

令和 6 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（亜硝酸態窒素）	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	4
(1)	報告データ数	4
(2)	実施結果	5
(3)	基本統計量及びヒストグラム	5
(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)	試験方法	6
(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（表 4-1）	6
(4)	一斉分析項目（表 4-2）	7
(5)	妥当性評価（表 4-3）	7
(6)	検量線（表 4-4）	7
(7)	確認用試料（表 4-4）	8
(8)	前処理及び空試験（表 4-5）	9
(9)	標準原液（表 4-6①、表 4-6②）	10
(10)	陰イオン混合標準液（表 4-7）	10
(11)	溶離液及び測定条件（表 4-8、表 4-9）	11
(12)	分析装置（表 4-10、表 4-11）	11
4	棄却された機関のアンケート結果（表 5）	11
5	検査精度が良好ではないとされた機関のアンケート結果（表 6）	12
6	分析装置の日常チェック項目	12
7	分析装置の流路洗浄方法及び分離カラムとサプレッサの保管方法	14

8	試験上の留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等	1 6
9	廃液（本精度管理で使用した標準液を含む廃液）の処理方法	1 7
1 0	精度管理に関する意見	1 8
1 1	まとめ	1 9
1 2	資料	2 0
表 4-1	試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、 機器分析開始日時	2 1
表 4-2	一斉分析項目	2 2
表 4-3	妥当性評価及び検量線①	2 3
表 4-4	検量線②及び確認用試料	2 4
表 4-5	前処理及び空試験	2 5
表 4-6①	標準原液①	2 6
表 4-6②	標準原液②	2 7
表 4-7	陰イオン混合標準液	2 8
表 4-8	溶離液及び測定条件（送液条件：アイソクラティック）	2 9
表 4-9	溶離液及び測定条件（送液条件：グラジエント）	3 0
表 4-10	分析装置（イオンクロマトグラフ、分離カラム）	3 1
表 4-11	分析装置（サプレッサ、検出器）	3 2
表 5	棄却された機関のアンケート結果	3 3
表 6	検査精度が良好ではないとされた機関のアンケート結果	3 3
III	水質検査精度管理（クロロホルム）	3 4
1	実施の概要	3 4
(1)	実施項目	3 4
(2)	検査方法	3 4
(3)	参加機関	3 4
(4)	配付試料	3 4
(5)	実施期間	3 6
(6)	実施方法	3 7
(7)	評価基準	3 7
2	実施結果及び評価	3 7
(1)	報告データ数	3 7
(2)	実施結果	3 7
(3)	基本統計量及びヒストグラム	3 9
(4)	評価	3 9
3	データ集計及び解析	3 9

(1) 報告書の提出期限	3 9
(2) 試験方法	3 9
(3) 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時及び機器分析開始日時 (表 5)	4 0
(4) 一斉分析項目 (表 6)	4 0
(5) 妥当性評価 (表 7)	4 0
(6) 調製に使用した精製水、試料の希釈、空試験 (表 8)	4 1
(7) 標準原液及び標準液 (表 9、10 及び 11)	4 2
(8) 内部標準原液及び内部標準液 (表 12、13)	4 3
(9) メチルアルコール (表 14)	4 3
【P&T-GC/MS 法】	
(1 0) 検量線 (表 15)	4 3
(1 1) 確認用試料 (表 16)	4 4
(1 2) 試験操作 (表 17)	4 4
(1 3) 検量線の調製 (表 18)	4 5
(1 4) 使用機器 (表 19、20)	4 5
(1 5) 測定条件 (表 21、22 及び 23)	4 5
【HS-GC/MS 法】	
(1 6) 検量線 (表 24)	4 6
(1 7) 確認用試料 (表 25)	4 7
(1 8) 塩化ナトリウム (表 26)	4 7
(1 9) 試験操作 (表 27)	4 7
(2 0) 検量線の調製 (表 28、29)	4 8
(2 1) 使用機器 (表 30、31)	4 8
(2 2) 測定条件 (表 32、33 及び 34)	4 9
4 除去及び棄却された機関のアンケート結果	4 9
5 試験上における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等	5 0
6 精度管理に関する意見	5 1
7 備考	5 2
8 まとめ	5 3
9 資料	5 4
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	5 6
表 6 一斉分析項目	5 7
表 7 妥当性評価	5 7
表 8 調製に使用した精製水、試料の希釈、空試験	5 8
表 9 標準原液	6 0
表 10 標準原液 2	6 1

表 11	標準液	-----	6 2
表 12	内部標準原液	-----	6 3
表 13	内部標準原液 2、内部標準液	-----	6 4
表 14	メチルアルコール	-----	6 5
【P&T-GC/MS 法】			
表 15	検量線	-----	6 7
表 16	確認用試料	-----	6 7
表 17	試験操作	-----	6 8
表 18	検量線の調製	-----	6 8
表 19	使用機器	-----	6 9
表 20	使用機器 2	-----	7 0
表 21	測定条件	-----	7 0
表 22	測定条件 2	-----	7 1
表 23	測定条件 3	-----	7 2
【HS-GC/MS 法】			
表 24	検量線	-----	7 2
表 25	確認用試料	-----	7 3
表 26	塩化ナトリウム	-----	7 3
表 27	試験操作	-----	7 4
表 28	検量線の調製	-----	7 5
表 29	検量線の調製 2	-----	7 5
表 30	使用機器	-----	7 6
表 31	使用機器 2	-----	7 7
表 32	測定条件	-----	7 7
表 33	測定条件 2	-----	7 8
表 34	測定条件 3	-----	7 8
表 35	除去及び棄却された機関のアンケート結果	-----	7 9
<参考データ>			
	クロロホルム以外に検出された物質とその濃度	-----	8 0
	千葉県衛生研究所の配付試料（プロモジクロロメタン）の測定結果	-----	8 0
令和 6 年度水質検査外部精度管理実施要領			----- 8 1
付録 1	水質基準に関する省令の規定に基づき環境大臣が定める方法(抜粋)	-----	9 7
付録 2	水道水の水質基準	-----	1 0 6
付録 3	データ解析で用いた記号及び用語	-----	1 0 7
付録 4	千葉県水道水質管理連絡協議会会則	-----	1 1 1
付録 5	水質検査精度管理委員会運営規程	-----	1 1 5
付録 6	令和 6 年度水質検査精度管理委員会委員名簿	-----	1 1 7
付録 7	令和 6 年度参加機関	-----	1 1 8
付録 8	水質検査精度管理実施の記録	-----	1 1 9

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国土交通大臣及び環境大臣による指定制から登録制に改正され、令和6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6年度は、亜硝酸態窒素、クロロホルムを対象に外部精度管理を実施した。

II 水質検査精度管理（亜硝酸態窒素）

1 実施の概要

（１）実施項目

亜硝酸態窒素

（２）検査方法

亜硝酸態窒素は「水質基準に関する省令の規定に基づき環境大臣が定める方法（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 13「イオンクロマトグラフ（陰イオン）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

参加機関数は 36 機関であり、その内訳は、水道事業者及び地方公共団体が 13 機関、登録水質検査機関が 23 機関であった。

（４）配付試料

水質基準値 0.04 mg/L（40 µg/L）の 2 分の 1 付近における測定精度を確認することを目的として、配付試料の亜硝酸態窒素濃度を約 0.02 mg/L（20 µg/L）に設定した。

令和 6 年 7 月 5 日（金）に配付試料を調製後、分注・梱包し、7 月 8 日（月）の発送まで冷蔵庫（4℃）で保存した。

以下、配付試料について示した。

ア 標準液

- ・「亜硝酸性窒素標準液（NO₂⁻（Nとして）：1000）」（富士フイルム和光純薬製（JCSS） Lot No.TPF5684 保証期限 2024 年 12 月末）
- ・「塩化物イオン標準液（Cl⁻：1000）」（富士フイルム和光純薬製（JCSS） Lot No.ACE6937 保証期限 2025 年 12 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

亜硝酸性窒素標準液 1 mL を 10 mL メスフラスコに採り超純水で定容し、10 倍希釈液を調製した。更に 10 倍希釈液 3 mL を 100 mL メスフラスコに採り超純水で定容し、中間標準液（亜硝酸態窒素：3 mg/L）を調製した。亜硝酸態窒素とピーク保持時間が近い物質として塩化物イオン標準液（1000 mg/L）を 1000 mL メスシリンダーで 600 mL 採取した。

次に、36 L ステンレス製タンクに 5 L メスシリンダー、3 L メスシリンダー、1000 mL メスシリンダー及び 300 mL メスシリンダーを用いて、超純水を約 14.3 L 採取した。このタンクに中間標準液（亜硝酸態窒素：3 mg/L）100 mL 及び塩化物イオン標準液（1000 mg/L）600 mL を加え、マグネチックスターラーで 10 分間攪拌して約 15 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 ポリエチレン瓶」80 本に配付試料を約 110 mL ずつ分注し、蓋を閉めた後、パラフィルムで固定し、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 8 日（月）の午後、配送業者に 33 機関分の試料の冷蔵配送を依頼した。

3 機関に対しては、7 月 9 日（火）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 80 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、実施要領に従い配付試料を保存し、配付試料の調製後 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、配付試料の調製後 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 日目は告示法で示されている試験実施期限の 2 週間目に該当する。

亜硝酸態窒素の全測定濃度の平均値は 20.2 µg/L (0.0202 mg/L) かつ変動係数は 1.03% 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。

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*(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	20.3	20.2	20.3	20.2	20.3	20.3	0.055	0.27
5 日目	19.9	19.8	19.8	19.9	19.9	19.9	0.055	0.28
12 日目	20.3	20.5	20.5	20.3	20.2	20.4	0.134	0.66
19 日目	20.1	20.2	20.3	20.1	20.2	20.2	0.084	0.41
平均(n=20)						20.2	0.208	1.03

※測定値の数値の丸め方は JIS Z 8401 による。

（参考）当所における配付試料の測定条件等

<前処理>

配付試料を孔径 0.2 µm のディスポーザブルメンブラ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た。配付試料の希釈は行わなかった。

以下の装置及び条件で試験溶液の測定を行った。

<装置等> 全てサーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社製を使用

イオンクロマトグラフ	Dionex ICS-2100
オートサンプラー	Dionex AS-AP
ガードカラム	Dionex IonPac™ AG-19 (4×50 mm)
分離カラム	Dionex IonPac™ AS-19 (4×250 mm)
吸光光度検出器	Dionex VWD (測定波長210 nm)

<測定条件等>

検量線 (亜硝酸態窒素)	点数	4	設定濃度 (μg/L)	4, 10, 20, 40
	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 (μg/L)	4
カラムオープン温度	30℃			
試料注入量	50 μL			
溶離液	水酸化カリウム水溶液 (装置による自動調製) 3 mM(0-5 min)→3-15 mM(5-12 min)→15-50 mM(12-25 min) →50 mM(25-30 min)			
溶離液流量	1.0 mL/min			
ピークの読み取り方法	ピーク面積			

(5) 実施期間

ア 試料発送年月日

令和6年7月8日(月)

イ 報告書等の提出期限

電子ファイル及び書類ともに令和6年7月31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。

亜硝酸態窒素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した。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±10%を超えた場合」に該当する機関は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36であり、除去された機関はなく、データ数は36であった。

(2) 実施結果

全 36 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、2 機関が棄却された。棄却された 2 機関（機関番号 35、36）を除いた 34 機関の報告値を昇順で並び替え 1 から 34 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。

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	検出 器	報告値 ($\mu\text{g/L}$)	Z スコ ア	誤差率 (%)	機関 番号	分析 方法	検出 器	報告値 ($\mu\text{g/L}$)	Z スコ ア	誤差率 (%)
1	IC 法	ECD	18.0	-4.8	-10.2	18	IC 法	UV	20.1	0.1	0.2
2	IC 法	ECD	18.9	-2.7	-5.7	19	IC 法	UV	20.1	0.1	0.2
3	IC 法	ECD	19.2	-2.0	-4.2	20	IC 法	UV	20.1	0.1	0.2
4	IC 法	ECD	19.4	-1.5	-3.2	21	IC 法	ECD	20.1	0.1	0.2
5	IC 法	ECD	19.4	-1.5	-3.2	22	IC 法	UV	20.1	0.1	0.2
6	IC 法	ECD	19.4	-1.5	-3.2	23	IC 法	UV	20.2	0.4	0.7
7	IC 法	UV	19.8	-0.6	-1.2	24	IC 法	UV	20.2	0.4	0.7
8	IC 法	ECD	19.8	-0.6	-1.2	25	IC 法	UV	20.3	0.6	1.2
9	IC 法	UV	19.8	-0.6	-1.2	26	IC 法	UV	20.4	0.8	1.7
10	IC 法	UV	19.8	-0.6	-1.2	27	IC 法	UV	20.5	1.1	2.2
11	IC 法	UV	19.9	-0.4	-0.7	28	IC 法	UV	20.7	1.5	3.2
12	IC 法	UV	20.0	-0.1	-0.2	29	IC 法	UV	20.8	1.8	3.7
13	IC 法	UV	20.0	-0.1	-0.2	30	IC 法	UV	20.9	2.0	4.2
14	IC 法	UV	20.0	-0.1	-0.2	31	IC 法	UV	21.0	2.2	4.7
15	IC 法	UV	20.0	-0.1	-0.2	32	IC 法	UV	21.1	2.5	5.2
16	IC 法	UV	20.0	-0.1	-0.2	33	IC 法	UV	21.3	2.9	6.2
17	IC 法	ECD	20.0	-0.1	-0.2	34	IC 法	UV	22.2	5.0	10.7

棄却された機関

機関 番号	分析 方法	検出 器	報告値 ($\mu\text{g/L}$)
35	IC 法	ECD	15.2
36	IC 法	UV	22.9

- ・ 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。
- ・ 検出は ECD（電気伝導度検出器）又は UV（紫外外部吸収検出器）による。

(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、有効数字 3 桁で記載した。

表 3 基本統計量

データ数	34
最大値(μg/L)	22.2
第 3 四分位(μg/L)	20.4
中央値(μg/L)	20.1
第 1 四分位(μg/L)	19.8
最小値(μg/L)	18.0
標準偏差(μg/L)	0.73
平均値(μg/L)	20.1

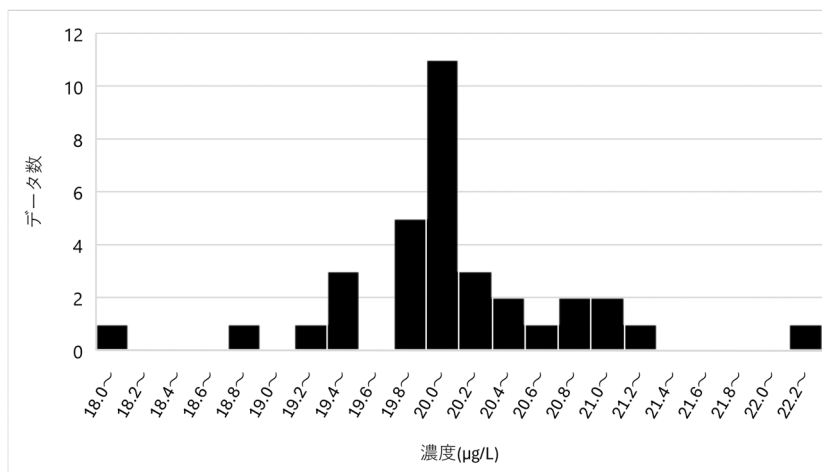


図 1 各機関における報告値のヒストグラム

(4) 評価

棄却された2機関を除いてZスコア及び誤差率を算出したところ、34機関のうち2機関が評価基準「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」に該当した。上記2機関のうち1機関（機関番号1）のZスコアが-4.8、誤差率が-10.2%及び残り1機関（機関番号34）のZスコアが5.0、誤差率が10.7%であった。

以上より、検査精度が良好でないと評価された機関は2機関であった。

3 データ集計及び解析

棄却された2機関の報告値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36機関が、提出期限までに電子ファイル及び書類を提出した。

(2) 試験方法

本精度管理の試験方法について、全36機関がIC法に従い実施したと回答した。

(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 (表 4-1)

全36機関において、試料は7月9日（火）中に到着した。

告示法で、速やかに試験できない場合は試料を冷暗所に保存すること及び2週間以内に試験することが規定されている。全36機関において試料は2～10℃で保存され、試験は告示法の規定する期間内に実施された。

また、試験開始日時について、全36機関のうち1機関（機関番号32）が実施要領で指定した試験開始日時前に試料を開封した。当該機関の実施記録には、試験開始前に試料のおおよその濃度を確認し、希釈の必要性を決定するために試料を開封したとの記載があった。本精度管理では当該機関の報告値を統計対象としたが、今後は指定した試験開始日時以降に配付試料を開封していただきたい。

(4) 一斉分析項目 (表 4-2)

項目数に違いはあるが、34 機関が一斉分析したと報告した。

なお、『水質基準に関する省令の一部改正等について』の留意事項について (令和 2 年 3 月 30 日付け薬生水発 0330 第 4 号)において、告示法別表第 16 の 2 は別表第 13 に統合されたが、当所に提出された関係書類において上記の改訂がされていない機関が複数見られた。

(5) 妥当性評価 (表 4-3)

ア 検量線の評価

「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。)において規定されている検量線の評価について全 36 機関が実施していた。

なお、検量線の回帰式について、1 機関 (機関番号 35) が妥当性評価書では直線を採用していたが、本精度管理では 2 次曲線を採用していた。検量線の作成方法を変更した場合、検量線の再評価が必要となる。

イ 添加試料の評価

添加試料の評価について、全 36 機関が定量下限値で実施していた。添加試料の評価を実施した水は、水道水は 20 機関、水道水及び精製水が 13 機関、精製水が 2 機関及び井戸水が 1 機関であった。

妥当性評価ガイドラインでは、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行った 2 機関 (機関番号 21、35) は、水道水を用いた評価を併せて実施する必要がある。

なお、妥当性評価ガイドラインでは、無機物の添加試料の評価目標値について、真度は 70~130%及び併行精度は 10%以内と定めている。全 36 機関の妥当性評価書を確認したところ、添加試料の真度が評価目標値を満たしていない機関が 1 機関 (機関番号 34) あった。当該機関は水道水を用いて、添加前の試料の試験結果を差し引いて評価すること、常在成分に対して添加量が誤差にならずに定量できる濃度で妥当性を評価することのいずれかの方法により再度評価する必要がある。

(6) 検量線 (表 4-4)

ア 検量線の点数及び検量線濃度

全 36 機関がブランク試料を含まない 4 点以上の検量線点数を設定しており、妥当性評価ガイドラインに示す方法のとおりであった。

また、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、亜硝酸態窒素の検水の濃度範囲は 0.004~0.4 mg/L と規定されている。全 36 機関のうち 35 機関は告示法の規定範囲内であったが、1 機関（機関番号 25）の下限値は告示法の規定より低濃度（0.002 mg/L）であった。当該機関は検量線濃度の下限値を告示法の規定範囲内に変更する必要がある。

イ フィッティング方法

妥当性評価ガイドラインでは検量線の回帰式はできるだけ直線回帰モデルを用いるとされている。検量線の回帰式について、全 36 機関のうち直線を採用した機関は 33 機関、2 次曲線を採用した機関は 3 機関であった。

2 次曲線を採用した場合、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。

ウ 決定係数

全 36 機関が 0.997~1.000 の範囲であり、良好であった。

エ 重み付け及び原点強制通過の有無

検量線の各濃度点に重み付けを行った機関は 8 機関、行わなかった機関は 28 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

「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 日付け健水発第 1010001 号）」において、定量下限値は原則として基準値の 10 分の 1 と規定されている。

定量下限値について、全 36 機関のうち 35 機関は基準値の 10 分の 1 であったが、1 機関（機関番号 13）が基準値の 2 分の 1 であった。

（7） 確認用試料（表 4-4）

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（以下「誤差率」という。）が±10%を超えないことが規定されている。

全 36 機関がオートサンプラーを用いていた。確認用試料の設定濃度については、全 36 機関のうち 35 機関は検量線の作成で調製した濃度であったが、1 機関（機関番号 35）は検量線の作成で調製した濃度ではなかった。なお、確認用試料の濃度規定については、SOP に具体的な濃度の定めがない機関が 7 機関（機関番号 1、10、13、14、31、32、35）あった。検査精度に係る規定は SOP に記載されていることが望ましい。

また、確認用試料の誤差率については、全 36 機関のうち 35 機関は±10%以下であった。
1 機関（機関番号 13）が無回答であり、当所に提出された関係書類からは詳細を確認できなかったが、試料数が 10 未満であっても、最後の試料の後に確認用試料を測定することが望ましい。

（８） 前処理及び空試験（表 4-5）

ア 前処理

告示法で、検水に含まれる対象物質の濃度が告示法で示す濃度範囲を超える場合には希釈するよう規定されている。また、ろ過は孔径約 0.2 μm のメンブランフィルターを備えた装置で実施し、初めのろ液約 10 mL を捨て、次のろ液を試験溶液とするよう規定されている。

希釈について、実施した機関はなかった。本精度管理の実施要領において、配付試料の濃度設定は基準値の範囲内であると告知したことによると考えられた。

ろ過について、全 36 機関のうち 35 機関は実施したが、1 機関（機関番号 32）が実施しなかった。当該機関の SOP を確認したところ、ろ過について規定されていたことから、自機関の SOP に従い試験を実施する必要がある。メンブランフィルター孔径については、ろ過を実施した 35 機関のうち 33 機関は約 0.2 μm であったが、2 機関（機関番号 13、35）が 0.45 μm であった。また、初めのろ液の廃棄量については、ろ過を実施した 35 機関のうち 33 機関は 10 mL 以上であったが、2 機関（機関番号 14、26）は 10 mL 未満であった。試料中の粒子は分析装置の分離カラムの汚染や詰まりの原因となるため、メンブレンフィルターでろ過する。初めのろ液の廃棄量については、メンブレンフィルターからの不純物を除くための十分な量として約 10 mL が設定されている。機関番号 13、14、26、35 は告示法の規定に従い、ろ過を実施する必要がある。

また、1 機関（機関番号 1）は、試験結果報告書ではろ過を実施したと報告したが、SOP にはろ過についての規定がなく、実施記録もなかった。当該機関はろ過について SOP に規定し、実施記録を整備する必要がある。

イ 空試験

告示法では、精製水を一定量採り、検水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されている。

全 36 機関が空試験を実施したと回答したが、試料と同様の試験操作として、ろ過を実施していない機関が 4 機関（機関番号 13、30、32、35）あった。当該 4 機関の SOP を確認したところ、空試験の実施について記載のない機関が 1 機関（機関番号 13）、空試験の実施について規定されている機関が 3 機関（機関番号 30、32、35）あった。機関番号 13 は空試験について SOP に規定し、実施記録を整備する必要がある。機関番号 30、32、35 は自機関の SOP の規定に従い空試験を実施し、実施記録を整備する必要がある。

また、1 機関（機関番号 1）は、試験結果報告書では空試験を実施したと報告したが、SOP には空試験についての規定がなく、実施記録もなかった。当該機関は空試験について SOP に規定し、実施記録を整備する必要がある。

（9）標準原液（表 4-6①、表 4-6②）

告示法で、亜硝酸態窒素標準原液の濃度は 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 36 機関のうち 1 機関は自家調製、31 機関は値付け証明書等が添付された市販標準原液（単品）及び 4 機関は値付け証明書等が添付された市販標準原液（混合）であった。

なお、1 機関（機関番号 28）が試験結果報告書において標準原液の値付け証明書等はないと回答したが、カタログ番号からトレーサビリティを確認したところ JCSS であったため、値付け証明書が添付された市販標準原液（単品）の 31 機関に含めた。また、1 機関（機関番号 34）が回答した標準原液のカタログ番号に誤りがあったことを当該機関に確認し、値付け証明書が添付された市販標準原液（単品）の 31 機関に含めた。亜硝酸態窒素標準原液の濃度については、36 機関のうち、市販標準原液（混合）の 4 機関を除いた 32 機関は告示法の規定のとおりであった。

また、使用期限については、全 36 機関が期限内に使用していた。期限設定については、メーカー使用期限に従うとした機関は 28 機関（期限日記載の機関番号 2 を含む）あった。メーカー使用期限または自機関で定めた期限（開封後 1 年または 3 か月）と比較して短い期間を採用している機関は 3 機関、自機関で定めた期限（1 年または半年）を採用している機関は 5 機関あった。自機関で定めた期限設定について、8 機関のうち 6 機関（機関番号 5、7、9、17、24、35）から提出された関係資料では詳細を把握できなかった。

（10）陰イオン混合標準液（表 4-7）

ア 濃度

告示法で、IC 法の陰イオン混合標準液中の亜硝酸態窒素濃度は 0.1～10 mg/L と規定されている。陰イオン混合標準液中の亜硝酸態窒素濃度について、全 36 機関のうち 1 機関（機関番号 1）が告示法の規定より低い濃度であった。

また、陰イオン混合標準液を低濃度と高濃度の 2 種類使用している機関が 1 機関（機関番号 7）及び無回答が 2 機関（機関番号 10、14）あった。当該 3 機関の関係書類を確認したところ、陰イオン混合標準液中（機関番号 7 は測定に使用した混合標準液 B）の亜硝酸態窒素濃度は告示法の規定の範囲内であった。

イ 調製年月日、期限設定、使用期限

告示法で、IC 法の陰イオン混合標準液の使用期限は規定されていない。

全 36 機関のうち用時調製と回答した機関は 21 機関であり、自機関で設定した使用期限（1 週間、2 週間、1 か月、2 か月、3 か月、半年）を回答した機関が 12 機関、無回答

が 2 機関（機関番号 10、14）及びメーカー使用期限が 1 機関（標準原液を使用し、期限日記載の機関番号 2）であった。

なお、用時調製と回答した 21 機関のうち、使用期限が調製年月日から 1 か月後の機関が 2 機関（機関番号 11、29）及び調製年月日から 1 週間後の機関が 1 機関（機関番号 34）あった。

（1 1）溶離液及び測定条件（表 4-8、表 4-9）

溶離液の種類について、炭酸ナトリウムは 8 機関、炭酸ナトリウム及び炭酸水素ナトリウムの混液は 19 機関、水酸化カリウムは 9 機関であった。26 機関は溶離液を自家調製し、10 機関は装置により自動調製していた。送液条件について、アイソクラティックは 27 機関及びグラジエントは 9 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。全 36 機関のうち 35 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。

（1 2）分析装置（表 4-10、表 4-11）

分析装置及びサプレッサは、サーモフィッシャーサイエンティフィック社製が 18 機関、株式会社島津製作所製を使用している機関は 11 機関、東ソー株式会社製が 5 機関、メトロームジャパン株式会社製が 2 機関であった。

分離カラムは、サーモフィッシャーサイエンティフィック社製が 18 機関、株式会社島津製作所製を使用している機関は 10 機関、東ソー株式会社製が 5 機関、メトロームジャパン株式会社製が 2 機関、SHODEX 製を使用している機関は 1 機関であった。

全 36 機関がサプレッサを使用していた。本精度管理で電気伝導度検出器を使用した機関は 10 機関、紫外吸収検出器を使用した機関は 26 機関であった。

4 棄却された機関のアンケート結果（表 5）

棄却された 2 機関のうち、機関番号 35 は、データが逸脱した原因として想定される事項について、IC 法（電気伝導度検出器）のクロマトグラム上では、塩化物イオンと亜硝酸イオンのピークが近いことから分離が難しく、亜硝酸態窒素の測定結果が低くなったと推定した。当該機関は本精度管理の試験結果の再解析及び配付試料の再分析を実施したが、データが逸脱した原因を特定できなかったと報告した。

なお、本精度管理試験期限終了後に配付試料の再測定を行うことは、告示法に規定されている期間を超過しており、検査精度確認の試料としては望ましくない。

機関番号 36 は、データが逸脱した原因として想定される事項について、クロマトグラムの波形処理が測定結果の誤差に影響した可能性があると推察した。また、測定結果をクロスチェックすることとした。改善を行った後に本精度管理の試験結果を再解析したところ良好な結果が得られたことから、クロマトグラムの波形処理不良を原因と特定し、是正ができた

と報告した。

また、試験操作の不備を探知するためには、検量線のクロマトグラムのピーク面積等を日常的に記録し、その値が通常時と大きな差がないことを確認する必要があると考えられた。

5 検査精度が良好ではないとされた機関のアンケート結果（表 6）

検査精度が良好ではないとされた 2 機関のうち、機関番号 1 は、データが逸脱した原因として想定される事項について、検量線の濃度範囲に対して濃度点を 4 点としていたが、高濃度点の影響により傾きが大きくなったため、誤差が生じたと推察した。対応策として、検量線を濃度帯によって複数作成し、亜硝酸態窒素の測定は UV 検出器で実施すると報告した。

機関番号 34 は、本精度管理試験時の標準液及び条件を用いて配付試料の再測定を行ったが、データが逸脱した原因を特定できなかった。また、本精度管理試験時は空調機が不調であり、現在は空調機を更新したことから、データが逸脱した原因を再現できないが、室温上昇を伴う室温管理対策の不備が測定結果に影響したと報告した。

告示法において標準液は用時調製とされている。また、本精度管理試験期限終了後に配付試料の再測定を行うことは、告示法に規定されている期間を超過しており、検査精度確認の試料としては望ましくない。

また、当該機関の分析記録用紙の内部品質管理記録には、室温上昇を伴う室温管理対策の不備は記録されておらず、詳細は把握できなかった。空調機の不調や起動時等の室温変化がある場合には、室温変化が分析装置に与える影響を考慮し、ベースライン安定性、装置の感度等を反映する検量線のクロマトグラムのピーク溶出時間、ピーク面積値等が通常時と大きな差がないことを十分に確認する必要があると考えられた。さらに、空調機の風が直接装置に当たらないよう注意する必要がある。

6 分析装置の日常チェック項目

参加機関から記載のあった内容を転載した。

機関番号	内容
1	測定前にベースラインの確認を実施している
2	装置圧力モニタ、液漏れ確認、オートサンプラーのチューブ及びシリンジ内の気泡抜き 検量線及び確認用標準の面積値等
3	ポンプ圧力
4	圧力や電流値等が前回の測定時と同等程度か確認しています。
5	始動時点検として、圧力・トータル信号・検量線のリテンションタイム・ピーク面積、相関係数、切片、傾き等を前回測定値と比較し、範囲内であるか確認している。 装置のメンテナンスや新品交換時の記録もしている。
6	電気伝導度、流速、ポンプ圧力、カラム温度。電気伝導度で、サプレッサの汚れ、溶離液の汚染等をチェックします。 ポンプ圧力で、流路およびガードカラム等の詰まりを確認しています。
7	・溶離液のポンプ送液圧力 ・サプレス後の溶離液電気伝導度

