

平成24年度  
水質検査精度管理結果

千葉県水道水質連絡協議会

水質検査精度管理委員会

# 目 次

I	水質検査精度管理の背景	1
II	第1回外部精度管理（有機物（全有機炭素（TOC）の量）	2
1	実施の概要	2
(1)	実施項目	2
(2)	参加機関	2
(3)	配付試料	2
(4)	実施期間	3
(5)	実施方法	4
(6)	評価基準	4
2	実施結果及び評価	4
(1)	報告データ数及び試験方法	4
(2)	実施結果	4
(3)	基本統計量及びヒストグラム	7
(4)	評価	7
3	データ集計及び解析	8
(1)	試験担当者の経験年数	8
(2)	試験開始時間及び試料の保存状況	8
(3)	標準原液及び使用した精製水	9
(4)	試料の前処理方法	9
(5)	検量線	1 1
(6)	定量下限値	1 1
(7)	検査実施標準作業書（SOP）	1 1
4	試験上の留意点及び問題点	1 2
5	精度管理に関する意見	1 4
6	まとめ	1 5
7	資料	1 6
表8	検量線データ	1 7
表9	全有機炭素定量装置	1 8
表10	全有機炭素定量装置（湿式）の測定条件	1 9
表11	全有機炭素定量装置（燃焼式）の測定条件	1 9
	平成24年度第1回水質検査外部精度管理実施要領	2 0

Ⅲ	第2回外部精度管理（硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素）	2 5
1	実施の概要	2 5
	（1）実施項目	2 5
	（2）参加機関	2 5
	（3）配付試料	2 5
	（4）実施期間	2 6
	（5）実施方法	2 7
	（6）評価基準	2 7
2	実施結果及び評価	2 7
	（1）報告データ数及び試験方法	2 7
	（2）実施結果	2 7
	（3）基本統計量及びヒストグラム	2 9
	（4）評価	2 9
3	データ集計及び解析	3 0
	（1）試験担当者の経験年数	3 0
	（2）試験開始時間及び試料の保存状況	3 0
	（3）試料の前処理	3 0
	（4）検量線	3 2
	（5）検出器	3 3
	（6）検査実施標準作業書（SOP）	3 4
4	試験上の留意点及び問題点	3 4
5	精度管理に関する意見	3 5
6	まとめ	3 7
7	資料	3 7
	表8 試料の保存及び前処理	3 8
	表9 検量線濃度及び定量下限値	4 0
	表10 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素の標準品並びに精製水	4 2
	表11 機器及び測定条件	4 5
	平成24年度第2回水質検査外部精度管理実施要領	4 8
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)	5 4
	別表第13 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	
	別表第30 有機物（全有機炭素（TOC）の量）	
付録2	水道水の水質基準	5 8
付録3	データ解析で用いた記号及び用語	5 9

付録4	千葉県水道水質管理連絡協議会会則	6 4
付録5	水質検査精度管理委員会運営規程	6 8
付録6	平成24年度水質検査精度管理委員会委員名簿	7 0
付録7	平成24年度参加機関	7 1
付録8	水質検査精度管理実施の記録	7 2

## 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年が経過した平成15年には、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を経て、現在は50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24年3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9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24年度は、第1回目に有機物（全有機炭素（TOC）の量）を、第2回目に硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素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

有機物（全有機炭素（TOC）の量）

#### (2) 参加機関

44 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 16 機関、地方公共団体の機関 2 機関、登録水質検査機関 26 機関であった。

#### (3) 配付試料

有機物（全有機炭素（TOC）の量）（以下「TOC」という）が約 0.6mg/L の千葉県衛生研究所（以下「当所」という）の水道水に、「ア 標準品及び試薬」に示す水質試験用フタル酸水素カリウム標準液を添加し TOC 濃度が約 1.6mg/L なるように調製したものを試料 A とし、標準液を添加しない水道水を試料 B とした。平成 24 年 7 月 9 日に調製後、分注・梱包し冷蔵室（4℃）に保存した。なお、TOC 試料は環境中の有機物による汚染を受けやすい性質をもつため、試料調製用室における有機溶媒の使用及び保管を中止した。以下調製試料について示した。

##### ア 標準品及び試薬

水質試験用フタル酸水素カリウム標準液（C として:1mg/mL 水溶液）（以下「TOC 標準原液」という）（和光純薬工業社製 LotNo.TLQ4159 使用期限 2013 年 2 月）

##### イ 試料調製用水道水

当所の水道水（TOC 濃度約 0.6mg/L）

##### ウ 試料 A の調製

7 月 9 日に開栓後 1 時間以上流し続けた後、水道水を 5L メスフラスコに受け、TOC 標準原液を 5mL 添加し、定容の上、混和し、ステンレス製活栓付タンクに注いだ。この操作を 7 回繰り返し計 35L の試料を得た後、スターラーを用いて 5 分間攪拌した。

##### エ 試料 B の調製

7 月 9 日に開栓後 1 時間以上流し続けた後、水道水を 5L メスフラスコに受け、ステンレス製活栓付タンクに注いだ。この操作を 7 回繰り返し計 35L の試料を得た後、スターラーを用いて 5 分間攪拌した。

##### オ 配付用試料の梱包及び配付方法

容量 300mL ガラス製配付用容器に試料 A ラベルを貼り、試料 A を満水になるまで 76 本分注し、蓋を閉めた後、パラフィルムで密封した。試料 B も同様に分注した。

それぞれの試料をファスナー付ビニール袋に入れ、試料 A 及び試料 B 各 1 本を緩衝材とともに段ボール箱に梱包した後、冷蔵室（4℃）で保存した。翌日、配送事業者へ 36 機関分の冷蔵配送を依頼した。9 機関に対しては、当所にて直接試料を配付した。

##### カ 配付試料の容器間の均一性及び経時変化

容器間の均一性を調べるために、配付試料調製日（7月9日）に調製した試料A及び試料Bの各76本から無作為に各5本を抜き取り、「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30「全有機炭素計測定法」に基づき、各試料について3回測定し平均値を算出した。測定結果を表1に示した。平均値は試料Aが1.64mg/L、試料Bが0.632mg/Lであり、変動係数は試料Aが0.70%、試料Bが1.29%であった。

表1 容器間の均一性

	容器別測定値 (mg/L)					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
試料A	1.62	1.64	1.64	1.65	1.63	1.64	0.0114	0.70
試料B	0.622	0.639	0.629	0.629	0.642	0.632	0.00817	1.29

次に配付試料保存期間中の経時変化を確認するために、試料A及び試料Bの中から無作為に各20本抜き取り、調製後1日目、3日目、7日及び14日目に各日5本ずつ測定した。測定結果を表2に示した。なお、0日目の測定値は表1の値を用いた。平均値は試料Aが1.63mg/L、試料Bが0.628mg/Lであり、変動係数は試料Aが0.51%、試料Bが0.66%であった。

表2 配付試料保存期間中の経時変化

	保存期間別測定値 (mg/L)					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
	0日目	1日目	3日目	7日目	14日目			
試料A	1.64	1.63	1.64	1.63	1.62	1.63	0.00837	0.51
試料B	0.632	0.625	0.632	0.630	0.623	0.628	0.00416	0.66

注) 測定値は5本測定の平均値

(参考) 当所における測定条件等

- ・測定装置：島津製作所製 TOC-V CSH ASI-V 付
- ・電気炉温度：680℃
- ・キャリアガス：純空気 150mL/min 200kPa
- ・試料注入量：150μL

(4) 実施期間

試料発送年月日：平成24年7月10日（火）

書類の提出期限：平成24年7月25日（水）

## (5) 実施方法

参加機関は「平成 24 年度第 1 回水質検査外部精度管理実施要領」に基づき各機関の検査実施標準作業書（以下「SOP」という）により試験し、報告値については、各濃度とも統計処理のため有効数字を 3 桁とした。測定結果及び関係書類を期日までに当所へ提出することとした。

## (6) 評価基準

参加機関の平均値を用いて Grubbs の棄却検定を行い、棄却された機関を除き Z スコアを求めた。以下の判定基準ア、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判定した。

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 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

参加機関数は 44 であったためデータ数は 88 となった。試験方法は、全参加機関において告示法の別表第 30「全有機炭素計測定法」に基づいて実施されていた。測定方法は、湿式酸化法（以下「湿式法」という）5 機関、燃焼酸化法（以下「燃焼式法」という）39 機関であった。

### (2) 実施結果

全参加機関 44 機関からの報告値を用い、Grubbs の棄却検定（危険率 5%）を行った結果、1 機関の報告値が試料 A 及び試料 B で棄却された。棄却された 1 機関は試料 A と試料 B の測定値を取り違えて報告書に記入していたため、当該機関にその原因についてアンケート調査を行った。その結果、試料 B、試料 A の順で測定したが、報告書の記入段階で最初に測定した結果を試料 A だと思い込んで記入していたため、複数人が確認したにもかかわらず誤りを発見できなかったことが判明した。当該機関からは今後の対応として「間違いは必ず生じるものと認識を改めて対応してゆくよう考慮したい」と回答があった。

棄却機関を除いた 43 機関を試料 A の各機関の平均値の昇順（小→大）で並び替え、No.1 から 43 までの昇順番号を付けた。以降、当該昇順番号を機関番号としてデータ集計した。表 3-1 及び表 3-2 に各機関の報告値を示した。



表3-1 参加機関による試料Aの報告値

機関 番号 <sup>2)</sup>	測定方法	試料A(赤ラベル) <sup>1)</sup>									
		5回測定の結果					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)	Zスコア <sup>3)</sup>	誤差率 <sup>4)</sup>
		1	2	3	4	5					
1	燃焼式	1.48	1.53	1.55	1.51	1.54	1.522	0.028	1.8	-1.8	-6.5
2	燃焼式	1.55	1.57	1.55	1.57	1.55	1.558	0.011	0.7	-1.2	-4.3
3	燃焼式	1.56	1.57	1.56	1.57	1.59	1.570	0.012	0.8	-1.0	-3.6
4	燃焼式	1.58	1.57	1.56	1.57	1.57	1.570	0.007	0.5	-1.0	-3.6
5	燃焼式	1.57	1.59	1.59	1.57	1.59	1.582	0.011	0.7	-0.8	-2.8
6	燃焼式	1.58	1.58	1.59	1.60	1.58	1.586	0.009	0.6	-0.7	-2.6
7	燃焼式	1.59	1.57	1.59	1.59	1.59	1.586	0.009	0.6	-0.7	-2.6
8	燃焼式	1.59	1.56	1.58	1.60	1.62	1.590	0.022	1.4	-0.7	-2.3
9	燃焼式	1.63	1.59	1.60	1.56	1.57	1.590	0.027	1.7	-0.7	-2.3
10	燃焼式	1.62	1.58	1.59	1.59	1.59	1.594	0.015	1.0	-0.6	-2.1
11	燃焼式	1.59	1.60	1.58	1.60	1.60	1.594	0.009	0.6	-0.6	-2.1
12	燃焼式	1.60	1.62	1.60	1.61	1.60	1.606	0.009	0.6	-0.4	-1.4
13	燃焼式	1.60	1.61	1.60	1.62	1.61	1.608	0.008	0.5	-0.3	-1.2
14	燃焼式	1.62	1.61	1.60	1.62	1.63	1.616	0.011	0.7	-0.2	-0.7
15	燃焼式	1.61	1.62	1.62	1.62	1.61	1.616	0.005	0.3	-0.2	-0.7
16	燃焼式	1.62	1.62	1.61	1.61	1.62	1.616	0.005	0.3	-0.2	-0.7
17	燃焼式	1.61	1.61	1.63	1.61	1.63	1.618	0.011	0.7	-0.2	-0.6
18	燃焼式	1.62	1.63	1.62	1.63	1.62	1.624	0.005	0.3	-0.1	-0.2
19	燃焼式	1.63	1.59	1.74	1.60	1.57	1.626	0.067	4.1	0.0	-0.1
20	燃焼式	1.63	1.62	1.64	1.63	1.62	1.628	0.008	0.5	0.0	0.0
21	燃焼式	1.59	1.65	1.64	1.64	1.62	1.628	0.024	1.5	0.0	0.0
22	燃焼式	1.62	1.63	1.63	1.63	1.63	1.628	0.004	0.3	0.0	0.0
23	湿式	1.64	1.63	1.62	1.64	1.63	1.632	0.008	0.5	0.1	0.2
24	燃焼式	1.62	1.64	1.65	1.64	1.66	1.642	0.015	0.9	0.2	0.9
25	燃焼式	1.62	1.66	1.65	1.65	1.63	1.642	0.016	1.0	0.2	0.9
26	燃焼式	1.66	1.64	1.65	1.63	1.64	1.644	0.011	0.7	0.3	1.0
27	燃焼式	1.67	1.64	1.62	1.64	1.68	1.650	0.024	1.5	0.4	1.4
28	湿式	1.65	1.66	1.65	1.65	1.67	1.656	0.009	0.5	0.5	1.7
29	燃焼式	1.69	1.64	1.66	1.65	1.67	1.662	0.019	1.2	0.6	2.1
30	燃焼式	1.69	1.63	1.66	1.66	1.68	1.664	0.023	1.4	0.6	2.2
31	燃焼式	1.61	1.65	1.71	1.76	1.64	1.674	0.060	3.6	0.8	2.8
32	燃焼式	1.67	1.69	1.67	1.68	1.68	1.678	0.008	0.5	0.9	3.1
33	湿式	1.67	1.68	1.68	1.68	1.68	1.678	0.004	0.3	0.9	3.1
34	燃焼式	1.68	1.69	1.68	1.68	1.68	1.682	0.004	0.3	0.9	3.3
35	湿式	1.73	1.68	1.68	1.68	1.68	1.690	0.022	1.3	1.1	3.8
36	燃焼式	1.65	1.70	1.78	1.67	1.66	1.692	0.053	3.1	1.1	3.9
37	燃焼式	1.70	1.69	1.68	1.70	1.71	1.696	0.011	0.7	1.2	4.2
38	燃焼式	1.69	1.70	1.70	1.70	1.71	1.700	0.007	0.4	1.2	4.4
39	燃焼式	1.71	1.70	1.70	1.71	1.72	1.708	0.008	0.5	1.4	4.9
40	燃焼式	1.62	1.75	1.74	1.70	1.75	1.712	0.055	3.2	1.5	5.2
41	湿式	1.72	1.72	1.72	1.72	1.72	1.720	0.000	0.0	1.6	5.7
42	燃焼式	1.69	1.70	1.73	1.73	1.81	1.732	0.047	2.7	1.8	6.4
43	燃焼式	1.72	1.71	1.73	1.77	1.74	1.734	0.023	1.3	1.8	6.5

