

平成27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

I 水質検査精度管理の背景

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

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

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

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

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

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

また、平成16年3月から水質検査を受託できる者が厚生労働大臣による指定制から登録制に改正され、平成27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27年度は、第1回目に臭素酸を、第2回目にトリクロロ酢酸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

臭素酸

(2) 参加機関

31 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 8 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) 配付試料

水質基準値 (10 μ g/L) の 30%程度 (3 μ g/L) の精度を確認することを目的として試料濃度を設定した。超純水に臭素酸イオン標準原液を添加して 3 μ g/L となるよう調製したものを試料とした。平成 27 年 7 月 6 日に調製後、分注・梱包し冷蔵室 (4 $^{\circ}$ C) に保存した。以下調製試料について示した。

ア 標準品

「臭素酸イオン標準原液」1000mg/L

(関東化学株式会社製 Lot No.703H9515 保証期限 2017 年 3 月末)

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

臭素酸イオン標準原液 1mL を 500mL メスフラスコに採り、超純水で定容の上、転倒混和し、臭素酸中間標準液(2mg/L)を調製した。超純水を 5L メスフラスコに受け、ここに臭素酸中間標準液を 7.5mL 添加し、定容の上、転倒混和し、30L ポリタンクに注いだ。この操作を 3 回繰り返し、計 15L の試料を調製した。

エ 配付試料の梱包及び配付方法

「100mL ポリエチレン瓶」(満水時の容量は約 125mL) 70 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 (ラミジップスタンドタイプ) に入れた後、クッション付封筒に入れ、ガムテープで封をし、冷蔵室 (4 $^{\circ}$ C) 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。5 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「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18「イオンクロマトグラフーポストカラム吸光光度法」に従って測定した。

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、「平成27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。）に基づいて調製した試料を保存し、調製日当日（0日目）、2日目、7日目、10日目及び16日目に各日5本ずつ測定した。なお、試料調製後2日目は、実施要領において参加機関に示した「試料採取日」、16日目は、告示法で示されている試験実施期限の「2週間目」に該当する。

これらの結果を、配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化として表1に示した。臭素酸の濃度の平均値は3.019 $\mu\text{g/L}$ であり、変動係数は2.94%であった。このことから、配付した試料は、均一性が確認され、保存による影響並びに調製に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 配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化

	容器別測定値 ($\mu\text{g/L}$)					平均値 ($\mu\text{g/L}$)	標準偏差 ($\mu\text{g/L}$)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
0日目	3.07	2.97	3.08	3.11	3.18	3.082	0.0760	2.46
2日目	3.03	3.09	3.14	3.08	3.03	3.074	0.0462	1.50
7日目	2.88	2.89	2.93	2.97	2.97	2.928	0.0427	1.46
10日目	3.03	2.86	2.97	2.93	2.92	2.942	0.0630	2.14
16日目	3.00	3.07	3.12	3.01	3.14	3.068	0.0630	2.05
平均 (n=25)						3.019	0.0887	2.94

(4) 実施期間

ア 試料発送年月日

平成27年7月7日（火）

イ 報告書等の提出期限

電子ファイル：平成27年7月22日（水）午後11時59分

書類（紙）：平成27年7月22日（水）消印有効

(5) 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。

(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き Z スコアを求め評価した。

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±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

参加機関数が 31 であったため、データ数は 31 であった。試験方法は、全参加機関が告示別表第 18 「イオンクロマトグラフーポストカラム吸光光度法」に従って実施していた。

(2) 実施結果

全ての参加機関 31 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。この 1 機関を除いた後、機関の平均値の昇順（小→大）で No.00 から 29 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 2-1 に示した。ただし、機関番号 06 は、一部報告値について有効数字 2 桁での記載があったが、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は、機関番号 30 とし配付試料の報告値を表 2-2 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。

表 2-1 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

機関 番号 ²⁾	5回測定の結果(µg/L)					平均値 (µg/L)	標準偏差 (µg/L)	変動係数 (%)	Zスコア ³⁾	誤差率 ⁴⁾ (%)
	1	2	3	4	5					
00	2.76	2.69	2.64	2.64	2.74	2.694	0.0555	2.06	-4.7	-10.4
01	2.75	2.74	2.81	2.82	2.71	2.766	0.0472	1.71	-3.6	-8.0
02	2.88	2.96	2.93	2.87	2.82	2.892	0.0545	1.88	-1.7	-3.9
03	2.91	2.96	2.90	2.98	2.92	2.934	0.0344	1.17	-1.1	-2.5
04	2.93	2.79	2.94	2.98	3.05	2.938	0.0952	3.24	-1.0	-2.3
05	2.92	2.91	2.97	2.94	2.97	2.942	0.0277	0.94	-1.0	-2.2
06 ⁵⁾	2.89	3.0	2.94	2.95	2.94	2.944	0.0391	1.33	-1.0	-2.1
07	2.84	3.03	2.96	2.96	2.97	2.952	0.0691	2.34	-0.8	-1.9
08	2.91	2.99	2.94	2.96	2.99	2.958	0.0342	1.16	-0.7	-1.7
09	3.02	2.94	2.99	3.01	2.93	2.978	0.0409	1.37	-0.4	-1.0
10	2.98	3.02	2.96	2.99	2.99	2.988	0.0217	0.73	-0.3	-0.7
11	3.12	3.07	2.87	3.01	2.91	2.996	0.1053	3.51	-0.2	-0.4
12	3.00	3.01	3.01	2.98	2.98	2.996	0.0152	0.51	-0.2	-0.4
13	3.00	3.02	2.98	2.96	3.03	2.998	0.0286	0.96	-0.1	-0.3
14	3.04	3.03	2.97	3.00	3.00	3.008	0.0277	0.92	0.0	0.0
15	3.08	3.01	2.95	3.00	3.00	3.008	0.0466	1.55	0.0	0.0
16	3.08	2.94	3.11	2.94	2.97	3.008	0.0811	2.69	0.0	0.0
17	3.00	3.00	3.01	3.02	3.01	3.008	0.0084	0.28	0.0	0.0
18	3.00	3.01	3.03	3.01	3.01	3.012	0.0110	0.36	0.1	0.1
19	3.06	2.99	3.03	2.91	3.07	3.012	0.0650	2.16	0.1	0.1
20	3.07	2.99	2.97	3.05	3.00	3.016	0.0422	1.40	0.1	0.3
21	3.07	3.00	3.04	3.05	3.02	3.036	0.0270	0.89	0.4	0.9
22	3.02	3.06	3.07	3.04	3.04	3.046	0.0195	0.64	0.6	1.3
23	3.05	3.05	3.07	3.07	3.04	3.056	0.0134	0.44	0.7	1.6
24	3.05	3.16	3.14	3.09	2.96	3.080	0.0797	2.59	1.1	2.4
25	3.15	2.99	3.07	3.15	3.05	3.082	0.0687	2.23	1.1	2.5
26	3.08	3.10	3.12	3.11	3.10	3.102	0.0148	0.48	1.4	3.1
27	3.09	3.13	3.12	3.10	3.11	3.110	0.0158	0.51	1.5	3.4
28	3.24	3.26	3.04	2.95	3.12	3.122	0.1316	4.22	1.7	3.8
29	3.25	3.21	3.19	3.12	3.14	3.182	0.0526	1.65	2.6	5.8

- 注1) 配付試料は、超純水に臭素酸イオン標準原液(1000mg/L)を使用し、濃度が3µg/Lと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06は、一部報告値について有効数字2桁で記載されたデータがあったが、3桁目を0とみなして統計処理を行った。

表 2-2 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(µg/L)					平均値 (µg/L)	標準偏差 (µg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
30	2.46	2.52	2.54	2.55	2.46	2.506	0.0434	1.73

(3) 基本統計量及びヒストグラム

基本統計量を表 3、各機関における報告値の平均値のヒストグラムを図 1 に示した。

表 3 基本統計量

データ数	30
最大値 (µg/L)	3.182
第 3 四分位 (µg/L)	3.044
中央値 (µg/L)	3.008
第 1 四分位 (µg/L)	2.954
最小値 (µg/L)	2.694
標準偏差 (µg/L)	0.096
平均値 (µg/L)	2.995

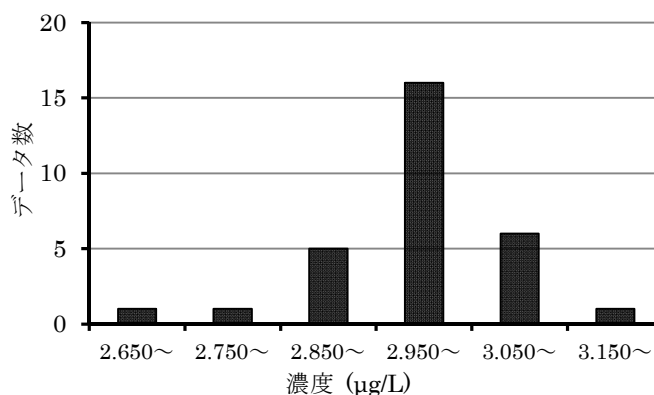


図 1 各機関における報告値(平均値)のヒストグラム

(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

1 機関が該当した。

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して評価された機関が 1 機関あった。このため、当該 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) 報告書の提出期限

報告書の提出について、全 30 機関が期限までに行っていた。

(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 4 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、報告値に有意差は認められなかった (有意水準 5%)。

表 4 経験年数別の基本統計量

経験年数	機関数	平均値 (µg/L)	分散	標準偏差 (µg/L)	変動係数 (%)
1 年未満	6	3.026	0.0104	0.102	3.37
1 年以上 3 年未満	12	3.012	0.00387	0.0622	2.06
3 年以上 5 年未満	6	2.929	0.0267	0.163	5.58
5 年以上 10 年未満	6	2.998	0.00133	0.0365	1.22

(3) 試験実施日時及び試料保存温度

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、2週間以内に試験する」と規定されている。

全30機関において、試料採取後から2週間以内で試験が実施され、試料は1~10℃で保存されていた。

(4) 前処理

告示法では、「検水（検水に含まれる臭素酸の濃度が0.02mg/Lを超える場合には、0.001~0.02mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの）をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mLを捨て、次のろ液を試験溶液とする」と規定されている。

メンブランフィルターで配付試料のろ過を行った機関が29機関で、ろ過を行っていない機関が1機関（機関番号18）あった。ろ過を行った29機関のうち複数試料まとめてろ過を行った機関が11機関、1試料ごとにろ過を行った機関が18機関あった。なお、1試料ごとにろ過を行った全ての機関は、告示法のとおり初めのろ液10mLを廃棄していた。

(5) 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、市販標準原液を使用していた機関が24機関、臭化カリウムから自己調製した機関が6機関あった。なお、機関番号03は、市販標準使用と回答していたが、臭化カリウムを使用していたため自己調製した機関数に含めた。保証期限については、期限内に使用していた機関が28機関、メーカー保証期限を過ぎて使用していた機関が1機関（機関番号01）、未記載が1機関であった。

標準液は、告示法では使用の都度調製することが規定されている。全30機関で試験開始日と同日に、中間標準液（告示法の標準液）及び標準液（以下「標準系列」という。）が調製されていた。

イ 使用器具

標準系列調製に使用した器具は、ホールピペットが22機関、マイクロピペットが7機関、ホールピペットとデジタルマイクロピペットを併用していた機関が1機関あった。

器具別の基本統計量を表5に示した。ホールピペット群とマイクロピペット群でt検定を行ったところ、報告値に有意差は認められなかった（有意水準5%）。なお、マイクロピペットについては、使用方法及び校正状況について確認は行っていない。

表5 標準系列調製に使用した器具別の基本統計量

器具	機関数	平均値 ($\mu\text{g/L}$)	分散	標準偏差 ($\mu\text{g/L}$)	変動係数 (%)
ホールピペット	22	2.987	0.00473	0.0688	2.30
マイクロピペット	7	3.029	0.0264	0.162	5.36
ホールピペット、デジタルマイクロピペット	1	2.944	—	—	—

ウ 検量線の濃度範囲及び点数

検量線の作成について告示法では、臭素酸標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採る（4 点以上の標準系列を調製する）とあり、濃度範囲（臭素酸として 1~20 $\mu\text{g/L}$ ）を超えてはならないと規定されている。検量線を標準系列 3 点で作成した機関が 1 機関（機関番号 26）、4 点が 20 機関、5 点が 6 機関、6 点が 3 機関あった。なお、ブランクは標準系列の点数に含んでいない。

さらに、各機関が報告した標準系列の分析結果を基に、当所で検量線を再計算し、傾き、切片及び寄与率（ r^2 ）の情報から検量線へのブランク反映の有無を確認した。その結果、検量線にブランクを含めていた機関が 8 機関（機関番号 00、04、08、11、14、16、19、24）あった。

また、標準系列の濃度範囲が 0.5~20 $\mu\text{g/L}$ の機関が 1 機関（機関番号 15）あった。

機関番号 01 では、検量線濃度を 0.984、1.94、5.09、10.0、15.0、20.0 と回答していたが、実際は 1、2、5、10、15、20 $\mu\text{g/L}$ の標準系列 6 点で検量線を作成しており、検量線からの計算値を回答したと考えられた。

機関番号 05 では、標準系列の濃度範囲が、0.001~0.01 $\mu\text{g/L}$ と回答していたが、SOP には 0.001~0.01 mg/L とあり記載間違いと考えられた。

機関番号 07 では、標準系列 5 点（1、2、5、10、20 $\mu\text{g/L}$ ）を調製していたが、試料濃度が低かったことを理由に 20 $\mu\text{g/L}$ を除外した 1、2、5、10 $\mu\text{g/L}$ の標準系列 4 点で検量線を作成していた。

エ 定量下限値

定量下限値の設定を基準値の 10 分の 1 としていた機関が 28 機関、システム再現性試験から算出している機関が 1 機関、「なし」と回答した機関が 1 機関あった。

システム再現性試験から算出した機関（機関番号 04）では、0.5 $\mu\text{g/L}$ としていた。

また、「なし」と回答した機関（機関番号 26）では、定量下限値について「本分析機器は納入からまだ半年と日が浅いため、納入業者による据え付け時のデータから妥当と判断し、使用している。」と記載されていた。

オ 妥当性評価

実施済みの機関は 26 機関であった。用いた水の種類については、水道水が 14 機関、精製水が 9 機関、水道水及び精製水が 3 機関であった。

試料の添加濃度については、100 分の 1 超 10 分の 1 以下が 17 機関、10 分の 1 超 1 倍以下が 9 機関であった。

「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインについて」（平成 24 年 9 月 6 日付け健水発 0906 第 1 号）には、妥当性評価の方法として、真度については 5 個以上の添加試料、精度については試験の繰り返し回数は自由度が 4 以上となるようにすると規定されている。

機関番号 25 では、真度の評価に用いた試料数 6、併行精度の自由度 3、室内精度の自由度 2 であり、上記の妥当性評価の方法を満たしていなかった。このため、当該機関におい

ては真度の評価に用いた試料数、併行精度・室内精度の自由度について再確認する必要がある。

また、未実施の4機関については早急な実施を期待したい。

(6) 測定機器

全30機関がイオンクロマトグラフと紫外外部吸収検出器を使用していた。

イオンクロマトグラフの使用期間は、1年未満が4機関、1年以上3年未満が3機関、3年以上5年未満が3機関、5年以上10年未満が6機関、10年以上が14機関であった。

紫外外部吸収検出器の使用期間は、1年未満が5機関、1年以上3年未満が2機関、3年以上5年未満が4機関、5年以上10年未満が6機関、10年以上が13機関であった。

(7) 分離カラム

告示法では、「内径2~8mm、長さ5~25cmのもので、陰イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの」と規定されており、全30機関において規定を満たしていた。

(8) 測定条件

ア 溶離液、反応液1及び反応液2

溶離液は、 $\text{NaHCO}_3/\text{Na}_2\text{CO}_3$ 混液が16機関、 Na_2CO_3 溶液が9機関、 NaHCO_3 溶液が4機関、 KOH 溶液が1機関であった。

反応液1、反応液2について告示法では、「分離カラムで分離された液と2つの反応試薬が別々に混合できるもので、反応温度等が対象物質の最適反応条件に設定できるもの」と規定されているが、臭化カリウム-硫酸溶液と亜硝酸ナトリウム溶液を反応させる順番については規定されていない。

全30機関で臭化カリウム-硫酸溶液と亜硝酸ナトリウム溶液が使用されていた。臭化カリウム-硫酸溶液を反応液1としていた機関が8機関、反応液2としていた機関が22機関あった。

イ 脱気方法

告示法では、溶離液、反応液1及び反応液2（以下「全3液」という）の脱気方法については規定されていない。

溶離液については、脱気未実施が13機関、減圧脱気が9機関、超音波脱気が5機関、減圧脱気+超音波脱気、その他及び未記載が各1機関であった。

反応液1と反応液2については、脱気実施が19機関、未実施が9機関、その他及び未記載が各1機関であった。脱気実施の19機関のうち、反応液1と反応液2で異なる脱気方法（臭化カリウム-硫酸溶液（超音波脱気）、亜硝酸ナトリウム溶液（減圧脱気））を採用していた機関が1機関、同じ方法を採用していた機関が18機関あった。この18機関の内訳は、減圧脱気が10機関、超音波脱気が7機関、減圧脱気+超音波脱気が1機関であった。

HPLC 用脱気装置（デガッサ）を使用した溶液については、全 3 液が 19 機関、2 液が 3 機関（溶離液と亜硝酸ナトリウム溶液が 2 機関、反応液 1 と反応液 2 が 1 機関）、1 液（溶離液のみ）が 2 機関であった。また、未使用の機関が 4 機関、未記載の機関が 2 機関あった。

ウ 測定波長及びピーク読み取り方法

告示法では、波長 268nm で、臭素酸のピーク高さ又は面積を求めると規定されている。全 30 機関において、測定波長は 268nm であった。ピークの読み取り方法は、高さが 2 機関、面積が 28 機関であった。

(9) 亜塩素酸との分離確認

告示法では、臭素酸と亜塩素酸の分離確認については規定されていない。

しかし、分析条件によっては、臭素酸の定量値に影響が出る可能性があるため、当所では臭素酸と亜塩素酸の分離確認を推奨している。

今回、混合標準溶液を調製し分離を確認していた機関は 2 機関（機関番号 04、11）あった。分離度まで算出した機関は機関番号 11 だけであり、その値は 2.13 であった。日本薬局方においてピークの完全分離とは、「分離度 1.5 以上を意味する」とされており、機関番号 11 では完全分離していた。

なお、平成 17 年度に実施した水質検査外部精度管理では、参加 13 機関中実施していた機関は 2 機関であった。今後、各機関において分離確認が行われることに期待したい。

(10) システムの再現性

日本薬局方の一般試験法（液体クロマトグラフィー）の項に、以下の様なシステムの再現性の記載がある。「標準溶液あるいはシステム適合性試験溶液を繰返し注入したときの被検成分のレスポンスのばらつきの程度（精度）が試験目的にかなうレベルにあることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。」

システムの再現性に関して回答した機関は、22 機関であった。このうち、臭素酸を確認試料として、試料繰返し注入 5 回以上であった機関は 18 機関あった。以下にこの 18 機関の状況について示した。

直近の確認実施時期は、2014 年が 1 機関、2015 年 1～3 月が 8 機関、2015 年 4～6 月が 5 機関、2015 年 7 月が 4 機関であった。

確認は、メーカー点検時及び修理後に行われていた。さらに機器更新時、測定担当者変更時、カラム交換時、内部精度管理時に実施している機関もあった。

確認試料濃度は、0.5µg/L が 1 機関、1µg/L が 16 機関、5µg/L が 1 機関であった。

繰返し注入回数は、5 回が 17 機関、10 回が 1 機関であった。

判定基準については、相対標準偏差 10%未満が 12 機関、6%未満が 5 機関、「基準なし」が 1 機関であった。ただし、「基準なし」と回答した当該機関では、0.5µg/L を繰返し 10 回測定し相対標準偏差 6%未満であることを確認していた。

以上、今後の分析の参考とされたい。

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 30 は、標準液調製時において 1mL ホールピペットの共洗いが不十分であったため壁面等に標準原液あるいは告示法の標準液 (2000 $\mu\text{g/L}$) が付着しており、標準系列 (20 $\mu\text{g/L}$) の調製に影響を及ぼしたことを原因として挙げていた。このため、検量線の傾きが大きくなり、設定値より低い値で報告したと考察しており、対応策として、SOP の改定を行った。

このことについて当所では、1mL ホールピペットの使用前後での精製水の残量を化学天秤で 6 回測定した。その結果、採水後の重量が平均 15.23mg 増加していたため、使用後のピペット壁面には溶液が 15 μL 残存すると考えられた。

ホールピペットの使い回しは、検査結果に直接影響することが考えられるため、事前に器具を必要量確保し、分析を行うことが重要である。

機関番号 00 は、検量線のピーク波形処理が自動波形処理のままになっており、実際のピーク面積値より小さい面積値を使用してしまったため、検量線の傾きが不適切となった。また、SOP では、検量線に濃度 0 の検量点は含めない設定になっているところ、原点を含む検量線を作成してしまった。そのことも検量線を不適切としてしまった要因のひとつと考察しており、対応策としては、①検量線作成時には標準液を測定したクロマトは拡大して確認し、自動波形処理が適切でない場合は手動で波形処理を行った上で検量線を作成する、②検量点には、原点を含めないことを厳守するとしていた。

SOP を正しく理解した上で、分析を行うことが重要である。また、定量下限値付近のピーク形状を確認するために、クロマトグラムを適切な大きさに拡大して出力できるように予め設定しておくことが望ましい。

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
01	<ul style="list-style-type: none">・ 硫酸の取扱・ 試料の測定濃度を検量線濃度範囲内に収める。・ 測定前のウォーミングアップを十分に行う。
14	<ul style="list-style-type: none">・ 反応液 1 (1.5M 臭化カリウム+1.0M 硫酸)についてはデガッサを通していないため、ベースラインの乱れの原因になりやすく、波形処理が困難になる事があります。・ 使用直前に減圧と超音波を組み合わせた脱気を十分にしていますが、他に有効な方法があれば伺いたい。
22	<ul style="list-style-type: none">・ 毎回の分析ごとに検量線の記録 (面積値、傾き、切片) をとっていて、各々の値に大きな変動がないか毎回確認をすることで日々の分析の精度管理をしている。・ 反応液 2 を調製するとき、硫酸を加えた後に一旦冷やす作業をしている。

機関 番号	内 容
23	・臭素酸イオンのピークの直前に次亜塩素酸イオンのピークが検出されることがある為、通常は高さにより定量している。
28	・装置安定化のため、2時間程度送液を行ってから、ベースラインが安定していることを確認して測定を行った。 ・工程管理として臭素酸 5µg/L 濃度の標準液を検査試料 10 本に 1 本程度の割合及び全ての試料の測定終了後に測定し、算定された濃度と調製濃度との差が±10%以内であることを確認している。

6 精度管理に関する意見

今回の精度管理に関するご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
04	・報告書の記入例を付けてもらいたいです。	・記入例を付けることを検討いたします。
17	・入力する欄に条件等を書き込みきれず連絡事項欄に記入することになってしまった。	・回答書式の改良を検討いたします。
22	・臭素酸の測定は、値がさほどばらつかないと感じました。 ・臭素酸以外のピーク（夾雑ピーク等）が出なかったため特定しやすかったです。	・今後の参考にいたします。

7 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 31 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 1 機関が棄却されたため、30 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±10%を超えた機関」に該当した機関が 1 機関あったため、当該機関は検査精度が良好でないとして評価された。
- (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) 前処理において、告示法で規定されている試料のフィルターろ過を行っていない機関が 1 機関あった。また、複数試料まとめてフィルターろ過を行っていた機関が 11 機関あった。
- (4) 標準原液について、メーカー保証期限を過ぎていた機関が 1 機関あった。

- (5) 検量線標準系列調製に使用した器具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、ホールピペットとマイクロピペットで比較した場合、有意差は認められなかった。なお、マイクロピペットについては、ホールピペットと比べて容量が変化しやすいなどの特性があるため、使用方法及び校正状況について注意が必要である。
- (6) 検量線の作成について告示法では、4点以上の標準系列を調製すると規定されているが、3点で検量線を作成した機関が1機関あった。
- (7) 当所で検量線を再計算した結果、検量線にブランクを反映させていた機関が8機関あった。
- (8) 妥当性評価の方法として、真度については5個以上の添加試料、精度については試験の繰り返し回数は自由度が4以上となるようにすると規定されているが、機関番号25では、真度の評価に用いた試料数6、併行精度の自由度3、室内精度の自由度2であり、上記の妥当性評価の方法を満たしていなかった。このため、当該機関においては真度の評価に用いた試料数、併行精度・室内精度の自由度について再確認する必要がある。
- (9) 臭素酸と亜塩素酸の分離確認を実施していた機関が2機関あった。
- (10) 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

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記載した。

表6 試験実施日時、試料保存温度及び前処理

表7 検量線標準液調製

表8 検量線濃度範囲、定量下限値、妥当性評価及び精製水

表9 測定機器及び測定条件

表10 カラム

表11 溶離液、反応液1及び反応液2の脱気及び送液条件

表12 器具の洗浄及び溶離液の調製

表13 反応液1及び反応液2の調製

表14 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6 試験実施日時、試料保存温度及び前処理

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 (°C)	経験年数 (年)	前処理(ろ過)			バイアル瓶の 共洗いの有無	
						方法	フィルター 製品名	孔径 (µm)		初めのろ液の廃棄 量 (mL)
00	7月8日15時00分	7月15日10時00分	7月15日14時09分	5	3	1 試料毎	ADVANTEC DISMIC-25	0.2	10	有
01	7月8日9時43分	7月8日13時30分	7月8日22時32分	7	4	1 試料毎	デイスボーター フィルターユニット	0.2	10	有
02	7月8日11時54分	7月16日18時00分	7月17日2時42分	10	1	1 試料毎	TORAST Disc Syringe Filter GLCTD -MCE2522	0.22	10	有
03	7月8日10時30分	7月14日17時50分	7月14日22時30分	4	9	複数試料分 まとめて	Minisart RC15	0.2	10	有
04	7月8日9時00分	7月8日13時00分	7月8日24時00分	4	0	1 試料毎	GLクロマトディスク	0.2	10	有
05	7月8日9時00分	7月8日15時00分	7月8日23時30分	4	0	複数試料分 まとめて	GLクロマトディスク	0.2	10	有
06	7月7日13時00分	7月8日11時00分	7月8日18時00分	5	0	複数試料分 まとめて	RESTEK シリジフイル ター	0.45	10	有
07	7月8日11時00分	7月9日9時00分	7月9日22時00分	4	1	1 試料毎	マイシヨリディスク	0.2	10	有
08	7月8日9時30分	7月10日11時00分	7月10日16時15分	4	1	1 試料毎	ADVANTEC	0.2	10	有
09	7月8日12時30分	7月9日13時00分	7月9日17時50分	7	5	1 試料毎	DISMIC	0.2	10	有
10	7月8日10時40分	7月8日13時00分	7月8日15時30分	7	3	1 試料毎	Minisart RC15	0.2	10	無
11	7月8日9時50分	7月8日17時15分	7月9日10時00分	5	2	1 試料毎	シリジフイルター	0.22	10	有
12	7月8日10時30分	7月8日16時00分	7月9日10時00分	6	1	1 試料毎	エキクロディスク13	0.2	10	無
13	7月8日13時00分	7月13日18時00分	7月14日17時00分	4	4	複数試料分 まとめて	関東化学 HLC-DISK25 イオンクロマト	0.2	10	無
14	7月8日11時30分	7月8日15時30分	7月9日2時00分	4	1	1 試料毎	クラボウ クロマトディスク 25AI	0.2	10	無
15	7月8日9時50分	7月8日13時40分	7月8日18時16分	5	2	複数試料分 まとめて	クロマトディスク	0.2	10	有
16	7月7日16時00分	7月8日9時00分	7月8日23時08分	4	1	1 試料毎	ADVANTEC DISMIC-25HP	0.2	10	有
17	7月8日10時30分	7月9日13時00分	7月10日11時00分	1~10	4	1 試料毎	エキクロディスク 25	0.2	10	有

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 (℃)	経過年数 (年)	前処理(ろ過)			バイアル 瓶の 共洗いの 有無	
						方法	フィルター 製品名	孔径 (μm)		初めのろ 液の廃棄 量 (mL)
18	7月8日12時00分	7月10日9時00分	7月10日16時00分	4	8	行っていない	—	—	無	
19	7月8日10時00分	7月10日18時00分	7月10日23時00分	4	6	1 試料毎	ADVANTEC CP020AN	0.2	10	有
20	7月8日10時45分	7月8日13時05分	7月8日19時30分	4	8	1 試料毎	DISMIC-13HP	0.2	10	有
21	7月8日10時20分	7月9日10時00分	7月9日18時00分	4	5	複数試料分 まとめて	DISMIC-25HP	0.2	10	有
22	7月8日10時00分	7月8日11時00分	7月8日19時40分	4	0	複数試料分 まとめて	TORAST Disc SyringeFilter	0.22	10	無
23	7月8日9時30分	7月10日17時00分	7月10日19時30分	4	1	1 試料毎	GLクロマトディスク	0.2	10	無
24	7月8日11時30分	7月9日13時00分	7月9日17時00分	5	2	複数試料分 まとめて	Millex-GP	0.2	10	有
25	7月10日11時00分	7月10日15時40分	7月10日19時30分	3	2	複数試料分 まとめて	シリンジフィルター	0.2	10	有
26	7月8日10時00分	7月8日15時00分	7月8日18時00分	6.5	0	複数試料分 まとめて	DISMIC-13HP	0.45	3	無
27	7月8日10時45分	7月13日14時19分	7月13日21時14分	4	2	1 試料毎	Millex-LG	0.2	10	有
28	7月8日11時15分	7月10日13時30分	7月13日19時00分	5	3	1 試料毎	DISMIC-25HP	0.2	10	有
29	7月8日10時30分	7月8日11時00分	7月8日18時30分	5	0	複数試料分 まとめて	Minisart RC15	0.2	10	有
30	7月8日10時00分	7月9日10時00分	7月9日17時30分	4	10	複数試料分 まとめて	GLクロマトディスク	0.2	10	有

