

平成26年度
水質検査精度管理結果

千葉県水道水質連絡協議会
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	第I回外部精度管理（蒸発残留物）	2
1	実施の概要	2
(1)	実施項目	2
(2)	参加機関	2
(3)	試料の選定並びに配付試料の均一性及び経時変化	2
(4)	実施期間	3
(5)	実施方法	3
(6)	評価基準	3
2	実施結果及び評価	4
(1)	報告データ数及び試験方法	4
(2)	実施結果	4
(3)	基本統計量及びヒストグラム	6
(4)	評価	6
3	データ集計及び解析	7
(1)	報告書等の提出期限	7
(2)	試験担当者の経験年数	7
(3)	試験開始までの期間及び試料の保存状況	7
(4)	蒸発皿の材質	8
(5)	試料を採取した器具	8
(6)	蒸発乾固	9
(7)	蒸発皿の乾燥時間	10
(8)	蒸発皿の放冷時間	10
(9)	天秤	11
4	試験上の留意点及び問題点	12
5	精度管理に関する意見	14
6	まとめ	15
7	資料	16
	表10 試料の保存、担当者の経験年数及び定量下限値	17
	表11 使用した蒸発皿及び試験操作（風袋の乾燥、放冷、秤量）	18
	表12 試験操作（試料採取、蒸発乾固）	20
	表13 試験操作（蒸発乾固後の乾燥、放冷、秤量）	22
	表14 使用した天秤	24

表15 棄却された機関及び検査精度が良好でないと評価された機関における、精度管理実施後の対応状況に係るアンケート結果 -----	26
平成26年度第1回水質検査外部精度管理実施要領 -----	27
Ⅲ 第2回外部精度管理（陰イオン界面活性剤） -----	32
1 実施の概要 -----	32
(1) 実施項目 -----	32
(2) 参加機関 -----	32
(3) 試料の濃度設定 -----	32
(4) 設定濃度の経時変化確認 -----	32
(5) 配付試料 -----	33
(6) 実施期間 -----	34
(7) 実施方法 -----	35
(8) 評価基準 -----	35
2 実施結果及び評価 -----	35
(1) 報告データ数及び試験方法 -----	35
(2) 実施結果 -----	35
(3) 基本統計量及びヒストグラム -----	40
(4) 評価 -----	41
3 データ集計及び解析 -----	41
(1) 試験担当者の経験年数 -----	41
(2) 試験実施日時及び試料保存温度 -----	41
(3) 前処理 -----	41
(4) 検量線の作成、定量下限値及び妥当性評価 -----	43
(5) 定量方法 -----	45
(6) 分離カラム -----	45
(7) 試薬類 -----	45
4 棄却された機関及び検査精度が良好でないと評価された機関のアンケート調査結果 -----	46
5 試験上の留意点及び問題点 -----	47
6 精度管理調査に関する意見 -----	48
7 まとめ -----	48
8 資料 -----	49
表11 試験実施日時及び試料保存温度 -----	50
表12 前処理－1 -----	51

表13	前処理－2	5 3
表14	検量線標準液調製	5 4
表15	検量線濃度範囲、定量下限値及び妥当性評価	5 7
表16	使用機器及び測定条件	5 8
表17	使用した試薬類	6 0
表18	棄却された機関及び検査精度が良好でないと評価された機関における精度管理 実施後の対応状況に係るアンケート結果	6 2
平成26年度第2回水質検査外部精度管理実施要領		6 3
付録1	水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法(抜粋)	7 3
	別表第23 蒸発残留物	
	別表第24 陰イオン界面活性剤	
付録2	水道水の水質基準	7 6
付録3	データ解析で用いた記号及び用語	7 7
付録4	千葉県水道水質管理連絡協議会会則	8 2
付録5	水質検査精度管理委員会運営規程	8 6
付録6	平成26年度水質検査精度管理委員会委員名簿	8 8
付録7	平成26年度参加機関	8 9
付録8	水質検査精度管理実施の記録	9 0

I 水質検査精度管理の背景

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

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

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

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

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

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

また、平成16年3月から水質検査を受託できる者が厚生労働大臣による指定制から登録制に改正され、平成26年9月末現在、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。

平成26年度は、第1回目に蒸発残留物を、第2回目に陰イオン界面活性剤を対象に外部精度管理を実施した。

II 第1回外部精度管理

1 実施の概要

(1) 実施項目

蒸発残留物

(2) 参加機関

34 機関

なお、参加機関の内訳は、水道事業者等の水質検査機関 11 機関、地方公共団体の機関 1 機関、登録水質検査機関 22 機関であった。

(3) 試料の選定並びに配付試料の均一性及び経時変化

水質基準値 (500mg/L) の 70%程度 (約 350mg/L) の精度を調査することを目的として試料濃度を設定し、ミネラルウォーター (エビアン) を選定した。

試料は、千葉県衛生研究所 (以下、「当所」という。) において、同一ロットのエビアンを平成 26 年 6 月 30 日に洗浄済みポリエチレン瓶に分注し、梱包後、冷蔵庫 (4℃) に保存した。詳細については以下に示した。

ア ミネラルウォーター

「エビアン」(1.5L ボトル)

輸入者：伊藤園・伊藤忠ミネラルウォーターズ (株)

賞味期限 (ロット)：20151219 G 20:36

イ 配付試料の梱包及び配付方法

容量 1L のポリエチレン製容器にラベルを貼り、試料を約 1.1L ずつ 64 本分注し、蓋を閉めた後、パラフィルムで巻いた。これをファスナー付きビニール袋 (ラミジップ遮光タイプ) に入れた後、輸送用箱 (B 式底組箱) に入れ、冷蔵庫 (4℃) で保存した。

翌日、配送業者に 31 機関分の試料の冷蔵配送を依頼した。残る 3 機関に対しては、当所で直接試料を配付した。

ウ 配付試料の容器間の均一性及び経時変化

容器間の均一性及び経時変化を調べるために、6 月 30 日に分注した配付試料から無作為に 5 本を抜き取った。

これら 5 本を、当所において「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法 (平成 15 年厚生労働省告示第 261 号)」(以下、「告示法」という。) の別表第 23 「重量法」に基づいて測定した結果を表 1 に示した。蒸発残留物の平均値は 335mg/L であり、変動係数は 1.0%であった。

表 1 容器間の均一性

	容器別測定値 (mg/L)					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
蒸発残留物	335	339	338	333	331	335	3.3	1.0

次に配付試料保存期間中の経時変化を確認するために、配付試料を「平成 26 年度第 1 回水質検査外部精度管理実施要領」（以下、「実施要領」という。）に基づいて保存し、無作為に 20 本抜き取り、配付試料調製後 2 日目、7 日目、11 日目、16 日目に 5 本ずつ測定した結果を表 2 に示した。なお、0 日目の測定値は表 1 の値を用いた。蒸発残留物の平均値は 337mg/L であり、変動係数は 0.7%であった。

表 2 配付試料保存期間中の蒸発残留物の経時変化

	容器別測定値 (mg/L)					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
0 日目	335	339	338	333	331	335	3.3	1.0
2 日目	336	342	336	335	330	336	4.3	1.3
7 日目	334	334	341	343	331	337	5.1	1.5
11 日目	343	340	338	334	343	340	3.8	1.1
16 日目	338	335	339	348	341	340	4.9	1.4
平均 (n=25)						337	2.3	0.7

(4) 実施期間

ア 試料発送年月日

平成 26 年 7 月 1 日（火）

イ 報告書等の提出期限

電子ファイル：平成 26 年 7 月 16 日（水）午後 11 時 59 分

書類（紙）：平成 26 年 7 月 16 日（水）消印有効

(5) 実施方法

参加機関は実施要領に基づき各機関の検査実施標準作業書（以下、「SOP」という。）により試験し、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。なお、その報告値については統計処理の都合上、有効数字 3 桁とした。

(6) 評価基準

参加機関の平均値を用いて危険率 5%で Grubbs の棄却検定を行い、棄却された機関を除いて Z スコアを求めた。以下の評価基準ア、イのいずれかに当てはまる場合、検査精度が良好でないと評価した。

ア 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

イ 報告値の変動係数が 10%を超えた場合

2 実施結果及び評価

(1) 報告データ数及び試験方法

参加機関数は 34 であったため、データ数は 34 となった。試験方法は、全ての機関が告示法別表第 23「重量法」に基づいて実施していた。

(2) 実施結果

全参加機関 34 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結果、1 機関が棄却された。

棄却された 1 機関に、精度管理実施後の対応状況についてアンケート調査を行った。その結果、使用しているニッケル製蒸発皿の使用年数により蒸発皿に蓄積していたミネラル分が吸湿したことが原因で測定値が大きくなってしまったと考察しており、対応策として蒸発皿を新規に購入し、是正処置を実施することとしていた。

また、当該機関から提出された報告書等を当所で確認したところ、蒸発乾固後の乾燥について、当該機関の SOP に「105～110℃で 2～3 時間乾燥」と定められているにも関わらず、110℃で 13 時間 4 分乾燥させていた等、SOP からの逸脱も見られた。今後の検査に当たっては、定められた手順どおりに作業が行われているか改めて確認することも必要である。

棄却された 1 機関を除いた後、機関の平均値の昇順（小→大）で No.1 から 33 までの昇順番号を付け、以降、当該昇順番号を機関番号としてデータ集計した。参加機関における配付試料の報告値を表 3 に示した。

また、棄却された機関における配付試料の報告値を表 4 に示し、機関番号を 34 とした。

表3 参加機関（棄却された機関を除く）における配付試料¹⁾の報告値

機関 番号 ²⁾	5回測定の結果					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)	Zスコア ³⁾	誤差率 ⁴⁾ (%)
	1	2	3	4	5					
1	320	330	322	322	341	327.0	8.72	2.7	-2.1	-7.1
2	326	324	347	339	347	336.6	11.10	3.3	-1.3	-4.4
3	336	350	343	333	323	337.0	10.22	3.0	-1.3	-4.3
4	332	329	340	342	343	337.2	6.30	1.9	-1.3	-4.2
5	337	335	340	341	338	338.2	2.39	0.7	-1.2	-3.9
6	339	334	339	342	342	339.2	3.27	1.0	-1.1	-3.6
7	336	336	345	346	352	343.0	6.93	2.0	-0.8	-2.6
8	361	344	337	336	339	343.4	10.31	3.0	-0.7	-2.4
9	344	346	342	346	344	344.4	1.67	0.5	-0.6	-2.2
10	348	346	349	346	348	347.4	1.34	0.4	-0.4	-1.3
11	346	350	354	345	349	348.8	3.56	1.0	-0.3	-0.9
12	351	349	344	355	347	349.2	4.15	1.2	-0.2	-0.8
13	352	349	348	347	352	349.6	2.30	0.7	-0.2	-0.7
14	356	353	343	353	345	350.0	5.66	1.6	-0.2	-0.6
15	349	352	352	350	351	350.8	1.30	0.4	-0.1	-0.3
16	350	353	352	351	353	351.8	1.30	0.4	0.0	-0.1
17	353	352	352	351	352	352.0	0.71	0.2	0.0	0.0
18	357	351	352	354	355	353.8	2.39	0.7	0.2	0.5
19	357	355	354	356	356	355.6	1.14	0.3	0.3	1.0
20	354	354	354	360	358	356.0	2.83	0.8	0.3	1.1
21	352	356	358	363	359	357.6	4.04	1.1	0.5	1.6
22	356	356	362	367	352	358.6	5.90	1.6	0.6	1.9
23	361	356	362	357	357	358.6	2.70	0.8	0.6	1.9
24	356	364	364	358	356	359.6	4.10	1.1	0.6	2.2
25	361	360	359	361	360	360.2	0.84	0.2	0.7	2.3
26	356	360	362	366	359	360.6	3.71	1.0	0.7	2.4
27	357	360	362	363	362	360.8	2.39	0.7	0.8	2.5
28	363	363	360	358	360	360.8	2.17	0.6	0.8	2.5
29	360	356	367	362	365	362.0	4.30	1.2	0.9	2.8
30	366	374	372	376	368	371.2	4.15	1.1	1.6	5.5
31	371	366	369	375	380	372.2	5.45	1.5	1.7	5.7
32	380	390	400	400	380	390.0	10.00	2.6	3.2	10.8
33	395	393	393	400	390	394.2	3.70	0.9	3.6	12.0

- 注1) 配付試料は、ミネラルウォーター（エビアン）（ロット：20151219 G 20:36）を1Lの洗浄済みポリエチレン瓶に分注したものである。
 注2) 機関番号は、測定値の平均値を小から大に並び替えたデータ集計用の番号である。
 注3) Zスコアは中央値から計算した。
 注4) 誤差率は中央値からの誤差で計算した。

表4 棄却された機関における配付試料¹⁾の報告値

機関 番号	5回測定の結果					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
34	424	436	445	445	437	437.4	8.62	2.0

- 注1) 配付試料は、ミネラルウォーター（エビアン）（ロット：20151219 G 20:36）を1Lの洗浄済みポリエチレン瓶に分注したものである。

(3) 基本統計量及びヒストグラム

基本統計量を表5、各機関平均値のヒストグラムを図1に示した。

表5 基本統計量

データ数	33
最大値	394.2
第3四分位	360.2
中央値	352.0
第1四分位	344.4
最小値	327.0
標準偏差	14.2
平均値	353.9

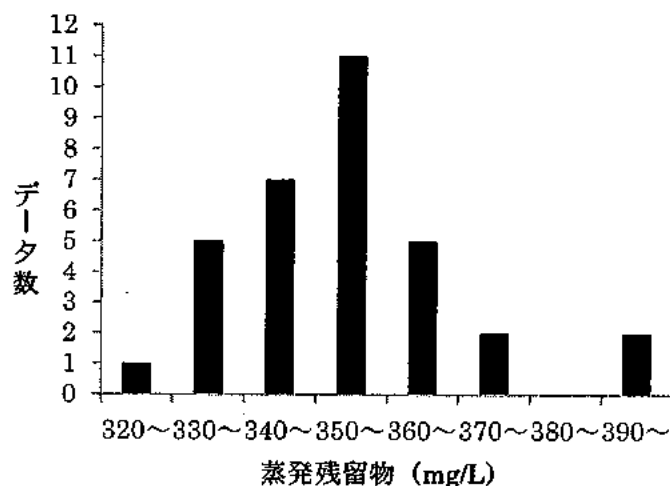


図1 各機関における平均値のヒストグラム

(4) 評価

ア 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

該当する機関が2機関あった。

イ 報告値の変動係数が10%を超えた機関

該当する機関はなかった。

したがって、検査精度が良好でないと評価された機関が2機関あった。

検査精度が良好でないと評価された2機関に、精度管理実施後の対応状況についてアンケート調査を行った。

その結果、機関番号32は乾燥後、デシケーターから取り出して重量を測定するまでの時間に水分の影響を受けたことが原因と考察しており、対応策として重量を測定する直前にデシケーターから取り出し、測定することとしていた。

機関番号33は蒸発皿の乾燥不足及び蒸発乾固不足による恒量差並びに天秤の誤差が原因と考察していた。これらについて検討を行った結果、蒸発乾固後、更に加熱時間を延長した場合において差が見られたため、対応策として蒸発乾固後の加熱時間を延長し、その後の作業に移ることとしていた。

3 データ集計及び解析

(1) 報告書等の提出期限

電子ファイルでの報告書の提出については、3機関（機関番号4、8、9）に期限からの遅延があった。また、書類（紙）での報告書等の提出についても、2機関（機関番号4、29）に遅延があった。

今回の調査では、報告書等の提出に遅延があった機関もデータとして採用することとしたが、期限内の報告書等の提出も精度管理の一環であることから、今後の調査においては御注意願いたい。

(2) 試験担当者の経験年数

試験担当者の経験年数別の基本統計量を表6に示した。

経験年数の違いにより報告値の平均値に差が認められるかについて、3年未満群と3年以上群間でt検定を行ったところ、有意水準5%で有意差は認められなかった。

表6 経験年数別の基本統計量

経験年数	機関数	平均値 (mg/L)	分散	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
1年未満	4	362	477	21.8	6.0
1年以上3年未満	17	355	111	10.5	3.0
3年以上5年未満	5	355	449	21.1	6.0
5年以上10年未満	3	342	64.5	8.03	2.4
10年以上	4	348	114	10.7	3.1

(3) 試験開始までの期間及び試料の保存状況

告示法では、試料の保存について「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」と規定されている。

本精度管理では、全ての機関が試料採取後2週間以内に試験を開始していた。

試料の保存温度については、機関番号7が29℃、機関番号18が15℃、その他の機関はいずれも2～10℃で保存していた。

(4) 蒸発皿の材質

蒸発皿の材質別の基本統計量を表7に示した。

セラミック（磁製）皿を使用していた機関が25機関で全体の76%であった。

金属皿、ガラス皿についてはそれぞれ使用していた機関が少なかったが、全体の平均値と比較すると、金属皿では高くなる傾向が、ガラス皿では低くなる傾向が見られた。

表7 蒸発皿の材質別の基本統計量

蒸発皿の材質	機関数	平均値 (mg/L)	分散	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
セラミック（磁製）	25	353	152	12.3	3.5
ガラス	3	345	88.5	9.41	2.7
金属（アルミニウム、ステンレス）	5	361	528	23.0	6.4

(5) 試料を採取した器具

試料を採取した器具別の基本統計量を表8に示した。

試料を採取した器具の違いにより報告値の平均値に差が認められるかについて、t検定を行ったところ、有意水準5%で有意差が認められた。

このことについて、当所において別ロットのエピアンで測定を行ったところ、ホールピペット（50mL×2回）を用いた場合の平均値（n=2）は341mg/L、メスシリンダー（100mL）を用いた場合の平均値（n=10）は342mg/Lであり、大きな差は見られなかったことから、試料を採取した器具以外の因子も平均値の差に寄与していることが考えられる。

なお、今回配付した試料は懸濁物質を含まない試料であったが、上水試験方法2011年版（日本水道協会）によると、試料水に懸濁物質を多く含む場合にはメスシリンダーではかり採る方が、懸濁物質が均一に得られやすいとされている。

表8 試料を採取した器具別の基本統計量

試料を採取した器具	機関数	平均値 (mg/L)	分散	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
ホールピペット	5	368	335	18.3	5.0
メスシリンダー	28	351	142	11.9	3.4

(6) 蒸発乾固

告示法では、蒸発乾固の際に、水浴を使用することとなっているが、水浴を使用していなかった機関が2機関（機関番号 19、30）あった。これらの機関は、いずれもホットプレートを用いて蒸発乾固を行っていた。

ア 蒸発乾固時間

蒸発乾固時間と報告値の散布図を図2に示した。

報告された各機関における蒸発乾固時間は60～960分であったが、蒸発乾固時間と報告値に明確な相関関係は見られなかった。

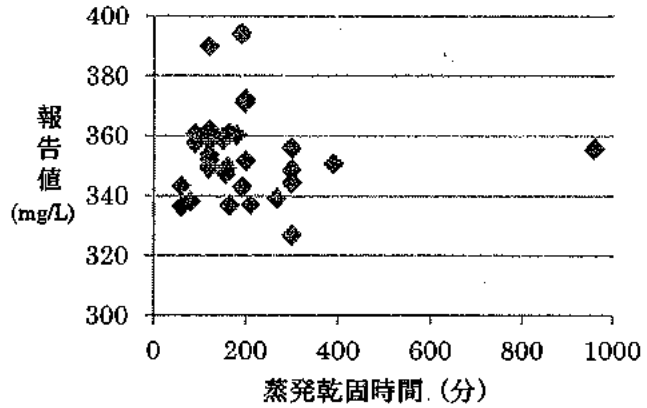


図2 蒸発乾固時間と報告値の散布図

イ 水浴に使用した水

水浴に使用した水別の基本統計量について、表9に示した。

水浴に使用した水の違いにより報告値の平均値に差が認められるかについて、精製水群と水道水群間でt検定を行ったところ、有意水準5%で有意差は認められなかった。

しかしながら、水浴の水に水道水を使用する際は、蒸発皿の外側に水道水由来の蒸発残留物が付着する可能性が考えられるため、水浴から出した後には入念に水分をふき取る等の注意が必要である。

表9 水浴に使用した水別の基本統計量

水浴に使用した水	機関数	平均値 (mg/L)	分散	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
精製水	19	352	90.3	9.50	2.7
水道水	11	356	429	20.7	5.8
イオン水	1	343	—	—	—

(7) 蒸発皿の乾燥時間

ア 風袋の乾燥

風袋の乾燥時間と報告値の散布図を図3に示した。

報告された各機関における風袋の乾燥時間は60~360分であったが、風袋の乾燥時間と報告値に明確な相関関係は見られなかった。

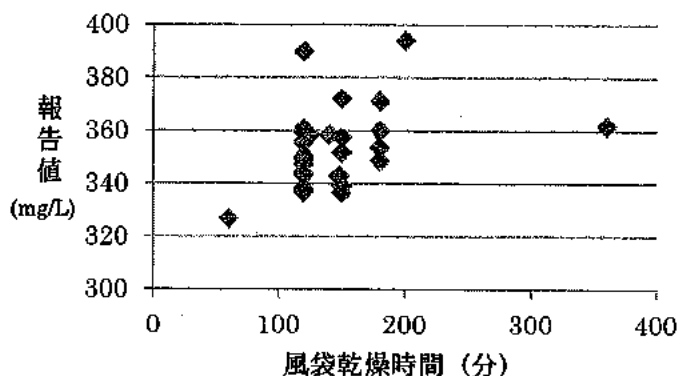


図3 風袋乾燥時間と報告値の散布図

イ 蒸発乾固後の乾燥

蒸発乾固後の乾燥時間と報告値の散布図を図4に示した。

告示法では蒸発乾固後の乾燥時間は2~3時間と規定されているが、報告された各機関における蒸発乾固後の乾燥時間は120~180分であり、告示法から逸脱していた機関はなかった。

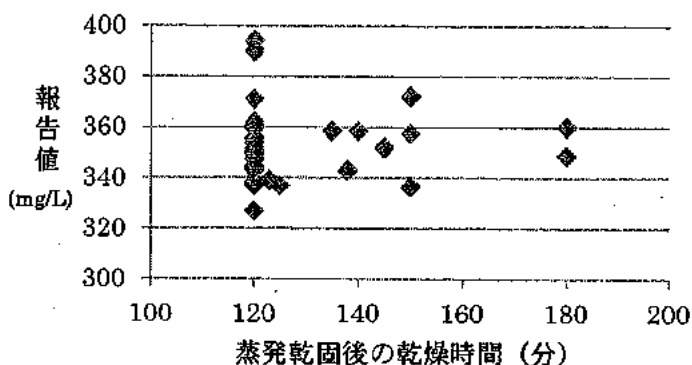


図4 蒸発乾固後の乾燥時間と報告値の散布図

また、蒸発乾固後の乾燥時間と報告値に明確な相関関係は見られなかった。

(8) 蒸発皿の放冷時間

ア 風袋の放冷

風袋の放冷時間と報告値の散布図を図5に示した。

風袋の放冷時間と報告値に明確な相関関係は見られなかった。

報告された各機関における風袋の放冷時間は0~1198分であり、約60%の機関が60分以内であった。

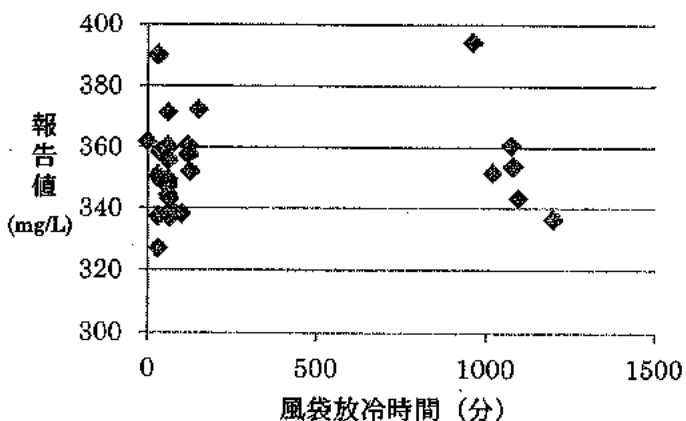


図5 風袋放冷時間と報告値の散布図

天秤での質量の測定に際し、蒸発皿の放冷は十分に行うことが重要だが、湿度の高い時期の場合、放冷時間が長くなると湿気により風袋の質量が上昇することがあるので注意が必要である。また、蒸発皿を乾燥機からデシケーターに移すわずかな時間にも吸湿が起こるので、移動の際は速やかに行うことが望ましい。