注1) 試料Aは、水道水（TOC濃度約0.6mg/L）に、TOC標準原液を添加しTOC濃度約1.6mg/Lとなるよう調製したものである。

注2) 機関番号は、試料Aの測定値の平均値を小から大に並び替えた昇順番号である。

注3) Zスコアは中央値から計算した。

注4) 誤差率は中央値からの誤差で計算した。

表3-2 参加機関による試料Bの報告値

機関 番号 <sup>2)</sup>	測定方法	試料B (青ラベル) <sup>1)</sup>									
		5回測定の結果					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)	Zスコア <sup>3)</sup>	誤差率 <sup>4)</sup>
		1	2	3	4	5					
1	燃焼式	0.647	0.602	0.619	0.626	0.617	0.6222	0.0164	2.6	-0.2	-1.0
2	燃焼式	0.585	0.598	0.592	0.587	0.594	0.5912	0.0053	0.9	-0.9	-5.9
3	燃焼式	0.595	0.596	0.597	0.592	0.608	0.5976	0.0061	1.0	-0.8	-4.9
4	燃焼式	0.559	0.579	0.592	0.575	0.590	0.5790	0.0133	2.3	-1.2	-7.9
5	燃焼式	0.602	0.607	0.596	0.589	0.581	0.5950	0.0103	1.7	-0.8	-5.3
6	燃焼式	0.620	0.611	0.610	0.600	0.616	0.6114	0.0075	1.2	-0.4	-2.7
7	燃焼式	0.579	0.607	0.590	0.588	0.616	0.5960	0.0151	2.5	-0.8	-5.2
8	燃焼式	0.652	0.580	0.651	0.597	0.663	0.6286	0.0374	5.9	0.0	0.0
9	燃焼式	0.601	0.605	0.606	0.629	0.617	0.6116	0.0114	1.9	-0.4	-2.7
10	燃焼式	0.654	0.617	0.601	0.602	0.601	0.6150	0.0228	3.7	-0.3	-2.2
11	燃焼式	0.609	0.627	0.628	0.630	0.620	0.6228	0.0086	1.4	-0.1	-0.9
12	燃焼式	0.627	0.611	0.630	0.623	0.624	0.6230	0.0072	1.2	-0.1	-0.9
13	燃焼式	0.613	0.623	0.614	0.625	0.600	0.6150	0.0099	1.6	-0.3	-2.2
14	燃焼式	0.608	0.616	0.613	0.609	0.640	0.6172	0.0131	2.1	-0.3	-1.8
15	燃焼式	0.596	0.607	0.617	0.601	0.612	0.6066	0.0084	1.4	-0.5	-3.5
16	燃焼式	0.611	0.618	0.619	0.622	0.633	0.6206	0.0080	1.3	-0.2	-1.3
17	燃焼式	0.638	0.633	0.620	0.640	0.633	0.6328	0.0078	1.2	0.1	0.7
18	燃焼式	0.654	0.662	0.652	0.647	0.664	0.6558	0.0071	1.1	0.7	4.3
19	燃焼式	0.604	0.669	0.585	0.677	0.604	0.6278	0.0421	6.7	0.0	-0.1
20	燃焼式	0.618	0.620	0.626	0.638	0.638	0.6280	0.0096	1.5	0.0	-0.1
21	燃焼式	0.632	0.706	0.640	0.675	0.705	0.6716	0.0349	5.2	1.0	6.8
22	燃焼式	0.613	0.629	0.614	0.606	0.614	0.6152	0.0084	1.4	-0.3	-2.1
23	湿式	0.626	0.636	0.599	0.607	0.604	0.6144	0.0158	2.6	-0.3	-2.3
24	燃焼式	0.651	0.657	0.661	0.656	0.675	0.6600	0.0091	1.4	0.8	5.0
25	燃焼式	0.656	0.638	0.660	0.657	0.670	0.6562	0.0116	1.8	0.7	4.4
26	燃焼式	0.631	0.639	0.630	0.627	0.642	0.6338	0.0064	1.0	0.1	0.8
27	燃焼式	0.663	0.655	0.671	0.686	0.671	0.6692	0.0115	1.7	1.0	6.5
28	湿式	0.666	0.677	0.693	0.665	0.668	0.6738	0.0117	1.7	1.1	7.2
29	燃焼式	0.643	0.630	0.666	0.643	0.666	0.6496	0.0159	2.4	0.5	3.3
30	燃焼式	0.766	0.757	0.743	0.688	0.706	0.7320	0.0336	4.6	2.5	16.4
31	燃焼式	0.606	0.631	0.619	0.626	0.614	0.6192	0.0098	1.6	-0.2	-1.5
32	燃焼式	0.616	0.596	0.641	0.610	0.612	0.6150	0.0164	2.7	-0.3	-2.2
33	湿式	0.712	0.709	0.725	0.719	0.713	0.7156	0.0064	0.9	2.1	13.8
34	燃焼式	0.677	0.682	0.684	0.688	0.706	0.6874	0.0111	1.6	1.4	9.4
35	湿式	0.711	0.673	0.670	0.675	0.670	0.6798	0.0176	2.6	1.2	8.1
36	燃焼式	0.614	0.629	0.669	0.615	0.650	0.6354	0.0238	3.7	0.2	1.1
37	燃焼式	0.685	0.689	0.696	0.677	0.684	0.6862	0.0070	1.0	1.4	9.2
38	燃焼式	0.697	0.717	0.664	0.699	0.716	0.6986	0.0215	3.1	1.7	11.1
39	燃焼式	0.684	0.654	0.670	0.672	0.650	0.6660	0.0139	2.1	0.9	5.9
40	燃焼式	0.758	0.712	0.784	0.760	0.753	0.7534	0.0261	3.5	3.0	19.9
41	湿式	0.702	0.692	0.690	0.691	0.687	0.6924	0.0057	0.8	1.6	10.1
42	燃焼式	0.692	0.705	0.694	0.671	0.652	0.6828	0.0212	3.1	1.3	8.6
43	燃焼式	0.648	0.658	0.661	0.665	0.666	0.6596	0.0072	1.1	0.8	4.9

注1) 試料Bは、水道水 (TOC濃度約0.6mg/L) である。

注2) 機関番号は、試料Aの測定値の平均値を小から大に並び替えた昇順番号である。

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 4、各機関平均値のヒストグラムを図 1-1 及び図 1-2 に示した。

表 4 基本統計量

	試料 A	試料 B
データ数	43	43
最大値	1.734	0.7534
第 3 四分位	1.678	0.6704
中央値	1.628	0.6286
第 1 四分位	1.600	0.6150
最小値	1.522	0.5790
標準偏差	0.0504	0.03967
平均値	1.6382	0.64336

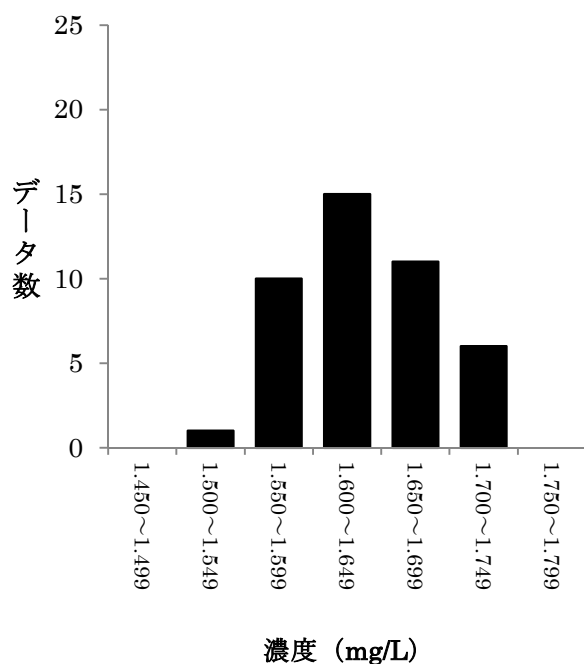


図 1-1 試料 A のヒストグラム

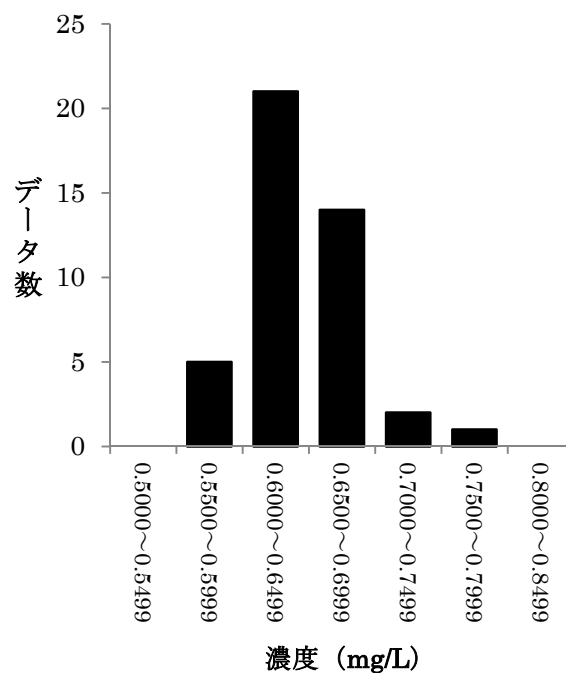


図 1-2 試料 B のヒストグラム

(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

試料 B について、機関番号 40 の報告値が Z スコアの絶対値は 3.0、誤差率は +19.9% であり、検査精度が良好でないと判定された。このため、当該機関にアンケート調査を実施したところ、統計上報告値が逸脱した原因の想定として「検量線作成時に標準原液の希釈が不適切であったため」と回答があった。今後の対応として、「検量線作成時には、相関係数、平均エリア、傾きを確認する。また、検量線作成時には、作成前に現在の検量線で

濃度既知標準溶液を分析し、その標準溶液結果が標準溶液濃度の±20%の範囲であることを確認する」と回答があった。

イ 変動係数が±20%を超えた機関

該当する機関はなかった。

### 3 データ集計及び解析

#### (1) 試験担当者の経験年数

試験担当者の経験年数別各群の基本統計量を表 5-1 及び表 5-2 に示した。試料 A 及び試料 B について有意水準 5% で F 検定及び t 検定を行ったところ、両試料とも経験年数による報告値の差は認められなかった。

表 5-1 試料 A における経験年数別の基本統計量

経験年数	機関数	平均値 (mg/L)	分散	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
3 年未満	24	1.63	0.00244	0.0494	3.03
3 年以上	19	1.65	0.00258	0.0508	3.08

表 5-2 試料 B における経験年数別の基本統計量

経験年数	機関数	平均値 (mg/L)	分散	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
3 年未満	24	0.637	0.00145	0.0381	5.99
3 年以上	19	0.652	0.00168	0.0410	6.28

#### (2) 試験開始時間及び試料の保存状況

告示法では「試料は、精製水で洗浄したガラス瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72 時間以内に試験する。」と規定されている。精度管理では、参加機関により試料到着時刻が異なるため、到着時刻を基準として試験開始までに要した時間を算出し、集計したところ、試料到着後 72 時間以内に試験を開始した機関は 38 機関 (26 機関は到着日に試験開始)、72 時間を超過して試験を開始した機関は 5 機関 (機関番号：1、30、33、40 及び 43) あった。到着日に試験を開始した 26 機関を除く 17 機関は、試験開始まで試料を 2~7℃ で保存していた。試験開始時間別の報告値に関する基本統計量を表 6-1 及び表 6-2 に示した。

表 6-1 試料 A 到着から試験開始までの時間別基本統計量

試験開始までの時間	機関数	平均値 (mg/L)	分散	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
72 時間以内	38	1.64	0.00206	0.0453	2.77
72 時間超	5	1.66	0.00689	0.0830	4.99

表 6-2 試料 B 到着から試験開始までの時間別基本統計量

試験開始までの時間	機関数	平均値 (mg/L)	分散	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
72 時間以内	38	0.636	0.00104	0.0322	6.12
72 時間超	5	0.697	0.00294	0.0542	7.78

(3) 標準原液及び使用した精製水

告示法には標準原液について「フタル酸水素カリウム 2.125g を精製水に溶かして 1L としたもの」「この溶液 1ml は、炭素 1mg を含む。」と規定されている。参加機関が使用した標準原液を表 7 に示した。自機関で標準試薬から調製している機関が 20 機関、市販の標準原液を使用している機関が 23 機関あった。また、標準原液濃度は全て 1000mg/L であった。保証期限又は使用期限の記載があった機関のうち、期限を超過して使用している機関はなかった。

告示法では精製水について「イオン交換法、逆浸透膜法、蒸留法又は紫外線照射法の組合せによって精製したもので、全有機炭素濃度が 0.1mg/L 以下のもの又は同等以上の品質を有するもの」と規定されている。標準液の調製に使用した精製水を表 7 に示した。機関番号 26 は市販の高速クロマトグラフ用蒸留水を使用していたが、その他の機関は全て自機関で製造した精製水を使用していた。精製水の報告値は全参加機関が 0.1mg/L 以下であった。

(4) 試料の前処理方法

告示法では「全有機炭素の測定において、検水に懸濁物質が含まれている場合には、ホモジナイザー、ミキサー、超音波発生器等で懸濁物質を破碎し、均一に分散させ、これを試験溶液とする。」と規定されている。試料の破碎・攪拌等を実施した機関が 8 機関あった。処理方法の内訳はホモジナイザー使用が 1 機関、ミキサー使用が 2 機関、超音波発生器が 3 機関、その他として手動による攪拌が 2 機関あった。他の 35 機関は破碎・攪拌等は実施していなかった。