表7 検量線標準液調製

機関 番号	標準原液						中間標準液 (告示法の標準液)				標準液 (標準系列)			
	試薬名	メーカー 名	保証(使用) 期限	使用開始 年月日	使用期間	種類	臭素酸 濃度 (mg/L)	調製 年月日	使用 期間	調製 年月日	使用 期間	メスフラスコ 材質	容量 (mL)	調整に使用した ピペット
00	臭素酸イオン 標準液	和光	2016年 12月	2015年 7月15日	1週間未満	市販 標準	2000	7月15日	用時 調製	7月15日	用時 調製	ガラス製	100	マイクロピペット
01	臭素酸イオン 標準液	和光	2015年 3月	2015年 3月5日	3ヶ月以上	市販 標準	2	7月8日	用時 調製	7月8日	用時 調製	ガラス製	50, 100	ホールピペット

機関 番号	標準原液							中間標準液 (告示法の標準液)				標準液 (標準系列)			
	試薬名	メーカー 名	保証(使用) 期限	使用開始 年月日	使用期間	種類	臭素酸 濃度 (mg/L)	調製月日	使用 期間	調製月日	使用 期間	メスフラスコ		調製に使用した ビベット	
												材質	容量 (mL)		
02	臭素酸カリウム	関東	2015年 8月2日	2015年 7月2日	1ヶ月未満	自己 調製	2000	7月16日	用時 調製	7月16日	用時 調製	ガラス製	100	ホールビベット	
03	臭素酸カリウム	和光	2017年 7月31日	2015年 7月14日	1週間未満	市販 標準	2000	7月14日	用時 調製	7月14日	用時 調製	ガラス製	100	ホールビベット	
04	臭素酸イオン 標準原液	関東	2016年 3月31日	2015年 3月31日	3ヶ月以上	市販 標準	1001	7月8日	用時 調製	7月8日	用時 調製	ガラス製	100	ホールビベット	
05	臭素酸イオン 標準液	和光	2016年 3月	2015年 5月21日	3ヶ月未満	市販 標準	2000	7月8日	用時 調製	7月8日	用時 調製	ガラス製	100, 200	ホールビベット	
06	臭素酸イオン 標準液	和光	2016年 3月	2015年 7月8日	3ヶ月未満	市販 標準	2000	7月8日	3ヶ月 未満	7月8日	3ヶ月 未満	ガラス製	50	ホールビベット, デジタルマイクロ ビベット	
07	臭素酸カリウム	関東	2015年 7月9日	2015年 7月9日	1週間未満	自己 調製	2000	7月9日	用時 調製	7月9日	用時 調製	ガラス製	100	ホールビベット	
08	臭素酸イオン 標準原液	関東	2016年 3月末日	2015年 3月6日	3ヶ月以上	市販 標準	1000	7月10日	用時 調製	7月10日	用時 調製	ガラス製	100	ホールビベット	
09	臭素酸イオン 標準液	和光	2016年 3月	2015年 2月5日	3ヶ月以上	市販 標準	2000	7月9日	用時 調製	7月9日	用時 調製	ガラス製	20	ホールビベット	
10	臭素酸イオン 標準液	和光	2016年 12月末日	2015年 7月8日	3ヶ月以上	市販 標準	2000	7月8日	用時 調製	7月8日	用時 調製	ガラス製	5	マイクロビベット	
11	臭素酸イオン 標準液	和光	2016年 3月31日	2014年 9月10日	3ヶ月以上	市販 標準	2000	7月8日	用時 調製	7月8日	用時 調製	ガラス製	100	ホールビベット	
12	臭素酸イオン 標準液	和光	2016年 3月31日	2015年 7月8日	1週間未満	市販 標準	2000	7月8日	用時 調製	7月8日	用時 調製	ガラス製	100	ホールビベット	
13	臭素酸カリウム	和光	2016年 7月12日	2015年 7月13日	1週間未満	自己 調製	2000	7月13日	用時 調製	7月13日	用時 調製	ガラス製	100	ホールビベット	
14	臭素酸イオン 標準原液	関東	2016年 3月31日	2015年 3月5日	3ヶ月以上	市販 標準	1001	7月8日	用時 調製	7月8日	用時 調製	ガラス製	100	マイクロビベット	
15	臭素酸カリウム	関東	2015年 7月31日	2015年 7月1日	1ヶ月未満	自己 調製	2000	7月8日	用時 調製	7月8日	用時 調製	ガラス製	100, 1000	ホールビベット	
16	臭素酸カリウム	関東	(未記載)	2015年 7月8日	1週間未満	自己 調製	2000	7月8日	用時 調製	7月8日	用時 調製	ガラス製	10, 25, 50, 100	ホールビベット	
17	臭素酸イオン 標準液	和光	2016年 12月31日	2015年 7月9日	1週間未満	市販 標準	2000	7月9日	用時 調製	7月9日	用時 調製	ガラス製	100	ホールビベット	
18	臭素酸イオン 標準原液	関東	2016年 3月31日	2015年 3月30日	3ヶ月以上	市販 標準	1000	7月10日	用時 調製	7月10日	用時 調製	ガラス製	100	ホールビベット	
19	臭素酸イオン 標準液	和光	2016年 12月	2015年 7月10日	1週間未満	市販 標準	2000	7月10日	用時 調製	7月10日	用時 調製	ガラス製	100	ホールビベット	

機関番号	標準原液							中間標準液 (告示法の標準液)				標準液 (標準系列)			
	試薬名	メーカー名	保証(使用)期限	使用開始年月日	使用期間	種類	臭素酸濃度(mg/L)	調製月日	使用期間	調製月日	使用期間	材質	メスフラスコ容量(mL)	調製に使用したビベット	
20	臭素酸イオン標準原液	関東	2016年3月31日	2015年7月6日	1週間未満	市販標準	1001	7月8日	用時調製	7月8日	用時調製	ガラス製	100	ホールビベット	
21	臭素酸イオン標準原液	関東	2016年3月末日	2015年6月16日	1ヶ月未満	市販標準	1000	7月9日	用時調製	7月9日	用時調製	ガラス製	100	ホールビベット	
22	臭素酸イオン標準液 (イオンクロマトグラフ用)	和光	2016年12月	2015年7月2日	1週間未満	市販標準	2000	7月8日	用時調製	7月8日	用時調製	ガラス製	100	ホールビベット	
23	臭素酸イオン標準液	和光	2016年3月31日	2015年6月24日	3ヶ月以上	市販標準	2000	7月10日	用時調製	7月10日	用時調製	ガラス製	100	ホールビベット	
24	臭素酸イオン標準液	和光	2016年12月	2015年7月9日	1週間未満	市販標準	2000	7月9日	用時調製	7月9日	用時調製	ガラス製	100	ホールビベット	
25	臭素酸イオン標準液	和光	2016年12月末日	2015年6月17日	1ヶ月未満	市販標準	2000	7月10日	用時調製	7月10日	用時調製	ガラス製	100	ホールビベット	
26	臭素酸イオン標準液	和光	2016年3月	2015年7月8日	1週間未満	市販標準	2000	7月8日	3ヶ月以上	7月8日	3ヶ月以上	ガラス製	100,200	マイクロビベット	
27	臭素酸イオン標準液	和光	2016年12月	2015年7月9日	1週間未満	市販標準	2000	7月13日	用時調製	7月13日	用時調製	ポリプロピレン製	200	マイクロビベット	
28	臭素酸イオン標準液	和光	2016年3月31日	2015年7月6日	1週間未満	市販標準	2000	7月10日	用時調製	7月10日	用時調製	ガラス製	50,100,200	マイクロビベット	
29	臭素酸イオン標準液	和光	2016年12月31日	2015年7月8日	1週間未満	市販標準	2000	7月8日	1週間未満	7月8日	用時調製	ガラス製	20	マイクロビベット	
30	イオンクロマトグラフ用臭素酸イオン標準原液	和光	2016年3月	2015年3月27日	3ヶ月以上	市販標準	2000	7月9日	用時調製	7月9日	用時調製	ガラス製	100	ホールビベット	

表 8 検量線濃度範囲、定量下限値、妥当性評価及び精製水

機関 番号	検量線		定量下限値		妥当性評価						精製水	
	濃度 (µg/L) ※ブランクは割愛	点数	ブランク 反映の 有無	濃度 (µg/L)	設定方法	実施の 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		添加濃度の 基準値に 対する割合
00	1, 5, 10, 15, 20	5	有	1.0	基準値の 1/10	有	精製水	25	25	25	1/10 超 1 倍以下	アドバンテック東洋㈱ RFU665DA
01	0.984, 1.94, 5.09, 10.0, 15.0, 20.0	6	無	1.00	基準値の 1/10	有	水道水及び 精製水	5	20	4	1/100 超 1/10 以下	アドバンテック東洋㈱ PFU665DA
02	1, 2, 4, 5, 10	5	無	1	基準値の 1/10	有	水道水	25	20	4	1/100 超 1/10 以下	超純水装置(Milli-Q)
03	1, 2, 4, 8	4	無	1	基準値の 1/10	無	—	—	—	—	—	東京オルガノ商事製 RO 膜・活性炭処理 ヤマト科学㈱WRX-5
04	1, 2, 5, 10	4	有	0.5	システム再現性 試験から算出	有	水道水	5	4	4	1/100 超 1/10 以下	超純水製造装置
05	0.001, 0.0025, 0.005, 0.01	4	無	0.001	基準値の 1/10	無	—	—	—	—	—	超純水
06	1, 2, 5, 10	4	無	1	基準値の 1/10	無	—	—	—	—	—	超純水 処理水→イオン交換→極微 量不純物除去→UF 膜→濾過 ミリポア Synergy UV
07	1, 2, 5, 10, (20 検量線除外)	4	無	1	基準値の 1/10	有	水道水	10	5	4	1/10 超 1 倍以下	日本ミリポア Milli-Q AdvantageA10
08	1, 3, 5, 10	4	有	1	基準値の 1/10	有	精製水	10	10	10	1/100 超 1/10 以下	超純水製造装置
09	1, 3, 6, 10	4	無	1	基準値の 1/10	有	精製水	5	4	4	1/100 超 1/10 以下	MILLIPORE Milli-Q Gradient A10
10	1, 2, 5, 10, 20	5	無	1	基準値の 1/10	有	水道水及び 精製水	5	4	4	1/100 超 1/10 以下	イオン交換、RO 膜透過及び UV 処理
11	1, 5, 10, 20	4	有	1	基準値の 1/10	有	精製水	5	4	10	1/100 超 1/10 以下	オルガノ ピュアラボウルトラ Analytic 型
12	1, 2, 5, 10	4	無	0.001	基準値の 1/10	有	水道水及び 精製水	12	6	5	1/100 超 1/10 以下	メルク AdvantageA10
13	1, 2, 5, 10	4	無	1	基準値の 1/10	有	水道水	10	5	9	1/10 超 1 倍以下	メルクミリポア Milli-Q integral5
14	1, 5, 10, 20	4	有	1	基準値の 1/10	有	精製水	10	5	4	1/100 超 1/10 以下	日本ミリポア Milli-Q Gradient A-10
15	0.5, 1, 2, 5, 10, 20	6	無	1	基準値の 1/10	有	水道水	40	35	42	1/10 超 1 倍以下	ADVANTEC RFU666HA
16	1, 2, 4, 10	4	有	1	基準値の 1/10	有	水道水	5	5	6	1/10 超 1 倍以下	

機関 番号	検量線		定量下限値			妥当性評価						精製水
	濃度 (µg/L) ※フランクは割愛	点数 フランク 反映の 有無	濃度 (µg/L)	設定方法	実施の 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	添加濃度の 基準値に 対する割合		
17	1, 2, 3, 5, 8, 10	6	無	1	基準値の 1/10	有	水道水	5	4	9	1/100 超 1/10 以下	ADVANTEC RFE342NA
18	1, 2, 5, 10, 20	5	無	1	基準値の 1/10	有	水道水	5	4	4	1/10 超 1 倍以下	純水 Ro 逆浸透膜
19	1, 6, 10, 20	4	有	1	基準値の 1/10	有	水道水	5	5	6	1/100 超 1/10 以下	超純水 イオン交換+活性炭処理
20	1, 2, 4, 10, 20	5	無	1	基準値の 1/10	有	水道水	5	5	5	1/10 超 1 倍以下	メルクミリポア Milli-Q Integral 10
21	1, 5, 10, 20	4	無	1	基準値の 1/10	有	精製水	25	4	4	1/10 超 1 倍以下	Milli-Q
22	1, 2, 5, 10	4	無	1	基準値の 1/10	有	水道水	10	5	4	1/100 超 1/10 以下	メルク(株) Milli-Q Integral 5
23	1, 5, 10, 20	4	無	1	基準値の 1/10	有	水道水	5	4	9	1/100 超 1/10 以下	メルク Elix Essential 10 UV/ 日本ミリポア Milli-Q Advantage A10
24	1, 2, 5, 10	4	有	1	基準値の 1/10	有	水道水	10	5	4	1/100 超 1/10 以下	超純水製造装置
25	1, 5, 10, 20	4	無	1	基準値の 1/10	有	水道水	6	3	2	1/100 超 1/10 以下	ミリポア RO 膜法
26	1, 5, 10	3	無	なし	なし	無	—	—	—	—	—	ヤマト科学(株) WA730 ヤマト科学(株) WR700
27	1, 2, 5, 10	4	無	1	基準値の 1/10	有	精製水	10	5	4	1/100 超 1/10 以下	ヤマト科学(株) AUTOPURE WEX5 メルク(株) Milli-Q Advantage A10
28	1, 2, 5, 10, 20	5	無	1	基準値の 1/10	有	精製水	5	4	4	1/100 超 1/10 以下	メルク Milli-Q Integral5
29	1, 2, 5, 10	4	無	1	基準値の 1/10	有	精製水	10	5	4	1/10 超 1 倍以下	Milli-Q Gradient-A10
30	1, 5, 10, 20	4	無	1	基準値の 1/10	有	水道水及び 精製水	10	5	6	1/100 超 1/10 以下	日本ミリポア Elix-UV10/Milli-Q Gradient A10

表9 測定機器及び測定条件

機 関 番 号	測定機器						測定条件						ピーク 読み取 り方法	
	イオンクロマトグラフ			検出器			インジェクター			温度設定 (°C)				
	型式	メーカー名	購入 年月日	使用 期間	型式	メーカー名	購入 年月日	使用 期間	注入 方法	注入量 (μ L)	サンプ クロー ラ	カラム オーブ ン		反応部
00	ICA-2000	東亜 DKK(株)	2004年 3月11日	11年	ICA-3020	東亜 DKK(株)	2004年 4月26日	11年	オート	150	未使用	40	40	面積
01	ICS-1100	日本ダイオネクス(株)	2009年 11月25日	4年 8ヶ月	UVD-510	日本ダイオネクス(株)	2009年 11月25日	4年 8ヶ月	オート	250	(未記載)	(未記載)	40	面積
02	ICS-1500	Dionex	2008年 9月8日	7年	UVD-510	Dionex	2015年 7月1日	1ヶ月	オート	400	(未記載)	30	40	面積
03	LC-10AV _{vp}	株島津製作所	2005年 10月31日	9年	SPD-10 AV _{vp}	株島津製作所	2005年 10月31日	9年	オート	200	4	40	40	面積
04	AS-2055i, CO-2065, PU-2080, PU-2080i, DG-2080-53	日本分光(株)	2004年 5月24日	11年	UV2075	日本分光(株)	2004年 5月24日	11年	オート	400	未使用	40	40	面積
05	Prominence 臭素酸分析 システム	株島津製作所	2007年 6月27日	8年	SPD-20A	株島津製作所	2007年 6月27日	8年	オート	150	(未記載)	40	(未記載)	面積
06	LC-20A	株島津製作所	2015年 2月3日	5ヶ月	SPD-20A	株島津製作所	2015年 2月3日	5ヶ月	オート	200	4	40	40	面積
07	ICS-1100	サーモフィッ ンシャーサイエン ティファイック	2013年 12月20日	1年	PCM-520 B	サーモフィッ ンシャーサイエン ティファイック	2013年 12月20日	1年	オート	200	10	40	40	面積
08	ICS-1500	DIONEX	2004年 3月	11年 4ヶ月	UVD-510	DIONEX	2004年 3月	11年 4ヶ月	オート	250	(未記載)	35	40	面積
09	ICS-1600	Thermo Scientific	2014年 8月25日	10カ 月	VWD	Thermo Scientific	2014年 8月25日	10カ 月	オート	200	(未記載)	30	40	高さ
10	LC-10AD _{vp} , LC-10Ai, SIL-10Ai, CTO-10Av _p , SCL-10Av _p , DGU-14A	株島津製作所	2004年 1月13日	11年	SPD-10Av p	株島津製作所	2004年 1月13日	11年	オート	200	(未記載)	40	40	面積
11	ICS-1000	DIONEX 社	2004年 5月20日	11年	UVD-500	DIONEX 社	2004年 5月20日	11年	オート	250	未使用	35	40	面積
12	ICS-2000	日本ダイオネクス(株)	2004年 7月15日	11年	UVD-510	日本ダイオネクス(株)	2004年 7月15日	11年	オート	200	25	25	40	面積

機関 番号	測定機器										測定条件					ピーク 読み取 り方法
	イオンクロマトグラフ					検出器					インジェクター			温度設定 (°C)		
	型式	メーカー名	購入 年月日	使用 期間	型式	メーカー名	購入 年月日	使用 期間	注入 方法	注入量 (μL)	サンプル クローラー	カラム オーブン	反応部			
13	ダイオネクス ICS-1600	サーモフィッ ツシャーサイエン ティファイック	2014年 3月29日	1年	ダイオ ネクス VWD	サーモフィッ ツシャーサイエン ティファイック	2014年 3月29日	1年	オート	200 (未記載)	35	40	面積			
14	Prominence 臭素酸分析 システム	株式会社 島津製作所	2014年 10月8日	9カ月	SPD-20A	株式会社 島津製作所	2014年 10月8日	9カ月	オート	200	40	40	面積			
15	ICS-1000	DIONEX	2004年 3月1日	16年	UVD-510	DIONEX	2004年 3月1日	16年	オート	250	22	40	面積			
16	(未記載)	株式会社 島津製作所	2011年 6月11日	4年	LC-20A	株式会社 島津製作所	2011年 6月11日	4年	オート	200	40	40	面積			
17	ICA-2000	東亜 DKK(株)	2004年 3月29日	11年 3ヶ月	ICA-3020	東亜 DKK(株)	2004年 3月29日	11年 3ヶ月	オート	250	40	40	面積			
18	ICS1500	Dionex	2006年 4月21日	9年	UVD500	Dionex	2006年 4月21日	9年	オート	200 (未記載)	(未記載)	40	面積			
19	ICA-2000	東亜 DKK(株)	2001年 10月6日	13年	ICA-201U V	東亜 DKK(株)	2001年 10月6日	13年	オート	300	40	40	面積			
20	ICS-1100	Thermo	2014年 4月	1年 3ヶ月	UVD-510 UV-Vis Detector	DIONEX	2006年 10月	8年 9ヶ月	オート	250	30	40	面積			
21	SCL-10Avp	株式会社 島津製作所	2006年 1月20日	9年	SPD-20A V	株式会社 島津製作所	2006年 1月20日	9年	オート	200	40	40	面積			
22	ICS-1000	DIONEX	2009年 7月16日	6年	UVD-510	DIONEX	2009年 7月16日	6年	オート	250 (未記載)	35	40	面積			
23	Lachrom Elite (L-2000 シリーズ)	株式会社 島津製作所	2004年 2月25日	11年	L-2400	株式会社 島津製作所	2004年 2月25日	11年	オート	200	40	40	高さ			
24	DX-320	DIONEX	2003年 11月4日	11年	DX-320	DIONEX	2003年 11月4日	11年	オート	200	35	40	面積			
25	ICS-1500	Thermo (DIONEX)	2004年 8月7日	10年 11カ月	UVD-510	Thermo (DIONEX)	2004年 8月7日	10年 11カ月	オート	300	35	40	面積			
26	(未記載)	株式会社 島津製作所	2015年 1月28日	6カ月	SPD-20A	株式会社 島津製作所	2015年 1月28日	6カ月	オート	200 (未記載)	40	40	面積			
27	LC-2000	日本分光(株)	2004年 3月12日	11年	UV-2070 Plus	日本分光(株)	2004年 3月12日	11年	オート	400 (未記載)	40	40	面積			
28	IC-2010	東ソー(株)	2011年 1月21日	4年	UV-8320	東ソー(株)	2011年 1月21日	4年	オート	300	40	40	面積			
29	LC-10A	株式会社 島津製作所	2004年 8月23日	11年	SPD-10A	株式会社 島津製作所	2004年 8月23日	11年	オート	200	40	40	面積			

機関 番号	測定機器						測定条件							
	イオンクロマトグラフ			検出器			インジェクター			温度設定 (°C)				
	型式	メーカー名	購入 年月日	使用 期間	型式	メーカー名	購入 年月日	使用 期間	注入 方法	注入量 (μ L)	サンプル クーラー	カラム オーブン	反応部	ピーク 読み取 り方法
30	LC-10ADvp	(株)島津製作所	2002年 7月1日	13年	SPD-10Av p	(株)島津製作所	2002年 7月1日	13年	オート	250	(未記載)	40	40	面積

表 10 カラム

機関 番号	分離カラム				ガードカラム			
	型式	メーカー名	形状 (長さ×内径)	使用期間	型式	メーカー名	形状 (長さ×内径)	使用期間
00	PCI-230	東亜 DKK(株)	150mm×4.0mm <i>i.d.</i>	3カ月	PCI-205G	東亜 DKK(株)	10mm×4.0mm <i>i.d.</i>	3カ月
01	IonPac AS9-HC	日本ダイオネクス(株)	25cm×4.0mm	5年8ヶ月	IonPac AG9-HC	日本ダイオネクス(株)	4mm×50mm	5年8ヶ月
02	IonPac AS9-HC	Dionex	250mm×4mm <i>i.d.</i>	1ヶ月	IonPac AG9-HC	Dionex	50mm×4mm <i>i.d.</i>	1ヶ月
03	IC-SA2	(株)島津製作所	250mm×4.0mm <i>i.d.</i>	9年	IC-SA2(G)	(株)島津製作所	10mm×4.6mm <i>i.d.</i>	9年
04	IC SI+50 4E	昭和電工(株)	250mm×4mm <i>i.d.</i>	6ヶ月	IC SI+50G	昭和電工(株)	10mm×4.6mm <i>i.d.</i>	6ヶ月
05	Shim-pack IC-BROMATE	(株)島津製作所	150mm×4.0mm <i>i.d.</i>	9カ月	Shim-pack IC-BROMATE(G)	(株)島津製作所	150mm×4.0mm <i>i.d.</i>	9カ月
06	Shim-pack IC-Bromate	(株)島津製作所	150mm×4.0mm <i>i.d.</i>	5カ月	Shim-pack IC-Bromate (G)	(株)島津製作所	10mm×4.6mm <i>i.d.</i>	5カ月
07	IonPac AS23	サーモフィッシュヤー サイエンティファイック	250mm×4mm <i>i.d.</i>	1年	IonPac AG23	サーモフィッシュヤー サイエンティファイック	50mm×4mm <i>i.d.</i>	1年
08	IonPac AS9-HC	Thermo	250mm×4mm <i>i.d.</i>	6カ月	IonPac AG9-HC	Thermo	50mm×4mm <i>i.d.</i>	6カ月
09	IonPac AS18	Thermo Scientific	250mm×4mm <i>i.d.</i>	10カ月	IonPac AG18	Thermo Scientific	50mm×4mm <i>i.d.</i>	10カ月
10	Shim-pack IC-SA3	(株)島津製作所	250mm×4.0mm <i>i.d.</i>	1カ月	Shim-pack IC-SA3(G)	(株)島津製作所	10mm×4.6mm <i>i.d.</i>	1カ月
11	IonPac AS22	サーモフィッシュヤー サイエンティファイック社	250mm×4mm <i>i.d.</i>	2年	AG22	サーモフィッシュヤー サイエンティファイック社	50mm×4mm <i>i.d.</i>	2年
12	IonPac AS18	サーモフィッシュヤー サイエンティファイック	250mm×4mm <i>i.d.</i>	4ヶ月	IonPac AG18	日本ダイオネクス(株)	50mm×4mm <i>i.d.</i>	3ヶ月
13	ダイオネクス Ion Pac AS22	サーモフィッシュヤー サイエンティファイック	4mm×250mm <i>i.d.</i>	6ヶ月	ダイオネクス Ion Pac AG22	サーモフィッシュヤー サイエンティファイック	4mm×50mm <i>i.d.</i>	1ヶ月
14	Shim-pack IC Bromate	(株)島津製作所	150mm×4.0mm <i>i.d.</i>	9カ月	Shim-pack IC Bromate(G)	(株)島津製作所	10mm×4.6mm <i>i.d.</i>	9カ月
15	AS9-HC	Thermo Scientific	250mm×4mm <i>i.d.</i>	6カ月	AG9-HC	Thermo Scientific	50mm×4mm <i>i.d.</i>	6カ月

機開 番号	分離カラム				ガードカラム			
	型式	メーカー名	形状 (長さ×内径)	使用期間	型式	メーカー名	形状 (長さ×内径)	使用期間
16	Shim-pack IC-Bromate	株式会社 島津製作所	150mm×4.0mm i.d.	1年	Shim-pack IC-Bromate(G)	株式会社 島津製作所	10mm×4.6mm i.d.	1年
17	PCI-230	東亜ダイケ ケケケ(株)	150mm×4.6mm i.d.	1ヶ月	PCI-205G	東亜ダイケ ケケケ(株)	10mm×4.6mm i.d.	1ヶ月
18	IonPacAS9-HC	Thermo	250mm×4mm i.d.	8か月	IonPacAG9-HC	Thermo	50mm×4mm i.d.	8か月
19	PCI-230	東亜DKK(株)	4.6mm×100mm i.d.	3年	PCI-205G	東亜DKK(株)	(未記載)	3年
20	IonPacAS-23	DIONEX	250mm×4mm i.d.	3年	IonPacAG-23	DIONEX	50mm×4mm i.d.	3年
21	Shim-pack IC-SA3	株式会社 島津製作所	250mm×4mm i.d.	3年	Shim-pack IC-SA3 (G)	株式会社 島津製作所	10mm×4.6mm i.d.	3年
22	AS18	DIONEX	250mm×4mm i.d.	6年	AG18	DIONEX	50mm×4mm i.d.	6年
23	Shodex IC SI-90 4E	昭和電工(株)	250mm×4.0mm i.d.	2年	Shodex IC SI-90G	昭和電工(株)	10mm×4.6mm i.d.	2年
24	AS9-HC	DIONEX	250mm×4mm i.d.	5年	AG9-HC	DIONEX	50mm×4mm i.d.	5年
25	AS9-HC	Thermo (DIONEX)	250mm×4mm i.d.	6か月	AG9-HC	Thermo(DIONEX)	50mm×4mm i.d.	6か月
26	IC-Bromate	株式会社 島津製作所	150mm×4.0mm i.d.	6か月	IC-Bromate(G)	株式会社 島津製作所	10mm×4.6mm i.d.	6か月
27	IC SI-50 4E	昭和電工(株)	250mm×4.0mm i.d.	1年	—	—	—	—
28	Shim-Pack IC-Bromate	株式会社 島津製作所	150mm×4.0mm i.d.	1ヶ月	Shim-Pack IC-Bromate(G)	株式会社 島津製作所	10mm×4.6mm i.d.	1ヶ月
29	Shim-packIC-SA2	株式会社 島津製作所	250mm×4.0mm i.d.	7年	Shim-packIC-SA2(G)	株式会社 島津製作所	10mm×4.6mm i.d.	7年
30	Shim-pack IC-Browate	株式会社 島津製作所	150mm×4.0mm i.d.	8か月	Shim-pack IC-Browate(G)	株式会社 島津製作所	10mm×4.6mm i.d.	8か月

表 11 溶離液、反応液 1 及び反応液 2 の脱気及び送液条件

機開 番号	各溶液の組成				脱気方法		HPLC 用脱 気装置使用 対象溶液	送液条件		
	溶離液	反応液 1	反応液 2	溶離液	反応液 1	反応液 2		溶離液	反応液 1	反応液 2
00	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	臭化カリウム -硫酸溶液	亜硝酸ナトリウム 溶液	未実施	未実施	未実施	全 3 液	0.8 mL/min (0-8min)	0.4 mL/min (0-8min)	0.4 mL/min (0-8min)
01	Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	減圧	減圧	減圧	全 3 液	1.0mL/min (0-10 min)	0.2mL/min (0-10 min)	0.4mL/min (0-10 min)
02	Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	減圧	減圧	減圧	全 3 液	1mL/min (10min)	0.2mL/min (10min)	0.4mL/min (10min)