機関 番号	内容
8	装置使用時のチェック項目として、本体の起動確認、送液部の気泡確認、サプレッサの漏れ・つまり確認、オートサンプラーのシリンジ・ニードル・チューブ・トレイ・試料注入部・配管全体に異常が無い事を確認しています。性能については、ピーク形状・検出感度に異常が無い事を確認しており、検出感度は面積及び高さの前回値と比較をして確認しています。
9	・システム圧力：前回使用時の10%以内であることを確認 ・D2ランプの点灯時間：累積点灯時間が3000時間以内であることを確認、3000時間を超える場合は新品と交換 ・検量線のピーク面積：前回測定値との比較確認 ・ベースラインの安定化を確認
10	検量線の確認：決定係数（R ² ）が0.995以上、各STDのピーク形状、不要ピーク等の確認、ピークテーブルで保持時間、濃度、面積の確認。
11	検量線の標準試料を前回測定値と比較する。 機器立ち上げ時に点検簿を記録する。
12	・ポンプ圧力の確認 ・各成分の前回分析時の面積値との比較
13	（全て暖機運転中の確認事項） ・送液ポンプ圧を確認し、直近の測定時と比較して大きな変動がないこと ・測定前の波形に異常及び明らかな脈動が無いこと
14	カラム（種類、注入量）、移動相（液量、濃度）、デガッサー（コントロールランプの点灯確認）、ポンプ（吐出圧、異常時；ラインフィルター、ピストン、ピストンシール、チェックバルブ）、オープン（設定温度、カラムの詰まりの有無、プレヒーターの使用の有無）、UV検出器（D2ランプの使用時間、劣化の有無、フローセルの汚れの有無、設定波長、ゼロ調製の作動状況、ベースラインの安定度）電気伝導度検出器（フローセルの汚れの有無、設定セル温度の確認）
15	D2ランプ及びVISランプは点灯するか。 ポンプ厚は正常か(目安：1,500-1,600psi 前後)。 液漏れはないか。
16	・流路からの液漏れがないか ・自動洗浄ユニットの液量が著しく増加していないか ・外観異常はないか ・送液ポンプ、オートサンプラー、カラムオープン、検出器の作動確認
17	送液ポンプの圧力、検出器のバックグラウンド、溶離液ジェネレーター用純水装置の抵抗値を前回値を目安に確認している。
18	液漏れがないこと、各項目所定の設定値になっていること、圧力が通常と異なっていないこと。
19	ポンプ圧・ベースライン：変動がないこと。 面積値・保持時間：前回測定値を目安にしている。
20	移動相流量、リンス液量、サプレッサゲル液量、サプレッサゲル交換、カラム圧、カラム温度をチェックする。
21	ポンプの圧力を確認、記録。電気伝導度の値が前日の5%以内か確認
22	液漏れがないか。圧力が安定していて、前回の測定時と大きく変化していないか。異常音がしていないか、ピークのベースラインが安定しているか、オープンの温度が正常にコントロールできているか。
23	ポンプ圧力、電気伝導度、紫外可視吸光度、溶離液残量、UVランプ使用時間、標準液ピーク面積値（前回測定値の±10%以内）
24	装置ポンプ圧力、電気伝導度（およそ17μS）

機関 番号	内容
25	システム圧 サプレッサーバックグラウンド ベースライン 確認用試料の測定値
26	・検量線標準液クロマトグラムを前回測定と比較し、保持時間の変動が 5%以内であること及びピーク面積の変動が 10%以内であることを確認。 ・ピーク形状にピーク割れがないことを確認。 ・カラム、ガードカラム、測定波長、D2 ランプ使用時間、圧力、流速、液漏れ、異常音を確認。 ・検量線の相関係数は、0.99 以上であることを確認。 ・空試験として精製水を測定し、下限値未満であることを確認。 ・検査終了後に STD3（亜硝酸態窒素）及び STD7（硝酸態窒素、塩化物イオン）を測定し、算出された濃度と調製濃度との差が 10%以内であることを確認。
27	ベースラインの安定、前回測定値
28	送液時のポンプ圧力、分析時のベースライン安定度・ピーク形状および面積値・リテンションタイム等を動作正常時の過去の統計データと比較する。
30	※確認項目；ポンプ圧力（1500～1600 psi）、電気伝導度（19～20 μ S）、
31	分析装置からのエラーメッセージの有無ほか検出器の値（CD トータル）やポンプ圧力が前回分析時の値と比較して大きく変化していないか等を確認しています。
32	日常確認項目 装置点検：ポンプ圧力、配管リークチェック、CD トータル、UV 検出器使用時間 結果確認：ベースライン、感度変動値、前回測定値
33	ポンプの圧力異常の有無、ベースラインの異常の有無等 前回測定値等
34	・検量線標準の前回測定値、最低標準の繰り返し変動、試料測定値の過去履歴を参照して装置異常を監視
35	本体等外観、本体等電源、サプレッサーゲル量、溶離液量、配管の漏れ、毎回試料測定前に操作ブランク、検量線の間濃度を測定している。 分析カラムの新品交換時の検量線は前回値と比較する。
36	標準液の使用期限の順守、分析結果の確認等。

7 分析装置の流路洗浄方法及び分離カラムとサプレッサの保管方法

参加機関から記載のあった内容を転載した。

機関 番号	内容
1	超純水を流す 常に分析機器に設置している
2	とくになし
3	精製水で洗浄
4	流路洗浄は行っていません。分離カラム等の保管方法については、機器に取り付けたままです。
5	流路の洗浄として、高濃度の溶離液を分析前後に流して洗浄している。
6	サプレッサについては、適宜りん酸溶液あるいはアセトン溶液で洗浄を実施します。 一部バルブの部品などは、取り外し超音波洗浄を実施します。 カラムは、溶離液を満たした状態で保管します。

機関 番号	内容
7	・ 流路洗浄は無し ・ 分離カラム及びサプレッサは装置取り付け状態にて保存
8	流路の汚れが考えられた場合、超純水を測定して洗浄を行っています。分離カラムは、短期間の保管は溶離液を満たして保管し、長期保管の際は、100mM 水酸化ナトリウムを満たして保管しています。サプレッサについては、3 日以上使用しない場合、超純水を通液して保管しています。
9	・ 流路洗浄方法：分析開始時に超純水を用いた流路洗浄を実施 ・ 保管方法：分析をほぼ毎日実施するため、分離カラムおよびサプレッサはイオンクロ本体に接続したままの状態を継続
10	流路洗浄（純水）、分離カラム（溶離液で封印）、サプレッサ（取り外して、純水に置換）
11	10 倍濃度の溶離液による洗浄をする。
12	・ カラム、サプレッサーを外して精製水、IPA で洗浄 ・ カラム、サプレッサーは溶離液で封入して保管
13	基本的には週 1 回 5 検体と測定回数が少ないため、洗浄を兼ねて暖機運転を長めに取っている。 連休等により 2 週以上測定回が空く時であっても洗浄に加え、分離カラムへの空気流入を防ぐため週 1 回、数時間にわたって溶離液を流している。 また、年 1 回メーカーによる保守点検時に流路洗浄及びサプレッサ関連のメンテナンス・器具交換をしてもらっている。
14	流路洗浄方法；通常時は、測定毎にクリーンアップ試料と称して、測定前及び測定後に精製水を試料と同様に測定し、流路洗浄を実施するとともに、測定成分の残留の有無を確認。ライン洗浄はカラム取扱説明書（サーモフィッシャーサイエンティフィック）を参考に、10 倍濃度の溶離液、塩酸（1～3mol/L）、アセトニトリル、シュウ酸、2-プロパノール、メタノール等を組み合わせて洗浄。 分離カラムとサプレッサーの保管方法；通常、装置に装着したままで、室温（25℃）に留意している。装置から取り外した場合は、溶離液を通水して密封し、冷蔵所（冷蔵庫）に保管。
15	流路の洗浄方法：移動相の送液により洗浄を行う。場合によっては 10 倍濃い濃度の移動相で洗浄する。 分離カラムとサプレッサの保管方法：7 日以上使用しない場合は水と保管する。
16	送液ポンプとオートサンプラーのパージ動作による流路洗浄 分離カラムとサプレッサはカラムオープン内に格納保管
17	連続稼働しているため、溶離液を長く流すことはあるが、特別な洗浄は行っていない。 分離カラムとサプレッサーは装置から取り外して長期保存はしない。
18	分析終了後 KOH を 2 mM の濃度にして 3 分流しその後ミリ Q で流す。保管は両端密閉常温。
19	流路洗浄方法：溶離液を流す。 分離カラムとサプレッサの保管方法：週 1 回の頻度で測定しているので、ラインにつないだ状態で保管している。
20	長期間使用しない場合は流路を純水で洗浄する。分離カラムは 10～30℃、サプレッサは 2～8℃で保管している。
21	月に 1 度洗浄を行っている。 長期休暇で使用しない際は、水と処理を行っている。
22	溶離液を一定時間流しての洗浄。分離カラムは装置がアニオン測定専用であることと、ほぼ毎日測定で使用する為、接続したまま常温にて保管。サプレッサゲルは冷蔵庫（7℃）で保管。
23	週に 2 回程度精製水で流路洗浄を行う。分離カラムとサプレッサは装置に付けたまま保存。
24	カラム洗浄：10 倍濃度の溶離液で 2 時間 サプレッサーの再生処理：0.2mol/LH₂SO₄ 溶液を注入 カラムの保管：溶離液を通液後そのまま保管 サプレッサーの保管：再生処理後、超純水を注入して保管

機関 番号	内容
25	分析装置の流路洗浄方法：サンプラーに関しては精製水で洗浄、IC 分析装置本体は流路洗浄なし 分離カラムの保管方法：1 週間以上使用しない場合は溶離液封入後、密栓して常温で保管 サプレッサの保管方法：冷蔵保管
26	【流路洗浄方法】週に 1 回，2 時間以上通液を実施 【分離カラム，サプレッサの保管方法】溶離液で満たし保管
27	・流路洗浄 オートサンプラーのパージ ・分離カラム保管方法 使用中のものは常時装置に装着、未開封の新品は棚にて保管
28	流路はカラムを外したのち超純水（ラボ内超純水製造装置による）を用い、6 時間以上洗浄する。 カラムは、保存期間が短期（1 ヶ月以内）の場合は日常使用する溶離液を封入した状態でケースに入れ温度変化の少ない機器分析室内にて保管している。保存期間が長期にわたる場合は、1 ヶ月ごとに溶離液を通してカラム内の封入液を入れ替えたうえで上記と同様に保管する。 サプレッサは、長期に使用しない場合のみカートリッジを装置から外し、溶離液を封入した状態でケースに入れ保管する。
30	精度管理に使用したイオンクロマトグラフについては、常時使用しているため、流路洗浄していません。また、分離カラムとサプレッサを保管したことがありません。 他メーカーのイオンクロマトグラフでは、流路洗浄はカラムとサプレッサを取り外してからメタノールで洗浄します。カラムとサプレッサは純水で置換し、両端の栓を確実に締めて冷暗所に保管します。
31	分離カラムとサプレッサを装置につけた状態で 2 回／週程度の頻度で移動相を流すことにより、流路洗浄及び分離カラムとサプレッサの維持（保管）を行っています。
32	流路は溶離液及び精製水(A4)にて洗浄。 使用中の分離カラム及びサプレッサについては分析装置に接続して、予備の分離カラム及びサプレッサについては暗所にて保管。
33	流路洗浄 (1.0mL/min)：精製水 10min→100 % IPA 30min→精製水 30min→0.2NHNO ₃ 10min→精製水 30min→0.1%EDTA 30min→精製水 30min カラム：暗所で保管 サプレッサ：装置に常時取り付け
34	流路洗浄は 50%イソプロパノールで洗浄しカラムサプレッサは定期的に溶離液を流して長期保存にならないようにしている
35	流路洗浄方法：溶離液を分析時の半分の流速で流す。 分離カラムの保管：カラム内を溶離液で満たした状態で、分析台の引き出しに保管(室内温度 20～25℃) サプレッサの保管：使用前は冷蔵庫内で保管(庫内温度 5℃)
36	装置状態を保つため精製水をサンプルとし、一週間に一回程度分析を実施している。

8 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	内容
2	試料のろ過、確認用標準によるドリフト確認
4	特にありません。
5	キャリーオーバーの確認のため、高濃度検体の測定後はブランクを入れ、QA を測定している。
7	・特になし
8	測定対象物質の汚染を防ぐ為、使用する器具の洗浄・保管に留意しています。
9	—

機関 番号	内容
11	圧力や標準試料の値を記録して、機器の状態を確認しながら分析をしている。
13	暖機運転時の送液ポンプ圧、暖機運転時（及びブランク測定時）の波形に注意している。
14	測定対象の器具への汚染に留意している。 今回の精度管理項目ではないが、特に塩化物イオンと硝酸イオンに留意している。 対策は、器具の入念な洗浄、ディスポーザブル器具を使用している。
15	試料にエチレンジアミン溶液を添加し速やかに測定する。 24 時間以内に測定出来ない場合は冷暗所に保存し、24 時間以内に試験する。
17	亜硝酸イオンのピークは塩化物イオンのピークにかぶりやすいので、グラジエント条件の更新を随時行う。
18	標準物質のピーク面積及び保持時間がこれまでの測定と大きく異なっていないこと。
19	特になし
20	SOP に従い、試験操作を行う。
21	陰イオン類専用の器具を使用している。
22	コンタミネーションを避けるため、高濃度試料と同時に前処理を行わない。
24	検量線はその日のうちに正しく引けているかを確認することを徹底している（装置にかけてその日は終わりにしない）
25	サンプル分取の際は、前処理フィルターの無駄が無いように他の項目と併用して分取する
26	特になし
28	試料の種類（排水・飲料水・純水など）に応じて使用する器具等を使い分け、器具の使用前にあらかじめ超純水による洗浄・浸漬等を実施し汚染を防止する。
30	測定前に差し込み試料を測定して、設定値の±10%に入るのを確認している。また、検量線の面積値と傾きが前回測定した検量線と同程度になっているかを確認している。
31	試料バイアルは、超純水で洗浄後、充填する標準液や試料で共洗いをして使用しています。
33	マシン及びカラムの日常メンテナンスを丁寧に行っている。
34	試料濃度に合わせて検量線を Low と Hi の 2 つに分けて分析を行うようにしている
35	コンタミネーションに気を付けて、前処理作業中は、手袋を着用する 汲み置きした超純水は使用しない
36	特記事項なし。

9 廃液（本精度管理で使用した標準液を含む廃液）の処理方法

参加機関から記載のあった内容を転載した。

機関 番号	内容
1	水道水で希釈して流す
2	外部委託
3	廃液タンクにて保管後排水
4	特別な処理方法はしていません。
5	排水基準を超えるものは産業廃棄物として処理している。
6	中和槽で中和して、下水に流す。
7	・試験に用いた標準溶液、溶離液等は、大量の水と共に流しに流している。
8	廃液専用のドラム缶へ廃棄し、専門業者へ廃棄を依頼します。
9	シンクへ廃棄し pH 調製槽で調整したのち排水
10	中和処理
11	有害金属を含む廃液として廃棄する。
12	・大量の水で希釈しながら廃棄

機関 番号	内容
13	希釈廃棄
14	事業所のルールに基づき、廃液収集ポリタンク（20L）に廃棄し、事業所が他の廃棄物とともに産業廃棄物業者に処理を委託している。
15	pH 調製をして水道に廃棄。
16	ポリタンクに溜め、廃酸あるいは廃アルカリとして産廃処理
17	pH 調整槽があるので、そのまま排水している。
18	20L ポリタンクに回収後、pH 調整を行い廃棄。
19	流しに廃棄
20	廃液回収業者にて処理を行う。
21	酸、アルカリ、引火性、シアン、重金属（基準超過）等に分けて産廃業者に処理を依頼している。
22	水道水で希釈して廃棄。
23	専門産廃業者に委託処理
24	中和後、廃液
25	産業廃棄物処理の業者に廃棄を委託
26	廃酸として回収または下水に流す前に pH 確認（調整）した後、下水として排出
27	下水に排水
28	廃液の種類に応じて所定の廃液タンクに溜め、産業廃棄物処理業者に処理を依頼する。
30	低濃度の廃液は廃液ビットに貯めて、pH を中性にしてから下水道に放流。
31	移動相に水酸化カリウムを使用しているため、移動相の廃液に標準液も含めてアルカリ廃液として産業廃棄物処理業者に廃液の回収及び処理を委託しています。
32	廃酸や廃塩基で pH7 付近に調整した後、水道水で希釈して排水へ。
33	大量の水で希釈しながら廃棄
34	特管物として処理場で廃棄
35	廃酸試料として 20L タンクにまとめた後、処理業者に処理を依頼している
36	装置内で電気分解している状態のため、ほぼ水に近い状態で排出されるが、念のため PH を確認後、廃棄している。

10 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	内容
1	試験結果報告書等を郵送ではなく、データ提出にしていきたいと思います。
2	夏の月の前半は繁忙期にありますので、可能でしたら中旬以降にしていだけたらと思います。
4	特にありません。
7	・特になし
9	—
11	特になし
13	特になし
14	同一項目で、低濃度試料と高濃度試料（基準値超過）を同時に実施してほしい。
16	6～9月 は繁忙期のため、この時期以外に実施して欲しい。
17	提出書類の簡素化、また、提出方法を電子ファイルのみにしていただけると助かります。
19	特になし
20	特にありません。
21	こぼした際に分析を行えない量だと感じました。

機関 番号	内容
24	水道法上でも mg/L となっているのにわざわざ単位を µg/L で提出を求める理由は何なのか、疑問。単位を間違えたがために、是正となったときに、是正の内容はみんな同じになると思われ、双方において何も得することがないように思う。 分析そのものに関わらないところで試すのは、精度管理をやる目的からすすめていっているように思う
26	特になし
28	特になし。
34	報告書は全て電子化文書で提出できれば良いと思います。
35	塩素の濃度が高く、亜硝酸の濃度が低いため、クロマト処理が難しかった
36	特記事項なし。

1 1 まとめ

- (1) 本精度管理には、36 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、2 機関（機関番号 35、36）が棄却された。
- (2) 棄却された 2 機関を除く 34 機関について、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」の両方に該当し検査精度が良好でないとされた機関は 2 機関（機関番号 1、34）あった。
- (3) 試験方法は、全 36 機関が IC 法に従い実施した。
- (4) 妥当性評価ガイドラインで規定されている検量線の評価について、全 36 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 2 機関あった。
- (5) 検量線濃度について、全 36 機関のうち 35 機関は告示法の規定範囲内であったが、1 機関が告示法の規定より低濃度の検量線下限値であった。
- (6) 空試験について、全 36 機関が実施したと回答したが、検水と同様の操作を実施していない機関が 4 機関（機関番号 13、30、32、35）あった。
- (7) 陰イオン混合標準液中の亜硝酸態窒素濃度について、全 36 機関のうち 1 機関が告示法の規定より低い濃度であった。
- (8) 今回の精度管理調査において、報告書への記載間違い、告示法に係る書類の改訂不備等が見受けられた。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見られた。複数人でのチェック体制の強化が必要である。

なお、本精度管理試験期限終了後に配付試料の再測定を行うことは、告示法に規定されている期間を超過しており、検査精度確認の試料としては望ましくない。

また、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していただきたい。

1 2 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。

表 4-1 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

表 4-2 一斉分析項目

表 4-3 妥当性評価及び検量線①

表 4-4 検量線②及び確認用試料

表 4-5 前処理及び空試験

表 4-6① 標準原液①

表 4-6② 標準原液②

表 4-7 陰イオン混合標準液

表 4-8 溶離液及び測定条件（送液条件：アイソクラティック）

表 4-9 溶離液及び測定条件（送液条件：グラジエント）

表 4-10 分析装置（イオンクロマトグラフ、分離カラム）

表 4-11 分析装置（サプレッサ、検出器）

表 5 棄却された機関のアンケート結果

表 6 検査精度が良好ではないとされた機関のアンケート結果

表 4-1 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

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9日9時30分	5	7月10日13時00分	7月10日15時45分	7月10日16時00分
2	7月9日10時5分	4	7月10日13時00分	7月10日14時00分	7月10日14時24分
3	7月9日11時00分	4	7月10日13時00分	7月10日14時00分	7月10日15時30分
4	7月9日10時20分	4	7月10日9時20分	7月10日14時57分	7月10日15時04分
5	7月9日10時00分	4	7月10日13時00分	7月10日13時00分	7月10日16時03分
6	7月9日9時5分	4	7月16日11時00分	7月16日13時40分	7月16日14時00分
7	7月9日9時44分	5	7月10日10時30分	7月10日13時00分	7月10日22時06分
8	7月9日10時30分	4	7月10日11時00分	7月10日11時15分	7月10日13時29分
9	7月9日9時30分	5	7月10日10時20分	7月10日10時40分	7月10日15時58分
10	7月9日10時00分	5	7月10日10時10分	7月10日10時00分	7月10日15時22分
11	7月9日10時00分	4	7月11日9時00分	7月11日10時00分	7月11日11時05分
12	7月9日11時00分	2	7月10日13時00分	7月10日14時00分	7月10日17時10分
13	7月9日15時00分	3	7月10日9時00分	7月10日10時15分	7月10日10時20分
14	7月9日11時50分	4	7月10日9時30分	7月10日11時00分	7月10日13時00分
15	7月9日15時40分	4	7月11日17時00分	7月10日18時00分	7月11日19時35分
16	7月9日11時00分	4	7月10日10時00分	7月10日11時00分	7月10日12時26分
17	7月9日10時20分	6	7月10日12時20分	7月10日14時30分	7月10日15時15分
18	7月9日11時05分	4	7月10日9時00分	7月10日13時55分	7月10日10時17分
19	7月9日11時00分	4	7月10日13時00分	7月10日14時00分	7月10日14時30分
20	7月9日10時00分	4	7月10日9時00分	7月10日16時00分	7月11日2時54分
21	7月9日15時00分	10	7月16日10時10分	7月16日11時00分	7月17日21時16分
22	7月9日10時45分	7	7月11日9時00分	7月11日11時00分	7月11日13時10分
23	7月9日10時35分	5	7月10日9時00分	7月10日11時30分	7月10日13時14分
24	7月9日12時00分	4	7月10日15時00分	7月10日17時00分	7月10日17時10分
25	7月9日10時30分	5	7月10日7時30分	7月10日9時20分	7月10日9時41分
26	7月9日9時7分	5	7月11日8時45分	7月11日11時30分	7月11日12時00分
27	7月9日15時00分	4	7月10日9時30分	7月10日10時15分	7月10日10時54分
28	7月9日10時50分	4	7月10日17時00分	7月10日18時30分	7月11日0時25分
29	7月9日11時30分	4	7月13日20時0分	7月13日21時30分	7月14日5時0分
30	7月9日10時00分	5	7月10日9時00分	7月10日13時50分	7月10日12時25分
31	7月9日11時10分	4	7月11日9時00分	7月11日9時00分	7月11日9時00分
32	7月9日10時	5	7月9日11時	7月9日11時	7月10日12時
33	7月9日10時30分	4	7月11日9時00分	7月11日15時00分	7月11日16時00分
34	7月9日14:14	3	7月11日7:00	7月11日7:50	7月11日8:00
35	7月9日10時00分	5	7月10日10時30分	7月10日11時00分	7月10日13時46分
36	7月9日11時31分	4	7月10日9時00分	7月10日9時00分	7月10日9時46分

表 4-2 一斉分析項目

機関 番号	一斉分析項目
1	フッ素及びその化合物、塩化物イオン、硝酸態窒素、塩素酸イオン、臭化物イオン、リン酸イオン、硫酸イオン
2	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
3	亜硝酸態窒素、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、フッ素、塩化物イオン、塩素酸、臭化物イオン、リン酸イオン、硫酸イオン
4	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
5	塩化物イオン、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、硫酸イオン、フッ素及びその化合物
6	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
7	無
8	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、フッ素
9	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物、硫酸イオン
10	塩素酸
11	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
12	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
13	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、臭化物イオン、(りん酸イオン、硫酸イオン) りん酸イオン・硫酸イオンについては、当局が水質把握のために測定している「その他項目」であるため SOP には記載されないが並行して分析をしている。(※なお、りん酸イオン・硫酸イオンの存在で同時に分析している項目に影響がないことは別途検証済みである)
14	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
15	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
16	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
17	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
18	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、フッ素及びその化合物、塩素酸、塩化物イオン、亜塩素酸、りん酸イオン、硫酸イオン、臭化物イオン
19	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩化物イオン
20	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
21	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
22	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
23	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、フッ素及びその化合物、塩素酸、塩化物イオン、臭化物イオン、リン酸イオン、硫酸イオン
24	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩化物イオン
25	フッ素及びその化合物、塩化物イオン、亜塩素酸、塩素酸、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素
26	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩化物イオン
27	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、亜塩素酸、フッ素及びその化合物、臭化物イオン
28	無
29	塩化物イオン、硝酸態窒素および亜硝酸態窒素、塩素酸、フッ素及びその化合物
30	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩化物イオン、フッ素及びその化合物、硫酸イオン
31	フッ素、塩化物イオン、亜硝酸態窒素、硝酸態窒素及び塩素酸
32	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、フッ素、塩化物イオン、塩素酸
33	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
34	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素
35	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物
36	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、フッ素及びその化合物

表 4-3 妥当性評価及び検量線①

機 関 番 号	妥当性評価					検量線①	
	検量線の評価		添加試料の評価			定量 下限値 ($\mu\text{g/L}$)	設定濃度 ($\mu\text{g/L}$)
	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	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値 (精製水) 40 $\mu\text{g/L}$ (水道水)	4	4,8,16,40
2	実施	実施	実施	水道水	定量下限値	4	4,10,20,40
3	実施	実施	実施	水道水	定量下限値	4	4, 10, 20, 50, 100, 200
4	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値 (精製水) 定量下限値 (水道水)	4	4, 8, 20, 40
5	実施	実施	実施	水道水	定量下限値	4	4,10,20,40
6	実施	実施	実施	水道水	4 $\mu\text{g/L}$	4	4、8、20、40
7	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値(精製水) 定量下限値(水道水)	4	4,10,20,40,100,200
8	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)	4	4, 10, 40, 100
9	実施	実施	実施	水道水	定量下限値	4	4,8,20,40,100,400
10	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値	4	4,8,20,40,80
11	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水)	4	4,10,20,50,100,200,400
12	実施	実施	実施	水道水	定量下限値	4	4, 10, 20, 40
13	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水)	20	20,50,100,200
14	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値	4	4, 10, 20, 40, 80, 200, 400
15	未実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)	4	4、6、10、20、50、100
16	実施	実施	実施	水道水	定量下限値	4	4, 10, 40, 100, 200, 400
17	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値 (精製水) 0.016 mg/L (水道水)	4	4, 10, 40, 100, 250
18	実施	実施	実施	水道水	4 $\mu\text{g/L}$ (水道水)	4	4, 10, 20, 50, 100, 200, 400
19	実施	実施	実施	水道水	定量下限値	4	4, 8, 20, 40
20	実施	実施	実施	水道水	4 $\mu\text{g/L}$	4	4, 8, 20, 40, 80, 200
21	実施	実施	実施	精製水	定量下限値 (精製水)	4	4,10,20,40,100,200
22	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値	4	4, 8, 20, 40, 80
23	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水)	4	4, 6, 8, 10, 20, 40, 100, 200
24	実施	実施	実施	水道水	4 $\mu\text{g/L}$ (水道水)	4	4,8,16,40
25	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値	4	2,4,8,20,40,80,200
26	実施	実施	実施	井戸水	定量下限値 (井戸水)	4	4,10,20,40
27	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値 (精製水) 定量下限値 (水道水)	4	4,10,20,50,100
28	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水)	4	4, 12, 20, 40
29	実施	実施	実施	水道水	定量下限値	4	4, 10, 40, 100, 200
30	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水)	4	4,10,40,80,200,400
31	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値 (精製水) 0.025 mg/L (精製水)	4	4, 10, 25, 50
32	実施	実施	実施	水道水及び精製水 (A4)	定量下限値(精製水) 定量下限値(水道水)	4	4,10,25,100,200
33	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値 (精製水) 40 $\mu\text{g/L}$ (水道水)	4	4,10,20,80,200,400
34	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値 (精製水) 4 $\mu\text{g/L}$ (水道水)	4	(Low 4, 10, 20, 40) (Hi 40, 100, 200, 400)
35	実施	実施	実施	精製水	定量下限値(精製水)	4	4,8,20,40,80,200
36	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水)	4	4,8,20,40,100

表 4-4 検量線②及び確認用試料

機 関 番 号	(再掲) 検量線①	検量線②					確認用試料			
	設定濃度 ($\mu\text{g/L}$)	点数	フィッ ティング 方法	決定 係数	重み 付け	原点 強制 通過	オート サンプラー の使用	設定 濃度 ($\mu\text{g/L}$)	測定 結果 ($\mu\text{g/L}$)	誤差率 (%)
1	4,8,16,40	4	直線	0.999	無	無	有	16	15.0	-6.25
2	4,10,20,40	4	直線	0.999	無	無	有	20	20.6	3
3	4, 10, 20, 50, 100, 200	6	直線	1.000	有	無	有	20	21.4	7
4	4, 8, 20, 40	4	直線	1.00	無	無	有	8	7.77	-2.875
5	4,10,20,40	4	直線	0.999	無	無	有	10	10.3	3
6	4、 8、 20、 40	4	直線	0.999	有	無	有	20	20.4	2
7	4,10,20,40,100,200	6	直線	0.999	無	無	有	40.28	40.0	※1
8	4, 10, 40, 100	4	直線	0.999	無	無	有	40	39.7	-0.75
9	4,8,20,40,100,400	6	直線	1.00	有	無	有	40	39.8	-0.5
10	4,8,20,40,80	5	直線	0.999	有	無	有	40	39.2	-2
11	4,10,20,50,100,200,400	7	直線	1.00	無	無	有	10	9.55	-4.5
12	4, 10, 20, 40	4	直線	1.00	無	無	有	20	18.6	-7
13	20,50,100,200	4	直線	1.00	無	無	有	-	-	-
14	4, 10, 20, 40, 80, 200, 400	7	直線	1.00	無	無	有	200	201	0.5
15	4、 6、 10、 20、 50、 100	6	直線	1.000	無	無	有	10	10.2	2
16	4, 10, 40, 100, 200, 400	6	直線	0.999	無	無	有	100	98.5	-1.5
17	4, 10, 40, 100, 250	5	2次曲線	1.00	有	無	有	40	40.3	0.75
18	4, 10, 20, 50, 100, 200, 400	7	直線	1.00	無	無	有	50	50.1	0.2
19	4, 8, 20, 40	4	直線	0.999	無	無	有	20	19.9	-0.5
20	4, 8, 20, 40, 80, 200	6	直線	0.999	無	無	有	20	19.8	-1
21	4,10,20,40,100,200	6	2次曲線	0.999	無	無	有	40	40.3	0.75
22	4, 8, 20, 40, 80	5	直線	0.999	有	無	有	20	19.0	-5
23	4, 6, 8, 10, 20, 40, 100, 200	8	直線	1.00	無	無	有	20	20.4	2
24	4,8,16,40	4	直線	0.999	無	無	有	16	16.0	0
25	2,4,8,20,40,80,200	7	直線	0.999	無	無	有	20	20.1	0.5
26	4,10,20,40	4	直線	1.000	無	無	有	20	20.0	0
27	4,10,20,50,100	5	直線	0.997	無	無	有	20	19.8	-1
28	4, 12, 20, 40	4	直線	0.999	無	無	有	20.18	20.0	※2
29	4, 10, 40, 100, 200	5	直線	0.999	無	無	有	10	11	10
30	4,10,40,80,200,400	6	直線	0.999	無	無	有	200	199	-0.5
31	4, 10, 25, 50	4	直線	1.000	無	無	有	25	25.3	1.2
32	4,10,25,100,200	5	直線	1.000	無	無	有	100	99.8	-0.2
33	4,10,20,80,200,400	6	直線	0.999	有	無	有	80	80.3	0.375
34	(Low 4, 10, 20, 40) (Hi 40, 100, 200, 400)	Low 4 Hi 4	直線	Low 0.999 Hi 0.999	有	無	有	40	38.8	-3
35	4,8,20,40,80,200	6	2次曲線	1.000	無	無	有	100	97.2	-2.8
36	4,8,20,40,100	5	直線	0.999	無	無	有	20	20.0	0