イ 試料乾燥後の蒸発皿の放冷

試料乾燥後の放冷時間と報告値の散布図を図6に示した。蒸発皿の放冷時間と報告値に明確な相関関係は見られなかった。

報告された各機関における試料乾燥後の蒸発皿の放冷時間は30~1350分であり、約60%の機関が60分以内であった。

上記アと同様、湿度の高い時期の場合、放冷時間が長くなると湿気により蒸発皿の質量が上昇することがあるので注意が必要である。また、蒸発皿を乾燥機からデシケーターに移すわずかな時間にも吸湿が起こるので、移動の際は速やかに行うことが望ましい。試料乾燥後は、蒸発残留物も吸湿しやすいので特に注意が必要である。

今回の参加機関の中では放冷時間をSOPに規定している機関が14機関あり、これは検査精度を維持するために有用である。

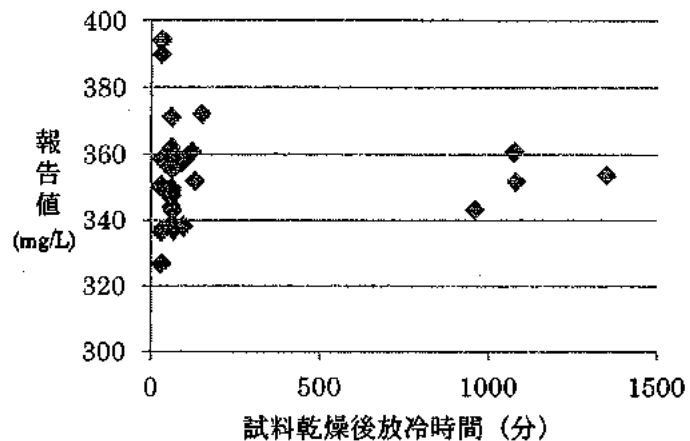


図6 試料乾燥後の放冷時間と報告値の散布図

(9) 天秤

ア 校正

使用した天秤について定期的な校正を実施していない機関が2機関あった。天秤は測定結果に直接的に影響を及ぼす機器であるので、水道水質検査優良試験所規範(2009)(水道GLP)等を参考に定期的な点検、校正を行うことが望ましい。

自機関で校正を実施している機関については、多くの機関が標準分銅又は内蔵分銅を使用していた。今回の調査では標準分銅の校正についての調査は行わなかったが、標準分銅で天秤の校正を実施する場合には、校正に使用する標準分銅自体も定期的な校正の対象とし、適切に管理することが精度管理上有用である。

校正を外部に委託して行う場合においても、委託先の校正方法等について確認しておくことが有用である。

イ 静電気除去対策

静電気除去対策を行っていた機関が6機関あった。今回の精度管理の実施時期は湿度が高く、乾燥した季節に比べ静電気の影響は小さかったと考えられる。しかしながら、実施時期によっては静電気が秤量結果に大きく影響を及ぼす可能性があるため、静電気除去対策を行うことは有用である。

4 試験上の留意点及び問題点

参加機関に記載していただいた内容を転載しました。

機関 番号	内 容
3	<ul style="list-style-type: none"> ・分注時は試料を均一にするためよく振り混ぜる。 ・天候、湿度により誤差が生じやすいため操作を迅速に行う。
8	<ul style="list-style-type: none"> ・蒸発皿の傾きや、るつばばさみを深くつかまないように注意しています。またデシケータの中に入れるときに十分冷めた状態であることを確認しています。
9	<ul style="list-style-type: none"> ・デシケータ、電子天秤内に入っているシリカゲル（青色）の劣化を確認し、水色～赤紫色に変色している場合は速やかに交換し、常に除湿されている状態を保つよう努める。 ・蒸発皿測定時の室温が空体と乾固後で±2℃以上の誤差が無いように空調を調節し、温度管理を行うことで蒸発皿の温度による重量の誤差を防ぐ。 ・水浴上で蒸発乾固を行う際は水位に気を配り、水が飛沫しない火加減で加熱を行い、乾固中の蒸発皿内が汚染されないように注意を払う。 ・測定濃度が300mg/Lを越える場合は、分取量を減らして再分析を行い妥当性を確認する。 ・参考として試料の電気伝導度を測定し、蒸発残留物の濃度との相関を確認し数値の信憑性を確認する。
12	<ul style="list-style-type: none"> ・試料を良く混合してから分取する。 ・磁性皿の乾燥、放冷時間は風袋、試料共に同様にする。
13	<ul style="list-style-type: none"> ・測定期間が2日に渡る場合があるため、ブランク補正を実施しています。蒸発皿（風袋）と蒸発皿（乾燥後）の秤量前後に、ブランク補正用の蒸発皿を1枚ずつ秤量します。それぞれの秤量差の合計を2で割った数値をブランク補正值として蒸発残留物から差し引き、測定濃度として算出しています。
14	<ul style="list-style-type: none"> ・梅雨の時期にあたったため、試験室内の湿度管理に十分留意して試験実施した。
16	<ul style="list-style-type: none"> ・試料は、よく振り混ぜてから摂取した。 ・秤量時は、空調を止めた。
17	<ul style="list-style-type: none"> ・天秤室の湿度が30～50%程度で比較的乾燥しているため、静電気の影響により指示値が不安定になることがある。そのため、天秤に内蔵の静電気除去装置により毎測定毎に静電気を除去し、指示値の安定化に努めている。 ・ウォーターバス（12試料を同時加熱可能）での蒸発乾固操作1回あたり、工程管理試料（200mg/L塩化ナトリウム溶液100mL）を用いて、測定結果を確認し、工程管理試料の濃度が±10%を超える場合は、工程管理試料と同時に行った一連の試料について再度測定を行う。 ・天秤の点検（実用分銅（クラスE2相当）による繰返し性及び偏置加重）を1回/月自機関で実施し、精度の確認を行っている。

機関 番号	内 容
18	<ul style="list-style-type: none"> ・磁皿の取り扱いは常に清浄な手袋を着用し行っている。 ・蒸発残留物専用のデシケーターを使用している。
19	<ul style="list-style-type: none"> ・蒸発乾固の開始時間を業務終了間際に行い、終了時間を業務開始前とすることで、外部からのコンタミ(実験室内における作業者の動向によるホコリ等の混入)を最低限に抑えつつ、作業の効率化を図っている。 ・ウォーターバスは、水浴に用いる水が水道水のため、突沸や蒸気により蒸発皿外面への付着が起こり、誤差が発生することが考えられる。そのため、蒸発乾固にはホットプレートを利用している。
20	<ul style="list-style-type: none"> ・標準作業書で定められた加温及び放冷時間を厳守する
22	<ul style="list-style-type: none"> ・放冷中に蒸発残留物が吸湿しないよう、デシケーター中の湿度管理を徹底する。 ・秤量する際は、蒸発皿をデシケーターから1つずつ出して秤量する。 ・吸湿した場合は再度、加熱、放冷を行い、秤量する。
23	<ul style="list-style-type: none"> ・採水に斑が出来ない様、試料を十分に振ってから採取した。 ・ウォーターバスの水面が下がらないよう注意した。 ・乾燥後に水分を吸収しないよう素早く測定した。 ・デシケーターの湿度管理を常時行っている。
24	<ul style="list-style-type: none"> ・デシケーター内のシリカゲルは毎日色を確認し週1回は乾燥交換するようにしている。 ・蒸発皿(風袋)の秤量は乾燥放冷した直後に行うようにし、翌日までに試験を行う。
25	<ul style="list-style-type: none"> ・試薬の精製水は検査直前に製造されたものを使用しています。 ・計量機器は、電源を入れてから十分な安定時間を取り行っています。 ・梅雨時期の天秤室は湿度が高いため、試料入り蒸発皿の計量値がばらつくことから、計量を敏速に行っています。
26	<ul style="list-style-type: none"> ・蒸発乾固後の試料を乾燥・冷却させた磁製蒸発皿を秤量する際(試験日の18時頃)に、秤量室の空調が途中で自動停止し、室内の湿度が急激に上昇(58%から66%以上)したため、試料が吸湿し秤量結果がばらつくなどの影響が出てしまった。 そのため翌日の午前中に、この磁製蒸発皿を再度電気炉に入れ、110℃で2時間乾燥させ、デシケーターに入れて1時間冷却させた後、あらためて秤量した。
28	<ul style="list-style-type: none"> ・試料の均一化、水浴にて乾固させた後の磁皿の底の洗浄、放冷時間の統一などに注意を払い試験を行う。
29	<ul style="list-style-type: none"> ・空焼きにおける蒸発皿の質量変化に注意した。 ・湿度等で重量変化が起こる可能性あり、特に空焼き後、乾燥→放冷→測定を繰り返し行い、質量変化が少ないことを確認した。 ・測定は水浴上で行うため、蒸発皿外側に水滴が付くため、拭き取りに留意した。

機関番号	内 容
34	<ul style="list-style-type: none"> ・蒸発皿の内壁に触れないよう、るつばばさみは両手で蒸発皿をすくうように扱う。 ・蒸発皿の外壁に水浴中の不純物が張り付いて結果に影響を及ぼさないよう、水浴は超純水でよく置換し、超純水を張って使用する。 ・湿度による影響が出ないよう、デシケータ内の乾燥剤はこまめに交換あるいは乾燥処理を行う。

5 精度管理に関する意見

今回の精度管理に関する御意見を転載しました。今後の精度管理に反映させるべく検討させていただきます。

機関番号	意 見	コメント
3	模範 SOP などあれば今後の操作の改善に役立つため公表していただきたい。	<p>試験検査環境、使用する機械器具等により試験条件が異なるため、模範 SOP の公表は困難です。</p> <p>本報告書には各機関の測定条件等のデータを掲載しております。これらを参考にしながら、告示法に従い、自機関の体制にあった SOP を作成してください。</p>
7	当課では Kingsoft の表計算ソフトを使用しているため、配布された Excel の新バージョンの調査票ファイル (xlsx ファイル) は読み込みは出来ましたが、保存はできませんでした。今後は Excel のバージョンを下げた調査表ファイル (xls ファイル) で配布されることを希望します。	<p>今後の参考にいたします。</p> <p>なお、ファイルが開けない等不都合がありましたら、担当へお知らせください。</p>
10	試料の送付された時刻について：試料容器を梱包した箱には「午前中」のシールが貼ってあったが、届いた時刻は夕方 4 時 30 分であった。	<p>試料は午前中配達指定で配送業者に依頼しておりますが、配送地域によっては午前中の到着が不可能なこともあるようです。御了承ください。</p>

6 まとめ

- (1) 今回の精度管理には、水道事業者等の水質検査機関、地方公共団体の機関及び登録水質検査機関から合わせて34機関の参加があった。各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、棄却された機関が1機関あった。また、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±10%を超えた機関」が2機関あり、これらの機関については、検査精度が良好でないと評価された。
- (2) 棄却された1機関に、精度管理実施後の対応状況についてアンケート調査を行った結果、使用しているニッケル製蒸発皿の使用年数により蒸発皿に蓄積していたミネラル分が吸湿したことが原因で測定値が大きくなってしまったと考察しており、対応策として蒸発皿を新規に購入し、是正処置を実施することとしていた。

また、当該機関の報告書を確認したところ、蒸発乾固後の乾燥過程等でSOPからの逸脱も見られた。今後の検査に当たっては、定められた手順どおりに作業が行われているか改めて確認することも必要である。
- (3) 検査精度が良好でないと評価された2機関に、精度管理実施後の対応状況についてアンケート調査を行った結果、1機関は乾燥後、デシケーターから取り出して重量を測定するまでの時間に水分の影響を受けたことが原因と考察しており、対応策として重量を測定する直前にデシケーターから取り出し、測定することとしていた。

残り1機関は蒸発皿の乾燥不足及び蒸発乾固不足による恒量差並びに天秤の誤差が原因と考察していた。これらについて検討を行った結果、蒸発乾固後、更に加熱時間を延長した場合において差が見られたため、対応策として蒸発乾固後の加熱時間を延長し、その後の作業に移ることとしていた。
- (4) 蒸発皿は、セラミック（磁製）皿を使用していた機関が全体の76%であった。金属皿、ガラス皿についてはそれぞれ使用していた機関が少なかったが、全体の平均値と比較すると、金属皿では高くなる傾向が、ガラス皿では低くなる傾向が見られた。
- (5) 試料の採取にはメスシリンダー又はホールピペットが使用されていた。これらの器具の違いにより報告値の平均値に差が認められるかについて検定を行ったところ、有意水準5%で有意差が認められた。このことについて、当所において別ロットのエピアンで測定を行ったところ、大きな差は見られなかった。
- (6) 蒸発乾固時間、乾燥時間、放冷時間と報告値の間に明確な相関関係は確認できなかった。しかしながら、これらの条件については、棄却された機関あるいは検査精度が良好でないと評価された機関の原因にも挙げられており、湿度等の周囲の環境によっては測定値に大きく影響を及ぼす因子である。これらの適切な条件についてSOPに定め、それに従って検査を実施することが望ましい。

また、蒸発皿を乾燥機からデシケーターに移すわずかな時間にも吸湿が起こるので、移動の際は速やかに行うことが望ましい。試料乾燥後は、蒸発残留物も吸湿しやすいので特に注意が必要である。
- (7) 使用した天秤について定期的な校正を実施していない機関が2機関あった。天秤は測定結果に直接的に影響を及ぼす機器であるので、水道水質検査優良試験所規範（2009）（水道GLP）等を参考に定期的な点検、校正を行うことが望ましい。

7 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そのまま記載しました。

表 10 試料の保存、担当者の経験年数及び定量下限値

表 11 使用した蒸発皿及び試験操作（風袋の乾燥、放冷、秤量）

表 12 試験操作（試料採取、蒸発乾固）

表 13 試験操作（蒸発乾固後の乾燥、放冷、秤量）

表 14 使用した天秤

表 15 棄却された機関及び検査精度が良好でないと評価された機関における、精度管理実施後の対応状況に係るアンケート結果

表 10 試料の保存、担当者の経験年数及び定量下限値

機関番号	試料到着日時	試験開始日時	試験終了日時	保存温度(°C)	担当者の経験年数(年)	蒸発残留物の定量下限値	
						定量下限値(mg/L)	定量下限値の設定法
1	2014年7月2日11時10分	2014年7月3日9時30分	2014年7月3日20時00分	5	1	50	基準値の1/10
2	2014年7月2日14時00分	2014年7月3日9時30分	2014年7月3日14時00分	2	7	20	再現性試験から算出
3	2014年7月2日10時45分	2014年7月2日8時30分	2014年7月2日18時00分	4	12	設定なし	-
4	2014年7月2日(時刻記載なし)	2014年7月16日(時刻記載なし)	2014年7月16日(時刻記載なし)	6	5	50	基準値の1/10
5	2014年7月2日10時10分	2014年7月2日8時00分	2014年7月2日17時20分	4	4	1	天秤の精度0.1mgと検水量100mgより算出
6	2014年7月2日13時40分	2014年7月3日10時37分	2014年7月3日18時10分	6	3	1	再現性試験から算出
7	2014年7月2日11時16分	2014年7月3日9時11分	2014年7月3日15時58分	29	14	設定なし	-
8	2014年7月1日11時45分	2014年7月1日8時30分	2014年7月3日9時00分	8	2	設定なし	-
9	2014年7月2日10時00分	2014年7月3日8時00分	2014年7月3日19時45分	6	0	20	再現性試験から算出
10	2014年7月2日16時25分	2014年7月3日8時22分	2014年7月3日17時33分	5	2	50	基準値の1/10
11	2014年7月2日12時00分	2014年7月5日10時30分	2014年7月5日20時00分	6	12	1	天秤の読み取り限度0.0001gなどの5倍の0.0005gを最小検量値とし、最大検水量500mlで定量下限値1mg/lとなる。
12	2014年7月2日(時刻記載なし)	2014年7月2日11時00分	2014年7月2日17時00分	5	2	10	再現性試験から算出
13	2014年7月1日11時00分	2014年7月3日8時50分	2014年7月3日17時45分	4	1	設定なし	-
14	2014年7月2日9時00分	2014年7月8日8時00分	2014年7月8日16時00分	5	4	2	再現性試験から算出
15	2014年7月2日16時00分	2014年7月15日9時00分	2014年7月15日19時40分	5	5	1	測定器(天秤)の分解能より設定
16	2014年7月2日13時20分	2014年7月2日14時00分	2014年7月4日9時45分	5	1	1	再現性試験から算出
17	2014年7月2日11時08分	2014年7月3日11時00分	2014年7月4日16時30分	5	1	1	使用した天秤の最小読み取り値から算出
18	2014年7月2日10時00分	2014年7月3日11時35分	2014年7月4日14時20分	15	0	10	試料採取量が100mlで天秤の最小表示値が0.1mgであることを基として設定した。
19	2014年7月2日11時00分	2014年7月3日17時30分	2014年7月7日10時30分	5	2	5	再現性試験から算出
20	2014年7月2日10時40分	2014年7月4日9時00分	2014年7月7日12時00分	7	2	設定なし	-
21	2014年7月2日10時25分	2014年7月3日8時00分	2014年7月3日19時30分	5	0	30	再現性試験から算出
22	2014年7月2日9時40分	2014年7月8日8時20分	2014年7月8日17時50分	4	1	20	再現性試験から算出
23	2014年7月2日11時15分	2014年7月8日9時00分	2014年7月8日18時30分	4	3	10	再現性試験から算出
24	2014年7月2日11時00分	2014年7月3日11時30分	2014年7月3日18時05分	6	2	1	100ml分取した場合の天秤の最小表示値0.1mgから算出
25	2014年7月2日12時30分	2014年7月3日13時00分	2014年7月3日20時25分	5	2	設定なし	-
26	2014年7月2日9時30分	2014年7月2日12時30分	2014年7月3日13時30分	4	2	1	使用する天秤の測定能力限界(1mg)に合わせて定量下限値を設定している。
27	2014年7月2日14時00分	2014年7月3日9時00分	2014年7月7日10時00分	6	1	1	再現性試験から算出

機関番号	試験到着日時	試験開始日時	試験終了日時	保存温度(°C)	担当者の経験年数(年)	蒸発残留物の定量下限値	
						定量下限値(mg/L)	定量下限値の設定法
28	2014年7月2日11時30分	2014年7月8日9時30分	2014年7月8日19時45分	9	1	10	天秤の再現性(標準偏差:0.1mg)の10倍
29	2014年7月2日9時30分	2014年7月7日13時00分	2014年7月7日19時00分	5	13	1	基準値の1/10
30	2014年7月2日10時25分	2014年7月3日12時32分	2014年7月3日18時50分	4	1	設定なし	
31	2014年7月2日10時00分	2014年7月3日11時20分	2014年7月3日20時00分	4	2	20	再現性試験から算出
32	2014年7月2日11時00分	2014年7月3日13時00分	2014年7月3日23時00分	5	3	10	再現性試験から算出
33	2014年7月1日9時18分	2014年7月4日13時00分	2014年7月4日19時00分	9	0	1	再現性試験から算出
34	2014年7月1日12時00分	2014年7月2日8時20分	2014年7月3日16時00分	4	0	設定なし	

表 11 使用した蒸発皿及び試験操作(風袋の乾燥、放冷、秤量)

機関番号	蒸発皿			乾燥				蒸発皿(風袋)				秤量	
	材質	容量(mL)	温度(°C)	開始日時	終了日時	放冷場所	デシケーターの材質	開始日時	終了日時	日時	室温(°C)	湿度(%)	
1	セラミック(磁製)	160	105	7月3日9時30分	7月3日10時30分	デシケーター	アクリル樹脂	7月3日10時30分	7月3日11時00分	7月3日11時00分	23	70	
2	ステンレス	100	108	7月2日11時00分	7月2日13時30分	デシケーター	ガラス	7月2日13時32分	7月2日9時30分	7月3日9時30分	25.5	36	
3	セラミック(磁製)	170	110	7月2日8時30分	7月2日10時30分	デシケーター	ガラス	7月2日10時30分	7月2日11時35分	7月2日11時35分	20.5	57	
4	ガラス	210	105	7月16日9時00分	7月16日11時00分	デシケーター	ガラス	7月16日11時00分	7月16日11時30分	7月16日11時30分	-	-	
5	セラミック(磁製)	200	110	7月2日8時20分	7月2日10時20分	デシケーター	アクリル	7月2日10時20分	7月2日12時00分	7月2日12時05分	24	58	
6	セラミック(磁製)	100	110	7月2日13時10分	7月2日15時40分	デシケーター	プラスチック	7月2日15時42分	7月2日16時52分	7月3日10時39分	20.2	50.5	
7	ガラス	120	105	7月2日11時19分	7月2日13時47分	デシケーター	ガラス	7月2日13時47分	7月2日14時51分	7月2日14時51分	29	54.1	
8	ステンレススチール	200	110	7月1日8時30分	7月1日10時30分	デシケーター	ガラス	7月1日15時45分	7月2日10時00分	7月2日10時05分	26.0	62	
9	セラミック(磁製)	100	105	7月3日8時00分	7月3日10時00分	デシケーター	プラスチック	7月3日10時00分	7月3日11時00分	7月3日11時00分	26.0	52	
10	セラミック(磁製)	170	110	7月3日8時22分	7月3日10時22分	デシケーター	シリカゲル	7月3日10時22分	7月3日11時22分	7月3日11時22分	26	50	
11	セラミック(磁製)	120	107	7月3日14時00分	7月3日17時00分	デシケーター	ガラス	7月3日17時00分	7月3日18時00分	7月3日18時00分	26	62	

機番 番号	蒸発皿			乾燥				蒸発皿(風袋) 放冷				秤量	
	材質	容量 (mL)	温度 (°C)	開始日時	終了日時	放冷場所	デシケーターの 材質	開始日時	終了日時	日時	室温 (°C)	湿度 (%)	
12	セラミック(磁製)	100	105	7月1日 11時00分	7月1日 13時00分	デシケーター	アクリル	7月1日 13時00分	7月1日 13時40分	7月1日 13時45分	25	60	
13	セラミック(磁製)	100	105	7月3日 8時50分	7月3日 10時50分	デシケーター	本体:スチール 銅板:パラニン焼 付塗装 前面:ガラス	7月3日 10時50分	7月3日 11時50分	7月3日 11時50分	-	-	
14	セラミック(磁製)	170	110	7月8日 8時00分	7月8日 10時00分	デシケーター	ブラスチック (網板はステン レス)	7月8日 10時00分	7月8日 10時30分	7月8日 10時30分	23	68	
15	セラミック(磁製)	100	105	7月15日 8時00分	7月15日 10時00分	デシケーター	ガラス	7月15日 10時00分	7月15日 10時30分	7月15日 10時30分	26	60	
16	セラミック(磁製)	120	110	7月2日 14時00分	7月2日 16時30分	デシケーター	ガラス	7月2日 16時30分	7月3日 9時30分	7月3日 9時30分	25.6	56.3	
17	セラミック(磁製)	170	110	7月3日 11時00分	7月3日 13時30分	デシケーター	樹脂	7月3日 13時30分	7月3日 15時35分	7月3日 15時35分	26.3	58	
18	セラミック(磁製)	100	105	7月1日 15時00分	7月1日 18時00分	デシケーター	アクリル	7月1日 18時00分	7月2日 12時00分	7月2日 12時00分	25.5	64	
19	ガラス	100	105	7月1日 13時00分	7月1日 15時00分	デシケーター	金属	7月1日 15時00分	7月1日 16時05分	7月1日 16時05分	21	64	
20	セラミック(磁製)	50	110	7月3日 10時00分	7月3日 12時00分	デシケーター	ガラス	7月3日 12時00分	7月3日 13時00分	7月3日 13時00分	22	74	
21	セラミック(磁製)	120	110	7月3日 8時30分	7月3日 11時00分	デシケーター	ガラス	7月3日 11時00分	7月3日 13時00分	7月3日 13時00分	27.3	79.2	
22	セラミック(磁製)	160	105	7月8日 8時20分	7月8日 10時25分	デシケーター	アクリル樹脂	7月8日 10時25分	7月8日 11時00分	7月8日 11時00分	27	58	
23	セラミック(磁製)	200	110	7月8日 9時00分	7月8日 11時20分	デシケーター	ブラスチック	7月8日 11時20分	7月8日 11時55分	7月8日 11時56分	25	60	
24	セラミック(磁製)	50	105	7月3日 8時00分	7月3日 10時00分	デシケーター	ブラスチック	7月3日 10時00分	7月3日 11時00分	7月3日 11時05分	26	-	
25	アルミニウム	150	110	7月2日 10時30分	7月2日 13時30分	デシケーター	ガラス	7月2日 13時30分	7月2日 14時30分	7月2日 14時30分	20	53	
26	セラミック(磁製)	100	110	7月2日 8時50分	7月2日 10時50分	デシケーター	ガラス	7月2日 10時50分	7月2日 11時50分	7月2日 11時50分	21	58	
27	セラミック(磁製)	120	105	7月2日 13時00分	7月2日 15時00分	デシケーター	アクリル	7月2日 15時05分	7月3日 9時30分	7月3日 9時30分	23	60	
28	セラミック(磁製)	200	110	7月7日 9時00分	7月7日 11時00分	デシケーター	ポリカーボネート	7月7日 11時00分	7月7日 13時00分	7月7日 13時00分	23.1	79	
29	セラミック(磁製)	260	105	7月6日 10時00分	7月6日 16時00分	デシケーター	1時間	7月6日 17時00分	7月6日 17時00分	7月6日 17時00分	85	84.0	