機関 番号	各溶液の組成		脱気方法			HPLC 用脱 気装置使用 対象溶液	送液条件			
	溶離液	反応液 1	反応液 2	溶離液	反応液 1		反応液 2	Isocratic/ Gradient	溶離液	反応液 1
03	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	未実施	全 3 液	Isocratic	1.0mL/min	0.2mL/min	0.4mL/min
04	NaHCO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	(未記載)	全 3 液	Isocratic	0.6 mL/min (0-20min)	0.2 mL/min (0-20min)	0.4 mL/min (0-20min)
05	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	臭化カリウム -硫酸溶液	亜硝酸ナトリウム 溶液	反応液 2	未実施	全 3 液	Isocratic	1.0mL/min	0.4mL/min	0.2mL/min
06	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	減圧	全 3 液	Isocratic	1.0 mL/min (0-10 min)	0.2 mL/min (0-10 min)	0.4 mL/min (0-10 min)
07	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	超音波	全 3 液	Isocratic	1.0mL/min	0.2mL/min	0.4mL/min
08	Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	減圧	反応液 1/ 反応液 2	Isocratic	1.0mL/min (0-8 min)	0.2mL/min (0-8 min)	0.4mL/min (0-8 min)
09	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	超音波	未使用	Isocratic	1.0mL/min	0.2mL/min	0.4mL/min
10	Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	超音波	全 3 液	Isocratic	0.8mL/min	0.2mL/min	0.4mL/min
11	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	減圧	全 3 液	Isocratic	1.2mL/min (0-10min)	0.2mL/min (0-10min)	0.4mL/min (0-10min)
12	KOH 溶液	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	減圧	全 3 液	Gradient	1mL/min (15min)	0.1mL/min (15min)	0.2mL/min (15min)
13	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	超音波	溶離液 のみ	Isocratic	1.2mL/min	0.2mL/min	0.4mL/min
14	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	臭化カリウム -硫酸溶液	亜硝酸ナトリウム 溶液	反応液 2	減圧、 超音波	溶離液/ 反応液 2	Isocratic	1mL/min (0-10min)	0.4mL/min (0-10min)	0.2mL/min (0-10min)
15	Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	減圧	全 3 液	Isocratic	1mL/min	0.2mL/min	0.4mL/min
16	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	未実施	全 3 液	Isocratic	1.0 mL/min (0-20min)	0.2 mL/min (0-20min)	0.4 mL/min (0-20 min)
17	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	臭化カリウム -硫酸溶液	亜硝酸ナトリウム 溶液	反応液 2	超音波	全 3 液	Isocratic	0.8 mL/min (0-8min)	0.4 mL/min (0-8min)	0.4 mL/min (0-8min)
18	Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	減圧	(未記載)	Gradient	1.0mL/min	0.2mL/min	0.4mL/min
19	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	減圧	(未記載)	Isocratic	1.2mL/min	0.2mL/min	0.2mL/min
20	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	その他	未使用	Isocratic	1.0mL/min	0.2mL/min	0.4mL/min
21	Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	反応液 2	超音波	溶離液/ 反応液 1	Isocratic	0.8mL/min (9.7min)	0.2mL/min (9.7min)	0.4mL/min (9.7min)

機関 番号	各溶液の組成		脱気方法			HPLC 用脱 気装置使用 対象溶液	送液条件			
	溶離液	反応液 1	反応液 2	溶離液	反応液 1		反応液 2	Isocratic/ Gradient	溶離液	反応液 1
22	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	減圧	減圧	全 3 液	1.0mL/min (0-13min)	0.2mL/min (0-13min)	0.4mL/min (0-13min)
23	NaHCO ₃	臭化カリウム -硫酸溶液	亜硝酸ナトリウム 溶液	亜硝酸ナトリウム 溶液	超音波	超音波	未使用	1.0mL/min	0.4mL/min	0.2mL/min
24	Na ₂ CO ₃	臭化カリウム -硫酸溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	未実施	未実施	全 3 液	1mL/min (0-8min)	0.2mL/min (0-8min)	0.4mL/min (0-8min)
25	Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	減圧	減圧	全 3 液	1.3mL/min	0.3mL/min	0.4mL/min
26	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	未実施	未実施	全 3 液	1mL/min	0.2mL/min	0.4mL/min
27	NaHCO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	未実施	未実施	溶離液 のみ	0.7 mL/min	0.2 mL/min	0.4 mL/min
28	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	臭化カリウム -硫酸溶液	亜硝酸ナトリウム 溶液	亜硝酸ナトリウム 溶液	未実施	未実施	全 3 液	0.8mL/min	0.4mL/min	0.2mL/min
29	NaHCO ₃	臭化カリウム -硫酸溶液	亜硝酸ナトリウム 溶液	亜硝酸ナトリウム 溶液	未実施	未実施	全 3 液	1.0mL/min (0-17min)	0.4mL/min (0-17min)	0.2mL/min (0-17min)
30	NaHCO ₃ / Na ₂ CO ₃	亜硝酸ナトリウム 溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	臭化カリウム -硫酸溶液	未実施	未実施	全 3 液	1.0mL/min	0.4mL/min	0.2mL/min

表 12 器具の洗浄及び溶離液の調製

機関 番号	使用する器具の洗浄方法	溶離液の調製方法
00	① 洗剤で洗浄後、水道水で5回すすぐ。 ② 器具を超純水で満たし、捨てることを2回繰り返す。 ③ 使用時は超純水で1回すすいでから使用する。	① 1L ビーカー (ガラス製) に精製水約 800mL を加える。 ② 炭酸ナトリウム 0.371g 及び炭酸水素ナトリウム 0.084g を量とり、①の精製水に溶かす。 ③ 1L メスフラスコ (ガラス製) に②を加え、精製水を標線まで加え混和する。 ④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、溶離液とする。
01	①水道水洗浄 ②洗剤入りの超音波洗浄 ③超純水洗浄 ④自然乾燥	①精製水を脱気した。 ②1000ml メスシリンダーにて1400ml 脱気した精製水を 2000ml ポリ容器に入れ、これに 1 mol/l 炭酸ナトリウム溶液 12.6ml を加えて調整した。
02	① 水道水で 1 回すすぐ。 ② 器具を超純水で満たし、捨てることを 2 回繰り返す。 ③ 使用時は超純水で 2 回すすいでから使用する。	① 0.9mol/L 炭酸ナトリウムを冷暗所より取り出し室温に戻す。 ② 1000mL 全量フラスコ (ガラス製) に精製水約 500mL を加える。 ③ 10mL 全量ピペット (ガラス製) を用いて、0.9mol/L 炭酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和する。

機関番号	使用する器具の洗浄方法	溶離液の調製方法
03	<p>① 水道水で3回すすぐ。 ② 器具を超純水で満たし、捨てることを2回繰り返す。 ③ 使用時は超純水で1回すすいでから使用する。</p>	<p>溶離液の調製方法</p> <p>① NaHCO_3 10.08g と Na_2CO_3 0.636g を 1L メスフラスコに加え精製水で溶解し定容とし溶離液の濃縮液とする。 ② 濃縮液 (120mmol/L 炭酸水素ナトリウム, 6mmol/L 炭酸ナトリウム) を冷暗所より取り出し室温に戻す。 ③ 1000mL 共栓付きメスフラスコ (ガラス製) に精製水 800mL を量りとる。 ④ 100mL シリンダー (ガラス製) を用いて、120mmol/L 炭酸水素ナトリウム溶液及び 6mmol/L 炭酸ナトリウム溶液を 100mL 加え、精製水を 1000mL メスフラスコの標線まで加え混和し溶離液とする。</p>
04	<p>ガラス製ホルペレットは、水道水による洗浄を3回以上行った後、超音波洗浄機による洗剤洗浄、水道水洗浄、酸洗浄、水道水洗浄、蒸留水洗浄を行い、自然乾燥させる。ガラス製メスフラスコ及びメスシリンダーは、水道水による内外面の洗浄を3回以上、精製水による内外面の洗浄を3回以上行った後、自然乾燥させる。</p>	<p>① 溶離液原液 (ガラス製 1L メスフラスコに炭酸水素ナトリウム 67.208g を正確に量り採り、精製水でメスアップしたものを冷暗所より取り出し、室温に戻す。 ② ガラス製 1L メスフラスコに溶離液原液 15mL をホルペレットで正確に量り採り、精製水で全量を 1L とし、混和する。 ③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、溶離液とする。</p>
05	<p>① 水道水で10回すすぐ。 ② 超純水で3回すすいだ後風乾する。 ③ 使用時は超純水で3回すすいでから使用する。</p>	<p>① 濃縮液 (480mmol/L 炭酸水素ナトリウム, 24mmol/L 炭酸ナトリウム) を冷蔵庫より取り出し室温に戻す。 ② 1L メスフラスコ (ガラス製) に、25mL ホールペレット (ガラス製) を用いて濃縮液を加え、精製水を標線まで加え混和する。 ③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、溶離液とする。</p>
06	<p>① 水道水で10回すすぐ。 ② 器具を超純水で満たし、捨てることを5回繰り返す。 ③ 使用時は超純水で3回すすいでから使用する。</p>	<p>① 200ml メスフラスコに炭酸ナトリウム (特級) 1.272g を量り採り、精製水を標線まで加え、溶解する。 ② ①から 5mL をホルペレット (ガラス製) で採り、500ml メスフラスコ (ガラス製) に炭酸水素ナトリウム (特級) 0.504g と共に入れ、精製水を標線まで加え、溶解し、溶離液とする。</p>
07	<p>① 水道水で1回すすぐ。 ② 水道水に理化学器具洗浄用洗剤を入れ、超音波洗浄する。 ③ 水道水で2回すすいだ後、蒸留水ですすぐ (場合によっては熱乾燥する)。 ④ 使用時は超純水で1回すすいでから使用する。</p>	<p>① 市販試薬 (1mol/L 炭酸水素ナトリウム, 1mol/L 炭酸ナトリウム) を暗所より取り出す。 ② 予め精製水を入れた 1L メスフラスコ (ガラス製) にデジタールピペット (PP 製チップ) を用いて、炭酸水素ナトリウム溶液 0.8mL 及び炭酸ナトリウム溶液 4.5mL を採り、メスアップし混和する。 ③ メンブランフィルター (4-μm ボンプレ) を用いてろ過をし、超音波脱気したものを溶離液とする。</p>
08	<p>① 器具は精製水で5回すすいでから使用する。</p>	<p>① 2000mL メスフラスコ (ガラス製) に炭酸ナトリウム (特級) 1.9g を移し入れ、精製水を標線まで加え混和する。 ② ろ過は行わず溶離液とする。</p>
09	<p>① 洗剤で洗い、水道水で流す。 ② 超純水ですすぐ。 ③ 使用時に超純水で2、3回すすいでから使用する。</p>	<p>① 1mol/L 炭酸ナトリウム溶液 (イオンクロマトグラフ用) を 15mL のホールピペット (ガラス製) で 20mL のメスフラスコ (ガラス製) に採り、精製水を加え 20mL とする。 ② 1mol/L 炭酸水素ナトリウム溶液 (イオンクロマトグラフ用) を 1mL のホールピペット (ガラス製) で 10mL のメスフラスコ (ガラス製) に採り、精製水を加え 10mL とする。 ③ ①の溶液 5mL、②の溶液 1mL をそれぞれホールピペット (ガラス製) で 1L のメスフラスコ (ガラス製) に採り、精製水を加え 1L とする。 ④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、溶離液とする。</p>
10	<p>① 水道水で3回すすぐ。 ② 洗剤を薄めた槽に1日浸け置く。 ③ 超音波で15分間洗浄する。 ④ 水道水で8回すすぐ。 ⑤ 精製水で2回すすぐ。</p>	<p>① 炭酸ナトリウム (特級) 0.382g をマイクロ秤量瓶 (ガラス製) に量り取る。 ② 1L メスフラスコ (ガラス製) に少量の精製水で溶解させる。 ③ 溶解後、精製水で定容する。 ④ ポリ保存瓶に入れ換える。 ⑤ メンブランフィルターによるろ過は行わず、溶離液とする。</p>

機関番号	使用する器具の洗浄方法	溶離液の調製方法
11	<p>① 水道水で3回すすぐ。 ② 器具を超純水で満たし、捨てることを3回繰り返す。 ③ 使用時は超純水で2回すすいでから使用する。</p>	<p>炭酸水素ナトリウム4.2gと炭酸ナトリウム23.85gを500mLメスフラスコ（ガラス製）に量りとり、精製水を標線まで加え混和し、溶離液用ストック溶液とする。 ② 2000mLメスフラスコ（ガラス製）に20mLホルピペット（ガラス製）を用いて溶離液用ストック溶液（0.10mol/L炭酸水素ナトリウム・0.45mol/L炭酸ナトリウム混合溶液）を加え、脱気した精製水を標線まで加え混和する。 ③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、溶離液とする。</p>
12	<p>① 超音波洗浄機により洗浄する（超音波で15分間洗浄した後、水道水で3回洗浄）。 ② 器具を超純水で満たし、捨てることを2回繰り返す。 ③ 使用時は超純水で1回すすいでから使用する。</p>	<p>自動生成装置により、溶離液（KOH）を生成する。</p>
13	<p>① 超音波洗浄機を用いて洗浄し、超純水で2回すすぐ。 ③ 使用時は超純水で2回すすいでから使用する。</p>	<p>① 濃縮液（0.1mmol/L炭酸水素ナトリウム、0.1mmol/L炭酸ナトリウム）を使用する。 ② 2000mLメスシリンダー（ガラス製）に精製水を量りとる。 ③ 50mLメスシリンダー（ガラス製）を用いて0.1mmol/L炭酸水素ナトリウム溶液20mL、100mLメスシリンダー（ガラス製）を用いて0.1mmol/L炭酸ナトリウム溶液を90mL加え、精製水を標線まで加え混和し、溶離液とする。</p>
14	<p>① 超音波洗浄した器具を水道水、超純水の順ですすぎ、乾燥させて保管する。 ② 保管してある器具を使用時に超純水で3回すすいでから使用する。</p>	<p>① 濃縮液（170mmol/L炭酸水素ナトリウム+180mmol/L炭酸ナトリウム）を冷暗所より取り出し室温に戻す。 ② 1000mLメスフラスコ（ガラス製）に精製水約950mLをとる。 ③ 10mLホルピペット（ガラス製）を用いて濃縮液を加え、精製水を標線まで加え混和する。 ④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、溶離液とする。</p>
15	<p>① 高圧ジェット洗浄機を用いて使用器具類を3回程度すすぐ。 ② 精製水で3回程度すすぐ。 ③ 使用時は再度精製水で3回以上すすいでから使用する。</p>	<p>① 300mLビーカー（ガラス製）に炭酸ナトリウム（特級）を53g秤量し、精製水を加えて溶かし500mL全量フラスコ（ガラス製）に移し定容する。これは、1mol/L炭酸ナトリウム溶液であり、これをポリエチレン容器に移し替え冷蔵保存しておく。 ② ①の1mol/L炭酸ナトリウム溶液を冷暗所より取り出し室温に戻す。 ③ 1Lメスフラスコ（ガラス製）に精製水を約800mL程度入れておく。 ④ 9mLホルピペット（ガラス製）を用いて、1mol/L炭酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和する。 ⑤ この溶液を測定機器専用容器（ポリエチレン容器）に移し替えた後、スターラー及び攪拌子を用い攪拌しながら、スターラーを用いて吸引脱気し、溶離液として使用する。</p>
16	<p>① 水道水で約3回すすぐ。 ② 器具をイオン交換水で満たし、捨てることを約3回繰り返す。 ③ 使用時はイオン交換水で約3回すすいでから使用する。</p>	<p>① 濃縮液（120 mmol/L炭酸水素ナトリウム、6 mmol/L炭酸ナトリウム混合溶液）を冷暗所より取り出し室温に戻す。 ② 1L 共栓付きメスフラスコに精製水約500 mLを入れる。 ③ 200 mLメスシリンダー（ガラス製）を用いて、120 mmol/L炭酸水素ナトリウム、6 mmol/L炭酸ナトリウム混合溶液100 mLを②に加え、精製水を標線まで加え混和する。 ④ ろ過は行わず、溶離液とする。</p>
17	<p>① 水道水で3回すすぐ。 ② 器具を精製水で満たし、超音波にかけて捨てることを3回繰り返す。 ③ 使用時は精製水で3回すすいでから使用する。</p>	<p>① 濃縮液（0.1mol/L炭酸水素ナトリウム、0.35mol/L炭酸ナトリウム）を冷暗所より取り出し室温に戻す。 ② 1000mLのメスフラスコ（ガラス製）に精製水約600mLを量りとる。 ③ 濃縮液を10mLホルピペット（ガラス製）を用いて加え、精製水を標線まで加え混和する。 ④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、溶離液とする。</p>
18	<p>① 水道水で3回すすぐ。 ② 器具を超純水で満たし、捨てることを2回繰り返す。 ③ 使用時は超純水で1回すすいでから使用する。</p>	<p>① 濃縮液0.9mol/L炭酸ナトリウムを冷暗所より取り出し室温に戻す。 ② 1000mL共栓付きメスシリンダー（ガラス製）に精製水900mLを量りとる。 ③ 10mLホルピペット（ガラス製）を用いて、0.9mol/L炭酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和する。 ④ メンブランフィルター（製品名及び規格）を用いてろ過をし、溶離液とする。</p>

機関番号	使用する器具の洗浄方法	溶離液の調製方法
19	<p>① 水道水で3回すすぐ。 ② 器具を超純水で満たし、捨てることを1回行う。 ③ 使用時は超純水で2回すすいでから使用する。</p>	<p>炭酸ナトリウム 15.90g と、炭酸水素ナトリウム 84.01g を 1L 全量フラスコに量り採る。ここに超純水を加えて 溶解し、1L とする。 ② 2L の全量フラスコに、①の溶液を 20mL 採り、超純水を加えて 2L とする。 ③ 全量フラスコのまま超音波により脱気を 10 分間行う。 ④ ポリエチレン製溶離液タンクに、0.2μm 以下のメンブランフィルターで濾過して入れる。</p>
20	<p>① 水道水で3回すすぐ。 ② 器具を超純水で満たし、捨てることを3回繰り返す。 ③ 使用時は超純水で3回すすいでから使用する。 使用時に超純水で3回以上洗浄する。</p>	<p>溶離液：炭酸ナトリウムおよび炭酸水素ナトリウム溶液（それぞれ、0.008 mol/L, 0.001 mol/L）：1 mol/L 炭酸ナトリウム溶液（関東化学（株））16mL および 1 mol/L 炭酸水素ナトリウム溶液（関東化学（株））2mL を、ホールピペットを用いて、2L メスフラスコに採り、はっきりした精製水を標線まで加えてよく混和したものを溶離液とする。 ① 炭酸ナトリウム(特級) 0.955g を 250ml メスフラスコ（ガラス製）にとり精製水で溶解し定容する。 ② ①の溶液 100ml を 100ml メスシレンダー（ガラス製）ではかりとり 1000ml メスフラスコ（ガラス製）に入れ数回精製水で洗ったのち定容する。 ③ ②の溶液を超音波にかけ溶離液とする。</p>
21	<p>① 水道水で 10 回すすぐ。 ② 超純水で 5 回すすぐ。 ③ 使用時は超純水で 3 回すすいでから使用する。</p>	<p>濃縮液（1mol/L 炭酸水素ナトリウム、1mol/L 炭酸ナトリウム）を冷暗所より取り出し室温に戻す。 ② 2000mL メスフラスコ（ガラス製）に精製水を少量量りとる。 ③ 10mL メスピペット（ガラス製）を用いて、1mol/L 炭酸水素ナトリウム溶液 0.2ml 及び 1mol/L 炭酸ナトリウム溶液 7.5ml を加え、精製水を標線まで加え混和する。 ④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、溶離液とする。</p>
22	<p>① 中性洗剤で洗浄する。 ② 水道水で 5 回すすぐ。 ③ 器具を精製水で 3 回すすぐ。 ④ 使用時は精製水で 3 回すすいでから使用する。ピーカーに関しては①～④、メスフラスコ、ピペットに関しては②～④により洗浄する。</p>	<p>炭酸水素ナトリウム 1.0g を葉包紙に量り採り、1L メスフラスコ(ガラス製)に移しいれ少量の精製水で溶解させた後、精製水で定容する。 ② メンブランフィルターによるろ過は行わず、溶離液とする。</p>
23	<p>① 水道水で 10 回すすぐ。 ② 器具を精製水で 3 回すすぐ。 ③ 使用時は超純水で 5 回すすいでから使用する。</p>	<p>炭酸ナトリウム（特級）1.908g を量り取る。 ② 1L メスシレンダー（ガラス製）に精製水 1L を量り取る。 ③ ①と②を 2L メスフラスコ（ガラス製）で混和させ、精製水を加えて全量を 2L とする。 ④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、そのままを溶離液とする。</p>
24	<p>① 水道水で 10 回すすぐ。 ② 器具を超純水で満たし、捨てることを 5 回繰り返す。 ③ 使用時は超純水で 5 回すすいでから使用する。</p>	<p>炭酸ナトリウム（特級）1.908g を量り取る。 ② 1L メスシレンダー（ガラス製）に精製水 1L を量り取る。 ③ ①と②を 2L メスフラスコ（ガラス製）で混和させ、精製水を加えて全量を 2L とする。 ④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、そのままを溶離液とする。</p>
25	<p>① 自動洗浄装置による洗浄と蒸留水によるすすぎ。 ② 使用時は精製水で 1、2 回すすいでから使用する。</p>	<p>1mol/L 炭酸ナトリウム溶液を冷暗所より取り出し室温に戻す。 ② 1mol/L 炭酸ナトリウム溶液をマイクロピペットで 18ml 取り、精製水で 2000ml のメスフラスコ（ガラス製）に定容する。 ③ ろ過は行わず、溶離液とする。</p>
26	<p>水道水で数回すすぐ。 器具を超純水で満たし、捨てることを 3 回繰り返す。 ガラスピペットはシャープPEPETTE CLEANER UT-55 に和光純薬工業㈱コンタミン N を規定量入れ、洗浄後、数時間水道水による洗浄を行い、ヤマト科学㈱WA730 のイオン交換水で 2 回洗浄する。</p>	<p>濃縮液（100.812g/L 炭酸水素ナトリウム、6.359g/L 炭酸ナトリウム）を冷暗所より取り出し室温に戻す。 ・ 1000mL 共栓付きメスフラスコ（ガラス製）に濃縮液を 10mL ホールピペット（ガラス製）で測りとり、精製水を標線まで加え混和する。 ・ ろ過なし</p>
27	<p>① メスフラスコは超音波洗浄器で洗浄する。 ② 水道水で 5 回以上すすぐ。 ③ 純水で 5 回以上すすぐ。 ④ 使用時は超純水で 2 回以上すすいでから使用する。</p>	<p>ガラス製メスフラスコ 1L に炭酸水素ナトリウム（特級）1.008g をはかりとり、精製水を加えて溶かし、更に精製水を加えて 1L とする。 ② メンブランフィルターによるろ過は行わず、溶離液とする。</p>

機関番号	使用する器具の洗浄方法	溶離液の調製方法
28	①水道水で3回すすぐ。 ②器具をイオン交換水で満たし、捨てることを3回繰り返す。 ③使用時は超純水で3回すすいでから使用する。	①炭酸水素ナトリウム0.84g、炭酸ナトリウム1.15gをはかりとる。 ②ガラス製ねじロビンに精製水で①を洗い入れ、精製水を加えて3.5Lとする。 ③マグネチックスターラーで攪拌・溶解し、ろ過は行わずこれを溶離液とする。
29	①水道水で3回すすぐ。 ②器具を超純水で満たし、捨てることを3回繰り返す、自然乾燥する。 ③使用時は超純水で1回すすいでから使用する。	①炭酸水素ナトリウム(特級)0.34gを量りとり、1000mL共栓付きメスシリンダー(ガラス製)にて超純水で溶解し1000mLとした。 ②メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液とする。
30	①水道水で3回以上すすぐ。 ②器具を超純水で満たし、捨てることを3回繰り返す。 ③使用時は超純水で3回以上すすいでから使用する。	①炭酸ナトリウム10.08gと炭酸ナトリウム0.636gを1Lメスフラスコに計り採り、精製水を加え溶解させた後、精製水で1Lとする。 ②50mLホールピペット(ガラス製)を用いて、1000mLメスフラスコ(ガラス製)に採り、精製水を加えて1000mLとする。 ③メンブランフィルターによるろ過は行わず、溶離液とする。

表 13 反応液 1 及び反応液 2 の調製

機関番号	反応液 1 の調製方法	反応液 2 の調製方法
00	①精製水を入れた1Lメスフラスコ(ガラス製)に、精密分析用の硫酸55.2mLを採り、更に精製水を加えて1Lとし、硫酸(1mol/L)とする。 ②1Lビーカー(ガラス製)に硫酸(1mol/L)約600mLを加える。 ③臭化カリウム178.5gを量りとり、②の硫酸(1mol/L)に溶かす。 ④1Lメスフラスコ(ガラス製)に③を加え、硫酸(1mol/L)を標線まで加え混和する。 ⑤メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液1とする。	①100mlビーカー(ガラス製)に精製水約60mLを加える。 ②亜硝酸ナトリウム8.28gを量りとり、①の精製水に溶かす。 ③100mlメスフラスコ(ガラス製)に②を加え、精製水を標線まで加え混和する。 ④1Lメスフラスコ(ガラス製)に精製水約800mLを加え、③の溶液を1mlメスピペットで1ml加え、精製水を標線まで加え混和する。 ⑤メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液2とする。
01	①亜硝酸ナトリウム8.28gを100mlメスシリンダーにて精製水を100mlとり、溶解させた。 ②1000mlメスシリンダーで精製水を400mlとり、1000ml褐色瓶に入れ、①で調整した亜硝酸ナトリウム溶液を400ml加えた。 ③攪拌しつつ脱気し、調整した。	①精製水400mlを1000mlビーカーに入れ、1mol/L硫酸(精密機器用)28ml加え、攪拌した。 ②それに臭化カリウム89.25gを加えて溶解。 ③溶解後500mlにメスアップし、攪拌しつつ脱気し、調整した。
02	①亜硝酸ナトリウム(特級)0.8288gを100mL全量フラスコ(ガラス製)に量りとり、精製水を標線まで加え混和する。 ②1000mL全量フラスコ(ガラス製)に、10mL全量ピペット(ガラス製)を用いて、①で調製した120mmol/L亜硝酸ナトリウム溶液を加え、精製水で標線まで定容し反応液1とする。	①1000mL共栓付きメスシリンダー(ガラス製)に、硫酸55.5mLを量りとり1mol/L硫酸溶液を作成する。 ②臭化カリウム(特級)178.5gを量りとり、1000mL全量フラスコ(ガラス製)に加え、1mol/L硫酸溶液で標線まで定容し反応液2とする。
03	①50mL共栓付きメスシリンダー(ガラス製)に、硫酸28mLを量りとり1mol/L硫酸とする。 ②臭化カリウム(特級)89gを量りとり、500mL共栓付きメスフラスコ(ガラス製)に加え1mol/L硫酸で溶解させる。 ③1mol/L硫酸を標線まで加え混和する。 ④メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液1とする。	①亜硝酸ナトリウム(特級)8.28gを100mL共栓付きメスフラスコ(ガラス製)に量りとり、精製水を標線まで加え混和する。 ②100mL共栓付きメスフラスコ(ガラス製)に、0.1mLホールピペット(ガラス製)を用いて、①で調製した1200mmol/L亜硝酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和する。 ③メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液2とする。