※1 : -0.695134062

※2 : -0.89197225

表 4-5 前処理及び空試験

機関 番号	前処理				空試験			(再掲) 検量線①
	試料の希釈 の有無	試料の ろ過の 有無	フィル ターの 孔径 (μm)	初めの ろ液の廃棄量 (mL)	実施の 有無	ろ過の 有無	測定 結果 ($\mu\text{g/L}$)	定量下限値 ($\mu\text{g/L}$)
1	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
2	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
3	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
4	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
5	無	有	0.2	10	実施	実施	<4	4
6	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
7	無	有	0.2	20	実施	有	<4	4
8	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
9	無	有	0.22	10	実施	有	<4	4
10	無	有	0.2	10	有	有	<4	4
11	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
12	無し	有	0.2	10	実施	有	<4	4
13	無	有	0.45	10	実施	無	<20	20
14	無	有	0.2	3	実施	有	<4	4
15	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
16	無	有	0.2	10	実施	実施	<4	4
17	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
18	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
19	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
20	無	有	0.22	10	実施	有	<4	4
21	無	有	0.22	10	実施	有	<4	4
22	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
23	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
24	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
25	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
26	無	有	0.2	5	実施	有	<4	4
27	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
28	無	有	0.22	10	実施	有	<4	4
29	無	有	0.22	10	実施	有	<4	4
30	無	有	0.2	10	実施	無	<4	4
31	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
32	無	無	-	-	実施	無	<4	4
33	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4
34	無	有	0.2	15	実施	有	<4	4
35	無	有	0.45	10	実施	無	<4	4
36	無	有	0.2	10	実施	有	<4	4

表 4-6① 標準原液①

機関 番号	種類	濃度 (mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ 番号
1	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 (NO ₂ -N 1000)	関東化学 株式会社	28637-96
2	市販標準原液(混合)	10	陰イオン 5 種混合標準液	富士フイルム 和光純薬	012-28021
3	市販標準原液(単品)	1000	認証標準物質 亜硝酸態窒素 1000 μ g/mL in 水	SCP SCIENCE	1021- 12005
4	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 (NO ₂ -N 1000)	関東化学	28637-96
5	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 (NO ₂ -N 1000)	関東化学 株式会社	28637-96
6	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液(NO ₂ -N 1000)	関東化学 (株)	28637-96
7	市販標準原液(単品)	1000	認証標準物質 亜硝酸態窒素 1000 μ g/mL in 水 125 mL	ジーエル サイエンス	1021- 12005
8	※1	1000	亜硝酸ナトリウム	関東化学	37402-30
9	市販標準原液(単品)	1004	亜硝酸性窒素標準液 [NO ₂ - (N として) 1000]	富士フイルム 和光純薬	147-09901
10	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 [NO ₂ -(N として)1000]	ジーエル サイエンス	1021- 12005
11	市販標準原液(単品)	1000	Nitrite Nitrogen Standard for IC	シグマアルド リッチ	36427
12	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液	関東化学 株式会社	28637-96
13	市販標準原液(単品)	1000 (Calibration result(25°C) 1004)	亜硝酸性窒素標準液 [NO ₂ -(N として)1000]	富士フイルム 和光純薬	147-09901
14	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 [NO ₂ -N として 1000]	関東化学	28637-96
15	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液(NO ₂ -N 1000)	関東化学 株式会社	28637-96
16	市販標準原液(単品)	1000	認証標準物質 亜硝酸態窒素	ジーエル サイエンス	1021- 12005
17	市販標準原液(混合)	10	アニオンカスタム混合標準原液	GL サイエンス	ASO-023- 992
18	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 [NO ₂ -(N として)1000]	SCP SCIENCE	250-220- 550
19	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 [NO ₂ -(N として)1000]	富士フイルム 和光純薬	147-09901
20	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 [NO ₂ -N 1000]	関東化学	28637-96
21	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 [NO ₂ -(N として)1000]	富士フイルム 和光純薬	147-09901
22	市販標準原液(単品)	1000	認証標準物質 亜硝酸態窒素 1000 μ g/mL in 水	SCP SCIENCE	250-220- 550
23	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸態窒素 NO ₂ -as N	ジーエル サイエンス	1021- 12005
24	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 (NO ₂ -N 1000)	関東化学	28637-96
25	市販標準原液(単品)	1000	認証標準物質 亜硝酸態窒素 1000 μ g/mL in 水 125mL	GL Sciences Inc	1021- 12005
26	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸態窒素標準液 NO ₂ -N 1000	関東化学 株式会社	28637-96
27	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 [NO ₂ -(N として)1000]	富士フイルム 和光純薬	147-09901
28	市販標準原液(単品)	1009	亜硝酸性窒素標準液 [NO ₂ - (N として) 1000]	富士フイルム 和光純薬	147-09901
29	市販標準原液(混合)	10	陰イオン 5 種混合標準液	富士フイルム 和光純薬	012-28021
30	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 [NO ₂ -(N として)1000]	富士フイルム 和光純薬	147-09901
31	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 (NO ₂ -N1000)	関東化学	28637-96
32	市販標準原液(混合)	10	陰イオン 5 種混合標準液	富士フイルム 和光純薬株式 会社	012-28021

機関 番号	種類	濃度(mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ 番号
33	市販標準原液(単品)	1000	Nitrite Nitrogen Standard for IC	シグマアルドリッチ	36427-100ML
34	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液 [NO ₂ -(Nとして)1000]	関東化学	※2
35	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸性窒素標準液	関東化学	28637-96
36	市販標準原液(単品)	1000	亜硝酸態窒素標準液(NO ₂ -N 1000)	関東化学株式会社	28637-96

※1：「市販標準原液（単品）」との報告であったが、「自家調製」として集計した。

※2：カタログ番号を誤記、誤：「28630-23」→正：「28637-96」

表 4-6② 標準原液②

機関 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	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 6 月末
2	有	JCSS	2025 年 8 月末	2025 年 8 月末
3	有	-	メーカー使用期限	2024 年 12 月 31 日
4	有	JCSS	メーカー保証期限	2026 年 3 月 31 日
5	有	JCSS	1 年	2025 年 7 月 9 日
6	有	JCSS	メーカー使用機縁	2026 年 3 月 31 日
7	有	A2LA	メーカー使用期限または開封後 1 年のいずれか短い方	2025 年 4 月 30 日
8	-	-	1 年	2025 年 6 月 30 日
9	有	JCSS	メーカーの使用期限または開封後 1 年のうち期限がより早い方に設定	2025 年 4 月 23 日
10	有	-	メーカー使用期限	2024 年 12 月 31 日
11	有	ISO/IEC 17025	メーカー使用期限	2025 年 11 月 30 日
12	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 6 月 30 日
13	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 7 月
14	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 6 月 30 日
15	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 6 月 30 日
16	有	JCSS	メーカー使用期限	2024 年 12 月 31 日
17	有	CRM	半年	2024 年 9 月 1 日
18	有	NIST	メーカー使用期限	2024 年 12 月 31 日
19	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 7 月
20	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 6 月 30 日
21	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 12 月 31 日
22	有	A2LA	メーカー使用期限	2024 年 12 月 31 日
23	有	A2LA	メーカー使用期限及び開封後 3 か月以内	2024 年 10 月 9 日
24	有	JCSS	開封日から半年	2025 年 1 月 10 日
25	有	NIST	メーカー使用期限	2024 年 12 月 31 日
26	有	JCSS	メーカー使用期限	R7 年 6 月 30 日
27	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 7 月末
28	無	-	メーカー使用期限	2024 年 12 月
29	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 8 月 31 日
30	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 7 月 31 日
31	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 6 月末
32	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 8 月末日
33	有	NIST	メーカー使用期限	2024 年 10 月末
34	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 6 月末
35	有	JCSS	1 年	2024 年 9 月 11 日
36	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 6 月 30 日

表 4-7 陰イオン混合標準液

機関 番号	亜硝酸態窒素濃度(mg/L)	試験開始日時 (再掲)	調製年月日	期限設定	使用期限
1	0.08	7月10日13時00分	2024年7月10日	用時調整	2024年7月10日
2※1	-	7月10日13時00分	-	-	-
3	0.4	7月10日13時00分	2024年7月10日	用時調製	2024年7月10日
4	4	7月10日9時20分	2024年7月10日	用時調製	2024年7月10日
5	10	7月10日13時00分	2024年7月10日	半年	2025年1月9日
6	0.4	7月16日11時00分	2024年7月16日	半年	2024年1月16日
7※2	混合標準液 A : 20mg/L 混合標準液 B : 2mg/L	7月10日10時30分	2024年7月10日	2ヶ月	2024年9月9日
8	0.4	7月10日11時00分	2024年7月10日	用時調製	2024年7月10日
9	0.4	7月10日10時20分	2024年7月8日	1週間	2024年7月14日
10	-	7月10日10時10分	-	-	-
11	1.0	7月11日9時00分	2024年7月11日	用時調整	2024年8月11日
12	2	7月10日13時00分	2024年7月10日	用時調製	2024年7月10日
13	0.2	7月10日9時00分	2024年7月10日	用時調製	2024年7月10日
14	-	7月10日9時30分	-	-	-
15	1.0	7月11日17時00分	2024年7月11日	用事調製	2024年7月11日
16	1.0	7月10日10時00分	2024年7月10日	用時調製	2024年7月10日
17	0.25	7月10日12時20分	2024年7月10日	2週間	2024年7月24日
18	1	7月10日9時00分	2024年7月10日	用時調製	2024年7月10日
19	0.4	7月10日13時00分	2024年7月10日	用時調整	2024年7月10日
20	0.8	7月10日9時00分	2024年7月10日	用時調製	2024年7月10日
21	10	7月16日10時10分	2024年7月16日	2週間	2024年7月30日
22	0.8	7月11日9時00分	2024年7月10日	3か月	2024年10月10日
23	1.0	7月10日9時00分	2024年7月10日	用事調製	2024年7月10日
24	4	7月10日15時00分	2024年7月10日	用事調製	2024年7月10日
25	2	7月10日7時30分	2024年7月10日	1週間	2024年7月17日
26	5	7月11日8時45分	R6年7月11日	用時調製	R6年7月11日
27	0.1	7月10日9時30分	2024年6月18日	半年	2024年12月18日
28	0.4	7月10日17時00分	2024年7月10日	用時調製	2024年7月10日
29	10	7月13日20時0分	2024年7月13日	用事調製	2024年8月13日
30	0.8	7月10日9時00分	2024年7月10日	用時調整	—
31	0.1	7月11日9時00分	2024年7月11日	用時調製	2024年7月11日
32	10	7月9日11時	2024年7月10日	用事調整	2024年7月10日
33	4mg/L	7月11日9時00分	2024年7月11日	調整日から 1か月以内	2024年8月11日
34	0.4	7月11日7:00	2024年7月11日	用時調製	2024年7月18日
35	0.2	7月10日10時30分	2024年4月24日	半年	2024年9月11日
36	0.1	7月10日9時00分	令和6年7月10日	2週間	令和6年7月24日

※1：以下は備考欄に記載、「陰イオン混合標準液は標準原液に市販混合標準液を使用しているので入力しませんでした。」

※2：以下は備考欄に記載、「陰イオン混合標準液について、当団では「混合標準液 A」と「混合標準液 B」の2種類を使用している。」

表 4-8 溶離液及び測定条件（送液条件：アイソクラティック）

機 関 番 号	溶離液		測定条件					
			溶離液		プレ カラム (ガード カラム)	カラム オープン 温度 (℃)	試料 注入量 (μL)	ピークの 読み取り 方法
	調製の 有無	調製 年月日	組成および濃度	流速 (ml/min)				
1	自家 調整	2024 年 7 月 10 日	3.6mM 炭酸ナトリウム 2mM 炭酸水素ナトリウム	0.7	有	45	20	ピーク 面積
2	自家 調製	2024 年 7 月 9 日	9mM 炭酸ナトリウム	1.0	有	30	100	ピーク 面積
3	装置 による 自動調製	-	7.5mM 炭酸水素ナトリウム 0.8mM 炭酸ナトリウム	1.5	有	40	30	ピーク 面積
6	自家 調製	2024 年 6 月 16 日	3.6 n M 炭酸ナトリウム	0.8	有	40	20	ピーク 面積
7	自家 調製	2024 年 7 月 5 日	7.5mM 炭酸水素ナトリウム、 0.8mM 炭酸ナトリウム	1.5	有	40	30	ピーク 面積
8	自家 調製	2024 年 7 月 10 日	0.3mM 炭酸水素ナトリウム、 2.7mM 炭酸ナトリウム	1.5	有	30	100	ピーク 高さ
9	自家 調製	2024 年 7 月 10 日	3.6 mM 炭酸ナトリウム	0.6	有	45	15	ピーク 面積
10	有	7 月 8 日	3.6M 炭酸ナトリウム	0.8	有	45	50	ピーク 面積
11	自家 調製	2024 年 7 月 11 日	4.5mM 炭酸ナトリウム、 1.0mM 炭酸水素ナトリウム	1.2	有	35	100	ピーク 面積
12	自家 調製	2024 年 7 月 10 日	5.0mM 炭酸水素ナトリウム 1.7mM 炭酸ナトリウム	0.8	有	50	100	ピーク 面積
13	自家 調製	2024 年 7 月 10 日	360mM 炭酸ナトリウム	0.8	有	45	50	ピーク 面積
15	自家 調整	2024 年 7 月 11 日	1.0mM 炭酸水素ナトリウム 4.5mM 炭酸ナトリウム	1.2	有	35	100	ピーク 面積
16	自家 調製	2024 年 7 月 10 日	5.0 mM 炭酸水素ナトリウム、 1.7 mM 炭酸ナトリウム	0.8	有	50	50	ピーク 面積
19	自家 調整	2024 年 7 月 10 日	3.6mM 炭酸ナトリウム	0.8	有	45	500	ピーク 面積
20	自家 調製	2024 年 7 月 10 日	7.5mM 炭酸水素ナトリウム、 0.8 mM 炭酸ナトリウム	1.5	有	40	30	ピーク 面積
21	自家 調整	2024 年 7 月 16 日	1mM 炭酸水素ナトリウム、 4.5mM 炭酸ナトリウム	1.2	有	30	100	ピーク 面積
22	自家 調整	2024 年 7 月 11 日	3.8 mM 炭酸水素ナトリウム、 3 mM 炭酸ナトリウム	1.5	有	40	30	ピーク 面積
24	自家 調製	2024 年 7 月 10 日	0.36mM 炭酸水素ナトリウム、 3.24mM 炭酸ナトリウム	1.5	有	35	100	ピーク 面積
26	自家 調製	R6 年 7 月 11 日	3.6mM 炭酸ナトリウム	0.8	有	45	30	ピーク 面積
27	自家 調製	2024 年 7 月 10 日	5mM 炭酸水素ナトリウム、 1.7mM 炭酸ナトリウム	0.8	有	50	50	ピーク 面積
28	自家 調製	2024 年 7 月 10 日	3.6mM 炭酸ナトリウム	0.8	有	45	50	ピーク 面積
29	自家 調製	2024 年 7 月 13 日	12mM 炭酸水素ナトリウム、 6mM 炭酸ナトリウム	1.0	有	30	50	ピーク 面積
30	自家 調整	2024 年 7 月 10 日	1.0mM 炭酸水素ナトリウム 4.5mM 炭酸ナトリウム	1.5	有	35	100	ピーク 面積
32	自家 調整	2024 年 7 月 10 日	1mM 炭酸水素ナトリウム 4.5mM 炭酸ナトリウム	1.2	有	35	100	ピーク 面積
33	自家 調整	2024 年 7 月 10 日	5.0mM 炭酸水素ナトリウム、 1.7mM 炭酸ナトリウム	0.8	無	50	50	ピーク 面積
34	自家 調整	2024 年 7 月 11 日	0.8mM 炭酸水素ナトリウム、 4.5 mM 炭酸ナトリウム	1.0	有	30.0	100	ピーク 面積
35	自家 調製	2024 年 7 月 10 日	7.5mM 炭酸水素ナトリウム、 0.8mM 炭酸ナトリウム	1.5	有	40	30	ピーク 面積

表 4-9 溶離液及び測定条件（送液条件：グラジエント）

機関 番号	溶離液	測定条件						
		溶離液			プレ カラム (ガード カラム)	カラム オープン 温度 (℃)	試料 注入量 (μL)	ピークの 読み取り 方法
	調製の 有無	組成	グラジエント条件	流速 (ml/min)				
4	装置 による 自動調製	水酸化 カリウム	1mM(0-8min) →8mM(8-16min) →25mM(16-22min) →30mM(22-24min) →60mM(24-35min)	1.5	有	30	200	ピーク 面積
5	装置 による 自動調整	水酸化 カリウム	20mM(0-0.1min) →20mM-30mM(0.1-4.3min) →30mM(4.3min-15min)	0.26	有	35	7	ピーク 面積
14	装置 による 自動調製	水酸化 カリウム	20mM(0-10min) →50mM(10-20min)	1.0	有	30	50	ピーク 面積
17	装置 による 自動調製	水酸化 カリウム	7mM(0-1min) →7-11mM(1-15min) →11-18mM(15-18min) →18-38mM(18-30min)	0.3	有	35	20	ピーク 面積
18	装置 による 自動調製	水酸化 カリウム	2mM(0-13.5min) →2-23mM(13.5-14min) →23mM(14-18min) →23-30mM(18-21min) →30-45mM(21-21.5min) →45mM(21.5-27min)	1.0	有	30	100	ピーク 面積
23	装置 による 自動調整	水酸化 カリウム	5mM(0-4min) →5-14mM(4-9min) →14mM(9-14mn) →14-32mM(14-21min) →32-45mM(21-22min) →45mM(22-30min)	1.0	有	30	100	ピーク 面積
25	装置 による 自動調製	水酸化 カリウム	4mM(0-9min) →4-17mM(9-20min) →17-58mM(20-23min) →58-4mM(23-28min)	1.0	有	35	50	ピーク 面積
31	装置 による 自動調製	水酸化 カリウム	15mM(0min) →15-50mM(0-24min) →50mM(0min)	1.0	有	35	100	ピーク 面積
36	装置 による 自動調整	水酸化 カリウム	3-35mM(0-23min) →35-50mM(23-25min) →50mM(25-35min)	1.0	有	35	100	ピーク 面積

表 4-10 分析装置（イオンクロマトグラフ、分離カラム）

機関 番号	イオンクロマトグラフ		分離カラム			
	メーカー名※	型式	メーカー名※ ¹	型式	内径×長さ (mm)	使用開始年月日
1	メトローム	930 Compact IC pro	メトローム	Metrosep A Supp 7 - 250/4.0	4×250	2022 年 9 月 20 日
2	サーモ	Aquion	サーモ	IonPac AS9-HC	4×250	2024 年 4 月 1 日
3	東ソー	IC-8100EX	東ソー	TSKgel SuperIC-Anion HS	4.6×100	2023 年 4 月 4 日
4	サーモ	Dionex Integrion RFIC	サーモ	Dionex IonPac AS30	4×250	2024 年 3 月 4 日
5	サーモ	DIONEX INTEGRION HPIC	サーモ	Dionex IonPac AS18	2×250	2023 年 9 月 19 日
6	メトローム	IC-881	メトローム	Metrosep A Supp 7-250/4.0	4.0×250	2023 年 6 月 1 日
7	東ソー	IC-2010	東ソー	TSKgel SuperIC-Anion HS 4.6mm I.D. × 10cm	4.6×100	2023 年 12 月 15 日
8	サーモ	INTEGRION	サーモ	DIONEX IonPac AS12A	4×200	2023 年 6 月 12 日
9	島津製作所	HIC-ESP	SHODEX	SI-35 4D	4×150	2023 年 4 月 3 日
10	島津製作所	CBM-40	島津製作所	Shim-pack IC-SA3	4×250	2024 年 5 月 27 日
11	サーモ	ICS-1100	サーモ	AS22	4×250	2022 年 7 月 21 日
12	島津製作所	LC-20AD sp	島津製作所	IC-SA4	4.6×150	2022 年 2 月 24 日
13	島津製作所	LC-20ADsp	島津製作所	IC-SA3	4×250	2023 年 11 月 7 日
14	サーモ	ICS-2100	サーモ	Dionex IonPac AG27	4×250	2019 年 4 月 10 日
15	サーモ	ICS-1100	サーモ	IonPac AS22	4×250	2022 年 6 月 24 日
16	島津製作所	LC-20AD SP	島津製作所	IC-SA4	4.6×150	2024 年 2 月 1 日
17	サーモ	Integrion RFIC	サーモ	IonPacAS20	2×250	2023 年 6 月 22 日
18	サーモ	INTEGRION HPIC	サーモ	Dionex IonPac AS19	4×250	2023 年 7 月 19 日
19	島津製作所	HIC-SP	島津製作所	Shim-pack IC-SA3	4×250	2024 年 6 月 26 日
20	東ソー	IC-2010	東ソー	TSKgel superIC-Anion HS	4.6×100	2024 年 4 月 9 日
21	サーモ	INTEGRION	サーモ	Dionex IonPac AS22 RFIC	4×250	2024 年 6 月 5 日
22	東ソー	IC-8100	東ソー	TSKgel SuperIC-AnionHS	4.6mm×10cm	2023 年 5 月 22 日
23	サーモ	ICS-2100	サーモ	IonPac AS-19	4×250	2022 年 5 月 9 日
24	サーモ	DIONEX Integrion HPIC	サーモ	Dionex IonPac AS12A	4×250	2019 年 10 月 28 日
25	サーモ	ICS-2100	サーモ	AS27	4×250	2023 年 11 月 2 日
26	島津製作所	LC-20ADsp	島津製作所	shim-pack IC-SA3	4×250	R4 年 7 月 21 日
27	島津製作所	HIC-20A	島津製作所	Shim-pack IC-SA4	4.6×150	2024 年 7 月 5 日
28	島津製作所	HIC-20A SUPER	島津製作所	Shim-pack IC-SA3	4×250	2019 年 2 月 26 日
29	島津製作所	Nexera	島津製作所	IC-SA2	4×250	2024 年 2 月 6 日
30	サーモ	Integrion CT	サーモ	Dionex IonPac AS22	4×250	2024 年 4 月 7 日
31	サーモ	DIONEX INTEGRION	サーモ	AS-19	4×250	2023 年 7 月 29 日
32	サーモ	INTEGRION	サーモ	Dionex IonPac AS22	4*250	2023 年 5 月 18 日
33	島津製作所	HIC-SP	島津製作所	shim-pack IC-SA4	4.6×150	2024 年 2 月
34	サーモ	VWD,INTEGRION	サーモ	AS-23	4×250	2022 年 4 月 4 日
35	東ソー	IC-2010	東ソー	TSKgel SuperIC-Anion HS	4.6×100	2024 年 7 月 10 日
36	サーモ	Integrion RFIC	サーモ	AS19-4 μm	4×250	令和 6 年 6 月 20 日

※：メーカー名を一部省略して記載した。（サーモ：サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社・ThermoFisher SCIENTIFIC、島津製作所：株式会社島津製作所、メトローム：メトロームジャパン株式会社、東ソー：東ソー株式会社）

表 4-11 分析装置（サブプレッサ、検出器）

機関 番号	サブプレッサ				検出器	
	使用の 有無	メーカー名※	型式	使用開始年月日	種類	測定波長 (nm)
1	有	メトローム	6.2832.000	2022 年 9 月 20 日	電気伝導度検出器	—
2	有	サーモ	AERS-500 carbonate	2019 年 12 月 18 日	電気伝導度検出器	-
3	有	東ソー	IC-8100EX	2023 年 4 月 4 日	電気伝導度検出器	-
4	有	サーモ	Dionex ADRS 600 4mm	2020 年 12 月 18 日	電気伝導度検出器	—
5	有	サーモ	Dionex ADRS 600	2022 年 12 月 27 日	電気伝導度検出器	—
6	有	メトローム	IC MSM ローター	2013 年 2 月 1 日	電気伝導度検出器	-
7	有	東ソー	TSKgel suppress IC-A	2024 年 7 月 10 日	紫外外部吸収検出器	210
8	有	サーモ	DIONEX ADRS 600	2023 年 12 月 4 日	電気伝導度検出器	-
9	有	島津製作所	ICDS-40A	2022 年 2 月 28 日	紫外外部吸収検出器	210
10	有	島津製作所	ICDS-40A	2022 年 11 月 16 日	紫外外部吸収検出器	210
11	有	サーモ	Dionex ADRS 600	2024 年 2 月 14 日	紫外外部吸収検出器	210
12	有	島津製作所	ANION SUPPRESSER CARTRIDGE	2022 年 3 月 8 日	紫外外部吸収検出器	210
13	有	島津製作所	CDD-10Avp	2023 年 11 月 6 日	紫外外部吸収検出器	210
14	有	サーモ	Dionex ADRS-600	2023 年 1 月 20 日	紫外外部吸収検出器	215
15	有	サーモ	AESR 500	2018 年 1 月 23 日	紫外外部吸収検出器	210
16	有	島津製作所	CT0-40S	2024 年 2 月 1 日	紫外外部吸収検出器	210
17	有	サーモ	ADRS 600 2mm	2023 年 6 月 22 日	電気伝導度検出器	—
18	有	サーモ	DRS 600	2022 年 8 月 30 日	紫外外部吸収検出器	215
19	有	島津製作所	T2308	不明	紫外外部吸収検出器	210
20	有	東ソー	TSKsuppress IC-A	2024 年 7 月 9 日	紫外外部吸収検出器	210
21	有	サーモ	Dionex AERS 500 Carbonate	2024 年 2 月 26 日	電気伝導度検出器	-
22	有	東ソー	TSK suppress IC-A(30ml)	2024 年 7 月 11 日	紫外外部吸収検出器	210
23	有	サーモ	ASRS 300	2024 年 5 月 31 日	紫外外部吸収検出器	215
24	有	サーモ	AERS-500 Carbonate	2024 年 1 月 17 日	紫外外部吸収検出器	210
25	有	サーモ	ADRS-600	2023 年 2 月 20 日	紫外外部吸収検出器	215
26	有	島津製作所	228-64380-91	R3 年 6 月 29 日	紫外外部吸収検出器	210
27	有	島津製作所	HIC-20A Super	不明	紫外外部吸収検出器	210
28	有	島津製作所	サブプレッサカートリッジ アニオン	2019 年 1 月 23 日	紫外外部吸収検出器	210
29	有	島津製作所	ICDS-40A	2024 年 2 月 6 日	紫外外部吸収検出器	210
30	有	サーモ	Dionex AERS 500e	2021 年 1 月 26 日	紫外外部吸収検出器	210
31	有	サーモ	ADR-600	2023 年 7 月 29 日	紫外外部吸収検出器	220
32	有	サーモ	Dionex AERS 500 Carbonate	2023 年 5 月 18 日	紫外外部吸収検出器	210
33	有	島津製作所	ICDS-40A	2022 年 6 月 2 日	紫外外部吸収検出器	210
34	有	サーモ	AERS-600	2022 年 4 月 4 日	紫外外部吸収検出器	215
35	有	東ソー	TSKgel Suppress IC-A	2024 年 7 月 10 日	電気伝導度検出器	-
36	有	サーモ	AERS 500	平成 30 年 3 月 9 日	紫外外部吸収検出器	210

※：メーカー名を一部省略して記載した。（サーモ：サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社・ThermoFisher SCIENTIFIC、島津製作所：株式会社島津製作所、メトローム：メトロームジャパン株式会社、東ソー：東ソー株式会社）

表 5 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
35	ECD 検出器を用いたイオンクロで分析を行ったが、クロマト上で塩化物イオンと亜硝酸イオンのピークが近く、分離が難しかった。 公表された精度管理結果を見ても、ECD 検出器を用いた機関の分析値は UV 検出器を用いた機関よりも低い結果が報告されており、傾向は合致している。	精度管理結果を受け、クロマト上の分離に気を付け、報告時のデータの再精査及び試料の再分析を実施した。 通常のピークの切り方では同様の結果が検出されたため、ピークの切り方に問題があるのではと考え、ピークを垂直に切るなどのクロマト上での解析をさまざまに試みたが、垂直に切った時は、逆に高い方に値が振れるなど報告の中央値に近い値は検出できなかった。 また、試料及び水道水に対して添加回収試験も実施したが、問題ない値が検出されている。 内部で可能な精度管理的手法では今回の値外れの理由は不明であった。
36	・ピーク波形処理の間違い	・クロスチェックの実施 ・再処理を行ったところ測定値は 21.6 µg/L となった。

表 6 検査精度が良好ではないと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
1	・検量線の濃度範囲に対して、濃度点を 4 点としていたが、高濃度点の影響により傾きが大きくなったため、誤差が生じた。 ※検量線の濃度範囲：0.004 mg/L～0.04 mg/L	・検量線を濃度帯によって複数作成する。 ・亜硝酸態窒素の測定は、UV 検出器にて実施する。
34	標準液原液の分解、希釈等により濃度が低くなった又は取り扱いに問題があり検量線濃度が低くなり試料の結果が高くなった。 結果回析時の試料のピーク面積の取り方に問題があり結果が高くなった。 7 月 15 日まで空調が故障しており、室温上昇に伴う室温管理対策（スポットエアコン、同室 CR の冷氣送風等）が不十分で、測定時に影響があった。	標準作成操作及び回析ピークの取り方を検証したが原因を特定できなかった。 対策しないで当時の標準液及び条件で再測定を行ったが結果は 19.3 µ/L と誤差率は 4%以下となった。 此のにより、再現、特定はできなかったが空調の不調により結果に影響があったと推定した。現在は空調機を更新しておりまた、他の分析室の空調、外気処理空調も順次更新予定となっている。

