以内に試験する。

### 4 試験操作

#### (1) 前処理

検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が 200mg/L を超える場合には、0.1~200mg/L となるように精製水を加えて調製したもの)をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約 10ml は捨て、次のろ液を試験溶液とする。

#### (2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、それぞれの陽イオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの陽イオンの濃度を求め、検水中のそれぞれの陽イオンの濃度を算定する。

ただし、カルシウム、マグネシウム等(硬度)については、まずカルシウム及びマグネシウムの濃度を測定し、次式により濃度を算定する。

硬度(炭酸カルシウム mg/L)

$$= [\text{カルシウム}(\text{mg/L}) \times 2.497] + [\text{マグネシウム}(\text{mg/L}) \times 4.118]$$

### 5 検量線の作成

それぞれの陽イオンの標準原液又は陽イオン混合標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上になり、それぞれに精製水を加えて 100ml とする。この場合、調製した溶液のそれぞれの陽イオンの濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (2) と同様に操作して、それぞれの陽イオンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

### 6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの陽イオンの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限值を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限值以上の場合は、是正処置を講じた上で 4 (1) 及び (2) と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限值を下回るまで操作を繰り返す。

### 7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

(1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度(以下この 7 において「調製濃度」という。)に調製した溶液について、上記 4 (2) に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記 (1) により求められた差が調製濃度の ±10% の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記 (1) で行った試験の前に試験を行ったおおむね 10 の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記 (1) により求められた差が再び調製濃度の ±10% の範囲を超えた場合には、上記 4 及び 5 の操作により試験し直す。

## 別表第 19

### 溶媒抽出—誘導体化—ガスクロマトグラフ—質量分析法

ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。

#### 1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(3) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v%)

(4) 炭酸ナトリウム (無水)

(5) イソアミルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)

別表第 13 の 1 (12) の例による。

別表第 13 の 1 (12) : ヨウ素酸カリウム 3.567 g を精製水に溶かして 1 L としたもの

(7) ヨウ化カリウム

(8) 硫酸 (1 + 5)

(9) でんぷん溶液

別表第 13 の 1 (14) の例による。

別表第 13 の 1 (14) : 可溶性でんぷん 1 g を精製水約 100ml とよく混ぜながら、熱した精製水 200ml 中に加え、約 1 分間煮沸後、放冷したもの

ただし、上澄み液を使用する。

(10) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)

別表第 13 の 1 (15) の例による。

別表第 13 の 1 (15) : チオ硫酸ナトリウム (5 水塩) 26 g 及び炭酸ナトリウム (無水) 0.2 g を精製水に溶かして 1 L とし、イソアミルアルコール約 10ml を加えて振り混ぜ、2 日間静置したもの

なお、次の操作によりチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) のファクター(f)を求める。

ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L) 25ml を共栓付き三角フラスコに採り、ヨウ化カリウム 2 g 及び硫酸 (1 + 5) 5ml を加えて直ちに密栓し、静かに振り混ぜた後、暗所に 5 分間静置し、更に精製水 100ml を加える。次に、チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) を用いて滴定し、液の黄色が薄くなってから 1 ~ 2ml のでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定する。別に、同様に操作して精製水について試験を行い、補正したチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) の ml 数 a から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f) = 25 / a$$

(11) ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン溶液

ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン塩酸塩 0.1 g を精製水に溶かして 100ml としたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(12) 硫酸 (1 + 1)

(13) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(14) 無水硫酸ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(15) ヨウ素溶液

ヨウ素約 13 g を採り、ヨウ化カリウム 20 g 及び精製水 20ml を加えて溶かした後、精製水を加えて 1 L としたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(16) 水酸化カリウム溶液 (6 w/v%)

(17) ヘキサン

測定対象成分を含まないもの

(18) 内部標準原液

1-クロロデカン 0.100 g をヘキサン 60ml を入れたメスフラスコに採り、ヘキサンを加えて 100ml としたもの

この溶液 1 ml は、1-クロロデカン 1 mg を含む。

この溶液は、調製後直ちに 10ml ずつをねじロバイアルに入れて冷凍保存する。

(19) 内部標準添加ヘキサン

内部標準原液をヘキサンで 2000 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、1-クロロデカン 0.0005mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(20) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(21) ホルムアルデヒド標準原液

ホルマリン 10/C (g) をメチルアルコールに溶かして 100ml としたもの

ただし、Cはホルマリン中のホルムアルデヒドの含量 (%) であり、次に定める方法により算出する。

ホルマリン約 1 g を精製水 5ml を入れた褐色メスフラスコに採り、精製水を加えて 100ml とする。その 10ml を共栓付き三角フラスコに採り、これにヨウ素溶液 50ml 及び水酸化カリウム溶液 (6 w/v %) 20ml を加え、栓をして静かに振り混ぜ、15 分間常温で静置する。次いで、硫酸 (1+5) 5ml を加え、遊離したヨウ素をチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) を用いて滴定し、液の黄色が薄くなってから 1~2ml のでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定し、これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) の ml 数 a を求める。別に、精製水 10ml について同様に操作し、これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) の ml 数 b を求め、次式によりホルマリン中のホルムアルデヒドの含量 (%) を算定する。

$$\text{ホルムアルデヒドの含量 } C (\%) = 1.501 \times f \times (b - a) / W$$

この式において、Wはホルマリンの採取量 (g)、f はチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) のファクターを表す。

この溶液は、調製後直ちに 10ml ずつをねじロバイアルに入れて冷凍保存する。

(22) ホルムアルデヒド標準液

ホルムアルデヒドとして 1mg に相当するホルムアルデヒド標準原液を採り、メチルアルコールで 100 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、ホルムアルデヒド 0.01mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

## 2 器具及び装置

(1) ねじロバイアル

別表第 17 の 2 (2) の例による。

別表第 17 の 2 (2) : 容量 10ml のもので、ポリテトラフルオロエチレン張りのキャップをしたもの

(2) ガスクロマトグラフ—質量分析計

ア 試料導入部

別表第 17 の 2 (5) アの例による。

別表第 17 の 2 (5) ア : 試料導入方式に応じて最適温度が設定できるもの

イ 分離カラム

別表第 17 の 2 (5) イの例による。

別表第 17 の 2 (5) イ : 内径 0.20~0.53mm、長さ 25~30m の溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に 100%ジメチルポリシロキサンを 0.10~0.30 μm の厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

#### ウ 分離カラムの温度

最適分離条件に設定できるもの

例えば、100℃を1分間保持し、毎分15℃の速度で上昇させ、200℃を10分間保持できるもの

#### エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

別表第14の2(4)ウ：選択イオン測定（SIM）又はこれと同等以上の性能を有するもの

#### オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

別表第14の2(4)エ：電子イオン化法（EI法）で、イオン化電圧を70Vにしたもの

#### カ キャリヤーガス

別表第14の2(4)オの例による。

別表第14の2(4)オ：純度99.999v/v%以上のヘリウムガス又はこれと同程度の感度を得られるもの

### 3 試料の採取及び保存

試料は、精製水及びアセトンで洗浄したガラス瓶に採取し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w/v%）0.1～0.2mlを加える。