機関番号	反応液1の調製方法	反応液2の調製方法
04	<p>① 反応液1原液(ガラス製100mLメスフラスコ)に亜硝酸ナトリウム8.28gを正確に量り取り、精製水でメスアップしたものを冷暗所より取り出し、室温に戻す。</p> <p>② ガラス製500mLメスフラスコに反応液1原液を電子ピペットで500μL量り取り、精製水で全量を500mLとし混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液1とする。</p>	<p>① 共栓付ガラス製1Lメスシリンダーに臭化カリウム178.5gを正確に量り取り、1mol/L硫酸を加え、溶解させる。</p> <p>② 1mol/L硫酸を標線まで加え、全量を1Lとし、混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液2とする。</p>
05	<p>① 濃縮液(1.2mol/L亜硝酸ナトリウム)を冷蔵庫より取り出し室温に戻す。</p> <p>② 250mLメスフラスコ(ガラス製)に、マイクロピペットを用いて濃縮液を250μL加え、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液1とする。</p>	<p>① 臭化カリウム(特級)44.63gを量りとり、250mL共栓付きメスシリンダー(ガラス製)に加える。</p> <p>② ①に1mol/L硫酸(容量分析用)を200mL加え溶解させた後、1mol/L硫酸を標線まで加え混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液2とする。</p>
06	<p>①濃縮液(120mmol/L亜硝酸ナトリウム)を冷蔵庫から取り出し、室温に戻す。</p> <p>②200mLメスフラスコ(ガラス製)に120mmol/L亜硝酸ナトリウム溶液2mLをホールピペット(ガラス製)で採り、精製水を標線まで加え、混和し、反応液1とする。</p>	<p>①250mL共栓付メスシリンダー(ガラス製)に臭化カリウム(特級)44.625gを量り取り、メスシリンダーとマイクロピペットを用いて量り採った精製水235.9ml加え溶解し、硫酸(特級)14.1mlを混和して反応液2とする。</p>
07	<p>① 亜硝酸ナトリウム(特級)4.14gを溶解し、50mLメスフラスコ(ガラス製)でメスアップする。</p> <p>② 予め精製水を入れた500mLメスフラスコ(ガラス製)に①よりデジタルピペット(PP製チップ)を用いて0.5mLを採り、メスアップし混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、超音波脱気したものを反応液1とする。</p>	<p>① 冷却しながら500mLビーカー(ガラス製)に精製水を2/3程度入れ、50mLメスシリンダー(ガラス製)にて硫酸28mLを量り取り、混和、500mLメスフラスコ(ガラス製)でメスアップする。</p> <p>② 予め①を入れた500mLビーカー(ガラス製)に臭化カリウム(特級)89.25gを量り取り、溶解させ、500mLメスフラスコ(ガラス製)で①溶液でメスアップし混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、超音波脱気したものを反応液2とする。</p>
08	<p>①100mLメスフラスコ(ガラス製)に亜硝酸ナトリウム(特級)8.28gを移し入れ、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>②1000mLメスフラスコ(ガラス製)に、1mLホールピペット(ガラス製)を用いて、①で調製した亜硝酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>③ろ過は行わず反応液1とする。</p>	<p>①500mLのビーカー(ガラス製)に臭化カリウム(特級)89.4gを量りとり、精製水約300mLで溶かした後、硫酸(精密分析用)26.6mLを加える。</p> <p>②500mLメスフラスコ(ガラス製)に①の溶液を移し入れ、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>③ろ過は行わず反応液2とする。</p>
09	<p>①亜硝酸ナトリウム(特級)8.28gを100mLのビーカー(ガラス製)に採り、精製水60mLを加え溶かした後、100mLのメスフラスコ(ガラス製)に移し、精製水を加え100mLとする。</p> <p>②①の溶液を1mLのホールピペット(ガラス製)で1Lのメスフラスコ(ガラス製)に採り、精製水を加え1Lとする。</p> <p>③メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液1とする。</p>	<p>①臭化カリウム(特級)178.8gを1Lのビーカー(ガラス製)に採り、精製水600mlを加え溶かす。</p> <p>②100mlのメスシリンダー(ガラス製)に、硫酸(精密分析用)53.2mlを量り採る。</p> <p>③①に②の溶液を加え混合し、1Lメスシリンダー(ガラス製)に移し、精製水を加え1Lとする。</p> <p>④③の溶液を吸引瓶に移し5分間超音波で吸引脱気する。</p> <p>⑤メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液2とする。</p>
10	<p>①亜硝酸ナトリウム(特級)0.414gをマイクロ秤量瓶(ガラス製)に量り取り、精製水で5mLメスフラスコ(ガラス製)に溶解、定容する。</p> <p>②500mlメスフラスコ(ガラス製)に、1000μLマイクロピペットを用いて、①で調製した1.2mol/L亜硝酸ナトリウム溶液を0.5ml加え、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>③褐色保存瓶(ガラス製)に入れ換え、5分間超音波で脱気する。</p> <p>④メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液1とする。</p>	<p>①500ml共栓メスシリンダー(ガラス製)に精製水2/3程度入れ、硫酸(精密分析用)28mlを50mlメスシリンダー(ガラス製)で量り取り、添加して精製水で定容する。</p> <p>②臭化カリウム(特級)89gを200mlコニカルビーカー(ガラス製)に量り取り、①で調製した1mol/L硫酸で溶解させる。この時、1mol/L硫酸50mlを200mlコニカルビーカー(ガラス製)に取り分けておく。</p> <p>③①の500ml共栓メスシリンダー(ガラス製)に②を混合させ、取り分けておいた1mol/L硫酸で定容する。</p> <p>④褐色保存瓶(ガラス製)に入れ換え、5分間超音波で脱気する。</p> <p>⑤メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液2とする。</p>

機関番号	反応液 1 の調製方法	反応液 2 の調製方法
11	<p>① 亜硝酸ナトリウム(特級) 8.28g をビーカー(ガラス製)に量りとり、そこに精製水を加え溶解し、100mLメスフラスコ(ガラス製)に移して100mLとする。</p> <p>② ①で調製した溶液を20mLメスフラスコ(ガラス製)に2mLホールピペット(ガラス製)を用いて加え、脱気した精製水で20mLとする。</p> <p>③ ②で調製した溶液を1000mLメスフラスコ(ガラス製)に10mLホールピペット(ガラス製)を用いて加え、脱気した精製水で1Lとする。</p> <p>④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液1とする。</p>	<p>① 臭化カリウム(特級) 178.5g をビーカー(ガラス製)に量りとり、精製水約800mLを加え溶解し、そこに硫酸(試薬特級) 53.2mLを100mLメスシリンダー(ガラス製)を用いて加える。</p> <p>② 攪拌後、1000mLメスフラスコ(ガラス製)に移し入れ、精製水を加えて1000mLとする。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、超音波によって脱気し反応液2とする。</p>
12	<p>① 亜硝酸ナトリウム(特級) 0.83g を100ml ビーカー(ガラス製)に量りとり、精製水約60mlで溶かした後、100mlメスフラスコに移し、精製水でメスアップし、原液とする。</p> <p>② 500mlのメスフラスコ(ガラス製)に、5mLホールピペット(ガラス製)を用いて、①で調製した0.12mol/L亜硝酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液1とする。</p>	<p>① 100mlメスシリンダー(ガラス製)に、10mol/L硫酸100mLを量り取る。</p> <p>② 臭化カリウム(特級) 178.5g を量りとり、500mlビーカー(ガラス製)に加え溶解させる。</p> <p>③ 1Lメスフラスコに①と②を加えた後、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液2とする。</p>
13	<p>① 亜硝酸ナトリウム(特級) 8.28g を100mL共栓付きメスフラスコ(ガラス製)に量りとり、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>② 1000mLメスシリンダー(ガラス製)に、1mLホールピペット(ガラス製)を用いて、①で調製した亜硝酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和し、反応液1とする。</p>	<p>① 1000mLメスシリンダー(ガラス製)に、1mol/L硫酸を量り取る。</p> <p>② 臭化カリウム(特級) 178.5g を量りとり、1000mLメスシリンダー(ガラス製)に加え溶解させる。</p> <p>③ 1mol/L硫酸を標線まで加え混和し、反応液2とする。</p>
14	<p>① 臭化カリウム(特級) 89.25g を500mL共栓付きメスシリンダー(ガラス製)に量り取る。</p> <p>② 1mol/L硫酸450mLを加え、臭化カリウムを溶解させる。</p> <p>③ 1mol/L硫酸を加えて混和し、500mLとする。</p> <p>④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液1とする。</p>	<p>① 亜硝酸ナトリウム(特級) 8.28g を100mLメスフラスコ(ガラス製)に量りとり、精製水で溶解し、100mLとする。</p> <p>② 500mLメスフラスコ(ガラス製)に、0.5mLホールピペット(ガラス製)を用いて、①で調製した1.2mol/L亜硝酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液2とする。</p>
15	<p>① 亜硝酸ナトリウム(特級) 0.0828g を秤量し、全量1000mLのメスフラスコ(ガラス製)に入れ、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>② この溶液を測定機器専用容器(ガラス製)に移し替えた後、スターラー及び攪拌子を用い攪拌しながら、アスピレーターを用いて吸引脱気し、反応液1とする。</p>	<p>① 1Lビーカー(ガラス製)に臭化カリウム(特級)を178.5g秤量し、精製水を約500mL加えて溶かす。</p> <p>② 硫酸(特級) 53mLを100mLメスシリンダー(ガラス製)に分取し、①に冷却しながら加える。</p> <p>③ 室温になったら全量1Lメスフラスコ(ガラス製)に洗い込みをして移し替え、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>④ ③の溶液を測定機器専用容器に移し替えた後、スターラー及び攪拌子を用い攪拌しながら、アスピレーターを用いて吸引脱気し、反応液2とする。</p>
16	<p>① 亜硝酸ナトリウム(特級) 8.28g を100 mL 共栓付きメスフラスコ(ガラス製)に量りとり、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>② 1L共栓付きメスフラスコ(ガラス製)に、1 mLホールピペット(ガラス製)を用いて、①で調製した1200 mmol/L亜硝酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液1とする。</p>	<p>① 1L共栓付きメスフラスコ(ガラス製)に、18 mol/L硫酸56 mLを量りとり、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>② 臭化カリウム(特級) 178.5 g を量りとり、①で作製した1 mol/L硫酸で溶解させる。</p> <p>③ 1L共栓付きメスフラスコ(ガラス製)に、②を移し入れ、1 mol/L硫酸を標線まで加え混和する。</p> <p>④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液2とする。</p>

機関番号	反応液 1 の調製方法	反応液 2 の調製方法
17	<p>① 500mL ビーカー(ガラス製)に精製水約 500mL を量りとり、硫酸 55mL をメスピペットで冷やしながら加える。</p> <p>② ①を 1000mL メスフラスコ(ガラス製)にて精製水を標線まで加えて混和する。</p> <p>③ 500mL ビーカー(ガラス製)に臭化カリウム(特級)178.5g を量りとり、②を約 400mL 加え溶解させる。</p> <p>④ ③を 1000mL メスフラスコ(ガラス製)にて②を標線まで加えて混和する。</p> <p>⑤ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 1 とする。</p>	<p>① 100mL ビーカー (ガラス製) に、亜硝酸ナトリウム 8.28g を量りとり、約 80mL の精製水を加えて溶解させる。</p> <p>② ①を 100mL メスフラスコ(ガラス製)にて精製水を標線まで加えて混和する。</p> <p>③ 1mL ホールピペット (ガラス製) を用いて②を 1000mL メスフラスコ(ガラス製)に加え、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 2 とする。</p>
18	<p>① 亜硝酸ナトリウム(特級) 8.28g を 100mL 共栓付きメスシリンダー (ガラス製) に量りとり、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>② 1000mL 共栓付きメスシリンダー (ガラス製) に、1mL ホールピペット (ガラス製) を用いて、①で調製した 1.2mol/L 亜硝酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 1 とする。</p>	<p>① 1000mL 共栓付きメスシリンダー (ガラス製) に、18mol/L 硫酸 55.5mL を量りとり、臭化カリウム(特級) 178.5g を量りとり、1000mL 共栓付きメスシリンダー (ガラス製) に加え溶解させる。</p> <p>③ 1mol/L 硫酸を標線まで加え混和する。</p> <p>④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 2 とする。</p>
19	<p>① 亜硝酸ナトリウム (NaNO₂) 8.28g を 100mL 全量フラスコに採り、蒸留水で溶解して 100mL とする。</p> <p>② ①の溶液 1mL を 1mL 全量ピペットで 1L 全量フラスコに採り、蒸留水を加えて 1L とする。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 1 とする。</p>	<p>① 1L ビーカーに臭化カリウム 178.5g を計りとり、硫酸 (1mol/L) に溶かす。</p> <p>② ①の溶液を 1L 全量フラスコに移し入れ、硫酸 (1mol/L) で 1L とする。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 2 とする。</p>
20	<p>臭化カリウム-硫酸溶液：臭化カリウム (関東化学 (株) 特級) 8.28g を、100mL メスフラスコに採り、精製水を標線まで加え、よく混和し、この溶液 1mL を、ホールピペットを用いて 1000mL メスフラスコに採り、精製水を標線まで加え、よく混和したものをよく混和したもの</p>	<p>臭化カリウム-硫酸溶液：臭化カリウム (関東化学 (株) 特級) 178.5g を、1L メスフラスコに採り、硫酸 (1mol/L) を標線まで加え、よく混和し、30 分間ばっ気したものを反応液 2 とする。硫酸 (1mol/L)：適量の精製水を入れた 1L ビーカーに、メスシリンダーを用いて硫酸 (和光純薬工業 (株) 精密分析用) 53.2 mL を採り、さらに精製水を 1L になるまで加え、よく混和したもの</p>
21	<p>① 亜硝酸ナトリウム(特級) 8.28g を 100mL メスフラスコ (ガラス製) にとり精製水で溶解し定容する。</p> <p>② ①の溶液 1ml を 1ml ホールピペット (ガラス製) ではかりとり 1000ml メスフラスコ (ガラス製) に入れ精製水で定容する。</p> <p>③ ②の溶液を超音波にかけ反応液 1 とする。</p>	<p>① 1000mL メスフラスコ (ガラス製) に精製水を 3 分の 2 入れ、硫酸 (精密分析用) 56ml をメスシリンダー (ガラス製) で加え放冷した後 精製水で定容する。</p> <p>② ①の溶液 約 300ml をビーカー (ガラス製) に移す。</p> <p>③ ①の残った溶液に臭化カリウム (特級) 178.5g を溶解し、室温に戻した後②の溶液で定容する。</p> <p>④ ③の溶液を超音波にかけ反応液 2 とする。</p>
22	<p>① 亜硝酸ナトリウム(特級) 0.828g を 100mL 共栓付きメスフラスコ (ガラス製) に量りとり、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>② 500mL メスフラスコ (ガラス製) に、5mL ホールピペット (ガラス製) を用いて、①で調製した亜硝酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 1 とする。</p>	<p>① 臭化カリウム(特級) 178.5g を 1000mL メスフラスコ (ガラス製) に量りとり、硫酸(1mol/L)に溶かして攪拌する。</p> <p>② ①の溶液を 1000mL メスフラスコ (ガラス製) に移し入れ、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 2 とする。</p>
23	<p>① 臭化カリウム(特級)178.5g を 1L ビーカー(ガラス製)に量り採り、硫酸(1mol/L)を加えて溶解させ、全量をビーカー目盛で 1L とする。</p> <p>② メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 1 とする。</p>	<p>① 亜硝酸ナトリウム 8.28g を葉包紙に量り採り、100mL メスフラスコ(ガラス製)に移しいれて、少量の精製水で溶解させた後、精製水で定容し、これを原液とする。</p> <p>② 精製水適量を加えた 1L メスフラスコ(ガラス製)に原液 1mL をマイクロピペットで加え、精製水で定容する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 2 とする。</p>

機関番号	反応液1の調製方法	反応液2の調製方法
24	<p>① 亜硝酸ナトリウム (特級) 8.28g を 100mL メスシリンダー (ガラス製) に量り取り、精製水を標線まで加え、混和する。</p> <p>② 1L メスシリンダー (ガラス製) に精製水を量り取り、反応液専用ポトル (ガラス製) に①で調整した 1.2mmol/L 亜硝酸ナトリウム溶液を 1ml ホールピペット (ガラス製) を用いて加え、精製水を標線まで加えて混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 1 (A 液) とする。</p>	<p>① 1L メスフラスコ (ガラス製) に精製水を 700ml 程度入れ、臭化カリウム (特級) 178.5g を量り取り、1L メスフラスコ (ガラス製) に加え溶解させる。</p> <p>② 濃硫酸 (精密分析用) を 50ml メスシリンダー (ガラス製) を用いて 50ml 量り取り、①に精かに加え、さらにここに 5ml メスビペット (ガラス製) を用いて 3.2ml 量り取って加え、放冷後、精製水を標線まで加える。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 2 (B 液) とする。</p>
25	<p>① 亜硝酸ナトリウム (特級) 8.28g を量り取り、精製水 100ml のメスフラスコ (ガラス製) に定容する。</p> <p>② ①の溶液マイクログピペットで 1ml とり、精製水で 1000ml のメスフラスコ (ガラス製) に定容する。</p> <p>③ ろ過は行わず、反応液 1 とする。</p>	<p>① 臭化カリウム (特級) 178.5g を 1mol/l の硫酸に溶かし、精製水で 1000ml メスフラスコ (ガラス製) に定容する。</p> <p>② ろ過は行わず、反応液 2 とする。</p>
26	<p>・ 亜硝酸ナトリウム (特級) 8.28g を 100mL 共栓付きメスフラスコ (ガラス製) に量り取り、精製水を標線まで加え混和し、反応液 1 原液とする。</p> <p>・ 250mL 共栓付きメスシリンダー (ガラス製) に、マイクログピペットを用いて、反応液 1 原液を 250μL 測り取り、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>・ ろ過なし</p>	<p>・ 250mL 共栓付きメスシリンダー (ガラス製) に、臭化カリウム (特級) 44.65g を量り取り 1mol/L 硫酸を標線まで加え混和する。</p> <p>・ ろ過なし</p>
27	<p>① ガラス製メスフラスコ 100ml に亜硝酸ナトリウム (特級) 8.28g をはかり取り、精製水を加えて溶かし、更に精製水を加えて 100ml とする。</p> <p>② ガラス製メスフラスコ 500ml に精製水約 450ml を入れ、①で調製した溶液をマイクログピペット (チップ：ポリプロピレン製) を用いて 0.5ml 加えて、更に精製水を加えて 500ml とする。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 1 とする。</p>	<p>① ガラス製メスフラスコ 500ml に精製水約 450ml を入れ、中間メスビペット 20ml (ガラス製) を用いて硫酸 (特級) 27.8ml を加えて、更に精製水を加えて 500ml とする。</p> <p>② ガラス製ニコルビーカー 200ml に臭化カリウム 89.25g をはかり取り、①で調製した溶液で溶かしながら、ガラス製メスフラスコ 500ml に移す。</p> <p>③ 更に①で調製した溶液を加えて 500ml とする。</p> <p>④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 2 とする。</p>
28	<p>① 500mL メスシリンダー (ガラス製) を用いて精製水 945mL をはかり、1L ビーカー (ガラス製) に入れる。</p> <p>② 100mL メスシリンダー (ガラス製) を用いて硫酸 (精密分析用) 55mL をはかり取り、ガラス棒を用いて攪拌しながら①へ加える。</p> <p>③ 1L ビーカー (ガラス製) に臭化カリウム (特級) 89.25g をはかり取り、500mL メスシリンダー (ガラス製) を用いて②で作成した硫酸溶液を 500mL を加える。</p> <p>④③で作成した溶液をマグネチックスターラーで攪拌・溶解する。</p> <p>⑤メンブランフィルター (ADVANTEC 製 VH020P) を用いて減圧ろ過し、これを反応液 1 (手順書：反応液 A) とする。</p>	<p>① 100mL ビーカー (ガラス製) に亜硝酸ナトリウム (特級) を 4.14g はかりとる。</p> <p>② 50mL メスシリンダー (ガラス製) で精製水を 50mL はかり、①へ加える。</p> <p>③②で作成した溶液をマグネチックスターラーで、攪拌・溶解する。</p> <p>④ 1L メスシリンダー (ガラス製) を用いて精製水 1L をはかり、1L ビーカー (ガラス製) に入れる。</p> <p>⑤ 1mL メスビペット (ガラス製) を用いて③を 1mL はかり取り、④へ加える。</p> <p>⑥⑤をマグネチックスターラーで攪拌し、ろ過は行わずこれを反応液 2 (手順書：反応液 B) とする。</p>
29	<p>① 10mol/L 硫酸を 50mL メスシリンダー (ガラス製) で量り取り、500mL 共栓付きメスシリンダー (ガラス製) にて超純水で希釈し 500mL とした。</p> <p>② 臭化カリウム (特級) 89.25g を量り取り、500mL 共栓付きメスシリンダー (ガラス製) にて①で調整した 1mol/L 硫酸にて溶解し 500mL とした。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 1 とする。</p>	<p>① 亜硝酸 Na (特級) を 1.04g を量り取り、500mL 共栓付きメスシリンダー (ガラス製) にて超純水で溶解し 25mL とした。</p> <p>②①をホールピペットにて 1mL 分取り、500mL 共栓付きメスシリンダー (ガラス製) にて超純水で溶解し 500mL とした。</p> <p>③メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液 2 とする。</p>

機関番号	反応液1の調製方法	反応液2の調製方法
30	<p>① 亜硝酸ナトリウム(特級) 8.28gを100mL共栓付きメスフラスコ(ガラス製)に量りとり、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>② 1000mLメスフラスコ(ガラス製)に、1mLホルペペット(ガラス製)を用いて、①で調製した亜硝酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和する。</p> <p>③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液1とする。</p>	<p>① 1000mLメスフラスコ(ガラス製)に、18mol/L硫酸55mLを量りとり、超純水で1000mlに定容する。</p> <p>② 臭化カリウム(特級) 178.5gを量りとり、1000mLメスフラスコ(ガラス製)に加え溶解させる。</p> <p>③ 1mol/L硫酸を標線まで加え混和する。</p> <p>④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液2とする。</p>

表 14 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
00	<p>精度管理試料測定時に使用した検量線を確認したところ、検量線のピーク波形成処理が自動波形成処理のままになっており、実際のピーク面積値より小さい面積値を使用していました。このことにより検量線の傾きが不適切となりました。また、検査実施標準作業では、検量線に濃度0の検量点が含まれない設定になっているところ、原点を含む検量線を作成してしまいました。そのことも検量線を不適切としてしまった要因のひとつと考えられます。</p>	<p>検量線作成時には標準液を測定したクロマトは拡大して確認し、自動波形成処理が適切でない場合は手動で波形成処理を行った上で検量線を作成する。また検量点には、原点を含めないことを厳守します。</p>
30	<p>標準液調製において、1mL全量ピペットの共洗いが不十分であったため壁面等に標準原液あるいは2次標準液が付着しており、3次標準液の調製に影響を及ぼしたと推測いたしました。測定に供する各標準系列は3次標準液を用い調製することから、検量線の直線性は得られたものの傾きが大きくなり、設定値より低い値で報告したと推測いたしました。</p>	<p>1. 標準液調製には必ず洗浄済みの全量ピペットおよび全量フラスコを使用することといたしました。共洗いは使用は認めないことといたします。</p> <p>2. 使用した器具類は記録表に記入し、水質検査部門管理者が確認することといたします。</p> <p>3. 水質検査部門管理者が調製した既知試料(Q.C試料)を測定し、設定濃度(±10%)以内であることを分析者が確認後、試料の測定を開始することといたします。データチェック時においても設定濃度超過の有無について確認いたします。なお、設定濃度を超過した際は改めて、測定機器および標準液を再調製して検量線を作成することといたします。</p> <p>4. 1. ～3. の内容を表裏することとし、その内容を追記し標準作業手順書を改定いたしました。</p>

平成 27 年度 第 1 回水質検査外部精度管理実施要領

1 試験項目

臭素酸

2 配付試料

約 125mL (100mL ポリエチレン瓶に試料を満水にして密栓したもの 1 本)

※満水にしておりますので、室温に戻した際、膨張して液漏れする恐れがありますのでご注意ください。

3 試料送付

平成 27 年 7 月 8 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 27 年 7 月 7 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 27 年 7 月 8 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 27 年 7 月 8 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て、速やかに試験を実施してください。

(3) 試料の一定量を 5 つに分取し、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、測定濃度を【 $\mu\text{g/L}$ 】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。

7 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 (注：シート A は全 2 ページ、B は全 2 ページ、C は全 4 ページ、D 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) ○○検査センター、△△市水道局水道課	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
(2) 以下の作業書、記録等の写し ・ 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「臭素酸」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	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
(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。	千葉県衛生研究所 生活環境研究室 担当：西條、田中

8 提出期限

平成 27 年 7 月 22 日 (水) 消印有効

※メールについては、平成 27 年 7 月 22 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評価する基準は、次のとおりとします。

- (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

10 問い合わせ先

千葉県衛生研究所 生活環境研究室 (担当：西條、田中)

Tel : 043-266-7983、Fax : 043-265-5544

整理番号※

※記入しないで下さい。

試験結果報告書(臭素酸)

試験機関名		試料番号	
試料到着日時	年 月 日 時 分	試料の保存温度(°C)	
試験(希釈)開始日時	年 月 日 時 分	試験担当者(臭素酸) の経験年数(年)	
試験終了日時	年 月 日 時 分	※1年未満は切り捨て	

測定方法

1. イオンクロマトグラフ-ポストカラム吸光光度法 (別表第18) 2. その他

[2. その他]のときは方法を右欄記入

妥当性評価

実施状況	1. 実施済み 2. 未実施		添加濃度の基準 値に対する割合		用いた水の 種類	
真度の評価に用いた 試料数			精度の評価における試験の繰り返し回数 (自由度) 上段: 併行精度、下段: 室内精度			
真度(%)		併行精度(RSD%)		室内精度(RSD%)		

定量下限値

設定法	1. 基準値の1/10 2. システム再現性試験から算出 3. その他			
[3. その他]のときは 方法を右欄記入				
定量下限値(μg/L)				

分析結果

分析項目	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5
臭素酸(μg/L)					
平均値(AV)	#DIV/0!	標準偏差(SD)	#DIV/0!	相対標準偏差(RSD%)	#DIV/0!

※ 試料1~5については、単位を「μg/L」で記入し、有効数字は3桁として下さい。

※ 3桁目が0となって有効数字3桁とならない場合は、小数点以下の表示桁数を調整して下さい。

※ 報告書の書式に関する問題(記入できない内容等)、特記すべき連絡事項(検査上のトラブルの有無等)があれば、“連絡事項”に記入して下さい。

連絡事項

使用した標準液の調製器具及び精製水

0

標準液の調製に 用いた器具	1. メスフラスコ 2. メスシリンダー 3. その他		器具容量 (mL)	
標準液の調製に 用いた器具の材質	1. ガラス製 2. ポリプロピレン製 3. その他			
標準液の調製に 用いたピペット	1. ホールピペット 2. マイクロピペット 3. その他			
精製水の種類 及び製造方法				

使用した硫酸

試薬名 (製品名)			
メーカー名		グレード	

溶離液の調製器具及びろ過

※ 調製器具及び材質、調製方法、ろ過の有無を具体的に記入して下さい。(例は削除して下さい。)

例) ① 濃縮液(●●mmol/L炭酸水素ナトリウム, ●●mmol/L炭酸ナトリウム)を冷暗所より取り出し室温に戻す。

② ●●mL共栓付きメスシリンダー(ガラス製)に精製水●●mLを量りとり。

③ ●●mLホールピペット(ガラス製)を用いて、●●mmol/L炭酸水素ナトリウム溶液及び●●mmol/L炭酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和する。

④ メンブランフィルター(製品名及び規格)を用いてろ過をし、溶離液とする。

反応液1の調製器具及びろ過

※ 調製器具及び材質、調製方法、ろ過の有無を具体的に記入して下さい。(例は削除して下さい。)

例) ① 亜硝酸ナトリウム(特級)●●gを●●mL共栓付きメスシリンダー(ガラス製)に量りとり、精製水を標線まで加え混和する。

② ●●mL共栓付きメスシリンダー(ガラス製)に、●●mLホールピペット(ガラス製)を用いて、①で調製した●●mmol/L亜硝酸ナトリウム溶液を加え、精製水を標線まで加え混和する。

③ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液1とする。

反応液2の調製器具及びろ過

※ 調製器具及び材質、調製方法、ろ過の有無を具体的に記入して下さい。(例は削除して下さい。)

例) ① ●●mL共栓付きメスシリンダー(ガラス製)に、●●mol/L硫酸●●mLを量りとり。

② 臭化カリウム(特級)●●gを量りとり、●●mL共栓付きメスシリンダー(ガラス製)に加え溶解させる。

③ ●●mol/L硫酸を標線まで加え混和する。

④ メンブランフィルターによるろ過は行わず、反応液2とする。

使用する器具の洗浄方法

※具体的に記入して下さい。(例は削除して下さい。)

例) ① 水道水で●●回すすぐ。

② 器具を超純水で満たし、捨てることを●●回繰り返す。

③ 使用時は超純水で●●回すすいでから使用する。

※ 報告書の書式に関する問題(記入できない内容等)、特記すべき連絡事項があれば、“連絡事項” に記入して下さい。

連絡事項

別表第18

イオンクロマトグラフ-ポストカラム吸光光度法

※イオンクロマトグラフ-ポストカラム吸光光度法以外を用いた場合も記入して下さい。

0

前処理及び測定法の詳細

前処理法	試料希釈倍率 ※試料の希釈を行った場合のみ右欄記入				
	ろ過	1. 行った 2. 行わなかった			
		行った場合のみ記入	1. 1試料毎 2. 複数試料分まとめて		
			フィルター製品名		
			フィルターの孔径(μm)		
			初めのろ液の廃棄量(mL)		
バイアル瓶のろ液共洗い		1. 行った 2. 行わなかった			
定量法	検出器		1. 紫外部吸収検出器 2. その他		
			測定波長 (nm)		
	ピークの読み取り方法		1. ピーク面積 2. ピーク高さ		
	空試験		1. 行った 2. 行わなかった		
	溶離液の組成		1. NaHCO ₃ 溶液 2. Na ₂ CO ₃ 溶液 3. NaHCO ₃ とNa ₂ CO ₃ 混液 4. その他		
			[4. その他]のときは右欄記入		
	脱気処理法	溶離液	1. 減圧 2. 超音波 3. 未実施 4. その他		
		反応液1	1. 減圧 2. 超音波 3. 未実施 4. その他		
		反応液2	1. 減圧 2. 超音波 3. 未実施 4. その他		
		HPLC用脱気装置(デガッサ)使用対象	1. 未使用 2. 全3液 3. その他 [3. その他]のときは使用対象を右欄記入		
	送液条件 (例: 1.0mL/min(0-10min)) ※単位も記入	1. グラジエント 2. アイソクラティック			
		溶離液		mL/min (min)	
		反応液1		mL/min (min)	
		反応液2		mL/min (min)	
	ガードカラム		1. 使用 2. 未使用		
	試料	注入方法		1. オート 2. マニュアル	
		注入量(μL)		サンプルクーラー設定温度(°C)	
カラムオープン温度(°C)					
反応部温度(°C)					