また、pH調整のために添加する酸は、38機関が塩酸、4機関がリン酸類、1機関が硫酸であった。

表7 標準原液及び使用した精製水

機番	全有機炭素標準原液							精製水の種類及び製造方法 (ブランクのTOC濃度mg/L)
	種別	濃度(mg/L)	試薬メーカー名	試薬名	購入日	調製日	保証又は使用期限	
1	自己調製液	1000	関東化学	フタル酸水素カリウム	2009年10月2日	2012年6月28日	2012年12月27日	RO水、RO透過膜法(0.00)
2	市販標準原液	1000	Accu Standard	全有機炭素(TOC)標準水溶液 炭素1000µg/ml(硫酸微量含有)	2012年3月8日	購入	2013年7月	日本ミリポア(株)製Milli-Q SP.TOC又はヤマト科学(株)製WRX3により製造した超純水(0.02)
3	市販標準原液	1000	和光純薬工業	全有機炭素(TOC)標準水溶液 炭素1000µg/ml(硫酸微量含有)	2012年5月31日	購入	2014年3月	ヤマト科学㈱超純水製造装置Autopure WRX(0.01)
4	自己調製液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム	2008年1月28日	2012年4月3日	*	JISK557に規定されるA4の水A10ランプ+活性炭+イオン交換水+メンブレンフィルターによる除去(-)
5	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液	2012年3月6日	購入	2012年12月	メルク(株)製超純水製造装置 型式名 Milli-Q Integral 10(0.03)
6	市販標準原液	1000	関東化学	全有機炭素標準原液	2012年5月29日	購入	*	ミリポア製超純水製造装置 (Milli-Q Element(EQシステム))(0.03)
7	市販標準原液	1000	GLサイエンス	TOC standard	2012年6月18日	購入	2014年1月31日	オルガノ株式会社 ビュアラポウルトラ Analytic型
8	自己調製液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム	2010年2月8日	2010年6月2日	2012年8月1日	ADVANTEC社製 RUF565DA(-)
9	自己調製液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム	2012年4月18日	2012年7月11日	2012年10月10日	超純水装置 (型式:GSR-210アドバンテック東洋社製)(-)
10	自己調製液	1000	関東化学	フタル酸水素カリウム	2011年8月19日	2012年6月20日	2012年8月19日	日本ミリポア社製 超純水装置システムMilli-Q Gradient A-10(0.03)
11	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液	2012年3月7日	購入	2012年12月	アドバンテック東洋㈱ aquarius RFU665DA(0.02)
12	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液	2011年12月9日	購入	2012年9月1日	パーンステッド社製超純水製造装置 型式名 Nanopure Diamond UV(0.05)
13	市販標準原液	1000	関東化学	全有機炭素標準原液	2012年5月9日	購入	2012年10月	超純水(装置により製造)MILLIPORE、型式: Gradient A10, Elix-5, ASM(タンク)(-0.02)
14	市販標準原液	1000	Accu Standard Inc.	全有機炭素(TOC)標準水溶液、 炭素1000µg/mL(硫酸微量含有)	2012年3月8日	購入	2013年7月	Millipore社製 超純水製造装置 Advantage A10®(0.02)
15	自己調製液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム	2012年4月9日	2012年7月10日	2012年9月9日	日本ミリポア社製超純水製造装置 Milli-Q Gradient A10(0.01)
16	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液	2012年5月1日	購入	2013年2月	ヤマト科学社製超純水製造装置 AUTOPURE WR700(0.03)
17	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液	2011年11月17日	購入	2012年9月	日本ミリポア株式会社社製超純水製造装置 型式名 SIMS0000(0.03)
18	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液	2012年4月25日	購入	2013年2月	ミリポア社製超純水製造装置 Gradient-A10(-0.01)
19	自己調製液	1000	*	フタル酸水素カリウム	*	2012年7月10日	2012年9月10日	ヤマト科学㈱製 オートビューWR70(0.02)
20	市販標準原液	1000	WAKO	フタル酸水素カリウム標準液	2011年7月26日	購入	2012年7月	ヤマト科学㈱製超純水製造装置オートビュー WR700による超純水(0.02)
21	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液	2012年6月27日	購入	2013年2月	日本ミリポア株式会社社製超純水装置 型式:Milli-Q A-10(0.06)
22	自己調製液	1000	関東化学	フタル酸水素カリウム	2008年1月15日	2012年6月18日	*	MILLIPORE社製超純水製造装置 型式名MILLI-Q Labo(0.02)
23	自己調製液	1000	関東化学	フタル酸水素カリウム	2009年9月15日	2012年7月6日	2012年9月6日	超純水 オルガノ株式会社社製超純水製造装置 ビーリック-ZII(0)
24	自己調製液	1000	ナカライテスク	フタル酸水素カリウム	2012年3月5日	2012年7月10日	2012年9月9日	アドバンテック社製超純水製造装置 型式名 RFU685DA(0.03)
25	自己調製液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム	2012年3月30日	2012年7月11日	2014年3月29日	ADVANTEC社製超純水製造装置 型式名:RFD342NA(0.09)
26	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液 (Cとして:1mg/L水溶液)	2011年9月13日	購入	2012年7月	関東化学株式会社社製 高速液体クロマトグラフィー用蒸留水(0.01)
27	自己調製液	1000	関東化学	フタル酸水素カリウム	2012年6月6日	2012年7月11日	2012年9月10日	ヤマト科学社製超純水装置 型式名 Auto pure WR600(-0.02)
28	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液	2012年7月10日	2012年7月11日	2013年4月	ヤマト科学(株)製超純水装置 Autopure WD501UV(-)
29	自己調製液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム (容量分析用)	2011年11月7日	2012年7月10日	2012年9月9日	㈱日本ミリポア製 Milli-Q Integral(0.09)
30	自己調製液	1000	ナカライテスク	フタル酸水素カリウム	2010年10月9日	2012年7月24日	2013年1月24日	日本ミリポア製 Milli-Q Academic A10(-)
31	自己調製液	1000	*	フタル酸水素カリウム	*	2012年5月31日	2012年7月31日	ミリポア社製超純水製造装置 Elix10-Gradient A10(-)
32	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液	2012年4月13日	2012年7月9日	2013年2月	超純水ヤマト科学製WG1000(蒸留+イオン交換樹脂)+ミリポア製「Synergy UV」で製造(0.06)
33	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液	2012年5月28日	購入	2013年2月	自社設備RO処理、イオン交換処理後、日本ミリポア ㈱製超純水製造装置(装置型式:MQ Academic A10)(-)
34	自己調製液	1000	ナカライテスク	フタル酸水素カリウム	2008年8月13日	2012年6月2日	2012年8月2日	種類:超純水 製造方法:ヤマト科学株式会社製 Autopure WR-700(0.05)
35	市販標準原液	1000	S C Pサイエンス	TOC Standard	2011年11月18日	購入	2013年5月	超純水、ミリポア社製超純水製造装置 型式名Elix/Milli-Q EDS(0.08)
36	自己調製液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム	2012年3月20日	2012年7月11日	2012年9月10日	ミリポア Milli-Q Advantage A10(0.03)
37	自己調製液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム	2012年6月20日	2012年6月27日	2012年8月27日	ミリポア製超純水製造装置 Elix-UV10/Milli-Q Gradient A10(-)
38	市販標準原液	1000	関東化学	総有機炭素標準原液 水質試験用	2012年7月11日	購入	無し	ミリポア社製超純水製造装置 型式Milli-Q Gradient(-)
39	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液	2012年6月7日	購入	2013年2月	日本ミリポア社製超純水製造装置 型式名A-10(-)
40	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液	2012年7月9日	2012年7月18日	2013年4月1日	アドバンテック社製超純水製造装置 型式名 RFP742HA(0.07)
41	自己調製液	1000	関東化学	フタル酸水素カリウム	2009年9月29日	2012年7月11日	2014年9月28日	日本ミリポア社製超純水製造装置 型式名:WEX10/AutopureWR600G(0.04)
42	市販標準原液	1000	和光純薬工業	フタル酸水素カリウム標準液	2012年5月22日	購入	2013年2月	ミリポア社製超純水製造装置 AdvantageA10(0.03)
43	自己調製液	1000	ナカライテスク	フタル酸水素カリウム	2011年1月11日	2012年7月2日	2012年9月2日	メルクミリポア社製超純水製造装置 Gradient-A10(0.02)

\*:記入無し

## (5) 検量線

### ア 定量方法

2 機関は検量線を使用しない測定装置を用いて定量していた。検量線を使用した 41 機関のうち、配付試料の濃度が検量線濃度範囲を超えていた機関は 2 機関あったが、いずれも検量線範囲内になるよう試料を希釈し定量していた。

### イ 検量線点数

告示法では「全有機炭素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一定量とする。以下装置の補正方法に従い検量線に相当する補正を行う。」と規定されている。検量線を使用した 41 機関のうち検量線点数が 4 点以上の機関が 36 機関、3 点の機関が 5 機関あった。

## (6) 定量下限値

基準値の 1/10 を定量下限値に設定している機関が 31 機関、再現性試験から算出した機関が 12 機関あった。再現性試験から算出した機関における下限値は 0.05~0.2mg/L、その他の方法により算出した機関の下限値は 0.1mg/L であり、全て基準値の 1/10 である 0.3mg/L 以下であった。

## (7) 検査実施標準作業書 (SOP)

平成24年厚生労働省告示第66号に基づき告示法の一部が改正された。TOC測定法について改正の要点は、試料採取から試験開始までの時間の変更、検量線作成時におけるメスフラスコの使用、検量線点数を4点以上とすること及びオートサンプラーを用いて10以上の試験を連続的に実施した場合の措置等である。対応状況を提出されたSOPから確認した。

### ア 試験開始時間

「速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、24時間以内に試験する。」と規定されていたが、今回の改正で「72時間以内試験する。」に変更された。試験開始時間を72時間以内と記載されている機関が36機関（24時間以内は12機関）、別に定めると記載されている機関が2機関、明記されていない機関が5機関あった。

### イ メスフラスコの使用

検量線用標準液の調製にメスフラスコの使用を明記していない機関が4機関あった。

### ウ 検量線点数

検量線点数を2点としている機関が1機関、3点としている機関が3機関あった。検量線点数を明記していない機関が1機関あった。

### エ 連続試験

オートサンプラーを用いて10以上の試験を連続的に実施する場合の措置が明記されていない機関が17機関あった。

#### 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たので、各機関で参考にしていただきたい。

機関 番号	内 容
6	検量線作成に使用するメスフラスコは、使用の直前、超純水により洗浄後、使用する。 標準原液は、室温まで十分戻し、その後使用する
7	サンプリングに使用するバイアル瓶を洗浄して再利用しています。洗浄やすすぎが不十分だと、結果に影響があるので、洗い残しのないように注意しています。
9	試料到着後速やかに分析を実施
10	試料を室温に戻してから測定を開始した。 超純水の水質確認実施（TOC として 0.1mg/L 以下であること）。 検量線標準列作成時は、超純水装置からメスフラスコ等に直接超純水を採取し、コンタミを軽減 作成した検量線標準列を測定する場合、検量線専用のバイアル瓶を使用（試料用とは別とする）。 バイアル瓶（検量線専用、試料用）の保存は、超純水で洗浄を行った後、塩酸を加えた超純水で満水しておく。使用の直前に再度超純水で洗浄し、コンタミの排除を徹底。
13	標準原液の使用期限については製品に表示がないため、関東化学に問い合わせた期限を記入した。
15	有機溶媒の影響のない検査室において、試料の採取、測定を実施
17	サンプルカップに入れた、超純水の値が高くなってくると、（3ヶ月に1回ぐらいの頻度で）サンプルカップを 2mol/L の塩酸で漬け込み洗いを行っている。 同室内に液クロがあり、有機溶媒を使用するため、検査が重ならないようにしている。有機溶媒使用後は部屋の換気を行い、夏期は冷房運転を行い分析を行っている。
19	ブランク及び標準液に使う蒸留水はおなじ日時に製造されたものを使っている。 特に洗びんに入っている水は日数が経つにつれ容器から TOC が溶出するので必ず新しい水に入れ替えるようにしている。
20	以前は市販の精製水を使用しておりましたが、23年度に購入した超純水製造装置（ヤマト科学社製）で製造した超純水の TOC 濃度が低く安定しているため、そちらを精製水として使用するようになりました。 また、検量線を作成する際には、希釈操作による過誤を避け、また TOC 標準液中の TOC 濃度が上昇するのをできるだけ避けるために TOC 標準原液（1000mg/L）を精度保証済みの電子ピペットを用いて直接 100mL のメスフラスコに採り希釈して作っています。



機関 番号	内 容
22	採水時には試料をよく攪拌し、分取する。また、使用するバイアル瓶は超純水でよく洗い汚染がないように努める。
23	検量線範囲が狭いため、検量線外の濃度のサンプルを測定するには希釈操作が必要となる。希釈操作を行った試料 A について、希釈水由来によるブランク補正を行い、検査値を算出した。
27	空気中の有機物とのコンタミに気を付けて分析した
28	通常の測定では 40m l バイアル瓶に試料を採取し、1 検体につき 3 回測定(n=3)をし、平均値を測定値としている。 今回の測定ではバイアル瓶に採取する量が少ない検体があり、n=3 では異常値になってしまうため n=2 として測定値を求めたものがある。
34	測定に使用するバイアルについて、残留物が僅かでもあると測定結果に影響するため、超純水を使用し、十分注意して洗浄、管理しています。 ダム原水といった検体に懸濁物が含まれている場合には、前処理として超音波発生器にて懸濁物を粉碎し、測定中は攪拌子を使用して均一に分散させています
36	検量線最高濃度を 1.5mg/L としているため、検量線範囲内で測定を行うために試料 A については、超純水で 2 倍に希釈したものを測定し、希釈に使用した超純水のブランク値（希釈試料には、ブランク値を 1/2 を含む）を差し引き希釈倍率を乗じたものを報告値と致しました。 測定結果報告書-1 の 試料測定データ 試料 A の欄には、2 倍希釈した測定値を記入してあります。検量線データ 検量線の式 は、 $y=8.7556x+0.1684$ となりますが、試料測定には原点を 0 に移動して測定結果を算出するモードにて分析を行っております。
38	精製水は使用直前に作る
40	測定は室温 5～35℃、湿度 45～85%の範囲内で行い、必要に応じて空調設備を使用すること。 汚染防止のため、排水等の高濃度試料と同時に測定しないこと。高濃度試料の測定後は、機器の洗浄を行ってから測定すること。
41	高濃度試料による装置の汚染を防ぐため、試料の間に超純水を測定するなどして、装置の汚染を低減させるように測定しています。 検量線を作成しないガス透過膜式導電率測定法での測定のため、測定都度、感度確認用の標準液 2mg/L で装置の感度確認を行っています。
42	直前に測定した検体による汚染や純水の汚染でブランクが上がることもあるのでブランク値には注意する。
43	新品のバイアルは十分に純水、超純水で洗浄して使用する。

## 5 精度管理に関する意見

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

機関 番号	意 見	コ メ ン ト
10	試料量をもう少し増やしていただきたい。内部精度管理に利用したい。	試料は外部精度管理用として配付しています。内部精度管理用試料は自機関で用意してください。
10	納期を3週間程度として欲しい。	昨年度も要望が多数ありましたので、今年度は10日間から、15日間に延長しました。必要があれば、再度検討します。
14	空試験という欄がありましたが、blankが定量下限未満であることの確認のためのものでしょうか？ Aの欄、Bの欄に1つずつある理由を教えてください。	空試験の欄は精製水のTOC濃度を確認するために設けました。試料A測定と試料B測定との間に1日以上経過する可能性も考え、2欄設けました。
15	精度管理試料の発送日及び送料についてが要綱に記載されていなかった為、後日連絡があると思っておりましたが、7/11に届きました。 試料到着前に発送日等の情報が把握できれば、試料の受け入れ、分析が円滑に実施できる為、事前連絡または要綱への記載を検討していただければ幸いです。	発送日については、参加の有無について照会する文書に記載してありますが、今後は要領にも記載するよう検討します。送料については、機関の所在地により異なることがあるため記載できません。
27	建築物衛生法で飲料水の受注が増える為、6月～9月の間は精度管理の実施期間から除いてもらいたい	機関の実情に即して、参加の有無を検討してください。

機関 番号	意 見	コ メ ン ト
31	実施要領の 5 の(4)に①～⑩まで、記入についての留意点が記載されていますが、①から⑩までの、順番が報告書の順番になっていないので、確認しにくいと感じました。	指摘事項について検討し、第 2 回目の精度管理からは、留意点の順番を報告書の順番に準拠するよう変更しました。
39	試料の到着を 7 月 11 日の 10～12 時でご指定いただいたようですが、佐川急便の配送ミスにより、到着が 17 時でした。そのため、測定の開始が翌日の 12 日となってしまいました。	配送事業者には依頼及び出荷の際に配送完了時刻の確認をしています。また、配送伝票にて配送完了時刻の確認をしています。
43	書類の提出方法ですが、結果報告書のみエクセルファイルでメールにより提出となっておりますが SOP や分析チャートの提出方法も PDF メールにいただけると手間も省けるので今後、すべての書類の提出方法をメールに統一していただきたいです。	データ整理において必要なため、紙媒体での提出もお願いします。

## 6 まとめ

- (1) 参加申し込みは 46 機関であったが、1 機関が試料配付直前に辞退し、1 機関が報告書を提出しなかったため、44 機関が集計対象となった。Grubbs の棄却検定（危険率 5%）を行なったところ 1 機関の報告値が棄却された。原因は試料 A 及び試料 B の測定値を取り違えて記入したためであった。棄却された機関を除外し、43 機関のデータを解析した。
- (2) 試料 B について、機関番号 40 の機関が評価基準である「Z スコアの絶対値が 3 以上かつ誤差率が±10%」を超えた。原因を調査したところ、検量線用標準試薬の希釈を誤ったとの回答があった。評価基準である「報告値の変動係数が 20%」を超えた機関はなかった。
- (3) 試験担当者の経験年数は 3 年未満の機関が 23 機関、3 年以上の機関が 20 機関あった。経験年数による報告値の差はなかった。
- (4) 試料到着から試験開始までの時間は、43 機関中 38 機関が 72 時間以内であった。
- (5) 標準原液は自己調製が 20 機関、市販品購入が 23 機関であった。保証期限等を超過して使用している機関はなかった。また、精製水の測定値は全機関とも 0.1mg/L 以下であった。

- (6) 試料の前処理として破碎・攪拌を行っていた機関が 8 機関あり、全機関が前処理として酸を使用していた。
- (7) 検量線を使用して測定している機関は 41 機関のうち検量線点数が 3 点未満の機関が 5 機関あった。定量下限値は、全機関において基準値の 1/10 である 0.3mg/L 以下であった。
- (8) 告示法改正に伴う SOP の記載事項を確認したところ、検量線点数を 2 点としている機関が 1 機関、3 点としている機関が 3 機関、点数を明記していない機関が 1 機関あった。検量線用標準液の希釈にメスフラスコの使用を明記していない機関が 4 機関あった。