### 4 試験操作

#### (1) 前処理

検水50ml（検水に含まれるホルムアルデヒドの濃度が0.1mg/Lを超える場合には、0.001～0.1mg/Lとなるように精製水を加えて50mlに調製したもの）を採り、ペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン溶液3mlを加えて混合する。2時間静置後、硫酸（1+1）0.8ml及び塩化ナトリウム20gを加えて混合する。次に、内部標準添加ヘキササン5mlを加えて5分間激しく振り混ぜ、数分間静置後、ヘキササン層を分取し、無水硫酸ナトリウムを少量加える。この溶液を一定量採り、試験溶液とする。

#### (2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、フッ素誘導体化したホルムアルデヒドは181、195、161のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積と1-クロロデカン91、105のフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積との比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検水中のホルムアルデヒドの濃度を算定する。

### 5 検量線の作成

ホルムアルデヒド標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて50mlとする。この場合、調製した溶液のホルムアルデヒドの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、ホルムアルデヒドと1-クロロデカンとのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、ホルムアルデヒドの濃度との関係を求める。

### 6 空試験

精製水50mlを採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

### 7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この 7 において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記 4 (1) 及び (2) に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記 (1) により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記 (1) で行った試験の前に試験を行ったおおむね 10 の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記 (1) により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記 4 及び 5 の操作により試験し直す。

## 別表第 19 の 2

### 誘導体化—高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。

#### 1 試薬

- (1) 精製水  
別表第 19 の 1 (1) の例による
- (2) アセトン  
別表第 19 の 1 (2) の例による
- (3) 塩化アンモニウム溶液 (1 w/v %)
- (4) アセトニトリル  
測定対象成分を含まないもの
- (5) リン酸 (1 + 4)
- (6) DNPH 溶液  
2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン 0.1 g をアセトニトリルに溶かして 100ml としたもの  
この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。
- (7) 炭酸ナトリウム (無水)
- (8) イソアミルアルコール  
別表第 19 の 1 (5) の例による。
- (9) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)  
別表第 13 の 1 (12) の例による。  
別表第 13 の 1 (12) : ヨウ素酸カリウム 3.567 g を精製水に溶かして 1 L としたもの
- (10) ヨウ化カリウム
- (11) 硫酸 (1 + 5)
- (12) でんぷん溶液  
別表第 13 の 1 (14) の例による。  
別表第 13 の 1 (14) : 可溶性でんぷん 1 g を精製水約 100ml とよく混ぜながら、熱した精製水 200ml 中に加え、約 1 分間煮沸後、放冷したもの  
ただし、上澄み液を使用する。  
この溶液は、使用の都度調製する
- (13) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)  
別表第 13 の 1 (15) の例による。  
別表第 13 の 1 (15) : チオ硫酸ナトリウム (5 水塩) 26 g 及び炭酸ナトリウム (無水) 0.2 g を精製水に溶かして 1 L とし、イソアミルアルコール約 10ml を加えて振り混ぜ、2 日間静置したもの  
なお、次の操作によりチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) のファクター(f)を求める。  
ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L) 25ml を共栓付き三角フラスコに採り、ヨウ化カリウム 2 g 及び硫酸 (1 + 5) 5ml を加えて直ちに密栓し、静かに振り混ぜた後、暗所に 5 分間静置し、更に精製水 100ml を加える。次に、チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) を用

いて滴定し、液の黄色が薄くなってから1～2ml のでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定する。別に、同様に操作して精製水について試験を行い、補正したチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数aから次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f) = 25 / a$$

(14) ヨウ素溶液

別表第19の1(15)の例による。

(15) 水酸化カリウム溶液(6w/v%)

(16) メチルアルコール

別表第19の1(20)の例による。

(17) ホルムアルデヒド標準原液

別表第19の1(21)の例による。

(18) ホルムアルデヒド標準液

ホルムアルデヒドとして1mgに相当するホルムアルデヒド標準原液を採り、アセトニトリルで100倍に薄めたもの

この溶液1mlは、ホルムアルデヒド0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

内径2～5mm、長さ15～25cmのステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が2～5μmのシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、A液は精製水、B液はアセトニトリルのもの

ウ 移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、毎分1mlの流量で、A液とB液の混合比が1:1のもの

エ 検出器

紫外外部吸収検出器又はフォトダイオードアレイ検出器で、波長360nm付近に設定したもの

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水及びアセトンで洗浄したガラス瓶に採取し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72時間以内に試験する。なお、残留塩素が含まれている場合には、試料100mlに対して塩化アンモニウム溶液(1w/v%)0.1～0.5mlを加える。

4 試験操作

(1) 前処理

検水10ml(検水に含まれるホルムアルデヒドの濃度が0.1mg/Lを超える場合には、0.005～0.1mg/Lとなるように精製水を加えて10mlに調製したもの)を採り、リン酸(1+4)0.2ml及びDNPH溶液0.5mlを加えて混合する。20分間静置後、この溶液を一定量採り、試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、DNPH誘導体化したホルムアルデヒドのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検水中のホルムアルデヒドの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ホルムアルデヒド標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて10mlとする。この場合、調製した溶液のホルムアルデヒドの濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、ホルムアルデヒドのピーク高さ又はピーク面積を求め、ホルムアルデヒドの濃度との関係を求める。

#### 6 空試験

精製水10mlを採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限值を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限值以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限值を下回るまで操作を繰り返す。

#### 7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記5で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度(以下この7において「調製濃度」という。)に調製した溶液について、上記4(1)及び(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

### 別表第19の3

#### 誘導体化—液体クロマトグラフ—質量分析法

ここで対象とする項目は、ホルムアルデヒドである。

#### 1 試薬

##### (1) 精製水

別表第19の1(1)の例による。

##### (2) アセトン

別表第19の1(2)の例による。

##### (3) 塩化アンモニウム溶液(1w/v%)

##### (4) アセトニトリル

別表第19の2の1(4)の例による。

##### (5) リン酸(1+4)

##### (6) DNPH溶液

別表第19の2の1(6)の例による。

##### (7) 炭酸ナトリウム(無水)

##### (8) イソアミルアルコール

別表第19の1(5)の例による

##### (9) ヨウ素酸カリウム溶液(0.017mol/L)

別表第13の1(12)の例による。

別表第13の1(12)：ヨウ素酸カリウム3.567gを精製水に溶かして1Lとしたもの

##### (10) ヨウ化カリウム

##### (11) 硫酸(1+5)

##### (12) でんぷん溶液

別表第13の1(14)の例による。

別表第13の1(14)：可溶性でんぷん1gを精製水約100mlとよく混ぜながら、熱した精製水200ml中に加え、約1分間煮沸後、放冷したもの

ただし、上澄み液を使用する。

この溶液は、使用の都度調製する。

(13) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)

別表第13の1(15)の例による。

別表第13の1(15)：チオ硫酸ナトリウム(5水塩)26g及び炭酸ナトリウム(無水)0.2gを精製水に溶かして1Lとし、イソアミルアルコール約10mlを加えて振り混ぜ、2日間静置したもの