機器 番号	蒸発皿		乾燥				冷却				秤量	
	材質	容量 (mL)	温度 (°C)	開始日時	終了日時	放冷場所	デシケーターの 材質	開始日時	終了日時	日時	室温 (°C)	湿度 (%)
30	ステンレススチール	100	106	7月3日 8時28分	7月3日 11時28分	デシケーター	ステンレス	7月3日 11時28分	7月3日 12時28分	7月3日 12時28分	27.9	52
31	セラミック(磁製)	150	107	7月1日 12時00分	7月1日 14時30分	デシケーター	アクリル	7月1日 14時40分	7月1日 17時10分	7月3日 11時00分	25	70
32	セラミック(磁製)	100	106	7月3日 15時00分	7月3日 17時00分	デシケーター	SUS	7月3日 17時00分	7月3日 17時30分	7月4日 17時30分	23	65
33	アルミニウム	100	106	7月3日 13時30分	7月3日 16時50分	デシケーター	ガラス	7月3日 17時00分	7月3日 9時00分	7月2日 9時00分	25	45
34	ニッケル	100	110	7月1日 15時15分	7月2日 8時20分	デシケーター	アクリル	7月2日 8時20分	7月2日 13時25分	7月2日 13時25分	25.0	65

表 12 試験操作 (試料採取、蒸発乾固)

機器 番号	蒸発皿の持ち方	試料採取			蒸発乾固				開始日時	終了日時	
		試料採取量 (mL)	用いた器具	容量 (mL)	用いた機器	水浴		温度 (°C)			
						設置場所	用いた水				熟源
1	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	通常室内	水道水	電気	106	7月3日 11時00分	7月3日 16時00分
2	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	通常室内	精製水	電気	95	7月3日 9時50分	7月3日 10時50分
3	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	通常室内	水道水	電気	95	7月2日 11時45分	7月2日 14時30分
4	ゴム/樹脂製手袋着用	100	メスシリンダー	100	水浴	ドラフト内	精製水	電気	100	7月16日 11時30分	7月16日 15時00分
5	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	通常室内	精製水	電気	120	7月2日 12時10分	7月2日 13時30分
6	布製手袋着用	100	メスシリンダー	100	水浴	ドラフト内	水道水	ガス	100	7月3日 11時20分	7月3日 15時48分
7	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	記入なし	水浴	ドラフト内	精製水	電気	100	7月3日 9時11分	7月3日 12時23分
8	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	通常室内	イオン水	電気	100	7月2日 10時20分	7月2日 11時20分
9	素手	50	ホールピペット	50	水浴	通常室内	精製水	ガス	95	7月3日 11時30分	7月3日 16時30分
10	布製手袋着用	150	メスシリンダー	100	水浴	通常室内	水道水	ガス	記入なし	7月3日 11時34分	7月3日 14時10分
11	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	ドラフト内	精製水	電気	95	7月5日 10時30分	7月5日 15時30分

機器 番号	蒸発皿の持ち方	試料採取				蒸発乾固				終了日時	
		試料採取量 (mL)	用いた器具	容量 (mL)	用いた機器	水浴		温度 (℃)	開始日時		
						設置場所	用いた水				熱源
12	布製手袋着用	100	メスシリンダー	100	水浴	ドラフト内	精製水	電気	100	7月2日 13時00分	7月2日 15時00分
13	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	記入なし	水浴	ドラフト内	水道水	電気	100	7月3日 12時00分	7月3日 14時40分
14	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	ドラフト内	精製水	電気	100	7月8日 11時10分	7月8日 13時10分
15	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	ドラフト内	精製水	電気	100	7月15日 10時40分	7月15日 17時10分
16	布製手袋着用	100	メスシリンダー	100	水浴	通常室内	水道水	ガス	100	7月3日 9時40分	7月3日 13時00分
17	ゴム/樹脂製手袋着用	100	メスシリンダー	100	水浴	ドラフト内	精製水	電気	100	7月4日 9時35分	7月4日 11時35分
18	布製手袋着用	100	メスシリンダー	100	水浴	通常室内	水道水	ガス	100	7月3日 11時45分	7月3日 13時45分
19	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	ホットプレート	-	-	-	99	7月3日 17時30分	7月4日 9時30分
20	布製手袋着用	200	メスシリンダー	200	水浴	ドラフト内	精製水	ガス	100	7月4日 9時00分	7月4日 14時00分
21	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	通常室内	精製水	電気	100	7月3日 13時50分	7月3日 15時20分
22	素手	100	メスシリンダー	100	水浴	ドラフト内	精製水	電気	200	7月8日 11時35分	7月8日 14時05分
23	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	ドラフト内	精製水	電気	100	7月8日 12時05分	7月8日 14時09分
24	専用器具(はさむもの)使用	100	ホールビペット	50	水浴	ドラフト内	精製水	電気	100	7月3日 11時30分	7月3日 15時00分
25	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	上方吸引局所 排気装置フード下	精製水	電気	95	7月3日 13時06分	7月3日 16時06分
26	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	通常室内	精製水	電気	97	7月2日 12時45分	7月2日 14時45分
27	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	通常室内	精製水	電気	100	7月3日 10時00分	7月3日 12時45分
28	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	通常室内	水道水	ガス	95	7月8日 9時30分	7月8日 11時00分
29	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	ドラフト内	水道水	電気	100	7月7日 13時00分	7月7日 15時00分
30	専用器具(はさむもの)使用	100	ホールビペット	100	ホットプレート	-	-	-	140	7月3日 12時32分	7月3日 15時50分
31	ゴム/樹脂製手袋着用	100	ホールビペット	100	水浴	通常室内	精製水	電気	95	7月3日 11時40分	7月3日 15時00分

機関番号	蒸発皿の持ち方	試料採取			蒸発乾固			開始日時	終了日時	
		試料採取量 (mL)	用いた器具	容量 (mL)	用いた機器	水浴				温度 (°C)
						設置場所	用いた水			
32	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	ドラフト内	水道水	電気	7月3日 18時00分	7月3日 20時00分
33	専用器具(はさむもの)使用	100	ホールビペット	100	水浴	通常室内	水道水	電気	7月4日 13時30分	7月4日 16時40分
34	専用器具(はさむもの)使用	100	メスシリンダー	100	水浴	ドラフト内	精製水	電気	7月2日 15時01分	7月2日 20時07分

表 13 試験操作 (蒸発乾固後の乾燥、放冷、秤量)

機関番号	乾燥方法	乾燥			放冷			秤量			
		温度 (°C)	開始日時	終了日時	放冷場所	デシケーターの材質	開始日時	終了日時	日時	室温 (°C)	湿度 (%)
1	乾燥機による乾燥	105	7月3日 16時00分	7月3日 18時00分	デシケーター	アクリル樹脂	7月3日 18時00分	7月3日 18時30分	7月3日 18時30分	23	75
2	乾燥機による乾燥	108	7月3日 10時50分	7月3日 13時20分	デシケーター	ガラス	7月3日 13時20分	7月3日 13時50分	7月3日 13時50分	25.5	34
3	乾燥機による乾燥	110	7月2日 14時30分	7月2日 16時35分	デシケーター	ガラス	7月2日 16時35分	7月2日 17時40分	7月2日 17時40分	21	57
4	乾燥機による乾燥	105	7月16日 15時00分	7月16日 17時00分	デシケーター	ガラス	7月16日 17時00分	7月16日 17時30分	7月16日 17時30分	--	--
5	乾燥機による乾燥	110	7月2日 13時30分	7月2日 15時30分	デシケーター	アクリル	7月2日 15時30分	7月2日 17時05分	7月2日 17時07分	24	55
6	乾燥機による乾燥	110	7月3日 15時53分	7月3日 17時56分	デシケーター	プラスチック	7月3日 17時59分	7月3日 19時01分	7月3日 19時05分	20.3	50.3
7	乾燥機による乾燥	105	7月3日 12時23分	7月3日 14時41分	デシケーター	ガラス	7月3日 14時41分	7月3日 15時45分	7月3日 15時45分	29.1	54.3
8	乾燥機による乾燥	110	7月2日 11時25分	7月2日 13時25分	デシケーター	ガラス	7月2日 16時30分	7月3日 8時40分	7月3日 8時40分	26.4	64
9	乾燥機による乾燥	105	7月3日 16時30分	7月3日 18時30分	デシケーター	プラスチック	7月3日 18時30分	7月3日 19時30分	7月3日 19時30分	26.0	56
10	乾燥機による乾燥	110	7月3日 14時12分	7月3日 16時12分	デシケーター	シリカゲル	7月3日 16時12分	7月3日 17時12分	7月3日 17時12分	27	49
11	乾燥機による乾燥	107	7月5日 15時30分	7月5日 18時30分	デシケーター	ガラス	7月5日 18時30分	7月5日 19時30分	7月5日 19時30分	25	70
12	乾燥機による乾燥	105	7月2日 13時00分	7月2日 15時00分	デシケーター	アクリル	7月2日 15時00分	7月2日 15時40分	7月2日 15時45分	25	70
13	乾燥機による乾燥	105	7月3日 14時45分	7月3日 16時45分	デシケーター	本体:スチール鋼板 メラニウム付塗装 前面:ガラス	7月3日 16時45分	7月3日 17時45分	7月3日 17時45分	--	--

蒸発皿(蒸発範囲後)

機器 番号	乾燥				冷却				秤量		
	乾燥方法	温度 (°C)	開始日時	終了日時	放冷場所	デシケーターの 材質	開始日時	終了日時	日時	室温 (°C)	湿度 (%)
14	乾燥機による乾燥	110	7月8日 13時10分	7月8日 15時10分	デシケーター	プラスチック (細板はステンレス)	7月8日 15時10分	7月8日 15時40分	7月8日 15時40分	24	68
15	乾燥機による乾燥	105	7月15日 17時10分	7月15日 19時10分	デシケーター	ガラス	7月15日 19時40分	7月15日 19時40分	7月15日 19時40分	26	60
16	乾燥機による乾燥	110	7月3日 13時10分	7月3日 15時10分	デシケーター	ガラス	7月3日 15時15分	7月4日 9時15分	7月4日 9時15分	23.8	57.2
17	乾燥機による乾燥	110	7月4日 11時35分	7月4日 14時00分	デシケーター	樹脂	7月4日 14時00分	7月4日 16時10分	7月4日 16時10分	26.4	59
18	乾燥機による乾燥	105	7月3日 13時45分	7月3日 15時45分	デシケーター	アクリル	7月3日 15時45分	7月4日 14時15分	7月4日 14時15分	25.5	62
19	乾燥機による乾燥	105	7月4日 10時30分	7月4日 12時30分	デシケーター	金属	7月4日 12時30分	7月4日 13時30分	7月4日 13時35分	22	66
20	乾燥機による乾燥	110	7月4日 14時00分	7月4日 16時00分	デシケーター	ガラス	7月4日 16時00分	7月4日 17時00分	7月4日 17時00分	24	74
21	乾燥機による乾燥	110	7月3日 15時20分	7月3日 17時50分	デシケーター	ガラス	7月3日 17時50分	7月3日 19時20分	7月3日 19時20分	25.9	78.6
22	乾燥機による乾燥	105	7月8日 14時05分	7月8日 16時20分	デシケーター	アクリル樹脂	7月8日 16時20分	7月8日 16時50分	7月8日 16時50分	26	66
23	乾燥機による乾燥	110	7月8日 14時10分	7月8日 16時30分	デシケーター	プラスチック	7月8日 16時31分	7月8日 18時10分	7月8日 18時11分	25	60
24	乾燥機による乾燥	105	7月3日 15時00分	7月3日 17時00分	デシケーター	プラスチック	7月3日 17時00分	7月3日 18時00分	7月3日 18時05分	24	-
25	乾燥機による乾燥	110	7月3日 16時08分	7月3日 19時08分	デシケーター	ガラス	7月3日 19時10分	7月3日 20時10分	7月3日 20時10分	20	66
26	乾燥機による乾燥	110	7月3日 9時55分	7月3日 11時55分	デシケーター	ガラス	7月3日 11時55分	7月3日 12時55分	7月3日 12時55分	21	60
27	乾燥機による乾燥	105	7月3日 13時00分	7月3日 15時00分	デシケーター	アクリル	7月3日 15時05分	7月4日 9時30分	7月4日 9時30分	23	60
28	乾燥機による乾燥	110	7月8日 11時00分	7月8日 13時00分	デシケーター	ポリカーボネート	7月8日 13時00分	7月8日 15時00分	7月8日 15時00分	23.9	71
29	乾燥機による乾燥	105	7月7日 15時00分	7月7日 17時00分	デシケーター	記入なし	7月7日 17時00分	7月7日 18時00分	7月7日 18時00分	24.5	85
30	乾燥機による乾燥	105	7月3日 15時50分	7月3日 17時50分	デシケーター	ステンレス	7月3日 17時50分	7月3日 18時50分	7月3日 18時50分	27.9	55
31	乾燥機による乾燥	107	7月3日 15時00分	7月3日 17時30分	デシケーター	アクリル	7月3日 17時30分	7月3日 20時00分	7月3日 20時00分	25	70
32	乾燥機による乾燥	105	7月3日 20時00分	7月3日 22時00分	デシケーター	SUS	7月3日 22時00分	7月3日 22時30分	7月3日 22時30分	23	60
33	乾燥機による乾燥	105	7月4日 17時00分	7月4日 19時00分	デシケーター	ガラス	7月4日 19時00分	7月4日 19時30分	7月4日 19時30分	25	60

機関 番号	乾燥				冷却				秤量		
	乾燥方法	温度 (°C)	開始日時	終了日時	放冷場所	デシケーターの 材質	開始日時	終了日時	日時	室温 (°C)	湿度 (%)
34	乾燥機による乾燥	110	7月2日 20時07分	7月3日 9時11分	デシケーター	アクリル	7月3日 9時11分	7月3日 14時55分	7月3日 14時55分	25.1	70

表 14 使用した天秤

機関 番号	設置場所の 温湿度制御		型式	最小表示 (g)	購入年月日	校正実施 第三者機関		自機関での 校正方法	自機関 自機関	校正実施頻度 第三者機関	静電気除去器具
	湿度	温度				有	無				
1	有	有	AX205DR	0.01	2001年8月28日	無	無	—	—	—	使用なし
2	有	無	Sartorius CPA225D	0.00001	2014年2月1日	有	有	標準分銅	1回/日	1回/年	使用なし
3	有	無	METTLER AB204-S	0.0001	2002年12月3日	無	無	—	—	—	使用なし
4	無	無	メトラー・トレド (株)	0.0001	1995年4月20日	有	有	標準分銅	1回/年	1回/年	使用なし
5	有	無	株式会社 エー・アンド・ テイ	0.0001	2011年7月31日	有	無	内臓分銅を使用 した温度変化によ る自動校正	測定時毎	—	使用なし
6	有	有	メトラー・トレド 株式会社	0.0000	1998年7月18日	有	有	標準分銅の測定	1回/日	1回/年	刷毛
7	無	無	AUW220D (株)島津製 作所	0.00001	2008年7月18日	無	有	—	—	1回/年	使用なし
8	無	無	AW320 島津製作所	0.0000	2000年3月31日	有	無	自動校正	1回/月	—	使用なし
9	有	無	ATX224 島津製作所	0.0001	2011年8月9日	有	無	標準分銅	1回/月	—	使用なし
10	無	有	AUW220D 島津製作所	0.0001	2010年4月30日	有	無	繰返し性、偏差誤 差、調整誤差、非 直線性	基準分銅にて 1回/年、週1 回10g分銅に て確認	—	使用なし
11	無	無	LA-230S ザルトリウス	0.0001	2007年3月1日	無	有	—	1回/年	1回/年	使用なし
12	有	無	AE200 メトラー	0.0001	1993年2月1日	有	無	標準分銅	2回/年	—	使用なし
13	無	無	XP205DR メトラー・トレド	0.0001	2005年10月27日	無	有	—	—	不定期	使用なし
14	有	有	AG245 島津製作所	0.0001	1999年7月1日	有	有	標準分銅	1回/半年	1回/年	使用なし
15	有	無	AUW220D 島津製作所	0.00001	2008年2月6日	有	無	標準分銅	1回/年	—	使用なし
16	有	有	メトラー AT-201 株式会社	0.00001	1994年12月26日	無	有	—	使用毎	1回/年	使用なし
17	有	無	MSE-225P- 000-DI sartorius	0.0001	2011年8月31日	無	有	—	—	1回/年	天秤に内蔵
18	無	無	AT200 METTLER	0.0001	1995年9月30日	無	有	—	—	1回/年	使用なし

機関番号	設置場所の温湿度制御		メーカー	型式	最小表示(g)	購入年月日	校正実施		自機関での校正方法	校正実施頻度		静電気除去器具
	湿度	温度					自機関	第三者機関		自機関	第三者機関	
19	有	有	ザルトリクス	RC-210D	0.0000	1991年4月24日	無	有	-	自機関 標準分銅:2 回/年 基準分銅:1 回/日	1回/年	使用なし
20	無	無	オラートレド(株)	AG-245	0.0001	1998年7月1日	有	無	標準分銅	1回/日(日 常点検) 1回/月(定 期点検)	-	使用なし
21	有	無	新光電子株 式会社	HTR-220	0.0001	2014年6月2日	有	無	内蔵分銅	使用の都度	-	使用なし
22	有	無	オラートレド	AB265-S	0.0001	2014年2月1日	有	有	基準分銅	1回/月	1回/3年	使用なし
23	有	無	METTLER TOLEDO 株式会社	AB 204-S	0.0001	2005年7月1日	有	無	標準分銅	2回/年	-	使用なし
24	無	無	エー・アンド・ デイ	HR-202	0.0001	2004年6月20日	有	無	記入なし	標準分銅2 回/年	-	使用なし
25	有	有	ザルトリクス (株)	CPA235D	0.00001	2014年5月26日	無	有	-	-	1回/年	静電気対策用 ひょう皿
26	有	有	オラートレド 株式会社	AT261	0.00001	1992年3月18日	無	有	-	-	1回/年	使用なし
27	有	無	METTLER TOLEDO	XS205DU	0.00001	2005年11月28日	無	有	-	-	1回/2年	使用なし
28	有	無	(株)島津製 作所	AUW220D	0.0001	2008年4月1日	有	無	天秤内蔵分銅に よる自動校正及 び基準分銅によ る校正	自動校正:6 回/日 自機関校正: 1回/月	-	使用なし
29	有	無	ザルトリクス (株)	CP225D	0.00001	2002年5月1日	有	無	標準分銅	自社2次分 銅で校正:作 業前点検	基準分銅:1 回/5年	静電防止皿
30	無	無	オラートレド 株式会社	XS204	0.0001	2009年8月5日	無	有	-	-	1回/年	使用なし
31	有	有	新光電子株 式会社	HTR-220	0.0000	2013年9月6日	有	無	内部分銅による 自動校正	使用の都度	-	導電チエブ一等
32	有	無	島津製作所	AUW220D	0.0000	2014年4月1日	無	有	-	-	1回/年	使用なし
33	無	無	オラートレド 株式会社	AG-245	0.0001	1995年1月15日	有	有	JIS B 7611-1に 準拠	1回/年	1回/3年	使用なし
34	有	無	オラートレド (株)	AG204	0.0001	1997年3月24日	有	有	標準分銅	4回/年	1回/年	静電気除去シート

表 15 棄却された機関及び検査精度が良好でないと評価された機関における、精度管理実施後の対応状況に係るアンケート結果

機関番号	統計上データが逸脱した原因として想定される事項	対応策・検討した事項など
32	重量を測定するにあたり、水分の影響を受けていると思われるため、デシケーターから取り出し、重量を測定するまでの時間に問題があると考えました。	<p>105℃で乾燥後、デシケーターにて放冷した後に重量を測定しますが、この時重量を測定するまでの時間が長いと、重量が増加する傾向がありました。そこで、重量を測定する直前にデシケーターから取り出し、測定することとしました。</p> <p>上記方法で、市販天然水を当社と他機関で測定したところ、同様の値が得られました。</p> <p>◎M1及びM2の乾燥時間並びに放冷時間（規定時間及び延長）による恒量の検討</p> <ul style="list-style-type: none"> ・乾燥時間及び放冷時間の経過による恒量の確認を行い、誤差の有無を検討 <ul style="list-style-type: none"> ・ M1 測定前の乾燥時間による恒量の確認 ・ M2 測定前の乾燥時間及び放冷時間による恒量の確認
33	蒸発皿の M1 乾燥不足及び M2 乾燥不足並びに蒸発乾固不足による恒量差 ・天秤誤差	<p>◎水浴蒸発乾固後、更に加熱時間を延長した場合における M2 の恒量の確認及び検討</p> <ul style="list-style-type: none"> ・蒸発乾固後の水浴上に放置した時間による恒量の確認を行い、誤差の有無を検討 <ul style="list-style-type: none"> ・ M2 測定前の乾燥時間及び放冷時間は公定法に即り、恒量の確認 <p>◎天秤における繰り返し精度の実施</p> <ul style="list-style-type: none"> ・天秤の繰り返し精度の実施 <ul style="list-style-type: none"> ・天秤上に置く位置による繰り返し精度の実施により確認
34	当機関で使用しているニッケル製蒸発皿が、使用年数がかなり経ったものであるため、蒸発皿に蓄積していたミネラル分が吸出し、測定値が大きくなってしまった。	<p><今後の対応策></p> <p>今回の精度管理の結果を踏まえ実施者の CV 値は 1%程度と精度は悪くない為、上記の検討を行った。</p> <p>その結果、蒸発乾固後、更に加熱時間を延長した場合において多少差が見られた為、蒸発乾固後の加熱時間を延長し、その後の作業に移ることとした。</p> <p>以上を踏まえ、機液試料を調整し、実施者の精度管理を実施し良好であった。</p> <p>新規に蒸発皿を購入し、精度管理で用いられたものと同じの試料の測定を行い、確認する。</p> <p>水道水質検査優良試験所規範（水道 GLP）に基づき是正処置を実施中。</p>

平成 26 年度 第 1 回水質検査外部精度管理実施要領

1 試験項目

蒸発残留物

2 配付試料

約 1L (1L 用ポリエチレン瓶 1 本)

3 試料の取り扱い

- (1) 試料は、到着後、試験を開始するまで冷蔵庫などの冷暗所に保存してください。ただし、凍結はさせないでください。
- (2) 試験終了後、試料は各機関の廃棄方法に従って適正に処分してください。

4 試験方法

- (1) 日常業務で使用している検査実施標準作業書 (SOP) に従って試験を実施してください。
- (2) 試料の一定量を 5 つの容器に分取し、各々について測定を行い、各測定濃度を試験結果報告書に記入してください。測定は、必ず測定時間、測定者、測定機器、測定条件、測定場所を同一にして行ってください。

5 試験結果報告書記入の際の注意点

(1) 共通事項

- ① 書式・記入順序は変更しないでください。
- ② 数値は半角、年月日の年は西暦で記入してください。

(2) シート A

- ① 試料の測定濃度を報告してください。
- ② 測定濃度は【mg/L】で表し、統計処理の都合上、有効数字 3 桁で記入してください。

(3) シート B

- ① 選択式の設問はリストから選択して回答するなど、各回答欄の注意事項に従って記入してください。
- ② 室温、湿度等を測定していない場合は空欄にしてください。
- ③ 各設問の回答に際し、特記事項がある場合はシート下部の特記事項欄に記入してください。

6 提出書類等

提出書類等の内容	提出方法、提出先
(1) 試験結果報告書のエクセルファイル ※ ファイル名は次の例に従って機関名としてください。 例：(一財)〇〇検査センター、△△市水道局水道課	ファイルをメールで提出 (メールアドレス) eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp
(2) 以下の作業書、記録等の写し <ul style="list-style-type: none"> ・ 試験結果報告書のエクセルファイルをプリントアウトしたもの(シートA、B及びC) ・ 日常業務で使用している「蒸発残留物」の検査実施標準作業書(SOP)及び操作手順を示したフローシート等 ・ 測定に係る作業記録(秤量記録を含む) ・ 測定結果の計算過程を記載したメモ等 	全てA4サイズに形式を揃えて書類(紙)で提出 (提出先) 〒260-8715 千葉市中央区仁戸名町 666-2 千葉県衛生研究所 生活環境研究室 担当：関根、田中
(3) その他 ※ 試験結果を得るために必要な全ての情報について、時系列で並べ、第三者が理解できるようにまとめてください。	