Ⅲ 水質検査精度管理（クロロホルム）

1 実施の概要

（１）実施項目

クロロホルム

（２）検査方法

クロロホルムは「水質基準に関する省令の規定に基づき環境大臣が定める方法」（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 14「パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」（以下「P&T-GC/MS 法」という。）又は別表第 15「ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」（以下「HS-GC/MS 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 34 機関であり、その内訳は水道事業者及び地方公共団体が 12 機関、登録水質検査機関が 22 機関であった。

（４）配付試料

水質基準値 0.06 mg/L (60 µg/L) の 70%程度に相当する試料濃度の測定精度を確認することを目的として、試験溶液の濃度を設定した。

令和 6 年 7 月 8 日に配付試料を調製後、泡立てないよう分注・梱包し、発送まで冷蔵庫（4℃）で保存した。

以下、配付試料について示した。

ア 標準品及び試薬

- ・「クロロホルム標準原液（1000 mg/L）」
（関東化学株式会社製 Lot No.409K1609 保証期限 2025 年 9 月末）
- ・「ブロモジクロロメタン標準原液（1000 mg/L）」
（関東化学株式会社製 Lot No.312K1803 保証期限 2024 年 12 月末）
- ・「塩酸 有害金属測定用」
（富士フイルム和光純薬株式会社製 Lot No.DLF2987）
- ・「メタノール トリハロメタン測定用」
（富士フイルム和光純薬株式会社製 Lot No.ACF5755）

イ 試料調製用水

ミネラルウォーターを使用した。

- ・「エビアン」
（伊藤園 賞味期限（Lot No.）2025 年 09 月 13:55 303、2025 年 09 月 15:01 303）

ウ 配付試料の調製

クロロホルム標準原液 2 mL 及びブロモジクロロメタン標準原液 1 mL をメタノールで 20 mL に定容し、中間標準液（クロロホルム：100 mg/L、ブロモジクロロメタン：50 mg/L）を調製した。

36 L ステンレス製タンクに 5 L メスフラスコ及び 3 L メスフラスコを用いて、エビアンを約 28 L 採取した。これに 5 L メスフラスコに塩酸 35 mL を添加し、エビアンで 5 L に定容したもの及び中間標準液 15 mL を加え、マグネチックスターラーで 5 分間攪拌したものを配付試料とした。

エ 配付試料の梱包及び配付方法

「250 mL 透明ガラス瓶＋ポリテトラフルオロエチレン貼り蓋」70 本に試料を注ぎ、試料の膨張による透明ガラス瓶の破損を防止するため、わずかな気層を残しほぼ満水とした（試料量は約 280 mL）。蓋を閉めた後パラフィルムで固定し、ファスナー付き遮光ビニール袋（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 31 機関分の冷蔵配送を依頼した。3 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 70 本からランダムに 5 本の試料を抜き取り、調製日当日（0 日目）に HS-GC/MS 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、3 日目及び 9 日目に各日 5 本ずつ測定した。測定対象物質の特性を考慮し、1 つの容器から 3 回測定した値の中央値を採用した。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」、3 日目は告示法で示されている試験実施期限の「24 時間目」に該当する。

クロロホルムの全測定濃度（20 データ）の平均値は 43.2 µg/L であり、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。

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

	容器別測定値 ^{1), 2)} (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	41.7	44.7	41.9	41.6	43.3	42.6	1.34	3.1
2 日目	43.0	43.0	44.9	43.7	44.3	43.8	0.83	1.9
3 日目	42.0	44.3	41.9	42.2	41.8	42.4	1.05	2.5
9 日目	42.7	44.4	44.6	44.3	43.7	43.9	0.77	1.8
平均 (n=20)						43.2	1.16	2.7

1) 測定値の数値の丸め方は JIS Z 8401 による。

2) 測定値は 1 つの容器から 3 回測定した値の中央値である。

当所における測定条件等（HS-GC/MS 法）

<装置等>

すべて島津製作所（株）製を使用

ヘッドスペース装置	HS-20 NX
ガスクロマトグラフ	GC-2030
質量分析計	GCMS-QP2020NX
分離カラム	SH-624 0.32 mm×60 m×1.8 μm

<測定条件等>

検量線	点数		4
	設定濃度(μg/L)		5、10、20、50
	フィッティング方法		直線
	定量下限値(μg/L)		5
確認用試料	設定濃度(μg/L)		10
測定条件	恒温槽	温度	70℃
		加温時間	30 分
	分離カラムの温度条件		40℃(5min)→ 10℃/min→230℃
	キャリアーガス		ヘリウム
	キャリアーガス流量(mL/min)		3.66
	注入モード		スプリット
	スプリット比		5
	トランスファーライン温度(℃)		150
	インターフェイス温度(℃)		230
	イオン源温度(℃)		200
	イオン検出方法		SIM
	イオン化電圧(V)		70
	フラグメント イオンの質量 数(m/z)	クロロホルムの定量イオン	83
		クロロホルムの確認イオン	85
		フルオロベンゼンの定量イオン	96
		フルオロベンゼンの確認イオン	70

(5) 実施期間

ア 試料発送年月日

令和 6 年 7 月 8 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 6 年 7 月 31 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。クロロホル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（ $\mu\text{g/L}$ ）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した。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 $\pm 20\%$ 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した。

2 実施結果及び評価

(1) 報告データ数

参加機関数は 34 であったが、機器不良により書類提出がなかった 1 機関を除き、報告データ数を 33 とした。また、試験開始日時が実施要領において定めた制限時間内に開始されていなかった 1 機関については、報告値を除去し 32 機関で集計した。

(2) 実施結果

32 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、2 機関が棄却された。棄却された機関を除いた後、30 機関の報告値を最小値から昇順に並べ 1 から 30 まで付番した。また、Grubbs の棄却検定で棄却された機関は、報告値の昇順により No.31、32、除去された機関を No.33 と付番した。以降、当該番号をデータの集計に用いる機関番号とした。

報告値の集計結果を表 2 に示した。

表 2 参加機関（除去及び棄却された機関を除く）からの報告値の集計結果

機関 番号	分析方法	報告値 ($\mu\text{g/L}$)	Z スコ ア	誤差率 (%)	機関 番号	分析方法	報告値 ($\mu\text{g/L}$)	Z スコ ア	誤差率 (%)
1	HS- GC/MS 法	32.0	-4.0	-19.9	16	P&T- GC/MS 法	40.0	0.0	0.1
2	HS- GC/MS 法	34.7	-2.7	-13.1	17	HS- GC/MS 法	40.2	0.1	0.6
3	HS- GC/MS 法	35.1	-2.5	-12.1	18	P&T- GC/MS 法	40.4	0.2	1.1
4	P&T- GC/MS 法	37.4	-1.3	-6.4	19	HS- GC/MS 法	40.9	0.5	2.4
5	HS- GC/MS 法	38.0	-1.0	-4.9	20	HS- GC/MS 法	41.1	0.6	2.9
6	P&T- GC/MS 法	38.3	-0.8	-4.1	21	P&T- GC/MS 法	41.1	0.6	2.9
7	HS- GC/MS 法	38.7	-0.6	-3.1	22	P&T- GC/MS 法	41.3	0.7	3.4
8	HS- GC/MS 法	38.7	-0.6	-3.1	23	P&T- GC/MS 法	41.4	0.7	3.6
9	P&T- GC/MS 法	38.8	-0.6	-2.9	24	P&T- GC/MS 法	42.1	1.1	5.4
10	HS- GC/MS 法	38.9	-0.5	-2.6	25	HS- GC/MS 法	42.3	1.2	5.9
11	P&T- GC/MS 法	39.0	-0.5	-2.4	26	HS- GC/MS 法	42.4	1.2	6.1
12	HS- GC/MS 法	39.2	-0.4	-1.9	27	P&T- GC/MS 法	42.4	1.2	6.1
13	HS- GC/MS 法	39.6	-0.2	-0.9	28	P&T- GC/MS 法	44.6	2.4	11.6
14	P&T- GC/MS 法	39.9	0.0	-0.1	29	P&T- GC/MS 法	46.1	3.1	15.4
15	HS- GC/MS 法	39.9	0.0	-0.1	30	HS- GC/MS 法	47.6	3.9	19.1

棄却された機関

31	HS- GC/MS 法	7.90
32	P&T- GC/MS 法	57.4

除去された機関

33	P&T- GC/MS 法	43.4
----	-----------------	------

- ・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。

(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、有効数字 3 桁で記載した。

表 3 基本統計量

データ数	30
最大値(μg/L)	47.6
第 3 四分位(μg/L)	41.4
中央値(μg/L)	40.0
第 1 四分位(μg/L)	38.7
最小値(μg/L)	32.0
標準偏差(μg/L)	3.07
平均値(μg/L)	40.1

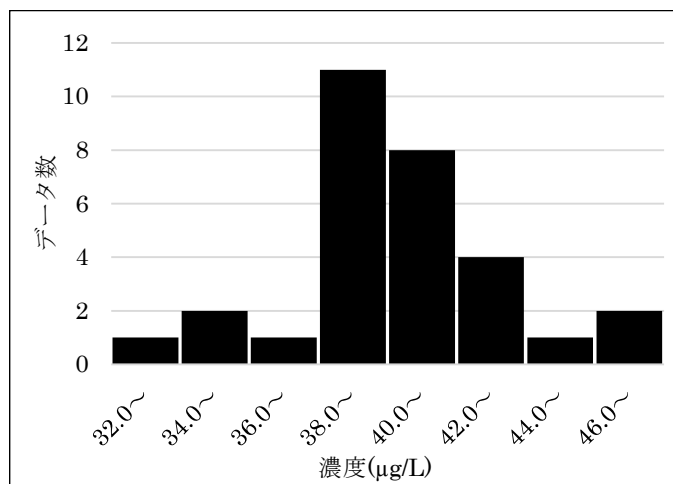


図 1 各機関における報告値のヒストグラム

(4) 評価

除去及び棄却された 3 機関を除く 30 機関において、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

除去及び棄却された 3 機関の報告値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

33 機関が、提出期限までに電子ファイル及び書類を提出した。

(2) 試験方法

試験方法は、P&T-GC/MS 法に従い実施した機関が 16 機関、HS-GC/MS 法に従い実施した機関が 17 機関であった。参考までに除去及び棄却された 3 機関を除く、それぞれの試験方法別の基本統計量を表 4 に示した。

P&T-GC/MS 法及び HS-GC/MS 法の中央値はそれぞれ 40.8 μg/L 及び 39.4 μg/L であり、おおむね同様の測定結果であった。

表 4 試験方法別基本統計量（除去及び棄却された 3 機関を除く）

	P&T- GC/MS 法	HS- GC/MS 法
データ数	14	16
最大値(μg/L)	46.1	47.6
第 3 四分位(μg/L)	41.9	41.0
中央値(μg/L)	40.8	39.4
第 1 四分位(μg/L)	39.2	38.5
最小値(μg/L)	37.4	32.0
標準偏差(μg/L)	2.30	3.44
平均値(μg/L)	40.9	39.3

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

33 機関において、試料は 7 月 9 日中に到着した。

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、冷暗所に保存し、24 時間以内に試験する」と規定されている。33 機関において、試料は 2～10℃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。

試験開始日時、試料開封日時については、実施要領において定めた制限時間を超過した機関が 1 機関（機関番号 33）あった。報告書の日付には 7 月 11 日と記載されていたが、提出された書類を確認したところ、採用したデータを分析した日付は 7 月 16 日となっていた。また、報告書の日付には 7 月 10 日と記載されていたが、提出された書類には 7 月 9 日に開封し、試打をしたと記録があった機関が 1 機関（機関番号 1）あった。実施要領には、外部精度管理開始日時を指定し、告示法で示された制限時間内に試験を開始するよう定めている。開始日時前に試料を開封した機関について、今回はデータを採用したが、実施要領で指定した開始日時を遵守していただきたい。

(4) 一斉分析項目（表 6）

項目数に違いはあるが、33 機関が一斉分析したと報告した。

(5) 妥当性評価（表 7）

「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。

添加試料の評価は 33 機関が実施していると報告したが、検量線の評価のうち、キャリーオーバーの評価を未実施と報告した機関が 1 機関（機関番号 31）あった。しかし、当該機関が提出した妥当性評価書を確認したところ、キャリーオーバーを評価しているとの記載があった。そのため、33 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 10 機関、水道水及び精製水（ミネラルウォーターを含む）が 15 機関、精製水（ミネラルウォーターを含む）が 8 機関（機関番号 1、7、11、17、25、28、29、31）であった。なお、「添加を行った水」の欄に精製水及びミネラルウォーターと回答していたが、「評価した濃度」の欄で精製水ではなく水道水と回答し、妥当性評価書においても内容を確認できた 1 機関（機関番号 5）については、水道水及び精製水（ミネラルウォーターを含む）として集計した。また、「添加を行った水」を水道水と回答したが、「評価した濃度」の欄でミネラルウォーターも回答し、妥当性評価書においても内容を確認できた 1 機関（機関番号 19）については、水道水及び精製水（ミネラルウォーターを含む）として集計した。「添加を行った水」及び「評価した濃度」の欄を精製水と回答したが、妥当性評価書には「水道水を用いて実施した」と記載があった 1 機関（機関番号 11）については、報告書どおりに精製水として集計した。

妥当性評価ガイドラインでは、添加を行う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、この場合でも、水道水を用いて常在成分の影響がな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。そのため、「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（ミネラルウォーターを含む）」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。妥当性評価書において確認できた機関を除く 3 機関（機関番号 3、9、18）については、これらを満たす記載とはなっていなかった。精製水のみで評価をしていた機関は、水道水を用いた評価を併せて実施する必要がある。水道水で選択性のみを評価していた機関（機関番号 9）は、真度、併行精度の評価も行う必要がある。

水道水において添加試料の評価をしていたが、真度の目標である 70～130%を満たしていない機関が 1 機関（機関番号 22）あった。計算過程は不明だが、添加前の試料の試験結果を差し引いて評価すること、常在成分の影響がないとみなせる濃度で妥当性を評価することのいずれかの方法により再度評価を行う必要がある。

報告書では定量下限値の濃度を評価したと記載があったが、妥当性評価書では定量下限値と異なる添加濃度で評価した機関が 1 機関（機関番号 17）あった。当該機関の SOP には定量下限値の記載がなく、検量線の下限值濃度を添加したと考えられた。また、報告書には精製水で定量下限値を評価したと記載があったが、妥当性評価書では確認できなかった機関が 1 機関（機関番号 18）あった。

（6）調製に使用した精製水、試料の希釈、空試験（表 8）

調製に使用した精製水は、精製水製造装置で製造した精製水を使用した機関が 15 機関、市販精製水（ミネラルウォーター）を使用した機関が 18 機関あった。

試料の希釈は 25 機関が行っており、希釈倍率は 2～10 倍であった。8 機関は希釈を行っていなかった。

空試験について告示法では、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。33 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満と回答した機関が 27 機関あったが、その他の 6 機関（機関番号 3、5、7、17、21、33）については検量線の濃度範囲の下限值ではない濃度未満と報告していた。このうち 5 機関（機関番号 3、5、7、17、33）は定量下限値未満と記載されていた。機関番号 21 は、検量線の濃度範囲の下限值及び定量下限値のどちらでもない値が記載されていたため、入力間違いの可能性が考えられた。

（7）標準原液及び標準液（表 9、10 及び 11）

33 機関が市販の混合標準原液を使用期限内に使用していた。標準原液の濃度は 1000 mg/L の機関が 31 機関、100 mg/L の機関が 2 機関（機関番号 19、30）であった。なお、JCSS 証明書の値付け結果を記載した 3 機関（機関番号 7、9、10）は、1000 mg/L として集計した。1000 mg/L と記載した 1 機関（機関番号 1）は、メーカー名、カタログ番号、製品名、提出された書類から、100 mg/L の入力間違いと考えられたが、SOP には 1000 mg/L の製品が記載されており、SOP の内容を確認する必要がある。

告示法の総則的事項には、「標準原液、標準液又は混合標準液は、計量法第 136 条若しくは第 144 条の規定に基づく証明書又はこれらに相当する証明書が添付されたものをを用いることができる」と記載されているが、国家標準にトレーサブルでない混合標準原液を使用していた機関が 3 機関（機関番号 1、19、31）あった。また、国家標準にトレーサブルであると回答した 1 機関（機関番号 30）は、メーカー名、カタログ番号、製品名から国家標準にトレーサブルでない混合標準原液であった。

標準液について告示法には、使用の都度調製するよう規定されている。期限設定が用時調製になっているにも関わらず、調製年月日と使用期限が一致していない機関が 3 機関（機関番号 1、9、11）あった。機関番号 1 は 2024 年 7 月 5 日に調製したもの、機関番号 9 は 2024 年 7 月 8 日に調製した標準液を使用していた。また、期限設定を半年としている機関が 1 機関（機関番号 27）あり、当該機関は 2024 年 6 月 12 日に調製した標準液を使用していた。提出された SOP を確認したところ、機関番号 1 は使用の都度調製、機関番号 9 は用時調製、機関番号 11 は使用期限が 24 時間と記載されていたが、機関番号 27 は期限についての記載がなかった。機関番号 13 は調製年月日、期限設定共に 2024 年 7 月 11 日となっていたが、施設に確認したところ 7 月 10 日の誤りであった。

標準原液を希釈して標準液を調製せずに標準系列を作製していた機関が、5 機関（機関番号 4、21、23、31、32）あった。機関番号 17 は、標準原液から直接検量線標準液を調製していると回答していたが、SOP には標準原液を希釈して使用すると記載されていた。標準液を調製していた機関のうち、用いた容器は全ての機関がメスフラスコであったが、5 mL 未満のメスフラスコを使用した機関が 4 機関（機関番号 16、22、24、29）あった。令和 6 年 3 月 21 日付け健生水発 0321 第 1 号「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の一部改正等における留意事項について」には、「メスフラスコの容量が規定されていない場合には、原則として JIS 規格のメスフラスコの最小容量である 5 ml 以上のものを使用すること」と記載されている。使用する器具については、容量による許容誤差の違いに注意する必要がある。

(8) 内部標準原液及び内部標準液 (表 12、13)

市販の内部標準原液 (混合) を使用していた機関が 21 機関、市販の内部標準原液 (単品) を使用していた機関が 11 機関あり、使用期限が記載されていなかった 1 機関 (機関番号 29) を除く 32 機関が、使用期限内に使用していた。また、自家調製していた機関が 1 機関あり、調製後の使用期限は 1 年であった。

内部標準液について告示法では、使用の都度調製することが規定されている。期限設定が用時調製になっているにも関わらず、調製年月日と使用期限が一致していない機関が 3 機関 (機関番号 1、2、9) あった。機関番号 2 は、内部標準原液の使用期限を記載したと考えられた。また期限設定を半年としている機関が 3 機関 (機関番号 17、22、27) あった。提出された SOP を確認したところ、機関番号 17 の混合内部標準液①は使用時に調製することが記載されていたが、混合内部標準液②は期限の記載がなかった。機関番号 22 は使用の都度調製することが記載されていた。機関番号 27 は期限についての記載がなかった。機関番号 13 は調製年月日、使用期限共に 2024 年 7 月 11 日となっていたが、施設に確認したところ 7 月 10 日の誤りであった。

内部標準液を調製せず、購入した内部標準原液をそのまま使用した機関が 1 機関 (機関番号 11) あった。提出された SOP を確認したところ、「開封後、残りは保存して利用しないこと」と記載があった。

(9) メチルアルコール (表 14)

使用したメチルアルコールのグレードは、残留農薬・PCB 試験用 (残留農薬試験用を含む) が 17 機関、トリハロメタン測定用が 10 機関、水質試験用が 3 機関、LC/MS 用、精密分析用、高速液体クロマトグラフィー用がそれぞれ 1 機関であった。使用期限については、期限を定めていない機関が 7 機関あった。

【P&T-GC/MS 法】

P&T-GC/MS 法を用いた 16 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。

(10) 検量線 (表 15)

ア 直線性

全 16 機関の決定係数 (r^2) は 0.993~1.00 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 15 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、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。

ウ 検量線点数及び設定濃度

告示法では「揮発性有機化合物混合標準液をメスフラスコ 4 個以上に採る」とあり、全 16 機関において検量線の点数は 4 点以上で作成していた。

検量線の濃度範囲について告示法では、0.0001～0.1 mg/L となるように規定されており、全 16 機関が告示法の濃度範囲内で調製していた。

エ 重み付け及び原点強制通過の有無

検量線の計算式に重み付けを採用した機関は 3 機関あり、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

「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 日付け健水発第 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 16 機関が基準値の 10 分の 1 以下の濃度で設定していた。

（１１）確認用試料（表 16）

全 16 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 16 機関の確認用試料の設定濃度は、1～10 µg/L であった。誤差率は－10～17%の範囲であり、いずれの機関も±20%以内であった。機関番号 23 の設定濃度が 2.026 µg/L と記載されていたが、JCSS 証明書の値付け結果から計算されたと推察された。

（１２）試験操作（表 17）

採取に用いたバイアル容量は 40～50 mL であり、全ての機関が満水に採取していた。

告示法では「フルオロベンゼン又は 4-ブロモフルオロベンゼンがおおむね 0.005～0.5 mg/L となるよう一定量注入する」と記載がある。試験溶液中の内部標準物質の濃度は 0.005 mg/L と回答した機関が最も多く、0.002、0.008、1.25 mg/L と回答した機関がそれぞれ 1 機関あった。1.25 mg/L と回答した機関（機関番号 11）は、試料に添加した内部標準液の濃度を記載したと推察された。また、試料に添加した内部標準液の濃度を 0.0125 mg/L と回答した 1 機関（機関番号 18）は、当該機関の SOP を確認したところ 0.0125 mg/mL となっており、単位を間違えて回答したと考えられた。

内部標準液の添加方法について、ページ・トラップ装置による自動添加をしていた機関が 14 機関、計量器具を用いて添加していた機関が 2 機関あった。

(13) 検量線の調製 (表 18)

標準液を段階的な濃度に調製する際に 2 mL メスフラスコを使用している機関が 1 機関 (機関番号 29) あった。段階的な濃度に調製した溶液を精製水に添加する際には、10~200 mL のメスフラスコを使用していた。10 mL と回答した機関 (機関番号 18) の SOP を確認したところ、50 mL メスフラスコの記載があり、入力間違いと考えられた。ま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、デジタル可変式ピペット、マイクロピペット、リピーティングディスペンサー、メスピペット、デジタルマイクロシリンジが使用されており、マイクロシリンジを用いている機関が最も多かった。

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が簡便だが、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、十分な回数の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。

(14) 使用機器 (表 19、20)

ページ・トラップ装置はジーエルサイエンス製が 10 機関、Teledyne Tekmar 製 (Tekmar と回答した機関を含む) が 4 機関、島津製作所製が 1 機関、O・I アナリティカルが 1 機関であった。トラップ管は AQUA TRAP 1 が 10 機関、Trap(No.9)VOCs 用、フリット付試料管、(No.9),Proprietary、タイプ #9、TRAP#9、Select #7 CL トラップがそれぞれ 1 機関であった。

ガスクロマトグラフィー質量分析計は、島津製作所製が 10 機関、アジレントテクノロジー製が 4 機関、日本電子製が 1 機関であった。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。

告示法では分離カラムについて、「内径 0.20~0.53 mm、長さ 60~75 m の熔融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に 25%フェニル-75%ジメチルポリシロキサンを 1 μ m 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 11 機関、0.20 mm が 4 機関、0.32 mm が 1 機関であった。カラムの長さは 60 m が 8 機関、30 m が 4 機関、25 m が 3 機関、20 m が 1 機関であった。膜厚については 0.25~1.4 μ m のカラムが用いられていた。0.25 μ m のものを使用していると回答した 1 機関 (機関番号 22) は、SOP にカラムの詳細が記載されておらず、確認することができなかった。SOP に規定したものを使用する必要がある。

(15) 測定条件 (表 21、22 及び 23)

ページガスに窒素を用いていた機関が 15 機関、ヘリウムを用いていた機関が 1 機関あった。告示法ではページ容器について、「5~25 mL の精製水及び検水进行处理できるもの」と記載があり、ページ容器に採取した試料量は 5 mL または 25 mL と回答があった。脱着装置のトラップ管加熱温度について、告示法では「180~250℃の温度に加熱できるもの」とあるが、範囲外の 150℃と回答した機関が 2 機関あった。提出された書類から 1 機関は入

力間違いが考えられ、もう 1 機関はパージ・トラップ装置の条件が記載された書類の提出がなかったため、温度の確認はできなかった。詳細な測定条件も SOP に記載する必要がある。

クライオフォーカス操作を実施した機関はなかった。

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必要な感度が得られるもの」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 14 機関、水素ガスを用いていた機関が 1 機関、窒素ガスを用いていた機関が 1 機関あった。注入モードは 1 機関のみスプリットレスであったが、他の機関は全てスプリットであった。

イオン検出方法は SIM が 15 機関、Scan が 1 機関であった。告示法ではイオン化電圧について「70 V 又は必要な感度が得られる電圧」と規定されており、70 V と回答した機関が 14 機関、100 V、960 V と回答した機関がそれぞれ 1 機関あった。

測定に用いた内部標準物質は、フルオロベンゼンが 13 機関、4-ブロモフルオロベンゼン（p-ブロモフルオロベンゼン）が 3 機関であった。

フラグメントイオンの m/z 値について告示法では、クロロホルムが「83、85、47」、フルオロベンゼンが「96、70」、4-ブロモフルオロベンゼンが「95、174、176」と規定されている。クロロホルムの定量イオンの m/z 値は全機関が「83」、確認イオンの m/z 値は「85、47」のうちの 1 つ又は 2 つを使用していた。内部標準物質にフルオロベンゼンを使用していた機関は、定量イオンの m/z 値に「96」、確認イオンの m/z 値に「70」を用いていた。4-ブロモフルオロベンゼン（p-ブロモフルオロベンゼン）を使用していた機関は、定量イオンの m/z 値に「174」、確認イオンの m/z 値に「176」を用いていた。

以上の結果から、全 16 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。

[HS-GC/MS 法]

HS-GC/MS 法を用いた 17 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。

(16) 検量線（表 24）

ア 直線性

全 17 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 フィットティング方法

直線を採用していた機関が 15 機関、2 次曲線を採用していた機関が 2 機関あった。報告書では直線と回答していたが、妥当性評価書には 2 次曲線と記載されていた機関が 1 機関（機関番号 8）あった。

ウ 検量線点数及び設定濃度

告示法では「揮発性有機化合物混合標準液をメスフラスコ 4 個以上に採る」とあり、全 17 機関において検量線の点数は 4 点以上で作成していた。

検量線の濃度範囲について告示法では、0.0001～0.1 mg/L となるように規定されており、全 17 機関が告示法の濃度範囲内で調製していた。

エ 重み付け及び原点強制通過の有無

検量線の計算式に重み付けを採用した機関は 2 機関あり、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。報告書では重み付け無と回答していたが、妥当性評価書には重み付け有と記載されていた機関が 1 機関(機関番号 8)あった。当該機関はフィッティング方法も妥当性評価書と異なるため、検量線の作成方法を変更していた場合は、検量線の妥当性評価を行う必要がある。

オ 定量下限値

水道水質管理における留意事項において、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 17 機関が基準値の 10 分の 1 以下の濃度で設定していた。

(17) 確認用試料 (表 25)

全 17 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 17 機関の確認用試料の設定濃度は、1～20 µg/L であった。誤差率は－8.8～18.5%の範囲であり、いずれの機関も±20%以内であった。機関番号 10 の設定濃度が 2.026 µg/L と記載されていたが、JCSS 証明書の値付け結果から計算されたと推察された。誤差率の計算は、エクセルに式が入力されており参加機関は記入不要であったが、当該機関は設定濃度を 2 µg/L として誤差率を計算したと考えられた。

(18) 塩化ナトリウム (表 26)

使用した塩化ナトリウムのグレードは、特級が 15 機関、鹿 1 級、残留農薬・PCB 試験用がそれぞれ 1 機関であった。使用期限については、期限を定めていない機関が 1 機関あった。

(19) 試験操作 (表 27)

前処理について告示法では、「バイアルに塩化ナトリウムを検水量 10 ml に対して 3 g を入れた後、検水をバイアル容量に対して 0.40～0.85 となるように採り、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がフルオロベンゼン又は 4-ブロモフルオロベンゼンがおおむね 0.0025～0.25 mg/L とになるよう一定量注入する」と規定されており、塩化ナトリウム

量とバイアル容量に対する検水量は全 17 機関が告示法に従い行っていた。試験溶液中の内部標準物質濃度は、0.0025 mg/L が 7 機関、0.01 mg/L が 6 機関、0.001、0.004、0.005、0.0125 mg/L と回答した機関がそれぞれ 1 機関あった。

内部標準液の添加に使用した器具は、マイクロシリンジが 14 機関、マイクロピペットが 2 機関、電子ピペットが 1 機関であった。

(20) 検量線の調製 (表 28、29)

検量線の作成について告示法では、「混合標準液をメスフラスコに採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように内部標準液を加え、濃度を段階的にした溶液を調製する。塩化ナトリウムを入れたバイアルに精製水を採り、これに段階的に調製した溶液を一定の割合で注入する」と規定されている。標準液を段階的な濃度に調製する際は、5~100 mL のメスフラスコを使用していた。また計量器具については、ホールピペット、マイクロシリンジ、マイクロピペット、メスピペットが使用されており、ホールピペットを用いている機関が最も多かった。メスピペットを使用したと回答した 1 機関 (機関番号 7) の SOP を確認したところ、使用器具には含まれず本文にも記載がなかった。SOP に規定したものを使用する必要がある。

内部標準液の添加には、ホールピペット、マイクロシリンジ、マイクロピペット、電子ピペットが使用されており、ホールピペットを用いている機関が最も多かった。検量線用のバイアル中の内部標準物質濃度と試験溶液中の内部標準物質濃度は、全 17 機関で同一であった。

バイアルへの標準液の添加量を 10000 μ L と回答した機関が 3 機関 (機関番号 19、26、30) あった。機関番号 19 は、メスフラスコに検量線の設定濃度となるよう標準液、内部標準液を添加し定容後、バイアルに分取することが SOP に規定されていた。機関番号 26 もメスフラスコに標準液を添加し定容後、これに内部標準液を添加し、バイアルに採ることが SOP に規定されていた。また、機関番号 30 もメスフラスコに標準液を添加し定容後バイアルに量り採り、内部標準液を添加することが SOP に規定されていた。これらの機関は告示法のとおりを実施することが望ましい。