標準原液	1. 市販標準原液(単品) 2. 自己調製液 3. その他		
	市販標準原液/ 自己調製液	試薬/標準原液名	
		メーカー名	
		製造ロット番号	
		臭素酸濃度(mg/L)	
	使用開始年月日		年 月 日
	使用期間	1. 1週間未満 2. 1カ月未満 3. 3カ月未満 4. 3カ月以上	
保証(使用)期限		年 月 日	
中間標準液	調製年月日		年 月 日
	使用期間	1. 用時調製 2. 1週間未満 3. 1カ月未満 4. 3カ月未満 5. 3カ月以上	
標準液	調製年月日		年 月 日
	使用期間	1. 用時調製 2. 1週間未満 3. 1カ月未満 4. 3カ月未満 5. 3カ月以上	
使用機器	イオンクロマトグラフの型式	メーカー名	
		型式	
		購入年月日	年 月 日
		使用期間 (例: XX年、1年未満はXカ月)	
	検出器の型式	メーカー名	
		型式	
		購入年月日	年 月 日
		使用期間 (例: XX年、1年未満はXカ月)	
	分離カラム	メーカー名	
		型式	
		充填剤 (基剤、粒子径等)	
		形状 (長さ(mm)×内径(mm))	mm X mm <i>i.d.</i>
		使用期間 (例: XX年、1年未満はXカ月)	
	ガードカラム	メーカー名	
		型式	
		充填剤 (基剤、粒子径等)	
		形状 (長さ(mm)×内径(mm))	mm X mm <i>i.d.</i>
使用期間 (例: XX年、1年未満はXカ月)			

試料測定データ

	空試験	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5
測定物質のピーク高さ又はピーク面積						

検量線データ

検量線	$y =$		$x +$		直線性	$r^2 =$	
-----	-------	--	-------	--	-----	---------	--

↑切片がマイナスになる場合は - もつけて記入して下さい。
例) -0.513

	ブランク	標準液1	標準液2	標準液3	標準液4
濃度 ($\mu\text{g/L}$)					
測定物質のピーク高さ又はピーク面積					

	標準液5	標準液6	標準液7	標準液8	標準液9
濃度 ($\mu\text{g/L}$)					
測定物質のピーク高さ又はピーク面積					

※ 報告書の書式に関する問題(記入できない内容等)、特記すべき連絡事項があれば、“連絡事項” に記入して下さい。

◆ 付加項目 ※ 以下については、実施していれば記入して下さい。

亜塩素酸との分離確認

混合標準 溶液調製	1. 行った 2. 行わなかった		成分	確認試料濃度 ($\mu\text{g/L}$)	保持時間 (min)
	1. 用時調製 2. その他		亜塩素酸		
	[2. その他]のときは右 欄記入		臭素酸		
	調製年月日	年 月 日	分離度 (R_s)		

システム再現性

確認頻度	1. 毎試験 2. 定期的に実施 3. メーカー一点検時 4. その他			
直近の確認日	年 月 日			
確認試料 濃度 ($\mu\text{g/L}$)		繰返し回数		
判定基準	1. 相対標準偏差 (RSD%) 6%未満 2. 基準値なし 3. その他			

データ取得年月日	年 月 日					
測定物質の ピーク高さ又は ピーク面積	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	6回目
平均値 (AV)	#DIV/0!	標準偏差 (SD)	#DIV/0!	相対標準偏差 (RSD%)	#DIV/0!	
具体的な内容 (右欄に記入)						

※ 報告書の書式に関する問題(記入できない内容等)、特記すべき連絡事項があれば、“連絡事項” に記入して下さい。

連絡事項

--

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下さい。

本精度管理に関する御意見を記入して下さい。(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

トリクロロ酢酸

(2) 参加機関

26 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 5 機関、地方公共団体の機関 1 機関、登録水質検査機関 20 機関であった。

(3) 配付試料

トリクロロ酢酸は平成 27 年 4 月 1 日から水質基準が 0.2mg/L から 0.03mg/L に変更された。今回の精度管理では新基準値 (0.03mg/L) の 20%程度 (0.005mg/L) の精度を確認することを目的として試料濃度を設定した。超純水及びトリクロロ酢酸標準原液を使用し、トリクロロ酢酸の濃度が 5 μ g/L になるよう調製したものを試料とした。平成 27 年 10 月 19 日に調製後、分注・梱包し冷蔵庫 (4 $^{\circ}$ C) に保存した。以下調製試料について示した。

ア 標準品及び試薬

- ・「トリクロロ酢酸標準原液」 1mg/mL

(関東化学株式会社製 Lot No.603H1765 保証期限 2017 年 3 月末)

- ・「メタノール (メチルアルコール)」

(和光純薬工業株式会社製 Lot No.KPE0941)

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[®]、Milli-Q[®] Gradient A10[®])

ウ 試料の調製

トリクロロ酢酸標準原液 1mL を 100mL メスフラスコに採り、メタノールで定容の上、転倒混和し、中間標準液 (10mg/L) を調製した。超純水を 5L メスフラスコに受け、ここに中間標準液を 2.5mL 添加し、定容の上、転倒混和し、36L ステンレスタンクに注いだ。この操作を 6 回繰り返す、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) 56 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 24 機関分の配付試料の冷蔵配送を依頼した。2 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「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 17「溶媒抽出－誘導体化－ガスクロマトグラフ－質量分析計による一斉分析法」（以下「GC/MS 法」という。）に従って測定した。

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、「平成 27 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。）に基づい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 本ずつ測定した。なお、試料調製後 2 日目は、実施要領において参加機関に示した「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。

これらの結果を、配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化として表 1 に示した。トリクロロ酢酸の濃度の平均値は 5.128µg/L であり、変動係数は 1.05%であった。このことから、配付した試料は、均一性が確認され、保存による影響並びに調製に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 配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化

	容器別測定値 (µg/L)					平均値 (µg/L)	標準偏差 (µg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
0 日目	5.05	5.09	5.10	5.11	5.10	5.090	0.0235	0.46
2 日目	5.06	5.12	5.15	5.10	5.21	5.128	0.0563	1.10
5 日目	5.12	5.07	5.10	5.12	5.19	5.120	0.0442	0.86
9 日目	5.19	5.12	5.20	5.25	5.23	5.198	0.0497	0.96
16 日目	5.09	5.15	5.09	5.10	5.10	5.106	0.0251	0.49
平均 (n=25)						5.128	0.0583	1.05

(4) 実施期間

ア 試料発送年月日

平成 27 年 10 月 20 日（火）

イ 報告書等の提出期限

電子ファイル：平成 27 年 11 月 4 日（水）午後 11 時 59 分

書類（紙）：平成 27 年 11 月 4 日（水）消印有効

(5) 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。

(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きZスコアを求め評価した。

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26であったため、データ数は26であった。試験方法は、GC/MS法に従って実施していた機関が22機関、告示法別表第17の2「液体クロマトグラフー質量分析計による一斉分析法」（以下「LC/MS法」という。）に従って実施していた機関が4機関であった。

(2) 実施結果

全ての参加機関26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、棄却された機関はなかった。参加機関の平均値の昇順（小→大）でNo.00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した。参加機関における配付試料の報告値を表2に示した。

表 2 参加機関における配付試料¹⁾の報告値

機関 番号 ²⁾	試験 方法	5回測定の結果(μg/L)					平均値 (μg/L)	標準 偏差 (μg/L)	変動係 数(%)	Zスコ ア ³⁾	誤差 率 ⁴⁾ (%)
		1	2	3	4	5					
00	GC/MS	4.50	4.47	4.47	4.35	4.56	4.470	0.0765	1.71	-1.9	-9.7
01	GC/MS	4.40	4.46	4.48	4.62	4.66	4.524	0.1108	2.45	-1.7	-8.6
02	GC/MS	4.55	4.57	4.58	4.55	4.55	4.560	0.0141	0.31	-1.5	-7.8
03	LC/MS	4.65	4.44	4.65	4.61	4.70	4.610	0.1002	2.17	-1.3	-6.8
04	GC/MS	4.60	4.68	4.65	4.57	4.67	4.634	0.0472	1.02	-1.2	-6.3
05	LC/MS	4.87	4.48	4.80	4.95	4.36	4.692	0.2574	5.49	-1.0	-5.2
06	GC/MS	4.53	4.70	4.72	4.79	4.76	4.700	0.1012	2.15	-1.0	-5.0
07	GC/MS	4.71	4.67	4.62	4.90	4.67	4.714	0.1088	2.31	-0.9	-4.7
08	GC/MS	4.76	4.80	4.77	4.70	4.72	4.750	0.0400	0.84	-0.8	-4.0
09	GC/MS	5.22	4.84	4.78	4.69	4.80	4.866	0.2054	4.22	-0.3	-1.7
10	GC/MS	5.00	4.89	4.90	4.92	4.97	4.936	0.0472	0.96	0.0	-0.2
11	GC/MS	4.90	4.91	4.94	4.95	5.01	4.942	0.0432	0.88	0.0	-0.1
12	GC/MS	5.00	4.98	4.79	5.00	4.94	4.942	0.0884	1.79	0.0	-0.1
13	LC/MS	5.07	5.06	4.85	4.89	4.90	4.954	0.1031	2.08	0.0	0.1
14	GC/MS	5.12	4.98	4.83	5.00	4.88	4.962	0.1128	2.27	0.1	0.3
15	GC/MS	5.05	4.94	4.94	4.94	5.02	4.978	0.0531	1.07	0.1	0.6
16	LC/MS	4.99	4.93	5.00	4.99	4.99	4.980	0.0283	0.57	0.1	0.6
17	GC/MS	4.93	5.01	5.05	5.05	5.05	5.018	0.0522	1.04	0.3	1.4
18	GC/MS	4.97	5.06	5.16	4.99	4.92	5.020	0.0930	1.85	0.3	1.5
19	GC/MS	5.16	5.03	4.92	5.07	5.07	5.050	0.0869	1.72	0.4	2.1
20	GC/MS	4.84	5.15	5.02	5.35	5.05	5.082	0.1870	3.68	0.5	2.7
21	GC/MS	5.06	5.23	5.06	5.08	5.09	5.104	0.0716	1.40	0.6	3.2
22	GC/MS	5.09	5.13	5.06	5.13	5.12	5.106	0.0305	0.60	0.6	3.2
23	GC/MS	5.38	5.26	5.26	5.30	5.23	5.286	0.0581	1.10	1.3	6.8
24	GC/MS	5.45	5.44	5.56	5.50	5.40	5.470	0.0616	1.13	2.1	10.5
25	GC/MS	5.51	5.55	5.57	5.51	5.48	5.524	0.0358	0.65	2.3	11.6

注1) 配付試料は、超純水及びトリクロロ酢酸標準原液（1mg/mL）を使用し、濃度が5μg/Lになるよう調製したものである。

注2) 機関番号は、配付試料の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。

(3) 基本統計量及びヒストグラム

基本統計量を表 3、各機関における報告値の平均値のヒストグラムを図 1 に示した。

表 3 基本統計量

データ数	26
最大値(μg/L)	5.524
第 3 四分位(μg/L)	5.043
中央値(μg/L)	4.948
第 1 四分位(μg/L)	4.704
最小値(μg/L)	4.470
標準偏差(μg/L)	0.267
平均値(μg/L)	4.918

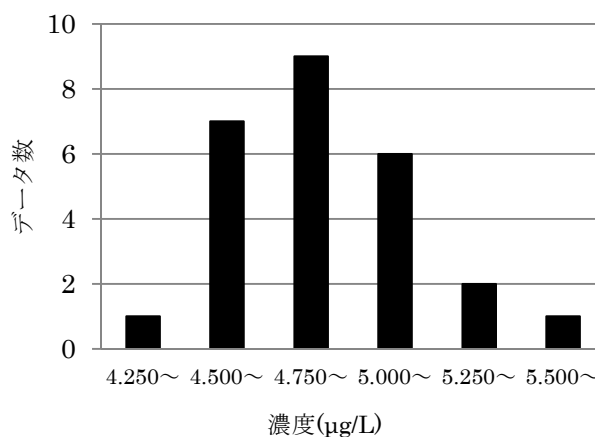


図 1 各機関における報告値（平均値）のヒストグラム

(4) 評価

ア Z スコアの絶対値が 3 以上かつ誤差率が±20%を超えた機関

該当する機関はなかった。

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はなかった。

3 データ集計及び解析

(1) 報告書の提出期限

電子ファイルでの報告書の提出について、1 機関（機関番号 07）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、1 機関（機関番号 18）に遅延があった。

今回の精度管理では、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、報告書等の提出期限を遵守していただきたい。

(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 4 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、報告値に有意差は認められなかった（有意水準 5%）。

表 4 経験年数別の基本統計量

経験年数	機関数	平均値 ($\mu\text{g/L}$)	分散	標準偏差 ($\mu\text{g/L}$)	変動係数 (%)
1年未満	2	4.817	0.0313	0.176	3.67
1年以上3年未満	13	4.972	0.0701	0.264	5.33
3年以上5年未満	7	4.731	0.0367	0.191	4.05
5年以上	4	5.123	0.0738	0.271	5.31

(3) 試験実施日時及び試料保存温度

試料の保存について告示法では、「速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72時間以内に試験する」と規定されており、全ての参加機関が試料採取後72時間以内に試験を開始していた。

また、試料到着日に試験を開始していなかった機関はいずれも2~10℃で試料を保存していた。

(4) 試験方法

試験方法別の基本統計量を表5に示した。GC/MS法とLC/MS法でt検定を行ったところ、報告値に有意差は認められなかった(有意水準5%)。

告示法ではクロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸の一斉分析を行うよう規定されているが、一斉分析を行わなかった機関が1機関(機関番号21)あった。しかし、SOPには混合標準液を調製して一斉分析を行うことが記載されていた。

また、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸以外の成分も同時に分析している機関が2機関(機関番号10、13)あった。

表 5 試験方法別の基本統計量

試験方法	機関数	平均値 ($\mu\text{g/L}$)	分散	標準偏差 ($\mu\text{g/L}$)	変動係数 (%)
GC/MS法	22	4.938	0.0774	0.278	5.63
LC/MS法	4	4.809	0.0345	0.185	3.86

(5) GC/MS法における前処理及びジアゾメタン溶液の調製

ア 試料の分取方法

試料の分取量について告示法では50mLと規定されており、全ての参加機関において告示法のとおり50mLであった。しかし、機関番号06のSOPには「試料40mLを採取」と記載されていた。

分取に用いた器具はメスシリンダーが13機関、ホールピペットが6機関(機関番号02、04、06、17、18、24)、メスフラスコが1機関(機関番号22)、共栓比色管が1機関(機

関番号 15) であった。なお、報告書への記入がなかった機関が 1 機関 (機関番号 19) あった。機関番号 19 の SOP を確認したが、SOP にも記載はなかった。

器具別の基本統計量を表 6 に示した。メスシリンダー群とホールピペット群で t 検定を行ったところ、報告値に有意差は認められなかった (有意水準 5%)。

機関番号 14、21、23 はメスシリンダーの容量の記入がなかったため、SOP を確認した。機関番号 21 は「100mL」と記載されており、機関番号 23 は明確な記載がなかった。機関番号 14 は報告書にはメスシリンダーと記載されていたが、SOP には「50mL メスフラスコ」と記載されていた。

表 6 器具別の基本統計量

器具	機関数	平均値 ($\mu\text{g/L}$)	分散	標準偏差 ($\mu\text{g/L}$)	変動係数 (%)
メスシリンダー	13	4.931	0.0828	0.287	5.84
ホールピペット	6	4.900	0.115	0.340	6.95

イ pH 調整

pH の調整について告示法では、硫酸 (1+1) を添加し pH0.5 以下に調整するよう規定されているが、報告書への記入のなかった 1 機関 (機関番号 23) を除いて、全ての参加機関において、告示法のとおり pH0.5 以下に調整していた。記入のなかった機関番号 23 の SOP には「pH0.5 以下」と記載されていた。調整後の pH の確認を行っておくことが望ましい。

ウ 溶媒抽出

溶媒抽出について告示法では、tert-ブチル-メチルエーテル (以下「MTBE」という。) 4mL を加えて 2 分間振とうするよう規定されており、全ての参加機関において、告示法のとおりに行っていた。MTBE の計量に用いた器具は、ホールピペットが 10 機関、マイクロピペットが 8 機関、分注器が 2 機関、メスピペットが 1 機関、デジタルピペットが 1 機関であった。ホールピペットの容量の記入がなかった機関番号 21、23 の SOP を確認したが、明確な記載はなかった。

振とう後の静置時間について告示法での規定はないが、静置時間を決めている機関が 12 機関、決めていない機関が 10 機関あった。静置時間を決めている 12 機関についてその時間を確認したところ、2 分が 3 機関、2~5 分が 1 機関、3 分が 2 機関、10 分が 4 機関、15 分が 1 機関、30 分が 1 機関であった。静置時間については、検討の上、一定条件で行うことが望ましい。

エ 脱水

無水硫酸ナトリウムの添加量及び脱水時間について、添加量を決めている機関が 6 機関、脱水時間を決めている機関が 4 機関あった。添加量を決めている機関のうち、機関番号 07 は、無水硫酸ナトリウムを充填した脱水用カートリッジを使用していた。無水硫酸ナトリ

ウムの添加量及び脱水時間について告示法での規定はないが、脱水は重要な操作であるため、添加した無水硫酸ナトリウムの量で脱水が十分できているかを確認する必要がある。

オ 脱水処理後の試料の分取、内部標準液及びジアゾメタン溶液の添加

告示法では、脱水後の試料 1mL を分取し、内部標準液を 20 μ L、ジアゾメタン溶液を 100 μ L 添加するよう規定されている。機関番号 00 は 2mL を分取し、内部標準液を 40 μ L、ジアゾメタン溶液を 200 μ L 添加しているが、SOP にもこのように記載されていた。

脱水処理後の試料の分取に用いた器具は、マイクロピペットが 12 機関、ホールピペットが 6 機関、共栓付試験管が 1 機関、メスピペットが 1 機関、電子ピペッターが 1 機関、デジタルピペットが 1 機関であった。機関番号 09 は容量 100 μ L のマイクロピペットを用いて 1mL 分取しているが、SOP を確認したところ、器具の容量については明確な記載がなかった。

内部標準液の添加に用いた器具は、マイクロシリンジが 12 機関、マイクロピペットが 9 機関、デジタルピペットが 1 機関であった。

カ ジアゾメタン溶液の調製

ジアゾメタン溶液について、告示法では「ジアゾメタン生成装置を用い、N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン 0.1~0.2g に精製水 0.5mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (20w/v%)0.6mL を加え、発生したジアゾメタンを氷冷した tert-ブチル-メチルエーテル 3mL に黄色を呈するまで捕集し、この tert-ブチル-メチルエーテル層をジアゾメタン溶液とする」と規定されている。機関番号 00 は告示法とは異なる割合で試薬を使用していた。機関番号 12 は規定の 5 倍量の試薬を使用していた。機関番号 25 は調製時の冷却を行っていなかった。ジアゾメタンは爆発性、発がん性がある試薬であるため、取扱いには注意が必要である。反応時にガス及び熱を発生するため、試薬の使用量を守ること及び冷却することが重要である。なお、作業は告示法のとおり、ドラフト内で行い、反応後の試薬やジアゾメタン溶液はジアゾメタンが分解してから、素手で触らないように廃棄すべきである。

(6) LC/MS 法における前処理

ア 試料の分取方法

分取に用いた器具はホールピペットが 3 機関、メスピペットが 1 機関であった。

イ 前処理

告示法では、「検水中に高濃度の陰イオン類が含まれる場合には、必要に応じて検水をクリーンアップ用固相カラムに通し、これを試験溶液とする」と規定されているが、固相カラムを用いて陰イオン類の除去を目的とした前処理を行っている機関はなかった。機関番号 05 は、「SIM で Cl⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻ をモニター」することで陰イオン類の確認を行っていた。機関番号 13 は前処理として「ディスパーザブルシリンジ及び孔径 0.2 μ m のシリンジフィルターを用いてろ過している」としていた。

(7) 標準液、内部標準液、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、市販の混合標準原液を使用している機関が 24 機関、市販の単品標準原液を使用している機関が 1 機関、標準原液を自己調製している機関が 1 機関あった。標準原液の濃度について告示法では、1mg/mL と規定されているが、0.1mg/mL の市販混合標準原液を使用している機関が 3 機関（機関番号 03、11、13）あった。市販の標準原液を使用している全ての参加機関が保証期限内に使用していた。

標準液について告示法では、標準原液各 1mL をメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて全量を 100mL とすることが規定されているが、10mg/L 以外の濃度に調製している機関、標準液を段階希釈している機関、100mL 以外のメスフラスコを使用している機関があった。

イ 内部標準原液及び内部標準液（GC/MS 法）

内部標準原液は、市販の内部標準原液を使用している機関が 18 機関、内部標準原液を自己調製している機関が 4 機関あった。内部標準原液の濃度について告示法では、10mg/mL と規定されているが、市販の内部標準原液を使用している全ての参加機関が 1mg/mL の内部標準原液を使用していた。内部標準原液を自己調製している 4 機関は、いずれも告示法のとおり 10mg/mL に調製していた。

内部標準液については、全ての参加機関において告示法のとおり、5mg/L に調製していた。

ウ 定量下限値

定量下限値の濃度について 0.001mg/L が 5 機関、0.002mg/L が 11 機関、0.003mg/L が 10 機関であった。全ての参加機関において基準値の 10 分の 1 (0.003mg/L) 以下に設定されていた。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 9 機関（機関番号 00、03、07、11、17、18、19、21、22）あった。

エ 妥当性評価

妥当性評価について、「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインについて」（平成 24 年 9 月 6 日付け健水発 0906 第 1 号）（以下「ガイドライン」という。）で真度は 5 個以上の試料数を用いて評価すること、併行精度及び室内精度における試験の繰り返し回数は自由度が 4 以上となるようにすることが規定されている。全ての参加機関が実施済みと回答していたが、ガイドラインの条件を満たしていない機関があった。

用いた水の種類については、水道水が 9 機関、精製水が 13 機関、水道水及び精製水が 3 機関、井戸水（飲料水）及び精製水が 1 機関であった。

試料の添加濃度については、0.001mg/L が 4 機関、0.002mg/L が 14 機関、0.003 mg/L が 3 機関、0.005mg/L が 3 機関、0.01mg/L が 1 機関、0.03mg/L が 1 機関であった。

(8) GC/MS 法における検量線の作成

ア 使用器具

検量線の作成について告示法では、「ハロ酢酸混合標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて 50mL とする」と規定されているが、50mL 以外のメスフラスコを使用していた機関が 5 機関（機関番号 07、11、12、19、22）あった。告示法では、調製後、検水と同様に 50mL の検量線作成用試料を用いて前処理を行うように規定されているが、機関番号 19 は 20mL 及び 25mL のメスフラスコを用いて調製していた。しかし、SOP には精製水で 50mL に調製することが記載されており、報告書の記載は、標準液を調製するメスフラスコの容量であると思われる。

標準液添加に使用した器具は、マイクロシリンジが 13 機関、ホールピペットが 6 機関（2 機関はマイクロシリンジも使用）、マイクロピペットが 4 機関であった。なお、報告書への記入がなかった機関が 1 機関（機関番号 25）あった。機関番号 25 の SOP には、マイクロシリンジを使用することが記載されていた。機関番号 06 は 100 μ L のマイクロシリンジを使用して標準液 150 μ L を添加しており、機関番号 18 は 10 μ L のマイクロシリンジを使用して標準液 15 μ L、100 μ L のマイクロシリンジを使用して標準液 200 μ L を添加していた。

イ 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 0.001~0.1mg/L と規定されている。全ての参加機関において、検量線の点数は 4 点以上に設定されており、告示法の濃度範囲内で検量線を設定していた機関が 19 機関あった。ただし、報告書に測定用バイアル中のトリクロロ酢酸濃度を記入したと思われる機関が 3 機関（機関番号 18、19、21）あり、これらの機関については元の濃度に換算すると、規定の濃度範囲に設定されていた。なお、検量線に 0mg/L を含めていた機関が 9 機関（機関番号 06、08、11、14、15、17、20、22、24）、検量線の切片が 0 となっており、測定機器の設定で原点を通過していると思われる機関が 3 機関（機関番号 10、17、22）あった。

(9) LC/MS 法における検量線の作成

ア 使用器具

検量線の作成について告示法では「ハロ酢酸混合標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて 10mL とする」と規定されているが、10mL 以外のメスフラスコを使用していた機関が 1 機関（機関番号 13）あった。

標準液添加に使用した器具は、マイクロシリンジが 3 機関、ホールピペットが 1 機関であった。

イ 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 0.002~0.2mg/L と規定されており、全ての参加機関において、検量線の点数は 4 点以上に設定されていた。機関番号 16 は濃度範囲が 0.001~0.1mg/L の検量線を使用していた。なお、検量線に 0mg/L を含めていた機関が 1 機関（機関番号 13）あった。

(10) 定量方法

ア GC/MS 法

全ての参加機関において告示法のとおり、内部標準法及びピーク面積を用いて定量を行っていた。フラグメントイオンの質量数については、全ての参加機関において告示法のとおり、トリクロロ酢酸は「117、119」、1,2,3-トリクロロプロパンは「75、110」を用いていた。

イ LC/MS 法

全ての参加機関において、液体クロマトグラフタンデム質量分析計 (LC/MS/MS) で測定を行っており、検出器については選択反応測定 (SRM) を使用していた。プリカーサイオン及びプロダクトイオンの質量数については、全ての参加機関において告示法のとおり、「161、207」及び「117」を用いていた。

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
00	<ul style="list-style-type: none">・ pH値を確認する・ バッチ内のタイムラグを極力抑える・ ジアゾメタン溶液は着色を確認する
14	配布試料量内で予備試験を行い、設定濃度を検討してから本試験を行うようにしました。
16	<ul style="list-style-type: none">・ 移動相を調整した際は、十分に脱気操作を行う。・ 検出器のメンテナンスをこまめに実施する。
22	作業前に使用するガラス器具等は、コンタミネーションが起こらないよう溶剤、酸等で洗浄したものを使用した。

5 精度管理に関する意見

今回の精度管理に関するご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
03	トリクロロ酢酸の検量線に重みづけは必要なのでしょうか。	重みづけは必ず行うものではありません。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、自機関の体制にあった測定条件や分析条件を検討してください。
14	週の中日に試料到着したため、測定をゆとりを持って行うことができました。	今後の参考にいたします。
23	一斉分析で共に分析しているクロロ酢酸のピーク感度が悪いのですが前処理で欠損しているのか？それとももともと回収率が悪いものなのか？わかりません。	クロロ酢酸は抽出が容易でないため、前処理で pH を 0.5 以下に調整したり、塩析を行ったり、極性溶媒である MTBE を用いて抽出したりしています。それでも、クロロ酢酸の抽出率は 50%程度であるため、前処理を十分に行うことや測定機器の条件を最適化することが重要です。
	各社いろいろな SOP や作業記録書等を作成されていると思いますがお手本となるような良い SOP など有りましたら了承のもと開示していただけると参考になるのですが・・・。 いまいち妥当性評価のやり方がわからない。(例を挙げてわかりやすく紹介してほしい)	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。 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。

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 26 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、棄却された機関はなかった。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」及び「変動係数が 20% を超えた機関」はなく、検査精度が良好でないと判定された機関はなかった。
- (2) 試験方法は、GC/MS 法に従って実施していた機関が 22 機関、LC/MS 法に従って実施していた機関が 4 機関あった。試験方法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。
- (3) 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。

- (4) 告示法では、検量線の点数は4点以上とし、濃度範囲はGC/MS法で0.001~0.1mg/L、LC/MS法で0.002~0.2mg/Lと規定されているが、告示法の濃度範囲を超えた検量線を使用している機関が4機関あった。また、検量線に0mg/Lを含めていた機関が10機関、測定機器の設定で原点を通過していると思われる機関が3機関あった。
- (5) 検量線の点のとらえ方が適切でない機関、測定用バイアル中のトリクロロ酢酸濃度で測定を行い、測定値から報告値を換算している機関、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あった。
- (6) 前処理等における計量器具の種類として、マイクロピペットを使用している機関が多数あった。今回はマイクロピペットの詳細については回答を求めているが、マイクロピペットを使用する際は、定期的に校正を行う必要がある。また、有機溶媒の計量にマイクロピペットを使用する場合は、有機溶媒に対応した耐薬品性のマイクロピペット及び専用チップを用いる必要がある。
- (7) 妥当性評価について、全ての参加機関が実施済みと回答していたが、ガイドラインの条件を満たしていない機関があった。条件を見直し、速やかな対応が求められる。
- (8) SOPについて、SOPとは異なるが、告示法のとおり試験操作を行っていた機関があった。試験操作を変更した場合は、SOPを改定する必要がある。また、試験開始日より後に改定したSOPを提出した機関があった。
- (9) 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。