7 提出期限

平成26年7月16日(水)消印有効

※メールについては、平成26年7月16日(水)午後11時59分を期限とします。

8 評価方法

検査精度が良好でないと評価する基準は、次のとおりとする。

- (1) 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
- (2) 変動係数が10%を超えた場合

9 問い合わせ先

千葉県衛生研究所 生活環境研究室 (担当：関根、田中)

Tel：043-266-7983、Fax：043-265-5544

整理番号※

※記入しないでください。

試験結果報告書(蒸発残留物)

試験機関名	
試料到着日時	
試験開始日時	←2014/5/31 11:00 のように記入してください。
試験終了日時	
試料の保存温度(°C)	←小数点以下は四捨五入の上、半角整数で記入すること。 単位が自動で入ります。
試験担当者(蒸発残留物)の経験年数(年)	←小数点以下は切り捨ての上、半角整数で記入すること。 単位が自動で入ります。
試料番号	←試料容器に貼付したラベルに記載してあります。

試験方法

※用いた試験方法をリストから選択してください。

測定濃度(mg/L) ※有効数字は3桁で記入してください。

測定濃度1		mg/L
測定濃度2		mg/L
測定濃度3		mg/L
測定濃度4		mg/L
測定濃度5		mg/L

生データ(g)

	1	2	3	4	5
蒸発皿(風袋)の質量(g)					
蒸発皿(乾燥後)の質量(g)					

定量下限値

※設定法をリストから選択してください。

〔その他〕を選択したときは方法を記入してください。

定量下限値(mg/L)		mg/L
-------------	--	------

設問		回答記入欄	「その他」を選択した場合の記入欄
蒸発皿(風袋)の準備	1	蒸発皿の材質	
	2	蒸発皿の容量(mL)	←半角で記入すること。単位が自動で入ります。
	3	蒸発皿(風袋)の乾燥温度(°C)	←半角で記入すること。単位が自動で入ります。
	4	蒸発皿(風袋)の乾燥開始日時	←2014/5/31 11:00のように記入すること。
	5	蒸発皿(風袋)の乾燥終了日時	←2014/5/31 11:00のように記入すること。
	6	蒸発皿(風袋)の放冷場所	
	7	蒸発皿(風袋)の放冷開始日時	←2014/5/31 11:00のように記入すること。
	8	蒸発皿(風袋)の放冷終了日時	←2014/5/31 11:00のように記入すること。
	9	蒸発皿(風袋)の秤量日時	←2014/5/31 11:00のように記入すること。
	10	蒸発皿(風袋)秤量時の室温(°C)	←半角で記入すること。単位が自動で入ります。
	11	蒸発皿(風袋)秤量時の湿度(%)	←半角で記入すること。単位が自動で入ります。
試験操作	12	蒸発皿の持ち方	
	13	配付試料採取量(mL)	←半角で記入すること。単位が自動で入ります。
	14	配付試料採取に用いた器具	
	15	蒸発乾固に用いた器具	
	16	水浴の設置場所	
	17	水浴に用いた水	
	18	水浴の熱源	
	19	蒸発乾固温度(°C)	←半角で記入すること。単位が自動で入ります。
	20	蒸発乾固開始日時	←2014/5/31 11:00のように記入すること。
	21	蒸発乾固終了日時	←2014/5/31 11:00のように記入すること。
	22	蒸発乾固後の乾燥方法	
	23	蒸発乾固後の乾燥温度(°C)	←半角で記入すること。単位が自動で入ります。
	24	蒸発乾固後の乾燥開始日時	←2014/5/31 11:00のように記入すること。
	25	蒸発乾固後の乾燥終了日時	←2014/5/31 11:00のように記入すること。
	26	蒸発皿(乾燥後)の放冷場所	
	27	蒸発皿(乾燥後)の放冷開始日時	←2014/5/31 11:00のように記入すること。
	28	蒸発皿(乾燥後)の放冷終了日時	←2014/5/31 11:00のように記入すること。
29	蒸発皿(乾燥後)の秤量日時	←2014/5/31 11:00のように記入すること。	
30	蒸発皿(乾燥後)秤量時の室温(°C)	←半角で記入すること。単位が自動で入ります。	
31	蒸発皿(乾燥後)秤量時の湿度(%)	←半角で記入すること。単位が自動で入ります。	
使用した天秤	32	設置場所の温湿度制御の有無	
	33	使用した天秤のメーカー	
	34	使用した天秤の型式	
	35	使用した天秤の最小表示(g)	←半角で記入すること。単位が自動で入ります。
	36	使用した天秤の購入年月日	←2014/5/31のように記入すること。
	37	使用した天秤の校正の実施の有無	
	38	使用した天秤の校正の実施頻度	←第三者機関校正(1回/年、自機関校正(標準分銅)1回/月)のように具体的に記入すること。
	39	静電気除去器具の使用の有無	

<特記事項>*設問の回答に際して特記事項がある場合は下欄に記入してください。

--

整理番号*	0
-------	---

※記入しないでください。

試験上の留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等を記入してください。

--

本精度管理に関する御意見を記入してください。(今後の参考にいたします。)

--

今回提出していただいた精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用させていただきます。その場合、解析結果はホームページや学会等で公表されますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

Ⅲ 第2回外部精度管理

1 実施の概要

(1) 実施項目

陰イオン界面活性剤

(2) 参加機関

27 機関

なお、参加機関の内訳は、水道事業者等の水質検査機関 4 機関、地方公共団体の機関 1 機関、登録水質検査機関 22 機関であった。

(3) 試料の濃度設定

陰イオン界面活性剤は、炭素数の異なる 5 成分¹⁾の合計濃度として水質基準値(0.2mg/L)が設定されているが、浄水から検出される頻度は少ないことから、今回の精度管理調査では、一成分の濃度として「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法」(平成 15 年厚生労働省告示第 261 号) (以下「告示法」という。)に規定されている検量線濃度範囲 (0.02~0.5mg/L) の下限付近の精度を調査することを目的とした。

また、市販洗剤における 5 成分の含有濃度比は「概ね C10:10%、C11:35%、C12:35%、C13:20%、C14:1%以下」と報告されている²⁾。C13 及び C14 は、市販洗剤における含有濃度比は小さいが、高速液体クロマトグラフによる分離において溶出が遅く、定量精度にピーク形状の影響を受けやすいことから、これら 2 成分を添加することとした。

以上のことから、試料の濃度を陰イオン界面活性剤の合計として 0.06mg/L (内訳は C13:0.03mg/L、C14:0.03mg/L) に設定した。

ただし、実際に配付する試料の濃度は、その 10 倍の濃度とし、各機関が希釈を行った上で測定を行うこととした。

注 1) デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム (C10)、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム (C11)、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム (C12)、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム (C13)、テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム (C14)

注 2) 日本水道協会、水質基準改正に伴う検査方法の検討に係る資料集、水道協会雑誌、73(3)、21-47、2004

(4) 設定濃度の経時変化確認

(3) で設定した濃度の試料について、保存期間中の経時変化の確認を行った。

「平成 26 年度第 2 回水質検査外部精度管理作業手順書」(以下「作業手順書」という。)に従って調製した試料を保存し、調製日当日 (0 日目)、2 日目、5 日目、9 日目及び 16 日目に各日 5 本を 10 倍に希釈し、告示法の別表第 24「固相抽出—高速液体クロマトグラフ法」に従って測定した。なお、試料調製後 2 日目は、「平成 26 年度第 2 回水質検査外部精度管理実施要領」(以下「実施要領」という。)において参加機関に示した「試料採取日」、5 日目は、告示法で示されている試験実施期限の「72 時間目」に該当する。

設定濃度の保存期間中の経時変化を表1に示した。陰イオン界面活性剤の合計、C13、C14の濃度の平均値はそれぞれ0.0598mg/L、0.0312mg/L、0.0287mg/Lであり、変動係数はそれぞれ2.51%、2.74%、2.25%であった。このことから、(3)で設定した濃度の試料は、保存による影響及び作業手順書で用いた機材及び容器などによる影響を受けないと判断した。

表1 設定濃度の保存期間中の経時変化

	保存期間別測定値 (mg/L)					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
	0日目	2日目	5日目	9日目	16日目			
合計	0.0600	0.0602	0.0621	0.0587	0.0583	0.0598	0.00150	2.51
C13	0.0313	0.0313	0.0325	0.0305	0.0303	0.0312	0.000856	2.74
C14	0.0287	0.0288	0.0296	0.0282	0.0280	0.0287	0.000646	2.25

注) 測定値は5本測定の平均値

(5) 配付試料

作業手順書に従って、超純水にトリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液を添加し、陰イオン界面活性剤の合計濃度として0.6mg/Lとなるよう調製したものを試料とした。平成26年10月20日に調製後、分注・梱包し冷蔵室(4℃)に保存した。以下調製試料について示した。

ア 標準品

- ・「トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液」1mg/mL
(和光純薬工業社製 Lot No.AWF1477 保証期限 2016年11月)
- ・「テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液」1mg/mL
(和光純薬工業社製 Lot No.AWH6262 保証期限 2016年9月)

イ 試料調製用超純水

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。なお、この超純水中に妨害物質が含まれていないことを事前に確認した。

(超純水製造装置: Millipore社製 Milli-Q® Advantage A10®)

ウ 試料の調製

トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液、テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液各10mLを褐色試薬瓶に採り、転倒混和し、混合標準液を調製した。超純水を5Lメスフラスコに受け、ここに混合標準液を3mL添加し、定容の上、転倒攪拌し、36Lステンレスタンクに注いだ。この操作を6回繰り返し、計30Lの試料を調製した。

エ 配付試料の梱包及び配付方法

「300mL褐色ガラス瓶+ポリテトラフルオロエチレン貼り蓋」(満水時の容量は約400mL)57本に試料を注ぎ満水にし、蓋を閉めた後パラフィルムで巻いた。これをファスナー付きビニール袋(ラミジップ遮光タイプ)に入れた後、ダンボール箱に入れ、ガムテープで封をし、冷蔵室(4℃)で保存した。翌日、配送業者に26機関分の配付試料の冷蔵配送を依頼した。1機関に対しては当所で直接試料を配付した。

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

配付試料の容器間の均一性を確認するために、調製した試料から無作為に5本の試料を抜き取り、調製日当日(0日目)に10倍に希釈し、告示法に従って測定した。

この結果を、配付試料の容器間の均一性として表2に示した。陰イオン界面活性剤の合計、C13、C14の濃度の平均値はそれぞれ0.0607mg/L、0.0315mg/L、0.0292mg/Lであり、変動係数はそれぞれ6.32%、6.44%、6.21%であった。

表2 配付試料の容器間の均一性

	容器別測定値 (mg/L)					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
	1本目	2本目	3本目	4本目	5本目			
合計	0.0603	0.0585	0.0613	0.0566	0.0668	0.0607	0.00384	6.32
C13	0.0314	0.0302	0.0318	0.0294	0.0347	0.0315	0.00203	6.44
C14	0.0290	0.0283	0.0295	0.0272	0.0321	0.0292	0.00181	6.21

次に配付試料の保存期間中の経時変化を確認するために、配付試料を実施要領に基づいて保存し、無作為に各日5本の試料を抜き取り、配付試料調製後2日目、5日目、9日目及び16日目に10倍に希釈し、告示法に従って測定した結果を表3に示した。なお、0日目の測定値は表2の平均値を用いた。陰イオン界面活性剤の合計、C13、C14の濃度の平均値はそれぞれ0.0599mg/L、0.0311mg/L、0.0288mg/Lであり、変動係数はそれぞれ4.38%、4.41%、4.34%であった。

表3 配付試料の保存期間中の経時変化

	保存期間別測定値 (mg/L)					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
	0日目	2日目	5日目	9日目	16日目			
合計	0.0607	0.0584	0.0634	0.0564	0.0607	0.0599	0.00262	4.38
C13	0.0315	0.0303	0.0329	0.0293	0.0315	0.0311	0.00137	4.41
C14	0.0292	0.0281	0.0304	0.0271	0.0292	0.0288	0.00125	4.34

注) 測定値は5本測定の平均値

(6) 実施期間

ア 試料発送年月日

平成26年10月21日(火)

イ 報告書等の提出期限

電子ファイル：平成26年11月5日(水)午後11時59分

書類(紙)：平成26年11月5日(水)消印有効

(7) 実施方法

参加機関は、実施要領に従い各機関の検査実施標準作業書（以下「SOP」という。）により試験し、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。なお、その報告値については統計処理の都合上、有効数字を3桁とした。

(8) 評価基準

参加機関の平均値を用いて、危険率5%でGrubbsの棄却検定を行い、棄却された機関を除きZスコアを求めた。なお、陰イオン界面活性剤の対象となる5成分の合計濃度及びそれぞれの成分の濃度について評価した。

以下の評価基準ア、イのいずれかに当てはまる場合、検査精度が良好でないと評価した。

ア 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

イ 報告値の変動係数が20%を超えた場合

2 実施結果及び評価

(1) 報告データ数及び試験方法

参加機関数が27であり、陰イオン界面活性剤の対象となる5成分の合計濃度及びそれぞれの成分の濃度の報告を求めたため、データ数は162(27×6項目)であった。試験方法は、全ての機関が告示法別表第24「固相抽出—高速液体クロマトグラフ法」に従って実施していた。

(2) 実施結果

ア 合計、C13、C14

全参加機関27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結果、合計、C13及びC14において、同一の2機関が棄却された。この2機関を除いた後、機関の平均値（合計）の昇順（小→大）でNo.1から25までの昇順番号を付け、以降、当該昇順番号を機関番号としてデータ集計を行った。参加機関における配付試料の報告値を表4-1、5-1及び6-1に示した。ただし、機関番号7は、有効数字2桁での報告であったが、有効数字3桁目を0とみなして統計処理を行った。

また、棄却された機関についても機関の平均値（合計）の昇順（小→大）でNo.26、27と昇順番号を付け、これを機関番号とした。棄却された機関における配付試料の報告値を表4-2、5-2及び6-2に示した。なお、棄却された機関に対しては、精度管理実施後の対応状況についてアンケート調査を行った。

イ C10、C11、C12

全ての参加機関において、報告値は定量下限値未満であった。ただし、機関番号19は、C11の報告において試料2が空欄となっていたが、試料1及び3～5は「0」と記載されていたため、試料2を「0」とみなした。

表 4-1 参加機関（棄却された機関を除く）における配付試料¹⁾の報告値【合計】

機関 番号 ²⁾	5回測定の結果					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)	Zスコア ³⁾	誤差率 ⁴⁾ (%)
	1	2	3	4	5					
1	0.0504	0.0439	0.0467	0.0447	0.0408	0.04530	0.00355	7.8	-3.4	-22.3
2	0.0519	0.0520	0.0516	0.0508	0.0506	0.05138	0.00064	1.2	-1.8	-11.8
3	0.0531	0.0533	0.0532	0.0536	0.0555	0.05374	0.00100	1.9	-1.2	-7.8
4	0.0530	0.0543	0.0549	0.0540	0.0540	0.05404	0.00069	1.3	-1.1	-7.3
5	0.0564	0.0567	0.0517	0.0552	0.0527	0.05454	0.00224	4.1	-1.0	-6.4
6	0.0541	0.0523	0.0581	0.0538	0.0548	0.05462	0.00215	3.9	-0.9	-6.3
7 ⁵⁾	0.055	0.055	0.055	0.055	0.054	0.05480	0.00045	0.8	-0.9	-6.0
8	0.0565	0.0567	0.0582	0.0566	0.0574	0.05708	0.00072	1.3	-0.3	-2.1
9	0.0616	0.0624	0.0566	0.0533	0.0532	0.05742	0.00441	7.7	-0.2	-1.5
10	0.0582	0.0618	0.0557	0.0582	0.0554	0.05786	0.00257	4.4	-0.1	-0.7
11	0.0560	0.0576	0.0551	0.0617	0.0593	0.05794	0.00264	4.6	-0.1	-0.6
12	0.0627	0.0580	0.0579	0.0582	0.0534	0.05804	0.00329	5.7	-0.1	-0.4
13	0.0566	0.0564	0.0596	0.0586	0.0602	0.05828	0.00172	3.0	0.0	0.0
14	0.0583	0.0578	0.0574	0.0590	0.0603	0.05856	0.00114	1.9	0.1	0.5
15	0.0583	0.0580	0.0609	0.0578	0.0595	0.05890	0.00130	2.2	0.2	1.1
16	0.0583	0.0597	0.0609	0.0592	0.0607	0.05976	0.00108	1.8	0.4	2.5
17	0.0608	0.0600	0.0612	0.0589	0.0583	0.05984	0.00123	2.1	0.4	2.7
18	0.0593	0.0596	0.0604	0.0606	0.0596	0.05990	0.00057	0.9	0.4	2.8
19	0.0596	0.0596	0.0607	0.0595	0.0607	0.06002	0.00062	1.0	0.4	3.0
20	0.0598	0.0585	0.0620	0.0594	0.0616	0.06026	0.00149	2.5	0.5	3.4
21	0.0598	0.0599	0.0606	0.0615	0.0601	0.06038	0.00070	1.2	0.5	3.6
22	0.0614	0.0607	0.0636	0.0581	0.0619	0.06114	0.00201	3.3	0.7	4.9
23	0.0643	0.0598	0.0587	0.0617	0.0614	0.06118	0.00213	3.5	0.7	5.0
24	0.0624	0.0630	0.0628	0.0621	0.0590	0.06186	0.00164	2.6	0.9	6.1
25	0.0646	0.0674	0.0686	0.0687	0.0675	0.06736	0.00166	2.5	2.3	15.6

表 4-2 棄却された機関における配付試料¹⁾の報告値【合計】

機関 番号 ²⁾	5回測定の結果					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
26	0.0361	0.0374	0.0397	0.0372	0.0388	0.03764	0.00175	4.7
27	0.568	0.596	0.577	0.609	0.568	0.58360	0.01823	3.1

注の説明書きは、39ページを参照

表 5-1 参加機関（棄却された機関を除く）における配付試料¹⁾の報告値【C13】

機関 番号 ²⁾	5回測定の結果					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)	Zスコア ³⁾	誤差率 ⁴⁾ (%)
	1	2	3	4	5					
1	0.0260	0.0227	0.0239	0.0230	0.0212	0.02336	0.00177	7.6	-3.5	-22.6
2	0.0269	0.0269	0.0266	0.0258	0.0261	0.02646	0.00049	1.9	-1.9	-12.4
5	0.0288	0.0288	0.0261	0.0277	0.0272	0.02772	0.00114	4.1	-1.3	-8.2
6	0.0282	0.0266	0.0304	0.0282	0.0283	0.02834	0.00135	4.8	-1.0	-6.2
3	0.0282	0.0284	0.0283	0.0281	0.0292	0.02844	0.00044	1.5	-0.9	-5.8
9	0.0307	0.0306	0.0285	0.0267	0.0261	0.02852	0.00214	7.5	-0.9	-5.6
4	0.0280	0.0288	0.0293	0.0286	0.0288	0.02870	0.00047	1.6	-0.8	-5.0
25	0.0271	0.0290	0.0294	0.0298	0.0290	0.02886	0.00104	3.6	-0.7	-4.4
8	0.0287	0.0288	0.0297	0.0289	0.0292	0.02906	0.00040	1.4	-0.6	-3.8
15	0.0297	0.0294	0.0309	0.0291	0.0299	0.02980	0.00069	2.3	-0.2	-1.3
12	0.0324	0.0300	0.0300	0.0301	0.0275	0.03000	0.00173	5.8	-0.1	-0.7
11	0.0292	0.0302	0.0288	0.0315	0.0305	0.03004	0.00107	3.6	-0.1	-0.5
7 ⁵⁾	0.031	0.030	0.030	0.030	0.030	0.03020	0.00045	1.5	0.0	0.0
13	0.0293	0.0293	0.0309	0.0308	0.0313	0.03032	0.00095	3.1	0.1	0.4
10	0.0308	0.0326	0.0293	0.0307	0.0292	0.03052	0.00138	4.5	0.2	1.1
16	0.0305	0.0309	0.0317	0.0307	0.0312	0.03100	0.00047	1.5	0.4	2.6
20	0.0317	0.0303	0.0313	0.0302	0.0320	0.03110	0.00082	2.6	0.5	3.0
19	0.0307	0.0311	0.0317	0.0310	0.0319	0.03128	0.00050	1.6	0.6	3.6
17	0.0315	0.0317	0.0322	0.0309	0.0304	0.03134	0.00070	2.2	0.6	3.8
22	0.0320	0.0312	0.0328	0.0301	0.0319	0.03160	0.00101	3.2	0.7	4.6
14	0.0317	0.0310	0.0312	0.0318	0.0323	0.03160	0.00051	1.6	0.7	4.6
18	0.0317	0.0314	0.0320	0.0322	0.0318	0.03182	0.00030	1.0	0.8	5.4
21	0.0316	0.0315	0.0321	0.0324	0.0318	0.03188	0.00037	1.2	0.9	5.6
24	0.0330	0.0330	0.0331	0.0327	0.0313	0.03262	0.00075	2.3	1.2	8.0
23	0.0351	0.0321	0.0308	0.0329	0.0328	0.03274	0.00156	4.8	1.3	8.4

表 5-2 棄却された機関における配付試料¹⁾の報告値【C13】

機関 番号 ⁶⁾	5回測定の結果					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
26	0.0199	0.0211	0.0223	0.0211	0.0221	0.02130	0.00096	4.5
27	0.299	0.309	0.307	0.319	0.293	0.30540	0.00994	3.3

注の説明書きは、39ページを参照

表 6-1 参加機関（棄却された機関を除く）における配付試料¹⁾の報告値【C14】

機関 番号 ²⁾	5回測定の結果					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)	Zスコア ³⁾	誤差率 ⁴⁾ (%)
	1	2	3	4	5					
1	0.0244	0.0212	0.0228	0.0217	0.0196	0.02194	0.00179	8.2	-3.6	-21.7
7 ⁵⁾	0.024	0.025	0.025	0.025	0.024	0.02460	0.00055	2.2	-2.0	-12.2
2	0.0250	0.0251	0.0250	0.0250	0.0245	0.02492	0.00024	1.0	-1.9	-11.1
3	0.0249	0.0249	0.0249	0.0255	0.0263	0.02530	0.00062	2.4	-1.6	-9.7
4	0.0250	0.0255	0.0256	0.0254	0.0252	0.02534	0.00024	1.0	-1.6	-9.6
6	0.0259	0.0257	0.0277	0.0256	0.0265	0.02628	0.00087	3.3	-1.0	-6.2
25	0.0255	0.0264	0.0272	0.0269	0.0264	0.02648	0.00065	2.4	-0.9	-5.5
5	0.0276	0.0279	0.0256	0.0275	0.0255	0.02682	0.00117	4.4	-0.7	-4.3
14	0.0266	0.0268	0.0262	0.0272	0.0280	0.02696	0.00068	2.5	-0.6	-3.8
10	0.0274	0.0292	0.0264	0.0275	0.0262	0.02734	0.00119	4.4	-0.4	-2.4
11	0.0268	0.0274	0.0263	0.0302	0.0288	0.02790	0.00159	5.7	-0.1	-0.4
13	0.0273	0.0271	0.0286	0.0278	0.0289	0.02794	0.00079	2.8	0.0	-0.3
8	0.0278	0.0279	0.0285	0.0277	0.0282	0.02802	0.00033	1.2	0.0	0.0
12	0.0303	0.0280	0.0279	0.0281	0.0259	0.02804	0.00156	5.6	0.0	0.1
18	0.0276	0.0281	0.0285	0.0284	0.0278	0.02808	0.00038	1.4	0.0	0.2
23	0.0292	0.0277	0.0279	0.0288	0.0286	0.02844	0.00063	2.2	0.3	1.5
17	0.0293	0.0283	0.0290	0.0280	0.0279	0.02850	0.00062	2.2	0.3	1.7
21	0.0282	0.0284	0.0285	0.0291	0.0283	0.02850	0.00035	1.2	0.3	1.7
19	0.0289	0.0285	0.0290	0.0285	0.0288	0.02874	0.00023	0.8	0.4	2.6
16	0.0278	0.0288	0.0293	0.0285	0.0295	0.02878	0.00068	2.3	0.5	2.7
9	0.0309	0.0318	0.0281	0.0266	0.0271	0.02890	0.00232	8.0	0.5	3.1
15	0.0286	0.0286	0.0300	0.0287	0.0296	0.02910	0.00066	2.3	0.6	3.9
20	0.0282	0.0282	0.0307	0.0293	0.0296	0.02920	0.00105	3.6	0.7	4.2
24	0.0294	0.0300	0.0297	0.0294	0.0277	0.02924	0.00090	3.1	0.7	4.4
22	0.0294	0.0295	0.0308	0.0281	0.0301	0.02958	0.00100	3.4	0.9	5.6