## 7 資料

表 8 検量線データ

表 9 全有機炭素定量装置

表 10 全有機炭素定量装置（湿式）の測定条件

表 11 全有機炭素定量装置（燃焼式）の測定条件

表 8 検量線データ

機関 番号	検量線数値	検量線点数 (0点を除く)	下限値 (mg/L)	下限値の設定
1	0.3, 1.0, 3.0, 10.0, 50.0	5	0.3	基準値の 1/10
2	0.0, 0.1, 0.5, 1.0, 3.0	4	0.100	再現性試験から算出
3	0.0, 0.2, 1.0, 5.0, 10.0	4	0.05	再現性試験から算出
4	0.0, 0.3, 0.5, 2.5, 5.0	4	0.3	基準値の 1/10
5	0.0, 0.1, 0.3, 1.0, 3.0, 5.0	5	0.1	再現性試験から算出
6	0.0, 0.3, 0.6, 1.0, 3.0 0.0, 0.3, 0.6, 1.0	(試料 A) 4 (試料 B) 3	0.3	基準値の 1/10
7	0.0, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 0.0, 0.3, 0.5, 0.8, 1.0	(試料 A) 4 (試料 B) 4	0.3	基準値の 1/10
8	0.0, 0.3, 0.5, 1.0, 2.5	4	0.3	基準値の 1/10
9	0.0, 0.2, 0.5, 1.0, 5.0	4	0.2	再現性試験から算出
10	0.05, 0.1, 0.3, 1.0, 3.0, 5.0	6	0.3	基準値の 1/10
11	0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5	5	0.1	再現性試験から算出
12	0.0, 0.1, 0.3, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0	6	0.1	再現性試験から算出
13	0.0, 0.3, 0.5, 1.0, 3.0	4	0.3	基準値の 1/10
14	0.0, 0.1, 0.5, 1.0, 5.0	4	0.1	再現性試験から算出
15	0.0, 0.3, 0.5, 1.0, 3.0	4	0.3	基準値の 1/10
16	0.0, 0.3, 0.8, 1.5, 3.0	4	0.3	基準値の 1/10
17	0.0, 0.3, 1.5, 3.0	3	0.3	基準値の 1/10
18	0.0, 0.3, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0	5	0.3	基準値の 1/10
19	0.0, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0	4	0.2	再現性試験から算出
20	0.0, 0.2, 1.0, 5.0	3	0.2	再現性試験から算出
21	0.0, 0.3, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0	5	0.3	基準値の 1/10
22	0.0, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0	4	0.3	基準値の 1/10
23	0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0	5	0.2	基準値の 1/10
24	0.0, 0.3, 1.0, 2.0, 5.0	4	0.3	基準値の 1/10
25	0.0, 0.3, 0.6, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5	6	0.3	基準値の 1/10
26	0.0375, 0.5375, 5.0375	3	0.1	再現性試験から算出
27	0.3, 0.5, 1.0, 2.0	4	0.3	基準値の 1/10
28	0.3, 0.6, 1.0, 3.0	4	0.3	基準値の 1/10
29	0.0, 0.2, 0.5, 1.0, 3.0, 6.0	5	0.2	再現性試験から算出
30	0.0, 0.3, 1.0, 5.0, 10.0	4	0.3	基準値の 1/10
31	0.0, 0.3, 0.6, 2.0, 5.0	4	0.3	基準値の 1/10
32	0.0, 0.3, 0.5, 2.0, 3.0, 5.0	5	0.3	基準値の 1/10
33	0.0, 0.3, 0.5, 1.0, 3.0	4	0.3	基準値の 1/10
34	0.0, 0.3, 3.0, 6.0	3	0.3	基準値の 1/10
35	検量線を使用しない装置	—	0.3	基準値の 1/10
36	0.0, 0.2, 0.5, 1.0, 1.5	4	0.2	再現性試験から算出
37	0.0, 0.1, 0.5, 2.0, 5.0	4	0.3	基準値の 1/10
38	0.0, 0.3, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0	5	0.3	基準値の 1/10
39	0.0, 0.1, 0.5, 1.0, 2.0	4	0.3	基準値の 1/10
40	0.0, 0.3, 3.0, 6.0, 10.0	4	0.3	基準値の 1/10
41	検量線を使用しない装置	—	0.3	基準値の 1/10
42	0.0, 0.2, 0.5, 1.5, 3.0	4	0.2	基準値の 1/10
43	0.0, 0.3, 0.5, 1.0, 3.0	4	0.3	基準値の 1/10

表9 全有機炭素定量装置

機関 番号	メーカー名	型式	購入年月	方式
1	島津製作所	TOC-V	2004年4月	燃焼式
2	島津製作所	TOC-V CPH	2008年3月	燃焼式
3	島津製作所	TOC-V CPH	2002年5月	燃焼式
4	島津製作所	TOC-V SPN	2003年8月	燃焼式
5	島津製作所	TOC-V CSH	2006年2月	燃焼式
6	島津製作所	TOC-V CSH	2005年3月	燃焼式
7	島津製作所	TOC-V CPH	2005年3月	燃焼式
8	島津製作所	TOC-V CPH J	2004年4月	燃焼式
9	島津製作所	TOC-V CPH	2004年7月	燃焼式
10	島津製作所	TOC-V CPH	2006年2月	燃焼式
11	島津製作所	TOC-V CPH	2007年3月	燃焼式
12	島津製作所	TOC-V CPH	2004年3月	燃焼式
13	島津製作所	TOC-V CPH	2004年8月	燃焼式
14	島津製作所	TOC-V CPH	2007年3月	燃焼式
15	島津製作所	TOC-V CPH	2005年1月	燃焼式
16	島津製作所	TOC-V CPH	2010年3月	燃焼式
17	島津製作所	TOC-V CPH	2010年8月	燃焼式
18	島津製作所	TOC-V CPN	2011年4月	燃焼式
19	島津製作所	TOC-V CSN J	2006年4月	燃焼式
20	島津製作所	TOC-V CPH	2005年8月	燃焼式
21	島津製作所	TOC-V CPH	2005年3月	燃焼式
22	島津製作所	TOC-V CPH	2004年4月	燃焼式
23	アナリティックイスト	multi N/C UV HS	2012年2月	湿式
24	島津製作所	TOC-V CPN	2004年1月	燃焼式
25	島津製作所	TOC-V CPH	2005年1月	燃焼式
26	島津製作所	TOC-V CPH	2007年3月	燃焼式
27	島津製作所	TOC-V CSH	2004年4月	燃焼式
28	TELEDYNE TEKMAR	Fusion	2011年6月	湿式
29	島津製作所	TOC-V CPH	2004年7月	燃焼式
30	島津製作所	TOC-V CPH	2005年3月	燃焼式
31	島津製作所	TOC-V CSN	2004年3月	燃焼式
32	島津製作所	TOC-V CPN	2004年9月	燃焼式
33	島津製作所	TOC-Vwp	2002年7月	湿式
34	島津製作所	TOC-V	2008年8月	燃焼式
35	セントラル科学(株)	SIEVERS 900	2006年8月	湿式
36	島津製作所	TOC-V CSN	2004年3月	燃焼式
37	島津製作所	TOC-V CSH	2006年5月	燃焼式
38	島津製作所	TOC-V CSN	2004年7月	燃焼式
39	島津製作所	TOC-V CPH	2007年2月	燃焼式
40	島津製作所	TOC-V CPH	2004年3月	燃焼式
41	GEAI 社 Sievers	Sievers900 ラボ型	2007年9月	湿式
42	島津製作所	TOC-V CPH	2007年2月	燃焼式
43	島津製作所	TOC-V CPH	2007年5月	燃焼式

表 10 全有機炭素定量装置（湿式）の測定条件

機関番号	酸化剤	酸化方法	試料注入量 ( $\mu$ L)
23	ペルオキシ二硫酸ナトリウム	紫外線ランプ	4000
28	9.9%ペルオキシ二硫酸ナトリウム水溶液	UVランプ	6000
33	ペルオキシ二硫酸ナトリウム	UVランプ	3000
35	15%過硫酸アンモニウム溶液	紫外線酸化法	毎分 500
41	15%過硫酸アンモニウム溶液	紫外線酸化	2000

表 11 全有機炭素定量装置（燃焼式）の測定条件

機関番号	使用ガス	グレード又は純度	触媒燃焼温度 ( $^{\circ}$ C)	試料注入量 ( $\mu$ L)
1	超高純度空気	99.9999%	720	50
2	空気	超高純度	680	300
3	純空気	G2	680	150
4	純空気	G1	680	150
5	Air (空気)	高純度ガス	680	500
6	純空気	G1	680	自動調整
7	純空気	G3	680	150
8	窒素	高純度 (99.995%)	680	150
9	窒素ガス	高純度	680	600
10	高純度空気	G2	680	250
11	空気	超高純度	680	150
12	空気	超高純度	680	150
13	純空気 G2	CO<0.5ppm, CO2<0.5ppm	680	150
14	高純度空気	O2 21% $\pm$ 0.5%, CO・CO2・THC<0.1ppm,露点<-80 $^{\circ}$ C	680	150
15	高純度窒素ガス	99.99994%	680	150
16	純空気	G1	680	136
17	純空気	G3	680	150
18	純空気	G1	680	150
19	純空気	G3	680	150
20	空気	超高純度	680	150
21	純空気 G3	純ガス	680	150
22	超高純度空気	O2 21% $\pm$ 0.5%	680	150
24	エア	高純度	680	150
25	純エアー	G1	680	150
26	純空気	G1	680	150
27	窒素	純窒素	680	150
29	超高純度空気	U	680	150
30	空気	高純度	680	150
31	純空気	G1	680	150
32	コンプレッサ空気	二酸化炭素及び有機物を除去	720	100
34	Air	G1	680	200
36	純空気	G3	680	150
37	高純度酸素	99.9999%	680	150
38	空気	超高純度	700	150
39	酸素	高純度	680	100
40	空気 (自己生成)	高純度	680	150
42	純空気	G2	720	150
43	純空気	G2	680	136

# 平成 24 年度 第 1 回水質検査外部精度管理実施要領

## 1 試験項目

有機物（全有機炭素（TOC）の量）

## 2 配付試料

①試料A：約 400 mL（300 mL 用ガラス瓶 1 本 赤ラベル）

②試料B：約 400 mL（300 mL 用ガラス瓶 1 本 青ラベル）

## 3 試料の取扱い

- (1) 試料はガラス瓶に満水状態で送付しているため、開封時にこぼさないよう注意してください。
- (2) 試料到着後、試料の温度を室温まで戻してから、希釈せずに、速やかに試験を実施してください。
- (3) 試料を保存する場合は、冷蔵庫などの冷暗所に保存し、凍結させないよう注意してください。
- (4) 試験終了後、配付試料は各所属の廃棄方法に従い適正に処分してください。

## 4 試験方法

- (1) 日常業務で使用している検査実施標準作業書（SOP）に従って試験してください。
- (2) 配付した試料の一定量を 5 つの容器に分取し、それぞれについて測定を行い、各測定値を測定結果報告書に記入してください。測定は、必ず平行測定（測定時間、測定者、測定機器、測定条件、測定場所を同一にして試験を行うこと）で行ってください。

## 5 測定結果報告書の記入方法及び留意点

- (1) 全ての機関が記入してください。
- (2) 書式・入力順序は変えないでください。
- (3) 数値は半角、年月日の年は西暦で記入してください。
- (4) 測定結果記入報告書-1 及び 2 の項目については以下の要領に従って記入してください。
  - ① 試験経験年数は月以下は切捨て、年数で記入してください。
  - ② 標準原液を自己調製している場合は必ず調製年月日を記入してください。
  - ③ 市販標準原液を購入している場合は、必ず試薬メーカー名、試薬名（製品）名、購入年月日を記入してください。
  - ④ 標準原液の濃度単位は（mg/L）で記入してください。
  - ⑤ 検量線作成用の標準液の濃度単位は（mg/L）で記入してください。  
標準液を作成しなかった場合には「-」を記入してください。
  - ⑥ 精製水の種類及び製造方法は、市販のものを使用した場合は、メーカー名、品名及びグレードを記入してください。  
記入例：〇〇社製 LC/MS 用水 □□社製超純水
  - ⑦ 精製水を装置により製造した場合は、装置のメーカー名及び型式を記入してください。  
記入例：△△社製超純水製造装置 型式名 MNO-123PQR
  - ⑧ 測定値は（mg/L）で表し、統計処理の必要上、有効数字 3 桁（4 桁目を四捨五入）で入力し



てください。

記入例： 0.4567mg/L→0.457mg/L      2.123mg/L→2.12mg/L

- ⑨ 定量下限値の濃度を（mg/L）で記入してください。
- ⑩ 検量線の濃度については、（mg/L）で記入してください。
- ⑪ 標準液数が6以上の場合及び試料A、試料Bで検量線が異なる場合は、検量線データについてのみ別にエクセルで表を作成して提出してください。

## 6 提出書類等

提出書類等の内容	提出方法、提出先
(1) 測定結果報告書のエクセルファイル ※ファイル名は次の例に従って機関名としてください。 (財) ○○検査センター、△△市水道局水道課	○メール (メールアドレス) eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp
(2) 以下の作業書、記録等のコピー ・日常業務で使用している「有機物（全有機炭素（TOC）の量）」の検査実施標準作業書（SOP）及び操作手順のフローシート等 ・本測定に係る作業記録（配付試料を希釈する操作に関する作業記録も含む） ・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提出  (提出先) 〒260-8715 千葉市中央区仁戸名町666-2 千葉県衛生研究所 生活環境研究室 担当 長谷川、菌部
(3) 測定条件、分析チャート、検量線、結果レポート等のコンピュータ出力又はコピー ※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の全ての情報について、時系列的に並べ、第三者が理解できるようにまとめてください。	

## 7 提出期限

平成24年7月25日（水）必着

## 8 評価方法

検査精度が良好でないと判断する基準は、次のとおりとする。

- ① Zスコアの絶対値が3以上かつ誤差率が±10%を超えた場合
- ② 変動係数が20%を超えた場合

## 9 問い合わせ先

千葉県衛生研究所 生活環境研究室（担当：長谷川、菌部）

Tel: 043-266-7983、 Fax: 043-265-5544

## 有機物(全有機炭素(TOC)の量)測定結果報告書-1

注:番号付きの設問は番号を記入してください。数値は半角で記入してください。

試験機関名			
試料到着日時	年 月 日 時 分	試料の保存温度(°C)	
試験開始日	年 月 日	TOC試験担当の経験年数(年)	
試験終了日	年 月 日		

### 測定結果

試料 T O C	試料A (赤ラベル)	試料B (青ラベル)
測定濃度値1 (mg/L)		
測定濃度値2 (mg/L)		
測定濃度値3 (mg/L)		
測定濃度値4 (mg/L)		
測定濃度値5 (mg/L)		

### 試料測定データ

	空試験	測定値1	測定値2	測定値3	測定値4	測定値5
試料A						
試料B						
使用したピークデータ		1.面積値	2.高さ			

### 検量線データ

	標準1	標準2	標準3	標準4	標準5	標準6
TOC濃度 (mg/L)						
機器の測定値						
検量線の式				2		
使用したピークデータ		1.面積値	2.高さ			

### 定量下限値

設定法	1.基準値の1/10 2.再現性試験から算出 3.その他	
[3.その他]のときは方法記入		
定量下限値(mg/L)		

## 有機物(全有機炭素(TOC)の量)測定結果報告書-2

注:番号付きの設問は番号を記入してください。数値は半角で記入してください。

試験機関名	
-------	--

### 使用した標準液と精製水

(1) 標準原液	1.自己調製液 2.市販標準原液 3.その他 (番号を記入)	
	濃度 (mg/L)	
	試薬メーカー名	
	試薬名(製品名)	
	購入年月日	年 月 日
	調製年月日	年 月 日
	保証期限(使用期限)	年 月 日
(2) 標準液	濃度 (mg/L)	
	調製年月日	年 月 日
精製水の種類及び製造方法		

### 前処理方法

試料の破碎・攪拌等	1.有り 2.無し	
破碎・攪拌等の方法	1.ホモジナイザー 2.ミキサー 3.超音波発生器 4.その他	
測定時に添加する酸の種類・濃度		
前処理法の概略(有りと回答した項目の条件・操作及び設問に無い方法等があれば記入してください。)		

### 測定に使用した全有機炭素定量装置

メーカー名			
型 式		購入年月	年 月

### 全有機炭素定量装置の測定条件

方 式	1.湿式 2.燃焼式	
使用ガス		グレード又は純度
試料注入量 (μL)		
湿式の装置	酸化剤	
	酸化剤と併用する酸化方法	
燃焼式の装置	触媒燃焼温度 (℃)	
上記測定条件の補足, 設問に無い条件・方式等がありましたら記入してください。		

## 有機物(全有機炭素(TOC)の量)測定結果報告書-3

試験機関名	
-------	--

試験上の留意点及び問題点(報告書に記載します。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(今後の精度管理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検討解析の上、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く場合があります。その解析結果等はホームページや学会等で公表されますが、機関名等の個別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

硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素

##### (2) 参加機関

42 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 15 機関、地方公共団体の機関 2 機関、登録水質検査機関 25 機関であった。

##### (3) 配付試料

硝酸態窒素が約 0.87mg/L、亜硝酸態窒素が 0.05mg/L 未満の千葉県衛生研究所（以下「当所」という）の水道水に硝酸態窒素の標準液 1.00mg/L を添加し、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素の濃度が約 1.87mg/L になるよう調製したものを試料とした。平成 24 年 10 月 15 日に調製後、分注・梱包し冷蔵室（4℃）に保存した。以下調製試料について示した。

##### ア 標準品及び試薬

「硝酸性窒素標準液」100mg/L

（関東化学社製 Lot No.312U9525 保証期限 2013 年 12 月末）

##### イ 試料調製用水道水

当所の水道水を使用した。なお、この水道水中に妨害物質が含まれていないことを事前に確認している。

##### ウ 試料の調製

10 月 15 日に開栓後 1 時間以上流し続けた後、水道水を 5L メスフラスコに受け、硝酸性窒素標準液（100mg/L）を 50mL 添加し、定容の上、転倒攪拌し、30L ポリタンクに注いだ。この操作を 6 回繰り返し、計 30L の試料を調製した。

##### エ 配付用試料の梱包及び配付方法

容量 250mL ポリエチレン製容器（S ボトル角型）にラベルを貼り、試料を容器の肩口付近まで 72 本分注し、蓋を閉めた後、パラフィルムで巻いた。これをファスナー付きビニール袋（ラミジップ透明タイプ）に入れた後、緩衝材入り封筒（パーズルバッグ）に入れ、冷蔵室（4℃）で保存した。

翌日、配送事業者により 33 機関分の試料の冷蔵配送を依頼した。9 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経時変化

容器間の均一性を調べるために、配付試料調製日（10 月 15 日）に調製した試料から無作為に 5 本を抜き取り、「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 13「イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法」に基づいて測定した結果を表 1 に示し

た。硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素の平均値は 1.86mg/L であり、変動係数は 0.00%であった。

表 1 容器間の均一性

	容器別測定値 (mg/L)					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
硝酸態窒素及び 亜硝酸態窒素	1.86	1.86	1.86	1.86	1.86	1.86	0.00	0.00
硝酸態窒素	1.86	1.86	1.86	1.86	1.86	1.86	0.00	0.00
亜硝酸態窒素	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	—	—	—

次に配付試料保存期間中の経時変化を確認するために、配付試料を実施要領に基づいて保存し、無作為に 20 本抜き取り、配付試料調製後 3 日目、7 日目、10 日目及び 14 日目に各日 5 本ずつ測定した結果を表 2 に示した。なお、0 日目の測定値は表 1 の値を用いた。硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素の平均値は 1.86mg/L であり、変動係数は 0.38%であった。

表 2 配付試料保存期間中の経時変化

	保存期間別測定値 (mg/L)					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
	0 日目	3 日目	7 日目	10 日目	14 日目			
硝酸態窒素及び 亜硝酸態窒素	1.86	1.86	1.85	1.86	1.87	1.86	0.00707	0.38
硝酸態窒素	1.86	1.86	1.85	1.86	1.87	1.86	0.00707	0.38
亜硝酸態窒素	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	—	—	—

注) 測定値は 5 本測定の平均値

(参考) 当所における測定条件等

試料を孔径 0.2 μm のフィルター (ADVANTEC DISMIC-13CP) でろ過後、以下の条件で測定を行った。

- ・測定装置：島津製作所製 LC10ADSP、DGU-12A、HIC-10ASP、SIL-10ADVP、SCL-10ASP、CDD-10ASP、SPD-20AV
- ・溶離液：3.6mmol/L 炭酸ナトリウム水溶液
- ・流速：0.8mL/min
- ・カラム：Shim-pack IC-SA3(G)/SA3
- ・オープン温度：45℃
- ・検出器：紫外外部吸収検出器 (測定波長 210nm)

(4) 実施期間

試料発送年月日：平成 24 年 10 月 16 日 (火)

書類の提出期限：平成 24 年 10 月 31 日 (水)

(5) 実施方法

参加機関は「平成 24 年度第 2 回水質検査外部精度管理実施要領」に基づき各機関の検査実施標準作業書（以下「SOP」という）により試験し、その報告値については統計処理のため有効数字 3 桁とした。測定結果報告書及び関係書類を当所に提出することとした。

(6) 評価基準

参加機関の平均値を用いて Grubbs の棄却検定を行い、棄却された機関を除き Z スコアを求めた。以下の判定基準ア、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判定した。

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 変動係数が 10% を超えた場合

2 実施結果及び評価

(1) 報告データ数及び試験方法

参加機関数は 42 であったためデータ数は 42 となった。試験方法は、全参加機関において告示法別表第 13 「イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法」に基づいて実施されていた。

(2) 実施結果

全参加機関 42 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。機関の平均値の昇順（小→大）で No.1 から 42 までの昇順番号を付け、以降、当該昇順番号を機関番号としてデータ集計した。参加機関における配付試料の報告値を表 3 に示した。

表3 参加機関における配付試料<sup>1)</sup>の報告値

機関 番号 <sup>2)</sup>	5回測定の結果					平均値 (mg/L)	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)	Zスコア <sup>3)</sup>	誤差率 <sup>4)</sup> (%)
	1	2	3	4	5					
1	1.73	1.75	1.75	1.75	1.74	1.744	0.009	0.5	-3.5	-6.2
2	1.77	1.76	1.77	1.77	1.77	1.768	0.004	0.3	-2.8	-4.9
3	1.78	1.78	1.79	1.77	1.79	1.782	0.008	0.5	-2.3	-4.2
4	1.81	1.77	1.81	1.81	1.78	1.796	0.019	1.1	-1.9	-3.4
5	1.80	1.80	1.80	1.80	1.80	1.800	0.000	0.0	-1.8	-3.2
6	1.80	1.80	1.80	1.80	1.81	1.802	0.004	0.2	-1.7	-3.1
7	1.81	1.85	1.83	1.80	1.75	1.808	0.038	2.1	-1.6	-2.8
8	1.83	1.82	1.82	1.82	1.82	1.822	0.004	0.2	-1.1	-2.0
9	1.82	1.83	1.83	1.83	1.83	1.828	0.004	0.2	-1.0	-1.7
10	1.78	1.86	1.85	1.87	1.80	1.832	0.040	2.2	-0.8	-1.5
11	1.84	1.79	1.86	1.80	1.88	1.834	0.038	2.1	-0.8	-1.4
12	1.85	1.83	1.84	1.84	1.85	1.842	0.008	0.5	-0.5	-1.0
13	1.85	1.85	1.84	1.84	1.85	1.846	0.005	0.3	-0.4	-0.8
14	1.85	1.85	1.85	1.85	1.86	1.852	0.004	0.2	-0.2	-0.4
15	1.87	1.86	1.84	1.87	1.84	1.856	0.015	0.8	-0.1	-0.2
16	1.86	1.86	1.86	1.86	1.85	1.858	0.004	0.2	-0.1	-0.1
17	1.86	1.85	1.86	1.86	1.86	1.858	0.004	0.2	-0.1	-0.1
18	1.86	1.85	1.86	1.86	1.86	1.858	0.004	0.2	-0.1	-0.1
19	1.86	1.86	1.86	1.86	1.86	1.860	0.000	0.0	0.0	0.0
20	1.86	1.86	1.86	1.86	1.86	1.860	0.000	0.0	0.0	0.0
21	1.87	1.86	1.86	1.86	1.85	1.860	0.007	0.4	0.0	0.0
22	1.86	1.86	1.86	1.86	1.86	1.860	0.000	0.0	0.0	0.0
23	1.84	1.86	1.86	1.87	1.87	1.860	0.012	0.7	0.0	0.0
24	1.87	1.85	1.86	1.86	1.87	1.862	0.008	0.4	0.1	0.1
25	1.86	1.85	1.86	1.87	1.87	1.862	0.008	0.4	0.1	0.1
26	1.87	1.89	1.86	1.86	1.85	1.866	0.015	0.8	0.2	0.3
27	1.87	1.87	1.86	1.86	1.87	1.866	0.005	0.3	0.2	0.3
28	1.87	1.86	1.86	1.87	1.87	1.866	0.005	0.3	0.2	0.3
29	1.87	1.87	1.87	1.87	1.87	1.870	0.000	0.0	0.3	0.5
30	1.87	1.87	1.88	1.88	1.88	1.876	0.005	0.3	0.5	0.9
31	1.88	1.89	1.87	1.91	1.84	1.878	0.026	1.4	0.5	1.0
32	1.89	1.88	1.88	1.88	1.88	1.882	0.004	0.2	0.7	1.2
33	1.87	1.88	1.89	1.88	1.89	1.882	0.008	0.4	0.7	1.2
34	1.89	1.87	1.88	1.89	1.89	1.884	0.009	0.5	0.7	1.3
35	1.89	1.89	1.89	1.89	1.88	1.888	0.004	0.2	0.8	1.5
36	1.92	1.88	1.87	1.88	1.90	1.890	0.020	1.1	0.9	1.6
37	1.88	1.89	1.89	1.90	1.89	1.890	0.007	0.4	0.9	1.6
38	1.91	1.91	1.91	1.91	1.91	1.910	0.000	0.0	1.5	2.7
39	1.90	1.91	1.92	1.91	1.93	1.914	0.011	0.6	1.6	2.9
40	1.91	1.91	1.92	1.92	1.92	1.916	0.005	0.3	1.7	3.0
41	1.92	1.92	1.92	1.92	1.92	1.920	0.000	0.0	1.8	3.2
42	1.93	1.94	1.94	1.94	1.94	1.938	0.004	0.2	2.3	4.2

注1) 配付試料は、当所の水道水（硝酸態窒素約0.87mg/L、亜硝酸態窒素0.05mg/L未満）に、硝酸態窒素の標準液1.00mg/Lを添加して、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素の濃度が約1.87mg/Lになるよう調製したものである。

注2) 機関番号は、測定値の平均値を小から大に並び替えたデータ集計用の番号である。

注3) Zスコアは中央値から計算した。

注4) 誤差率は中央値からの誤差で計算した。



(3) 基本統計量及びヒストグラム

基本統計量を表 4、各機関平均値のヒストグラムを図 1 に示した。

表 4 基本統計量

データ数	42
最大値	1.938
第 3 四分位	1.881
中央値	1.860
第 1 四分位	1.836
最小値	1.744
標準偏差	0.041
平均値	1.856

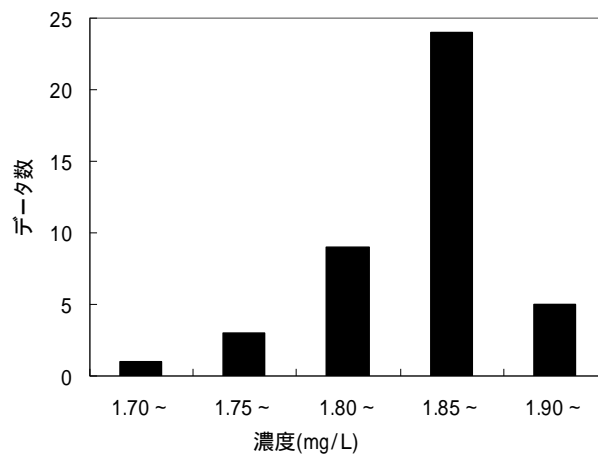


図 1 各機関平均値のヒストグラム

(4) 評価

ア Z スコアの絶対値が 3 以上かつ誤差率が±10%を超えた機関

該当する機関はなかった。

イ 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判定される機関はなかった。

### 3 データ集計及び解析

#### (1) 試験担当者の経験年数

試験担当者の経験年数別各群の基本統計量を表 5 に示した。

3 年未満群と 3 年以上群で F 検定を行ったところ、有意水準 5% で分散の差は認められなかった。このことから、分散が等しいと考えられる場合の平均値の差の検定 (Student の t 検定) を行ったところ、有意水準 5% で有意差は認められなかった。

5 年未満群と 5 年以上群で F 検定を行ったところ、有意水準 5% で分散の差が認められた。このことから、分散が等しくないと考えられる場合の平均値の差の検定 (Welch の t 検定) を行ったところ、有意水準 5% で有意差が認められた。

表 5 経験年数別の基本統計量

経験年数	機関数	平均値 (mg/L)	分散	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
1 年未満	4	1.86	0.0000837	0.00915	0.49
1 年以上 3 年未満	22	1.85	0.00207	0.0455	2.46
3 年以上 5 年未満	5	1.85	0.00298	0.0546	2.95
5 年以上 10 年未満	6	1.88	0.000842	0.0290	1.54
10 年以上	5	1.87	0.000307	0.0175	0.94

#### (2) 試験開始時間及び試料の保存状況

告示法では、試料の保存について「速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、24 時間以内に試験する」と規定されている。

本精度管理では、参加機関によって試料の到着時刻が異なるため、試料の到着時刻を基準として試験開始までに要した時間を算出し、集計したところ、試料到着後 24 時間以内に試験を開始した機関は 39 機関あり、このうち 32 機関が試料到着当日、7 機関が翌日に試験を開始していた。24 時間を超えた機関は 3 機関あり、機関番号 36 は 2 日後、機関番号 6、23 は 6 日後に開始していた。

なお、機関番号 15 は、試料到着日時、試験開始日及び試験終了日を 11 月 17 日と報告していたが、提出されたクロマトグラムから誤記載であると推測されたため、10 月 17 日と判断して集計を行った。

試料の保存温度については、試料到着日に試験を開始していなかった 10 機関はいずれも 3~10℃ で保存していた。

#### (3) 試料の前処理

##### ア 試薬の添加

硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素と一斉分析を行っている項目の組み合わせを表 6 に示した。

全参加機関で陰イオンの一斉分析を行っていたが、このうち硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素と同時に塩素酸を分析している機関が 20 機関あった。この場合、告示法では前処理とし

てエチレンジアミンを添加するよう規定されているが、添加した機関は1機関のみであった。

エチレンジアミンを添加しなかった19機関のSOPを確認したところ、10機関は、塩素酸又は亜塩素酸を測定する場合に添加するよう記載されていた。1機関は「塩素酸及び亜塩素酸を測定しない場合はエチレンジアミンを加えなくてよい」と記載されていた。5機関は、試料にエチレンジアミンを添加するようSOPに記載されていたが、今回は測定項目が硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素であったため、エチレンジアミンの添加を省略したと思われる。2機関は、提出されたSOPには、エチレンジアミンの添加に関する記載が認められなかった。1機関は、塩素酸の分析を行っていると報告していたが、提出されたSOPの分析項目には塩素酸が含まれていなかった。

表6 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素と一斉分析を行っている項目の組み合わせ

項 目							機関数
塩素酸	亜塩素酸	塩化物イオン	フッ素	臭化物イオン	硫酸イオン	リン酸イオン	
○	○	○	○	○	○	○	3
○	○	○	○		○		1
○		○	○	○	○	○	4
○		○	○				5
○		○	○	○			2
○		○	○		○		2
○		○		○			1
○		○					1
○			○				1
		○	○	○	○		2
		○	○	○	○	○	1
		○	○		○	○	1
		○	○		○		2
		○	○				10
		○					3
		○			○		1
				○			1
					○		1

#### イ 試料のろ過

告示法では、前処理として「検水をメンブランフィルターろ過装置でろ過」するよう規定されているが、ろ過を行っていなかった機関が11機関あった。このうち、2機関は「必要に応じてメンブランフィルターろ過装置でろ過」、「性状が無色透明で浮遊物がない場合はろ過操作を省略する」とSOPに記載されていた。2機関では、試料懸濁物がないものと判断してろ過操作を省略した旨が、今回の作業記録等に記載されていた。

また、告示法では、メンブランフィルター装置として「孔径約0.2 $\mu$ mのメンブランフィルターを備えたもの」と規定されているが、孔径0.45 $\mu$ mのフィルターを使用していた機関が9機関あった。