なお、次の操作によりチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のファクター(f)を求める。

ヨウ素酸カリウム溶液(0.017mol/L)25mlを共栓付き三角フラスコに採り、ヨウ化カリウム2g及び硫酸(1+5)5mlを加えて直ちに密栓し、静かに振り混ぜた後、暗所に5分間静置し、更に精製水100mlを加える。次に、チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)を用いて滴定し、液の黄色が薄くなってから1~2mlのでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定する。別に、同様に操作して精製水について試験を行い、補正したチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数aから次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f) = 25 / a$$

(14) ヨウ素溶液

別表第19の1(15)の例による。

(15) 水酸化カリウム溶液 (6w/v%)

(16) メチルアルコール

別表第19の1(20)の例による。

(17) ホルムアルデヒド標準原液

別表第19の1(21)の例による。

(18) ホルムアルデヒド標準液

別表第19の2の1(18)の例による

## 2 器具及び装置

### (1) 液体クロマトグラフ—質量分析計

#### ア 分離カラム

内径2~5mm、長さ5~15cmのステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が2~5 $\mu$ mのシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

#### イ 移動相

別表第19の2の2(1)イの例による。

#### ウ 移動相流量

対象物質の最適条件に設定できるもの

例えば、毎分0.2mlの流量で、A液とB液の混合比が1:1のもの

#### エ 検出器

別表第17の2の2(4)エの例による。

別表第17の2の2(4)エ：次のいずれかに該当するもの

① 選択イオン測定(SIM)又はこれと同等以上の性能を有するもの

② 選択反応測定(SRM)又はこれと同等以上の性能を有するもの

#### オ モニターイオンを得るための電圧

別表第17の2の2(4)オの例による。

別表第17の2の2(4)オ：上記エ①に該当する検出器を用いる場合にあっては、エレクトロスプレーイオン化法(ESI法)(負イオン測定モード)で、最適条件に設定できる電圧

上記エ②に該当する検出器を用いる場合にあっては、ESI法(負イオン測定モード)により得られたプリカーサイオンを開裂させてプロダクトイオンを得る方法で、最適条件に設定できる電圧

## 3 試料の採取及び保存

別表第19の2の3の例による。

## 4 試験操作

(1) 前処理

検水 10ml (検水に含まれるホルムアルデヒドの濃度が 0.1mg/L を超える場合には、0.005 ~0.1mg/L となるように精製水を加えて 10ml に調製したものを) を採り、リン酸 (1+4) 0.2ml 及びDNPH溶液 0.5ml を加えて混合する。20 分間静置後、この溶液を一定量採り、試験溶液とする。

(2) 分析

上記 (1) で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ—質量分析計に注入し、表 1 に示すDNPH誘導体化したホルムアルデヒドのモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検水中のホルムアルデヒドの濃度を算定する。

表 1 モニターイオンの例

検出器 対象物質	別表第 17 の 2 の 2 (4) エ①に該当する検出器	別表第 17 の 2 の 2 (4) エ②に該当する検出器	
	モニターイオン (m/z)	プリカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン※ (m/z)
ホルムアルデヒド	209、181、120	209	46、151、163

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

5 検量線の作成

ホルムアルデヒド標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて 10ml とする。この場合、調製した溶液のホルムアルデヒドの濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して、ホルムアルデヒドのモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、ホルムアルデヒドの濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水 10ml を採り、以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して試験溶液中のホルムアルデヒドの濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限值を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限值以上の場合は、是正処置を講じた上で上記 4 (1) 及び (2) と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限值を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

- (1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度 (以下この 7 において「調製濃度」という。) に調製した溶液について、上記 4 (1) 及び (2) に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記 (1) により求められた差が調製濃度の ±20% の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記 (1) で行った試験の前に試験を行ったおおむね 10 の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記 (1) により求められた差が再び調製濃度の ±20% の範囲を超えた場合には、上記 4 及び 5 の操作により試験し直す。

## 水道水の水質基準

### 水質基準に関する省令（平成15年5月30日 厚生労働省令第101号）

- 一部改正（平成19年11月14日厚生労働省令第135号、平成20年4月1日施行）
- 一部改正（平成20年12月22日厚生労働省令第174号、平成21年4月1日施行）
- 一部改正（平成22年2月17日厚生労働省令第18号、平成22年4月1日施行）
- 一部改正（平成23年1月28日厚生労働省令第11号、平成23年4月1日施行）
- 一部改正（平成26年2月28日厚生労働省令第15号、平成26年4月1日施行）
- 一部改正（平成27年3月2日厚生労働省令第29号、平成27年4月1日施行）
- 一部改正（令和2年3月25日厚生労働省令第38号、令和2年4月1日施行）

◎ 健康に関連する項目（31項目）

No.	項目名	基準値	No.	項目名	基準値
1	一般細菌	100集落数 /ml以下	17	ジクロロメタン	0.02 mg/l以下
2	大腸菌	検出されないこと	18	テトラクロエチレン	0.01 mg/l以下
3	カドミウム及びその化合物	0.003 mg/l以下	19	トリクロエチレン	0.01 mg/l以下
4	水銀及びその化合物	0.0005 mg/l以下	20	ベンゼン	0.01 mg/l以下
5	セレン及びその化合物	0.01 mg/l以下	21	塩素酸	0.6 mg/l以下
6	鉛及びその化合物	0.01 mg/l以下	22	クロロ酢酸	0.02 mg/l以下
7	ヒ素及びその化合物	0.01 mg/l以下	23	クロロホルム	0.06 mg/l以下
8	六価クロム化合物	0.02 mg/l以下	24	ジクロロ酢酸	0.03 mg/l以下
9	亜硝酸態窒素	0.04 mg/l以下	25	ジブromクロロメタン	0.1 mg/l以下
10	シアン化物イオン及び塩化シアン	0.01 mg/l以下	26	臭素酸	0.01 mg/l以下
11	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	10 mg/l以下	27	総トリハロメタン	0.1 mg/l以下
12	フッ素及びその化合物	0.8 mg/l以下	28	トリクロ酢酸	0.03 mg/l以下
13	ホウ素及びその化合物	1.0 mg/l以下	29	ブromジクロロメタン	0.03 mg/l以下
14	四塩化炭素	0.002 mg/l以下	30	ブromホルム	0.09 mg/l以下
15	1,4-ジオキサン	0.05 mg/l以下	31	ホルムアルデヒド*	0.08 mg/l以下
16	シス-1,2-ジクロエチレン及びトランス-1,2-ジクロエチレン	0.04 mg/l以下			

◎ 水道水が有すべき性状に関連する項目（20項目）

No.	項目名	基準値	No.	項目名	基準値
32	亜鉛及びその化合物	1.0 mg/l以下	42	ジエオスミン	0.00001 mg/l以下
33	アルミニウム及びその化合物	0.2 mg/l以下	43	2-メチルイソボルネオール	0.00001 mg/l以下
34	鉄及びその化合物	0.3 mg/l以下	44	非イオン界面活性剤	0.02 mg/l以下
35	銅及びその化合物	1.0 mg/l以下	45	フェノール類	0.005 mg/l以下
36	ナトリウム及びその化合物	200 mg/l以下	46	有機物(全有機炭素(TOC))の量	3 mg/l以下
37	マンガン及びその化合物	0.05 mg/l以下	47	pH値	5.8以上8.6以下
38	塩化物イオン	200 mg/l以下	48	味	異常でないこと
39	カルシウム・マグネシウム等(硬度)	300 mg/l以下	49	臭気	異常でないこと
40	蒸発残留物	500 mg/l以下	50	色度	5度以下
41	陰イオン界面活性剤	0.2 mg/l以下	51	濁度	2度以下