表 6-2 棄却された機関における配付試料¹⁾の報告値【C14】

機関 番号 ²⁾	5回測定の結果					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
26	0.0152	0.0163	0.0174	0.0161	0.0167	0.01634	0.00081	4.9
27	0.269	0.287	0.270	0.290	0.275	0.27820	0.00973	3.5

注の説明書きは、39ページを参照

- 注1) 配付試料は、超純水にトリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液 (1mg/mL) 及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液 (1mg/mL) を添加し、10倍希釈後の濃度が陰イオン界面活性剤の合計として 0.06mg/L (内訳は C13 : 0.03mg/L, C14 : 0.03mg/L) になるよう調製したものである。
- 注2) 機関番号 (棄却された機関を除く) は、配付試料の測定値 (合計) の平均値を、小から大に並び替えたデータ集計用の番号である。
- 注3) Zスコアは中央値から計算した。
- 注4) 誤差率は中央値からの誤差で計算した。
- 注5) 機関番号 7 は、有効数字 2桁での報告であったが、3桁目を 0 とみなして統計処理を行った。
- 注6) 棄却された機関における機関番号は、測定値の平均値を小から大に並び替えたデータ集計用の番号である。

(3) 基本統計量及びヒストグラム

基本統計量を表 7、各機関における報告値の平均値のヒストグラムを図 1-1 及び 1-2 に示した。

表 7 基本統計量

	合計	C13	C14
データ数	25	25	25
最大値 (mg/L)	0.06736	0.03274	0.02958
第 3 四分位 (mg/L)	0.06002	0.03134	0.02874
中央値 (mg/L)	0.05828	0.03020	0.02802
第 1 四分位 (mg/L)	0.05480	0.02870	0.02648
最小値 (mg/L)	0.04530	0.02336	0.02194
標準偏差 (mg/L)	0.00419	0.00209	0.00183
平均値 (mg/L)	0.05777	0.02989	0.02740

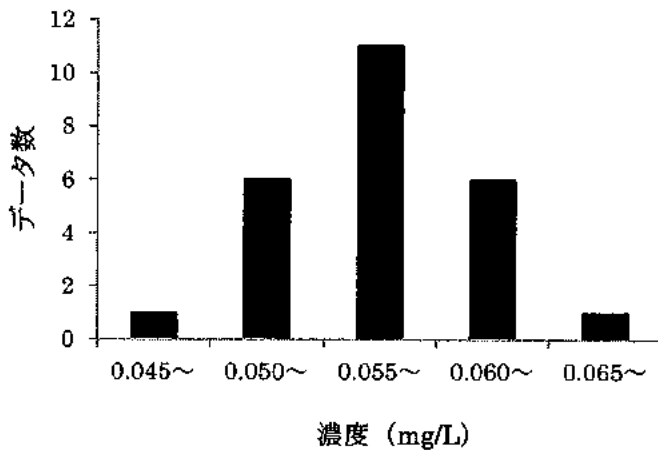


図 1-1 各機関における報告値の平均値のヒストグラム (合計)

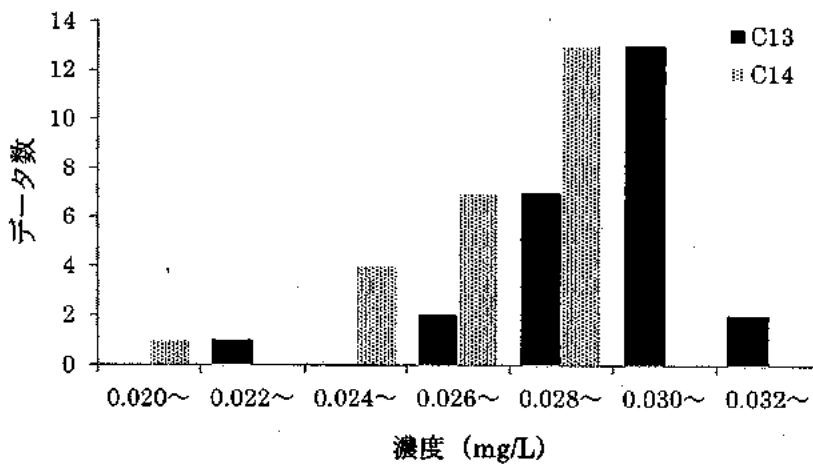


図 1-2 各機関における報告値の平均値のヒストグラム (C13 及び C14)

(4) 評価

ア 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

合計、C13及びC14において、同一の1機関が該当した。

イ 報告値の変動係数が20%を超えた機関

該当する機関はなかった。

したがって、検査精度が良好でないと評価された機関が1機関あった。検査精度が良好でないと評価された1機関に、精度管理実施後の対応状況についてアンケート調査を行った。

3 データ集計及び解析

(1) 試験担当者の経験年数

試験担当者の経験年数別の基本統計量を表8に示した。3年未満群と3年以上群でt検定を行ったところ、合計、C13及びC14の報告値に有意差は認められなかった(有意水準5%)。

表8 経験年数別の基本統計量

	経験年数	機関数	平均値 (mg/L)	分散	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
合計	3年未満	14	0.0573	2.09×10^{-5}	0.00457	7.98
	3年以上	11	0.0583	1.43×10^{-5}	0.00379	6.49
C13	3年未満	14	0.0298	6.25×10^{-6}	0.00250	8.39
	3年以上	11	0.0300	2.37×10^{-6}	0.00154	5.13
C14	3年未満	14	0.0273	4.46×10^{-6}	0.00211	7.73
	3年以上	11	0.0275	2.24×10^{-6}	0.00150	5.45

(2) 試験実施日時及び試料保存温度

本精度管理では、参加機関によって試料の到着時刻が異なるため、試料の到着時刻を基準として試験開始までに要した時間を算出し、集計した。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、72時間以内に試験する」と規定されているが、72時間を超えて(6日後)試験を開始していた機関が1機関(機関番号20)あった。しかし、SOPには72時間以内に試験することが記載されていた。

機関番号11は、試験終了日を「12月23日」と記載していたが、「10月23日」の誤りだと思われた。

試料の保存温度については、試料到着日に試験を開始していなかった13機関はいずれも2~9.2℃で保存していた。

(3) 前処理

ア 配付試料の希釈方法

実施要領にて、試験実施に際しては、各参加機関において配付試料を正確に10倍に希釈したものを試験用試料とするよう指示した。

配付試料をホールピペットでメスフラスコに採り定容していた機関が 15 機関、配付試料をメスシリンダーでメスフラスコに採り定容していた機関が 3 機関（機関番号 12、17、22）、配付試料をメスフラスコでメスフラスコに採り定容していた機関が 1 機関（機関番号 6）、配付試料をホールピペットで有栓メスシリンダーに採り定容していた機関が 1 機関（機関番号 4）、メスシリンダーで量り採った配付試料及び精製水を混合していた機関が 3 機関（機関番号 8、11、20）、ホールピペットで量り採った配付試料をメスシリンダーで量り採った精製水と混合していた機関が 1 機関（機関番号 2）、配付試料を採取した器具が不明であったがメスフラスコで定容していた機関が 1 機関（機関番号 19）あった。

イ 試験用試料の希釈方法

試験用試料の C13 及び C14 の濃度が検量線濃度範囲を超えていた機関が 4 機関（機関番号 13、18、21、22）あった。

試料の希釈について告示法では、試料に精製水を加えて 500mL に調製するよう規定されているが、機関番号 13 は、「固相抽出し最終液量を 2mL としてから、2 倍希釈して測定」を行っていた。しかし、SOP には「定量範囲の上限を超えた場合は、定量範囲になるように検水を精製水で希釈する」と記載されていた。

ウ 固相カラムの種類及びコンディショニング

固相カラムの種類について告示法では、「スチレンジビニルベンゼン共重合体若しくはオクタデシルシリル基を化学結合したシリカゲルを詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの」と規定されている。スチレンジビニルベンゼン共重合体系が 16 機関、シリカゲル系が 9 機関あった。

固相カラム種類別の基本統計量を表 9 に示した。スチレンジビニルベンゼン共重合体系群とシリカゲル系群で t 検定を行ったところ、合計、C13 及び C14 の報告値に有意差は認められなかった（有意水準 5%）。

また、コンディショニングについて告示法では「メチルアルコール 5ml、精製水 5ml を順次注入する」と規定されているが、機関番号 6 は、メチルアルコール 5mL、精製水 10mL、機関番号 8 はメチルアルコール 10mL、精製水 10mL を順次注入していた。

表 9 固相カラム種類別の基本統計量

	固相カラムの種類	機関数	平均値 (mg/L)	分散	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
合計	スチレン	16	0.0586	6.98×10^{-6}	0.00264	4.51
	シリカゲル	9	0.0564	3.60×10^{-5}	0.00600	10.65
C13	スチレン	16	0.0304	2.42×10^{-6}	0.00156	5.12
	シリカゲル	9	0.0290	7.36×10^{-6}	0.00271	9.34
C14	スチレン	16	0.0279	1.51×10^{-6}	0.00123	4.41
	シリカゲル	9	0.0265	5.77×10^{-6}	0.00240	9.07

注) スチレン：スチレンジビニルベンゼン共重合体

エ 試料の通水

試料量について、500mLが23機関、150mLが1機関（機関番号18）、150mL及び250mLが1機関（機関番号22）あった。機関番号18及び22は、150mL又は250mLの試験用試料に精製水を加えて500mLにしたものを通水しており、通水量としては、全ての参加機関において告示法のとおり500mLであった。

試料量の計量方法について、計量器具を使用していた機関が14機関、固相抽出装置で設定していた機関が10機関、その他の機関（500mLピーカーの目盛を使用）が1機関（機関番号12）あった。

通水の流速について告示法では、毎分約30mLと規定されており、毎分30mLが22機関（このうち1機関は毎分約30mL）、毎分25mLが2機関（機関番号17、24）、毎分20mL（機関番号11）が1機関あった。

オ 溶出及び濃縮

告示法では、「固相カラムの上端からメチルアルコール5mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて2mlとし、これを試験溶液とする」と規定されているが、告示法と異なる操作を行っていた機関が3機関（機関番号9、23、24）あった。機関番号9は4mLで溶出していたが、SOPには5mLで溶出することが記載されていた。機関番号23は3mLで溶出し、最終液量を1mLにしていたが、SOPには5mLで溶出し、最終液量を2mLにすることが記載されていた。機関番号24は、窒素ガスの吹き付けを行っておらず、SOPにも記載されていなかった。

窒素ガスの吹き付けを行っていた24機関についてその方法を確認したところ、温度について、室温であった機関が3機関、加温（25～50℃）していた機関が19機関、記載されていなかった機関が2機関あった。時間について、15～30分で行っていた機関が12機関、40～60分で行っていた機関が6機関、80～120分で行っていた機関が3機関、記載されていなかった機関が3機関あった。流量について、流速による調整を行っていた機関が5機関、圧力による調整を行っていた機関が6機関、不明及び記載されていなかった機関が13機関あった。

溶出液を採った器具として、目盛付試験管、濃縮管、スピッツ管、遠沈管、アキュチュールが使用されていた。

(4) 検量線の作成、定量下限値及び妥当性評価

ア 標準原液及び標準液

標準原液は、全ての機関において市販の標準原液を使用しており、全て保証期限内であった。単品を使用していた機関が2機関、混合品を使用していた機関が23機関あった。

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が、機関番号8は、8月29日に調製していた。しかし、SOPには使用の都度調製することが記載されていた。

イ 使用器具

検量線の作成について告示法では、「陰イオン界面活性剤標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれにメチルアルコールを加えて100mlとする」と規定されているが、100mL以外のメスフラスコを使用していた機関が18機関あった。

標準液添加に使用した器具として、ホールピペット、マイクロシリンジ、マイクロピペットが挙げられた。機関番号21は、標準液0.2mL、0.4mL、0.6mL、0.8mLを添加するのにそれぞれホールピペット2mL、4mL、6mL、8mLを使用していた。SOPを確認したところ、標準液の添加量が「2mL、4mL、6mL、8mL」と記載されていたため、報告書への記載ミスと思われた。

機関番号14は、5mLのマイクロピペットを使用して標準液10mL、17.5mL、25mLを添加していたため、ピペットを複数回使用したものと思われた。

ウ 検量線の濃度範囲及び点数

告示法では、検量線の点数は4点以上とし、濃度範囲はそれぞれの陰イオン界面活性剤として0.02~0.5mg/Lと規定されている。全ての機関において、検量線の点数は4点以上としていたが、告示法の濃度範囲に4点以上が含まれていた機関は1機関（機関番号25）のみであった。しかし、機関番号6は、告示法の濃度範囲に4点を含む合計6点の検量線標準液を測定し、そこから試料の濃度に応じた濃度範囲で検量線を作成していた。また、機関番号3のSOPには、告示法の濃度範囲に5点を含む合計6点の検量線標準液を測定し、検量線濃度範囲を低濃度と高濃度に分け、試料の濃度に応じた検量線を選択することが記載されていた。

「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインに関する質疑応答集（Q&A）について」（平成26年1月15日付け厚生労働省健康局水道課事務連絡）では、構成成分を合算して評価する項目について「定量下限や判定値は、各成分の総和を求めた際に基準値等への適合判定ができる濃度を設定すること」と示されており、検量線の1点として、基準値（0.2mg/L）の10分の1である0.02mg/Lを下回る濃度を用いていた機関が22機関あった。ただし、報告書には、検量線標準液の濃度について、試料の前処理における濃縮倍率で除した濃度での記載を求めたが、標準液の調製濃度を記載したと思われる機関が3機関（機関番号2、8、11）あり、これらの機関については試料濃縮前の濃度に換算すると、0.02mg/Lを下回る濃度を用いていた。

検量線に0mg/Lを含めていた機関が3機関（機関番号2、23、25）あった。

エ 定量下限値

合計の濃度として0.02mg/Lが22機関、0.01mg/Lが3機関、各成分の濃度として0.004mg/Lが20機関、0.002mg/Lが4機関、0.02mg/Lが1機関あった。

定量下限値が検量線の濃度範囲に含まれてはいるものの、定量下限値の濃度が検量線の1点ではなかった機関が1機関（機関番号19）あった。

オ 妥当性評価

実施済みの機関は18機関であった。用いた水の種類については、水道水が8機関、精製水が9機関、水道水及び精製水が1機関あった。試料の添加濃度については、0.004mg/Lが14機関、0.008mg/Lが1機関、0.02mg/Lが2機関、0.08mg/Lが1機関あった。

(5) 定量方法

検出器について、全ての機関が蛍光検出器を使用しており、励起波長 221nm、蛍光波長 284nm に設定していた。

波形処理について、固相カラム由来のピークなどによる影響で、標準液と試料とで、また試料毎で異なる波形処理を行っていた機関があった。特に機関番号 9 は、このことに加え、ベースラインが不安定であったため、変動係数が他の機関と比較して高くなったと思われた。

測定値の報告について、機関番号 25 は、合計の濃度を算出するにあたり、C13 及び C14 を合計した濃度に、定量下限値未満であった C10~C12 の定量下限値 (0.004mg/L) を加算していた。

(6) 分離カラム

参加機関が使用したカラムの種類として、複数ピーク測定カラム (各成分が複数のピークとして分離されるカラム) 及び 1 本ピーク測定カラム (各成分が 1 本のピークとして分離されるカラム) の 2 種類があった。複数ピーク測定カラムを使用していた機関が 12 機関、1 本ピーク測定カラム (和光純薬工業社製の Wakopak® Wakosil AS-Aqua 及びサーモサイエンティフィック社製の Acclaim Surfactant が該当) を使用していた機関が 13 機関あった。

分離カラム種類別の基本統計量を表 10 に示した。複数ピーク測定カラム群と 1 本ピーク測定カラム群で t 検定を行ったところ、合計、C13 及び C14 の報告値に有意差は認められなかった (有意水準 5%)。

表 10 分離カラム種類別の基本統計量

	分離カラムの種類	機関数	平均値 (mg/L)	分散	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
合計	複数ピーク	12	0.0567	2.17×10^{-5}	0.00465	8.21
	1 本ピーク	13	0.0588	1.30×10^{-5}	0.00361	6.14
C13	複数ピーク	12	0.0294	6.32×10^{-6}	0.00251	8.54
	1 本ピーク	13	0.0303	2.58×10^{-6}	0.00161	5.30
C14	複数ピーク	12	0.0271	4.79×10^{-6}	0.00219	8.08
	1 本ピーク	13	0.0277	2.14×10^{-6}	0.00146	5.29

(7) 試薬類

告示法では、メチルアルコール及び過塩素酸ナトリウムのグレードについては規定されていないが、アセトニトリルのグレードについては高速液体クロマトグラフ用と規定されている。メチルアルコールは、残留農薬試験用、残留農薬・PCB 試験用、LC/MS 用、HPLC 用、大量分取高速液体クロマトグラフ用、精密分析用、特級が使用されていた。過塩素酸ナトリウムは、特級、一級が使用されていた。アセトニトリルは、高速液体クロマトグラフ用、大量分取液体クロマトグラフ用、LC/MS 用が使用されていた。また調製済みの移動相を使用していた機関もあった。

4 棄却された機関及び検査精度が良好でないと評価された機関のアンケート調査結果

機関番号 1 は、固相カラムの取り間違いを原因として挙げていた。詳細について後日電話にて確認したところ、本来、Sep-pak PLUS C18 を使用するところ、同じ棚にあった PS2 を使用してしまったとのことであった。SOP には、「Waters Sep-pak PLUS C18 又は Water PS2 と同等のもの」と記載されていたが、機器の具合によって両者の回収率に差があるため、実際の測定には、回収率の高い Sep-pak PLUS C18 を使用しているとのことであった。対応策としては、保管方法を変更するとの回答であった。この他、提出された書類から推測されることとして、標準液の調製において、1mL 電子マイクロピペットを使用して 50~1000 μ L の標準液を添加していたが、マイクロピペットは一般的に有機溶媒の採取には向かないため、マイクロシリンジやホールピペットなど誤差の小さい器具を使用することで、検査精度の向上に繋がると思われる。

機関番号 26 は、抽出操作に原因があったと考え、最適条件を検討しているところとの回答であった。この他、提出された書類から推測されることとして、①波形処理、②使用した分離カラム、③標準液の調製に何らかの問題があった可能性がある。①について、ピークの検出開始点がピークの途中にある、試料毎で波形処理方法が異なるなど適切でないと思われる点があった。コンピュータによる自動解析では、適切に波形処理が行われないことがあるため、クロマトグラムを十分に確認する必要がある。②及び③について、標準液のピーク形状が悪く、カラム使用開始日が 2002 年 7 月 1 日であったことから、カラム交換の必要性が考えられる。また、標準液と試料とでピーク形状に大きな違いが認められた（試料と比較して標準液のピーク分離の程度が悪かった）。機関番号 26 が使用した標準原液のメーカーは、当所において配付試料の調製に使用した標準原液と同一であったため、標準液と試料とで類似したピーク形状になると思われる。しかし、標準液の分離が悪かったことから、標準液調製に使用した器具の汚染が考えられる。カラムの状態や測定時の標準液調製に問題がないか確認するために、ピーク形状、面積値、保持時間などについて過去の標準液のクロマトグラムと比較することが有効であると思われる。

機関番号 27 は、報告書に結果を記入する際に、配付試料濃度に換算した濃度を報告したことを原因として挙げていた。複数人でのチェック体制の強化が必要である。

5 試験上の留意点及び問題点

参加機関に記載していただいた内容を転載しました。

機関 番号	内 容
4	固相抽出装置の使用前にメタノール及び精製水を流し、流路の洗浄を行った。
12	<p>弊社では、エコアクション21 認証事業者として、メタノール使用削減による環境負荷への低減や作業性向上の観点から、検量線用標準液の作成方法が、告示法と一部異なる点がございますが、これまでの妥当性評価や東京都、神奈川県、埼玉県の外部精度管理の結果より、良好な結果が得られており、信頼性は確保されていると考えております。信頼性が確保されている場合でも、やはり、告示法に則って行わなければならないのでしょうか。</p> <p>空試験の取扱についてですが、告示法には明記されておりませんが、測定値を空試験で補正しないとの見解を厚労省より聞いております。検量線作成と試料作成で操作過程が違う項目においては、空試験での補正は必要ではないかと弊社では考え補正した結果を報告しております。弊社が以前参加した何れの外部精度管理試験においても、空試験で補正した結果を報告いたしましたが、空試験での測定値補正についての指摘も無く、結果も全てZスコア1以下と問題はありませんでした。測定値を空試験で補正する事も告示法逸脱となるのでしょうか。</p>
13	<p>①他の固相抽出操作がある項目は、標準液も同様の操作をして回収率補正をしていますが、陰イオン界面活性剤にはこの操作がありませんが妥当なのでしょうか？</p> <p>②公定法では窒素ガスでの濃縮操作がありますが、装置の感度から考えると濃縮操作を行わなくても定量下限値をとる事が出来ると考えます。この操作を省いても良いのではないかと考えます。</p>
15	溶出の遅いものほど回収率が低下する傾向がありますので注意が必要です。
17	<ul style="list-style-type: none"> ・汚染防止のため、使用する器具は飲料水の界面活性剤専用とし、使用前に塩酸と精製水でよく洗浄している。 ・弊社の測定条件ではトルエン雰囲気下で前処理を実施すると、測定時に妨害となるピークが生ずるため、周囲のトルエン使用状況(例として、飲料水の非イオン界面活性剤の前処理)を確認してから前処理を行っている。 ・トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムは、ガラス容器や吸引マニホールドのチューブに残留するため、固相カラムへの通水後、精製水約50mLで洗いこみ、洗液も通水している。
21	弊社の測定では、10倍希釈した試料では検量線を超過するため、更に4倍希釈したものを試料として測定しました。
27	固相カラムに溶媒が残らないよう精製水で十分洗浄

6 精度管理調査に関する意見

今回の精度管理調査に関するご意見を転載しました。今後の精度管理調査に反映させるべく検討させていただきます。

機関番号	意見	コメント
12	この1年以内に、神奈川県、埼玉県、東京都の陰イオン界面活性剤の外部精度管理に参加しておりますが、各県で外部精度管理に陰イオン界面活性剤を指定されていることに対して、事件・事故等何か特別な事情があるのでしょうか。 環境水では、LC-MS/MS 法が採用されておりますが、今後、飲料水においても告示法の改正等予定されているのでしょうか。	実施項目については、水質基準値の変更や告示法の改正があった項目など社会的に必要性が高い項目、また千葉県での過去の実施状況などから、水質検査精度管理委員会において総合的に判断して決めています。 告示法の改正については、厚生労働省にご確認ください。
13	送付試料の量に関して、500mL 程度欲しかった感じました。	今後の参考にいたします。
27	残留塩素の有無を示してほしい。 試料中のおおよその濃度範囲を示してほしい。	配付試料は通常の未知試料と同様の扱いとし、SOPに従って試験を実施していただくようお願いいたします。

7 まとめ

- (1) 今回の精度管理調査には、水道事業者等の水質検査機関、地方公共団体の機関及び登録水質検査機関から合わせて27機関の参加があった。各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機関が棄却されたため、25機関についてデータ集計を行った。また、評価基準である「Zスコアの絶対値が3以上かつ誤差率が±20%を超えた機関」に該当した機関が1機関あったため、検査精度が良好でないと評価された機関が1機関あった。
- (2) 試験担当者の経験年数の違いにより報告値に差があるのか統計学的に解析したところ、3年未満と3年以上で比較した場合、有意差は認められなかった。
- (3) 告示法で規定されている72時間を超えて試験を開始していた機関が1機関あった。
- (4) 配付試料の希釈において、試料をメスフラスコで採っていた機関があった。一般的なメスフラスコは受用であるため、試料を採る器具としては避けるべきである。また、試料量の計量において、体積計ではないピーカーを使用していた機関があった。試料の希釈及び計量は、定量値に影響を与える操作であるため、使用器具の見直しが必要である。
- (5) 固相カラムとして、スチレンジビニルベンゼン共重合体系を使用した機関が16機関、シリカゲル系を使用した機関が9機関あった。固相カラムの種類の違いにより報告値に差があるのか統計学的に解析したところ、有意差は認められなかった。