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転載しました。

表 7 試験実施日時及び試料保存温度

溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法

表 8 前処理-1

表 9 前処理-2

表 10 ジアゾメタン溶液の調製

表 11 検量線標準液調製-1

表 12 検量線標準液調製-2

表 13 検量線濃度範囲、定量下限値及び妥当性評価

表 14 定量方法及び測定条件

表 15 測定機器

表 16 使用した試薬類-1

表 17 使用した試薬類-2

液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法

表 18 前処理及び使用した試薬類

表 19 検量線標準液調製

表 20 検量線濃度範囲、定量下限値、妥当性評価、定量方法及び精製水

表 21 測定条件

表 22 測定機器

表 7 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(℃)	経験 年数(年)	トリクロロ酢酸以外に一斉分析を行った項目
00	2015年10月21日10時45分	2015年10月22日9時00分	2015年10月23日17時30分	4	1	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
01	2015年10月21日11時30分	2015年10月22日10時30分	2015年10月23日9時10分	7	3	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
02	2015年10月21日9時00分	2015年10月21日11時00分	2015年10月21日22時30分	4	3	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
03	2015年10月21日11時00分	2015年10月21日11時00分	2015年10月22日18時00分	5	3	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
04	2015年10月21日10時30分	2015年10月21日13時00分	2015年10月23日3時19分	4	1	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
05	2015年10月21日10時30分	2015年10月21日13時58分	2015年10月22日6時35分	4	0	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
06	2015年10月21日11時30分	2015年10月21日13時30分	2015年10月22日13時00分	8.0	4	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
07	2015年10月21日9時30分	2015年10月22日13時00分	2015年10月23日0時48分	10	1	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
08	2015年10月21日9時58分	2015年10月21日14時07分	2015年10月22日3時46分	常温	3	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
09	2015年10月21日10時15分	2015年10月21日11時00分	2015年10月21日23時08分	5	2	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
10	2015年10月21日9時00分	2015年10月22日9時00分	2015年10月23日7時00分	5	5	クロロ酢酸、ブromo酢酸、ジクロロ酢酸
11	2015年10月21日9時00分	2015年10月21日9時30分	2015年10月21日19時30分	4	0	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
12	27年10月21日15時40分	27年10月22日9時00分	27年10月23日22時30分	7	1	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
13	2015年10月21日9時10分	2015年10月21日17時30分	2015年10月22日7時50分	5	3	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、ブromo酢酸、 ブromoジクロロ酢酸、ジブromo酢酸、 ブromo酢酸、トリブromo酢酸
14	2015年10月21日10時30分	2015年10月22日10時00分	2015年10月23日1時58分	4	2	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
15	2015年10月21日9時30分	2015年10月22日17時00分	2015年10月23日17時00分	2~6	2	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
16	2015年10月21日10時00分	2015年10月21日10時15分	2015年10月23日11時00分	5	5	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
17	2015年10月21日11時30分	2015年10月21日13時00分	2015年10月23日18時16分	6	4	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
18	2015年10月21日11時00分	2015年10月21日14時30分	2015年10月23日10時00分	2	2	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
19	2015年10月21日10時00分	2015年10月21日13時00分	2015年10月22日12時30分	4	10	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
20	2015年10月21日9時30分	2015年10月23日15時30分	2015年10月24日7時30分	4	1	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸

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(℃)	経験 年数(年)	トリクロロ酢酸以外に一斉分析を行った項目
21	2015年10月21日11時00分	2015年10月23日14時00分	2015年10月24日9時00分	4	1	一斉分析を行わなかった
22	2015年10月21日11時00分	2015年10月23日16時01分	2015年10月24日0時49分	4	1	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
23	2015年10月21日18時15分	2015年10月22日10時00分	2015年10月22日22時30分	10	1	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
24	2015年10月21日10時30分	2015年10月21日11時00分	2015年10月22日21時50分	4	2	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸
25	2015年10月21日9時15分	2015年10月21日15時00分	2015年10月22日4時55分	4	5	クロロ酢酸、ジクロロ酢酸

溶媒抽出ー誘導体化ーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

表 8 前処理ー1

機関番号	試料の分取		硫酸(1+1)					塩化ナトリウム				tert-ブチル-メチルエーテル		
	1試料 あたりの 分取量 (mL)	計量器具の 種類と 容量	添加量 (mL)	添加後の 混合の 有無	添加後の pH値の 確認	添加後の 設定 pH値	添加量の (g)	添加後の 混合の 有無	使用量 (mL)	計量器具の 種類と 容量	振とう 時間 (min)	振とう 後の 静置時間 (min)		
00	50	メスシリンダー 50mL	0.6	有	有	0.5以下	20	有	4	ホールピペット 4mL	2	2		
01	50	メスシリンダー 50mL	5	有	有	0.5以下	20	有	4	マイクログピペット 5000μL	2	2		
02	50	ホールピペット 50mL	2.5	有	有	0.5以下	20	有	4	ホールピペット 4mL	2	決めてい ない		
04	50	ホールピペット 50mL	3	有	無	0.5	20	有	4	デイスペンサー(分注器) 10mL	2	2-5		
06	50	ホールピペット 50mL	2	有	無	0.5	20	有	4	マイクログピペット 5mL	2	30		
07	50	メスシリンダー 50mL	5	無	有	0.5以下	20	有	4	ホールピペット 4mL	2	決めてい ない		
08	50	メスシリンダー 50mL	2	有	無	0.5以下	20	有	4	ホールピペット 4mL	2	10		
09	50	メスシリンダー 50mL	3	有	有	0.5以下	20	有	4	マイクログピペット 5000μL	2	決めてい ない		
10	50	メスシリンダー 50mL	3	有	有	0.5	20	有	4	メスピペット 5mL	2	決めてい ない		
11	50	メスシリンダー 50mL	2	有	無	0.5以下	20	有	4	デジタルマイクログ ピペット 5mL	2	10		
12	50	メスシリンダー 50mL	2	有	有	0.5以下	20	有	4	分注器 5mL	2	決めてい ない		

機関番号	試料の分取		硫酸(1+1)					塩化ナトリウム		tert-ブチル・メチルエーテル			
	1試料あたりの分取量 (mL)	計量器具の種類と容量	添加量 (mL)	計量器具の種類と容量	添加後の混合の有無	添加後のpH値の確認	添加後の設定pH値	添加量 (g)	添加後の混合の有無	使用量 (mL)	計量器具の種類と容量	振とう時間 (min)	振とう後の静置時間 (min)
14	50	メスシリンダー (記入なし)	5	マイクロピペット 5mL	有	有	0.5	20	有	4	マイクロピペット 5mL	2	10
15	50	共栓比色管 50mL	2	メスピペット 2mL	有	有	0.5以下	20	有	4	ホールピペット 4mL	2	決めていない
17	50	ホールピペット 50mL	0.8	メスピペット 1mL	有	有	0.5以下	20	有	4	マイクロピペット 5mL	2	2
18	50	ホールピペット 50mL	1	電子ピペット 1000μL	有	有	0.5以下	20	有	4	ホールピペット 4mL	2	決めていない
19	50	(記入なし)	4	ホールピペット 4mL	有	有	<0.5	20	有	4	ホールピペット 4mL	2	3
20	50	メスシリンダー 50mL	4	マイクロピペット 1000~5000μL	有	有	0.5以下	20	有	4	マイクロピペット 1000~5000μL	2	3
21	50	メスシリンダー (記入なし)	3	メスピペット (記入なし)	有	有	0.5	20	有	4	ホールピペット (記入なし)	2	決めていない
22	50	メスフラスコ 50mL	1	メスピペット 5mL	有	有	0.5	20	有	4	ホールピペット 4mL	2	決めていない
23	50	メスシリンダー (記入なし)	3	メスピペット (記入なし)	有	無	(記入なし)	20	有	4	ホールピペット (記入なし)	2	決めていない
24	50	ホールピペット 50mL	2	デジタルピペット 5mL	有	有	0.5以下	20	有	4	デジタルピペット 5mL	2	15
25	50	メスシリンダー 50mL	1	メスピペット 5mL	有	有	0.5以下	20	有	4	マイクロピペット 2~10mL可変式	2	10

表9 前処理-2

機関番号	無水硫酸ナトリウム		脱水処理後の試料		内部標準液			ジアゾメタン溶液				処理後の静置時間 (min)
	使用量 (g)	脱水の時間 (min)	分取量 (mL)	計量器具の種類と容量	添加量 (μL)	計量器具の種類と容量	添加量 (μL)	計量器具の種類と容量	反応時間 (min)	加熱処理温度(°C)	加熱処理時間(min)	
00	2	5	2	ホールピペット 2mL	40	マイクロピペット 200μL	200	マイクロピペット 200μL	30~60	40	30	30~60
01	決めていない	決めていない	1	マイクロピペット 1000μL	20	マイクロピペット 100μL	100	マイクロピペット 100μL	60	30~40	30	決めていない
02	決めていない	決めていない	1	ホールピペット 1mL	20	マイクロシリンジ 20μL	100	ピペッター 100μL	60	35	30	決めていない
04	決めていない	決めていない	1	マイクロピペット 1000μL	20	マイクロシリンジ 20μL	100	マイクロシリンジ 200μL	60	35	40	決めていない

機関 番号	無水硫酸ナトリウム		脱水処理後の試料		内部標準液		ジアンメタン溶液				処理後の 静置時間 (min)	
	使用量 (g)	脱水の 時間 (min)	分取量 (mL)	計量器具の 種類と 容量	添加量 (μL)	計量器具の 種類と 容量	添加量 (μL)	計量器具の 種類と 容量	反応時間 (min)	加熱処理		
										温度(°C)		時間(min)
06	決めて いない	決めてい ない	1	電子マイクロピペッ ト 1000μL	20	電子マイクロピペット 100μL	100	電子マイクロピペット 300μL	30	35	30	決めてい ない
07	2.8	決めてい ない	1	共栓付試験管 2mL	20	マイクロシリリンジ 250μL	100	マイクロシリリンジ 250μL	60	30	30	決めてい ない
08	決めて いない	決めてい ない	1	マイクロピペット 1000μL	20	マイクロピペット 20μL	100	マイクロピペット 100μL	30~60	30~40	30	決めてい ない
09	決めて いない	決めてい ない	1	マイクロピペット 100μL	20	マイクロピペット 20μL	100	マイクロピペット 100μL	30	35	30	決めてい ない
10	決めて いない	決めてい ない	1	メスピペット 1mL	20	マイクロシリリンジ 50μL	100	マイクロシリリンジ 100μL	60	35	30	決めてい ない
11	決めて いない	決めてい ない	1	デジタルマイク ロ ピペット 1000μL	20	デジタルマイク ロ ピペット 100μL	100	デジタルマイク ロ ピペット 100μL	45	35	30	決めてい ない
12	決めて いない	決めてい ない	1	マイクロピペット 1mL	20	マイクロシリリンジ 100μL	100	マイクロピペット 200μL	60	35	30	30
14	2	10	1	マイクロピペット 1mL	20	マイクロシリリンジ 50μL	100	マイクロシリリンジ 250μL	60	30	30	決めてい ない
15	1	30	1	マイクロピペット 1mL	20	マイクロシリリンジ 25μL	100	マイクロピペット 100μL	30	40	30	決めてい ない
17	決めて いない	決めてい ない	1	ホールピペット 1mL	20	マイクロピペット 1mL	100	マイクロピペット 1mL	60	40	30	決めてい ない
18	約1	決めてい ない	1	電子ピペッター 1000μL	20	マイクロシリリンジ 20μL	100	電子ピペッター 1000μL	60	30~40	30	決めてい ない
19	0.5	5	1	ホールピペット 1mL	20	マイクロシリリンジ 50μL	100	マイクロシリリンジ 500μL	60	35	30	2
20	決めて いない	決めてい ない	1	マイクロピペット 1000~5000μL	20	マイクロピペット 10~100μL	100	マイクロピペット 10~100μL	30	35	30	60
21	決めて いない	決めてい ない	1	ピストン式ピペット (記入なし)	20	ピストン式ピペット (記入なし)	100	ピストン式ピペット (記入なし)	60	40	30	決めてい ない
22	1	決めてい ない	1	ホールピペット 1mL	20	マイクロシリリンジ 25μL	100	マイクロピペット 100μL	30~60	30~40	30	30
23	決めて いない	決めてい ない	1	ホールピペット (記入なし)	20	マイクロシリリンジ (記入なし)	100	メスピペット (記入なし)	30	40	30	決めてい ない
24	決めて いない	決めてい ない	1	デジタルピペット 1mL	20	デジタルピペット 0.1mL	100	デジタルピペット 0.1mL	45	35	30	決めてい ない
25	決めて いない	決めてい ない	1	マイクロピペット 200~1000μL 可変式	20	マイクロシリリンジ 100μL	100	マイクロピペット 50~200μL 可変式	60	35	30	決めてい ない

表 10 ジアゾメタン溶液の調製

機関番号	調製時の冷却方法	N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアジン(g)	tert-ブチルメチルエーテル		精製水		水酸化ナトリウム溶液(20w/v%)		保管	生成装置	
			使用量(mL)	計量器具の種類と容量	使用量(mL)	計量器具の種類と容量	使用量(mL)	計量器具の種類と容量		メーカー名	型式
00	氷冷中で生成	0.5	10	マイクログピペット 10mL	2.5	マイクログピペット 10mL	3	マイクログピペット 10mL	用時調製	自家調製	自家調製
01	氷浴にて冷却する	0.132	3	マイクログピペット 5000µL	0.5	マイクログピペット 1000µL	0.6	マイクログシリンジ 1000µL	用時調製	ジーエルサイエンス	ジアゾメタン発生器 (ミリモルサイズ)
02	氷冷	0.2	3	ピペッター 3mL	0.5	ピペッター 0.5mL	0.6	マイクログシリンジ 0.6mL	用時調製	WHEATON社	(記入なし)
04	ジアゾメタン発生器を氷水に漬けながら実施	0.2	3	マイクログピペット 5000µL	0.5	マイクログピペット 1000µL	0.6	シリンジ 2.5mL	用時調製	GL Science	ジアゾメタン発生器 ミリモルサイズ
06	氷冷	0.133	3	マイクログピペット 5mL	0.5	電子マイクログピペット 1000µL	0.6	マイクログシリンジ 1000µL	用時調製	ジーエルサイエンス	ジアゾメタン発生器 ミリモルサイズ
07	氷冷	0.2	3	ホールピペット 3mL	0.5	ホールピペット 0.5mL	0.6	注射筒 1mL	用時調製	宮本理研工業	GM-50型
08	ジアゾメタン発生器を氷浴に浸しながら調製を行った。	0.132	3	マイクログピペット 5000µL	0.5	マイクログピペット 1000µL	0.6	マイクログシリンジ 1000µL	用時調製	ジーエルサイエンス	ジアゾメタン発生器 (ミリモルサイズ)
09	氷冷	0.14	3	マイクログピペット 5000µL	0.5	マイクログピペット 1000µL	0.6	マイクログシリンジ 1000µL	用時調製	ジーエルサイエンス	ミリモル型
10	氷冷した水で冷却	0.2	3	メスピペット 5mL	0.5	マイクログシリンジ 500µL	0.6	マイクログシリンジ 500µL	用時調製	ジーエルサイエンス	(記入なし)
11	MTBE を入れたスピッツ管を氷入りピーカーに入れる。	0.2	3	メスピペット 5mL	0.5	メスピペット 1mL	0.6	メスピペット 1mL	用時調製	ジアゾメタン溶液は、10mL三角フラスコにN-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアジン0.2gとVolvic水0.5mL及び水酸化ナトリウム水溶液(20%(w/v))0.6mLを入れてジアゾメタンガスを発生させ、それを氷冷したMTBE(3mL)を入れた10mLスピッツ管に「黄色」を呈するまで捕集させて調製した。	
12	氷冷	0.5	15	メスシリンダー 20mL	2.5	メスピペット 5mL	3	注射器 5mL	用時調製	宮本理研工業	GM-50型
14	生成装置を冷水につける	0.2	3	マイクログピペット 5mL	0.5	マイクログピペット 1mL	0.6	マイクログシリンジ 500µL	用時調製		手作り
15	氷水で冷却	0.13	3	ホールピペット 3mL	0.5	マイクログピペット 1mL	0.6	マイクログシリンジ 1mL	用時調製	ジーエルサイエンス	1030-33004
17	氷冷	0.2	3	ホールピペット 3mL	-	-	0.6	シリンジ 1mL	用時調製	ジーエルサイエンス	ジアゾメタン発生器 ミリモルサイズ

機関番号	調製時の冷却方法	N-メチル-N-ニトロソグアニジン(g)	tert-ブチル-メチルエーテル		精製水		水酸化ナトリウム溶液(20w/v%)		保管	生成装置	
			使用量(mL)	計量器具の種類と容量	使用量(mL)	計量器具の種類と容量	使用量(mL)	計量器具の種類と容量		メーカー名	型式
18	氷水中にて調整	0.2	3	電子ピペッター(記入なし)	0.5	電子ピペッター(記入なし)	0.6	シリンジ 1mL	用時調製	アルドリッチ	Z411736-1EA
19	氷水を使用	0.1	3	メスピペット 5mL	0.5	メスピペット 1mL	0.6	メスピペット 1mL	用時調製	ARDRICH	Generator, Diazomethane with System
20	保冷剤の入った水にジアゾメタン生成装置を浮かべながら調製した。	0.12	3	マイクロピペット 1000~5000µL	0.5	シリンジ 1mL	0.6	シリンジ 1mL	用時調製	ジーエルサイエンス	1030-33002
21	氷冷	0.2	3	ホールピペット(記入なし)	0.5	メスピペット(記入なし)	0.6	メスピペット(記入なし)	用時調製	GLサイエンス	ジアゾメタン発生器
22	氷冷中で調整した。	0.2	3	メスピペット 3mL	0.5	メスピペット 1mL	0.6	マイクロシリンジ 1mL	用時調製	WHEATON	ジアゾメタン発生装置
23	水を張ったビーカーに生成装置を漬けて冷却した。	0.2	3	ホールピペット(記入なし)	0.5	メスピペット(記入なし)	0.6	マイクロピペット(記入なし)	用時調製	GLサイエンス	(記入なし)
24	スチール製の容器に水と冷媒を加え、その中にジアゾメタン生成装置を入れて冷却した。	0.133	3	デジタルピペット 5mL	0.5	デジタルピペット 1mL	0.6	マイクロシリンジ 1mL	用時調製	GLサイエンス	ジアゾメタン発生器(ミリモルサイズ)
25	行っていない	0.2	3	マイクロピペット 2~10mL可変式	0.5	マイクロピペット 200~1000µL可変式	0.6	メスピペット 3mL	用時調製	柴田化学	SPC ミゼット インピンジャー-SPC-24

表 11 検量線標準液調製-1

機関番号	標準原液			標準液			検量線標準液			
	種類	濃度(mg/L)	試薬名	メーカー名	保証期限	濃度(mg/L)	計量器具の種類と容量	メスフラスコ容量(mL)	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)
00	市販混合	1000	3種クロロ酢酸混合標準液	和光	2017年1月31日	100, 10, 1	ホールピペット 1mL	10	50	1mg/Lを100µL, 10mg/Lを200µL, 350µL, 500µL, 1000µL (マイクロピペット 200µL, 200µL, 1000µL, 1000µL)
01	市販混合	1000	ハロ酢酸混合標準液	和光	2016年11月30日	10	マイクロシリンジ 1mL	100	50	10µL, 15µL, 50µL, 100µL, 150µL (マイクロシリンジ 100µL, 100µL, 100µL, 100µL, 1000µL)
02	市販混合	1000	3種クロロ酢酸混合標準液	和光	2017年1月31日	10	ホールピペット 1mL	100	50	0.1mg/Lを1.5mL, 5mL, 1mg/Lを1mL, 1.5mL (ホールピペット 1.5mL, 5mL, 1mL, 1.5mL)

機関 番号	標準原液					標準液			検量線標準液	
	種類	濃度 (mg/L)	試薬名	メーカー名	保証期限	濃度 (mg/L)	計量器具の 種類と容量	メスフ ラスコ 容量 (mL)	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)
04	市販 混合	1000	ハロ酢酸混合標 準原液 水質試 験用	関東	2018年 9月末日	10	ホールビペット 1mL	100	50	5μL, 15μL, 25μL, 40μL, 50μL (マイクログリンジ 25μL, 25μL, 25μL, 100μL, 100μL)
06	市販 混合	1000	ハロ酢酸 混合標準原液	関東	2018年 7月末日	10	マイクログリリン ジ 100μL	10	50	0, 10μL, 25μL, 50μL, 100μL, 150μL (マイクログリンジ 100μL)
07	市販 混合	1000	ハロ酢酸 混合標準原液	関東	2018年 7月 31日	10	ホールビペット 1mL	10	50, 50, 50, 100, 100, 50	5μL, 100μL, 200μL, 0.5mL, 0.8mL, 0.5mL (マイクログリンジ 10μL, 100μL, 100μL, 250μL) ホールビペット 0.5mL, 0.8mL, 0.5mL 備考欄: 1mL(ホールビペット)→10mL(メスフラスコ)としたものを、 更に 1mL(ホールビペット)→10mL(メスフラスコ)とした。
08	市販 単品	1000	トリクロロ酢酸 標準原液	関東	2017年 3月 31日	3	マイクログリリン ジ 500μL	100	50	50μL, 100μL, 200μL, 500μL (マイクログリンジ 250μL, 250μL, 500μL, 500μL)
09	市販 混合	1000	ハロ酢酸 混合標準原液	関東	2018年 7月	10	マイクログリリン ト 1000μL	100	50	0.01mL, 0.05mL, 0.15mL, 0.3mL, 0.5mL (マイクログリリン 100μL, 100μL, 1000μL, 1000μL, 1000μL)
10	市販 混合	1000	ハロ酢酸 混合標準原液	関東	2017年 10月 31日	10	ホールビペット 1mL	100	50	5μL, 10μL, 25μL, 50μL (マイクログリンジ 50μL)
11	市販 混合	100	ハロ酢酸混合 標準原液Ⅱ(9種)	関東	2015年 11月 30日	10	マイクログリリン ト 1000μL	10	100	30μL, 50μL, 80μL, 100μL (デジタルマイクログリリン 5~100μL)
12	市販 混合	1000	ハロ酢酸 混合標準原液	関東	2018年 7月 31日	10	ホールビペット 1mL	100	100	1mL, 2mL, 4mL, 8mL (ホールビペット 1mL, 2mL, 4mL, 8mL) 備考欄: 標準液(10mg/L)を精製水で100倍に希釈した溶液(0.1mg/L標 準液)を用いて検量線用標準液を作製するので、検量線用標準液の項の 標準液添加量は、「0.1mg/L 標準液」の添加量になっています。
14	市販 混合	1000	ハロ酢酸 混合標準液	和光	2016年 11月	10	ホールビペット 1mL	100	50	0μL, 5μL, 25μL, 50μL, 100μL, 500μL (マイクログリンジ 10μL, 50μL, 100μL, 250μL, 500μL)
15	市販 混合	1000	ハロ酢酸 混合標準原液	関東	2018年 4月末	10	ホールビペット 1mL	100	50	0μL, 10μL, 20μL, 50μL, 100μL, 100μL, 250μL (マイクログリンジ 100μL, 100μL, 100μL, 100μL, 500μL)
17	市販 混合	1000	ハロ酢酸 混合標準原液	関東	2018年 7月末日	10, 1	マイクログリリン ト 1mL, 5mL	50, 100	50	0, 50μL, 250μL, 50μL, 250μL, 500μL (マイクログリリン 100μL, 1000μL, 100μL, 1000μL, 1000μL)
18	市販 混合	1000	ハロ酢酸 混合標準原液	関東	2018年 9月末日	10	ホールビペット 1mL	100	50	15μL, 20μL, 100μL, 200μL (マイクログリンジ 10μL, 100μL, 100μL, 100μL, 100μL)

機関 番号	標準原液					標準液			検量線標準液	
	種類	濃度 (mg/L)	試薬名	メーカー名	保証期限	濃度 (mg/L)	計量器具の 種類と容量	メスフ ラスコ 容量 (mL)	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)
19	市販 混合	1000	3種クロロ酢酸 混合標準液	和光	2017年 1月	0.5, 1, 2, 4, 8, 20, 40, 50	ホールピペット 1mL, 2mL, 4mL, 5mL	20, 25, 50, 20, 20, 20, 20, 20		100μL (マイクロシリンジ 500μL)
20	自己 調製	-	-	-	2015年 10月23日 (調製年月日)	10	ホールピペット 1mL	100	50	0, 10μL, 25μL, 50μL, 75μL (, マイクロシリンジ 10μL, 50μL, 50μL, 100μL)
21	市販 混合	1000	ハロ酢酸 混合標準液	RES TEK	2016年 1月18日	10	ホールピペット 1mL	100	50	50ng, 100ng, 250ng, 500ng, 1000ng (ホールピペット 5mL, 10mL, 25mL, 50mL, 100mL, 250mL, 500mL) 備考欄：標準液添加量は、それぞれの濃度において10mg/L液から直接 添加した場合の絶対量として記載した。 標準液 4-5 は、標準液(10mg/L)をホールピペット(2mL)とメスフラス コ(100mL)を用いて0.2mg/L液を調製し、ここからそれぞれ、2.5mL、 5mLをホールピペットで採取して調製した。 標準液 1-3 は、前出の0.2mg/L液をホールピペット(5mL)とメスフラ スコ(100mL)を用いて0.01mg/L液を調製し、ここからそれぞれ、5mL、 10mL、25mLをホールピペットで採取して調製した。
22	市販 混合	1000	3種クロロ酢酸 混合標準液	和光	2017年 1月	10	ホールピペット 1mL	100	50, 50, 50, 50, 100, 50	5μL, 25μL, 100μL, 0.5mL, 0.5mL (, マイクロシリンジ 10μL, 25μL, 100μL, ホールピペット 0.5mL, 0.5mL)
23	市販 混合	1000	ハロ酢酸 混合標準原液	関東	2017年 7月末	10	ホールピペット 0.5mL, 1mL, 2.5mL	10, 50, 100	50	0.5mL, 2.5mL, 0.5mL, 2.5mL (ホールピペット 0.5mL, 2.5mL, 0.5mL, 2.5mL)
24	市販 混合	1000	3種クロロ酢酸 混合標準液	和光	2017年 1月	10	ホールピペット 1mL	100	50	10μL, 20μL, 50μL, 100μL, 250μL (マイクロシリンジ 50μL, 100μL, 250μL, 500μL, 500μL)
25	市販 混合	1000	ハロ酢酸 混合標準原液	関東	2018年 9月30日	10	ホールピペット 1mL	100	50	10μL, 25μL, 50μL, 250μL, 500μL (器具の種類の記事なし)10μL, 250μL, 250μL, 500μL, 500μL)

表 12 検量線標準液調製一2

機関 番号	内部標準原液				内部標準液				精製水
	種類	濃度 (mg/L)	試薬名	メーカー名	保証期限	濃度 (mg/L)	計量器具の 種類と容量	メスフラスコ 容量(mL)	
00	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準液	和光	2018年 4月30日	5	ホールビペット 1mL,5mL	10, 5	Milli-Q Advantage A10 メルク
01	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準液	和光	2018年 4月30日	5	マイクロナンジン 100µL	10	Milli-Q Integral 15 日本ミリボア
02	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準液	和光	2018年 4月30日	5	ホールビペット 0.5mL	100	Volvic
04	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準液	和光	2018年 4月末日	5	ホールビペット 1mL	200	aquarius RFD342NA ADVANTEC
06	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準原液	関東	2016年 6月末日	5	マイクロナンジン 100µL	10	Milli-Q integral5 EDSカートリッジ メルクミリボア
07	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準液	和光	2018年 4月30日	5	ホールビペット 1mL	10, 20	超純水製造装置 アドバンテック東洋
08	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準原液	関東	2016年 6月30日	5	マイクロナンジン 100µL	20	Milli-Q Advantage A10 メルク
09	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準原液	関東	2016年 7月	5	マイクロナンジン 1000µL	100	Direct-Q 日本ミリボア
10	自己 調製	-	-	-	2015年9月28日 (調製年月日)	5	マイクロナンジン 50µL	100	精製水 共栄製薬
11	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準原液	関東	2016年 2月29日	5	マイクロナンジン 1000µL	100	ミネラルウォーター Volvic
12	自己 調製	-	-	-	2015年10月22日 (調製年月日)	5	ホールビペット 0.5mL, 5mL	50, 100	Elix Essential3 メルクミリボア
14	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準液	和光	2018年 4月	5	マイクロナンジン 50µL	10	ボルヴィック
15	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準原液	関東	2016年 7月末日	5	マイクロナンジン 100µL	20	Milli-Q Advantage A10 日本ミリボア
17	自己 調製	-	-	-	2015年10月21日 (調製年月日)	5	マイクロナンジン 100µL	100, 200	Mill-Q ミリボア
18	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準原液	関東	2016年 7月末日	5	ホールビペット 1mL	10, 20	WR600A ミリボア
19	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準液	和光	2016年 7月	5	ホールビペット 1mL	200	Elix-UV10/Milli-Q GrangientA10 日本ミリボア
20	市販	1000	1,2,3-トリクロプロパン 標準原液	関東	2016年 7月末日	5	ホールビペット 1mL, マイクロナンジン 500~2500µL	10	PURELAB Flex-3 ELGA

機関番号	内部標準原液				内部標準液				精製水
	種類	濃度 (mg/L)	試薬名	メーカー名	保証期限	濃度 (mg/L)	計量器具の種類と容量	メスフラスコ容量 (mL)	
21	自己調製	-	-	-	2015年10月23日 (調製年月日)	5	ホールピペット 1mL	20, 100	ミネラルウォーター
22	市販	1000	1,2,3-トリクロロプロパン 標準液	和光	2018年 4月	5	ホールピペット 0.5mL	100	Gradient A10 MILLIPORE
23	市販	1000	1,2,3-トリクロロプロパン 標準原液	関東	2016年 7月末	5	ホールピペット 1mL	10, 20	Milli-Q Academic A10 MILLIPORE
24	市販	1000	1,2,3-トリクロロプロパン 標準液	和光	2018年 4月	5	ホールピペット 0.5mL, 1mL	10	RFU663EA アドバンテック
25	市販	1000	1,2,3-トリクロロプロパン 標準原液	関東	2016年 7月31日	5	マイクログリニンジ 500μL	50	Elix Essential 10UV メルク