#### (4) 検量線

##### ア 定量方法

配付試料の硝酸態窒素濃度が検量線濃度範囲を超えていた機関は5機関あったが、いずれも検量線濃度範囲に入るよう試料を希釈してから定量していた。

##### イ 検量線の点数及び濃度範囲

検量線の作成について告示法では、検量線の点数は4点以上とし、それぞれの濃度は硝酸態窒素で0.02～2mg/L、亜硝酸態窒素で0.01～1mg/Lを超えてはならないと規定されている。硝酸態窒素については、告示法の濃度範囲を超えた検量線を使用していた機関が11機関あった。機関番号2は、濃度範囲に含まれていたのは4点のうち2点であり、Zスコアの絶対値が2.8であった。亜硝酸態窒素については、告示法の濃度範囲を超えた検量線を使用していた機関が14機関あった。このうち6機関は、水質管理目標設定項目として亜硝酸態窒素を測定する場合（0.005～0.5mg/L）の濃度を用いていた。

また、機関番号42は、硝酸態窒素の検量線が告示法の濃度範囲に含まれていたのは4点のうち1点のみであったことに加えて、硝酸態窒素の濃度に亜硝酸態窒素の定量下限値（0.05mg/L）を足して算出していたため、報告値が全参加機関の中で最大となったものと思われた。

##### ウ 定量下限値

硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素の定量下限値について、それぞれ検量線の濃度範囲に比べて低い値を設定していた機関が硝酸態窒素では11機関、亜硝酸態窒素では6機関あった。

機関番号2は、硝酸態窒素の検量線濃度範囲が1～4mg/L、亜硝酸態窒素が0.1～1mg/Lであったのに対して、定量下限値はともに0.05mg/Lと設定していた。

機関番号42は、硝酸態窒素の検量線濃度範囲が1.25～10mg/Lであったのに対して、定量下限値は0.05mg/Lと設定していた。

##### エ 使用した標準品

市販の標準品を使用していた機関は41機関あった。このうち、硝酸態窒素については、単品を使用していた機関が30機関、混合品を使用していた機関が11機関あった。亜硝酸態窒素については、単品を使用していた機関が31機関、混合品を使用していた機関が10機関あった。

保証期限を過ぎた標準品を使用していた機関が2機関あり、このうち1機関は試験日の1年以上前に保証期限を過ぎた標準品を使用していた。

##### オ 使用した器具

検量線の作成について、告示法では「陰イオン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100mlとする」と規定されているが、100mL以外のメスフラスコを使用していた機関が13機関、メスフラスコを使用していなかった機関が1機関あった。

## (5) 検出器

### ア 検出器の種類

告示法では検出器として「電気伝導度検出器又は紫外外部吸収検出器」と規定されている。

電気伝導度検出器のみを使用していた機関は 28 機関、紫外外部吸収検出器のみを使用していた機関は 8 機関あった。併用していた機関は 6 機関あり、このうち 5 機関は紫外外部吸収検出器の測定値を報告していた。その理由として「紫外外部吸収検出器の方が電気伝導度検出器より感度が高い」、「亜硝酸態窒素におけるピークの分離が良好」という意見が挙げられていた。1 機関は、「塩化物イオンのピークが亜硝酸態窒素と重なった場合に UV 検出器を使用するが、今回は重ならなかったため電気伝導度検出器を使用した」という理由で電気伝導度検出器の測定値を報告していた。

検出器別の基本統計量を表 7、検出器別の平均値のヒストグラムを図 2 に示した。

電気伝導度検出器群と紫外外部吸収検出器群で F 検定を行ったところ、有意水準 5% で分散の差が認められた。このことから、分散が等しくないと考えられる場合の平均値の差の検定 (Welch の t 検定) を行ったところ、有意水準 5% で有意差が認められた。

表 7 検出器別の基本統計量

検出器	機関数	平均値 (mg/L)	分散	標準偏差 (mg/L)	変動係数 (%)
電気伝導度検出器	29	1.85	0.00193	0.0440	2.38
紫外外部吸収検出器	13	1.87	0.000710	0.0267	1.42

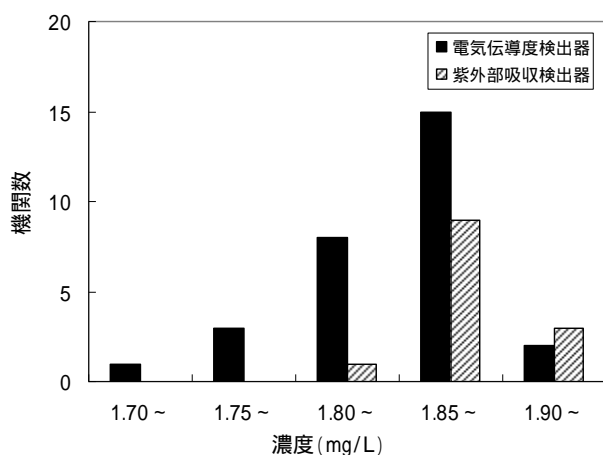


図 2 検出器別の平均値のヒストグラム

### イ 測定波長

紫外外部吸収検出器を使用していた機関は 14 機関あり、このうち 13 機関が測定波長を 210nm に設定し、1 機関が 215nm に設定していた。

(6) 検査実施標準作業書 (SOP)

平成 24 年厚生労働省告示第 66 号で告示法の一部が改正されたことに伴い、空試験の実施及び連続運転する場合の措置について新たに規定された。対応状況を提出された SOP から確認した。

ア 空試験

空試験の実施について明記されていない機関が 11 機関あった。

イ 連続運転する場合の措置

オートサンプラーを用いて 10 以上の試験を連続的に実施した場合の措置について明記されていない機関が 11 機関あった。なお、機関番号 36 は、措置について明記されていたが「概ね試料 20 本おきに」確認するよう記載されていた。

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たので、各機関で参考にしていただきたい。

機関番号	内 容
1	分離カラムは各イオンが十分分離されていることを確認したものを使用した。
7	試料を開封したままにしない。 試料採取時はよく混和してから採取する。 試料は冷暗所にて保管する。 標準原液は温度管理している冷蔵庫にて保管する。
9	標準列作成時は、手袋をつけコンタミを軽減。 標準列作成に使用しているメスフラスコやホールピペットは標準列作成用として いる。 希釈や標準作成時の精製水については、当日作成したもの意外使用しない。
10	使用器具の共洗いをする 溶離原液は調製後冷暗所に保存し、1 か月を過ぎたものは使用しない 溶離液、検量線作成のための標準液は使用の都度作成する
12	100ml 全量フラスコに 100 mg/L の亜硝酸態窒素と硝酸態窒素を各 1mL、2mL ホールピペットを用いて採取し、超純水を加え、各濃度を 1.0 mg/L、2.0 mg/L にする（標準 4）。この調整した混合標準液を標準 1～標準 3 に示す濃度になるように、それぞれ段階的に 5、10、20mL のホールピペットで 50mL 全量フラスコに採り、超純水を加えて 50mL としたものを検量線作成に使用する。作成した混合標準液は共洗いを行ったバイアルに約 1mL 採り、オートサンプラーにセットして分析を行う。各イオン保持時間のピーク面積もしくは高さとの関係から検量線、直線回帰式、相関係数を求め、相関係数が、 $r=0.997$ に満たない場合は、 $r=0.997$ 以上になるまで、標準試料を測定しなおす。もしくは、新たに標準試料を作成する。

機関 番号	内 容
17	イオンクロマト分析に使用する超純水は、毎日分析を開始する前に新しいものを使用している。 ゴム手袋を着用して分析を行っている。
18	汚染がないように注意して分析を行った。
21	メスフラスコは、超純水を使用し十分共洗いした後、使用した。 試験にあたっては、一定検体ごとにコントロール試料を用い、分析精度の確認を実施している。
23	公定法通りの検量線範囲とし、検量線測定前及び試料測定前にブランクを測定し、環境汚染の状態をモニターしている。公定法にあるように、概ね 10 試料毎に検量線の最大濃度の半分の濃度を測定し、±10%以内であることを確認して測定しています。検量線は、1 次式として算出していますが、本装置は 2 次式の方が妥当なのかなとは思っています。厚生労働省の水道検査方法においては、検量線範囲が厳密に定められていて、範囲が狭すぎるのがやりにくいと考えています。もう少し、フuzzyな感じで対応できるようなマニュアルに改定して頂けることを願っています。
25	機器の立ち上げから測定開始までの時間を十分に置き、ベースラインが安定したことをきちんと確認する。
32	塩素酸を増加させないために加えるエチレンジアミン溶液は、浄水（塩素を加えた水）で、酸化された臭化物イオンを還元する作用見られる（亜硝酸態窒素のピークが出ることもある）ため、塩素酸の同時分析はスタンダードのみで、試料の分析は別で行っている。
39	当方では基準項目である硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素の測定は行っておりますが、管理目標設定項目の亜硝酸態窒素（暫定目標値 0.05mg/L）の測定は行っておりません。そのため、亜硝酸態窒素の定量下限値は、暫定目標値の 10 分の 1 である 0.005mg/L ではなく、再現性試験から算出した 0.01mg/L に設定しております。

## 5 精度管理に関する意見

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

機関 番号	意 見	コ メ ン ト
1	送付された精度管理試料の容器に内蓋がついておらず、中の試料が注ぎ口からこぼれやすかった。	中蓋がないため開封時に注意するよう実施要領に記載して事前に注意喚起を行うとともに、配付試料を送付する際にも同様の内容を記した送付状を送るなど対応をしました。

機関 番号	意 見	コメント
9	納期を3週間程度として欲しい。 厚生労働省が実施していたランク付け評価をしていただけると自社のレベルがわかりやすい。	報告書の提出期限延長の要望が多数あったことから、今年度は10日間から15日間に延長しました。必要があれば、再度検討します。 また、本県の精度管理は、水質検査精度の向上を図ることを目的としているため、ランク付けは行っていません。
23	各担当者が参加できるように、分析項目の偏りがないようにして頂けると有り難いです。	実施項目については、水質基準値の変更や告示法の改正があった項目など社会的に必要性が高い項目、厚生労働省が実施する精度管理と重複しない項目、多くの機関が参加できる項目を選定し、総合的に判断して決めています。
38	配付試料の容器についてですが、試料瓶に中蓋が無く、開封時に試料がこぼれる旨の注意書きがありましたが、蓋をしっかりと閉めた状態にもかかわらず、転倒攪拌中にも試料がこぼれだしてきました。今回使用された容器は試料配付用としては適切でないと思います。	配付試料の容器については、事前に配送業者による輸送及び転倒混和の操作を行い、容器からの液漏れ等異常がないことを確認した上で選定しました。
40	今回は水道水をサンプルとして提供されたようですが、てっきり調整された試料だと思い、未ろ過で分析にあたってしまいました。水道水とはいえ濁質分を含む試料を提供する際は予め教えていただけますと機械に負担がかからず助かります。	精度管理は、日常業務における検査の精度を調査するものです。 実施要領に記載しているとおり日常業務で使用している SOP に従って試験してください。
41	試料発送に、ゆうパックを選択したのですが、当日午前中に届かなかった為問い合わせたところ、手違いで水戸の集積所を経由してしまい遅れてしまったようです。正午前に確認の電話をしたため、13:40に試料を受け取ることが出来ました。連絡が遅ければ夕方になった可能性があり、改善が必要と考えます。	配送業者には、依頼の際及び出荷の際に翌日午前中に必着する旨を確認しています。さらに、配送伝票による配送完了時刻についても確認しています。



## 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併せて 42 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±10%を超えた機関」及び「変動係数が 10%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) 全参加機関が告示法別表第 13「イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法」に基づいて試験を行っていた。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をしたところ、3 年未満と 3 年以上で比較した場合は有意差が認められなかったが、5 年未満と 5 年以上で比較した場合は有意差が認められた。
- (3) 全参加機関は陰イオンの一斉分析を行っており、このうち 20 機関が硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素と同時に塩素酸の分析を行っていた。この場合、告示法では前処理としてエチレンジアミンを添加するよう規定されているが、添加した機関は 1 機関のみであった。  
また、告示法では、検水を孔径約 0.2  $\mu\text{m}$  のメンブランフィルターでろ過するよう規定されているが、ろ過を行っていなかった機関が 11 機関、孔径の異なるメンブランフィルター (0.45  $\mu\text{m}$ ) を使用していた機関が 9 機関あった。
- (4) 告示法では、検量線の濃度は硝酸態窒素で 0.02~2mg/L、亜硝酸態窒素で 0.01~1mg/L を超えてはならないと規定されているが、硝酸態窒素については、告示法の濃度範囲を超えた検量線を使用していた機関が 11 機関、亜硝酸態窒素については 14 機関あった。
- (5) 告示法では、検出器として電気伝導度検出器又は紫外部吸収検出器の使用が規定されている。電気伝導度検出器の測定値を報告した機関が 29 機関、紫外部吸収検出器の測定値を報告した機関が 13 機関あった。検出器の違いにより報告値に差があるのか統計学的に解析したところ、有意差が認められた。
- (6) 平成 24 年厚生労働省告示第 66 号で告示法の一部が改正されたことに伴い、空試験の実施及び連続運転する場合の措置について新たに規定された。提出された SOP を確認したところ、空試験の実施について明記されていない機関が 11 機関、連続運転する場合の措置について明記されていない機関が 11 機関あった。

## 7 資料

表 8 試料の保存及び前処理

表 9 検量線濃度及び定量下限値

表 10 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素の標準品並びに精製水

表 11 機器及び測定条件

表 8 試料の保存及び前処理

機関 番号	試料到着日時	試験開始日	試験終了日	保存温度 (°C)	試薬の添加 有無	試料のろ過			
						有無	フィルター		
							メーカー名	型式	孔径 (µm)
1	2012年10月18日12時00分	10月19日	10月19日	5	無	無	—	—	—
2	2012年10月17日9時45分	10月17日	10月20日	4	無	有	Millipore	Millex・LG	0.2
3	2012年10月17日11時45分	10月18日	10月18日	5	無	有	ADVANTEC	DISMIC-25HP	0.2
4	2012年10月17日11時00分	10月17日	10月17日	7	無	有	GLサイエンス	25AI	0.2
5	2012年10月17日10時00分	10月17日	10月17日	7.0	無	有	GLサイエンス	13A	0.2
6	2012年10月17日14時30分	10月23日	10月23日	10	無	無	—	—	—
7	2012年10月17日11時30分	10月18日	10月22日	4	無	有	ADVANTEC	25CS020AN	0.2
8	2012年10月17日11時00分	10月17日	10月18日	7	無	有	ADVANTEC	25AS020AN	0.2
9	2012年10月17日10時43分	10月17日	10月17日	4~5	無	有	日本ダイオネクス	ポリバイアルフィルタ付 5.0mL	記入なし
10	2012年10月17日10時00分	10月17日	10月17日	5	無	無	—	—	—
11	2012年10月17日(時刻記入なし)	10月18日	10月23日	4	無	無	—	—	—
12	2012年10月17日11時00分	10月17日	10月17日	6	無	無	—	—	—
13	2012年10月17日10時30分	10月17日	10月17日	7	無	有	biotech	Minisart RC15	0.2
14	2012年10月16日11時40分	10月16日	10月17日	4	無	有	倉敷紡績	13AI	0.45
15	2012年11月17日12時00分	11月17日	11月17日	5	無	有	トムシク	titan2	0.2
16	2012年10月17日11時05分	10月17日	10月18日	4	有 エチレンジアミン 0.05mg/L	有	東ソー	W-25-5	0.45
17	2012年10月17日10時00分	10月17日	10月17日	6	無	有	ADVANTEC	DISMIC-25CS	0.45
18	2012年10月17日10時0分	10月17日	10月17日	3	無	無	—	—	—
19	2012年10月16日11時30分	10月16日	10月16日	記入なし	無	有	倉敷紡績	クロマトディスク 25AI	0.2
20	2012年10月16日10時00分	10月16日	10月16日	25	無	有	GLサイエンス	クロマトディスク 25AI	0.45
21	2012年10月16日11時00分	10月16日	10月16日	記入なし	無	有	メトロームジャパン	6.2714.010	0.2
22	2012年10月16日13時00分	10月16日	10月16日	4	無	有	ADVANTEC	DISMIC-13HP	0.45
23	2012年10月17日10時	10月23日	10月23日	3	無	無	—	—	—
24	2012年10月16日10時20分	10月16日	10月17日	記入なし	無	無	—	—	—
25	2012年10月17日9時00分	10月17日	10月17日	4.2	無	有	Millipore	Millex-HV	0.45
26	2012年10月17日10時17分	10月17日	10月18日	6	無	有	倉敷紡績	13AI	0.45
27	2012年10月17日10時00分	10月18日	10月20日	3	無	有	ADVANTEC	DISMIC-25AS	0.2