- (6) 溶出及び濃縮において、告示法と異なる操作を行っていた機関が3機関あった。このうち2機関はSOPには告示法のとおりに記載がされていた。溶出量及び濃縮後の最終液量は、定量値に影響を与えるため、機関内での試験方法の再確認が必要である。
- また、溶出液を採った器具として、目盛付試験管、濃縮管、スピッツ管、遠沈管、アキュチューブが使用されていた。最終液量に定容する器具でもあるため、目盛の精度に注意を払い、適切な容量の器具を選択する必要がある。
- (7) 告示法では、検量線の点数は4点以上とし、濃度範囲はそれぞれの陰イオン界面活性剤として0.02~0.5mg/Lと規定されている。全ての機関において、検量線の点数は4点以上としていたが、告示法の濃度範囲に4点以上が含まれていた機関は1機関のみであった。また、全ての機関において、検量線の1点として、水質基準値(0.2mg/L)の10分の1である0.02mg/Lを下回る濃度を用いていた。
- (8) 妥当性評価実施済みの機関は、18機関であった。未実施の機関は速やかな実施が求められる。
- (9) 波形処理について、標準液と試料とで、また試料毎で異なる波形処理を行っていた機関があった。固相カラム由来のピークによる影響などにより、コンピュータによる自動解析では、波形処理が統一されないことがあるため、クロマトグラムを十分に確認する必要がある。
- (10) 分離カラムについて、複数ピーク測定カラムを使用していた機関が12機関、1本ピーク測定カラムを使用していた機関が13機関あった。分離カラムの種類の違いにより報告値に差があるのか統計学的に解析したところ、有意差は認められなかった。
- (11) 今回の精度管理調査において、報告書への記載間違い、記載漏れなどが見受けられた。複数人でのチェック体制の強化が必要である。

8 資料

表 11 試験実施日時及び試料保存温度

表 12 前処理-1

表 13 前処理-2

表 14 検量線標準液調製

表 15 検量線濃度範囲、定量下限値及び妥当性評価

表 16 使用機器及び測定条件

表 17 使用した試薬類

表 18 棄却された機関及び検査精度が良好でないと評価された機関における精度管理実施後の対応状況に係るアンケート結果

表 11 試験実施日時及び試料保存温度

機関 番号	試料到着日時 (試料採取日時)	試験開始日時	試験終了日時	試料保存温度 (℃)
1	2014年10月22日11時30分	2014年10月22日17時00分	2014年10月23日0時30分	5
2	2014年10月22日11時40分	2014年10月23日13時10分	2014年10月23日21時10分	4
3	2014年10月22日11時15分	2014年10月22日15時00分	2014年10月23日16時00分	7
4	2014年10月22日9時30分	2014年10月22日9時30分	2014年10月23日0時55分	試料到着後すぐに試験開始
5	2014年10月22日10時25分	2014年10月22日13時05分	2014年10月23日10時00分	20
6	2014年10月22日10時00分	2014年10月24日8時30分	2014年10月24日18時00分	5
7	2014年10月23日15時00分	2014年10月23日15時30分	2014年10月24日8時00分	4
8	2014年10月22日10時50分	2014年10月23日10時30分	2014年10月28日15時30分	7
9	2014年10月22日9時00分	2014年10月22日9時00分	2014年10月23日17時00分	4
10	2014年10月22日10時20分	2014年10月22日13時00分	2014年10月23日15時30分	4
11	2014年10月22日10時20分	2014年10月22日13時30分	2014年10月23日19時47分	8
12	2014年10月22日11時40分	2014年10月22日13時40分	2014年10月23日10時00分	ゆうパックチャルド便の温度
13	2014年10月22日10時50分	2014年10月24日10時30分	2014年10月26日16時21分	5
14	2014年10月22日10時00分	2014年10月23日9時30分	2014年10月23日16時42分	5
15	2014年10月22日12時00分	2014年10月23日9時00分	2014年10月24日17時00分	4
16	2014年10月22日11時30分	2014年10月23日9時30分	2014年10月23日19時00分	9.2
17	2014年10月22日10時30分	2014年10月22日13時00分	2014年10月23日0時20分	4
18	2014年10月22日9時30分	2014年10月24日10時30分	2014年10月27日18時30分	2
19	2014年10月22日13時00分	2014年10月23日20時00分	2014年10月25日20時00分	4
20	2014年10月22日13時30分	2014年10月28日13時00分	2014年10月29日14時00分	3
21	2014年10月22日11時30分	2014年10月23日9時00分	2014年10月24日20時22分	7
22	2014年10月22日10時30分	2014年10月22日14時00分	2014年10月23日23時15分	5.0
23	2014年10月22日11時50分	2014年10月23日9時30分	2014年10月23日18時30分	5
24	2014年10月22日10時00分	2014年10月22日13時00分	2014年10月23日10時00分	4

機関番号	試料到着日時 (試料採取日時)	試験開始日時	試験終了日時	試料保存温度 (℃)
25	2014年10月22日10時55分	2014年10月23日13時30分	2014年10月23日22時30分	8
26	2014年10月22日10時30分	2014年10月22日16時00分	2014年10月30日04時30分	5
27	2014年10月22日10時30分	2014年10月22日13時00分	2014年10月23日18時00分	2~8

表 12 前処理-1

機関番号	配付試料の希釈方法	試験用試料		固相抽出装置			固相カラム		
		試料量 (mL)	計量方法	メーカー名	型式	流速 (mL/分)	種類	メーカー名	型式
1	配付試料 300mL をホルピベットで 3L メスフラスコに採り、精製水で定容した。	500	固相抽出装置	GLサイエンス	AQUA Trace ASPE 799	30	シリカゲル	Waters	Sep-Pak Plus C18
2	配布資料 50mL をホルピベットで盛り取り、精製水 450mL をメスシリンダーで盛り取り混合した。	500	計量器具	GLサイエンス	AQUA Loader SPL698	30	スチレン	GLサイエンス	InertSep PLS-2
3	配布資料 100mL をホルピベットで 1L メスフラスコに採り、精製水で定容を 3 回行い、混合した。	500	固相抽出装置	GLサイエンス	ASPE699	30	シリカゲル	GLサイエンス	InertSep C-18-C
4	配布資料 50mL をホルピベットで 1L の有栓メスシリンダーに採り、精製水で 500mL に定容した。	500	固相抽出装置	GLサイエンス	アクアトレース ASPE699	30	シリカゲル	GLサイエンス	InertSep Slim-J C18-ENV
5	配付試料 300mL をホルピベットで 3L メスフラスコに採り、精製水で定容した。	500	固相抽出装置	GLサイエンス	AQUA Trace ASPE799	30	シリカゲル	Waters	tC18
6	①配付試料 200mL をメスフラスコ 200mL に盛り取り、2L メスフラスコへ採り入れ、精製水で定容した。②配付試料 100mL をメスフラスコ 100mL に盛り取り、1L メスフラスコへ採り入れ、精製水で定容した。③①と②を混合した。	500	計量器具	GLサイエンス	GL-SPE 吸引マニホールド キット	30	シリカゲル	和光純薬工業	Presep-C18
7	配付試料 50mL をホルピベットで 500mL メスフラスコに採り、精製水で定容した。	500	計量器具	GLサイエンス	MODEL 720	30	スチレン	スベルコ	ENVI-Chrom P シリンジバレル
8	配布資料 50mL をメスシリンダーで盛り取り、精製水 450mL をメスシリンダーで盛り取り、混合した。	500	計量器具	GLサイエンス	5010-50000	30	スチレン	昭和電工	PS@Liq
9	配付試料 300mL をホルピベットで 3L メスフラスコに採り、精製水で定容した。	500	固相抽出装置	Zymark	AutoTrace SPE WORKSTATION	30	スチレン	GLサイエンス	InertSep RP-1 250mg/6mL
10	配付試料を 50mL ホルピベットで 500mL メスフラスコに採り、精製水で定容した。	500	固相抽出装置	GLサイエンス	ASPE-699	30	スチレン	GLサイエンス	RP-1
11	配布資料 300mL をメスシリンダーに盛り取り、精製水 2700mL をメスシリンダーに盛り取り、混合した。	500	計量器具	モリテックス	EX-MULTI -1A-40E	20	スチレン	Waters	Sep-Pak PS2
12	配布資料 100mL を 100mL ガラス製メスシリンダーへ盛り取り、純水による洗いをしながら、1L ガラス製メスフラスコに採り純水で定容した。これを合計 3 回行い、3L ガラス瓶内で均一になるようによく攪拌した。	500	500mL ビーカー 目盛り	GLサイエンス	マニホールド キット	30	スチレン	GLサイエンス	InertSep RP-1 250mg/6mL

機関 番号	配付試料の希釈方法	試験用試料		固相抽出装置			固相カラム		
		試料量 (mL)	計量方法	メーカー名	型式	流速 (mL/分)	種類	メーカー名	型式
13	配付試料を室温に戻しホールビペット100mL (3回) で計300mLをメスフラスコ3Lに採り、精製水で定容した。	500	計量器具	GLサイエンス	GL-SPE 吸引マニホールド	30	シリカ ゲル	phenomenex	Strata C18-E
14	配布試料50mLをホールビペットで500mLメスフラスコに採り精製水で定容した。定容したものを6回作成、それら全てを3Lのガラス容器に入れ混合、そこから500mLをメスシリンダーで盛り取り試験をおこないました。	500	計量器具	GLサイエンス	GL-SPE パキュー ムマニホールド	30	スチ レン	Phenomenex	strataX 8B-S100-FCH
15	配付試料100mLをホールビペットで1Lメスフラスコに採り、精製水で定容した。3回調製。	500	計量器具	GLサイエンス	ペリスタルリ ティックポンプ MODEL720	30	シリカ ゲル	和光純薬工業	プレテップ C-18
16	配布試料50mLをホールビペットで500mLメスフラスコに採り、精製水で定容した。	500	計量器具	GLサイエンス		30	スチ レン	GLサイエンス	InertSep mini RP-1
17	室温に戻した配布試料300mLを500mLメスシリンダーで盛り取り、3Lメスフラスコに移し、精製水で3Lに定容した。	500	計量器具	GLサイエンス	GL-SPE 吸引マニホールド	25	スチ レン	日本 ウォーターズ	Sep-Pak Plus PS-2
18	配布試料100mLをホールビペットで1Lメスフラスコ3つにそれぞれ採り、精製水で定容した。 また、配布試料50mLをホールビペットで50mLメスフラスコに採り、精製水で定容した。	150	計量器具	GLサイエンス	真空マニホールド	約30	スチ レン	アジレント	Excelpak SPE-ENV
19	配布試料300mLを3Lメスフラスコに採り、精製水で定容した。	500	計量器具	GLサイエンス	MODEL 720	30	スチ レン	GLサイエンス	Inert sep mini RP-1
20	配布試料50mLを50mLメスシリンダーで盛りとり、精製水450mLを500mLメスシリンダーで盛りとり、500mLビーカーに混合した。	500	固相抽出 装置	GLサイエンス	AQUALODER II SPL698	30	スチ レン	和光純薬工業	Presep-C
21	配付試料100mLをホールビペットで1Lメスフラスコに採り、精製水で定容したもの250mLをメスシリンダーで盛り取り、精製水750mLをメスシリンダーで盛り取り、混合した。	500	固相抽出 装置	Waters	SPC10-C	30	シリカ ゲル	Waters	Sep-pak Plus tC18
22	配付試料200mLをメスシリンダーで2Lメスフラスコに採り、精製水で定容した。	150, 250	計量器具	スベルコ	Preppy SPE パキュームマニ ホールド	30	スチ レン	GLサイエンス	GL-Pak PLS
23	配布試料50mLをホールビペットで500mLメスフラスコに採り、精製水で定容した。これを5つ作り、試験用試料とした。	500	計量器具	GLサイエンス	GL-SPE 吸引マニホールド	30	スチ レン	GLサイエンス	RP-1
24	配付試料100mLをホールビペットで1Lメスフラスコに採り、精製水で定容したものを5Lビーカーに移し入れ、これをもろろ2回繰り返し、合成3L調製し、混合したものを5つに分取した。	500	固相抽出 装置	ウォーターズ	SPC10-C	25	スチ レン	ウォーターズ	Sep-Pak Plus PS-2

機関番号	配付試料の希釈方法	試験用試料		固相抽出装置			固相カラム		
		試料量 (mL)	計量方法	メーカー名	型式	流速 (mL/分)	種類	メーカー名	型式
25	配布試料 100mL をホールビベットで 1L のメスフラスコに探り、超純水で定容する作業を 3 回実施し、5L のビーカーで混合した。	500	固相抽出装置	GL サイエンス	AQUA Loader Twin	30	シリカゲル	和光純薬工業	Presep-C C-18
26	配布試料 50mL をホールビベットで 2L メスフラスコに 4 回探り、精製水で定容したもの、配付試料 50mL をホールビベットで 1L メスフラスコに 2 回探り、精製水で定容したものを混合した。	500	固相抽出装置	Waters	Sep-Pak Concentrator	10	スチレン	Waters	HLB-Plus
27	配布試料 50mL をホールビベットで 500mL メスフラスコに探り、精製水で定容した。	500	計量器具	日本ウォーターズ	SepPak Concentrator	25	スチレン	GL サイエンス	Inertsep mini RP-1

表 13 前処理-2

機関番号	固相カラムのコンディショニング		溶出液を採った器具	最終液量 (mL)	溶出量 (mL)	濃縮装置	濃縮方法
	MeOH(mL)	精製水(mL)					
1	5	5	目盛り付き試験管 5ml	2	5	固相抽出装置	窒素ガス吹き付けによる濃縮方法
2	5	5	1.0mL&2.0mL メス入り 20mL 濃縮管	2	5	固相抽出装置	固相抽出装置内に内蔵されているブロックヒーター 40℃、30 分、同時に窒素ガスバース 500ml/min を行っている。
3	5	5	5ml 目盛り付き試験管	2	5	固相抽出装置	EYELA MGS2200 を使用し、40 度で 1 時間程度窒素ガスを吹き付けた。
4	5	5	GL-SPE 濃縮管 6mL	2	5	固相抽出装置	25min 43℃加温 圧力 0.22MPa
5	5	5	目盛り試験管(ユニフレックス JPO14) 5mL	2	5	固相抽出装置	より約 0.4MPa、43℃にて、30 分間吹きつけ ユニフレックス(Biotage)製 TurboVap LV を用いて、ガス圧力 30 kPa、恒温槽温度 29℃で 15 分間濃縮
6	5	10	共栓試験管、5mL	2	5	濃縮装置	REACTI-THERM 流速：不明 (緩やかに吹き付ける程度) 時間：20 分 温度：45℃
7	5.0	5.0	スピッツ管 6mL	2.0	5.0	濃縮装置	PIERCE 社製 MODEL18780 窒素吹き付け装置にてガラス容器内の試料を濃縮。
8	10	10	目盛り付き試験管	2	5	濃縮装置	自動窒素濃縮装置 GC-001 型 50mL/min、25℃で 1 時間
9	5	5	アキュチュープ 5mL	2	4	濃縮装置	(Zymerk TurboVap) で 40℃、15 分、窒素ガスを吹き付けた。
10	5	5	GL-SPE 濃縮管 6mL	2	5	濃縮装置	Zymerk 社のターボバップ LV を用いて、水温 40℃で窒素ガスを 2mL 以下になるまで吹きつけ、メタノールでメスアップし 2mL とした。
11	5	5	共栓目盛り試験管	2.0	5	濃縮装置	GL サイエンス (株) 製ガスフロー式濃縮装置を用いて、40℃約 20 分 2mL 以下になるまで濃縮し、メタノールで 2mL に調整した。
12	5	5	共栓付試験管	2	5	濃縮装置	窒素ガスを、液面表面が成立しないよう穏やかに吹き付けた。 温度、40 度、時間、約 30 分間。

機関番号	固相カラムのコンディショニング		溶出量 (mL)	溶出液を採った器具	最終液量 (mL)	窒素ガス吹き付けによる濃縮方法	
	MeOH(mL)	精製水(mL)					
13	5	5	5	GL-SPE濃縮管 (0.5mL&1.0mLメス/10mL)	2	ドライサーモユニット50℃ (±5℃) を用い窒素ガスを緩やかに約40分吹き付け最終液量を2mLとする	
14	5	5	5	ガラス濃縮管 6ml	2	Reacti-Vap EVAPORATING UNIT を使用 室温 (23℃) で50分濃縮	
15	5	5	5	目盛付試験管 10mL	2	装置: TAITEC EI-20、流量: 0.01MPa 以下 時間: 1時間、温度: 25℃	
16	5	5	5	6mL濃縮管	2	3L/min, 40℃, 約40分	
17	5	5	5	6mL 共栓付スピッツ管	2	PIERCE(株)製 Reacti-Therm と Reacti-Vap を組み合わせた装置を使用。共栓付スピッツ管を35℃に加熱して窒素ガスを液面がゆれる程度の強さで吹き付けた。濃縮時間は80分。	
18	6	5	5	共栓付試験管 10mL	2	室温にて約1時間30分、窒素ガス吹き付け装置を使用し、液面が少し揺らぐ程度の流量で緩やかに濃縮した。	
19	5	5	5	GL-SPE濃縮管 6ml	2	装置: EYELA MG-2000 流量: 2.5L/min 時間: 30分 温度: 40℃	
20	5	5	5	共栓付試験管 6mL	2	溶媒濃縮装置 流量: 100mL/分 時間: 30分 温度: 40℃	
21	5	5	5	目盛付試験管 10mL	2	Turbo Vap LV EVAPORATOR 1.0bar、15分、30℃	
22	5	5	5	目盛付試験管 10mL	2	装置: ジーエルサイエンス製小型窒素発生機ニトロミニNM910 流量: 250kPa 時間: 約20分 温度: 35℃	
23	5	5	3	遠沈管 (10ml)	1	GL-SPE固相乾燥ユニット、流量不明、時間2時間	
24	5	5	5	共栓付10mLガラス遠沈管	-		
25	5	5	5	スピッツ濃縮管、10mL	2	室温で緩やかに。	
26	5	5	5	メモリ付き試験管	2	流量: 500 ml/分 時間: 30分 温度: 室温(22℃)	
27	5	5	5	目盛付遠沈管	2	40℃ウォーターバスにて約20分間窒素ガス吹き付け	

表 14 検量線標準液調製

機関番号	標準原液			標準液		検量線標準液	
	メーカー名	試薬名	各成分濃度(mg/L)	保証期限	各成分濃度(mg/L)	メスフラスコ容量(mL)	標準液添加量 (添加に使用した器具の種類及び容量)
1	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年1月31日	100	5	0.05mL, 0.25mL, 0.50mL, 1mL (マイクロピペット 1mL)
2	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液 (各 1mg/mL メタノール溶液)	1000	2017年7月	100	10	100μL, 200μL, 400μL, 1000μL (マイクロシリンジ 100μL, 250μL, 500μL, 500μL)

機関 番号	標準原液			標準液			機量線標準液	
	メーカー名	試薬名	各成分濃度(mg/L)	保証期限	各成分濃度(mg/L)	調製年月日	メスフラスコ容量(mL)	標準液添加量 (添加に使用した器具の種類及び容量)
3	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年 1月	100	2014年 10月22日	5	50μL, 250μL, 1250μL, 2500μL, 3750μL (マイクログリッジ) 250μL, 500μL, 1000μL, 1000μL, 1000μL
4	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液 水質試験用	1000	2017年 7月31日	100	2014年 10月22日	10, 20	2mL, 1mL, 1mL, 標準液3を5mL (ホールビベット) 2mL, 1mL, 1mL, 5mL)
5	和光純薬工業	デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム 標準液 (1mg/mL, メタノール溶液)	1000	2016年 11月30日	100	2014年 10月22日	10, 20, 50, 100	2.5mL, 1mL, 1mL, 1mL, 1mL (ホールビベット) 2.5mL, 1mL, 1mL, 1mL, 1mL)
	和光純薬工業	ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム 標準液 (1mg/mL, メタノール溶液)	1000	2016年 10月31日				
	和光純薬工業	ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム 標準液 (1mg/mL, メタノール溶液)	1000	2016年 10月31日				
	和光純薬工業	トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム 標準液 (1mg/mL, メタノール溶液)	1000	2016年 11月30日				
和光純薬工業	テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム 標準液 (1mg/mL, メタノール溶液)	1000	2016年 9月30日					
6	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年 7月	100	2014年 10月24日	10	0.1mL, 0.25mL, 0.5mL, 1.0mL (マイクログリッジ) 10~100μL, 50~250μL, 500~2500μL, 500~2500μL)
7	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年 1月31日	100	2014年 10月23日	10	100μL, 200μL, 400μL, 1mL (マイクログリッジ) 100μL, 250μL, 500μL, ホールビベット1mL)
8	和光純薬工業	Sodium Decylbenzenesulfonate Standard Solution	1000	2015年 2月	25	2014年 8月29日	10	200μL, 400μL, 1mL, 2mL, 4mL (マイクログリッジ) 500μL, 500μL, ホールビベット1mL, 2mL, 4mL)
	和光純薬工業	Sodium Undecylbenzenesulfonate Standard Solution	1000	2015年 2月				
	和光純薬工業	Sodium Dodecylbenzenesulfonate Standard Solution	1000	2015年 4月				
	和光純薬工業	Sodium Tridecylbenzenesulfonate Standard Solution	1000	2015年 5月				
和光純薬工業	Sodium Tetradecylbenzenesulfonate Standard Solution	1000	2015年 2月					
9	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2016年 10月	100	2014年 10月22日	20, 100	500μL, 1mL, 2.5mL, 4mL, 5mL, 2mL (マイクログリッジ) 500μL, ホールビベット1mL, 2.5mL, 4mL, 5mL, 2mL)

機関 番号	標準原液				標準液			検査試験標準液	
	メーカー名	試薬名	各成分濃度(mg/L)	保証期限	各成分濃度(mg/L)	調製年月日	メスフラスコ容量(mL)	標準液添加量 (添加に使用した器具の種類及び容量)	
10	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年 1月	0.002, 0.004, 0.008, 0.02, 0.04	2014年 10月22日	100	5mL, 10mL, 20mL, 50mL, 1mL (ホールピペット 5mL, 10mL, 20mL, 50mL, 1mL)	
11	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2016年 10月31日	50	2014年 10月23日	20	2, 4, 5, 4, 8 (ホールピペット 2mL, 4mL, 5mL, 4mL, 8mL) 標準液 1 1mg/L : 50mg/L から 1mL 分取し、50mL へ メスアアップ 標準液 2 2mg/L : 100mg/L から 1mL 分取し、50mL へ メスアアップ 標準液 3 5mg/L : 50mg/L から 2mL 分取し、20mL へ メスアアップ 標準液 4 10mg/L : 50mg/L から 2mL 分取し、10mL へ メスアアップ 標準液 5 20mg/L : 100mg/L から 1mL 分取し、5mL へ メスアアップ	
12	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤 混合標準液	1000	2017年 7月	100	2014年 10月22日			
13	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液 (各 1mg/mL メタノール溶液)	1000	2017年 7月末日	100	2014年 10月24日	100	1mL, 2.5mL, 5mL, 7.5mL (ホールピペット 1mL, 2.5mL, 5mL, 2.5+5mL)	
14	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤	1000	2015年 5月30日	100	2014年 10月23日	100	1mL, 2.5mL, 10mL, 17.5mL, 25mL (マイクログピペット 5mL)	
15	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年 7月	100	2014年 10月23日	5, 10, 100	1mL, 1.5mL, 3mL, 2.5mL (ホールピペット 1mL, 1.5mL, 3mL, 2.5mL)	
16	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年 7月	100	2014年 10月23日	100	0.5mL, 1.0mL, 2.0mL, 4.0mL, 8.0mL (ホールピペット 0.5mL, 1.0mL, 2.0mL, 4.0mL, 8.0mL)	
17	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年 7月31日	100	2014年 10月22日	100	1mL, 5mL, 10mL, 15mL (ホールピペット 1mL, 5mL, 10mL, 15mL)	
18	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年 7月	10	2014年 10月24日	10	1mL, 2mL, 3mL, 5mL (ホールピペット 1mL, 2mL, 3mL, 5mL)	
19	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年 7月15日	50	2014年 10月23日	20	0.2mL, 0.5mL, 1.0mL, 2.0mL, 5.0mL (ホールピペット 0.2mL, 0.5mL, 1.0mL, 2.0mL, 5.0mL)	
20	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年 7月	20	2014年 10月27日	10	0.5mL, 1mL, 2.5mL, 5mL (ホールピペット 0.5mL, 1mL, 2.5mL, 5mL)	
21	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年 7月	100	2014年 10月24日	20	0.2mL, 0.4mL, 0.6mL, 0.8mL (ホールピペット 2mL, 4mL, 6mL, 8mL)	
22	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年 7月	100	2014年 10月23日	100	0.5mL, 1mL, 1.5mL, 2mL, 3mL (ホールピペット 0.5mL, 1mL, 1.5mL, 2mL, 3mL)	