(21) 使用機器 (表 30、31)

ヘッドスペース装置は島津製作所製が 8 機関、日本電子製、アジレントテクノロジー製、パーキンエルマー製がそれぞれ 3 機関であった。

ガスクロマトグラフー質量分析計は、島津製作所製が 10 機関、アジレントテクノロジー製が 3 機関、パーキンエルマー製が 1 機関であった。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 3 機関あった。

告示法では分離カラムについて、「内径 0.20~0.53 mm、長さ 60~75 m の熔融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に 25%フェニルー75%ジメチルポリシロキサンを 1 μ m 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 15 機関が例示の範囲内であり、0.32 mm が 10 機関、0.25 mm が 4 機関、0.20 mm

が 1 機関であった。例示の範囲外である 0.18 mm と回答した機関は 2 機関であった。カラムの長さは 60 m が 13 機関、20 m が 2 機関、25 m が 1 機関、30 m が 1 機関であった。膜厚については 1.0~3.0 μm のカラムが用いられていた。

(2 2) 測定条件 (表 32、33 及び 34)

恒温槽について告示法では、「60~80℃の範囲内で一定の温度に保持できるもの」と規定されており、全 17 機関が告示法に従い行っていた。加温時間は 30 分が 15 機関、24 分、10 分がそれぞれ 1 機関であった。

トラップ操作を実施していた機関が 2 機関あった。

分析に用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 15 機関、水素ガス、窒素ガスを用いていた機関がそれぞれ 1 機関あった。注入モードはスプリットが 14 機関、スプリットレス、全量注入、体積がそれぞれ 1 機関であった。

イオン検出方法は全 17 機関が SIM であった。イオン化電圧は、全 17 機関が 70 V と回答した。

測定に用いた内部標準物質は、フルオロベンゼンが 14 機関、4-ブロモフルオロベンゼン (p-ブロモフルオロベンゼン) が 3 機関であった。

フラグメントイオンの m/z 値について告示法では、クロロホルムが「83、85、47」、フルオロベンゼンが「96、70」、4-ブロモフルオロベンゼンが「95、174、176」と規定されている。クロロホルムの定量イオンの m/z 値は全 17 機関が「83」、確認イオンの m/z 値は「85、47」のうちの 1 つ又は 2 つを使用していた。内部標準物質にフルオロベンゼンを使用していた機関は、定量イオンの m/z 値に「96」、確認イオンの m/z 値に「70」を用いていた。4-ブロモフルオロベンゼン (p-ブロモフルオロベンゼン) を使用していた機関は、定量イオンの m/z 値に「174」を使用した機関が 2 機関、「95」を用いた機関が 1 機関あった。確認イオンの m/z 値に「95」、「174」、「176」を用いた機関がそれぞれ 1 機関あった。

以上の結果から、全 17 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。

4 除去及び棄却された機関のアンケート結果 (表 35)

(1) 除去された機関

機関番号 33 は、原因として想定される事項について、分析担当者が急病のため欠席し、副担当者が当日分の分析を行ったが、通常検体しか行わなかったと推察していた。対応策は、通常検体と同様の受付を行い、予定表に入る様にしたとのことであった。実施要領で指定した内容を遵守するために、複数人でのチェック体制の強化が必要と考えられる。

(2) 棄却された機関

機関番号 31 は、データが逸脱した原因として想定される事項について、試料を 5 倍希釈していたが、シーケンステーブルに希釈倍率を記入しなかったため、測定の生データから希釈

したことが確認できず、解析時に希釈したことを失念したと推察していた。対応策は、シーケンステーブルや分析野帳に希釈倍率を必ず記入することで、希釈したことを失念しても測定の実データ等から希釈したことを確認できるようにするとのことであった。SOPにおいて希釈の実施方法について規定することや、検査記録には希釈倍率だけではなく、使用した計量器具、容器を記録する等、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。

機関番号 32 は、データが逸脱した原因として想定される事項について、設定濃度に対して正誤差で範囲を超え棄却となっていることから、検量線の傾きが小さくなったと仮定し、その原因として標準物質成分が揮散したと推察していた。対応策は、検量線作成時に使用していたメタノールや希釈用水を十分に冷却できていなかった可能性が考えられるため、使用する際は必ず1晩5℃冷蔵庫で十分に冷却した溶媒を使用する様に徹底するとのことであった。提出された SOP を確認したところ、メタノール及び精製水をあらかじめ冷蔵庫で冷却したものを使用すると記載があったが、具体的な記載に変更する等の対応が必要と考えられる。

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
2	届いたサンプルは満水ではなく、ヘッドスペースが存在しました。
3	分析室内の汚染管理、シリンジ操作方法など。
5	標準液調製の際には、メスフラスコを緩やかに3回転倒混和しました。
7	希釈操作は損失が起きやすいので、手早い操作と希釈水やサンプルの温度が 20℃を超えないよう室温を管理する。
8	・メタノールの取り扱いに注意する。
9	コンタミを防ぐため、採水瓶の準備においては、洗浄後の加熱温度や時間、瓶の密閉保管に気を配る。 検量線や妥当性確認に使用する精製水の汚染防止。 こまめなメンテナンス。
13	揮発を防ぐため早めに前処理を行う。
16	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設定濃度の±20%以内であることを確認しています。
17	揮発しやすくコンタミしやすいのでそこに注意して分析する。ホールピペット、メスフラスコ等使用する器具は使用する前にメタノールで洗う。希釈操作は冷却下で行う。冷却したメタノールを使用など。希釈時、分取する際ホールピペットの先端をメタノール液中に浸けておこなう。メスアップ後の攪拌はあまり激しく行わない。標準液作成後、すぐ測定開始する。

機関 番号	内 容
20	コンタミネーション防止の観点から、VOC 分析専用の前処理室で前処理を行っています。
24	揮発しやすいため、標準液及び試料の取扱いは手早く行っている。
28	・使用するホールピペットについて、吸い口が欠けていないかをよく確認する。
29	揮発性有機化合物は揮発しやすいので作業を素早く行っている。
31	VOC は時間経過により数値が変化しやすいので、検体到着後、速やかに測定できるようにしている。
32	・測定前には内標ボトルパージとベイクリンスを必ず実施。 ・試料を希釈する際には、メスフラスコなどに予め超純水を入れ、試料を液面下にて添加している。

6 精度管理に関する意見

本精度管理に関するご意見を転載した。

機関 番号	意 見
3	書類にて SOP、分析野帳等を送付しておりますが、すべてメールによる電子文書の送付で完了するとありがたいです。
7	報告書は全て電子化文書で提出できれば良いと思います。
8	6～9 月は繁忙期のため、この時期以外に実施して欲しい。 可能であれば、関東内の他府県とで精度管理の実施項目を調整して欲しい。（今年度は 3 都府県で（項目は異なるが）VOC がある）
13	スケジュールがタイトに感じました。
17	VOC は揮発しやすいのとやり直しが厳しいので気を使います。実試料と同じような性状の試料で行ってみたい気がします。
22	試験結果報告書等を郵送ではなく、データ提出にしていきたいです。
27	試料瓶に気相部分があったのが気になった（瓶の内径×厚さ 2～3mm ほどの気泡あり）。
30	試料の入った 250mL 透明ガラス瓶に小指の先ほどの量（2mL 程度）の気泡が入っていたので、採水方法についての情報をいただきたいです。 また、今回の試験は揮発性の高い物質が対象のため、試料を調整後数日経過してから測定する際に封入瓶に気泡があることでどの程度影響が出るのかや、開封時の試料の温度の違いにより測定結果に与える影響が気泡の有無でどの程度変わるのかについて、なにかしらの知見をお持ちであれば教えていただきたいです。
32	・他の都道府県や環境省などの精度管理報告書では入力欄がプルダウン式で選択できるようになっていたりすることが多く、入力に少々手間がかかった。

7 備考

備考欄の記載内容を転載した。

機関 番号	意 見
9	日常業務において検量線は低濃度（0.1,0.2,0.5,1,2 μ g/L 5点）と高濃度（1,2,5,10,20,50 μ g/L 6点）の2本で作成。 本精度管理においては高濃度の検量線を採用した。
10	通常の業務遂行時、初めて検査をする場合等未知の試料の場合予備試験を実施し当該試料の大まかな濃度を確認することとしている。本精度管理を未知試料の検査と想定し、検査用試料の予備試験を行い、そのピーク面積を見て希釈の要・不要を決定し、本試験を行った。 「キャリアガス流量」の記載：ヘッドスペースから直接カラムにつなげているため全量注入になり、流量制御ではなく圧力制御のため記載していません。キャリアーガス圧力は120kpaで使用しています。
16	設問 23,24 については最後の確認用標準液における 1 μ g/L 設定したものの測定濃度を記入しています。 設問 42 のマイクロシリンジについては 25 μ L、50 μ L、250 μ L、500 μ L を調製に使用しています。
17	39～44 標準原液から直接検量線標準液を調製しているので、標準液のデータは入力していません。 74～80 検量線用の内部標準については、標準と内部標準を別々にバイアルに直接 2 μ L ずつ注入しています。 SOP には書いておりませんが、その分試料にもメタノールだけ 2 μ L 注入しています。
19	試料に気泡が入っていた。 78 について、メスフラスコで検量線の設定濃度となるよう調整し、バイアルに分取している。
20	・設問番号 7 のは、検量線用標準物質の機器分析開始日時を記入しました。試料の機器分析開始日時は 7 月 10 日 15 時 14 分です。 ・検量線は試料濃度に応じて低濃度用（1、2、5、10 μ g/L の計 4 点）と高濃度用（5、10、20、50 μ g/L の計 4 点、試料濃度が 10 μ g/L を超えた場合に使用）の 2 種類を使用しており、精度管理試料は高濃度用の検量線を使用しました。 ・設問番号 21 のクロロホルムの定量下限値は、高濃度用検量線の定量下限値を記入しました。
21	標準液の濃度は別紙のフローシートを参照
26	開封前の試料容器内に気泡有

機関 番号	意 見
28	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のことでしたので、検量線範囲 (0.2~20 μ g/L) 内となるように、2 倍希釈及び 5 倍希釈の試料を調製し、併せて測定した。なお、設問 6 3 の希釈倍率については数値を採用した希釈倍率を記載した。
29	高濃度用の検量線 (5.0~50 μ g /L) を使用した。

8 まとめ

- (1) 今回の精度管理には、水道事業者及び地方公共団体、登録水質検査機関から合わせて 34 機関の参加があった。1 機関は機器不良により書類提出がなかった。また、試験開始日時が実施要領において定めた制限時間内に開始されていなかった 1 機関のデータを除去した。
- (2) 32 機関から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、2 機関が棄却された。
棄却された 2 機関を除く 30 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 $\pm 20\%$ を超えた場合」に該当する機関はなく、検査精度は良好と評価された。しかし、一方の評価基準に該当した機関（機関番号 1、29、30、Z スコアの絶対値が 3 以上）においては、その原因等を精査し、必要な措置を講じることが望ましいと考えられた。
- (3) 試験方法は、P&T-GC/MS 法に従い実施した機関が 16 機関、HS-GC/MS 法に従い実施した機関が 17 機関あった。
- (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 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（ミネラルウォーターを含む）のみで評価していた機関が 8 機関あった。
- (5) 国家標準にトレーサブルでない混合標準原液を使用していた機関が 4 機関あった。
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、調製年月日と使用期限が一致していない機関が 3 機関、期限設定を半年としている機関が 1 機関あった。
- (6) 内部標準液について告示法では、使用の都度調製と規定されているが、調製年月日と使用期限が一致していない機関が 3 機関、期限設定を半年としている機関が 3 機関あった。
- (7) 標準液及び検量線の調製において、計量器具としてマイクロピペットを使用している機関があった。検査対象物質が揮発性有機化合物であること、調製に有機溶媒を使用することから、マイクロピペットの使用方法には注意が必要である。

- (8) 今回の精度管理調査において、報告書への記載間違いなどが見受けられた。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見られた。複数人でのチェック体制の強化が必要である。

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 6 一斉分析項目

表 7 妥当性評価

表 8 調製に使用した精製水、試料の希釈、空試験

表 9 標準原液

表 10 標準原液 2

表 11 標準液

表 12 内部標準原液

表 13 内部標準原液 2、内部標準液

表 14 メチルアルコール

【P&T-GC/MS 法】

表 15 検量線

表 16 確認用試料

表 17 試験操作

表 18 検量線の調製

表 19 使用機器

表 20 使用機器 2

表 21 測定条件

表 22 測定条件 2

表 23 測定条件 3

【HS-GC/MS 法】

表 24 検量線

表 25 確認用試料

表 26 塩化ナトリウム

表 27 試験操作

表 28 検量線の調製

表 29 検量線の調製 2

表 30 使用機器

表 31 使用機器 2

表 32 測定条件

表 33 測定条件 2

表 34 測定条件 3

【アンケート】

表 35 除去及び棄却された機関のアンケート結果

参考データ：クロロホルム以外に検出された物質とその濃度

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(℃)	試験開始日時	試料開封日時	機器分析開始日時
1	7月9日 10時00分	5	7月10日 9時30分	7月10日 9時00分	7月10日 9時47分
2	7月9日 10時30分	4	7月10日 10時23分	7月10日 11時10分	7月10日 11時35分
3	7月9日 10時00分	4	7月10日 11時00分	7月10日 13時00分	7月10日 11時00分
4	7月9日 11時00分	2	7月10日 17時30分	7月10日 19時00分	7月10日 19時41分
5	7月9日 11時10分	4	7月10日 9時30分	7月10日 13時50分	7月10日 13時20分
6	7月9日 10時35分	5	7月10日 9時00分	7月10日 13時00分	7月10日 13時30分
7	7月9日 14:14	3	7月10日 13:50	7月10日 14:10	7月10日 14:57
8	7月9日 11時00分	4	7月10日 12時00分	7月10日 12時30分	7月10日 13時27分
9	7月9日 9時30分	5	7月10日 16時45分	7月10日 17時35分	7月10日 23時20分
10	2024年7月9日 10時50分	4	2024年7月10日 10時00分	2024年7月10日 13時15分	2024年7月10日 14時05分
11	7月9日 11時30分	4	7月10日 11時30分	7月10日 13時30分	7月10日 14時0分
12	7月9日 11時50分	4	7月10日 11時00分	7月10日 11時45分	7月10日 12時00分
13	7月9日 15時00分	10	7月10日 13時00分	7月10日 14時00分	7月10日 16時00分
14	7月9日 11時00分	4	7月10日 9時00分	7月10日 9時10分	7月10日 9時30分
15	7月9日 10時00分	4	7月10日 9時00分	7月10日 13時30分	7月10日 12時00分
16	7月9日 10時30分	4	7月10日 9時00分	7月10日 10時30分	7月10日 14時57分
17	7月9日 10時5分	4	7月10日 9時00分	7月10日 11時10分	7月10日 11時30分
18	7月9日 9時05分	4	7月10日 15時50分	7月10日 16時30分	7月10日 17時5分
19	7月9日 11時00分	4	7月10日 10時30分	7月10日 11時00分	7月10日 11時45分
20	7月9日 12時0分	4	7月10日 9時30分	7月10日 14時20分	7月10日 10時55分
21	7月9日 10時00分	4	7月10日 9時00分	7月10日 9時00分	7月10日 11時30分
22	7月9日 9時30分	5	7月10日 9時00分	7月10日 11時00分	7月10日 11時30分
23	7月9日 9時44分	5	7月10日 9時30分	7月10日 11時50分	7月10日 12時10分
24	7月9日 11時31分	4	7月10日 9時10分	7月10日 15時25分	7月10日 10時29分
25	7月9日 10時30分	4	7月10日 9時00分	7月10日 11時10分	7月10日 12時00分
26	7月9日 11時5分	4	7月10日 9時00分	7月10日 10時40分	7月10日 11時59分
27	7月9日 15時00分	4	7月10日 10時30分	7月10日 10時30分	7月10日 11時30分
28	7月9日 10時20分	4	7月10日 11時40分	7月10日 15時25分	7月10日 15時57分
29	7月9日 10時00分	4	7月10日 9時5分	7月10日 9時30分	7月10日 9時45分
30	7月9日 15時00分	3	7月10日 9時00分	7月10日 10時40分	7月10日 10時50分
31	7月9日 15時40分	4	7月10日 10時00分	7月10日 10時00分	7月10日 18時09分
32	2024年7月9日 10時00分	5	7月10日 9時30分	7月10日 12時30分	7月10日 20時36分
33	7月9日 10時45分	7	7月11日 13時30分	7月11日 13時30分	7月11日 16時45分

表 6 一斉分析項目

①四塩化炭素	②1,4-ジオキサン	③ <i>cis</i> -1,2-ジクロロエチレン
④ <i>trans</i> -1,2-ジクロロエチレン	⑤ジクロロメタン	⑥テトラクロロエチレン
⑦トリクロロエチレン	⑧ベンゼン	⑨ジブromクロロメタン
⑩ブromジクロロメタン	⑪ブromホルム	⑫1,1-ジクロロエチレン
⑬ <i>tert</i> -ブチルメチルエーテル	⑭1,1,1-トリクロロエタン	⑮1,2-ジクロロエタン
⑯1,2-ジクロロプロパン	⑰ <i>cis</i> -1,3-ジクロロプロペン	⑱トルエン
⑲ <i>trans</i> -1,3-ジクロロプロペン	⑳1,1,2-トリクロロエタン	㉑ <i>m</i> -キシレン
㉒ <i>p</i> -キシレン	㉓ <i>o</i> -キシレン	㉔ <i>p</i> -ジクロロベンゼン

1	①～㉓
2	①～⑪
3	①～⑪
4	①～㉓
5	①、③～⑪、⑭
6	①～⑮、⑱
7	①③～⑫⑭～㉔
8	①～⑪
9	①～㉓
10	①、③～⑫
11	①、②、③、④、⑤、⑥、⑦、⑧、⑨、⑩、⑪

12	①～㉔
13	①～㉓
14	①～⑮、⑱
15	①～⑪
16	①～㉔
17	①～㉔
18	⑨、⑩、⑪
19	⑨、⑩、⑪
20	①～㉔
21	①～㉔
22	①～㉔

23	①～⑮、⑰～㉓
24	①～㉔
25	①②③④⑤⑥⑦⑧⑨⑩⑪
26	②～⑭、⑱
27	⑨～⑪
28	①～㉔
29	①～㉔
30	⑨、⑩、⑪
31	①～⑪
32	①～⑫、⑭～㉑
33	①～⑫、⑭～㉔

表 7 妥当性評価

機関 番号	検量線の評価の実施状況		添加試料の評価の実施状況		
	キャリー 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	市販精製水	0.0002mg/L (精製水)、 0.002mg/L (精製水)
2	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
3	実施	実施	実施	水道水及び精製水	0.2 µg/L(精製水)
4	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水)
5	実施	実施	実施	精製水及び 南アルプス天然水	定量下限値 (南アルプス天然水) 20µg/L (水道水)
6	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水)
7	実施	実施	実施	ミネラルウォーター	定量下限値 (精製水)
8	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値 (精製水) 定量下限値 (水道水)
9	実施	実施	実施	水道水 (選択性) 及び精製水	定量下限値 (精製水) 1µg/L (精製水)
10	実施	実施	実施	水道水及び ミネラルウォーター	0.5µg/L(ミネラルウォーター) 1µg/L(水道水)

機関 番号	検量線の評価の実施状況		添加試料の評価の実施状況		
	キャリー 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)
12	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値
13	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
14	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
15	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水)
16	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
17	実施	実施	実施	精製水	定量下限値
18	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (精製水) 10 µg/L (水道水)
19	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (ミネラルウォーター) 3 µg/L (水道水)
20	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値 (精製水) 5 µg/L (水道水)
21	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値 (精製水) 1 µg/L (水道水)
22	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値 (精製水) 定量下限値 (水道水)
23	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値 (水道水、精製水、 及び原水)
24	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
25	実施	実施	実施	ミネラルウォーター	定量下限値 (ミネラルウォーター) 0.0003mg/L (ミネラルウォーター)
26	実施	実施	実施	水道水及び ミネラルウォーター	定量下限値 (ミネラルウォーター) 5 µg/L (水道水)
27	実施	実施	実施	水道水及び ミネラルウォーター	定量下限値 (ミネラルウォーター) 4 µg/L (水道水)
28	実施	実施	実施	精製水	定量下限値 (精製水)
29	実施	実施	実施	ミネラルウォーター	定量下限値(ミネラルウォーター)
30	実施	実施	実施	水道水及び ミネラルウォーター	定量下限値(ミネラルウォーター) 10 µg/L(水道水)
31	未実施	実施	実施	ミネラルウォーター	定量下限値 (ミネラルウォーター)
32	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
33	実施	実施	実施	水道水および精製水	定量下限値(精製水) 5 µg/L(水道水)

表 8 調製に使用した精製水、試料の希釈、空試験

機関 番号	調製に使用した精製水		試料の希釈		空試験	
	種類	製品名または製造装置名	有無	倍率(倍)	実施の有無	測定結果 (µg/L)
1	市販精製水	Volvic	有	10	実施	<0.2
2	精製水製造装置	Elix Essential 10 UV Milli-Q Advantage A10	有	10	実施	<1
3	市販精製水	エビアン	有	10	実施	<6

機関 番号	調製に使用した精製水		試料の希釈		空試験	
	種類	製品名または製造装置名	有無	倍率(倍)	実施の有無	測定結果 ($\mu\text{g/L}$)
4	精製水製造装置	Milli-Q IQ 7005	有	2	実施	<1
5	ミネラルウォーター	南アルプス天然水	無	—	実施	<6
6	市販精製水	南アルプスの天然水	有	5	実施	<1
7	精製水製造装置	MILLI-Q IQ 7005	有	10	実施	<0.2
8	精製水製造装置	Milli-Q IQ 7003	無	—	実施	<1
9	精製水製造装置	Milli-Q IQ7000	無	—	実施	<1
10	ナチュラルミネラル ウォーター	南アルプスの天然水	有	10	実施	<0.5
11	精製水製造装置	PURELAB Flex3	有	5	実施	<0.2
12	市販精製水	エビアン	有	10	実施	<0.1
13	ミネラルウォーター	南アルプスの天然水	無	—	実施	<1
14	精製水製造装置	オルガノ U-0090a	有	4	実施	<0.1
15	ミネラルウォーター	エビアン	無	—	実施	<0.1
16	精製水製造装置	FP0120a-MT1	有	10	実施	<0.1
17	市販精製水	南アルプス天然水	有	10	実施	<1
18	精製水製造装置	ヤマト科学	有	5	実施	<1
19	ミネラルウォーター	Volvic	有	5	実施	<1
20	ミネラルウォーター	森の水	無	—	実施	<5
21	市販の天然水	南アルプスの天然水	有	10	実施	<5
22	市販精製水	サントリー天然水	有	4	実施	<1
23	精製水製造装置	Milli-Q Integral 5 微量元素 分析タイプ	有	4	実施	<1
24	精製水製造装置	Milli-Q IQ 7003	有	5	実施	<1
25	ミネラルウォーター	エビアン	有	10	実施	<0.1
26	ミネラルウォーター	クリスタルガイザー	有	5	実施	<1
27	ミネラルウォーター	クリスタルガイザー	有	10	実施	<1
28	精製水製造装置	Elix Advantage 5 + Milli-Q Advantage A10	有	5	実施	<0.2
29	精製水製造装置	Simpli city UV	無	—	実施	<5
30	ミネラルウォーター	クリスタルガイザー	有	2	実施	<1
31	ミネラルウォーター	南アルプスの天然水	無	—	実施	<1
32	精製水製造装置	Milli-Q Reference	有	10	実施	<0.2
33	精製水製造装置	Milli-Q Integral 5	有	10	実施	<2

表 9 標準原液

機関 番号	標準原液				
	種類	濃度 (mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ番号
1	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 26 種混合標準液	関東化学	44102-96
2	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学(株)	44100-97
3	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物混合標準液	富士フイルム和光純薬	225-02351
4	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
5	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	富士フイルム和光純薬	225-02351
6	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
7	市販標準原液 (混合)	1010	揮発性有機化合物 23 種混合標準液	関東化学	44077-97
8	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
9	市販標準原液 (混合)	1006	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	富士フイルム和光純薬	225-02351
10	市販標準原液 (混合)	1013	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
11	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
12	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	富士フイルム和光純薬	225-02351
13	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液 (メタノール溶液)	富士フイルム和光純薬	225-02351
14	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
15	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
16	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
17	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
18	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	富士フイルム和光純薬	225-02351
19	市販標準原液 (混合)	100	揮発性有機化合物標準原液XII(26 種 混合)	関東化学	44102-96
20	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
21	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
22	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 2 5 種混合標準液	関東化学	44100-97
23	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
24	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
25	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 23 種混合標準液	関東化学	44077-97
26	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
27	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	富士フイルム和光純薬	225-02351
28	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東化学	44100-97
29	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 23 種混合標準液	関東化学	44077-97

機関 番号	標準原液				
	種類	濃度 (mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ番号
30	市販標準原液 (混合)	100	揮発性有機化合物標準原液Ⅻ(26 種 混合)	関東化学	44102-96
31	市販標準原液 (混合)	1000	水質試験用 VOC24 成分混合標準液	ジーエルサイエンス	1021-58514
32	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 23 種混合標準液	関東化学	44077-97
33	市販標準原液 (混合)	1000	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	富士フイルム和光純薬	225-02351

表 10 標準原液 2

機関 番号	標準原液			
	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	無	—	メーカー使用期限	2024 年 11 月 31
2	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 4 月 30 日
3	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 1 月
4	有	JCSS	メーカー使用期限	2024 年 12 月末
5	有	JCSS	メーカー使用期限	2024 年 7 月 10 日
6	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 2 月 28 日
7	有	JCSS	用事調整	2025 年/1 月
8	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 4 月 30 日
9	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 1 月 31 日
10	有	JCSS	メーカー使用期限	2024 年 12 月末
11	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 2 月 28 日
12	有	JCSS	メーカー使用期限	2024 年 10 月
13	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 1 月 31 日
14	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 4 月 30 日
15	有	JCSS	メーカー使用期限	2024 年 11 月末
16	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 4 月末日
17	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 4 月 31 日
18	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 5 月
19	無	—	メーカー使用期限	2024 年 11 月
20	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 4 月 30 日
21	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 2 月末
22	有	JCSS	メーカー使用期限	2024 年 11 月 30 日
23	有	JCSS	メーカー使用期限	2024 年 11 月 30 日
24	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 4 月 30 日

機関 番号	標準原液			
	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
25	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 1 月末
26	有	JCSS	メーカー使用期限	2024 年 12 月末
27	有	JCSS	メーカー使用期限	2024 年 10 月末
28	有	JCSS	メーカー使用期限かつ 購入より 1 年間	2024 年 12 月末
29	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 1 月 31 日
30	有	JCSS	メーカー使用期限	2025 年 3 月
31	無	—	1 年	2025 年 7 月 10 日
32	有	JCSS	メーカー使用期限	2028 年 12 月 31 日
33	有	JCSS	メーカー使用期限	2024 年 10 月 31 日

表 11 標準液

機関 番号	濃度 (mg/L)	調製年月日	調製に使用した容器	使用した計量器具	期限設定	使用期限
1	500	2024 年 7 月 5 日	10m l メスフラスコ	マイクロシリンジ	用時調製	2024 年 8 月 5 日
2	500	2024 年 7 月 10 日	10ml メスフラスコ	マイクロシリンジ	用時調製	2024 年 7 月 10 日
3	20,100	2024 年 7 月 10 日	10mL メスフラスコ	1mL ホールピペット マイクロシリンジ	用時調製	2024 年 7 月 10 日 (当日のみ)
4	1、2、 5、10、 20	2024 年 7 月 10 日	10mL メスフラスコ	10～200μL デジタル 可変式ピペット	用時調整	2024 年 7 月 10 日
5	500	2024 年 7 月 10 日	10mL メスフラスコ	5mL ホールピペット	用時調製	7 月 10 日
6	500	2024 年 7 月 10 日	5mL メスフラスコ	2.5mL ホールピペッ ト	用時調製	2024 年 7 月 10 日
7	1010	2024/7/10	10m l メスフラスコ	1m l ホールピペット	用事調整	2024 年 7 月 10 日
8	100	2024 年 7 月 10 日	10mL メスフラスコ	1mL ホールピペット	用時調製	2024 年 7 月 10 日
9	50	2024 年 7 月 8 日	20mL メスフラスコ	1mL ホールピペット	用時調製	2024 年 7 月 15 日
10	101.3	2024 年 7 月 10 日	10mL メスフラスコ	0.5、1、2.5mL ホー ルピペット	用時調製	2024 年 7 月 10 日
11	100	2024 年 7 月 10 日	10mL メスフラスコ	1mL ホールピペット	用事調製	2024 年 7 月 11 日
12	0.5、1、 2、5、 20、50	2024 年 7 月 10 日	20mL 全量フラスコ	1mL、2mL、4mL、8 mL 全量ピペット	用時調製	2024 年 7 月 10 日
13	200	2024 年 7 月 11 日	10mL メスフラスコ	2mL ホールピペット	用時調製	2024 年 7 月 11 日
14	500	2024 年 7 月 10 日	5mL メスフラスコ	2.5mL ホールピペッ ト	用時調製	2024 年 7 月 10 日
15	50、500	2024 年 7 月 10 日	10mL メスフラスコ	1mL 全量ピペット 5mL 全量ピペット	用時調製	2024 年 7 月 10 日
16	500	2024 年 7 月 10 日	4mL メスフラスコ	2mL ホールピペット	用時調製	2024 年 7 月 10 日
17	—	—	—	—	—	—
18	1000	2024 年 7 月 10 日	10ml メスフラスコ	マイクロピペット	用時調製	2024/7/10
19	10	2024 年 7 月 10 日	20mL メスフラスコ	2mL ホールピペット	用時調製	2024 年 7 月 10 日