## 付録 3

### データ解析で用いた記号及び用語

#### 1. 記号

$n$	: 標本の大きさ
$x$	: 標本の特性値 個々の値は $x_1, x_2, x_3 \cdots x_n$ と書く。
$\bar{x}$	: 標本の平均値
$x_p$	: 標本の最大値
$x_i$	: 標本の最小値
$R$	: 範囲
$S$	: 平方和
$V$	: 不偏分散
$s$	: 標本の標準偏差
$\alpha$	: 有意水準あるいは危険率
$H_0$	: 帰無仮説
$H_1$	: 対立仮説
$Q1$	: データの第 1 四分位数
$Q2$	: データの第 2 四分位数 (中央値)
$Q3$	: データの第 3 四分位数

#### 2. 用語

##### (1) 有意水準(危険率)

仮説が真であるにもかかわらず、これを棄てるという誤りをおかすことがある。この誤りを第 1 種の誤りという。第 1 種の誤りをおかす確率である。

##### (2) Grubbs の棄却検定

飛び離れた疑わしい値の処理方法のひとつ。飛び離れた値は存在しないという帰無仮説  $H_0$  を検定する。検定しようとする  $x_p$  又は  $x_i$  に対し、下式から検定統計量  $G_p$  を算出する。

算出した  $G_p$  の値と、Grubbs の検定の棄却限界値表(JIS Z8402-2 表 5 グラッブズの検定の棄却限界値)から読みとった  $G(n, \alpha)$  の値を比べて、 $G_p > G(n, \alpha)$  あれば、有意水準  $\alpha$  で  $H_0$  が棄却され、 $x_p$  又は  $x_i$  が統計的に異常に離れていると判断する。

$$G_p = (\bar{x} - x_p) / s \quad \text{又は} \quad G_p = (\bar{x} - x_i) / s$$

##### (3) 四分位数

$n$  個のデータを小さい順に並べた時に、データの値を 4 等分した時の 3 つの区切り値を示す。小さい方から、第 1 四分位 ( $Q1$ )、第 2 四分位 ( $Q2$ )、第 3 四分位 ( $Q3$ ) という。第 2 四分位は中央値となる。

(4) 平均値

サンプルの特性値  $x$  の平均値

$$\bar{x} = (x_1 + x_2 + x_3 \cdots x_n) / n$$

(5) 範囲

測定値の最大値と最小値との差。

$$R = x_p - x_i$$

(6) 平方和

各特性値と平均値との差の二乗和

$$S = \sum (x - \bar{x})^2 = \sum x^2 - (\sum x)^2 / n$$

(7) 不偏分散

平方和をその自由度（この場合  $n-1$ ）で割ったもの。

$$V = \frac{S}{n-1}$$

(8) 標準偏差

不偏分散の平方根

$$s = \sqrt{V}$$

(9) 変動係数

標準偏差を平均値で割ったもので、単位に関係のない測度。平均値を単位として相対的なバラツキの大きさを表す。相対標準偏差とも言う。

$$CV\% = \frac{s}{\bar{x}} \times 100$$

(10) Z スコア

データのバラツキを表す統計量

Z スコアの一般的な評価基準では、絶対値が 2 以下の場合は「満足」、2 を越え 3 未満の場合は「疑わしい」、3 以上の場合は「不満足」と判定する。しかし Z スコアは検査結果のバラツキを見る指標であり、3 以上であっても、それだけで精度が確保できなかったと判断することはできない。

$$Z \text{ スコア} = (x - Q2) / 0.7413 (Q3 - Q1)$$

(11) 度数分布

特性値と、その度数または相対標準偏差との関係を観測したもの

※度数とは、一定の事象が起きる回数、または特定の級に入る観測値の個数。度数分布は度数表、棒グラフ、ヒストグラムなどで表す。

(12) ヒストグラム

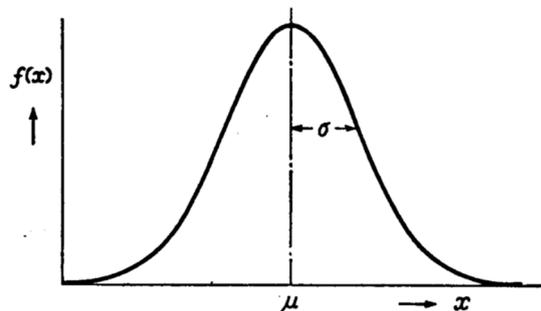
計量特性の度数分布のグラフ表示の一つ。測定値の範囲をいくつかの区間に分けた場合、各区間を底辺とし、その区間に属する測定値の度数に比例する面積。例えば、日本人全体の体重のヒストグラム作ると、正規分布形になる。

(13) 正規分布

下図に示したように左右対称で、確率密度関数  $f(x)$  をもつ分布。

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \sigma} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2} \quad (-\infty < x < \infty)$$

$\pi$ ; 円周率、 $e$ ; 自然対数の底、 $\sigma$ ; 母標準偏差、 $\mu$ ; 母平均



(14) 散布図

2 変数  $x$ 、 $y$  を横軸と縦軸にそれぞれ目盛り、対応する測定値を打点して作られる図。

表5 グラップズの検定の棄却限界値

$p$	外れ値が一つの場合		外れ値が二つの場合	
	1 %	5 %	1 %	5 %
3	1,155	1,155	—	—
4	1,496	1,481	0,000 0	0,000 2
5	1,764	1,715	0,001 8	0,009 0
6	1,973	1,887	0,011 6	0,034 9
7	2,139	2,020	0,030 8	0,070 8
8	2,274	2,126	0,056 3	0,110 1
9	2,387	2,215	0,085 1	0,149 2
10	2,482	2,290	0,115 0	0,186 4
11	2,564	2,355	0,144 8	0,221 3
12	2,636	2,412	0,173 8	0,253 7
13	2,699	2,462	0,201 6	0,283 6
14	2,755	2,507	0,228 0	0,311 2
15	2,806	2,549	0,253 0	0,336 7
16	2,852	2,585	0,276 7	0,360 3
17	2,894	2,620	0,299 0	0,382 2
18	2,932	2,651	0,320 0	0,402 5
19	2,968	2,681	0,339 8	0,421 4
20	3,001	2,709	0,358 5	0,439 1
21	3,031	2,733	0,376 1	0,455 6
22	3,060	2,758	0,392 7	0,471 1
23	3,087	2,781	0,408 5	0,485 7
24	3,112	2,802	0,423 4	0,499 4
25	3,135	2,822	0,437 6	0,512 3
26	3,157	2,841	0,451 0	0,524 5
27	3,178	2,859	0,463 8	0,536 0
28	3,199	2,876	0,475 9	0,547 0
29	3,218	2,893	0,487 5	0,557 4
30	3,236	2,908	0,498 5	0,567 2
31	3,253	2,924	0,509 1	0,576 6
32	3,270	2,938	0,519 2	0,585 6
33	3,286	2,952	0,528 8	0,594 1
34	3,301	2,965	0,538 1	0,602 3
35	3,316	2,979	0,546 9	0,610 1
36	3,330	2,991	0,555 4	0,617 5
37	3,343	3,003	0,563 6	0,624 7
38	3,356	3,014	0,571 4	0,631 6
39	3,369	3,025	0,578 9	0,638 2
40	3,381	3,036	0,586 2	0,644 5