機関番号	標準原液		標準液		検量線標準液			
	メーカー名	試薬名	各成分濃度(mg/L)	保証期限	各成分濃度(mg/L)	調製年月日	メスフラスコ容量(ml)	標準液添加量 (添加に使用した器具の種類及び容量)
23	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年1月	100	2014年10月23日	10, 100	0, 2, 1, 2, 5 (-, ホールピペット 2mL, 1mL, 2mL, 5mL)
24	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年7月	10	2014年10月22日	10	1mL, 1mL, 2mL, 4mL (ホールピペット 1mL, 1mL, 2mL, 4mL)
25	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年1月31日	100	2014年10月23日	100	1mL, 5mL, 10mL, 25mL, 50mL (ホールピペット 1mL, 5mL, 10mL, 25mL, 50mL)
26	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液 (各 1mg/ml メタノール溶液)	1000	2017年7月末日	100	2014年10月29日	10	標準液3から1mL分取、標準液4から2.5mL分取、標準液から1mL分取、標準液から2mL分取 (ホールピペット 1mL, 2.5mL, 1mL, 2mL)
27	和光純薬工業	陰イオン界面活性剤混合標準液	1000	2017年1月	100	2014年10月22日	25, 50, 100	標準液4 5mL, 標準液 1mL, 2.5mL, 2.5mL, 2.5mL, 2.5mL (ホールピペット 5mL, 1mL, 2.5mL, 2.5mL, 2.5mL)

表 15 検量線濃度範囲、定量下限値及び妥当性評価

機関番号	検量線		定量下限値		妥当性評価				
	濃度範囲 (mg/L)	合計 (mg/L)	各成分 (mg/L)	実施有無	用いた水の種類	真度の評価に 用いた試料数	併行精度 の自由度	室内精度 の自由度	添加濃度 (mg/L)
1	0.004, 0.02, 0.04, 0.08	0.02	0.004	有	精製水	10	6	4	0.004
2	0, 1.0, 2.0, 4.0, 10	0.02	0.004	有	精製水	5	4	4	0.004
3	0.004, 0.020, 0.100, 0.200	0.02	0.004	有	精製水	5	4	-	0.004
4	0.01, 0.02, 0.04, 0.08	0.02	0.02	有	精製水	10	5	4	0.08
5	0.004, 0.008, 0.02, 0.04, 0.1	0.020	0.004	有	精製水	5	4	-	0.004
6	0.004, 0.01, 0.02, 0.04	0.02	0.004	無					
7	0.004, 0.008, 0.016, 0.040	0.02	0.004	有	水道水	5	6	6	0.004
8	0.5, 1.0, 2.5, 5.0, 10.0	0.02	0.002	無					
9	0.002, 0.004, 0.010, 0.016, 0.020, 0.040	0.010	0.002	無					
10	0.002, 0.004, 0.008, 0.02, 0.04	0.010	0.002	無					
11	1, 2, 5, 10, 20	0.02	0.004	有	水道水	30	24	4	0.02
12	0.004, 0.008, 0.02, 0.04, 0.08	0.02	0.004	有	精製水	5	5	5	0.004
13	0.004, 0.01, 0.02, 0.03	0.02	0.004	無					

機関番号	検量線		定量下限値		妥当性評価					
	検量範囲 (mg/L)	検量線	合計 (mg/L)	各成分 (mg/L)	実施 有無	用いた水 の種類	真度の評価に 用いた試料数	併行精度 の自由度	室内精度 の自由度	添加濃度 (mg/L)
14	0.004, 0.010, 0.040, 0.070, 0.100		0.02	0.004	無					
15	0.004, 0.06, 0.12, 0.2		0.02	0.004	有	水道水	10	5	4	0.004
16	0.002, 0.004, 0.008, 0.016, 0.032		0.01	0.002	有	精製水	5	4	4	0.008
17	0.004, 0.02, 0.04, 0.06		0.02	0.004	有	水道水及び 精製水	5	4		0.004
18	0.004, 0.008, 0.012, 0.020 (C10~C12) 0.013, 0.027, 0.040, 0.067 (C13, C14)		0.02	0.004	有	水道水	6	5	5	0.004
19	0.002, 0.005, 0.010, 0.020, 0.050		0.020	0.004	有	水道水	6	6	12	0.02
20	0.004, 0.008, 0.02, 0.04, 0.08		0.02	0.004	有	精製水	5	4		0.004
21	0.004, 0.008, 0.012, 0.016		0.02	0.004	有	水道水	5	4	4	0.004
22	0.004, 0.008, 0.012, 0.016, 0.024 (C10~C12) 0.0067, 0.013, 0.02, 0.027, 0.04 (C13, C14)		0.02	0.004	有	水道水	10	5	4	0.004
23	0, 0.004, 0.020, 0.040, 0.10		0.02	0.004	有	水道水	10	5	4	0.004
24	0.004, 0.01, 0.02, 0.04		0.02	0.004	無					
25	0, 0.004, 0.02, 0.04, 0.1, 0.2		0.02	0.004	有	精製水	5	5	5	0.004
26	0.004, 0.02, 0.04, 0.08		0.02	0.004	無					
27	0.002, 0.004, 0.010, 0.020, 0.040		0.01	0.002	有	水道水	25	20	4	0.004

表 16 使用機器及び測定条件

機関番号	高速液体クロマトグラフ		蛍光検出器		移動相		分離カラム			
	メーカー名	型式	励起波長 (nm)	蛍光波長 (nm)	組成	流速 (mL/分)	メーカー名	型式	使用開始 年月日	温度 (°C)
1	島津製作所	陰イオン界面 活性剤分析システム	221	284	アセトニトリルと精製水を体積比で 66:35の割合で混合した液 1Lに過塩素酸 ナトリウム 12.3gを溶かしたものの。	1	島津製作所	Shim-Pack VP-ODS	2014年 9月19日	40
2	島津製作所	LC-20AD	221	284	精製水：アセトニトリル=35:65 (0.1mol/L過塩素酸ナトリウム)	1	CERI	L-column ODS	2012年 6月7日	40

機関 番号	高速液体クロマトグラフ		蛍光検出器		移動相		分離カラム			温度 (°C)
	メーカー名	型式	励起波長 (nm)	蛍光波長 (nm)	組成	流速 (mL/分)	メーカー名	型式	使用開始 年月日	
3	島津製作所	LC-10AD、SIL-10Aadvp、 CTO-10A、SPD-10Axl、 RF-20Axs、SCL-10Avp、 DGLU-14A	221	284	アセトニトリル/水(65/35) 1Lに過塩素酸ナトリウム 12.3g 溶解	1.0	GLサイエンス	Inertsil ODS-3	2013年 1月31日	40
4	島津製作所	10A シリーズ	221	284	アセトニトリル/水=65:35 + 過塩素酸ナトリウム 0.1M	0.5	和光純薬工業	Wakopak Wakosil AS-Aqua	2010年 2月15日	40
5	日本分光	LC-2000 Plus	221	284	アセトニトリル 65%、精製水 35%、 過塩素酸ナトリウム 12.3g/L	1	和光純薬工業	Wakosil AS-Aqua	2014年 7月14日	40
6	Agilent	1100	221	284	0.1mol/L 過塩素酸ナトリウム水溶液 : アセトニトリル (35 : 65)	0.7	和光純薬工業	WS AS-Aqua	2014年 7月1日	40
7	日立	HITACHI L-2480	221	284	アセトニトリル 65 : 水 35 過塩素酸ナトリウム 12.3g	0.6	日立	HITACHI-INERTSIL ODS-3	2012年 5月25日	40
8	島津 /JASCO	LC-10AD/FP-920	221	284	アセトニトリル : 水 = 65 : 35 過塩素酸ナトリウム 12.3g/L	0.85	和光純薬工業	Wakopak® Wakosil AS-Aqua	2014年 1月30日	40
9	島津製作所	LC-20AD	221	284	7コーシール AS-Aqua 溶液	0.7	和光純薬工業	7コーシール AS-Aqua	2014年 6月12日	40
10	ダイオネクス	Ultimate3000	221	284	アセトニトリル : 水 = 65 : 35	1	サーモサイエ ンティファイ ク	Acclaim Surfactant	2013年 12月11日	40
11	島津製作所	総液ユニット LC-20AD ; 分光蛍光検出器 RF-10Axl	221	284	0.1mol/L 過塩素酸ナトリウム ・アセトニトリル/水 (65 : 35)	1.0	島津製作所	VP-ODS	2014年 10月22日	40
12	日本ウォー ターズ	Waters2695, 2475	221	284	アセトニトリルと精製水を体積比で 65 : 35 の割合で混合した液 1L に過塩素酸ナ トリウム 12.3g を溶かしたもの。	1	日本ウォー ターズ	Waters SunFire	2014年 9月10日	40
13	日立製作所	L-2000 シリーズ	221	284	アセトニトリル 55 : 45 精製水 (1L に対 し 12.3g 過塩素酸ナトリウムを含む)	0.7	東ソー	TSKgel ODS-100V	2010年 3月11日	35
14	東亜 DKK	ICA-2000	221	284	過塩素酸ナトリウム 12.3g/L (アセトニトリル 65 : 精製水 35) 溶液	0.7	和光純薬工業	Wakopak WS AS-Aqua	2013年 8月5日	37
15	島津製作所	LC 10A VP シリーズ	221	284	0.07mol/L 過塩素酸ナトリウム含有 アセトニトリル : 水 (6 : 4)	0.7	和光純薬工業	Wakopak Wakosil AS-Aqua	2014年 10月22日	40
16	日立製作所	L-2000	221	284	(アセトニトリル+水=65:35)1L + 過塩素酸ナトリウム 12.3g	1.0	GLサイエンス	Inertsil ODS-3	2008年 4月 日	40
17	日立ハイテ クサイエン ス	Lachrom Elite (L-2000 シリーズ)	221	284	過塩素酸ナトリウム 12.3g/L 65%アセトニトリル水溶液	0.6	日立ハイテ クサイエン ス	HITACHI-Inertsil ODS-3	2014年 8月11日	40
18	島津製作所	SCL-10AVP	221	284	アセトニトリルと精製水を 65:35 の体積 比で混合し、混合液 1L に対し過塩素酸ナ トリウムを 12.3g 溶解。	0.7	アジレント	ZORBAX Eclipse XDB-C18	2014年 3月28日	40

機関番号	高速液体クロマトグラフ		蛍光検出器		移動相		分離カラム			温度(°C)
	メーカー名	型式	励起波長(nm)	蛍光波長(nm)	組成	流速(mL/分)	メーカー名	型式	使用開始年月日	
19	日本ダイオネクス	Summit-システム	221	284	1mol/L 過塩素酸ナトリウム水溶液 35 ; アセトニトリル 65	1.0	和光純薬工業	Wakopak AS-aqua	2014年10月22日	40
20	Agilent	1200 シリーズ	221	284	アセトニトリル：水=60:40 + 過塩素酸ナトリウム 12.3g/L	0.7	Waters	Xbridge C18	2014年6月9日	40
21	島津製作所	Prominence	221	284	アセトニトリル：水=650mL；350mL + 過塩素酸ナトリウム 12.3g	0.8	和光純薬工業	Wakosil AS-Aqua	2014年10月2日	40
22	島津製作所	Prominence UPLC	221	284	過塩素酸ナトリウム 12.3g/L (アセトニトリル 65；水 35) 溶液	1	島津製作所	Shim-pack XR-ODS	2014年9月5日	40
23	日本分光	FP-2025	221	284	アセトニトリル 650mL と水 350mL を混合し、過塩素酸ナトリウム 12.3g を溶かしたものです。	0.7	和光純薬工業	Wakopak® Wakosil AS-Aqua	2014年4月13日	40
24	ウォータース	alliance 2695	221	284	アセトニトリル：精製水=65：35	1	和光純薬工業	Wakopak AS-Aqua	2014年10月16日	40
25	日立製作所	L-7000 型	221	284	アセトニトリル：超純水=65：35 の混合液に、過塩素酸ナトリウム 12.3g を溶かしたものです。	0.7	和光純薬工業	Wakopak Wakosil AS-Aqua	2014年5月30日	40
26	島津製作所	CLASS-VP	221	284	(過塩素酸ナトリウム一水和物 29.07g/精製水 700mL)+アセトニトリル 1300mL	1	島津製作所	Shim-pack VP-ODS	2002年7月1日	40
27	島津製作所	LC-VP	221	284	アセトニトリル 65；精製水 35	0.8	和光純薬工業	Wakopak AS-Aqua	2014年8月21日	40

表 17 使用した試薬類

機関番号	メチルアルコール		アセトニトリル		過塩素酸ナトリウム		精製水	
	グレード	容量	グレード	容量	グレード	容量	メーカー名	装置名
1	残留農薬・PCB 試験用	1000ml	高速液体クロマトグラフ用	1000ml	グレード	500g	メルク	Milli-Q Integral 5
2	残留農薬・PCB 試験用	3L	高速液体クロマトグラフ用	3L	特級	500g	メルク	Milli-Q Integral 10
3	残留、PCB 用	3L	高速液体クロマトグラフ用	3L	特級	25g	MILLIPORE	Milli-Q Gradient A10
4	残留農薬・PCB 試験用	1L	HPLC 用	2.5L	和光一級	500g	日本ミリポア	Milli-Q Gradient-A10
5	残留農薬・PCB 試験用	3L, 1L	高速液体クロマトグラフ用	3L	特級 (一水和物)	100g	日本ポール	カスカード (カスカード RO+カスカード BIO)
6	残留農薬・PCB 試験用	1L	高速液体クロマトグラフ用	3L	1 級	500g	日本ミリポア	Milli-Q A10 Gradient
7	残留農薬用	1L	HPLC 用	2.5L	特級	500g	ヤマト科学	Autostill WG221

機関番号	メチルアルコール		アセトニトリル		過塩素酸ナトリウム		精製水	
	グレード	容量	グレード	容量	グレード	容量	メーカー名	装置名
8	HPLC 用	3L	HPLC 用	3L	特級	25g	ヤマト科学	Auto Pure WQ501
9	残留農薬・PCB 試験用	1L	LC/MS 用	1L			ヤマト科学	AUTOPURE WREX5
10	残留農薬・PCB 試験用	1L	LC/MS 用	1L	試薬特級	500g	ミリポア	Synergy UV
11	高速液体クロマトグラフ用	1L	高速液体クロマトグラフ用	3L	浴液は、0.1mol/L 過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル/水(65:35) (水質試験用) 関東化学(株)3L を使用した。		ADNANTEC 東洋	RFU665DA
12	高速液体クロマトグラフ用	1L	高速液体クロマトグラフ用	3L	鹿特級	500g	日本ミリポア	MILLIPORE 純水装置
13	特級	500mL	高速クロマトグラフ用	3000mL	1 級	500g	日本ミリポア	Academic A-10
14	精密分析用	500mL	高速液体クロマトグラフ用	1000mL	特級	500g	アドバンテック	ULTRAPURE WATER SYSTEM RFU665DA
15	高速液体クロマトグラフ用	3L	高速液体クロマトグラフ用	3L	試薬特級	500g	メルク	Milli-Q Advantage A10
16	LC/MS 用	3L	HPLC 用	3L	1 級	500g	Direct-Q 3UV	メルク
17	高速液体クロマトグラフ用	1L	高速液体クロマトグラフ用	3L	鹿特級	500g	日本ミリポア	WEX10/Milli-Q Advantage A10
18	残留農薬試験用	1L	高速液体クロマトグラフ用	3L	特級	500g	ヤマト科学	純水製造装置 オートステール
19	残留農薬・PCB 試験用	1L	HPLC 用	3L	鹿特級	500g	オルガノ	Pure LAB ultra
20	LC/MS 用	3L	LC/MS 用	3L	鹿 1 級	500g	MILLIPORE	milliQ Gradient A10
21	HPLC 用	3L	HPLC 用	2.5L	和光一級	500g	ADVANTEC	RFS532PC
22	高速液体クロマトグラフ ファイバー用	3L	高速液体クロマトグラフ ファイバー用	3L	鹿特級	25g	ミリポア	MilliQ-Integral3
23	残留農薬試験・PCB 試験用	1L	高速液体クロマトグラフ ファイバー用	3L	鹿特級	500g	日本ミリポア	Gradient A10
24	LC-MS 用	3L	HPLC 用	3L	特級	500g	ミリポア	ELIX-70
25	大風分取高速液体クロマト グラフ用	3L	大風分取高速液体クロマト グラフ用	3L	特級	500g	メルク	Milli-Q Gradient-A10
26	残留農薬・PCB 試験用	1L	高速液体クロマトグラフ用	3L	試薬特級	500g	日本ミリポア	Elix-UV10/Milli-Q Gradient A10
27	HPLC 用	3L	HPLC 用	3L	特級	500g	ミリポア	Elix uv70 Milli-Q Advantage

表 18 棄却された機関及び検査精度が良好でないといと評価された機関における精度管理実施後の対応状況に係るアンケート結果

機関番号	統計上データが逸脱した原因として想定される事項	対応策・検討した事項など
1	固相カートリッジの取り間違い	保管場所を測定ごとに分け、棚に見やすいように明記する。
26	各種操作等を検証し、抽出操作に原因があったことを特定した。	・カラムの種類 ・コンディショニング ・負荷の方法 ・溶出方法 他 上記の事項を検証し、最適条件を検討しているところである。検討結果に基づいてSOPを改定する計画である。
27	精度管理用配布試料を外部精度管理薬原に基づき10倍希釈して試験用試料として検査を行い、結果を取りまとめめた。その後、報告書に結果を記入する際に10倍希釈した結果を報告することとなっていたが、配布試料濃度に換算してしまい10倍の濃度を報告してしまった。	測定値を配布試料濃度ではなく、試験用試料濃度に1/10換算した場合、0.05886mg/Lとなり、Zスコアが0付近と推測できた。 今後は測定結果に至るまでの経緯をフローシート等、明白かつ適切な記録にまとめる事とし、その記録に基づき十分な確認を実施し対応する。

平成 26 年度 第 2 回水質検査外部精度管理実施要領

1 試験項目

陰イオン界面活性剤

2 配付試料

約 400mL (300mL 用褐色ガラス瓶に試料を満水にして密栓したもの 1 本)

※中蓋がありませんので、開封時には十分にご注意ください。

3 試料送付

平成 26 年 10 月 22 日 (水) 着指定冷蔵便で発送予定。

衛生研究所に來所していただく場合は、平成 26 年 10 月 21 日 (火) 以降にお願いします。

試料は試験開始まで冷蔵庫等の冷暗所で保存してください。

4 試験実施期間

平成 26 年 10 月 22 日 (水) の試料到着時刻を試料採取日時としてください。

衛生研究所に來所していただく場合は、平成 26 年 10 月 22 日 (水) 午前 9 時を試料採取日時としてください。

※調査の公平性のため、試験実施期間を厳守してください。

5 試験方法

(1) 日常業務で使用している検査実施標準作業書 (SOP) に従って試験を実施してください。

(2) 試験実施に際しては、配付試料を室温に戻し、正確に 10 倍に希釈 したものを試験用試料とし、希釈後は速やかに試験を実施してください。

(3) 試験用試料の一定量を 5 つに分取し、各々について測定を行い、各測定濃度を試験結果報告書に記入してください。測定は、必ず測定時間、測定者、測定機器、測定条件及び測定場所を同一に行ってください。

(4) 試験終了後の試料は各機関の廃棄方法に従って適正に処分してください。

6 試験結果報告書記入の際の注意点

※試験結果報告書のエクセルファイルは、.xlsx 形式で配付します。ファイルが開かない場合には、次ページ問い合わせ先までご連絡をお願いします。

- ・書式、記入順序は変更しないでください。
- ・数値は半角、年月日の年は西暦で記入してください。
- ・各シートの*赤字で示した注意書きに従って記入してください。
- ・測定結果は、10 倍に希釈した試験用試料の測定濃度を【mg/L】で表し、統計処理の都合上、有効数字 3 桁で記入してください。ただし、定量下限値未満の場合は、「0」と記入してください。

7 提出書類等

提出書類等の内容	提出方法、提出先
<p>(1) 試験結果報告書のエクセルファイル (注：シートAは全1ページ、Bは全2ページ、Cは全2ページ、Dは全2ページ、Eは全1ページです。) ※ ファイル名は次の例に従って機関名としてください。 例：(一財)〇〇検査センター、△△市水道局水道課</p>	<p>ファイルを<u>メール</u>で提出 (メールアドレス) eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp</p>
<p>(2) 以下の作業書、記録等の写し</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 試験結果報告書のエクセルファイルを印刷したもの ・ 日常業務で使用している「陰イオン界面活性剤」の検査実施標準作業書(SOP)及び操作手順を示したフローシート等 ・ 測定に係る作業記録(配付試料の希釈に関する記録を含む) ・ 測定結果の計算過程を記載したメモ等 	<p>全て A4 サイズに形式を揃えて<u>書類(紙)</u>で提出 (提出先) 〒260-8715 千葉市中央区仁戸名町 666-2</p>
<p>(3) 測定条件、分析チャート、検量線、結果レポート等の写し ※ 試料分析や検量線作成のためのチャート等、試験結果を得るために必要な全ての情報について、時系列で並べ、第三者が理解できるようにまとめてください。</p>	<p>千葉県衛生研究所 生活環境研究室 担当：菌部、小高</p>

8 提出期限

平成26年11月5日(水) 消印有効

※メールについては、平成26年11月5日(水) 午後11時59分を期限とします。

9 評価方法

検査精度が良好でないとして評価する基準は、次のとおりとします。なお、陰イオン界面活性剤の対象となる5成分の合計濃度及びそれぞれの成分の濃度について評価します。

- (1) 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
- (2) 変動係数が20%を超えた場合

10 問い合わせ先

千葉県衛生研究所 生活環境研究室 (担当：菌部、小高)

Tel : 043-266-7983、Fax : 043-265-5544

整理番号*

※記入しないでください

試験結果報告書(陰イオン界面活性剤)

試験機関名	
試料到着日時(試料採取日時)*1	年 月 日 時 分
試験開始日時	年 月 日 時 分
試験終了日時	年 月 日 時 分
試料の保存温度(°C)	°C
担当者の陰イオン界面活性剤試験経験年数(年)*2	年

*1 衛生研究所に来所の場合は、「2014年10月22日 9時00分」と記入してください。

*2 1年未満は切り捨ててください。

測定結果(mg/L)*3,*4,*5

	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5
合計	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
デシルベンゼン スルホン酸ナトリウム	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
ウンデシルベンゼン スルホン酸ナトリウム	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
ドデシルベンゼン スルホン酸ナトリウム	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
トリデシルベンゼン スルホン酸ナトリウム	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
テトラデシルベンゼン スルホン酸ナトリウム	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L

*3 10倍に希釈した試験用試料の測定濃度を記入してください。

*4 濃度単位はmg/Lで記入し、有効数字3桁で記入してください。

*5 定量下限値未満の場合は「0」と記入してください。

定量下限値

合計	mg/L
デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L
ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L
ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L
トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L
テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L

試験方法

1. 別表第24 固相抽出—高速液体クロマトグラフ法 2. その他*6	
2の場合は具体的に記入してください	

*6 番号付きの設問は番号を記入してください。

標準原液及び標準液

		1 市販標準原液(単品) 2 市販標準原液(混合物) 3 自己調製液 4 その他 ^{*2}		
		標準原液 ^{*1}	濃度 (mg/L)	デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム
ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L			
ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L			
トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L			
テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L			
製品名				
メーカー名				
ロット番号				
保証(使用)期限	年		月	日
購入年月日	年		月	日
調製年月日 ^{*3}	年	月	日	
4の場合は内容を具体的に記入してください				
標準液	調製濃度 (mg/L)	デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L	
		ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L	
		ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L	
		トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L	
		テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	mg/L	
	調製年月日	年	月	日
	調製に使用 したピペット	1. ホールピペット 2. メスピペット 3. マイクロピペット 4. その他 ^{*2}		
		容量 ^{*4}		材質 ^{*5}
		4の場合は具体的に記入してください		
	調製に使用 した容器	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー 3. その他 ^{*2}		
容量 ^{*4}			材質 ^{*5}	
3の場合は具体的に記入してください				