機関 番号	濃度 (mg/L)	調製年月日	調製に使用した容器	使用した計量器具	期限設定	使用期限
20	100	2024 年 7 月 10 日	10mL メスフラスコ	1mL ホールピペット	用事調製	2024 年 7 月 10 日
21	0.25,0.5, 1.5,2.5, 7.5,12.5, 17.5,25, 50	2024 年 7 月 10 日	10mL メスフラスコ	マイクロシリンジ	用時調製	2024 年 7 月 10 日
22	500	2024 年 7 月 10 日	4mL メスフラスコ	1mL ホールピペット	用時調整	2024 年 7 月 10 日
23	—	—	—	—	—	—
24	500	2024 年 7 月 10 日	3mL メスフラスコ	1.5mL ホールピペット	用時調製	2024 年 7 月 10 日
25	200	2024 年 7 月 10 日	10mL メスフラスコ	2mL ホールピペット	用時調整	2024 年 7 月 10 日
26	10	2024 年 7 月 10 日	100 mL メスフラスコ	1 mL ホールピペット	用時調製	2024 年 7 月 10 日
27	100	2024 年 6 月 12 日	20mL メスフラスコ	2mL ホールピペット	半年	2024 年 12 月 12 日
28	100	2024 年 7 月 10 日	10mL メスフラスコ	1mL ホールピペット	用時調製	2024 年 7 月 10 日
29	500	2024 年 7 月 10 日	2mL 用 メスフラスコ	1mL ホールピペット	用時調製	2024 年 7 月 10 日
30	10	2024 年 7 月 10 日	10mL メスフラスコ	1mL ホールピペット	用時調整	2024 年 7 月 10 日
31	0.001、 0.002、 0.005、 0.01	2024 年 7 月 10 日	10mL メスフラスコ	マイクロシリンジ	用時調製	2024 年 7 月 10 日
32	—	—	—	—	—	—
33	200, 2	2024 年 7 月 16 日	5m l メスフラスコ	2.5ml マイクロシリンジ、0.25m l マイクロシリンジ	用時調製	2024 年 7 月 16 日

表 12 内部標準原液

機関 番号	種類	濃度 (mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ番号
1	市販標準原液 (混合)	1000	p-ブロモフルオロベンゼン・フルオロ ベンゼン混合標準液	富士フィルム	029-15021
2	市販標準原液 (混合)	1000	内部標準混合原液 5 (VOC 分析用)	関東化学(株)	20063-96
3	市販標準原液 (混合)	1000	p-ブロモフルオロベンゼン・ フルオロベンゼン混合標準液	富士フィルム和光純薬	029-15021
4	市販標準原液 (単品)	1000	フルオロベンゼン標準原液	関東化学	16116-96
5	市販標準原液 (単品)	1000	p-ブロモフルオロベンゼン標準液	富士フィルム和光純薬	021-12041
6	市販標準原液 (混合)	1000	内部標準混合原液 2(VOC 分析用)	関東化学	20314-96
7	市販標準原液 (混合)	1000	p-ブロモフルオロベンゼン・フルオロ ベンゼン混合標準液	和光純薬工業株式会社	029-15021
8	市販標準原液 (混合)	1000	内部標準混合原液 5 (VOC 分析用)	関東化学	20063-96
9	市販標準原液 (混合)	1000	p-ブロモフルオロベンゼン・フルオロベンゼン混合標準液	富士フィルム和光純薬	029-15021
10	市販標準原液 (単品)	1000	フルオロベンゼン標準原液	関東化学	16116-96
11	市販標準原液 (混合)	1.25	フルオロベンゼン標準原液 4-プロ モフルオロベンゼン標準原液 (1.25µg/mL) 1,4-ジオキサン-d8 標準 原液(10µg/mL)	GL サイエンス	1021-11002
12	市販標準原液 (単品)	1000	フルオロベンゼン標準原液	関東化学	16116-96

機関 番号	種類	濃度 (mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ番号
13	市販標準原液 (単品)	1000	フルオロベンゼン標準液 (1mg/ml メタノール溶液)	富士フイルム和光純薬	069-04471
14	市販標準原液 (混合)	1000	p-ブロモフルオロベンゼン-フルオロ ベンゼン混合標準液	富士フイルム和光純薬	029-15021
15	市販標準原液 (混合)	1000	内部標準混合原液 2 (VOC 分析用)	関東化学	20314-96
16	自家調製	5000	p-ブロモフルオロベンゼン	富士フイルム和光純薬	023-07792
17	市販標準原液 (混合)	1000	内部標準混合原液 5 (VOC 分析用)	関東化学	20063-96
18	市販標準原液 (混合)	1000	p-ブロモフルオロベンゼン-フルオロ ベンゼン混合標準液	富士フイルム和光純薬	029-15021
19	市販標準原液 (混合)	1000	内部標準混合原液 2(VOC 分析用)	関東化学	20314-96
20	市販標準原液 (混合)	1000	内部標準混合原液 2(VOC 分析用)	関東化学	20314-96
21	市販標準原液 (混合)	1000	p-ブロモフルオロベンゼン-フルオロ ベンゼン	ジーエルサイエンス (株)	1021-10007
22	市販標準原液 (単品)	1000	4-ブロモフルオロベンゼン標準原液	関東化学	05008-96
23	市販標準原液 (単品)	1000	フルオロベンゼン標準液 (1mg/mL メタノール溶液)	富士フイルム和光純薬	069-04471
24	市販標準原液 (混合)	1000	内部標準混合原液 5 (VOC 分析用)	関東化学	20063-96
25	市販標準原液 (混合)	1000	内部標準混合原液 2 (VOC 分析用)	関東化学	20314-96
26	市販標準原液 (単品)	1000	フルオロベンゼン標準原液	関東化学	16116-96
27	市販標準原液 (単品)	1000	フルオロベンゼン標準液	富士フイルム和光純薬	069-04471
28	市販標準原液 (混合)	1000	内部標準混合原液 2 (VOC 分析用)	関東化学	20314-96
29	市販標準原液 (単品)	5000	4-ブロモフルオロベンゼン	関東化学	023-07792
30	市販標準原液 (混合)	1000	p-ブロモフルオロベンゼン-フルオロ ベンゼン混合標準液	富士フイルム和光純薬	029-15021
31	市販標準原液 (単品)	1000	フルオロベンゼン標準原液	関東化学	16116-96
32	市販標準原液 (混合)	1000	フルオロベンゼン標準液	関東化学	16116-96
33	市販標準原液 (混合)	1000	内部標準混合原液 4 (VOC 分析 用)	関東化学	20025-96

表 13 内部標準原液 2、内部標準液

機関 番号	内部標準原液		内部標準液			
	期限設定	使用期限	濃度 (mg/L)	調製年月日	期限設定	使用期限
1	メーカー使用期限	2026 年 3 月	12.5	2024 年 7 月 5 日	用時調製	2024 年 8 月 5 日
2	メーカー使用期限	2026 年 2 月 28 日	12.5、 125	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2026 年 2 月 28 日
3	用時調製	2027 年 1 月	10	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日 (当日のみ)
4	メーカー使用期限	2026 年 4 月末	5	2024 年 7 月 10 日	用時調整	2024 年 7 月 10 日
5	メーカー使用期限	2024 年 7 月 10 日	12.5	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
6	メーカー使用期限	2025 年 5 月 31 日	12.5	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
7	用時調整	2027 年 1 月	10	2024 年 7 月 10 日	用事調整	2024 年 7 月 10 日

機関 番号	内部標準原液		内部標準液			
	期限設定	使用期限	濃度 (mg/L)	調製年月日	期限設定	使用期限
8	メーカー使用期限	2026 年 2 月 30 日	10	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
9	メーカー使用期限	2027 年 1 月	20	2024 年 7 月 8 日	用時調製	2024 年 7 月 15 日
10	メーカー使用期限	2026 年 4 月末	20、200	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
11	1 年	2025 年 6 月 7 日	1.25	原液をそのまま使用	1 年	2025 年 6 月 7 日
12	メーカー使用期限	2026 年 4 月	50	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
13	メーカー使用期限	2026 年 9 月 30 日	5、100	2024 年 7 月 11 日	用時調製	2024 年 7 月 11 日
14	メーカー使用期限	2025 年 3 月 31 日	12.5	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
15	メーカー使用期限	2025 年 5 月末	50、500	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
16	1 年	2025 年 6 月 10 日	12.5	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
17	メーカー使用期限	2025 年 3 月 31 日	12.5	2024 年 7 月 10 日	半年	2024 年 1 月 9 日
18	メーカー使用期限	2027 年 1 月	0.0125	2024 年 7 月 10 日	都度調製	2024 年 7 月 10 日
19	メーカー使用期限	2024 年 9 月	10	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
20	メーカー使用期限	2025 年 12 月 31 日	5	2024 年 7 月 10 日	用事調製	2024 年 7 月 10 日
21	1 年	2025 年 7 月 9 日	12.5	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
22	メーカー使用期限	2025 年 5 月 31 日	25	2024 年 7 月 1 日	半年	2024 年 12 月 31 日
23	メーカー使用期限	2026 年 9 月 30 日	12.5	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
24	メーカー使用期限	2025 年 9 月 30 日	12.5	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
25	メーカー使用期限	2025 年 5 月末	20、200	2024 年 7 月 10 日	用時調整	2024 年 7 月 10 日
26	メーカー使用期限	2026 年 4 月末	2.5	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
27	メーカー使用期限	2025 年 4 月	5	2024 年 7 月 2 日	半年	2025 年 1 月 2 日
28	メーカー使用期限 かつ購入より 1 年間	2025 年 3 月 21 日	12.5	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
29	メーカー使用期限	—	25	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
30	メーカー使用期限	2025 年 3 月 31 日	0.1	2024 年 7 月 10 日	用時調整	2024 年 7 月 10 日
31	メーカー使用期限	2024 年 7 月 31 日	12.5、 125	2024 年 7 月 10 日	用時調製	2024 年 7 月 10 日
32	メーカー使用期限	2026 年 4 月 30 日	12.5	2024 年 7 月 10 日	用時調製	—
33	メーカー使用期限	2024/8/31	12.5	2024 年 7 月 16 日	用時調製	2024 年 7 月 16 日

表 14 メチルアルコール

機関 番号	製品名	メーカー名	グレード	使用期限
1	メタノール 5000	富士フイルム和光純薬	残留農薬・PCB 試験用	2024 年 12 月 31
2	メタノール	関東化学(株)	残留農薬・pcb 試験用	2024 年 7 月 17 日
3	メタノール	富士フイルム和光純薬	トリハロメタン測定用	2024 年 10 月

機関 番号	製品名	メーカー名	グレード	使用期限
4	メタノール 5,000	富士フイルム和光純薬	残留農薬・PCB 試験用	—
5	メタノール	富士フイルム和光純薬	トリハロメタン測定用	2024 年 7 月 10 日
6	メタノール	富士フイルム和光純薬	トリハロメタン測定用	2024 年 10 月 31 日
7	メタノール	関東化学	水質試験用	2024 年 7 月 10 日
8	メタノール 300	関東化学	残留農薬試験・PCB 試験用	2025 年 5 月 27 日
9	メタノール	富士フイルム和光純薬	トリハロメタン測定用	2027 年 5 月
10	メタノール	富士フイルム和光純薬	トリハロメタン測定用	2025 年 7 月 9 日
11	メタノール 300	関東化学	残留農薬試験・PCB 試験用	2025 年 4 月 10 日
12	メタノール	富士フイルム和光純薬	残留農薬・PCB 試験用	2025 年 1 月 6 日
13	メタノール	関東化学	残留農薬・PCB 用	2027 年 7 月 10 日
14	メタノール 5000	関東化学	残留農薬試験・PCB 試験用	無
15	メタノール・Plus-	関東化学	LC/MS 用	—
16	メタノール	関東化学	水質試験用	2026 年 2 月末日
17	メタノール	関東化学株式会社	残留農薬試験用	2024 年 10 月 31 日
18	メタノール	関東化学	残留農薬試験用・PCB 試験用	無
19	メタノール	富士フイルム和光純薬	トリハロメタン測定用	2024 年 10 月 10 日
20	メタノール・Plus-	関東化学	高速液体クロマトグラフィー用	2025 年 7 月 4 日
21	メタノール	関東化学	残留農薬試験・PCB 試験用	2025 年 6 月 20 日
22	メタノール	関東化学	残留農薬試験・PCB 試験用	2024 年 9 月 30 日
23	メタノール	富士フイルム和光純薬	残留農薬・PCB 試験用	2024 年 7 月 10 日
24	メタノール	関東化学	水質試験用	—
25	メタノール	富士フイルム和光純薬	トリハロメタン測定用	2025 年 7 月末
26	メタノール 5000	関東化学	残留農薬・PCB 分析用	2027 年 6 月 7 日
27	メタノール	富士フイルム和光純薬	トリハロメタン測定用	未記載
28	メタノール 5000	富士フイルム和光純薬	残留農薬・PCB 測定用	2024 年 8 月 4 日
29	メタノール 300	関東化学	残留農薬試験・PCB 試験用	—
30	メタノール	富士フイルム和光純薬	トリハロメタン測定用	2024 年 7 月 31 日
31	メタノール 300	富士フイルム和光純薬	残留農薬・PCB 試験用	2025 年 7 月 10 日
32	メタノール	富士フイルム和光純薬	精密分析用	2029 年 6 月 26 日
33	メタノール	富士フイルム和光純薬	トリハロメタン測定用	2026 年 8 月 31 日

【P&T-GC/MS 法】

表 15 検量線

機関 番号	決定係数 (r^2)	フィッティング 方法	点数	設定濃度 ($\mu\text{g/L}$)	重み 付け	原点強 制通過	定量下限値 ($\mu\text{g/L}$)
4	1.00	直線	5	1、2、5、10、20	無	無	1
6	1.00	直線	6	1、2、5、10、15、20	無	無	1
9	1.00	直線	6	1、2、5、10、20、50	無	無	1
11	0.999	直線	8	0.2、0.6、1.0、1.5、2.0、4.0、 7.0、10	無	無	0.2
14	1.000	直線	7	0.1、0.2、0.5、1、2、5、10	無	無	0.1
16	0.999	直線	7	0.1、0.2、0.4、1、2、4、10	無	無	1
18	0.998	直線	6	1、2、5、10、20、40	無	無	1
21	1.00	直線	9	0.1、0.2、0.6、1.0、3.0、5.0、 7.0、10、20	有	無	0.1
22	0.993	直線	4	1、2、5、10 (低濃度用) 5、10、15、20 (高濃度用)	無	無	1
23	0.999	2 次曲線	5	1、2、5、10、20	無	無	1
24	0.999	直線	5	1、2.5、5、10、20	無	無	1
27	1.000	直線	4	1、2、5、10	無	無	1
28	1.00	直線	6	0.2、0.8、2、4、8、20	有	無	0.2
29	0.999	直線	4	5、10、25、50	無	無	5
32	0.999	直線	5	0.2、0.8、2、5、10	無	無	1
33	0.998	直線	6	1、2、5、10、20、40	有	無	2

表 16 確認用試料

機関 番号	オートサンプラー使用の 有無	設定濃度 ($\mu\text{g/L}$)	測定結果 ($\mu\text{g/L}$)	誤差率 (%)
4	有	5	5.06	1.2
6	有	5	4.97	-0.6
9	有	2	1.80	-10
11	有	1.0	1.17	17
14	有	5	4.84	-3.2
16	有	1	0.993	-0.7
18	有	5	5.07	1.4
21	有	1	1.05	5
22	有	10	9.09	-9.1
23	有	2.026	2.09	3.15893386
24	有	2.5	2.35	-6
27	有	2	2.00	0

機関 番号	オートサンプラー使用の 有無	設定濃度 ($\mu\text{g/L}$)	測定結果 ($\mu\text{g/L}$)	誤差率 (%)
28	有	2	2.02	1
29	有	10	10.2	2
32	有	5	4.61	-7.8
33	有	5	5.04	0.8

表 17 試験操作

機関 番号	採取		内部標準液			
	バイアル 容量(mL)	採取量 (mL)	試料に添加した内部 標準液の濃度(mg/L)	内部標準液の 添加量(μL)	試験溶液中の内部標 準物質の濃度(mg/L)	分析装置による 自動添加の有無
4	40	滴水	5	50	0.005	無
6	40	滴水	12.5	2	0.005	有
9	44	滴水	20	2	0.008	有
11	40	滴水	1.25	20	1.25	有
14	40	滴水	12.5	10	0.005	有
16	40	滴水	12.5	2	0.005	有
18	50	滴水	0.0125	20	0.005	無
21	40	滴水	12.5	2	0.005	有
22	40	滴水	25	5	0.005	有
23	40	滴水	12.5	2	0.005	有
24	40	滴水	12.5	2	0.005	有
27	40	滴水	5	2	0.002	有
28	40	滴水	12.5	10	0.005	有
29	42	滴水	25	1	0.005	有
32	40	滴水	12.5	2	0.005	有
33	40	滴水	12.5	2	0.005	有

表 18 検量線の調製

機関 番号	使用した容器① (標準液を段階的な 濃度に調製)	使用した計量器具① (標準液を段階的な濃度 に調製)	標準液に 添加した 内部標準 液の濃度 (mg/L)	使用した容器② (精製水に添加)	使用した計量器具② (精製水に添加)
4	10mL メスフラスコ	デジタル可変式ピペット	5	50mL メスフラスコ	デジタル可変式ピペット
6	10mL メスフラスコ	マイクロシリンジ	—	50mL メスフラスコ	マイクロシリンジ
9	10mL メスフラスコ	ホールピペット	—	50mL メスフラスコ	マイクロシリンジ
11	5mL メスフラスコ	マイクロシリンジ	—	50mL メスフラスコ	マイクロシリンジ

機関 番号	使用した容器① (標準液を段階的な濃度に調製)	使用した計量器具① (標準液を段階的な濃度に調製)	標準液に 添加した 内部標準 液の濃度 (mg/L)	使用した容器② (精製水に添加)	使用した計量器具② (精製水に添加)
14	10mL メスフラスコ	ホールピペット	—	40mL メスフラスコ	マイクロシリンジ
16	10mL メスフラスコ	マイクロシリンジ	—	50mL メスフラスコ	マイクロシリンジ
18	10ml メスフラスコ	マイクロピペット	1000	10ml メスフラスコ	マイクロピペット
21	10mL メスフラスコ	マイクロシリンジ	12.5	50mL メスフラスコ	マイクロシリンジ
22	10mL メスフラスコ	ホールピペット、マイク ロシリンジ	—	200mL メスフラス コ	マイクロシリンジ
23	5mL、10mL、 20mL、50mL、 100mL、200mL メ スフラスコ	マイクロシリンジ、リ ピーティングディスペン サー	—	50mL メスフラスコ	マイクロシリンジ、リ ピーティングディスペン サー
24	10mL メスフラスコ	マイクロシリンジ	—	100mL メスフラス コ	マイクロシリンジ
27	50、200mL メスフ ラスコ	ホールピペット	—	50mL メスフラスコ	ホールピペット
28	10mL メスフラスコ	ホールピペット	—	50mL メスフラスコ	マイクロシリンジ
29	2、10、20mL メ スフラスコ	メスピペット	—	50mL メスフラス コ	マイクロシリンジ
32	10mL メスフラスコ	デジタルマイクロシリン ジ	—	100mL メスフラス コ	デジタルマイクロシリン ジ
33	10m l メスフラスコ	マイクロシリンジ	—	50m l メスフラスコ	マイクロシリンジ

表 19 使用機器

機関 番号	ページ・トラップ装置			ガスクロマトグラフ	
	メーカー名	型式	トラップ管	メーカー名	型式
4	Tekmar	Lumin	Trap(No.9)VOCs 用	Agilent Technologies	8890GC
6	ジーエルサイエンス	AquaPT 6000	AQUA TRAP 1	日本電子	MS-62080 MGCS
9	GL Sciences	AquaPT6000	AQUA TRAP 1	島津	GC2010 Plus
11	GL サイエンス	PT7000	フリット付試験管	島津製作所	GC-2030
14	TELEDYNE TEKMAR	Atomx	(No. 9), Proprietary	Agilent Technologies	7890B
16	GL サイエンス	AquaPT-6000	AQUA TRAP 1	島津製作所	GC2010
18	島津製作所	AquaPT6000	AQUA TRAP1	島津製作所	GCMS- QP2010Ultra
21	ジーエルサイエンス (株)	PT7000	AQUATRAP1	(株) 島津製作所	GC-2030
22	Teledyne Tekmar	Atomx XYZ	タイプ#9	Agilent	Intuvo 9000 GC
23	ジーエルサイエンス	Aqua PT 7000	AQUA TRAP 1	島津製作所	GCMS-QP2020
24	GL サイエンス	PT7000	AquaTrap-1	島津製作所	GC-2030
27	GL サイエンス	PT7000、 AS7100	AQUA Trap-1	島津製作所	GCMS- QP2020NX
28	TELEDYNE TEKMAR	Lumin/ AQUATek 100	TRAP#9	Agilent Technologies	7890B
29	O・I アナリティカル	Eclipse 4760	Select #7 CL トラップ	アジレントテクノロジー	7820A

機関 番号	パージ・トラップ装置			ガスクロマトグラフ	
	メーカー名	型式	トラップ管	メーカー名	型式
32	GL サイエンス株式会社	AQUA PT7000	AQUA TRAP1	株式会社 島津製作所	GC-2030
33	ジーエルサイエンス	PT7000	AQUA-TRAP1	島津製作所	GC-2030

表 20 使用機器 2

機関 番号	質量分析計		分離カラム		
	メーカー名	型式	メーカー名	型式	内径(mm)× 長さ(m)×膜厚(μm)
4	Agilent Technologies	5977B	Agilent Technologies	CP7410	0.20×20×1.12
6	日本電子	JMS- Q1500GC	ジーエルサイエンス	InertCap AQUATIC	0.25×60×1.0
9	島津	GCMS- QP 2020	GL Sciences	InertCAP AQUATIC	0.25×60×1.00
11	島津製作所	GCMS- QP2020NX	GL サイエンス	InertCap AQUATIC	0.25×60×1
14	Agilent Technologies	5977B	Agilent Technologies	Select Volatiles	0.20×25×1.12
16	島津製作所	QP2020	GL サイエンス	AQUATIC-2	0.32×30×1.4
18	島津製作所	GCMS- QP2010Ultra	InertCap AQUATIC	1010-29165	0.25×60×1.00
21	(株) 島津製作所	GCMS QP2020NX	ジーエルサイエンス (株)	InertCap AQUATIC	0.25×30×1.0
22	Agilent	5977B	Agilent	HP-5ms Ultra Inert	0.25×30×0.25
23	島津製作所	GCMS- QP2020	ジーエルサイエンス	InertCap AQUATEC	0.25×60×1.0
24	島津製作所	GCMS- QP2020N X	GL サイエンス	InertCap AQUATIC	0.25×30×1.00
27	島津製作所	GC-2030	GL サイエンス	InertCap AQUATIC	0.25×60×1.0
28	日本電子	JMS-Q1500	Agilent Technologies	Select Volatiles	0.2×25×1.12
29	アジレントテクノロ ジー	5977E	アジレントテクノロ ジー	Select Volatiles	0.2×25×1.12
32	株式会社 島津製作 所	QP-2020NX	GL サイエンス株式 会社	InertCapAQUATIC	0.25×60×1
33	島津製作所	GCMS- QP2020NX	AQUATIC	ジーエルサイエンス	0.25×60×1.0

表 21 測定条件

機関 番号	パージガスの 種類	試料量 (mL)	パージ時間 (分)	トラップ管 加熱温度 (℃)	クライオ フォーカス 操作の実施 の有無	分離カラムの温度条件
4	窒素	25	11	220	無	40℃(2min)→10℃/min→100℃→ 20℃/min→200℃(1min)
6	窒素	5	6	220	無	40℃(1min)→5℃/min→100℃→10℃/min →200℃(10min)
9	窒素	5	6	230	無	40℃(1min)→5℃/min→100℃→10℃/min →200℃(10min)
11	窒素	5	10	200	無	35℃(5min)→90℃(6℃/min)→ 200℃(10℃/min)→5min
14	窒素	25	10	200	無	40℃(3min)→8℃/min→160℃→25℃/min →230℃(3min)
16	窒素	5	6	230	無	35℃(3min)→20℃/min →235℃(0min)

機関 番号	パージガス の種類	試料量 (mL)	パージ時間 (分)	トラップ管 加熱温度 (℃)	クライオ フォーカス 操作の実施 の有無	分離カラムの温度条件
18	ヘリウム	5	6	150	無	40℃ (1min)→5℃/min→100℃→ 10℃/min→200℃ (10min)
21	窒素	5	6	150	無	40℃ (1min) →5℃/min→70℃→ 15℃/min→200℃ (5min)
22	窒素	25	6	220	無	40℃(2min) → 10℃/min → 90℃ → 22℃/min → 200℃(12min)
23	窒素	5	6	230	無	40℃(1min) → 5℃/min → 100℃ → 10℃/min → 200℃(10min)
24	窒素	5	6	220	無	40℃(1min)→10℃/min→ 200℃(5min)
27	窒素	5	6	220	無	40℃(1min)→5℃/min→100℃→10℃/min →200℃(10min)
28	窒素	25	6	240	無	40℃ (2min)→10℃/min→160℃→ 30℃/min→230℃
29	窒素	5	5	200	無	35℃(2.5min) → 14℃/min → 90℃ → 26℃/min → 120℃ → 49℃/min → 230℃(1min)
32	窒素	5	6	220	無	40℃(1min)→5℃/min→100℃→10℃/min →200℃(10min)
33	窒素	5	6	220	無	40℃→5℃/min→100℃→10℃/min→ 200℃ (10min Hold)

表 22 測定条件 2

機関 番号	キャリ アーガス	キャリ アーガス 流量 (mL/min)	注入 モード	スプ リット 比	注入口 温度 (℃)	インター フェイス 温度(℃)	イオン源 温度(℃)	イオン 検出方法	イオン化 電圧(V)
4	ヘリウム	1	スプリット	80	150	200	250	SIM	70
6	ヘリウム	1.5	スプリット	3	210	200	200	Scan	70
9	ヘリウム	1.7	スプリット	3	150	200	200	SIM	70
11	水素	50	スプリットレス	—	150	200	200	SIM	70
14	ヘリウム	1	スプリット	100	180	230	250	SIM	70
16	ヘリウム	2.5	スプリット	4	150	200	200	SIM	70
18	ヘリウム	1.69	スプリット	3	150	200	200	SIM	70
21	ヘリウム	1.74	スプリット	3	150	200	200	SIM	100
22	ヘリウム	10	スプリット	200	140	200	260	SIM	70
23	ヘリウム	1.7	スプリット	3	150	200	200	SIM	70
24	窒素	0.95	スプリット	50	150	200	200	SIM	70
27	ヘリウム	1.7	スプリット	3	150	200	200	SIM	70
28	ヘリウム	1	スプリット	50	230	230	230	SIM	70
29	ヘリウム	1.3	スプリット	50	200	240	230	SIM	70
32	ヘリウム	1.7	スプリット	3	150	200	200	SIM	70
33	ヘリウム	1.7	スプリット	3	150	200	200	SIM	960

表 23 測定条件 3

機関 番号	クロロホルムの測定に 用いた内部標準物質名	フラグメントイオンの質量数(m/z)			
		クロロホルムの 定量イオン	クロロホルムの 確認イオン	内部標準物質の 定量イオン	内部標準物質の 確認イオン
4	フルオロベンゼン	83	85	96	70
6	フルオロベンゼン	83	85	96	70
9	フルオロベンゼン	83	85、47	96	70
11	フルオロベンゼン	83	85	96	70
14	フルオロベンゼン	83	85	96	70
16	p-ブロモフルオロベンゼン	83	85	174	176
18	フルオロベンゼン	83	85	96	70
21	フルオロベンゼン	83	85、47	96	70
22	4-ブロモフルオロベンゼン	83	85	174	176
23	フルオロベンゼン	83	85、47	96	70
24	フルオロベンゼン	83	85、47	96	70
27	フルオロベンゼン	83	85	96	70
28	フルオロベンゼン	83	85	96	70
29	4-ブロモフルオロベンゼン	83	85	174	176
32	フルオロベンゼン	83	85、47	96	70
33	フルオロベンゼン	83	85	96	70

【HS-GC/MS 法】

表 24 検量線

機関 番号	決定係数 (r^2)	フィッティング 方法	点数	設定濃度 ($\mu\text{g/L}$)	重み 付け	原点強 制通過	定量下限値 ($\mu\text{g/L}$)
1	0.998	直線	7	0.2、0.5、1、2、5、10、20	無	無	0.2
2	1.000	直線	4	1、2、5、10	無	無	1
3	0.999	直線	5	0.2、0.5、2、5、10	無	無	6
5	0.999	直線	5	4、10、20、40、100	無	無	6
7	0.999	直線	6	0.1、0.2、0.4、1、3、10	無	無	0.2
8	0.999	直線	6	1、2、5、10、20、50	無	無	1
10	0.999	直線	4	0.5、1、2、5	無	無	0.5
12	0.999	直線	6	0.1、0.2、0.4、1、4、10	無	無	0.1
13	0.999	直線	6	1、2.5、5、10、25、50	無	無	1
15	1.00	2 次曲線	9	0.1、0.2、0.5、1、2、5、10、 20、40	有	無	1
17	0.998	2 次曲線	8	0.2、0.5、1、2、5、10、20、40	有	無	1

機関 番号	決定係数 (r^2)	フィッティング 方法	点数	設定濃度 ($\mu\text{g/L}$)	重み 付け	原点強 制通過	定量下限値 ($\mu\text{g/L}$)
19	0.999	直線	4	1、4、10、20	無	無	1
20	0.999	直線	4	5、10、20、50	無	無	5
25	0.999	直線	5	0.1、0.3、1、3、10	無	無	0.1
26	0.999	直線	5	1、2、5、10、20	無	無	1
30	1.00	直線	4	1.0、2.5、10、40	無	無	1
31	1.000	直線	4	1、2、5、10	無	無	1

表 25 確認用試料

機関 番号	オートサンプラー使用の 有無	設定濃度 ($\mu\text{g/L}$)	測定結果 ($\mu\text{g/L}$)	誤差率 (%)
1	有	2	2.37	18.5
2	有	2	1.93	-3.5
3	有	5	4.97	-0.6
5	有	20	20.0	0
7	有	3	3.03	1
8	有	5	4.93	-1.4
10	有	2.026	2.01	0.5
12	有	10	9.74	-2.6
13	有	10	10.6	6
15	有	5	4.98	-0.4
17	有	5	4.56	-8.8
19	有	10	10.9	9
20	有	5	5.23	4.6
25	有	3	3.10	3.33333333
26	有	5	5.20	4
30	有	1	1.13	13
31	有	5	5.09	1.8

表 26 塩化ナトリウム

機関 番号	製品名	メーカー名	グレード	使用期限
1	塩化ナトリウム	富士フイルム和光純薬	特級試薬	2024 年 12 月 31
2	塩化ナトリウム	関東化学	鹿 1 級	2024 年 8 月 9 日
3	塩化ナトリウム	富士フイルム和光純薬	試薬特級	2024 年 10 月
5	塩化ナトリウム	富士フイルム和光純薬	特級	2024 年 7 月 10 日