機関 番号	試料到着日時	試験開始日	試験終了日	保存温度 (°C)	試薬の添加 有無	試料のろ過			
						有無	フィルター		
							メーカー名	型式	孔径 (µm)
28	2012年10月17日9時53分	10月17日	10月17日	4	無	無	—	—	—
29	2012年10月17日10時30分	10月17日	10月18日	7	無	有	ADVANTEC	DISMIC-13CP	0.2
30	2012年10月17日10時40分	10月17日	10月17日	記入なし	無	有	GLサイエンス	クロマトディスク 25AI	0.2
31	2012年10月17日9時50分	10月17日	10月17日	5	無	有	ADVANTEC	25AS020AN	0.2
32	2012年10月17日10時15分	10月17日	10月18日	記入なし	無	有	Millipore	Millex-LG	0.2
33	2012年10月17日10時17分	10月18日	10月18日	6	無	有	Whatman	PURADISC 25 AS	0.2
34	2012年10月17日10時25分	10月18日	10月18日	5	無	有	ADVANTEC	DISMIC-25CS	0.2
35	2012年10月16日12時00分	10月16日	10月17日	5	無	有	GLサイエンス	25A	0.2
36	2012年10月17日11時30分	10月19日	10月20日	4	無	無	—	—	—
37	2012年10月17日13時30分	10月17日	10月17日	6	無	有	Whatman	Puradisc 13mm PTFE	0.2
38	2012年10月17日11時30分	10月17日	10月18日	記入なし	無	有	GLサイエンス	クロマトディスク 25AI	0.2
39	2012年10月16日10時00分	10月16日	10月16日	9	無	有	ADVANTEC	DISMIC-13HP045CN	0.45
40	2012年10月16日10時30分	10月16日	10月17日	4	無	有	GLサイエンス	GLクロマトディスク イオンクロマト系 未滅菌 0.45µm 25AI	0.45
41	2012年10月17日13時40分	10月17日	10月17日	25	無	有	ADVANTEC	DISMIC-25AS	0.2
42	2012年10月17日11時10分	10月17日	10月18日	4	無	無	—	—	—

表9 検量線濃度及び定量下限値

機関 番号	検量線濃度 (mg/L)		定量下限値 (mg/L)			
	硝酸態窒素	亜硝酸態窒素	設定法	硝酸態窒素及び 亜硝酸態窒素	硝酸態 窒素	亜硝酸 態窒素
1	0.02, 0.04, 0.2, 0.4, 1, 2	0.01, 0.02, 0.1, 0.2, 0.5, 1	再現性試験から算出	0.02	0.02	0.01
2	1, 2, 3, 4	0.1, 0.2, 0.5, 1	基準値の 1/10	0.05	0.05	0.05
3	0.02, 0.05, 0.10, 0.20, 0.50, 1.00, 2.00	0.01, 0.025, 0.05, 0.10, 0.25, 0.50, 1.00	再現性試験から算出	0.02	0.02	0.01
4	0.020, 0.040, 0.100, 0.200	0.010, 0.020, 0.050, 0.100	基準値の 1/10	0.02	0.02	0.01
5	0.02, 0.1, 0.2, 0.4, 2	0.01, 0.05, 0.1, 0.2, 1	再現性試験から算出	0.03	0.02	0.01
6	0.16, 0.48, 0.8, 1.6	0.1, 0.3, 0.5, 1	再現性試験から算出	0.3	0.16	0.1
7	0, 0.4, 1, 2, 4, 10	0, 0.3, 0.75, 1.5, 3	再現性試験から算出	0.1	0.1	0.1
8	0.0200, 0.0800, 0.400, 0.800, 1.40	0.0100, 0.0400, 0.200, 0.400, 0.700	再現性試験から算出	0.03	0.03	0.02
9	0.01, 0.02, 0.04, 0.1, 0.2, 0.4, 1, 2	0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5	厚生労働省告示第261号 別表13に準拠	0.02	0.01	0.005
10	0.04, 0.1, 0.4, 1, 2	0.02, 0.05, 0.2, 0.5, 1	再現性試験から算出	0.06	0.04	0.02
11	0.00, 0.05, 0.20, 1.00, 2.00, 4.00	0, 0.05, 0.1, 0.5, 1, 2	基準値の 1/10	0.1	0.05	0.05
12	0.2, 0.4, 0.8, 2	0.1, 0.2, 0.4, 1	再現性試験から算出	0.02	0.02	0.02
13	0.02, 0.04, 0.08, 0.1, 0.2, 0.5, 1, 2	0.01, 0.02, 0.04, 0.05, 0.1, 0.25, 0.5, 1	基準値の 1/10	0.01	0.02	0.01
14	0.02, 0.1, 0.2, 0.4, 1, 2	0.005, 0.01, 0.02, 0.05	再現性試験から算出	0.02	0.02	0.005
15	0.10, 0.25, 0.50, 1.00	0.015, 0.05, 0.10, 0.25	再現性試験から算出	0.1	0.015	0.015
16	0, 0.02, 0.1, 0.2, 1, 2	0, 0.01, 0.05, 0.1, 0.5, 1	再現性試験から算出	0.02	0.02	0.01
17	0.050, 0.100, 0.500, 1.000, 5.000, 10.000	0.050, 0.100, 0.500, 1.000, 5.000, 10.000	再現性試験から算出	0.1	0.1	0.02
18	0.02, 0.2, 1, 2	0.01, 0.1, 0.5, 1	基準値の 1/10	0.03	0.02	0.01
19	0.02, 0.04, 0.1, 0.5, 1, 2	0.005, 0.01, 0.025, 0.125, 0.25, 0.5	再現性試験から算出	0.015	0.01	0.005
20	0.5, 1, 2, 3, 5	0.5, 1, 2, 3, 5	再現性試験から算出	0.01	0.005	0.01
21	0.02, 0.06, 0.1, 0.2, 0.6, 2	0.01, 0.03, 0.05, 0.1, 0.3, 1	基準値の 1/10	1	0.02	0.01
22	0.02, 0.2, 1, 2, 4, 8	0.01, 0.1, 0.5, 1, 2, 4	平成15年7月22日付厚生労働省告示第261号に準拠し、再現性確認済み	0.02	0.02	0.01
23	0, 0.02, 0.2, 0.5, 1, 2	0, 0.01, 0.1, 0.25, 0.5, 1	再現性試験から算出	0.1	0.1	0.1
24	0.02, 0.40, 0.80, 2.00	0.02, 0.10, 0.20, 0.50	S/N 比から算出	0.02	0.02	0.02
25	0, 0.02, 0.1, 0.2, 1, 2	0, 0.01, 0.05, 0.1, 0.5, 1	検量線の最小濃度相当を定量下限値とした。	0.03	0.02	0.01
26	0.08, 0.4, 1.6, 4, 8	0.05, 0.25, 1, 2.5, 5	基準値の 1/10	0.04	0.02	0.02
27	0.199, 0.499, 0.997, 1.496, 1.994	0.10, 0.25, 0.50, 0.75, 1.00	再現性試験から算出	0.1	0.1	0.1
28	0.02, 0.1, 0.5, 1.0, 2.0	0.01, 0.02, 0.1, 0.5, 1.0	再現性試験から算出	0.02	0.02	0.01

機関 番号	検量線濃度 (mg/L)		定量下限値 (mg/L)			
	硝酸態窒素	亜硝酸態窒素	設定法	硝酸態窒素及び 亜硝酸態窒素	硝酸態 窒素	亜硝酸 態窒素
29	0.017, 0.085, 0.169, 0.339, 0.847, 1.694, 2.541, 3.388	0.005, 0.025, 0.050, 0.100, 0.250, 0.500, 0.750, 1.000	基準値の 1/10	0.02	0.02	0.005
30	0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1, 2	0.005, 0.01, 0.02, 0.05, -, 0.2	再現性試験から算出	0.05	0.05	0.01
31	0.05, 0.2, 0.6, 1.2, 2.0	0.05, 0.1, 0.3, 0.6, 1	再現性試験から算出	0.1	0.05	0.05
32	0.2, 0.5, 1, 2	0.01, 0.02, 0.04, 0.1	公定法に示された濃度範囲内で、ルーティンで測定する試料の濃度を勘案し設定した	0.2	0.2	0.01
33	0.2259, 0.4518, 1.355, 2.259	0.01829, 0.03659, 0.1098, 0.1829	基準値の 1/10	0.02	0.02	0.02
34	0.02, 0.04, 0.2, 0.5, 1, 2	0.01, 0.02, 0.1, 0.25, 0.5, 1	水質試験公定法の定量下限値	0.02	0.02	0.01
35	0.02, 0.1, 0.5, 2	0.005, 0.02, 0.1, 0.2	再現性試験から算出	0.02	0.02	0.005
36	0.02, 0.04, 0.1, 0.2, 0.4, 1	0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5	再現性試験から算出	0.05	0.02	0.01
37	0, 0.1, 0.5, 1, 2	0, 0.05, 0.25, 0.5, 1	再現性試験から算出	0.1	0.05	0.05
38	0.02, 0.5, 1, 2	0.005, 0.01, 0.02, 0.04	再現性試験から算出	0.02	0.02	0.005
39	0.02, 0.1, 0.2, 1, 2	0.01, 0.05, 0.1, 0.5, 1	再現性試験から算出	0.02	0.02	0.01
40	0.5, 1.25, 2.5, 5	0.02, 0.05, 0.1, 0.2	検量線のもっとも低い濃度を定量下限値としている	0.52	0.5	0.02
41	0.1, 0.2, 0.4, 1, 2	0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1	基準値の 1/10 を基本とし、その再現性、S/N 比を加味して設定	0.15	0.1	0.05
42	1.25, 2.5, 5, 10	0.05, 0.1, 0.25, 0.5, 1.25	再現性試験から算出	0.1	0.05	0.05

表 10 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素の標準品並びに精製水

機関 番号	硝酸態窒素			亜硝酸態窒素			精製水
	メーカー名	試薬名	保証期限	メーカー名	試薬名	保証期限	
1	和光純薬工業	陰イオン混合標準液Ⅱ	2014年 6月30日	和光純薬工業	陰イオン混合標準液Ⅱ	2014年 6月30日	日本ミリポア株式会社製, Milli-Q Gradient A-10
2	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液	2013年 11月30日	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液	2014年 4月30日	オルガノ社製超純水製造装置 型式名 ビュアラボウルトラ Analtic 型
3	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液 (イオンクロマトグラフ用)	2013年 6月30日	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液 (イオンクロマトグラフ用)	2013年 4月30日	日本ボール製 超純水製造装置 ( cascada BIO )
4	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ	2013年 1月17日	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ	2013年 1月17日	日本ミリポア社製超純水製造装置 型式名 Milli-Q Advantage A10
5	関東化学	硝酸ナトリウム	2013年 10月17日	関東化学	亜硝酸ナトリウム	2013年 10月17日	日本ミリポア社製超純水装置 型式名: WEX10/Autopure WR600G
6	関東化学	硝酸性窒素標準液	2013年 12月末日	関東化学	亜硝酸性窒素標準液	2013年 12月末日	ミリポワ社製超純水製造装置 Milli-Q A10
7	関東化学	硝酸イオン標準液	2013年 12月末日	関東化学	亜硝酸イオン標準液	2013年 2月末日	ミリポア社製超純水製造装置 型式名: Advantage A10
8	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液 [NO <sub>3</sub> -(Nとして): 1000ppm]	2013年 11月30日	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液 [NO <sub>2</sub> -(Nとして): 1000ppm]	2013年 4月30日	アドバンテック東洋樹製 超純水装置 型式: RFU665DA
9	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ	2013年 2月28日	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ	2013年 2月28日	日本ミリポア社製超純水装置システム Milli-Q Gradient A-10
10	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液	2013年 11月	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液	2014年 4月	ヤマト科学製 超純水製造装置 型式名: WD 501 UV
11	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ	2013年 2月末日	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ	2013年 2月末日	日本ミリポアリミテッド(株) Elix-UV5 RO膜
12	関東化学	硝酸性窒素標準液	2013年 12月	関東化学	亜硝酸性窒素標準液	2013年 4月	Milli-Q AdvantageA10
13	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液	2013年 11月末日	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液	2013年 9月末日	MILLIPORE 社製超純水製造装置 型式名 MQ Gradient
14	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液	2013年 11月	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液	2013年 9月	日本ミリポア(株)製超純水製造装置 型式名: Milli-Q SP TOC
15	関東化学	硝酸性窒素標準液	2013年 12月31日	関東化学	亜硝酸性窒素標準液	2013年 4月30日	A3, MILLIPORE 社製超純水製造装置 ZMQS700TI
16	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液 [NO <sub>3</sub> -(Nとして)]	2013年 11月	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液 [NO <sub>2</sub> -(Nとして)]	2013年 9月	超純水 ヤマト科学製WG1000(蒸留+イオン 交換樹脂)+ミリポア社製「Synergy UV」で 製造
17	和光純薬工業	陰イオン混合標準液Ⅰ	2013年 7月22日	和光純薬工業	陰イオン混合標準液Ⅰ	2013年 7月22日	アドバンテック東洋製 超純水製造装置 型式: GSR-210
18	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ	2013年 6月30日	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ	2013年 6月30日	超純水 MILLIPORE 社製 型式名 WR600A
19	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液	2013年 11月1日	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液	2014年 4月1日	ヤマト科学株式会社製WR X5 による超純水

機関 番号	硝酸態窒素			亜硝酸態窒素			精製水
	メーカー名	試薬名	保証期限	メーカー名	試薬名	保証期限	
20	和光純薬工業	イオンクロマトグラフ用 硝酸性窒素標準液	2013年 3月	和光純薬工業	イオンクロマトグラフ用 亜硝酸性窒素標準液	2013年 3月	㈱東洋製作所 RFU665DA
21	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ	記入なし	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ	記入なし	メルク株式会社メルクミリポア事業本部製 超純水製造装置 型式 Milli-Q Element
22	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ イオンクロマトグラフィー用	2013年 2月28日	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ イオンクロマトグラフィー用	2013年 2月28日	純水 純水製造装置(日本ミリポア社製 Elix Advantage5 型式:ZR XV005T0)
23	和光純薬工業	陰イオン混合標準液Ⅱ (上水試験用)	2014年 6月	和光純薬工業	陰イオン混合標準液Ⅱ (上水試験用)	2014年 6月	ミリポア社製超純水製造装置 型式名 Elix-3/Milli-Q
24	関東化学	硝酸性窒素標準液	2013年 2月末日	関東化学	亜硝酸性窒素標準液	2013年 4月末日	MILLIPORE 社製超純水製造装置 型式名 GradientA10,Elix-5
25	関東化学	硝酸性窒素標準液	2013年 12月31日	関東化学	亜硝酸性窒素標準液	2013年 4月30日	ミリポア社製超純水製造装置 (型式名: Gradient-A-10)
26	和光純薬工業	硝酸イオン標準液	2012年 8月	和光純薬工業	亜硝酸イオン標準液	2012年 8月	ミリポア製超純水製造装置 Elix-UV10/Milli-Q Gradient A10
27	関東化学	硝酸性窒素標準液	2013年 4月31日	関東化学	亜硝酸性窒素標準液	2013年 4月31日	ADVANTEC aquarius RFD 342NA で作製 した蒸留水
28	関東化学	硝酸性窒素標準液	2013年 12月末日	関東化学	亜硝酸性窒素標準液	2013年 4月末日	ORGANO 社製超純水製造装置 PURIC-ZII
29	和光純薬工業	硝酸イオン標準液	2014年 2月	和光純薬工業	亜硝酸イオン標準液	2012年 11月	ADVANTEC 社製超純水製造装置 型式名: RFU665DA
30	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ (特注品)	2013年 7月1日	関東化学	亜硝酸性窒素標準原液	2013年 4月30日	メルク(株)製超純水製造装置 型式名 Milli-Q Integral 10
31	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液	2013年 1月	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液	2013年 4月	日本ミリポア株式会社製 Direct-Q で精製した超純水
32	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液	2013年 11月	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液	2014年 4月	ヤマト科学社製超純水製造装置 Autopure WR600G
33	関東化学	硝酸イオン標準液	2011年 11月30日	関東化学	亜硝酸イオン標準液	2011年 8月31日	超純水 一次水ヤマト科学㈱WG1000 で処 理後→ヤマト科学㈱WR700 で作成
34	関東化学	硝酸性窒素標準液	2013年 12月31日	関東化学	亜硝酸性窒素標準液	2013年 4月30日	(株)日本ミリポア製 Milli-Q Integral
35	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液	2013年 1月	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液	2013年 4月	Millipore 社製 超純水製造装置 Advantage A10®
36	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液(1000mg/l)	2014年 4月1日	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液(1000mg/l)	2014年 4月1日	超純水 ミリポア Milli-Q Gradient-A10
37	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液	2013年 11月	和光純薬工業	亜硝酸窒素標準液	2014年 4月	メルク株式会社ミリポア事業部製超純水製 造装置 型式名 Milli-Q Advantage A10
38	関東化学	硝酸性窒素標準原液	2013年 12月31日	関東化学	亜硝酸性窒素標準原液	2013年 4月30日	ミリポア社製超純水製造装置 型式名 Elix/Milli-Q EDS
39	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液	2013年 1月	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液	2014年 4月	ヤマト科学㈱製超純水製造装置オートビュ ア WR700 による超純水