表 13 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 (μg/L)	原点通過の有無	濃度 (μg/L)	設定方法	実施の有無	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)
00	2, 40, 70, 100	無	3	基準値の 1/10	有	水道水	10	5	4	0.002
01	2, 3, 10, 20, 30	無	3	基準値の 1/10	有	精製水	5	4	4	0.003
02	3, 10, 20, 30	無	3	基準値の 1/10	有	精製水	10	5	4	0.03
04	1, 3, 5, 8, 10	無	3	基準値の 1/10	有	水道水	5	4	4	0.001
06	0, 2, 5, 10, 20, 30	無	2	再現性試験から算出	有	精製水	10	5	4	0.005
07	1, 20, 40, 50, 80, 100	無	2	市販のハロ酢酸混合標準原液を用い、クロロ酢酸の基準値の 1/10 を目安に 2.0μg/L に調整した試料を測定し、誤差率及び変動係数が±20%以内であることを確認した。	有	水道水及び精製水	25	20	4	0.002
08	0, 3, 6, 12, 30	無	3	基準値の 1/10	有	水道水	10	5	4	0.003
09	2, 10, 30, 60, 100	無	2	ハロ酢酸混合標準で検量線を作成しており、クロロ酢酸の基準値の 1/10 は 2μg/L となるため。	有	精製水	25	4	4	0.002
10	1, 2, 5, 10	有	1	再現性試験から算出	有	水道水	5	4	4	0.002
11	0, 3, 5, 8, 10	無	1	再現性試験から算出	有	精製水	5	4	4	0.002
12	1, 2, 4, 8	無	2	一斉分析(クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸)のため基準値の一番低いクロロ酢酸に合わせ、クロロ酢酸の基準値の 1/10 とした。	有	精製水	25	4	4	0.002

機関番号	検量線		定量下限値		妥当性評価					
	濃度 (µg/L)	原点通過の有無	濃度 (µg/L)	設定方法	実施の有無	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, 1.00, 5.00, 10.0, 20.0, 100	無	1	基準値の1/10以下に設定	有	水道水及び精製水	5	4	4	0.002
15	0, 2, 4, 10, 20, 50	無	2	再現性試験から算出	有	精製水	10	5	4	0.002
17	0, 1, 5, 10, 50, 100	有	2	再現性試験から算出	有	精製水	5	5	5	0.001
18	37.5, 50, 250, 500	無	3	基準値の1/10	有	精製水	6	5	5	0.003
19	12.5, 25, 50, 100, 200, 500, 1000, 1250	無	3	基準値の1/10	有	井戸水(飲料水)及び精製水	5, 5	4, 4	4, 4	0.001
20	0, 2, 5, 10, 15	無	2	再現性試験から算出	有	水道水	13	4	4	0.002
21	12.5, 25, 62.5, 125, 250	無	3	基準値の1/10	有	水道水	10	5	4	0.005
22	0, 1, 5, 20, 50, 100	有	3	基準値の1/10	有	精製水	10	5	4	0.001
23	1, 5, 10, 50	無	1	再現性試験から算出	有	精製水	10	8	1	0.005
24	0.00, 2.00, 4.00, 10.0, 20.0, 50.0	無	2	再現性試験から算出	有	水道水	10	5	4	0.01
25	2, 5, 10, 50, 100	無	2	基準値の1/10以下。 クロロ酢酸の定量下限値と同じ濃度に設定。	有	精製水	5	4	4	0.002

表 14 定量方法及び測定条件

機関番号	フラグメントイオンの質量数(m/z) (定量用、確認用)		試料注入量 (µL)	分離カラムの昇温条件	キャリアガス流量(mL/min)	試料導入部の温度(°C)	イオン源温度(°C)
	トリクロロ酢酸	1,2,3-トリクロロプロパン					
00	117, 119	75, 110	1	35°C(5分保持)→10°C/minで上昇→120°C(0分保持)→50°C/minで上昇→230°C(4分保持)	1.75	230	200
01	117, 119	75, 110	4	35°C(1分保持)→5°C/minで上昇→75°C→20°C/minで上昇→280°C(1分保持)	0.9	200	230
02	117, 119	75, 110	1	35°C(0.5分保持)→15°C/minで上昇→200°C(5分保持)	2.16	280	200
04	117, 119	75, 110	1	37°C(5分)→(15°C/分)→200°C(1分)	1.56	220	200
06	117, 119	75, 110	2	40°C(7分保持)→10°C/分で上昇→100°C→40°C/分で上昇→250°C(1分保持)	2.5	250	230
07	117, 119	75, 110	2	35°C(1分保持)→10°C/minで上昇→110°C→80°C/minで上昇→230°C(2分保持)	50	230	200

機関番号	フラグメントイオンの質量数(m/z) (定量用、確認用)		試料注入量(μL)	分離カラムの昇温条件	キャリアガス流量(mL/min)	試料導入部の温度(°C)	イオン源温度(°C)
	トリクロロ酢酸	1,2,3-トリクロロプロパン					
08	117, 119	75, 110	2	35°C(5分保持)→15°C/分で上昇→250°C(5分保持)	1.57	200	200
09	117, 119	75, 110	1	35°C、5分間保持→15°C/minで上昇→250°C	1.57	200	200
10	117, 119	75, 110	2	35°C(5分保持)→1°C/minで上昇→42°C→15°C/minで上昇→300°C	0.9	190	230
11	117, 119	75, 110	2	35°C(5分保持)→20°C/minで上昇→200°C→15°C/minで上昇→250°C(1分保持)	1	250	200
12	117, 119	75, 110	1	40°C(2分間保持)→20°C/分で上昇→80°C→10°C/分で上昇→180°C→30°C/分で上昇→280°C(1分間保持)	1	250	230
14	117, 119	75, 110	1	60°C(1分保持)→15°C/minで上昇→200°C(5min)	2.25	230	200
15	117, 119	75, 110	1	38°C(5分保持)→20°C/minで上昇→160°C→40°C/minで上昇→240°C(3分保持)	1.27	230	200
17	117, 119	75, 110	2	40°C(2分)・10°C/分・120°C(6分)・20°C/分・250°C(5分)	0.8	200	230
18	117, 119	75, 110	2	40°C(2分)→20°C/min↑→80°C(0分)→10°C/min↑→130°C(0分)→30°C/min↑→280°C(2分)	1	250	230
19	117, 119	75, 110	1	35°C(4min)→20°C/min→150°C(0min)→5°C/min→200°C(3min)	1.01	250	200
20	117, 119	75, 110	1	35°C(5分保持)→15°C/minで上昇→250°C	54.5	250	200
21	117, 119	75, 110	3	35°C(10分保持)→20°C/minで上昇→180°C	1	250	230
22	117, 119	75, 110	2	40°C(3分保持)→4°C/minで上昇→50°C→12°C/minで上昇→200°C(3分保持)	36	200	200
23	117, 119	75, 110	1	35°C(5分保持)→15°C/minで上昇→200°C(5分保持)	1.57	200	200
24	117, 119	75, 110	1	40°C(12分保持)→10°C/minで上昇→150°C(2分保持)	1	250	230
25	117, 119	75, 110	1	40°C(12分保持)→20°C/分で上昇→150°C(2分保持)→30°C/分で上昇→250°C(0分保持)	40 (cm/sec)	220	220

表 15 測定機器

機関番号	ガスクロマトグラフ		質量分析計				分離カラム			
	メーカー名	型式	メーカー名	型式	メーカー名	型式	内径(mm)	長さ(m)	膜厚(μm)	使用開始年月日
00	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010Plus	島津ジャーエルシー	Rtx-5MS	0.25	30	1	2015年4月10日
01	Agilent	HP6890N	Agilent	HP5973N	Agilent	HP-5MS Semivol	0.25	30	0.5	2009年4月24日

機関 番号	ガスクロマトグラフ		質量分析計		分離カラム					
	メーカー名	型式	メーカー名	型式	メーカー名	型式	内径 (mm)	長さ (m)	膜厚 (μ m)	使用開始年月日
02	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010	ジューエルサイエンス	InertCap IMS	0.25	30	1	2013年4月5日
04	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010	島津ジーエルシー	RESTEK, Rtx-1	0.25	30	1	2015年3月25日
06	アジレント テクノロジーズ	7890A	アジレント テクノロジーズ	5975C	Agilent J&W	DB-5MS	0.25	30	250	2015年9月25日
07	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010 Plus	Agilent Technologies	HP-1MS	0.25	30	1	2010年4月5日
08	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010 Plus	RESTEK	Rtx-1	0.25	30	1	2013年5月1日
09	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010	RESTEK	Rtx-1	0.25	30	0.25	2011年10月5日
10	Agilent technologies	7890B	Agilent technologies	5977A	Agilent technologies	HP-5MS UI	0.25	30	0.25	2015年5月25日
11	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010	アジレント テクノロジーズ	DB-5MS	0.25	30	0.25	2015年1月30日
12	アジレント	6890N	アジレント	5975BinertXL	アジレント	DB-5MS	0.25	30	1	2015年10月21日
14	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010Plus	GL Sciences	InertCap 1	0.25	60	1.5	2013年7月29日
15	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010	RESTEK	Rtx-1MS	0.25	30	1	2009年6月2日
17	島津製作所	GC-17A	島津製作所	QP-5050A	ジューエルサイエンス	InertCap1	0.25	30	1.5	2007年9月20日
18	Agilent	7890B	Agilent	5977A	Agilent	DB-5MS	0.25	30	1	2015年2月20日
19	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-2010	RESTEK	Rtx-1	0.25	30	0.25	2013年5月
20	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010	Restec	Rtx-1	0.25	30	1	2009年6月16日
21	アジレント	6890N	アジレント	5975inert	アジレント	DB-1ms	0.25	30	0.25	2015年9月14日
22	島津製作所	GC2010	島津製作所	GCMS QP2010	ジューエルサイエンス	Inert Cap 5 MS/SIL	0.25	30	0.25	2010年6月18日
23	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GGCMS-QP2010	GL サイエンス	InertCap IMS	0.25	30	1	2009年1月20日
24	Agilent Technologies	7890A	Agilent Technologies	5975C	Agilent Technologies	DB-5ms	0.25	30	0.25	2012年4月2日
25	島津製作所	GC2010	島津製作所	GCMS-QP2010	RESTEK	Rtx5	0.25	30	0.25	2015年4月28日

表 16 使用した試薬類-1

機関 番号	硫酸		硫酸(1+1)		水酸化ナトリウム		水酸化ナトリウム 溶液(20w/v%)		塩化ナトリウム		tert-ブチルメチルエーテル	
	グレード	容量	グレード	容量	グレード	容量	グレード	容量	グレード	容量	グレード	容量
00	-	-	自家調製	100mL	-	-	自家調製	100mL	特級	500g	水質試験用	200mL
01	特級	500mL	-	-	特級	500g	-	-	特級	5kg	残留農薬・PCB 試験用	1L
02	-	-	(記入なし)	500mL	-	-	容量分析用	500mL	特級	500g	残留農薬・PCB 試験用	1L
04	特級	500mL	-	-	特級	500g	-	-	特級	500g	残留農薬・PCB 試験用	1L
06	特級	500mL	-	-	特級	500g	-	-	特級	500g	残留農薬 試験用 5000	1000mL
07	特級	500mL	-	-	特級	500g	-	-	特級	500g	残留農薬・PCB 試験用	500mL
08	特級	500mL	-	-	特級	500g	-	-	残留農薬・ PCB 試験用	500g	水質試験用	200mL
09	精密分析用	500g	-	-	塞素測定用	500g	-	-	特級	500g	水質試験用	200mL
10	精密分析用	500g	-	-	特級	500g	-	-	残留農薬・ PCB 試験用	500g	残留農薬・ PCB 試験用	1L
11	-	-	なし	500mL	特級	500g	-	-	残留農薬・ PCB 試験用	500g	水質試験用	200mL
12	特級	500mL	-	-	特級	500g	-	-	特級	500g	残留農薬・ PCB 試験用	1L
14	特級	500mL	-	-	特級	500g	-	-	特級	500g	残留農薬・ PCB 試験用	1L
15	特級	500mL	-	-	特級	500g	-	-	特級	500g	鹿特級	500mL
17	-	-	UGR	200mL	-	-	特級	100mL	1 級	500g	残留農薬・ PCB 試験用 5000 倍	1L
18	特級	500mL	-	-	特級	500g	-	-	特級	500g	鹿特級	3000mL
19	有害金属 測定用	500mL	-	-	特級	500g	-	-	特級	500g	高速液体 クロマトグラフ用	1L
20	-	-	特級	500mL	特級	500g	-	-	特級	500g	残留農薬・ PCB 試験用	1L
21	精密分析用	500mL	-	-	特級	500g	-	-	1 級	20kg	残留農薬・ PCB 試験用	1L
22	特級	500mL	-	-	特級	500g	-	-	特級	5kg	HPLC 用	1L

機関 番号	硫酸		硫酸(1+1)		水酸化ナトリウム		水酸化ナトリウム 溶液(20w/v%)		塩化ナトリウム		tert-ブチル・メチルエーテル	
	グレード	容量	グレード	容量	グレード	容量	グレード	容量	グレード	容量	グレード	容量
23	特級	500g	-	-	特級	500g	-	-	特級	500g	水質試験用	200mL
24	-	-	(記入なし)	500mL	特級	500g	-	-	水質試験用	500g	残留農薬・ PCB 試験用	1L
25	特級	3L	-	-	特級	5kg	-	-	鹿1級	500g	水質試験用	200mL

表 17 使用した試薬類一2

機関 番号	無水硫酸ナトリウム		メチルアルコール		N・メチル・N'-ニトロ -N'-ニトロソグアニジン		調製試薬	
	グレード	容量	グレード	容量	グレード	容量	硫酸(1+1)	水酸化ナトリウム 溶液(20w/v%)
00	特級	500g	残留農薬・PCB 試験用	1L	EP	5g	硫酸(1+1)	水酸化ナトリウム 溶液(20w/v%)
01	残留農薬・PCB 試験用	500g	残留農薬・PCB 試験用	3L	特級	50g	精製水 50mL と硫酸 50mL をそれぞれ 50mL の メスシリンダーで量り、100mL の遮光瓶に混合 する。	水酸化ナトリウム 20g を 100mL のメスフラスコ に量り、精製水で 100mL にする。
02	特級	500g	残留農薬・PCB 試験用	1L	(記入なし)	5g	-	500mL ビーカーに水酸化ナトリウム 10g をとり、 精製水で溶解した後、50mL 共せん付きメスシリ ンダーに移し全量を 50mL にする。
04	特級	500g	残留農薬・PCB 試験用	1L	鹿一級	5g	-	水酸化ナトリウム 20g を分取し、精製水 100mL に溶かす。
06	残留農薬 試験用	500g	残留農薬 試験用 5000	1000mL	(記入なし)	5g	硫酸 200mL と超純水 200mL を混和	500mL 共栓付メスシリンダーに 100g の水酸化 ナトリウムをはかりとり定容。
07	GL Sciences 社 Inert Sep Slim-J DRY	2.8g 50 個 入り	水質試験用	200mL	MNNG for Diazomethane	5g	精製水 200mL(メスシリンダー)+硫酸 200mL(メ スシリンダー)1L ビーカー使用	精製水に、20g の水酸化ナトリウムを溶解し、メ スシリンダーで定量(100mL)にする。200mL ビー カー使用
08	残留農薬・PCB 試験用	500g	残留農薬・PCB 試験用	1000mL	ジアゾメタン 発生器用	5g	コニカルビーカー 300mL に、精製水 100mL を採 り、水浴上で硫酸 100mL を徐々に加える。	200mL コニカルビーカーに水酸化ナトリウム 10g を計りとり、精製水約 30mL 加えて溶かす。 次に溶液を 50mL メスフラスコに移す。コニカル ビーカーの洗液も併せ精製水で 50mL とする。
09	特級	500g	精密分析用	500mL	鹿1級	5g	ガラスビーカー 1L に水 350mL をいれ、冷却、攪 拌しながら硫酸 350mL を徐々に加え、放冷後 700mL にメスアップしたもの	ガラスビーカー 200mL に水 80mL をいれ、冷却、 攪拌しながら水酸化ナトリウム 20g 加え放冷後 100mL にメスアップしたもの
10	残留農薬・ PCB 試験用	500g	残留農薬・ PCB 試験用	1L	水質分析用	5g	ビーカーとメスシリンダーを用いて、精製水 500mL に硫酸 500mL を冷やしながら加える	水酸化ナトリウム 10g を精製水 40mL に加え冷 やしながら溶かし、精製水を加え 50mL とする

機関番号	無水硫酸ナトリウム		メチルアルコール		N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン		調製試薬	
	グレード	容量	グレード	容量	グレード	容量	硫酸(1+1)	水酸化ナトリウム溶液(20w/v%)
11	残留農薬・PCB 試験用	500g	残留農薬・PCB 試験用	1L	一級	5g	-	500mL ビーカーに Volvic 水 100mL と水酸化ナトリウム 20g を入れ、混和する。
12	残留農薬・PCB 試験用	500g	残留農薬・PCB 試験用	1L	鹿 1 級	5g	1L のビーカーに精製水 500mL (メスシリンダー使用) を入れ、硫酸(特級) 500mL (メスシリンダー使用) を加え調整する。	水酸化ナトリウム(特級) 20g (ビーカー 200mL 使用) を精製水 100mL に溶かす。
14	特級	500g	特級	3L	鹿 1 級	5g	硫酸 250mL を 250mL メスシリンダーで採り精製水を加えて 500mL に調整	水酸化ナトリウムをビーカーに 2g とり、精製水を加えて 10mL に調整
15	特級	500g	LC/MS 用	3L	(記入なし)	5g	メスシリンダーで採った精製水 100mL に、水浴で冷やしながらメスシリンダーで採った硫酸 100mL を徐々に加えて調整。	水酸化ナトリウム 20g を 300mL ビーカーに採り、精製水約 50mL に溶かし、メスフラスコに移し精製水で全量を 100mL に調整。
17	特級	500g	-	-	1 級	5g	ガラス・200(mL)	ガラス・100(mL)
18	残留農薬 試験用	500g	残留農薬 試験用	1000mL	鹿一級	5g	100mL メスシリンダーで超純水、硫酸を各 50mL 量り、300mL ビーカーに超純水を入れ硫酸を攪拌しながら、ゆっくりと加える。	水酸化ナトリウム 20g を 300mL ビーカーに量り、100mL メスシリンダーで超純水 100mL を加え調整する。
19	特級	500g	残留農薬・PCB 試験用	1L	鹿 1 級	5g	精製水 50mL を入れた 300mL 三角フラスコに硫酸 50mL を静かに加えた。	精製水 50mL を入れた 300mL 三角フラスコに水酸化ナトリウム 10g を少量ずつ加えた。
20	特級	500g	残留農薬・PCB 試験用	1L	鹿 1 級	5g	-	水酸化ナトリウム 10g をビーカーに採り精製水で溶かし、これを 50mL メスフラスコに移して定容した。
21	PCB 分析用	500g	LC/MS 用	3L	1 級	5g	ビーカー 200mL にメスシリンダーで精製水 50mL、および硫酸 50mL を採り混合	水酸化ナトリウム 20g をメスフラスコ 100mL に採り、精製水を溶かして定容
22	残留農薬・PCB 試験用	500g	残留農薬・PCB 試験用	1L	ジーエスサイエンス社製	5g	メスシリンダー 100mL で精製水 100mL を計りとり、保存容器に入れる。保存容器を氷冷しつつメスシリンダー 100mL で計りとり硫酸 100mL をゆっくりに加え調整した。	水酸化ナトリウム 20g を電子天秤で量りとり、メスフラスコ 100mL に加える。そこに精製水を加えて 100mL に定容し調整した。
23	特級	500g	残留農薬・PCB 試験用	1L	鹿 1 級	5g	ビーカーに精製水をメスシリンダーで 25mL 計り取り、そこに硫酸をメスシリンダーで 25mL 計り取り加え攪拌し調整した。	ビーカーに 2g 量り取り精製水を加え溶解後 10mL メスフラスコに流し入れ、精製水で定容した。
24	残留農薬・PCB 試験用	500g	残留農薬・PCB 試験用	1L	GL サイエンス社製	5g	-	100mL ビーカーに精製水を入れ、水酸化ナトリウム 20g を溶解させた後 100mL メスフラスコに移してメスアップした。
25	残留農薬 試験用	500g	残留農薬 試験用	1L	鹿 1 級	5g	500mL ビーカーに精製水を 100mL メスシリンダーで 100mL 量りとり。次いで硫酸を 100mL メスシリンダーで 100mL 量りとり、精製水中に少量ずつガラス棒で攪拌しながら加える。(発熱するため、冷水でビーカーを冷却して混合する。)	水酸化ナトリウム 20g を 200mL ビーカーに量りとり、精製水に溶かしてビーカーの目盛りで 100mL とする。

液体クロマトグラフィー質量分析計による一斉分析法

表 18 前処理及び使用した試薬類

機関番号	試料の分取		陰イオンの確認の有無	前処理の有無	前処理		試薬				
	1 試料あたりの分取量 (mL)	計量器具の種類と容量 (mL)			具体的な方法	メチルアルコール		調製試薬			
						濃度 (mg/L)	容量 (mL)	グレード	容量		
03	1	ホールピペット 1mL	無	無	高速液体クロマトグラフ用	LC/MS 用	25mL	1L	LC/MS 用	A 液	あらかじめ 400mL 程度の精製水を入れたメスフラスコ(500mL)に、ホールピペット (0.5mL)を用いてぎ酸を採り、精製水を加えて全量を 500mL としたものを。
05	1	メスピペレット 1mL	SIM で Cl、NO ₃ 、SO ₄ をモニター	無	-	LC/MS 用	50mL	3L	LC/MS 用	ぎ酸 1mL をホールピペットで採り、超純水 500mL をホールピペットで採り、超純水で混合した	
13	15	ホールピペレット 15mL	無	有	ディスプレイガーザブルシリンジ及び孔径 0.2µm のシリンジフィアルターを用いてろ過している。	LC/MS 用	50mL	1000mL	LC/MS 用	ぎ酸 2mL をマイクロピペット (1000~5000µL)で、1000mL 共栓付きメスシリンダーに取り、精製水で 1000mL とする。	
16	1	ホールピペレット 1mL	無	無	-	LC/MS 用	50mL	1L	LC/MS 用	超純水(LC/MS用)1Lにぎ酸2mLをホールピペットで添加混和後、超音波洗浄機を用い脱気。	

表 19 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	
	種類	濃度 (mg/L)	試薬名	メーカー名	濃度 (mg/L)	計量器具の種類と容量	メスフラスコの容量 (mL)	メスフラスコの容量 (mL)	標準液添加量 (添加に使用した器具の種類及び容量)
03	市販混合	100	ハロ酢酸混合標準原液 II (9種)	関東	10	ホールピペレット 0.5mL	50	10	2µL, 5µL, 10µL, 25µL (マイクロシリンジ 25µL)
05	市販混合	1000	ハロ酢酸混合標準液	関東	10	ホールピペレット 1mL	100	10	2mL, 5mL, 1mL, 1.5mL (ホールピペレット 2mL, 5mL, 1mL, 1.5mL) 備考欄：標準液 1 mL をホールピペレットで採り、メスフラスコに移して超純水で 100 mL とする。その溶液からホールピペレットで 1 mL (A)、1.5 mL をそれぞれメスフラスコに採り、それぞれに超純水を加えて 10 mL とする (標準液 3、標準液 4)。A の溶液 (標準液 3) からホールピペレットで 2 mL、5 mL をそれぞれメスフラスコに採り、それぞれに超純水を加えて 10 mL とする (標準液 1、標準液 2)。

機関番号	標準原液				標準液			検量線標準液		
	種類	濃度 (mg/L)	試薬名	メーカー名	保証期限	濃度 (mg/L)	計量器具の種類と容量	メスフラスコの容量 (mL)	メスフラスコの容量 (mL)	標準液添加量 (添加に使用した器具の種類及び容量)
13	市販混合	100	ハロ酢酸混合標準原液 II (9種)	関東	2016年 3月31日	10	マイクロピペット 1000µL	10	50	0µL, 10µL, 25µL, 50µL, 100µL (、マイクロシリンジ 25µL, 25µL, 250µL, 250µL)
16	市販混合	1000	ハロ酢酸混合標準原液	関東	2018年 9月末日	10	マイクロシリンジ 250µL	10	10	1µg/L, 2µg/L, 5µg/L, 10µg/L, 20µg/L, 100µg/L, 100µg/L (先出しマイクロシリンジ 5µL, 5µL, 5µL, マイクロシリンジ 50µL, 100µL, 250µL)

表 20 検量線濃度範囲、定量下限値、妥当性評価、定量方法及び精製水

機関番号	検量線		定量下限値		妥当性評価				定量方法		精製水
	濃度 (µg/L)	濃度 (µg/L)	設定方法	実施の有無	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)	検出機器	
03	2, 5, 10, 25	3	基準値の 1/10	有	水道水	12	6	5	0.002	LC/MS/MS	PURE LAB ultra ORUGANO
05	2, 5, 10, 15	2	再現性試験から算出	有	水道水	10	5	4	0.002	LC/MS/MS	Milli-Q Integral 3 メルク
13	0, 2, 5, 10, 20	2	再現性試験から算出	有	水道水及び 精製水	5	4	未実施	0.002	LC/MS/MS	カスカータ RO/BIO 日本ポール
16	1, 2, 5, 10, 20, 100	1	再現性試験から算出	有	精製水	35	30	36	0.002	LC/MS/MS	Elix UV70, Milli-Q Advantage メルク ミリポア

表 21 測定条件

機関番号	移動相		試料注入量 (µL)	カラムオープン温度 (°C)	検出方法	モニタリーイオンの質量数 (m/z)	脱溶媒ガス流量 (L/hr)	脱溶媒温度 (°C)	コーン電圧 (V)
	A 液	B 液							
03	胃酸 0.1%	メタノール	5	40	SRM	161>117	396	350	-15
05	胃酸 0.2%	メタノール	10	40	SRM	161>117	900	350	17
13	胃酸 0.2v/v%	メタノール	50	60	SRM	160.9>116.9	800	330	15

機関番号	移動相				試料注入量(μL)	カラムオーブレン温度(°C)	検出方法	モニターイオンの質量数(m/z)	脱溶媒ガス流量(L/hr)	脱溶媒温度(°C)	コーン電圧(V)	
	A液	B液	A液とB液の混合条件									流速(mL/min)
	ぎ酸水溶液 0.2%v/v	メタノール	A:B=95:5(0分)→10:90(34分→37分) →95:5(37分→40分)									
16					10	30	SIM	161>117	396	300	-4500	

表 22 測定機器

機関番号	液体クロマトグラフ		質量分析計		分離カラム						
	メーカー名	型式	メーカー名	型式	メーカー名	型式	充填剤の種類	内径(mm)	長さ(m)	粒子径(μm)	使用開始年月日
	03	Ekspert	Ultra LC100	AB SCIEX	Triple Quad 4500	GLサイエンス	Inert sustain C18	オクタデシル基	2.1	100	2
05	日本 ウォーターズ	ACQUITY UPLC	日本 ウォーターズ	Xevo-TQ	日本 ウォーターズ	ACQUITY UPLC HSS T3	ODS	2.1	100	1.8	2015年 6月10日
13	日本 ウォーターズ	ACQUITY UPLC	日本 ウォーターズ	Xevo TQD	日本 ウォーターズ	ACQUITY UPLC HSS T3	オクタデシルシリル基結合 シリカゲル	2.1	100	1.8	2014年 12月11日
16	島津製作所	LC20ADvp	エーピー・ サイエックス	API4500	ジーエル サイエンス	InertSustainC18	高純度球状シリカゲル (ESシリカ) 化学結合基:オクタデシル基	4.6	150	3	2015年 10月19日

平成 27 年度 第 2 回水質検査外部精度管理実施要領

1 試験項目

トリクロロ酢酸

2 配付試料

約 400mL (300mL 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 27 年 10 月 21 日 (水) 着指定、冷蔵便で発送します。

衛生研究所に來所して受け取る場合は、平成 27 年 10 月 20 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 27 年 10 月 21 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受け取る場合は、平成 27 年 10 月 21 日 (水) 午前 9 時を試料採取日時とし、それ以降に検査を実施してください。

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て、試験を実施してください。

(3) 試料の一定量を 5 つに分取し、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、測定濃度を【 $\mu\text{g/L}$ 】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。
- ・番号付きの設問は番号を記入してください。
- ・記入欄に入りきらない設問がある場合は各シート末尾の備考欄に記入してください。

7 提出書類等

提出書類等の内容	提出方法、提出先
(1) 試験結果報告書のエクセルファイル (注：シート A は全 2 ページ、B は全 2 ページ、C1 は全 3 ページ、C2 は全 3 ページ、D は全 1 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) ○○検査センター、△△市水道局水道課	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
(2) 以下の作業書、記録等の写し ・ 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「トリクロロ酢酸」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 ・ 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 <u>書類 (紙)</u> で提出 (提出先) 〒260-8715 千葉県中央区仁戸名町 666-2 千葉県衛生研究所 生活環境研究室 担当：横山、菌部
(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、分析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。	

8 提出期限

平成 27 年 11 月 4 日 (水) 消印有効

※メールについては、平成 27 年 11 月 4 日 (水) 午後 11 時 59 分を期限とします。

9 評価方法

測定結果について Grubbs 検定を行い、Z スコア及び誤差率を算出します。

次の (1) 又は (2) に該当する機関については検査精度が良好でないと評価します。

- (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：横山、菌部)

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(トリクロロ酢酸)

- ・番号付きの設問は番号を記入してください。
- ・記入欄に入りきらない設問がある場合は各シート末尾の備考欄に記入してください。
- ・該当するもののみ記入してください。

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
担当者のトリクロロ酢酸試験経験年数(年) ^{*2}					年

*1 衛生研究所に來所の場合は、「2015年10月21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(μg/L)^{*3}