アメリカ統計学会から許可を得て、附属書Cの参考文献[4]から転載。

$p$  = 与えられた水準での試験室の数

参考 外れ値が一つの場合、表の値よりも大きければ有意。外れ値が二つの場合、表の値よりも小さければ有意。

なお、表の中では小数点としてコンマ(,)を用いている。

# 千葉県水道水質管理連絡協議会会則

## 第1章 総則

(名称)

第1条 この協議会は、千葉県水道水質管理連絡協議会（以下「協議会」）という。

(目的・事業)

第2条 この協議会は、千葉県水道水質管理計画の円滑な実施に資するため、水質検査、水質監視に係る諸問題についての情報交換を行うとともに、必要に応じて検討を行う。

(組織)

第3条 この協議会は、別表1に掲げる関係行政機関、水道事業者、及び用水供給事業者(以下「水道事業者等」)及び地方公共団体の水質検査機関の担当課長等をもって組織する。

## 第2章 役員

(役員)

第4条 協議会の会長は、千葉県総合企画部水政課長とする。

2 会長は、この協議会を代表して会務を総括する。

## 第3章 会議

(会議)

第5条 この協議会の通常会議は、毎年1回開催する。

2 会長が必要と認めたときには、臨時会議を開催することができる。

3 会議は、会長が招集する。

4 会議の議長は、会長が務める。

## 第4章 幹事会

(幹事会)

第6条 協議会の円滑な運営を図るために幹事会を置く。

2 幹事会は、別表2に掲げる機関の職員のうち会長が指名する者をもって組織する。

3 幹事会の幹事長は、会長が指名する。

4 幹事会は、会長が招集する。

## 第5章 委員会

(委員会)

第7条 協議会の会長は、必要に応じて委員会を置くことができる。

2 委員会には、会長が指名する委員長を置く。

3 委員会に属する委員は、会長が指名する。

4 委員長は、委員会の事務を総括し、委員会における会議の内容及び結果等について協議会に報告するものとする。

5 前4項に定めるもののほか、委員会の運営について必要な事項は委員長が会長に諮って定める。

## 第6章 事務局

### (事務局)

第8条 協議会の事務を処理するため、事務局を置く。

2 事務局は、千葉県総合企画部水政課に置く。

## 第7章 その他

### (委任)

第9条 この会則に定めのないもので必要な事項は、会長が別に定める。

### 附則

1. この会則は、平成 6 年 3 月 8 日から施行する。
2. この会則は、平成 7 年 3 月 28 日から施行する。
3. この会則は、平成 12 年 4 月 1 日から施行する。
4. この会則は、平成 16 年 4 月 1 日から施行する。
5. この会則は、平成 18 年 4 月 1 日から施行する。
6. この会則は、平成 21 年 4 月 1 日から施行する。
7. この会則は、平成 23 年 1 月 24 日から施行する。
8. この会則は、平成 24 年 1 月 24 日から施行する。
9. この会則は、平成 24 年 4 月 2 日から施行する。
10. この会則は、平成 26 年 2 月 4 日から施行する。
11. この会則は、平成 27 年 1 月 26 日から施行する。
12. この会則は、平成 28 年 2 月 1 日から施行する。
13. この会則は、平成 28 年 4 月 1 日から施行する。
14. この会則は、平成 29 年 4 月 1 日から施行する。
15. この会則は、平成 30 年 4 月 1 日から施行する。
16. この会則は、平成 31 年 4 月 1 日から施行する。
17. この会則は、令和 2 年 4 月 1 日から施行する。
18. この会則は、令和 3 年 4 月 1 日から施行する。
19. この会則は、令和 4 年 4 月 1 日から施行する。

表 1

## 協議会名簿

行 政 機 関			
千葉県 総合企画部水政課長			
千葉県 健康福祉部業務課長			
千葉市 保健福祉局医療衛生部生活衛生課長			
船橋市 保健所衛生指導課長			
柏 市 保健所生活衛生課長			
水 道 事 業 者 等			
九十九里地域水道企業団	浄水課長	印西市上下水道部	水道課長
北千葉広域水道企業団	水質管理室総括	長門川水道企業団	水道課長
東総広域水道企業団	浄水課長	白井市都市建設部	上下水道課長
かずさ水道広域連合企業団	浄水 1 課長	香取市建設水道部	水道課副参事
印旛郡市広域市町村圏事務組合	工務課長	多古町生活環境課	生活環境課長
南房総広域水道企業団	浄水課長	神崎町まちづくり課	まちづくり課長
千葉県企業局	水道部浄水課長	銚子市水道局	水道局長
千葉市水道局	水道事業事務所長	東庄町まちづくり課	まちづくり課長
市原市上下水道部	新井浄水場長	旭市上下水道課	上下水道課長
松戸市水道部	工務課長	八匠水道企業団	事務局長
習志野市企業局	ガス水道供給課長	山武郡市広域水道企業団	施設課長
野田市水道部	次長	長生郡市広域市町村圏組合	施設課長
柏市上下水道局	施設管理課長	山武市水道課	水道課長
流山市上下水道局	水道工務課長	勝浦市水道課	水道課長
八千代市上下水道局	上水道課長	大多喜町環境水道課	環境水道課長
我孫子市水道局	工務課長	いすみ市水道課	水道課長
成田市水道部	工務課長	御宿町建設水道課	建設水道課長
佐倉市上下水道部	水道課長	鴨川市水道課	水道課長
四街道市上下水道部	水道課長	南房総市水道局	水道局長
酒々井町上下水道課	上下水道課長	鋸南町建設水道課	建設水道課長
八街市水道課	水道課長	三芳水道企業団	事務局長
富里市都市建設部	参事兼上下水道課長	芝山町まちづくり課	上水道担当課長
千葉県衛生研究所	医薬品・生活環境研究室長	千葉市環境保健研究所	健康科学課長

別表 2

幹事会名簿

千葉県総合企画部水政課
千葉県健康福祉部薬務課
九十九里地域水道企業団
北千葉広域水道企業団
東総広域水道企業団
かずさ水道広域連合企業団
印旛郡市広域市町村圏事務組合
南房総広域水道企業団
香取市建設水道部
千葉県企業局水道部浄水課
千葉市水道局
市原市上下水道部

## 水 質 検 査 精 度 管 理 委 員 会 運 営 規 程

(設置)

第 1 条 水道水の水質基準に関する水質検査の円滑な実施及び水質検査精度の向上を図るため、千葉県水道水質管理連絡協議会会則第 7 条第 1 項の規定により、水質検査精度管理委員会を設置する。

(組織)

第 2 条 水質検査精度管理委員会（以下「委員会」という。）は、委員長及び委員をもって組織する。

2 委員長は、薬務課長の職にある者をもって充てる。

3 委員は、別表に掲げる所属又は水道事業体の長が指定する職員をもって充てる。

(業務)