機関 番号	製品名	メーカー名	グレード	使用期限
7	塩化ナトリウム	関東化学	特級	2024 年 7 月 10 日
8	塩化ナトリウム	関東化学	特級	2025 年 7 月 4 日
10	塩化ナトリウム	シグマアルドリッチ	試薬特級	2025 年 7 月 9 日
12	塩化ナトリウム	富士フイルム和光純薬	特級	2025 年 1 月 6 日
13	塩化ナトリウム	富士フイルム和光純薬	特級	2027 年 7 月 10 日
15	塩化ナトリウム	富士フイルム和光純薬	試薬特級	—
17	塩化ナトリウム	関東化学株式会社	特級	2024 年 1 月 31 日
19	塩化ナトリウム	富士フイルム和光純薬	残留農薬・PCB 試験用	2024 年 10 月 10 日
20	塩化ナトリウム	関東化学	特級	2025 年 7 月 9 日
25	塩化ナトリウム	関東化学	特級	2025 年 7 月末
26	塩化ナトリウム	富士フイルム和光純薬	試薬特級	2024 年 8 月 31 日
30	塩化ナトリウム	富士フイルム和光純薬	試薬特級	2024 年 8 月 31 日
31	塩化ナトリウム	ナカライテスク	J I S 試薬特級	2025 年 7 月 10 日

表 27 試験操作

機関 番号	採取			内部標準液			
	バイアルの 容量(mL)	試料量 (mL)	塩化ナト リウムの 添加量(g)	試料に添加し た内部標準液 の濃度(mg/L)	内部標準液 の添加量 (μL)	内部標準液の添加に 使用した計量器具	試験溶液中の 内部標準物質の 濃度(mg/L)
1	20	10	3	12.5	2	マイクロシリンジ	0.0025
2	22	10	3	12.5	2	マイクロシリンジ	0.0025
3	20	10	3	10	10	マイクロシリンジ	0.01
5	20	10	3	12.5	2	マイクロシリンジ	0.0025
7	20	15	4.5	10	20	マイクロシリンジ	0.01
8	20	10	3	10	10	マイクロシリンジ	0.01
10	20	15	4.5	20	3	マイクロシリンジ	0.004
12	22	10	3	50	2	マイクロシリンジ	0.01
13	20	10	3	5	5	マイクロシリンジ	0.0025
15	20	10	3	50	2	マイクロシリンジ	0.01
17	20	10	3	12.5	2	マイクロシリンジ	0.0025
19	20	10	3	10	5	電子ピペット	0.005
20	20	10	3	5	5	マイクロシリンジ	0.0025
25	20	10	3	20	5	マイクロシリンジ	0.01
26	20	10	3	2.5	10	マイクロピペット	0.0025

機関 番号	採取			内部標準液			
	バイアルの 容量(mL)	試料量 (mL)	塩化ナトリウムの 添加量(g)	試料に添加した内部標準液の 濃度(mg/L)	内部標準液の 添加量(μL)	内部標準液の添加に 使用した計量器具	試験溶液中の 内部標準物質の 濃度(mg/L)
30	20	10	3	0.1	100	マイクロピペット	0.001
31	20	15	4.5	12.5	15	マイクロシリンジ	0.0125

表 28 検量線の調製

機関 番号	使用した容器	使用した計量器具	標準液に添加した内部 標準液の濃度(mg/L)	内部標準液の添加に 使用した計量器具
1	10mL メスフラスコ	ホールピペット、マイクロシリンジ、マイクロピペット	1000	ホールピペット
2	10ml メスフラスコ	マイクロシリンジ	12.5	マイクロシリンジ
3	10mL メスフラスコ	マイクロシリンジ	10	マイクロシリンジ
5	10mL メスフラスコ	ホールピペット	125	ホールピペット
7	10m l メスフラスコ	ホールピペット、マイクロシリンジ、メスピペット	100	マイクロシリンジ
8	10mL メスフラスコ	ホールピペット、マイクロシリンジ	100	ホールピペット
10	10mL メスフラスコ	ホールピペット	200	ホールピペット
12	20mL 全量フラスコ	全量ピペット	50	全量ピペット
13	5mL メスフラスコ 10mL メスフラスコ	ホールピペット	100	ホールピペット
15	10mL メスフラスコ	全量ピペット、マイクロシリンジ	500	全量ピペット
17	10mL メスフラスコ	ホールピペット	12.5	マイクロシリンジ
19	100mL メスフラスコ	ホールピペット	10	電子ピペット
20	10mL メスフラスコ	ホールピペット、マイクロシリンジ	50	ホールピペット
25	10mL メスフラスコ	ホールピペット	200	ホールピペット
26	100 mL メスフラスコ	ホールピペット	2.5	マイクロピペット
30	10mL メスフラスコ	ホールピペット、マイクロピペット	0.1	マイクロピペット
31	100mL メスフラスコ	ホールピペット、マイクロシリンジ	125	ホールピペット

表 29 検量線の調製 2

機関 番号	バイアルへの標準液の 添加量(μL)	バイアルへの標準液の 添加に使用した計量器具	検量線用のバイアル中の内部標 準物質の濃度(mg/L)
1	2	マイクロシリンジ	0.0025
2	2	マイクロシリンジ	0.0025
3	10	マイクロシリンジ	0.01
5	2	マイクロシリンジ	0.0025
7	6	マイクロシリンジ	0.01
8	10	マイクロシリンジ	0.01

機関 番号	バイアルへの標準液の 添加量(μL)	バイアルへの標準液の 添加に使用した計量器具	検量線用のバイアル中の内部標 準物質の濃度(mg/L)
10	3	マイクロシリンジ	0.004
12	2	マイクロシリンジ	0.01
13	5	マイクロシリンジ	0.0025
15	2	マイクロシリンジ	0.01
17	2	マイクロシリンジ	0.0025
19	10000	ホールピペット	0.005
20	5	マイクロシリンジ	0.0025
25	5	マイクロシリンジ	0.01
26	10000	ホールピペット	0.0025
30	10000	マイクロピペット	0.001
31	15	マイクロシリンジ	0.0125

表 30 使用機器

機関 番号	ヘッドスペース装置		ガスクロマトグラフ	
	メーカー名	型式	メーカー名	型式
1	日本電子株式会社	MS-620715S-trapsHS	Agilent	8890G
2	日本電子㈱	MS-62071STRAP	Agilent Technologies	8890GC
3	島津製作所	HS-20	島津製作所	GCMS-QP2020
5	島津製作所	HS-20 NX	島津製作所	GC-2030
7	Agilent Technologies	7697A	Agilent Technologies	7890B
8	PerkinElmer	TurboMatrix HS40	PerkinElmer	Clarus 690 GC
10	PerkinElmer	Turbo Matrix40	島津製作所	GC-2010
12	島津製作所	HS-20	島津製作所	GCMS-QP2030
13	JEOL	EQ-12031HAS	Agilent Technologies	7890A
15	島津製作所	HS-20 NX	島津製作所	GC-2030
17	島津製作所	HS-20	島津製作所	GCMS-QP2010ultra
19	島津製作所	HS-20 NX	島津製作所	GCMS-QP2020NX
20	アジレント・テクノロジー	7697A	アジレント・テクノロジー	8890
25	島津製作所	HS-20	島津製作所	GCMS-QP2020
26	島津製作所	HS-20 NX	島津製作所	GCMS-QP2020NX
30	パーキンエルマー	TurboMatrix40	島津製作所	GCMS-QP2010 ultra
31	アジレントテクノロジー	7697A	アジレントテクノロジー	7890A

表 31 使用機器 2

機関 番号	質量分析計		分離カラム		
	メーカー名	型式	メーカー名	型式	内径(mm)× 長さ(m)×膜厚(μm)
1	日本電子株式会社	JMS-Q1500	GL サイエンス (株)	AQUATIC	0.32×60×1.8
2	日本電子(株)	Jms- Q1600GC	ジーエルサイエンス(株)	AQUATIC	0.32×60×1.4
3	島津製作所	GCMS- QP2020	RESTEK	Rtx-624	0.18×20×1.0
5	島津製作所	GCMS- QP2020NX	RETEX	Rtx-624	0.32×60×1.8
7	Agilent Technologies	5977B MSD	RESTEK	Rtx- Volatiles	0.25×60×1
8	PerkinElmer	Clarus SQ 8 T MS	Merck	VOCOL	0.32×60×3.0
10	島津製作所	GCMS- QP2010	ジーエルサイエンス	InertCap AQUATIC-2	0.32×60×1.8
12	島津製作所	GCMS- QP2020NX	島津ジーエルシー	Rtx-624	0.32×60×1.8
13	JEOL	JMS- Q1050GC	GL サイエンス	AQUATIC	0.32×60×1.4
15	島津製作所	GCMS- QP2020NX	Agilent	DB-624	0.18×20×1.0
17	島津製作所	GCMS- QP2010ultra	Restek	Rtx-624	0.32×60×1.8
19	島津製作所	GCMS- QP2020NX	RESTEK	Rtx-624	0.32×60×1.8
20	アジレント・テクノロジー	5977C	アジレント・テクノロジー	DB624	0.20×25×1.12
25	島津製作所	GCMS- QP2020	スペルコ	VOCOL	0.25×60×1.5
26	島津製作所	GCMS- QP2020NX	Restek	Rtx-624	0.32×60×1.8
30	島津製作所	GCMS- QP2010 ultra	島津ジーエルシー	DB-624	0.25×30×1.4
31	アジレントテクノロジー	5975C	アジレントテクノロジー	DB-1301	0.25×60×1.0

表 32 測定条件

機関 番号	恒温槽		トラップ 操作の実施 の有無	キャリアー ガス	キャリアー ガス流量 (mL/min)	分離カラムの温度条件
	温度(℃)	加温時間 (分)				
1	65	30	有	ヘリウム	2	40℃(2min)→5℃/min→90℃→15℃/min →220℃(2min)
2	70	24	有	ヘリウム	2.0	40℃ (3min)→10℃/min→200℃
3	70	30	無	ヘリウム	1.03	40℃(2.5min)→30℃/min→210℃
5	70	30	無	ヘリウム	3.66	40℃(1min)→10℃/min→200℃
7	60	30	無	ヘリウム	1.5	40℃ (1 分保持) →5℃/min で上昇→ 180℃ (0.5 分保持)
8	80	30	無	ヘリウム	1.8	35℃(5min)→10℃/min→200℃
10	60	30	無	ヘリウム	120kpa	40℃(5min)→5℃/min→80℃→10℃/min →220℃(3min)
12	60	30	無	ヘリウム	3.68	35℃ (5min) →10℃/min→230℃ (5min)
13	70	30	無	ヘリウム	2.0	40℃ (3min) → 10℃/min → 170℃ → 20℃/min → 200℃ (5min)
15	70	30	無	ヘリウム	1.28	40℃(2.5min)→35℃/min→210℃→ 30℃/min→170℃

機関 番号	恒温槽		トラップ 操作の実施 の有無	キャリアー ガス	キャリアー ガス流量 (mL/min)	分離カラムの温度条件
	温度(℃)	加温時間 (分)				
17	70	30	無	ヘリウム	3.66	40℃(5min)→10℃/min→230℃
19	70	30	無	ヘリウム	3.68	35℃(5min)→10℃/min→230℃
20	80	30	無	水素	0.6	40℃(2min)→10℃/min→90℃(0min)→ 30℃/min→180℃(0.6min)
25	70	30	無	ヘリウム	2	40℃(1min)→10℃/min→220℃(2min)
26	70	30	無	ヘリウム	3.68	35℃ (5min) →10℃/min→200℃
30	60	30	無	窒素	20	40℃(2min)→15℃/min→150℃→ 20℃/min→230℃
31	60	10	無	ヘリウム	1.1	40℃(1min)→4℃/min→100℃→10℃/min →230℃(1min)

表 33 測定条件 2

機関 番号	注入モード	スプリット比	注入口 温度(℃)	インターフェ イス温度(℃)	イオン源 温度(℃)	イオン 検出方法	イオン化 電圧(V)
1	スプリット	5	200	230	200	SIM	70
2	スプリット	5	200	200	200	SIM	70
3	スプリット	20	150	210	200	SIM	70
5	スプリット	5	150	230	200	SIM	70
7	スプリット	40	180	150	280	SIM	70
8	スプリット	3	150	150	200	SIM	70
10	全量注入	—	200	250	200	SIM	70
12	スプリット	5	—	230	200	SIM	70
13	スプリットレス	—	150	190	200	SIM	70
15	スプリット	30	200	230	200	SIM	70
17	スプリット	5	250	230	200	SIM	70
19	スプリット	10	—	230	200	SIM	70
20	スプリット	10	200	200	280	SIM	70
25	スプリット	15	150	230	200	SIM	70
26	スプリット	10	150	230	200	SIM	70
30	体積	—	150	230	200	SIM	70
31	スプリット	8	200	250	230	SIM	70

表 34 測定条件 3

機関 番号	クロロホルムの測定に 用いた内部標準物質名	フラグメントイオンの質量数(m/z)			
		クロロホルムの 定量イオン	クロロホルムの 確認イオン	内部標準物質の 定量イオン	内部標準物質の 確認イオン
1	フルオロベンゼン	83	85	96	70

機関 番号	クロロホルムの測定に 用いた内部標準物質名	フラグメントイオンの質量数(m/z)			
		クロロホルムの 定量イオン	クロロホルムの 確認イオン	内部標準物質の 定量イオン	内部標準物質の 確認イオン
2	フルオロベンゼン	83	85	96	70
3	フルオロベンゼン	83	85	96	70
5	p-ブロモフルオロベンゼン	83	85	95	174
7	フルオロベンゼン	83	85	96	70
8	4-ブロモフルオロベンゼン	83	85	174	95
10	フルオロベンゼン	83	85	96	70
12	フルオロベンゼン	83	85、47	96	70
13	フルオロベンゼン	83	85	96	70
15	フルオロベンゼン	83	85	96	70
17	フルオロベンゼン	83	85	96	70
19	フルオロベンゼン	83	85	96	70
20	4-ブロモフルオロベンゼン	83	85	174	176
25	フルオロベンゼン	83	85	96	70
26	フルオロベンゼン	83	85	96	70
30	フルオロベンゼン	83	85	96	70
31	フルオロベンゼン	83	85、47	96	70

表 35 除去及び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
31	HSS-GC/MS 測定の際、試料を 5 倍希釈していたがシーケンステーブルに希釈倍率を記入しなかったため、測定 の生データから希釈したことが確認できなかった。 また、本来 5 倍希釈した測定値（7.90 µg/L）に希釈倍 率（5 倍）を掛けた測定結果（39.5µg/L）を報告しなけ ればならなかったが、解析時に希釈したことを失念し、 希釈したデータをそのまま報告してしまった。 その結果、今回 Grubbs の棄却検定で棄却されてしまっ た。	シーケンステーブルや分析野帳に希釈倍率を必ず記入 することで、希釈したことを失念しても測定が生データ 等から希釈したことを確認できるようにする。
32	精度管理試験より得られた空試験、差込試験、検量線寄 与率の結果はいずれも異常は見られなかった。設定濃度 に対して正誤差で範囲を超え棄却となっていることから、 検量線の傾きが小さくなってしまったのではないかと仮 定した。傾きが小さくなる原因として標準物質成分が揮 散したことが考えられるため試験操作、冷却方法など の見直しを行った。	検量線作成時に使用していたメタノールや希釈用水を 十分に冷却できていなかった可能性が考えられるため、 使用する際は必ず 1 晩 5℃冷蔵庫で十分に冷却した溶 媒を使用する様に徹底する。
33	分析担当者が急病のため、欠席した。 副担当者が当日分の分析を行ったが、通常検体だけしか 行わなかった。	通常検体と同様の受付を行い、予定表に入る様にした。

<参考データ>クロロホルム以外に検出された物質とその濃度

機関 番号	検出された物質と濃度(μg/L)
1	—
2	ブロモジクロロメタン 16.9
3	ブロモジクロロメタン 19.7
4	ブロモジクロロメタン 18.1
5	ブロモジクロロメタン 19.3
6	ブロモジクロロメタン 20.2
7	ブロモジクロロメタン 21.9
8	1,4-ジオキサン 1.82、 ブロモジクロロメタン 20.0
9	ブロモジクロロメタン 18.7
10	ブロモジクロロメタン 20.2
11	
12	ブロモジクロロメタン 19.8
13	ブロモジクロロメタン 18.8
14	ブロモジクロロメタン 20.0
15	ブロモジクロロメタン 19.5
16	ブロモジクロロメタン 20.2
17	ブロモジクロロメタン 20.3

機関 番号	検出された物質と濃度(μg/L)
18	ブロモジクロロメタン 19.3
19	ブロモジクロロメタン 20.4
20	ブロモジクロロメタン 21.0
21	ブロモジクロロメタン 20.5
22	ブロモジクロロメタン 21.2
23	ブロモジクロロメタン 22.3
24	ブロモジクロロメタン 21.2
25	ブロモジクロロメタン 21.5
26	ブロモジクロロメタン 20.5
27	ブロモジクロロメタン 21.2
28	ブロモジクロロメタン 22.8
29	ブロモジクロロメタン 22.7
30	ブロモジクロロメタン 23.4
31	ブロモジクロロメタン 4.43
32	ブロモジクロロメタン 24.3
33	ブロモジクロロメタン 21.9

千葉県衛生研究所の配付試料（ブロモジクロロメタン）の測定結果

	容器別測定値 ^{1), 2)} (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	20.3	21.7	19.6	19.3	20.1	20.2	0.93	4.6
2 日目	21.4	21.4	22.0	20.8	21.0	21.3	0.46	2.2
3 日目	20.9	21.3	19.7	19.5	19.4	20.2	0.88	4.3
9 日目	20.9	21.4	21.1	20.5	20.0	20.8	0.54	2.6
平均 (n=20)						20.6	0.83	4.0

- 1) 測定値の数値の丸め方は JIS Z 8401 による。
2) 測定値は 1 つの容器から 3 回測定した値の中央値である。

令和 6 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

亜硝酸態窒素

クロロホルム

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の濃度の試料を、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。））により測定し、千葉県衛生研究所医薬品・生活環境研究室宛てに結果を報告する。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 6 年 7 月 8 日（月）※7 月 9 日（火）に到着予定

（衛生研究所に來所して受け取る場合、來所日は 7 月 9 日（火）とする）



(2) 試料の測定

外部精度管理開始日時：令和 6 年 7 月 10 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 6 年 7 月 31 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 6 年 9 月予定



(5) 集計結果の公表

結果公表の通知：令和 7 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、亜硝酸態窒素 1 試料及びクロロホルム 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。
- ・試料が 7 月 9 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
亜硝酸態窒素	100 mL ポリエチレン瓶	約 110 mL	冷蔵配送・着払い 縦 12 cm×横 12 cm×高さ 25 cm
クロロホルム	250 mL 透明ガラス瓶	約 280 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環境大臣が定める方法（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）
亜硝酸態窒素	別表第 13：イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法
クロロホルム	別表第 14：ページ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法
	別表第 15：ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

(2) 外部精度管理開始日時

令和 6 年 7 月 10 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、試料はファスナー付きビニール袋・遮光ビニール袋（ラミジップスタンドタイプ）に入れたまま冷蔵庫等の冷暗所に保存すること。
- イ 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。
- ウ 各機関で作成した SOP に従い試験を行い、亜硝酸態窒素及びクロロホルム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。
- エ 告示法に示された試料採取時の塩酸及び残留塩素除去剤（アスコルビン酸ナトリウム、エチレンジアミン溶液またはチオ硫酸ナトリウム溶液）を各機関において添加する必要はない。
- オ 各配付試料には、測定項目である亜硝酸態窒素及びクロロホルム以外の物質も添加しているが、測定項目以外の測定結果は求めない。
- カ 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、亜硝酸態窒素及びクロロホルムの 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、ファイル名を亜硝酸態窒素は「機関名_亜硝酸態窒素.xlsx」、クロロホルムは「機関名_クロロホルム.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 6 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 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、試験結果報告書に下表のとおりに入力すること。

測定項目	単位	告示法	結果報告書への記入
亜硝酸態窒素	μg/L	別表第 13	有効数字 3 桁
クロロホルム	μg/L	別表第 14、15	有効数字 3 桁

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郵送にて提出する。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6年7月31日(水)	午後5時締切	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
亜硝酸態窒素	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
クロロホルム	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

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 （7月31日午後5時 締切）

☐ 報告書の記入漏れはないか
☐ メールには、Excel ファイルのみ添付しているか（送付状不要）
☐ メール の 件 名 を「令和6年度精度管理報告書」としたか
☐ 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 ☐ 亜硝酸態窒素 ☐ クロロホルム

【書類】

☐ 試験結果報告書（書類）の送付 （7月31日必着）

	亜硝酸態窒素	クロロホルム
印刷した試験結果報告書	☐	☐
SOP の写し	☐	☐
操作手順を示したフローシート等の写し	☐	☐
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	☐	☐
測定結果を得るために必要な全ての情報	☐	☐
妥当性評価書の写し（実施している項目について）	☐	☐

試験結果報告書(亜硝酸態窒素)

- ・ 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。

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(℃)			5	自機関での試料保存温度(℃)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)			38.5	測定結果(μg/L)を一つだけ記入 有効数字3桁で記入
8	試験方法			別表第13	「亜硝酸態窒素」の試験方法について、告示法の別表番号を 記入し、その他の場合は具体的に記入
9	一斉分析項目			硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、塩素酸、塩化物イオン、 フッ素及びその化合物	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
10	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
11			真度・精度の評価		実施
12		添加試料の 評価の 実施状況	真度・併行精度の評価		実施
13			添加を行った水	水道水及び精製水	「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
14			評価した濃度	定量下限値(精製水) 4 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
15	前処理	希釈	試料の希釈の有無		有
16			希釈倍率(倍)		100
17		ろ過	試料のろ過の有無		有
18			メンブランフィルターの 孔径(μm)		0.2
19			ろ液の初流廃棄量(mL)		10
20	検量線	検量線の点数			4
21		検量線の設定濃度(μg/L)			4, 10, 20, 40
22		フィッティング方法			直線
23		直線性	決定係数(r^2)		0.999
24		重み付け			無
25		原点強制通過			無
26		定量下限値(μg/L)			4

設問 番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項
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		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
29		測定結果(μg/L)		<4	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(4 μg/L)未満だった場合)
30	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
31		設定濃度(μg/L)		20	設定濃度(μg/L)を記入
32		測定結果(μg/L)		20.9	有効数字3桁で記入
33		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
34	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
35		濃度(mg/L)		1000	標準原液の濃度(mg/L)を記入
36		製品名		亜硝酸性窒素標準液 [NO2-Nとして]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
37		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
38		カタログ番号		147-09901	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
39		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
40		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
41		期限設定		メーカー使用期限	【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
42		使用期限		○年○月○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
43	陰イオン 混合 標準液	亜硝酸態窒素の濃度(mg/L)		0.2	標準液の濃度(mg/L)を記入
44		調製年月日		○年○月○日	標準原液から標準液を調製した年月日を記入
45		期限設定		用時調製	【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
46		使用期限		○年○月○日	調製した標準液の期限を記入
47	溶離液	調製の有無		装置による自動調製	【自家調製・装置による自動調製】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
48		調製年月日		—	装置による自動調製の場合は、「—」と記入
49	測定 条件	溶離液	送液条件	グラジエント	【アイソクラティック・グラジエント】のいずれかを記入
50			組成	水酸化カリウム	【水酸化カリウム・炭酸ナトリウム・炭酸水素ナトリウムと炭酸ナトリウムの混液】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
51			濃度	○ mM 炭酸水素ナトリウム、 △ mM 炭酸ナトリウム	送液条件がグラジエントの場合は、「—」と記入 送液条件がアイソクラティックの場合は記入例を参考に溶離液の濃度(mM)と成分名を記入
52			グラジエント条件	○mM(○—●min) →○—△mM(●—□min) →△mM(□—■min)	送液条件がアイソクラティックの場合は、「—」と記入 送液条件がグラジエントの場合は記入例を参考に、溶離液の濃度(mM)のグラジエント条件を記入
53			流速(mL/min)	1.0	
54		プレカラム(ガードカラム)		有	プレカラム(ガードカラム)使用の【有・無】のいずれかを記入
55		カラムオープン温度(°C)		30	
56		試料注入量(μL)		50	
57		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

設問 番号	記入項目			記入欄	記入例	選択肢・注意事項
58	分析 装置	イオン クロマト グラフ	メーカー名		サーモフィッシャーサイエンティ フィック	
59			型式		ABC-012	
60		分離カラム	メーカー名		サーモフィッシャーサイエンティ フィック	
61			型式		DEF-345	
62			内径×長さ(mm)		4×250	
63			使用開始年月日		○年○月○日	
64		サブレッサ	使用の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
65			メーカー名		サーモフィッシャーサイエンティ フィック	サブレッサの使用を無と回答した場合は、「－」と記入
66			型式		GHI-678	サブレッサの使用を無と回答した場合は、「－」と記入
67			使用開始年月日		○年○月○日	サブレッサの使用開始年月日を記入 サブレッサの使用を無と回答した場合は、「－」と記入
68		検出器	種類		紫外外部吸収検出器	【電気伝導度検出器、紫外外部吸収検出器】のいずれかを記入
69			測定波長(nm)		210	電気伝導度検出器を使用した場合は、「－」と記入

貴所の分析装置の日常チェック項目(※)について、記入をお願いします。 ※:確認項目、注意事項及び目安にしている値(前回測定値や新品交換時の値)等
貴所の分析装置の流路洗浄方法及び分離カラムとサブレッサの保管方法について、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。
貴所の廃液の処理方法(本精度管理で使用した標準液を含む廃液)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(クロロホルム)

- 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14：パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析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	試料番号				21	試料に貼付しているラベルの番号を記入
3	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
4	試料の保存温度(℃)				4	自機関での試料保存温度(℃)を記入
5	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
6	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
7	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
8	測定結果(μg/L)				20.0	測定結果(μg/L)を一つだけ記入 有効数字3桁で記入
9	一斉分析項目				①～⑪	一斉分析した項目を以下の番号で記入 該当する番号がない場合は、具体的に記入 他に分析した項目がない場合は「無」と記入 ①四塩化炭素、②1,4-ジオキサン、③cis-1,2-ジクロロエチレン、④trans-1,2-ジクロロエチレン、⑤ジクロロメタン、⑥テトラクロロエチレン、⑦トリクロロエチレン、⑧ベンゼン、⑨ジブロモクロロメタン、⑩プロモジクロロメタン、⑪プロモホルム、⑫1,1-ジクロロエチレン、⑬tert-ブチルメチルエーテル、⑭1,1,1-トリクロロエタン、⑮1,2-ジクロロエタン、⑯1,2-ジクロロプロパン、⑰cis-1,3-ジクロロプロペン、⑱トルエン、⑲trans-1,3-ジクロロプロペン、⑳1,1,2-トリクロロエタン、㉑m-キシレン、㉒p-キシレン、㉓o-キシレン、㉔p-ジクロロベンゼン
10	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日付け薬生水発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
11			真度・精度の評価		実施	
12		添加試料の評価の実施状況	真度・併行精度の評価		実施	
13			添加を行った水		水道水及び精製水	
14			評価した濃度		定量下限値(精製水) 10 μg/L(水道水)	
15	検量線	直線性	決定係数(r^2)		0.995	有効数字3桁で記入
16		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
17		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
18		検量線の設定濃度(μg/L)			5、10、20、50	設定濃度を記入(実測値は記入しない)
19		重み付け			無	【有・無】のいずれかを記入
20		原点強制通過			無	【有・無】のいずれかを記入
21		定量下限値(μg/L)			5	クロロホルムの定量下限値(μg/L)を記入

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項
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)		10	設定濃度(μg/L)を記入
24		測定結果(μg/L)		10.2	有効数字3桁で記入
25		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
26	空試験	実施の有無		実施	【実施・未実施】のいずれかを記入
27		測定結果(μg/L)		<5	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(5 μg/L)未満だった場合)
28	調製に使用した精製水	精製水の種類		精製水製造装置	【精製水製造装置・市販精製水】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
29		製品名もしくは製造装置名		Milli-Q Integral 5	製品名もしくは製造装置の名称を記入
30	標準原液	標準原液の種類		市販標準原液(混合)	【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
31		クロロホルムの濃度(mg/L)		1000	クロロホルムの標準原液の濃度(mg/L)を記入
32		製品名		揮発性有機化合物25種混合標準液	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
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
34		カタログ番号		44100-97	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
35		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
36		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
37		期限設定		メーカー使用期限	【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
38		使用期限		2024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
39		クロロホルムの濃度(mg/L)		500	クロロホルムの標準液の濃度(mg/L)を記入
40	標準液	調製年月日		2024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
41		調製に使用した容器		100mL メスフラスコ	標準原液から標準液を調製するときに使用した容器の容量及び種類を記入
42		使用した計量器具		1mL ホールピペット	標準原液から標準液を調製するときに使用した計量器具の容量及び種類を記入
43		期限設定		用時調製	【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		2024年〇月〇日	調製した標準液の期限を記入
45		内部標準物質名		フルオロベンゼン	クロロホルムの測定に用いた内部標準物質名を記入
46	内部標準物質	内部標準原液	標準原液の種類	市販標準原液(混合)	【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
47			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
48			製品名	内部標準混合原液4(VOC分析用)	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
49			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
50			カタログ番号	20025-96	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カタログ番号を記入
51			期限設定	メーカー使用期限	【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
52			使用期限	2024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

設問番号	記入項目			記入欄	記入例	選択肢・注意事項
53	内部標準液		内部標準物質の濃度(mg/L)		10、100	内部標準物質の標準液の濃度(mg/L)を記入 複数の濃度の内部標準液を使用している場合は全て記入 記入例は試料に10 mg/L、標準列の調製時に100 mg/Lの内部標準液を添加した場合
54			調製年月日		2024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
55			期限設定		用時調製	【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
56			使用期限		2024年〇月〇日	使用した内部標準液の期限を記入
57		添加方法	分析装置による自動添加の有無		有	内部標準液の添加を分析装置による自動添加で行った場合は【有】、自動添加で行っていない場合は【無】と記入
58	試薬	メチルアルコール	製品名		メタノール	
59			メーカー名		富士フイルム和光純薬	
60			グレード		トリハロメタン測定用	
61			使用期限		〇年〇月〇日	試験に使用したメチルアルコールの使用期限を記入
62	試験操作	試料の希釈の有無			有	【有・無】のいずれかを記入
63		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「ー」と記入
64		バイアル容量(mL)			40	
65		採取量(mL)			満水	バイアルへの試料の採取量(mL)を記入 バイアルに満水にした場合は「満水」と記入
66		試料に添加した内部標準液の濃度(mg/L)			10	試料への添加に用いた内部標準液の濃度(mg/L)を記入
67		内部標準液の添加量(μL)			20	内部標準液を自動添加している場合は、自動添加した量(μL)を記入
68		試験溶液中の内部標準物質の濃度(mg/L)			0.05	試験溶液中の内部標準物質濃度(mg/L)を記入
69	検量線の調製	使用した容器①			10mL メスフラスコ	標準液の濃度を段階的にした溶液を調製する際に用いた容器の容量及び種類を記入
70		使用した計量器具①			ホールビペット、マイクロシリンジ、マイクロビペット	標準液を段階的な濃度に調製する際に用いた計量器具の種類を記入
71		標準液に添加した内部標準液の濃度(mg/L)			100	標準液への添加に用いた内部標準液の濃度(mg/L)を記入 内部標準液を自動添加している場合は「ー」と記入
72		使用した容器②			100mL メスフラスコ	段階的に調製した溶液を精製水に添加する際に用いた容器の容量及び種類を記入(記入例は段階的に調製した溶液を100 mLメスフラスコに採り精製水で定容した場合)
73		使用した計量器具②			ホールビペット、マイクロシリンジ、マイクロビペット	段階的に調製した溶液を精製水に添加する際に用いた計量器具の種類を記入
74	使用機器	パーティックトラップ装置	メーカー名		TELEDYNE TEKMAR	
75			型式		Atomx XYZ	
76			トラップ管		AQUA TRAP 1	トラップ管の名称を記入
77		ガスクロマトグラフ	メーカー名		Agilent Technologies	
78			型式		7890A	
79		質量分析計	メーカー名		Agilent Technologies	
80			型式		5975C	
81		分離カラム	メーカー名		Agilent Technologies	
82			型式		DB-VRX	
83			内径(mm)×長さ(m)×膜厚(μm)		0.18×20×1.0	