*1 記入欄に入りきらない設問がある場合は本シート末尾の備考欄に記入してください。

*2 番号付きの設問は番号を記入してください。

*3 該当しない機関は空欄としてください。

*4 単位も記入してください。

*5 ガラス、ポリプロピレン等を記入してください。

検量線用標準液

検量線用 標準液		使用した容器の種類及び容量 ^{*6}	標準液添加量 ^{*7}	標準液添加に使用した器具の種類及び容量 ^{*8}
	標準液1			
	標準液2			
	標準液3			
	標準液4			
	標準液5			
	標準液6			
	標準液7			

*6 メスフラスコ、共栓メスシリンダー等を記入し、その容量及び単位を記入してください。

*7 単位も記入してください。

*8 ホールピペット、マイクロシリンジ等を記入し、その容量及び単位を記入してください。

試薬

試薬		グレード ^{*9}	容量 ^{*10}
	メチルアルコール		
	アセトニトリル		
	過塩素酸ナトリウム		

*9 特級、高速液体クロマトグラフ用等を記入してください。

*10 単位も記入してください。

精製水

精製水	1.市販精製水 2.精製水製造装置使用 3.その他 ^{*11}				
	1の場合	製品名			
		メーカー名		ロット番号	
		保証(使用)期限	年 月 日	購入年月日	年 月 日
	2の場合	装置名			
		メーカー名			
	3の場合	内容を具体的に記入してください			

*11 番号付きの設問は番号を記入してください。

<シートBの記入欄に関して、不足、不都合等がある場合は本欄に記入してください。>

別表第24 固相抽出—高速液体クロマトグラフ法^{*1}

*1 試験方法が固相抽出—高速液体クロマトグラフ法の場合のみ記入してください。その他の場合は、本シートに準じて別のエクセルファイルで表を作成してください。

配付試料の希釈方法^{*2}

--

*2 例を参考に具体的に記入してください(例1: 配付試料〇mLをホールピペットで〇Lメスフラスコに採り、精製水で定容した。例2: 配付試料〇mLをメスシリンダーで量り取り、精製水〇mLをメスシリンダーで量り取り、混合した)。

前処理及び測定方法

前処理	試験用試料	試料量(mL)		mL			
		計量方法	1. 計量器具を使用 2. 固相抽出装置で通水量を設定 3. その他 ^{*3}				
			3の場合は具体的に記入してください				
		試薬添加	1. 有 2. 無 ^{*3}				
	1の場合は添加した試薬名及び量を記入してください						
	固相抽出装置	メーカー名	購入年月日		年	月	日
		型式					
		流速(mL/分)			mL/分		
	固相カラム	1. スチレンビニルベンゼン共重合体系 2. シリカゲル系 ^{*3}					
		メーカー名	型式				
		コンディショニング	メチルアルコール(mL)			mL	
			精製水(mL)			mL	
		メチルアルコールによる溶出量(mL)			mL		
		溶出液を採った器具の種類及び容量 ^{*3}					
窒素ガス吹き付けによる濃縮後の最終液量(mL)			mL				
窒素ガス吹き付けによる濃縮方法 ^{*3}							
定量方法	1. ピーク高さ 2. ピーク面積 ^{*3}						
	移動相の組成						
	移動相の流速(mL/分)			mL/分			
	試料注入量(μL)	μL	カラム温度(°C)	°C			
	励起波長(nm)	nm	蛍光波長(nm)	nm			
使用機器	高速液体クロマトグラフ	メーカー名	購入年月日		年	月	日
		型式					
	分離カラム	メーカー名	使用開始年月日		年	月	日
		型式					
		充填剤の種類	粒径(μm)		μm		
内径(mm)	mm	長さ(mm)		mm			

*3 番号付きの設問は番号を記入してください。

*4 目盛付試験管、メスフラスコ等を記入し、その容量及び単位を記入してください。

*5 使用した装置、流量、時間、温度等を具体的に記入してください。

妥当性評価

妥当性評価実施の有無		1.有 2.無 ^{*6}			
1の場合	用いた水の種類	1.水道水 2.精製水 3.水道水及び精製水 ^{*6}			
	真度の評価に用いた試料数				
	併行精度の自由度	室内精度の自由度			
		添加濃度(mg/L)	真度(%) ^{*7}	併行精度(RSD%) ^{*7}	室内精度(RSD%) ^{*7}
	デシルベンゼン スルホン酸ナトリウム	mg/L	%	%	%
	ウンデシルベンゼン スルホン酸ナトリウム	mg/L	%	%	%
	ドデシルベンゼン スルホン酸ナトリウム	mg/L	%	%	%
トリデシルベンゼン スルホン酸ナトリウム	mg/L	%	%	%	
テトラデシルベンゼン スルホン酸ナトリウム	mg/L	%	%	%	

*6 番号付きの設問は番号を記入してください。

*7 水道水及び精製水で実施した場合は「水道水」、「精製水」の順で記入してください。

<シートCの記入欄に関して、不足、不都合等がある場合は本欄に記入してください。>

検量線データ*

デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム

検量線	$y=$		$x \cdot x +$		直線性	$r^2=$	
	標準液1	標準液2	標準液3	標準液4	標準液5	標準液6	標準液7
濃度(mg/L) ^{*2}							
ピーク高さ 又は面積							

ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム

検量線	$y=$		$x \cdot x +$		直線性	$r^2=$	
	標準液1	標準液2	標準液3	標準液4	標準液5	標準液6	標準液7
濃度(mg/L) ^{*2}							
ピーク高さ 又は面積							

ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム

検量線	$y=$		$x \cdot x +$		直線性	$r^2=$	
	標準液1	標準液2	標準液3	標準液4	標準液5	標準液6	標準液7
濃度(mg/L) ^{*2}							
ピーク高さ 又は面積							

トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム

検量線	$y=$		$x \cdot x +$		直線性	$r^2=$	
	標準液1	標準液2	標準液3	標準液4	標準液5	標準液6	標準液7
濃度(mg/L) ^{*2}							
ピーク高さ 又は面積							

テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム

検量線	$y=$		$x \cdot x +$		直線性	$r^2=$	
	標準液1	標準液2	標準液3	標準液4	標準液5	標準液6	標準液7
濃度(mg/L) ^{*2}							
ピーク高さ 又は面積							

*1 標準液数が8以上の場合は、検量線データについてのみ、別のエクセルファイルで表を作成してください。

*2 検量線標準液の調製濃度を、試料の前処理における濃縮倍率で除した濃度を記入してください。

試料測定データ

デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム

	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5	空試験
ピーク高さ 又は面積						

ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム

	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5	空試験
ピーク高さ 又は面積						

ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム

	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5	空試験
ピーク高さ 又は面積						

トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム

	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5	空試験
ピーク高さ 又は面積						

テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム

	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5	空試験
ピーク高さ 又は面積						

<シートDの記入欄に関して、不足、不都合等がある場合は本欄に記入してください。>

試験上の留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等を記入してください。

本精度管理に関する御意見を記入してください(今後の参考にいたします)。

今回提出していただいた精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用させていただきます。その場合、解析結果はホームページや学会等で公表されますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

付録1 水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（抜粋）

別表第23

重量法

ここで対象とする項目は、蒸発残留物である。

1 試薬

精製水

2 器具

蒸発皿

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。

4 試験操作

105～110℃で乾燥させてデシケーター中で放冷後、秤量した蒸発皿に、検水を100～500ml採り、水浴上で蒸発乾固する。次に、これを105～110℃で2～3時間乾燥させ、デシケーター中で放冷後、秤量し、蒸発皿の前後の重量差 a mg を求め、次式により検水中の蒸発残留物の濃度を算定する。

蒸発残留物 (mg/L) = $a \times 1000 / \text{検水 (ml)}$

別表第24

固相抽出—高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする項目は、陰イオン界面活性剤である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(3) 過塩素酸ナトリウム

(4) アセトニトリル

高速液体クロマトグラフ用

(5) 窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(6) 陰イオン界面活性剤標準原液

デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムのうち直鎖アルキル基の末端以外の炭素にフェニル基が結合したもののそれぞれ

100mg をメチルアルコールに溶かして100mlとしたもの

この溶液 1ml は、デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムをそれぞれ 1mg 含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) 陰イオン界面活性剤標準液

陰イオン界面活性剤標準原液をメチルアルコールで10倍に薄めたもの

この溶液 1ml は、デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリ

デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムをそれぞれ 0.1mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) 固相カラム

スチレンジビニルベンゼン共重合体若しくはオクタデシルシリル基を化学結合したシリカゲルを詰めたもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

内径 4.6mm、長さ 15~25cm のステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が 3~5 μ m のシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、アセトニトリルと精製水を体積比で 65 : 35 の割合で混合した液 1L に過塩素酸ナトリウム 12.3g を溶かしたもの

ウ 検出器

蛍光検出器で、励起波長 221nm、蛍光波長 284nm に設定したもの

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、72 時間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール 5ml、精製水 5ml を順次注入する。次に、検水 500ml (検水に含まれるそれぞれの陰イオン界面活性剤としての濃度が 0.5mg/L を超える場合には、0.02~0.5mg/L となるように精製水を加えて 500ml に調製したもの) を毎分約 30ml の流量で固相カラムに流す。次いで、固相カラムの上端からメチルアルコール 5ml を緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて 2ml とし、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一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、それぞれの陰イオン界面活性剤のピーク面積を求め、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界面活性剤の濃度を求め、検水中のそれぞれの陰イオン界面活性剤の濃度を算定する。

それぞれの陰イオン界面活性剤の濃度を合計して陰イオン界面活性剤としての濃度を算定する。

5 検量線の作成

陰イオン界面活性剤標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれにメチルアルコールを加えて 100ml とする。この場合、調製した溶液のそれぞれの陰イオン界面活性剤としての濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (2) と同様に操作して、それぞれの陰イオン界面活性剤の濃度とピーク面積との関係を求める。

6 空試験

精製水 500ml を採り、以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作してそれぞれの陰イオン界面活性剤の濃度を求め、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

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

7 連続試験を実施する場合の措置

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

- (1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度 (以下この 7 において「調製濃度」という。) に調製した溶液について、上記 4 (2) に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記 (1) により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ 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)

◎ 健康に関連する項目(31項目)

No.	項目名	基準値	No.	項目名	基準値
1	一般細菌	100集落数 /ml以下	17	ジクロロメタン	0.02 mg/l以下
2	大腸菌	検出されないこと	18	テトラクロエチレン	0.01 mg/l以下
3	カドミウム及びその化合物	0.003 mg/l以下	19	トリクロエチレン	0.01 mg/l以下
4	水銀及びその化合物	0.0005 mg/l以下	20	ベンゼン	0.01 mg/l以下
5	セレン及びその化合物	0.01 mg/l以下	21	塩素酸	0.6 mg/l以下
6	鉛及びその化合物	0.01 mg/l以下	22	クロ酢酸	0.02 mg/l以下
7	ヒ素及びその化合物	0.01 mg/l以下	23	クロホルム	0.06 mg/l以下
8	六価クロム化合物	0.05 mg/l以下	24	ジクロロ酢酸	0.04 mg/l以下
9	亜硝酸態窒素	0.04 mg/l以下	25	ジブromクロロメタン	0.1 mg/l以下
10	シアン化物イオン及び塩化シアン	0.01 mg/l以下	26	臭素酸	0.01 mg/l以下
11	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	10 mg/l以下	27	総トリハロメタン	0.1 mg/l以下
12	フッ素及びその化合物	0.8 mg/l以下	28	トリクロ酢酸	0.2 mg/l以下
13	ホル素及びその化合物	1.0 mg/l以下	29	ブromジクロロメタン	0.03 mg/l以下
14	四塩化炭素	0.002 mg/l以下	30	ブromホルム	0.09 mg/l以下
15	1,4-ジオキサン	0.05 mg/l以下	31	ホルムアルデヒド	0.08 mg/l以下
16	シス-1,2-ジクロエチレン及びトランス-1,2-ジクロエチレン	0.04 mg/l以下			

◎ 水道水が有すべき性状に関連する項目(20項目)

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

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 $x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$ と書く。 \bar{x} : 標本の平均値 x_{\max} : 測定値の最大値 x_{\min} : 測定値の最小値 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 ϕ : 自由度 H_0 : 帰無仮説 H_1 : 対立仮説 F : F 分布の値 F_0 : 標本から計算した F の値 t : t 分布の値 t_0 : 標本から計算した t の値 $Q1$: 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) 平行試験: 試験において、人・日時・装置が全て同じ場合の測定。
- (2) 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。
- (3) 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_{\min} 又は x_{\max} に対し、下式から検定統計量 G_p を算出する。

$$G_p = \frac{\bar{x} - x_{\min}}{s} \quad \text{又は} \quad G_p = \frac{x_{\max} - \bar{x}}{s}$$

算出した G_p の値と、Grubbs の検定の棄却限界値表から読みとった $G(n, \alpha)$ の

値を比べて、 $G_p > G(n, \alpha)$ あれば、有意水準 α で H_0 が棄却され、 x_{\min} 又は x_{\max} が統計的に異常に離れていると判断する。

(4) 平均値：サンプルの特性値 x の平均値

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n}$$

(5) 範囲：測定値の最大値と最小値との差。

$$R = x_{\max} - x_{\min}$$

(6) 平方和：各特性値と平均値との差の二乗和。

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

(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) 95%信頼区間：危険率5%で母集団の平均値 μ の範囲を示したもの。

$$\bar{x} - t(\phi, \alpha) \sqrt{\frac{V}{n}} \leq \mu \leq \bar{x} + t(\phi, \alpha) \sqrt{\frac{V}{n}}$$

(11) 度数分布：

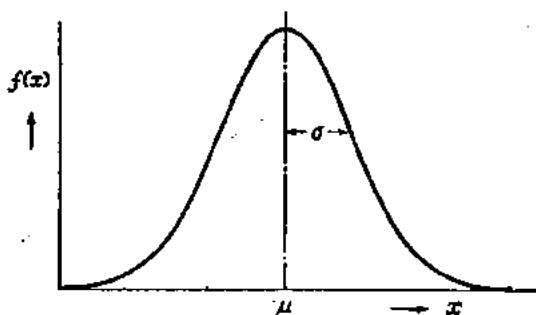
- ①測定値の中に同じ値が繰り返し現われる場合、各値の出現度数を並べたもの。
- ②測定値の存在する範囲をいくつかの区間に分けた場合、各区間に属する測定値の出現度数を並べたもの。度数分布は度数表、ヒストグラムなどで表わされる。

(12) ヒストグラム：度数分布を、各区間を底辺とし、出現度数に比例する面積をもつ柱(長方形)を並べた図で表わしたもの。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。
- (15) F 検定：2群が等しい分散であるかどうかを検定する方法で、2群とも正規分布に従う場合に適用する。2群の母分散は等しいという帰無仮説 H_0 を検定する。2群の各不偏分散 V_A, V_B ($V_A > V_B$ ならば、大きい V_A を分子とする) の比 F_0 を求め、

$$F_0 = \frac{V_A}{V_B}$$

算出した F_0 の値と F 分布表から読み取った $F(\nu_1, \nu_2; \alpha/2)$ の値を比べて $F_0 > F(\nu_1, \nu_2; \alpha/2)$ であれば有意水準 α で H_0 が棄却される。この場合の自由度 $\nu_1 = n_A - 1$ 、 $\nu_2 = n_B - 1$ である。 F 表を引くときの確率は、有意水準 α の $1/2$ であることに注意する。

- (16) Student の t 検定：2群の平均値に差があるかないかを検定する方法で、2群がそれぞれ正規分布に従い、分散がほぼ等しいと仮定できる場合に適用する。2群の平均値には差がないという帰無仮説 H_0 を検定する。下式より t_0 を算出し、

$$t_0 = \frac{\bar{x}_A - \bar{x}_B}{\sqrt{\frac{S_A + S_B}{n_A + n_B - 2} \left(\frac{1}{n_A} + \frac{1}{n_B} \right)}}$$

算出した t_0 の値と、Student の t 分布表から読み取った $t(\phi, \alpha)$ の値を比べて $t_0 > t(\phi, \alpha)$ であれば、有意水準 α で H_0 が棄却される。この場合の自由度 ϕ は $\phi = n_A + n_B - 2$ である。

(17) Zスコア：データのバラツキを表す統計量である。

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

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。

(18) 四分位数

N個のデータを小さい順に並べた時に $\lfloor \{ i \times (N - 1) / 4 \} + 1 \rfloor$ 番目のデータを第 i 四分位数と呼ぶ。

第2四分位数 (Q2) は中央値であり、第3四分位数 (Q3) - 第1四分位数 (Q1) は四分位数範囲と呼ばれ分布のバラツキの代表値である。

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。

別表 1

協議会名簿

行 政 機 関			
千葉県 総合企画部水政課長			
千葉県 健康福祉部業務課長			
千葉市 保健福祉局健康部生活衛生課長			
船橋市 保健所衛生指導課長			
柏市 保健所生活衛生課長			
水 道 事 業 者 等			
九十九里地域水道企業団	浄水課長	富里市水道課	水道課長
北千葉広域水道企業団	技術部副技監	印西市水道部	水道課長
東総広域水道企業団	浄水課長	長門川水道企業団	水道課長
君津広域水道企業団	工務課長	白井市環境建設部	上下水道課長
印旛郡市広域市町村圏事務組合	工務課長	香取市建設水道部	水道工務課長
南房総広域水道企業団	浄水課長	多古町生活環境課	生活環境課長
千葉県水道局	技術部浄水課長	神崎町まちづくり課	水道担当課長
千葉市水道局	水道事業事務所長	鴨子市水道課	水道課長
市原市水道部	新井浄水場長	東庄町まちづくり課	まちづくり課長
松戸市水道部	工務課長	旭市水道課	水道課長
習志野市企業局	供給課長	八千代水道企業団	事務局長
野田市水道部	工務課長	山武郡市広域水道企業団	東金配水場長
柏市水道部	浄水課長	長生郡市広域市町村圏組合	施設課長
流山市水道局	工務課長	山武市水道課	水道課長
八千代市上下水道局	維持管理課長	勝浦市水道課	水道課長
我孫子市水道局	工務課長	大多喜町環境水道課	環境水道課長
木更津市水道部	工務課長	御宿町建設環境課	建設環境課長
君津市水道部	工務課長	いすみ市水道課	水道課長
宮津市水道部	工務課長	鹿嶋市水道局	水道局長
袖ヶ浦市水道局	次長	南房総市水道部	水道課長
成田市水道部	工務課長	館南町水道課	水道課長
佐倉市水道部	施設課長	三芳水道企業団	事務局長
四街道市水道事業センター	工務課長	鹿野山水道株式会社	常務取締役
酒々井町上下水道課	上下水道課長	芝山町総務課企画政策係	総務課企画政策担当課長
八街市水道課	水道課長		
検 査 機 関			
千葉県衛生研究所	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
君津広域水道企業団
印旛郡市広域市町村圏事務組合
南房総広域水道企業団
香取市上下水道部
千葉県水道局技術部浄水課
千葉市水道局
市原市水道部

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、別表に掲げる職にある者をもって充てる。

(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。

<別 表>

委員長	千葉県健康福祉部薬務課	課長
委員	千葉県総合企画部水政課	水道事業室副主幹
委員	千葉県衛生研究所	生活環境研究室主席研究員
委員	千葉県水道局技術部浄水課	水質管理班副主幹
委員	千葉県水道局水質センター	調査課長
委員	北千葉広域水道企業団	技術部水質管理室副主査
委員	君津広域水道企業団	浄水課センター長
委員	東総広域水道企業団	浄水課長補佐
委員	九十九里地域水道企業団	浄水課水質検査室長
委員	南房総広域水道企業団	浄水課水質班主査
委員	千葉市環境保健研究所	健康科学課長
委員	(一財)千葉県薬剤師会検査センター	技術検査部長

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。

平成26年度水質検査精度管理委員名簿

委員所属及び職名	氏名	所属住所	電話番号
健康福祉部薬務課長	本木 義雄	千葉市中央区市場町1-1	043-223-2623
総合企画部水政課 水道事業室副主幹	坪倉 隆	千葉市中央区市場町1-1	043-223-2629
衛生研究所 生活環境研究室主席研究員	小高 陽子	千葉市中央区仁戸名町666-2	043-266-6723
千葉県水道局技術部浄水課 水質管理班副主幹	塩田 実	千葉市花見川区幕張町 5-417-24	043-211-8673
千葉県水道局水質センター 調査課長	小泉 圭夫	千葉市美浜区若葉3-1-7	043-296-8100
北千葉広域水道企業団 技術部水質管理室副主査	高橋 真紀	流山市桐ヶ谷130	04-7158-8091
君津広域水道企業団 浄水課センター長	前田 倫孝	木更津市大寺346番地	0438-98-8841
東総広域水道企業団 浄水課長補佐	飯田 俊明	香取郡東庄町笹川ろ1	0478-86-3821
九十九里地域水道企業団 浄水課水質検査室長	川嶋 幸夫	東金市東岩崎2-3	0475-54-3492
南房総広域水道企業団 浄水課水質班主査	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	都竹 豊茂	千葉市美浜区幸町1-3-9	043-238-9951
(一財)千葉県薬剤師会検査センター 技術検査部長	粕谷 智浩	千葉市中央区中央港 1-12-11	043-242-5940

平成26年度参加機関

平成26年度第1回(蒸発残留物)

九十九里地域水道企業団
北千葉広域水道企業団
東総広域水道企業団
君津広域水道企業団
南房総広域水道企業団
千葉県水道局水質センター
柏市水道部浄水課
銚子市水道課
山武郡市広域水道企業団
三芳水道企業団
千葉市環境保健研究所
佐倉市上下水道部施設課
アクアス(株)
いであ(株)
(一財)茨城県薬剤師会検査センター
(株)エヌ・イーサポート
(株)上総環境調査センター
環境未来(株)
(一社)群馬県薬剤師会環境衛生試験センター
(株)江東微生物研究所
習和産業(株)
(株)総合環境分析
(一財)千葉県環境財団
(一財)千葉県薬剤師会検査センター
中外テクノス(株)
(株)東京水質研究所
東京テクニカル・サービス(株)
内藤環境管理(株)
日本総合住生活(株)
(株)日本分析
(株)ビー・エム・エル
(株)保健科学東日本
(株)ユーベック
ユーロフィン日本環境(株)

34機関参加

平成26年度第2回(陰イオン界面活性剤)

北千葉広域水道企業団
東総広域水道企業団
君津広域水道企業団
千葉県水道局水質センター
千葉市環境保健研究所
アクアス(株)
いであ(株)
(一財)茨城県薬剤師会検査センター
(株)エヌ・イーサポート
オーヤラックスクリーンサービス(株)
(株)上総環境調査センター
(一社)群馬県薬剤師会環境衛生試験センター
(株)江東微生物研究所
習和産業(株)
(株)総合環境分析
(株)ダイワ
(一財)千葉県環境財団
(一財)千葉県薬剤師会検査センター
中外テクノス(株)
東京テクニカル・サービス(株)
内藤環境管理(株)
日本総合住生活(株)
(株)日本分析
(株)ビー・エム・エル
(株)保健科学東日本
(株)ユーベック
ユーロフィン日本環境(株)

27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、業務課担当：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），業務課担当：榎谷暁宏，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），業務課担当：榎谷暁宏，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），業務課担当：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），業務課担当：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），業務課担当：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），業務課担当：鵜澤俊雄，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），業務課担当：鵜澤俊雄，吉田智也

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), 業務課担当：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～」 業務課主査 元木裕二
平成 16 年 7 月 27 日	濁度の検査 (28 機関), 業務課担当：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), 業務課担当：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), 業務課担当：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), 業務課担当：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), 業務課担当：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), 業務課担当：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), 業務課担当：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), 業務課担当：原田利栄
平成 21 年 10 月 20 日	塩素酸の検査 (25 機関), 業務課担当：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), 業務課担当：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),業務課担当：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), 業務課担当：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), 業務課担当：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), 業務課担当：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), 業務課担当：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), 業務課担当：長倉恭子
平成 25 年 10 月 16 日	ホルムアルデヒド (28 機関), 業務課担当：長倉恭子
平成 26 年 1 月 27 日	平成 25 年度水質精度管理委員会 (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), 業務課担当：神力絢子
平成 26 年 10 月 22 日	陰イオン界面活性剤 (27 機関), 業務課担当：神力絢子
平成 27 年 1 月 21 日	平成 26 年度水質精度管理委員会 (本木義雄 委員長)

平成27年2月

千葉県健康福祉部薬務課

千葉県千葉市中央区市場町1番1号

電話 043-223-2618

FAX 043-227-5393