第 3 条 委員会は、次に掲げる業務を行う。

(1) 水質検査の精度管理に関すること。

(2) 水質検査技術の向上に関すること。

(3) 水質検査の推進に係る会員相互の情報交換に関すること。

(4) その他業務の実施に必要な事項に関すること。

(会議)

第 4 条 委員会の会議は、必要に応じて委員長が招集する。

2 会議の議長は委員長とする。

(事務局)

第 5 条 委員会の事務を処理するため、健康福祉部薬務課に事務局を置く。

(雑則)

第 6 条 委員会の運営その他この規程の施行について必要な事項は、委員長が別に定める。

附則

この規程は、平成 7 年 7 月 3 1 日から施行する。

附則

この規程は、平成 1 2 年 4 月 1 日から施行する。

附則

この規程は、平成 1 5 年 4 月 1 日から施行する。

附則

この規程は、平成 2 0 年 4 月 1 日から施行する。

附則

この規程は、平成 2 9 年 4 月 1 日から施行する。

附則

この規程は、平成 3 1 年 4 月 1 日から施行する。

<別 表>

委員長	千葉県健康福祉部薬務課
委員	千葉県総合企画部水政課
委員	千葉県衛生研究所
委員	千葉県企業局水道部浄水課
委員	千葉県企業局水質センター
委員	北千葉広域水道企業団
委員	かずさ水道広域連合企業団
委員	東総広域水道企業団
委員	九十九里地域水道企業団
委員	南房総広域水道企業団
委員	千葉市環境保健研究所

千葉県水道水質管理連絡協議会会則第7条第2項に基づき委員長、同条第3項に基づき委員が会長から指名を受けています。

## 令和4年度水質検査精度管理委員会委員名簿

委員所属及び職名	氏名	所属住所	電話番号
千葉県健康福祉部薬務課長	荒木 会美	千葉市中央区市場町1-1	043-223-2623
千葉県総合企画部水政課 水道事業室主査	本田 恵理	千葉市中央区市場町1-1	043-223-2629
千葉県衛生研究所 医薬品・生活環境研究室長	西村 真紀	千葉市中央区仁戸名町666-2	043-266-6723
千葉県企業局水道部浄水課 水質管理班主査	井上 宏隆	千葉市花見川区幕張町5-417 -24	043-211-8673
千葉県企業局水道部水質センター 調査課長	金敷 毅	千葉市美浜区若葉3-1-7	043-296-8100
北千葉広域水道企業団 技術部水質管理室検査班主査	高橋 真紀	流山市桐ヶ谷130番地	04-7158-8091
かずさ水道広域連合企業団 浄水1課水質検査班長	金木 忠俊	木更津市十日市場500番	0438-98-8841
東総広域水道企業団 浄水課水質係係長	田谷 賢一	香取郡東庄町笹川ろ1番地	0478-79-8667
九十九里地域水道企業団 浄水課副課長	石田 剛久	東金市東金769番地2	0475-54-3492
南房総広域水道企業団 浄水課水質班主幹	永島 道明	夷隅郡大多喜町小谷松500	0470-82-5651
千葉市環境保健研究所 健康科学課長	横井 一	千葉市美浜区幸町1-3-9	043-238-1900

令和4年度参加機関

ナトリウム及びその化合物

九十九里地域水道企業団
北千葉広域水道企業団
東総広域水道企業団
かずさ水道広域連合企業団
南房総広域水道企業団
千葉県企業局水質センター
銚子市水道局本城浄水場
千葉県環境保健研究所
一般財団法人千葉県薬剤師会検査センター
株式会社江東微生物研究所
中外テクノス株式会社
一般財団法人千葉県環境財団
株式会社上総環境調査センター
株式会社ダイワ
株式会社ユーバック
株式会社日立産機ドライブ・ソリューションズ
一般財団法人茨城県薬剤師会検査センター
内藤環境管理株式会社
平成理研株式会社
株式会社環境測定サービス
環境未来株式会社
株式会社科学技術開発センター
オーヤラックスクリーンサービス株式会社
三菱ケミカルアクア・ソリューションズ株式会社
東京テクニカル・サービス株式会社
芝浦セムテック株式会社
アクアス株式会社
株式会社保健科学東日本
株式会社ケイ・エス分析センター
株式会社トータル環境システム
株式会社総合環境分析
日本総合住生活株式会社
株式会社日本分析

33機関参加

ホルムアルデヒド

北千葉広域水道企業団
東総広域水道企業団
かずさ水道広域連合企業団
南房総広域水道企業団
千葉県企業局水質センター
千葉市環境保健研究所
一般財団法人千葉県薬剤師会検査センター
株式会社江東微生物研究所
中外テクノス株式会社
一般財団法人千葉県環境財団
株式会社上総環境調査センター
株式会社ダイワ
株式会社ユーバック
株式会社日立産機ドライブ・ソリューションズ
一般財団法人茨城県薬剤師会検査センター
内藤環境管理株式会社
平成理研株式会社
株式会社環境測定サービス
環境未来株式会社
株式会社科学技術開発センター
オーヤラックスクリーンサービス株式会社
三菱ケミカルアクア・ソリューションズ株式会社
東京テクニカル・サービス株式会社
芝浦セムテック株式会社
アクアス株式会社
株式会社保健科学東日本
株式会社ケイ・エス分析センター
株式会社トータル環境システム
株式会社総合環境分析
日本総合住生活株式会社
株式会社日本分析