試料1	試料2	試料3	試料4	試料5
μg/L	μg/L	μg/L	μg/L	μg/L

*3 濃度単位はμg/Lで記入し、有効数字3桁で記入してください。

定量下限値

定量下限値の濃度(μg/L) ^{*4}		μg/L
設定方法	1.基準値の1/10 2.再現性試験から算出 3.その他	
	3の場合	具体的に記入してください

*4 濃度単位はμg/Lで記入してください。

妥当性評価

妥当性評価実施の有無		1. 有 2. 無	
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	
	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) ^{*5}		mg/L
	真度(%) ^{*5}		%
	併行精度(RSD%) ^{*5}		%
	室内精度(RSD%) ^{*5}		%

*5 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。

分析項目

一斉分析の有無		1.一斉分析を行った 2.一斉分析を行わなかった	
1の場合	一斉分析を行った項目を 全て記入してください		

試験方法

1. 別表第17 溶媒抽出－誘導体化－ガスクロマトグラフ－質量分析計による一斉分析法 2. 別表第17の2 液体クロマトグラフ－質量分析計による一斉分析法 3. その他		
3の場合	具体的に記入してください	

備考欄

<シートA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。>

標準原液及び標準液

標準原液		1. 市販標準原液(単品) 2. 市販標準原液(混合品) 3. 自己調製液 4. その他				
標準原液	1,2の場合	濃度(mg/L)	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		
	3の場合	調製年月日	年	月	日	
4の場合	具体的に記入してください					
標準液	調製濃度(mg/L)		mg/L			
	調製年月日		年	月	日	
	調製に使用した計量器具	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				
		4の場合	具体的に記入してください			
		容量 ^{*1}				
		材質 ^{*2}				
	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				
		3の場合	具体的に記入してください			
		容量 ^{*1}				
		材質 ^{*2}				
内部標準原液	1. 市販標準原液 2. 自己調製液 3. その他					
	1の場合	濃度(mg/L)	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		
2の場合	調製年月日	年	月	日		
3の場合	具体的に記入してください					
内部標準液	調製濃度(mg/L)		mg/L			
	調製年月日		年	月	日	
	1. 用時調製 2. 保存して繰り返し使用					
	2の場合	使用期限 ^{*3}		年	月	日
	調製に使用した計量器具	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				
		4の場合	具体的に記入してください			
		容量 ^{*1}				
		材質 ^{*2}				
	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				
		3の場合	具体的に記入してください			
容量 ^{*1}						
材質 ^{*2}						

*1 単位も記入してください。

*2 ガラス、ポリプロピレン等を記入してください。

*3 期限を設けていない場合は記入しないでください。

検量線用標準液

検量線用 標準液 ^{*6}		使用した容器の種類及び容量 ^{*7}	標準液添加量 ^{*8}	標準液添加に使用した器具の種類及び容量 ^{*9}
	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 トリクロロ酢酸の検量線作成に使用した標準液のみ記入してください。

*7 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。

*8 単位も記入してください。

*9 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。

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		
	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		

備考欄

<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17 溶媒抽出－誘導体化－ガスクロマトグラフ－質量分析計による一斉分析法^{*1}

*1 試験方法が溶媒抽出－誘導体化－ガスクロマトグラフ－質量分析計による一斉分析法の場合のみ記入してください。

前処理及び測定方法

前処理	試料の分取	1試料あたりの分取量(mL)		mL	
		計量器具の種類と容量 ^{*2}			
	硫酸(1+1)	添加量(mL)		mL	
		計量器具の種類と容量 ^{*2}			
		添加後の混合の有無 1.有 2.無			
		添加後のpH値確認の有無 1.有 2.無			
		添加後の設定pH値			
	塩化ナトリウム	添加量(g)		g	
		添加後の混合の有無 1.有 2.無			
	tert-ブチル-メチルエーテル	使用量(mL)		mL	
		計量器具の種類と容量 ^{*2}			
		振とう時間(min)		min	
		振とう後の静置時間	1.決めている 2.決めていない		
	1の場合		時間(min)	min	
	無水硫酸ナトリウム	使用量	1.決めている 2.決めていない		
			1の場合	使用量(g)	g
		脱水の時間	1.決めている 2.決めていない		
			1の場合	時間(min)	min
	脱水処理後の試料	分取量(mL)		mL	
		計量器具の種類と容量 ^{*2}			
	内部標準液	添加量(μL)		μL	
		計量器具の種類と容量 ^{*2}			
	ジアゾメタン溶液	添加量(μL)		μL	
計量器具の種類と容量 ^{*2}					
反応時間(min)		min			
加熱処理		温度(°C)		°C	
		時間(min)		min	
処理後の静置時間		1.決めている 2.決めていない			
	1の場合	時間(min)	min		

定量方法	ピークの読み取り方	1. ピーク高さ 2. ピーク面積			
	定量 計算法	1.内部標準法 2.絶対検量線法 3.その他			
		3の場合	具体的に記入してください		
	フラグメントイオンの質量数 (m/z)	トリクロロ酢酸		定量用	m/z
				確認用	m/z
		1,2,3-トリクロロプロパン		定量用	m/z
				確認用	m/z
	試料注入量(μL)				μL
	分離カラムの昇温条件 例:40°C(1分保持)→3°C/minで上昇→230°C				
	キャリアガス流量(mL/min)				mL/min
試料導入部の温度(°C)				°C	
イオン源温度(°C)				°C	
使用機器	ガスクロマト グラフ	メーカー名			
		型式			
		購入年月日		年 月 日	
	質量分析計	メーカー名			
		型式			
		購入年月日		年 月 日	
	1.四重極型 2.イオントラップ型 3.その他 ^{*3}				
	分離カラム	メーカー名			
		型式			
		内径(mm)		mm	
		長さ(m)		m	
		膜厚(μm)		μm	
使用開始年月日		年 月 日			

*2 ホールピペット、メスピペット等を記入し、その容量と単位を記入してください。

*3 3.その他の場合は、具体的に本シート末尾の備考欄へ記入してください。

試薬

	グレード ^{*4}	容量 ^{*5}
試薬	硫酸 ^{*6}	
	硫酸(1+1) ^{*6}	
	水酸化ナトリウム ^{*7}	
	水酸化ナトリウム溶液(20w/v%) ^{*7}	
	塩化ナトリウム	
	tert-ブチル-メチルエーテル	
	無水硫酸ナトリウム	
	メチルアルコール	
	N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン	

*4 特級、水質試験用等を記入してください。

*5 単位も記入してください。

*6,*7 何れか使用した方に記入してください。

試薬調製

硫酸(1+1)	自己調製の場合は使用した器具とその容量がわかるように調製方法を記入してください			
	調製年月日		年 月 日	
	1.用時調製 2.保存して繰り返し使用			
	2の場合	使用期限 ^{*8}	年 月 日	
水酸化ナトリウム溶液 (20w/v%)	自己調製の場合は使用した器具とその容量がわかるように調製方法を記入してください			
	調製年月日		年 月 日	
	1.用時調製 2.保存して繰り返し使用			
	2の場合	使用期限 ^{*8}	年 月 日	
ジアゾメタン 溶液	調製時の冷却の有無	1.行った 2.行っていない		
		1の場合	具体的に記入してください	
	N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン(g)		g	
	tert-ブチル-メチルエーテル	使用量(mL)		mL
		使用した計量器具の種類と容量 ^{*9}		
	精製水	使用量(mL)		mL
		使用した計量器具の種類と容量 ^{*9}		
	水酸化ナトリウム溶液 (20w/v%)	使用量(mL)		mL
		使用した計量器具の種類と容量 ^{*9}		
	調製年月日		年 月 日	
	1.用時調製 2.保存して繰り返し使用			
	2の場合	使用期限 ^{*8}	年 月 日	
調製に使用した ジアゾメタン生成装置	メーカー名			
	型式			

*8 期限を設けていない場合は記入しないでください。

*9 ホールピペット、駒込ピペット、マイクロシリンジ等を記入し、その容量と単位を記入してください。

備考欄

<シートC1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17の2 液体クロマトグラフー質量分析計による一斉分析法^{*1}

*1 試験方法が液体クロマトグラフー質量分析計による一斉分析法の場合のみ記入してください。

前処理及び測定方法					
試料の分取	1. 試料あたりの分取量(mL)			mL	
	計量器具の種類と容量 ^{*2}				
陰イオンの確認	1. 行った 2. 行わなかった				
	1の場合	確認方法を具体的に記入してください			
前処理の有無	1. 行った 2. 行わなかった				
前処理 ^{*3}	試料への試薬の添加の有無	1. 行った 2. 行わなかった			
		1の場合	使用した試薬名		
			使用量(μL)		μL
	固相カラム	メーカー名			
		型式			
		コンディショニング 例: ○○(試薬名)△△mLを□□mL/minで××分			
	通水方法	使用した器具 ^{*3}			
		流速	1. 決めている 2. 決めていない		
	1の場合		流速(mL/min)		mL/min
	初流廃液量(mL)			mL	
測定バイアルへの分取量(mL)			mL		
定量方法	検出機器	1. LC/MS 2. LC/MS/MS			
	ピークの読み取り方	1. ピーク高さ 2. ピーク面積			
	定量計算法	1. 内部標準法 2. 絶対検量線法 3. その他			
		3の場合	具体的に記入してください		
	移動相	A液の名称・濃度			
		B液の名称・濃度			
		1. グラジエント法 2. アイソクラティック法			
		A液とB液の混合条件等 例: A:B=95:5(0分)→5:95(30分-40分)→95:5(41分-70分)			
		流速(mL/min)		mL/min	
	試料注入量(μL)			μL	
	カラムオープン温度(°C)			°C	
	検出方法	1. 選択イオン測定(SIM) 2. 選択反応測定(SRM) 3. その他			
		3の場合	具体的に記入してください		
	モニターイオンの質量数(m/z) ^{*4}	トリクロロ酢酸	定量用	m/z	
確認用			m/z		
内部標準物質		定量用	m/z		
		確認用	m/z		
脱溶媒ガス流量(L/hr)			L/hr		
脱溶媒温度(°C)			°C		
コーン電圧(V)			V		

使用機器	液体クロマト グラフ	メーカー名	
		型式	
		購入年月日	年 月 日
	質量分析計	メーカー名	
		型式	
		購入年月日	年 月 日
		1.四重極型 2.イオントラップ型 3.その他 ^{*5}	
	分離カラム	メーカー名	
		型式	
		充填剤の種類	
		内径(mm)	mm
		長さ(mm)	mm
		粒子径(μm)	μm
使用開始年月日	年 月 日		

*2 ホールピペット、メスピペット、メスシリンダー等を記入し、その容量と単位を記入してください。

*3 吸引マニホールド、シリンジ、固相抽出装置等を記入し、装置の場合はメーカー名や型番など具体的に備考欄へ記入してください。

*4 MS/MSの場合は、○○>△△として各イオンを記入してください。

*5 3.その他の場合は、具体的に本シート末尾の備考欄へ記入してください。

試薬

試薬	試薬名	グレード ^{*6}	容量 ^{*7}
	ぎ酸		
	メチルアルコール		

*5 記載のない試薬を使用している場合は本シート末尾の備考欄に記入してください。

*6 特級、水質試験用等を記入してください。

*7 単位も記入してください。

試薬調製

試薬名 ^{*8}			
A液	自己調製の場合は使用した器具とその容量がわかるように調製方法を記入してください		
	調製年月日		年 月 日
	1.用時調製 2.保存して繰り返し使用		
	2の場合	使用期限 ^{*9}	年 月 日
B液	自己調製の場合は使用した器具とその容量がわかるように調製方法を記入してください		
	調製年月日		年 月 日
	1.用時調製 2.保存して繰り返し使用		
	2の場合	使用期限 ^{*9}	年 月 日

*8 記載のない試薬を調製している場合は本シート末尾の備考欄に記入してください。

*9 期限を設けていない場合は記入しないでください。

備考欄

<シートC2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^{*1,*2}

検量線	$y =$		$\times x +$		直線性	$r^2 =$	
-----	-------	--	--------------	--	-----	---------	--

	濃度($\mu\text{g/L}$) ^{*3}	トリクロロ酢酸の ピーク高さまたは面積	内部標準の ピーク高さまたは面積 ^{*4}	強度比 ^{*4}
標準液1	$\mu\text{g/L}$			
標準液2	$\mu\text{g/L}$			
標準液3	$\mu\text{g/L}$			
標準液4	$\mu\text{g/L}$			
標準液5	$\mu\text{g/L}$			
標準液6	$\mu\text{g/L}$			
標準液7	$\mu\text{g/L}$			

*1 トリクロロ酢酸の検量線作成に使用した標準液のみ記入してください。

*2 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。

*3 濃度単位は $\mu\text{g/L}$ で記入してください。

*4 内部標準法を用いた場合のみ記入してください。

試料測定データ

	濃度($\mu\text{g/L}$) ^{*5}	トリクロロ酢酸の ピーク高さまたは面積	内部標準の ピーク高さまたは面積 ^{*6}	強度比 ^{*6}
試料1				
試料2				
試料3				
試料4				
試料5				
空試験	$\mu\text{g/L}$			

*5 濃度単位は $\mu\text{g/L}$ で記入してください。

*6 内部標準法を用いた場合のみ記入してください。

備考欄

<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 17

溶媒抽出—誘導体化—ガスクロマトグラフ—質量分析計による一斉分析法
ここで対象とする項目は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸
である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) 硫酸（1 + 1）

(4) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(5) 水酸化ナトリウム溶液（20w / v %）

(6) tert—ブチルーメチルエーテル

測定対象成分を含まないもの

(7) 無水硫酸ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(8) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(9) ジアゾメタン溶液

ジアゾメタン生成装置を用い、N—メチルーN'—ニトロ—N—ニトロソ
グアニジン 0.1~0.2 g に精製水 0.5ml 及び水酸化ナトリウム溶液（20w /
v %）0.6ml を加え、発生したジアゾメタンを氷冷した tert—ブチルーメ
チルエーテル 3 ml に黄色を呈するまで捕集し、この tert—ブチルーメチルエ
ーテル層をジアゾメタン溶液とする。

この溶液は、使用時に調製する。

なお、この操作は必ずドラフト内で行う。

(10) 内部標準原液

1, 2, 3—トリクロロプロパン 0.100 g を tert—ブチルーメチルエー
テルに溶かして 10ml としたもの

この溶液 1 ml は、1, 2, 3—トリクロロプロパン 10mg を含む。

この溶液は、調製後直ちにねじロバイアルに入れて冷凍保存する。

(11) 内部標準液

内部標準原液を tert—ブチルーメチルエーテルで 2000 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、1, 2, 3—トリクロロプロパン 0.005mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(12) クロロ酢酸標準原液、ジクロロ酢酸標準原液及びトリクロロ酢酸標準原液

クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸のそれぞれ 0.100 g を別々
のメスフラスコに採り、tert—ブチルーメチルエーテル又はメチルアルコ
ールを加えて 100ml としたもの

これらの溶液 1 ml は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸を
それぞれ 1 mg 含む。

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

(13) ハロ酢酸混合標準液

クロロ酢酸標準原液、ジクロロ酢酸標準原液及びトリクロロ酢酸標準原
液のそれぞれ 1 ml ずつをメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて
全量を 100ml としたもの

この溶液 1 ml は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸をそれぞれ 0.01mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第 14 の 2 (1) の例による。

(2) ねじロバイアル

容量 10ml のもので、ポリテトラフルオロエチレン張りのキャップをしたもの

(3) ジアゾメタン生成装置

(4) バイアル

(5) ガスクロマトグラフ—質量分析計

ア 試料導入部

試料導入方式に応じて最適温度が設定できるもの

イ 分離カラム

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

ウ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、50°C を 12 分間保持し、毎分 10°C の速度で上昇させ、150°C を 2 分間保持できるもの

エ 検出器

別表第 14 の 2 (4) ウの例による。

オ イオン化電圧

別表第 14 の 2 (4) エの例による。

カ キャリヤーガス

別表第 14 の 2 (4) オの例による。

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したねじ口瓶に泡立てないように採水し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72 時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、アスコルビン酸ナトリウムを 0.01~0.02 g 加える。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 50ml (検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が 0.1mg/L を超える場合には、0.001~0.1mg/L となるように精製水を加えて 50ml に調製したもの) を採り、硫酸 (1+1) を用いて pH 値を 0.5 以下とし、塩化ナトリウム 20 g を加えて振り混ぜる。これに tert-ブチルメチルエーテル 4 ml を加えて 2 分間振り混ぜ、静置後、tert-ブチルメチルエーテル層を分取する。次に、無水硫酸ナトリウムを加え、この tert-ブチルメチルエーテル溶液 1 ml をバイアルに採り、これに内部標準液 20 μ l を加えた後、ジアゾメタン溶液 0.1ml を加え、直ちに栓をする。次いで、30~60 分間静置後、この溶液を 30~40°C で 30 分程度加温し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記 (1) で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフ—質量分析計に注入し、表 1 に示す対象物質と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の

濃度を算定する。

表 1 フラグメントイオン

対象物質	フラグメントイオン (m/z)
クロロ酢酸	77、108
ジクロロ酢酸	83、85
トリクロロ酢酸	117、119
1, 2, 3-トリクロロプロパン ※	75、110

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

ハロ酢酸混合標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて 50ml とする。この場合、調製した溶液のそれぞれの対象物質の濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して、対象物質と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、対象物質の濃度との関係を求める。

6 空試験

精製水 50ml を採り、以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作してそれぞれの対象物質の濃度を求め、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 (1) 及び (2) に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
- (2) 上記 (1) により求められた差が調製濃度の ±20% の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記 (1) で行った試験の前に試験を行ったおおむね 10 の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記 (1) により求められた差が再び調製濃度の ±20% の範囲を超えた場合には、上記 4 及び 5 の操作により試験し直す。

別表第 17 の 2

液体クロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸である。

1 試薬

- (1) 精製水
測定対象成分を含まないもの
- (2) アスコルビン酸ナトリウム
- (3) tert-ブチルーメチルエーテル
別表第 17 の 1 (6) の例による。
- (4) メチルアルコール
別表第 17 の 1 (8) の例による。
- (5) ぎ酸 (0.2 v / v %)

- (6) クロロ酢酸標準原液、ジクロロ酢酸標準原液及びトリクロロ酢酸標準原液
別表第 17 の 1 (12) の例による。
- (7) ハロ酢酸混合標準液
別表第 17 の 1 (13) の例による。
- 2 器具及び装置
- (1) ねじ口瓶
別表第 14 の 2 (1) の例による。
- (2) ねじ口バイアル
別表第 17 の 2 (2) の例による。
- (3) クリーンアップ用固相カラム
通水方向から順にバリウム型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたもの、銀型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたもの及び水素型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたものを連結したもの又はこれと同等以上の妨害物質除去性能を有するもの
- (4) 液体クロマトグラフ—質量分析計
- ア 分離カラム
内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が $3\ \mu\text{m}$ のシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの
- イ 移動相
最適条件に調製したもの
例えば、A 液はメチルアルコール、B 液はぎ酸 ($0.2\ \text{v} / \text{v} \%$) のもの
- ウ 移動相流量
対象物質の最適分離条件に設定できるもの
例えば、毎分 0.2ml の流量で、A 液と B 液の混合比が 5 : 95 のものを、A 液の割合を毎分 2.5 ポイントずつ上昇させて 100% にできるもの
- エ 検出器
次のいずれかに該当するもの
- ① 選択イオン測定 (SIM) 又はこれと同等以上の性能を有するもの
- ② 選択反応測定 (SRM) 又はこれと同等以上の性能を有するもの
- オ モニターイオンを得るための電圧
上記エ①に該当する検出器を用いる場合にあつては、エレクトロスプレーイオン化法 (ESI 法) (負イオン測定モード) で、最適条件に設定できる電圧
上記エ②に該当する検出器を用いる場合にあつては、ESI 法 (負イオン測定モード) により得られたプリカーサイオンを開裂させてプロダクトイオンを得る方法で、最適条件に設定できる電圧
- 3 試料の採取及び保存
別表第 17 の 3 の例による。
- 4 試験操作
- (1) 前処理
検水 (検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が $0.2\text{mg} / \text{L}$ を超える場合には、 $0.002 \sim 0.2\text{mg} / \text{L}$ となるように精製水を加えて調製したもの) を試験溶液とする。ただし、検水中に高濃度の陰イオン類が含まれる場合には、必要に応じて検水をクリーンアップ用固相カラムに通し、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液体クロマトグラフ—質量分析計に注入し、

表1に示すそれぞれの対象物質のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

表1 モニターイオンの例

対象物質	検出器	2(4)エ②に該当する検出器	
		2(4)エ①に該当する検出器	2(4)エ②に該当する検出器
		モニターイオン (m/z)	プリカーサイオン (m/z)
クロロ酢酸		93、139	35
ジクロロ酢酸		127、173	83
トリクロロ酢酸		161、207	117

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

5 検量線の作成

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

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作してそれぞれの対象物質の濃度を求め、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±20%の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±20%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第18

イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法

ここで対象とする項目は、臭素酸である。

1 試薬

- (1) 精製水
測定対象成分を含まないもの
- (2) 溶離液
測定対象成分が分離できるもの
- (3) 硫酸 (1 mol/L)

- 精密分析用のもの又はこれと同等以上のもの
- (4) 臭化カリウム—硫酸溶液
臭化カリウム 178.5 g を硫酸 (1 mol/L) に溶かして 1 L としたもの
 - (5) 亜硝酸ナトリウム溶液
亜硝酸ナトリウム 8.28 g を精製水 100ml に溶かした溶液 1 ml に精製水を加えて 1 L としたもの
 - (6) 臭素酸標準原液
臭素酸カリウム 2.61 g を精製水に溶かして 1 L としたもの
この溶液 1 ml は、臭素酸 2 mg を含む。
この溶液は、冷暗所に保存する。
 - (7) 臭素酸標準液
臭素酸標準原液 1 ml に精製水を加えて 1 L とした溶液 1 ml に精製水を加えて 100ml としたもの
この溶液 1 ml は、臭素酸 0.00002mg を含む。
この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

- (1) メンブランフィルターろ過装置
別表第 12 の 2 (1) の例による。
- (2) イオンクロマトグラフ
 - ア 分離カラム
内径 2 ~ 8 mm、長さ 5 ~ 25cm のもので、陰イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの
 - イ 反応部
分離カラムで分離された液と 2 つの反応試薬が別々に混合できるもので、反応温度等が対象物質の最適反応条件に設定できるもの
例えば、亜硝酸ナトリウム溶液を毎分 0.2ml の流量で注入した後、臭化カリウム—硫酸溶液を毎分 0.4ml の流量で注入して 40℃ で反応させることができるもの
 - ウ 検出器
紫外外部吸収検出器で、波長 268nm 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、2 週間以内に試験する。

4 試験操作

- (1) 前処理
検水 (検水に含まれる臭素酸の濃度が 0.02mg/L を超える場合には、0.001~0.02mg/L となるように精製水を加えて調製したもの) をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約 10ml を捨て、次のろ液を試験溶液とする。
- (2) 分析
上記 (1) で得られた試験溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、臭素酸のピーク高さ又はピーク面積を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中の臭素酸の濃度を求め、検水中の臭素酸の濃度を算定する。

5 検量線の作成

臭素酸標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて 100ml とする。この場合、調製した溶液の臭素酸の濃度は、上記 4

(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、臭素酸の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して臭素酸の濃度を求め、上記4(1)に示す検水の濃度範囲の下限值を下回ることを確認する。

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

7 連続試験を実施する場合の措置

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

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

水道水の水質基準

水質基準に関する省令（平成15年5月30日 厚生労働省令第101号）

一部改正（平成19年11月14日厚生労働省令第135号、平成20年4月1日施行）

一部改正（平成20年12月22日厚生労働省令第174号、平成21年4月1日施行）

一部改正（平成22年2月17日厚生労働省令第18号、平成22年4月1日施行）

一部改正（平成23年1月28日厚生労働省令第11号、平成23年4月1日施行）

一部改正（平成26年2月28日厚生労働省令第15号、平成26年4月1日施行）

一部改正（平成27年3月25日厚生労働省令第29号、平成27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	ジクロ酢酸	0.03 mg/l以下
9	亜硝酸態窒素	0.04 mg/l以下	25	ジブromokロロメタン	0.1 mg/l以下
10	シアン化物イオン及び塩化シアン	0.01 mg/l以下	26	臭素酸	0.01 mg/l以下
11	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	10 mg/l以下	27	総トリハロメタン	0.1 mg/l以下
12	フッ素及びその化合物	0.8 mg/l以下	28	トリクロ酢酸	0.03 mg/l以下
13	ホウ素及びその化合物	1.0 mg/l以下	29	ブromोज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-メチルイソホルネオール	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

Q_1 : データの第 1 四分位数

Q_2 : データの第 2 四分位数 (中央値)

Q_3 : 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、 $G_p > G(n, \alpha)$ であれば、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：

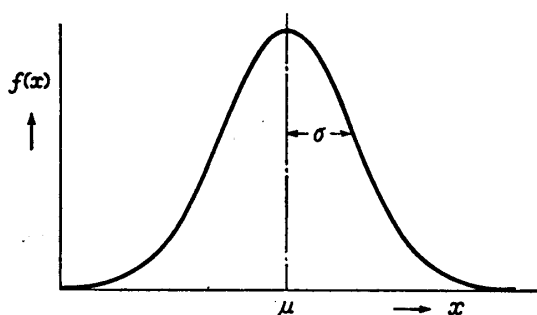
- ①測定値の中に同じ値が繰り返し現われる場合、各値の出現度数を並べたものの。
- ②測定値の存在する範囲をいくつかの区間に分けた場合、各区間に属する測定値の出現度数を並べたもの。度数分布は度数表、ヒストグラムなどで表わされる。

(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 $F(v_1, v_2; \alpha/2)$ の値を比べて $F_0 > F(v_1, v_2; \alpha/2)$ 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 $v_1 = n_A - 1$ 、 $v_2 = n_B - 1$ 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 スコアー：データのバラツキを表す統計量である。

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

Z スコアー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 スコアー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つ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 $[\{ i \times (N - 1) / 4 \} + 1]$ 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。
11. この会則は、平成 27 年 1 月 26 日から施行する。
12. この会則は、平成 28 年 2 月 1 日から施行する。

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 健康福祉部薬務課長			
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	水質管理室総括	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	水道担当主幹
千葉市水道局	水道事業事務所長	銚子市水道課	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	八匝水道企業団	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
流山市上下水道局	上下水道事業管理者	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
富津市水道部	工務課長	鴨川市水道局	水道局長
袖ヶ浦市水道局	次長	南房総市水道局	水道局長
成田市水道部	工務課長	鋸南町水道課	水道課長
佐倉市上下水道部	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	芝山町総務課企画政策係	総務課企画政策担当課長
酒々井町上下水道課	上下水道課長		
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
香取市建設水道部
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 3 1 日から施行する。

附則

この規程は、平成 1 2 年 4 月 1 日から施行する。

附則

この規程は、平成 1 5 年 4 月 1 日から施行する。

附則

この規程は、平成 2 0 年 4 月 1 日から施行する。

<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	生活環境研究室長
委員	千葉県水道局技術部浄水課	水質管理班主査
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	浄水課水質係副主査
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	浄水課水質班副主幹
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27年度水質検査精度管理委員会委員名簿

委員所属及び職名	氏名	所属住所	電話番号
健康福祉部薬務課長	大谷 俊介	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 生活環境研究室長	岸田 一則	千葉市中央区仁戸名町666-2	043-266-7983
千葉県水道局技術部浄水課 水質管理班主査	清宮 佳幸	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	渡部 祐介	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 浄水課水質係副主査	田谷 賢一	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	深山 亮	東金市東金769番地2	0475-54-3492
南房総広域水道企業団 浄水課水質班副主幹	齋藤 直樹	夷隅郡大多喜町小谷松500	0470-82-5651
千葉市環境保健研究所 健康科学課長	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27年度参加機関

平成27年度第1回(臭素酸)

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
千葉県水道局ちば野菊の里浄水場
千葉県水道局柏井浄水場
千葉県水道局福増浄水場
千葉県環境保健研究所
(一財) 千葉県薬剤師会検査センター
(株) 江東微生物研究所
中外テクノス (株)
(一財) 千葉県環境財団
(株) 上総環境調査センター
(株) ダイワ
(株) ユーベック
(一社) 群馬県薬剤師会環境衛生試験センター
(一財) 茨城県薬剤師会検査センター
平成理研 (株)
(株) エヌ・イーサポート
オーヤラックスクリンサービス (株)
いであ (株)
ユーロフィン日本環境(株)
東京テクニカル・サービス (株)
(株) ビー・エム・エル
(株) 保健科学東日本
(株) トータル環境システム
(株) 総合環境分析
日本総合住生活 (株)
(株) 日本分析
内藤環境管理 (株)

31機関参加

平成27年度第2回(トリクロロ酢酸)

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
千葉市環境保健研究所
(一財) 千葉県薬剤師会検査センター
(株) 江東微生物研究所
(一財) 千葉県環境財団
(株) 上総環境調査センター
(株) ダイワ
習和産業 (株)
(一社) 群馬県薬剤師会環境衛生試験センター
(一財) 茨城県薬剤師会検査センター
内藤環境管理 (株)
平成理研 (株)
オーヤラックスクリンサービス (株)
いであ (株)
ユーロフィン日本環境(株)
東京テクニカル・サービス (株)
(株) ビー・エム・エル
(株) 保健科学東日本
(株) トータル環境システム
(株) 総合環境分析
日本総合住生活 (株)
(株) 日本分析

26機関参加

水質検査精度管理実施の記録

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

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

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

平成 28 年 1 月 29 日 平成 27 年度水質検査精度管理委員会（大谷俊介 委員長）

平成 2 8 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