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項
84	測定 条件	パージガスの種類		窒素	
85		試料量 (mL)		20	パージ容器に採取した試料量 (mL) を記入
86		パージ時間 (分)		11	
87		トラップ管加熱温度 (°C)		225	
88		クライオフォーカス操作の実施の有無		無	【有・無】のいずれかを記入
89		分離カラムの温度条件		40°C(3min)→10°C/min→100°C →25°C/min→ 225°C(3min)	
90		キャリアーガス		ヘリウム	キャリアーガスの種類を記入
91		キャリアーガス流量 (mL/min)		1	キャリアーガス流量 (mL/min) を記入
92		注入モード		スプリット	
93		スプリット比		50	注入モードをスプリットとした場合はスプリット比 (カラムへの注入を1としたときのベント量) を記入 スプリットではない場合は「-」を記入
94		注入口温度 (°C)		250	
95		インターフェイス温度 (°C)		200	
96		イオン源温度 (°C)		230	
97		イオン検出方法		SIM	【SIM・Scan・SRM】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
98		イオン化電圧 (V)		70	
99	フラグメントイ オンの質量数 (m/z)	クロロホルムの定量イオン		83	
100		クロロホルムの確認イオン		85	
101		内部標準物質の定量イオン		96	
102		内部標準物質の確認イオン		70	
103	参考	クロロホルム以外に検出された物質と その濃度 (μg/L)		ジブロモクロロメタン 20.0、 ブロモジクロロメタン 20.0、 ブロモホルム 20.0	定量下限値以上の濃度で検出された物質があった場合、記入例のとおり全ての物質を記入し、濃度は有効数字3桁で記入 検出されなかった場合は「-」と記入 なお、この結果は本精度管理の参考データとします

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(クロロホルム)

- ・ 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15: ヘッドスペース—ガスクロマトグラフ—質量分析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	試料番号				21	試料に貼付しているラベルの番号を記入
3	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
4	試料の保存温度(°C)				4	自機関での試料保存温度(°C)を記入
5	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
6	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
7	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
8	測定結果(μg/L)				20.0	測定結果(μg/L)を一つだけ記入 有効数字3桁で記入
9	一斉分析項目				①～⑪	一斉分析した項目を以下の番号で記入 該当する番号がない場合は、具体的に記入 他に分析した項目がない場合は「無」と記入 ①四塩化炭素、②1,4-ジオキサン、③cis-1,2-ジクロロエチレン、④trans-1,2-ジクロロエチレン、⑤ジクロロメタン、⑥テトラクロロエチレン、⑦トリクロロエチレン、⑧ベンゼン、⑨ジブロモクロロメタン、⑩プロモジクロロメタン、⑪プロモホルム、⑫1,1-ジクロロエチレン、⑬tert-ブチルメチルエーテル、⑭1,1,1-トリクロロエタン、⑮1,2-ジクロロエタン、⑯1,2-ジクロロプロパン、⑰cis-1,3-ジクロロプロペン、⑱トルエン、⑲trans-1,3-ジクロロプロペン、⑳1,1,2-トリクロロエタン、㉑m-キシレン、㉒p-キシレン、㉓o-キシレン、㉔p-ジクロロベンゼン
10	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日付け薬生水発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
11			真度・精度の評価		実施	
12		添加試料の評価の実施状況	真度・併行精度の評価		実施	
13			添加を行った水		水道水及び精製水	
14			評価した濃度		定量下限値(精製水) 10 μg/L(水道水)	
15	検量線	直線性	決定係数(r^2)		0.995	有効数字3桁で記入
16		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
17		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
18		検量線の設定濃度(μg/L)			5、10、20、50	設定濃度を記入(実測値は記入しない)
19		重み付け			無	【有・無】のいずれかを記入
20		原点強制通過			無	【有・無】のいずれかを記入
21		定量下限値(μg/L)			5	クロロホルムの定量下限値(μg/L)を記入
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)			10	設定濃度(μg/L)を記入
24		測定結果(μg/L)			10.2	有効数字3桁で記入

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項
25		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
26	空試験	実施の有無		実施	【実施・未実施】のいずれかを記入
27		測定結果(μg/L)		<5	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(5 μg/L)未満だった場合)
28	調製に 使用した 精製水	精製水の種類		精製水製造装置	【精製水製造装置・市販精製水】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
29		製品名もしくは製造装置名		Milli-Q Integral 5	製品名もしくは製造装置の名称を記入
30	標準 原液	標準原液の種類		市販標準原液(混合)	【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
31		クロロホルムの濃度(mg/L)		1000	クロロホルムの標準原液の濃度(mg/L)を記入
32		製品名		揮発性有機化合物25種混合標準液	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
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
34		カタログ番号		44100-97	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
35		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
36		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
37		期限設定		メーカー使用期限	【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
38		使用期限		2024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
39		クロロホルムの濃度(mg/L)		500	クロロホルムの標準液の濃度(mg/L)を記入
40	標準液	調製年月日		2024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
41		調製に使用した容器		100mL メスフラスコ	標準原液から標準液を調製するときに使用した容器の容量及び種類を記入
42		使用した計量器具		1mL ホールピペット	標準原液から標準液を調製するときに使用した計量器具の容量及び種類を記入
43		期限設定		用時調製	【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		2024年〇月〇日	調製した標準液の期限を記入
45		内部標準物質名		フルオロベンゼン	クロロホルムの測定に用いた内部標準物質名を記入
46	内部 標準 物質	内部 標準 原液	標準原液の種類	市販標準原液(混合)	【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
47			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
48			製品名	内部標準混合原液5(VOC分析用)	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
49			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
50			カタログ番号	20063-96	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カタログ番号を記入
51			期限設定	メーカー使用期限	【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
52			使用期限	2024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
53		内部 標準 液	内部標準物質の濃度(mg/L)	10、100	内部標準物質の標準液の濃度(mg/L)を記入 複数の濃度の内部標準液を使用している場合は全て記入 記入例は試料に10 mg/L、標準列の調製時に100 mg/Lの内部標準液を添加した場合
54			調製年月日	2024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
55			期限設定	用時調製	【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
56			使用期限	2024年〇月〇日	使用した内部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
57	試験薬	メチルアルコール	製品名		メタノール	
58			メーカー名		富士フイルム和光純薬	
59			グレード		トリハロメタン測定用	
60			使用期限		○年○月○日	試験に使用したメチルアルコールの使用期限を記入
61		塩化ナトリウム	製品名		塩化ナトリウム	
62			メーカー名		富士フイルム和光純薬	
63			グレード		水質試験用	
64			使用期限		○年○月○日	試験に使用した塩化ナトリウムの使用期限を記入
65	試験操作	試料の希釈の有無			有	【有・無】のいずれかを記入
66		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
67		バイアルの容量(mL)			20	使用したバイアルの容量(mL)を記入
68		塩化ナトリウムの添加量(g)			3	バイアルへ添加した塩化ナトリウムの量(g)を記入
69		試料量(mL)			10	バイアルへ採取した試料量(mL)を記入 希釈を行った場合は希釈後の試料量を記入
70		試料に添加した内部標準液の濃度(mg/L)			10	バイアルへ採取した試料への添加に用いた内部標準液の濃度(mg/L)を記入
71		内部標準液の添加量(μL)			10	バイアルへ採取した試料に添加した内部標準液の添加量(μL)を記入
72		内部標準液の添加に使用した計量器具			マイクロシリンジ	バイアルへ採取した試料に内部標準液を添加する際に使用した計量器具の種類を記入
73		試験溶液中の内部標準物質の濃度(mg/L)			0.01	試験溶液中の内部標準物質濃度(mg/L)を記入
74	検量線の調製	使用した容器			10mL メスフラスコ	標準液の濃度を段階的にした溶液を調製する際に用いた容器の容量及び種類を記入
75		使用した計量器具			ホールピペット、マイクロシリンジ、マイクロピペット	標準液を段階的な濃度に調製する際に用いた計量器具の種類を記入
76		標準液に添加した内部標準液の濃度(mg/L)			100	標準液への添加に用いた内部標準液の濃度(mg/L)を記入
77		内部標準液の添加に使用した計量器具			ホールピペット	標準液へ内部標準液を添加する際に使用した計量器具の種類を記入
78		バイアルへの標準液の添加量(μL)			10	精製水を使ったバイアルへの標準液の添加量(μL)を記入(記入例は段階的な濃度に調製した標準液をそれぞれ10 μLずつ精製水を使ったバイアルへ添加した場合)
79		バイアルへの標準液の添加に使用した計量器具			マイクロシリンジ	精製水を使ったバイアルへ標準液を添加する際に使用した計量器具の種類を記入
80		検量線用のバイアル中の内部標準物質の濃度(mg/L)			0.01	標準液を添加したバイアル中の内部標準物質の濃度(mg/L)を記入
81	使用機器	ヘッドスペース装置	メーカー名		島津製作所	
82			型式		HS-20 NX	
83		ガスクロマトグラフ	メーカー名		島津製作所	
84			型式		GCMS-QP2020NX	
85		質量分析計	メーカー名		島津製作所	
86			型式		GCMS-QP2020NX	
87		分離カラム	メーカー名		島津ジーエルシー	
88			型式		SH-624	
89			内径(mm)×長さ(m)×膜厚(μm)		0.32×60×1.8	

設問番号	記入項目			記入欄	記入例	選択肢・注意事項
90	測定 条件	恒温槽	温度(℃)		70	
91			加温時間(分)		30	
92		トラップ操作の実施の有無			無	【有・無】のいずれかを記入
93		分離カラムの温度条件			40℃(5min)→10℃/min→230℃	
94		キャリアーガス			ヘリウム	キャリアーガスの種類を記入
95		キャリアーガス流量(mL/min)			3.66	キャリアーガス流量(mL/min)を記入
96		注入モード			スプリット	
97		スプリット比			5	注入モードをスプリットとした場合はスプリット比(カラムへの注入を1としたときのベント量)を記入 スプリットではない場合は「-」を記入
98		注入口温度(℃)			250	
99		インターフェイス温度(℃)			230	
100		イオン源温度(℃)			200	
101		イオン検出方法			SIM	【SIM・Scan・SRM】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
102		イオン化電圧(V)			70	
103		フラグメントイ オンの質量数 (m/z)	クロロホルムの定量イオン		83	
104			クロロホルムの確認イオン		85	
105			内部標準物質の定量イオン		96	
106			内部標準物質の確認イオン		70	
107	参考	クロロホルム以外に検出された物質と その濃度(μg/L)			ジプロモクロロメタン 20.0、 プロモジクロロメタン 20.0、 プロモホルム 20.0	定量下限値以上の濃度で検出された物質があった場合、記入 例のとおり全ての物質を記入し、濃度は有効数字3桁で記入 検出されなかった場合は「-」と記入 なお、この結果は本精度管理の参考データとします

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環境大臣が定める方法（抜粋）

別表第13

イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法

ここで対象とする項目は、亜硝酸態窒素、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、フッ素、塩素酸並びに塩化物イオンである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) エチレンジアミン溶液 (50mg/ml)

エチレンジアミン 0.5 g を精製水に溶かして 10ml としたもの

この溶液は、冷暗所に保存し、1 か月以上を経過したものは使用してはならない。

(3) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v%)

(4) ヨウ化カリウム溶液 (5 w/v%)

(5) 窒素ガス

精製が必要な場合には、洗浄瓶を用いてヨウ化カリウム溶液 (5 w/v%) に通し、酸化剤を除去したもの

ただし、ヨウ化カリウム溶液 (5 w/v%) は、着色したものは使用してはならない。

(6) 溶離液

測定対象成分が分離できるもの

(7) 除去液

サプレッサを動作させることができるもの

(8) 塩酸

(9) ヨウ化カリウム

(10) 炭酸ナトリウム（無水）

(11) イソアミルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(12) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)

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

(13) 硫酸 (1 + 5)

(14) でんぷん溶液

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。

(15) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)

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。

ファクター (f) = 25 / a

(16) 硝酸態窒素標準原液

硝酸ナトリウム 6.068 g を精製水に溶かして 1 L としたもの

この溶液 1 ml は、硝酸態窒素 1 mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(1 7) 亜硝酸態窒素標準原液

亜硝酸ナトリウム 4.926 g を精製水に溶かして 1 L としたもの

この溶液 1 ml は、亜硝酸態窒素 1 mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(1 8) フッ素標準原液

フッ化ナトリウム 2.210 g を精製水に溶かして 1 L としたもの

この溶液 1 ml は、フッ素 1 mg を含む。

この溶液は、ポリエチレン瓶に入れて冷暗所に保存する。

(1 9) 塩素酸標準原液

塩素酸ナトリウム 1.3 g を精製水に溶かして 1 L としたもの

なお、次に定める方法により含有する塩素酸の濃度を測定する。

共栓付き三角フラスコに塩酸 10 ml を採り、これに塩素酸標準原液 10 ml 及びヨウ化カリウム 1 g を加え、直ちに栓をする。この溶液を暗所で 20 分間静置した後、チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1 mol/L) で滴定し、液の褐色が淡黄色に変わったなら 1 ~ 2 ml 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。これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1 mol/L) の ml 数 b から次式により溶液に含まれる塩素酸の濃度 (mg/ml) を算定する。

$$\text{塩素酸 (mg/ml)} = (b \times 1.391 \times f) / 10$$

この式において、 f はチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1 mol/L) のファクターを表す。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(2 0) 塩化物イオン標準原液

塩化ナトリウム 1.649 g を精製水に溶かして 1 L としたもの

この溶液 1 ml は、塩化物イオン 1 mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(2 1) 陰イオン混合標準液

硝酸態窒素、亜硝酸態窒素、フッ素、塩素酸及び塩化物イオンのそれぞれ一定量の標準原液を混合し、精製水で硝酸態窒素は 10 ~ 1000 倍、亜硝酸態窒素は 100 ~ 10000 倍、フッ素は 10 ~ 1000 倍、塩素酸は 10 ~ 1000 倍、塩化物イオンは 5 ~ 500 倍の範囲内における任意の濃度に薄めたもの

この溶液 1 ml は、硝酸態窒素 0.001 ~ 0.1 mg、亜硝酸態窒素 0.0001 ~ 0.01 mg、フッ素 0.001 ~ 0.1 mg、塩素酸 0.001 ~ 0.1 mg 及び塩化物イオン 0.002 ~ 0.2 mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

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 1 2 の 2 (1) の例による。

別表第 1 2 の 2 (1) : 孔径約 0.2 μ 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 ~ 8 mm、長さ 5 ~ 25 cm のもので、陰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 4 ~ 4.6 mm、長さ 5 ~ 25 cm のもので、陰イオン交換基を被覆した表面多孔性のポリアクリレート若しくはシリカ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 検出器

電気伝導度検出器又は紫外外部吸収検出器

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又は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、2 週間以内に試験する。

ただし、フッ素の検査に用いる試料は、ポリエチレン瓶に採取する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料 1 L につきエチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 0.1 ~ 1 ml 又はチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %) 1 ~ 2 ml を加える。ただし、亜硝酸態窒素及び塩素酸の検査を行わない場合は、エチレンジアミン溶液又はチオ硫酸ナトリウム溶液の添加を省略することができる。

また、二酸化塩素を含む試料については、散気用フィルター付きの管を用い窒素ガスで 15 分間曝気した後、試料 1 L につきエチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 0.1 ~ 1 ml 又はチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %) 1 ~ 2 ml を加える。ただし、塩素酸の検査を行わない場合は、窒素ガスによる曝気を省略することができる。

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 1 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。

表 1 対象物質の濃度範囲

対象物質	濃度範囲 (mg/L)
硝酸態窒素	0.02 ~ 20
亜硝酸態窒素	0.004 ~ 0.4
フッ素	0.05 ~ 5
塩素酸	0.06 ~ 1.2
塩化物イオン	0.2 ~ 200

(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、それぞれの陰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陰イオンの濃度を求め、検水中のそれぞれの陰イオンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

陰イオン混合標準液をメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のそれぞれの陰イオンの濃度は、表 1 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、それぞれの陰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陰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、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 (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14

ページ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、四塩化炭素、1,4-ジオキサン、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、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromクロロメタン、ブromジクロロメタン並びにブromホルムである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 塩酸 (1+10)

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %)

(5) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) 内部標準原液

フルオロベンゼン及び4-ブromフルオロベンゼンはそれぞれ0.500 g、1,4-ジオキサン-d₈は0.400 gをメチルアルコール10mlを入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、フルオロベンゼン及び4-ブromフルオロベンゼンをそれぞれ5mg、1,4-ジオキサン-d₈を4mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら1~2mlのアンプルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(7) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで4~400倍に薄めたもの

3種類の内部標準物質を使用する場合には、3種類の内部標準原液をメチルアルコール少量を入れた1つのメスフラスコにそれぞれ一定量採取し、同様の希釈操作を行う。

この溶液1mlは、フルオロベンゼン又は4-ブromフルオロベンゼンを0.0125~1.25mg及び1,4-ジオキサン-d₈を0.01~1mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(8) 揮発性有機化合物標準原液

四塩化炭素、1,4-ジオキサン、シス-1,2-ジクロロエチレン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromクロロメタン、ブromジクロロメタン及びブromホルムのそれぞれ0.500 gについて、メチルアルコール少量を入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて10mlとしたもの

これらの溶液1mlは、四塩化炭素、1,4-ジオキサン、シス-1,2-ジクロロエチレン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromクロロメタン、ブromジクロロメタン及びブromホルムをそれぞれ50mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら1~2mlのアンプルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(9) 揮発性有機化合物混合標準液

それぞれの揮発性有機化合物標準原液を一定量ずつあらかじめメチルアルコール少量を入れたメスフラスコに採り、メチルアルコールで100倍の濃度に薄めたもの

この溶液1mlは、四塩化炭素、1,4-ジオキサン、シス-1,2-ジクロロエチレン、トランス-1,2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレ

ン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromクロロメタン、ブromジクロロメタン及びブromホルムをそれぞれ 0.5mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

容量 40～100ml 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) アンプル

容量 1～2ml のもの

(3) パージ・トラップ装置

ア パージ容器

ガラス製で、5～25ml の精製水及び検水を処理できるもの

イ 恒温槽

30～80℃の範囲内で一定の温度に保持できるもの

ウ トラップ管

内径 2mm 以上、長さ 5～30cm のもので、ステンレス管又はこの内面にガラスを被覆したものにポリ-2, 6-ジフェニル-p-ジフェニレンオキサイド、シリカゲル及び活性炭を 3 層に充填したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもの

エ 脱着装置

トラップ管を 180～250℃の温度に急速に加熱できるもの

オ クライオフォーカス装置

内径 0.32～0.53mm の熔融シリカ管又はステンレス管で、-50～-180℃程度に冷却でき、かつ 200℃まで加熱できるもの

ただし、クライオフォーカス操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。

(4) ガスクロマトグラフ—質量分析計

ア 分離カラム

内径 0.20～0.53mm、長さ 60～75m の熔融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に 25% フェニル-75%ジメチルポリシロキサンを 1 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

イ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、40℃を 1 分間保持し、毎分 3℃の速度で上昇させ 230℃にできるもの

ウ 検出器

選択イオン測定 (S I M) 又はこれと同等以上の性能を有するもの

エ イオン化電圧

電子イオン化法 (E I 法) で、70V 又は必要な感度が得られる電圧

オ キャリヤーガス

純度 99.999 v/v % 以上のヘリウムガス又は必要な感度が得られるもの

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したねじ口瓶に泡立てないように採取し、pH 値が約 2 となるように塩酸 (1+10) を試料 10ml につき 1 滴程度加え、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、冷暗所に保存し、24 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 1 L につきアスコルビン酸ナトリウム 0.01～0.5 g 又は試料 1 L につきチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %) 1～2ml を加える。

4 試験操作

検水 (検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表 1 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) をパージ容器に採り、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がフルオロベンゼン又は 4-ブromフルオロベンゼンがおおむね 0.005～0.5mg/L 及び 1, 4-ジオキサン-d₈がおおむね 0.004～0.4mg/L となるよう一定量注入する。次いで、パージ・トラップ装置及びガスクロマトグラフ—質量分析計を操作し、表 1 に

示すそれぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質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、下記5により作成した検量線から検水中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を算定する。

表1 対象物質の濃度範囲及びフラグメントイオン

揮発性有機化合物	濃度範囲 (mg/L)	フラグメントイオン (m/z)
四塩化炭素	0.0001～0.05	117、119、121
1,4-ジオキサン	0.005～0.1	88、58
シス-1,2-ジクロロエチレン	0.0001～0.1	61、96、98
トランス-1,2-ジクロロエチレン	0.0001～0.1	61、96、98
ジクロロメタン	0.0001～0.1	49、84、86
テトラクロロエチレン	0.0001～0.05	166、164、129
トリクロロエチレン	0.0001～0.05	130、132、95
ベンゼン	0.0001～0.05	78、77、52
クロホルム	0.0001～0.1	83、85、47
ジブロモクロロメタン	0.0001～0.1	129、127、131
ブロモジクロロメタン	0.0001～0.1	83、85、47
ブロモホルム	0.0001～0.1	173、171、175
フルオロベンゼン ※		96、70
4-ブロモフルオロベンゼン ※		95、174、176
1,4-ジオキサン-d ₈ ※		96、64

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

揮発性有機化合物混合標準液をメスフラスコ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内部標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。段階的に調製した溶液を一定の割合でメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて一定量とする。この場合、内部標準物質の濃度が上記4に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調整する。以下上記4と同様に操作して、それぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質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、それぞれの揮発性有機化合物の濃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と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を求め、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15

ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、四塩化炭素、1,4-ジオキサン、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、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン並びにブロモホルムである。

1 試薬

(1) 精製水

別表第14の1(1)の例による。

(2) 塩酸(1+10)

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.3w/v%)

(5) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(6) メチルアルコール

別表第14の1(5)の例による。

(7) 内部標準原液

フルオロベンゼン及び4-ブロモフルオロベンゼンはそれぞれ0.500gをメチルアルコール10mlを入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの

1,4-ジオキサン-d₈は0.400gをメチルアルコール5mlを入れたメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて10mlとしたもの

これらの溶液1mlは、フルオロベンゼン及び4-ブロモフルオロベンゼンをそれぞれ5mg、1,4-ジオキサン-d₈を40mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら1~2mlのアンプルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(8) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで4~400倍に薄めたもの

3種類の内部標準物質を使用する場合には、3種類の内部標準原液をメチルアルコール少量を入れた1つのメスフラスコに等量採取し、同様の希釈操作を行う。

この溶液1mlは、フルオロベンゼン又は4-ブロモフルオロベンゼンを0.0125~1.25mg及び1,4-ジオキサン-d₈を0.1~10mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(9) 揮発性有機化合物標準原液

別表第14の1(8)の例による。

(10) 揮発性有機化合物混合標準液

別表第14の1(9)の例による。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第14の2(1)の例による。

(2) アンプル

別表第14の2(2)の例による。

(3) バイアル

容量10~100mlのもの

(4) セプタム

(5) ポリテトラフルオロエチレンシート

厚さ0.05mm以上のもの

(6) 金属製キャップ

(7) 金属製キャップ締め器

(8) 恒温槽

60~80℃の範囲内で一定の温度に保持できるもの

(9) トラップ管

内径2mm以上、長さ5～30cmのもので、ステンレス管又はこの内面にガラスを被覆したもので、ポリ-2,6-ジフェニル-p-ジフェニレンオキサイドを0.2～0.3g充填したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもの

ただし、トラップ操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。

(10) 脱着装置

トラップ管を180～250℃の温度に急速に加熱できるもの

ただし、トラップ操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。

(11) ガスクロマトグラフ-質量分析計

ア 試料導入部

最適温度が設定できるもの

イ 分離カラム

別表第14の2(4)アの例による。

ウ 分離カラムの温度

別表第14の2(4)イの例による。

エ 検出器

別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリヤーガス

別表第14の2(4)オの例による。

3 試料の採取及び保存

別表第14の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

バイアルに塩化ナトリウムを検水量10mlに対して3gを入れた後、検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が別表第14の表1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）をバイアル容量に対して0.40～0.85となるように採り、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がフルオロベンゼン又は4-ブロモフルオロベンゼンがおおむね0.0025～0.25mg/L及び1,4-ジオキサン-d₈がおおむね0.002～0.2mg/Lとなるよう一定量注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム、金属製キャップをのせ、金属製キャップ締め器で密閉する。次いで、バイアルを振り混ぜた後、恒温槽で30分間以上加温し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の気相の一定量をガスクロマトグラフ-質量分析計（トラップ操作を行う場合にはトラップ管及び脱着装置を接続したもの）に注入し、別表第14の表1に示すそれぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質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、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揮発性有機化合物の濃度を求め、検水中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を算定する。

5 検量線の作成

揮発性有機化合物混合標準液をメスフラスコ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内部標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。精製水を上記4(1)と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を一定の割合で注入する。この場合、調製した溶液のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。また、内部標準物質の濃度が上記4(1)に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調製する。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、それぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質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、それぞれの揮発性有機化合物の濃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揮

発性有機化合物の濃度を求め、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。

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.		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-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン	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
α	: 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 Gp を算出する。

算出した Gp 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、 $Gp > G(n, \alpha)$ あれば、有意水準 α 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。

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

(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

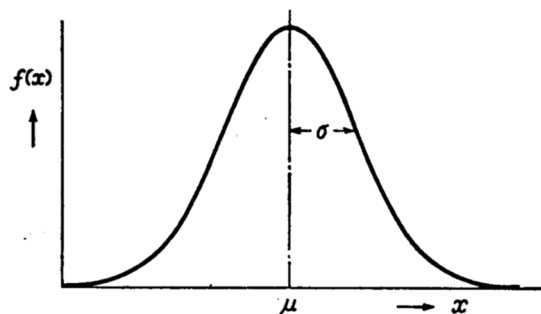
計量特性の度数分布のグラフ表示の一つ。測定値の範囲をいくつかの区間に分けた場合、各区間を底辺とし、その区間に属する測定値の度数に比例する面積。例えば、日本人全体の体重のヒストグラム作ると、正規分布形になる。

(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。

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

π ; 円周率、 e ; 自然対数の底、 σ ; 母標準偏差、 μ ; 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 グラッブ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。
20. この会則は、令和 5 年 4 月 1 日から施行する。
21. この会則は、令和 6 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 健康福祉部薬務課長			
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 健康医療部生活衛生課長			
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	用水供給課長	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	給水課長	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	工務課長	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	上下水道課参事	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	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31日から施行する。

附則

この規程は、平成12年4月1日から施行する。

附則

この規程は、平成15年4月1日から施行する。

附則

この規程は、平成20年4月1日から施行する。

附則

この規程は、平成29年4月1日から施行する。

附則

この規程は、平成31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 6 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	長峯 文恵	千葉市中央区市場町1-1	043-223-2618
千葉県総合企画部水政課 水道事業室主査	川田 裕紀子	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	松本 浩二	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 水質管理班副主査	浅川 達志	千葉市花見川区幕張町5-41 7-24	043-211-8673
千葉県企業局水道部水質センター 調査課長	安田 英幸	千葉市美浜区若葉3-1-7	043-296-8100
北千葉広域水道企業団 副主幹	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 副主幹	山田 明世	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 副主査	渡邊 雅直	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 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 主幹	齋藤 直樹	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	田中 俊光	千葉市若葉区大宮町3816番 地	043-312-7911

令和6年度参加機関

亜硝酸態窒素

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
千葉県企業局ちば野菊の里浄水場
千葉県企業局柏井浄水場
千葉県企業局北総浄水場
佐倉市水道事業上下水道部維持管理課
銚子市水道局 本城浄水場 水質班
千葉市環境保健研究所
柏市保健所 衛生検査課
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
株式会社ユーベック
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
オーヤラックスクリーンサービス株式会社
環境保全株式会社
株式会社総合水研究所
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
アクアス株式会社
株式会社保健科学東日本
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

36機関参加

クロロホルム

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
千葉県企業局ちば野菊の里浄水場
千葉県企業局柏井浄水場
千葉県企業局北総浄水場
佐倉市水道事業上下水道部維持管理課
銚子市水道局 本城浄水場 水質班
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
株式会社ユーベック
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
オーヤラックスクリーンサービス株式会社
環境保全株式会社
株式会社総合水研究所
東京テクニカル・サービス株式会社
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

34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：榊谷暁宏，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：榊谷暁宏，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）

実施年月日	事 項
令和 5 年 5 月 24 日	令和 4 年度結果報告 方法：オンライン開催 説明：橋本ルイコ，神力絢子 特別講演「ヘリウム不足に対応した機器分析—水素キャリアガス GC-MS 分析について—」 神奈川県衛生研究所 主任研究員 西 以和貴
令和 5 年 7 月 12 日	臭素酸（31 機関），色度（39 機関）， 薬務課担当：根本卓也
令和 6 年 1 月 19 日	令和 5 年度水質検査精度管理委員会（荒木会美 委員長）
令和 6 年 5 月 24 日	令和 5 年度結果報告 方法：オンライン開催 説明：林千恵子，小倉裕子 特別講演「水道における有機フッ素化合物の存在実態と浄水処理性」 国立保健医療科学院 上席主任研究官 小坂 浩司
令和 6 年 7 月 10 日	亜硝酸態窒素（36 機関），クロロホルム（34 機関）， 薬務課担当：根本卓也
令和 7 年 1 月 23 日	令和 6 年度水質検査精度管理委員会（長峯文恵 委員長）

令和 7 年 1 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