31機関参加

## 水質検査精度管理実施の記録

実施年月日	事 項
平成 7 年 7 月 31 日	平成 7 年度水質検査精度管理委員会（松井宏之 委員長）
平成 7 年 10 月 30 日	塩素イオン（41 機関）及び色度（63 機関）の検査，薬務課担当：今吉佑子，木村威
平成 8 年 2 月 23 日	平成 7 年度結果報告 場所：県文書館 6F 多目的ホール，報告：日野隆信
平成 8 年 6 月 20 日	平成 8 年度第 1 回水質検査精度管理委員会（松井宏之 委員長）
平成 8 年 10 月 2 日	トリハロメタン類の検査（17 機関），薬務課担当：梶谷暁宏，木村 威
平成 9 年 1 月 20 日	塩素イオン（48 機関）及び色度（68 機関）の検査
平成 9 年 3 月 10 日	平成 8 年度第 2 回水質検査精度管理委員会（松井宏之 委員長）
平成 9 年 3 月 12 日	平成 8 年度結果報告 場所：県文書館多目的ホール，報告：日野隆信，中山和好
平成 9 年 9 月 9 日	平成 9 年度第 1 回水質検査精度管理委員会（松井宏之 委員長）
平成 9 年 10 月 21 日	濁度の検査（53 機関），薬務課担当：梶谷暁宏，田中修司
平成 9 年 12 月 10 日	トリハロメタン類の検査（16 機関）
平成 10 年 3 月 20 日	平成 9 年度第 2 回水質検査精度管理委員会（松井宏之 委員長）
平成 10 年 4 月 28 日	平成 10 年度第 1 回水質検査精度管理委員会（藤代良彦 委員長）
平成 10 年 5 月 8 日	平成 9 年度結果報告 場所：千葉市文化センター，報告：日野隆信，成富武治
平成 10 年 7 月 14 日	pH 値の検査（70 機関），薬務課担当：山野隆史，田中修司
平成 10 年 10 月 20 日	ヒ素の検査（17 機関）
平成 11 年 3 月 15 日	平成 10 年度第 2 回水質検査精度管理委員会（藤代良彦 委員長）
平成 11 年 4 月 27 日	平成 11 年度第 1 回水質検査精度管理委員会（小泉光正 委員長）
平成 11 年 5 月 11 日	平成 10 年度結果報告 場所：千葉市文化センター，説明：日野隆信，福嶋得忍
平成 11 年 7 月 13 日	有機物等（過マンガン酸カリウム消費量）の検査（47 機関），薬務課担当：山野隆史，渡辺俊雄
平成 11 年 10 月 26 日	ヒ素の検査（19 機関）
平成 12 年 3 月 24 日	平成 11 年度第 2 回水質検査精度管理委員会（小泉光正 委員長）
平成 12 年 5 月 9 日	平成 11 年度結果報告 場所：千葉市文化センター，説明：日野隆信，中西成子 特別講演「ダイオキシンの分析について」千葉県水質保全研究所主席研究員 吉澤 正
平成 12 年 7 月 11 日	有機物等（過マンガン酸カリウム消費量）の検査（43 機関），薬務課担当：木村 威，渡辺俊雄
平成 12 年 10 月 17 日	硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素の検査（43 機関）
平成 13 年 3 月 16 日	平成 12 年度水質検査精度管理委員会（小泉光正 委員長）
平成 13 年 5 月 11 日	平成 12 年度結果報告 場所：千葉市文化センター，説明：日野隆信，中山和好 特別講演「計量検定等について」千葉県計量検定所課長 岡 和雄
平成 13 年 7 月 10 日	大腸菌群の検査（40 機関），薬務課担当：鶴澤俊雄，竹内博文
平成 13 年 10 月 17 日	硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素の検査（40 機関）
平成 14 年 3 月 15 日	平成 13 年度水質検査精度管理委員会（小泉光正 委員長）
平成 14 年 5 月 10 日	平成 13 年度結果報告 場所：千葉市文化センター，説明：日野隆信，福嶋得忍 特別講演「クリプトスポリジウム汚染とその指標菌について」千葉県衛生研究所 小岩井憲司，福嶋得忍
平成 14 年 7 月 23 日	大腸菌群の検査（40 機関），薬務課担当：鶴澤俊雄，吉田智也

実施年月日	事 項
平成 14 年 10 月 29 日	鉛の検査 (20 機関)
平成 15 年 3 月 14 日	平成 14 年度水質検査精度管理委員会 (進藤 攻 委員長)
平成 15 年 5 月 9 日	平成 14 年度結果報告 場所：千葉市文化センター, 説明：日野隆信, 福嶋得忍 特別講演「千葉県の地下水について」千葉県環境研究センター 佐藤賢司
平成 15 年 7 月 29 日	塩素イオンの検査 (41 機関), 薬務課担当：船岡紀子, 元木裕二
平成 15 年 10 月 28 日	マンガンの検査 (24 機関)
平成 16 年 3 月 17 日	平成 15 年度水質検査精度管理委員会 (進藤 攻 委員長)
平成 16 年 5 月 7 日	平成 15 年度結果報告 場所：千葉県文書館, 説明：成富武治, 日野隆信 講演「水質検査機関の信頼性確保について ～水道法及び水道法施行規則の改正～」 薬務課主査 元木裕二
平成 16 年 7 月 27 日	濁度の検査 (28 機関), 薬務課担当：坂井恒充, 元木裕二
平成 16 年 11 月 9 日	マンガン及びその化合物の検査 (26 機関)
平成 17 年 3 月 11 日	平成 16 年度水質検査精度管理委員会 (西田幸廣 委員長)
平成 17 年 6 月 16 日	平成 16 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階会議室, 説明：福嶋得忍, 中山和好 研究発表 4 題：菅原能子, 渡鍋泰義, 日向 瞳, 小泉 薫
平成 17 年 7 月 26 日	濁度の検査 (30 機関), 薬務課担当：萩野良雄
平成 17 年 10 月 18 日	臭素酸の検査 (13 機関)
平成 18 年 2 月 13 日	平成 17 年度水質検査精度管理委員会 (西田幸廣 委員長)
平成 18 年 5 月 24 日	平成 17 年度結果報告 場所：県文書館多目的ホール, 説明：中西成子, 小高陽子 特別講演 (1) 「水質試験方法の国際規格との一体化」 長生健康福祉センター副センター長 日野隆信 特別講演 (2) 「北千葉広域水道企業団における ISO 17025 の取得について」 北千葉広域水道企業団技術部水質管理室検査班副主幹 北原陽一
平成 18 年 7 月 25 日	鉄及びその化合物の検査 (24 機関), 薬務課担当：原田利栄
平成 18 年 10 月 17 日	有機物 (全有機炭素の量) の検査 (21 機関)
平成 19 年 3 月 20 日	平成 18 年度水質検査精度管理委員会 (日下秀昭 委員長)
平成 19 年 5 月 18 日	平成 18 年度結果報告 場所：千葉市文化センター II・III・IV 会議室, 説明：相川建彦, 中西成子 特別講演「水系感染症と危機管理対策」 千葉県衛生研究所感染症疫学研究室 主席研究員 三瓶憲一
平成 19 年 7 月 24 日	アルミニウム及びその化合物の検査 (21 機関), 薬務課担当：原田利栄
平成 19 年 10 月 23 日	鉄及びその化合物の検査 (27 機関), 薬務課担当：元木裕二, 原田利栄
平成 20 年 3 月 21 日	平成 19 年度水質検査精度管理委員会 (日下秀昭 委員長)
平成 20 年 5 月 18 日	平成 19 年度結果報告 場所：千葉県文化会館聖賢堂 第 1 会議室, 説明：安齋響子, 相川建彦 特別講演「細菌検査における留意事項について」 千葉県衛生研究所細菌研究室室長 依田清江
平成 20 年 7 月 29 日	1,4-ジオキサンの検査 (25 機関), 薬務課担当：江沢健一
平成 20 年 10 月 21 日	鉄及びその化合物とアルミニウム及びその化合物の検査 (20 機関), 薬務課担当：江沢健一
平成 21 年 3 月 13 日	平成 20 年度水質検査精度管理委員会 (船岡紀子 委員長)

実施年月日	事 項
平成 21 年 5 月 22 日	平成 20 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室,説明：相川建彦, 中西成子 特別講演「最近の水道水質について」 厚生労働省健康局水道課水道水質管理室 清宮佳幸
平成 21 年 7 月 28 日	シアン化物イオン及び塩化シアンの検査 (26 機関), 薬務課担当：原田利栄
平成 21 年 10 月 20 日	塩素酸の検査 (25 機関), 薬務課担当：原田利栄
平成 22 年 2 月 4 日	平成 21 年度水質検査精度管理委員会 (船岡紀子 委員長)
平成 22 年 5 月 14 日	平成 21 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室,説明：相川建彦, 安齋馨子 特別講演「有機フッ素化合物 (PFOS, PFOA 等) の分析と環境実態について」 環境研究センター廃棄物・化学物質研究室 主席研究員 吉澤正
平成 22 年 7 月 13 日	色度の検査 (37 機関), 薬務課担当：中橋ひろみ
平成 22 年 10 月 19 日	カドミウム及びその化合物の検査 (28 機関), 薬務課担当：中橋ひろみ
平成 23 年 1 月 24 日	平成 22 年度水質検査精度管理委員会 (本多信行 委員長)
平成 23 年 5 月 26 日	平成 22 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室, 説明：富田隆弘, 照屋富夫 特別講演「水道水におけるクリプトスポリジウムとジアルジアの検査方法について」 衛生研究所 生活環境研究室 室長 岸田一則
平成 23 年 10 月 4 日	トリクロロエチレンの検査 (28 機関), 薬務課担当：松本由佳
平成 23 年 10 月 18 日	マンガン及びその化合物の検査 (35 機関), 薬務課担当：松本由佳
平成 24 年 1 月 24 日	平成 23 年度水質検査精度管理委員会 (本多信行 委員長)
平成 24 年 5 月 22 日	平成 23 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室, 説明：長谷川康行, 照屋富夫 特別講演「水質検査の信頼性確保に関する取組について」 厚生労働省健康局水道課水道水質管理室 小嶋隼
平成 24 年 7 月 10 日	有機物 (全有機炭素 (TOC) の量) (44 機関), 薬務課担当：松本由佳
平成 24 年 10 月 16 日	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素 (42 機関), 薬務課担当：松本由佳
平成 25 年 1 月 23 日	平成 24 年度水質検査精度管理委員会 (能重芳雄 委員長)
平成 25 年 5 月 10 日	平成 24 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室, 説明：長谷川康行, 菌部真理奈 特別講演「水道水質検査方法の開発とその妥当性評価 - 農薬類を例に -」 国立医薬品食品衛生研究所生活衛生化学部第三室長 小林憲弘
平成 25 年 7 月 2 日	鉛及びその化合物 (34 機関), 薬務課担当：長倉恭子
平成 25 年 10 月 16 日	ホルムアルデヒド (28 機関), 薬務課担当：長倉恭子
平成 26 年 1 月 27 日	平成 25 年度水質検査精度管理委員会 (能重芳雄 委員長)
平成 26 年 5 月 19 日	平成 25 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室, 説明：関根広幸, 小高陽子 特別講演「水道水源における水道事故への対応の強化」 公益社団法人 日本水道協会 工務部 次長 佐藤親房
平成 26 年 7 月 2 日	蒸発残留物 (34 機関), 薬務課担当：神力絢子
平成 26 年 10 月 22 日	陰イオン界面活性剤 (27 機関), 薬務課担当：神力絢子
平成 27 年 1 月 21 日	平成 26 年度水質検査精度管理委員会 (本木義雄 委員長)
平成 27 年 5 月 18 日	平成 26 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室, 説明：関根広幸, 菌部真理奈 特別講演「消毒副生成物の実態と管理」 国立保健医療科学院 生活環境研究部 主任研究官 小坂浩司
平成 27 年 7 月 8 日	臭素酸 (31 機関), 薬務課担当：東徳子
平成 27 年 10 月 21 日	トリクロロ酢酸 (26 機関), 薬務課担当：東徳子

実施年月日	事 項
平成 28 年 1 月 29 日	平成 27 年度水質検査精度管理委員会（大谷俊介 委員長）
平成 28 年 5 月 19 日	平成 27 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室，説明：林千恵子，横山結子 特別講演「千葉県の地層と地下水」 環境研究センター 地質環境研究室 研究員 吉田剛
平成 28 年 7 月 6 日	色度（46 機関），薬務課担当：東徳子
平成 28 年 10 月 19 日	亜硝酸態窒素（42 機関），薬務課担当：東徳子
平成 29 年 1 月 20 日	平成 28 年度水質検査精度管理委員会（石出広 委員長）
平成 29 年 5 月 19 日	平成 28 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室，説明：田中智子，豊崎緑 特別講演「水道水質検査に用いる検量線の妥当性評価について」 国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 第三室 室長 小林憲弘
平成 29 年 6 月 28 日	ハウ素及びその化合物（32 機関），薬務課担当：西條雅明
平成 29 年 9 月 27 日	ベンゼン（32 機関），薬務課担当：西條雅明
平成 30 年 1 月 16 日	平成 29 年度水質検査精度管理委員会（石出広 委員長）
平成 30 年 5 月 17 日	平成 29 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室，説明：横山結子，池田俊介 特別講演「クリプトスポリジウム検査と水道の病原生物対策の歴史的経緯」 国立感染症研究所 寄生動物部 第一室 主任研究官 泉山信司
平成 30 年 7 月 11 日	濁度（44 機関），薬務課担当：望月勝人
平成 30 年 10 月 3 日	フッ素及びその化合物（37 機関），薬務課担当：望月勝人
平成 31 年 1 月 17 日	平成 30 年度水質検査精度管理委員会（松本正敏 委員長）
令和元年 5 月 21 日	平成 30 年度結果報告 場所：千葉県衛生研究所多目的ホール説明：本島しのぶ，豊崎緑 特別講演「水道水質検査方法の近年の改正と今後の展望」 国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 第三室 室長 小林憲弘
令和元年 7 月 3 日	一般細菌（47 機関），薬務課担当：望月勝人
令和元年 10 月 9 日	銅及びその化合物（33 機関），薬務課担当：望月勝人
令和 2 年 1 月 27 日	令和元年度水質検査精度管理委員会（松本正敏 委員長）
令和 2 年 10 月 7 日	塩化物イオン（46 機関），有機物（全有機炭素（TOC）の量）（47 機関）， 薬務課担当：市原潤一
令和 3 年 1 月 20 日	令和 2 年度水質検査精度管理委員会（萩野良雄 委員長）
令和 3 年 5 月 21 日	令和 2 年度結果報告 方法：オンライン開催 説明：橋本ルイコ，橋本博之 特別講演「水道・環境のリスク管理」 国立保健医療科学院 生活環境研究部 上席主任研究官 浅見真理
令和 3 年 9 月 28 日	マンガン及びその化合物（36 機関），ジクロロ酢酸（29 機関）， 薬務課担当：高松大騎
令和 4 年 1 月 24 日	令和 3 年度水質検査精度管理委員会（舘岡聡 委員長）
令和 4 年 5 月 19 日	令和 3 年度結果報告 方法：オンライン開催 説明：橋本ルイコ，草原紀子 特別講演「亜急性参照値の設定：基準値との違いと毒性学的意義について」 国立医薬品食品衛生研究所 客員研究員 広瀬明彦
令和 4 年 7 月 12 日	ナトリウム及びその化合物（33 機関），ホルムアルデヒド（31 機関）， 薬務課担当：高松大騎
令和 5 年 1 月 13 日	令和 4 年度水質検査精度管理委員会（荒木会美 委員長）



令和5年2月

千葉県健康福祉部薬務課

千葉県千葉市中央区市場町1番1号

電話 043-223-2618

FAX 043-227-5393