機関 番号	硝酸態窒素			亜硝酸態窒素			精製水
	メーカー名	試薬名	保証期限	メーカー名	試薬名	保証期限	
40	和光純薬工業	硝酸性窒素標準液	2013年 11月1日	和光純薬工業	亜硝酸性窒素標準液	2013年 8月1日	アドバンテックのGS-200により作られた蒸留水をミリポアのMILLI-Q SP. TOC.を用いて作られた精製水
41	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ	2013年 6月末日	関東化学	陰イオン混合標準液Ⅱ	2013年 6月末日	MERCK MILLIPORE 社製超純水装置 Academic A-10
42	関東化学	硝酸性窒素標準液	2013年 12月末日	関東化学	亜硝酸性窒素標準液	2013年 4月末日	純水製造装置 メルクミリポア社 Elix5UV



表 11 機器及び測定条件

機関 番号	機器					カラム				溶離液	
	メーカー	型式	購入年月	サブレッ サー	検出器 <sup>注)</sup>	メーカー	カラム品名 (ガードカラム / 分離カラム)	分離カラム 使用開始年月	オープン 温度(°C)	溶離液	流速 (mL/min)
1	東ソー	IC-2001	2008年5月	有	CD	東ソー	TSKguardcolumn Super IC-AZ / TSKgel Super IC-AZ	2012年10月	40	1.7mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 6.3mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	0.8
2	日本ダイ オネクス	ICS-2000	2004年6月	有	CD	日本ダイ オネクス	IonPac AG18 / AS18	2012年8月	35	ECG III KOH (12→45mmol/L KOH)	1
3	東ソー	IC-2010	2011年1月	有	CD	東ソー	TSKguardcolumn Super IC-A HS / TSKgel Super IC-Anion HS	2012年10月	40	0.8mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 7.5mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	1.5
4	日本ダイ オネクス	DX-320	2003年6月	有	CD / UVD	日本ダイ オネクス	IonPac AG18 / AS18	2012年7月	30	23~35mmol/L KOH	1.0
5	日本ダイ オネクス	ICS-1500	2006年3月	有	CD	日本ダイ オネクス	IonPac AG12 / AS12A	2012年4月	30	2.7mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 0.3mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	1.5
6	島津 製作所	HIC-20A	2007年1月	有	CD	島津 製作所	Shim-pack IC-SA3(G) / SA3	2011年9月	45	3.6mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.8
7	島津 製作所	LC-10A	2004年1月	無	CD	島津 製作所	Shim-pack IC-GA1 / A1	2012年4月	40	トリス (ヒドロキシ) ア ミノメタン、フタル酸、 2-プロパノール	1.2
8	島津 製作所	SCL-10Asp	2004年11月	有	CD	島津 製作所	IC-SA3(G) / SA3	2011年8月	45	3.6mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.8
9	日本ダイ オネクス	ICS-2000	2003年11月	有	UVD	日本ダイ オネクス	IonPac AG18 / AS18	2012年8月	40	18~50mmol/L KOH	1
10	東亜 DKK	ICA-2000	2003年11月	有	CD	東亜 DKK	PCI-205G / 206	2011年10月	37	0.001mol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 0.01mol/L NaHCO <sub>3</sub>	1
11	日本ダイ オネクス	ICS-1500	2004年5月	有	CD	日本ダイ オネクス	IonPac AG14A / AS14A	2012年7月	35	2.7mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 0.3mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	1.5
12	東亜 DKK	ICA-2000	2009年11月	有	CD	東亜 DKK	PCI-205G / 230	2012年7月	37	32mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 1.0mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	1.0
13	東ソー	IC-2010	2011年3月	有	CD	東ソー	TSKguardcolumn SuperIC-A HS / TSKgel SuperIC-Anion HS	2012年5月	40	3.0mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 3.8mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	1.5
14	島津 製作所	HIC-SP デュアル	2008年3月	有	UVD	島津 製作所	Shim-pack IC-SA3(G) / SA3	2012年1月	45	3.6mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.8
15	日本ダイ オネクス	ICS-1000①	2003年1月	有	CD	昭和電工	Shodex-si-90G / 90 4E	2011年11月	記入 なし	1.8mol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 1.7mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	1
16	島津 製作所	LC-20AD sp	2009年3月	有	UVD	島津 製作所	Shim-pack IC-SA-3(G) / SA3	2012年10月	45	3.6mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.8
17	東ソー	IC-2001	2002年9月	有	CD	東ソー	Super IC-AZ / Super IC-AZ	2011年7月	40	3.2mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 1.9mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	0.8
18	日本ダイ オネクス	ICS-1500	2004年8月	有	CD	日本ダイ オネクス	IonPac AG9-HC / AS9-HC	2012年3月	35	9.0mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	1.3
19	メトローム ジャパン	コンパクト I C 861 型	2009年3月	有	UVD	昭光通商	Shodex IC SI-92G / SI-52 4E	2012年3月	45	3.6mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.8

注) CD : 電気伝導度検出器 UVD : 紫外外部吸収検出器

機関 番号	機器					カラム				溶離液	
	メーカー	型式	購入年月	サブレッサー	検出器 <sup>注)</sup>	メーカー	カラム品名 (ガードカラム / 分離カラム)	分離カラム 使用開始年月	オープン 温度(℃)	溶離液	流速 (mL/min)
20	島津 製作所	HIC-20A SUPER	2008年3月	有	UVD	島津 製作所	Shim-pack IC-SA3(G) / SA3	2011年8月	45	3.6mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.8
21	メトローム ジャパン	Compact IC 761	2004年7月	有	CD	メトローム ジャパン	Metrosep A Supp 4/5 S-Guard / A Supp 7-250	2012年7月	45	3.6mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.8
22	島津 製作所	LC-20ADSP CDD-10ASP SIL-10Ai CBM-20A SPD-20A CTO-20ACSP	2010年7月	有	CD / UVD	島津 製作所	Shim-pack IC- SA3(G) / SA3	2010年7月	45	3.6mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.8
23	日本ダイ オネクス	DX-320	2003年6月	有	CD	日本ダイ オネクス	IonPac AG9-HC / AS9-HC	2010年10月	35	9mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	1
24	日本ダイ オネクス	DX-320	2001年3月	有	CD	日本ダイ オネクス	IonPac AG22 / AS22	2009年10月	35	0.0045mol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 0.001mol/L NaHCO <sub>3</sub>	1
25	日本ダイ オネクス	DX-120	2001年4月	有	CD / UVD	日本ダイ オネクス	IonPac AG23 / AS23	2009年12月	付属 せず	4.5mmol Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 0.8mmol NaHCO <sub>3</sub>	1.01
26	島津 製作所	LC-10A	1995年7月	無	CD	島津 製作所	IC-GA1 / A1	1998年1月	40	2.5mmol/L フタル酸、 2.4mmol/L トリス(ヒドロキ シルメチル)アミノメタン (Ph4.0)	1.2
27	東亜 DKK	ICA-2000	2005年4月	有	CD	東亜 DKK	PCI-205G / 206	2012年6月	42	1.8mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> と 1.7mmol/L NaHCO <sub>3</sub> を 等量混合	1
28	日本ダイ オネクス	ICS-1100	2012年3月	有	CD	Thermo SCIENTIFIC	IonPac AG14A / AS14A	2012年3月	30	8.0mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 1.0mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	1.0
29	島津 製作所	LC10AD-SP HIC-10Asuper SIL-10AF DGU-12A SCL-10ASP SPD-20A CLASS-VP	2003年2月	有	CD / UVD	島津 製作所	Shim-pack IC-SA3(G) / SA3	2010年6月	45	3.6mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.8
30	日本ダイ オネクス	ICS-2000	2005年3月	有	CD	日本ダイ オネクス	IonPac AG-20 / AS-20	2008年6月	35	EGCIII KOH	1
31	東亜 DKK	ICA-2000	2008年2月	有	CD	東亜 DKK	PCI-205G / 206	2011年10月	40	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 0.105g 及び NaHCO <sub>3</sub> 0.84g/1L	1
32	島津 製作所	HIC-20A Super	2008年2月	有	CD / UVD	東亜 DKK	PCI-205G / 240	2012年9月	45	2mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 8mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	0.8
33	島津 製作所	LC-10AD (送液 ポンプ) 他	2000年9月	有	CD	昭和電工	SI-90G / 90 4E	2011年3月	40	0.6mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 12mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	1

注) CD : 電気伝導度検出器 UVD : 紫外外部吸収検出器

機関 番号	機器					カラム				溶離液	
	メーカー	型式	購入年月	サブレッサー	検出器 <sup>注)</sup>	メーカー	カラム品名 (ガードカラム / 分離カラム)	分離カラム 使用開始年月	オープン 温度(℃)	溶離液	流速 (mL/min)
34	日本ダイ オネクス	ICS-1500	2006年8月	有	CD	日本ダイ オネクス	IonPac AG9-HC / AS9-HC	2012年10月	35	9.0mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	1
35	島津 製作所	HIC-Super	2007年1月	有	UVD	島津 製作所	Shim-pack IC-SA3(G) / SA3	2012年9月	45	3.2mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.8
36	島津 製作所	LC-10AD	2000年7月	有	CD	日本ダイ オネクス	IonPac AG23 / AS23	2010年9月	40	4.5mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 0.8mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	1
37	日本ダイ オネクス	DX-120	2002年7月	有	CD	日本ダイ オネクス	IonPac AG22 / AS22	2012年5月	35	4.5mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 1.4mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	1.2
38	島津 製作所	LC-20AD sp	2008年7月	有	UVD	島津 製作所	Shim-pack IC-SA2(G) / SA2	2011年11月	30	0.6mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 12.0mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	1
39	島津 製作所	LC-20AD sp	2010年3月	有	UVD	島津 製作所	Shim-pack IC-SA3(G) / SA3	2011年10月	45	3.6mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.8
40	島津 製作所	HIC-20A super	2006年2月	有	CD / UVD	島津 製作所	Shim-pack IC-SA3(G) / SA3	2012年8月	45	0.036mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.8
41	日本ダイ オネクス	DX-320	2001年1月	有	CD	日本ダイ オネクス	IonPac AG20 / AS20	2011年9月	35	EGCⅢ KOH	1
42	日本ダイ オネクス	ICS-1500	2009年6月	有	CD	日本ダイ オネクス	IonPac AG4A-SC / AS4A-SC	2012年6月	35	1.8mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 1.7mmol/L NaHCO <sub>3</sub>	1.5

注) CD : 電気伝導度検出器 UVD : 紫外外部吸収検出器

# 平成 24 年度 第 2 回水質検査外部精度管理実施要領

## 1 試験項目

硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素

## 2 配付試料

約 250 mL (250 mL 用ポリエチレン瓶 1 本 黄ラベル)

## 3 試料の取り扱い

- (1) ポリエチレン瓶には中蓋がありません。開封時に試料がこぼれることがありますので注意してください。
- (2) 試料は温度を室温まで戻してから、希釈せずに、速やかに試験を実施してください。
- (3) 試料を保存する場合は、冷蔵庫などの冷暗所に保存し、凍結させないように注意してください。
- (4) 試験終了後の試料は、各所属の廃棄方法に従って適正に処分してください。

## 4 試験方法

- (1) 日常業務で使用している検査実施標準作業書 (SOP) に従って試験してください。なお、対象項目 (硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素) と、フッ素、塩化物イオン等の一斉分析を行っている場合は、一斉分析で試験してください。
- (2) 配付した試料の一定量を 5 つの容器に分取し、それぞれについて測定を行い、各測定値を測定結果報告書に記入してください。測定は、必ず平行測定 (測定時間、測定者、測定機器、測定条件、測定場所を同一にして試験を行うこと) で行ってください。

## 5 測定結果報告書の記入方法及び留意点

- (1) 全ての機関が記入してください。
- (2) 書式・入力順序は変えないでください。
- (3) 数値は半角、年月日の年は西暦で記入してください。
- (4) 測定結果報告書-1~4の項目については、以下の要領に従って記入してください。
  - ① 試験担当の経験年数は、月以下を切り捨て、年数で記入してください。
  - ② 測定値の濃度単位は mg/L で表し、統計処理の都合上、有効数字 3 桁 (4 桁目を四捨五入) で記入してください。  
記入例 : 0.4567mg/L→0.457mg/L      2.123mg/L→2.12mg/L
  - ③ 検量線の濃度単位は mg/L で記入してください。
  - ④ 標準液数が 7 以上の場合、検量線データについてのみ、エクセルで別の表を作成して提出してください。
  - ⑤ 定量下限値の濃度単位は mg/L で記入してください。
  - ⑥ 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素と一斉分析を行っている項目がある場合は、その項目を記入してください。
  - ⑦ 標準原液の濃度単位は mg/L で記入してください。
  - ⑧ 市販標準原液を購入している場合は購入年月日、標準原液を自己調製している場合は調製年月

日を記入してください。

⑨ 市販標準原液の混合品を使用している場合は、硝酸態窒素と亜硝酸態窒素の試薬名等と同じ内容を記入してください。

⑩ 検量線作成用の中間標準液の濃度単位は mg/L で記入してください。

中間標準液を作成しなかった場合には「-」を記入してください。

⑪ 精製水の種類及び製造方法は、市販のものを使用した場合は、メーカー名、品名及びグレードを記入してください。

記入例：〇〇社製 LC/MS 用水      □□社製超純水

⑫ 精製水を装置により製造した場合は、装置のメーカー名及び型式を記入してください。

記入例：△△社製超純水製造装置    型式名 MN0-123PQR

## 6 提出書類等

提出書類等の内容	提出方法、提出先
(1) 測定結果報告書のエクセルファイル ※ファイル名は次の例に従って機関名としてください。 (財) 〇〇検査センター、△△市水道局水道課	ファイルをメールで送付 (メールアドレス) eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp
(2) 以下の作業書、記録等のコピー ・日常業務で使用している「硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素」の検査実施標準作業書 (SOP) 及び操作手順のフローシート等 ・本測定に係る作業記録 (定量のために希釈が必要となった場合には、希釈に関する作業記録も含む) ・測定結果の計算過程を記載したメモ等	全て A 4 サイズに形式を揃えて書類で提出 (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、結果レポート等のコンピュータ出力又はコピー ※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の全ての情報について、時系列的に並べ、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：菌部、長谷川

## 7 提出期限

平成24年10月31日 (水) 必着

## 8 評価方法

検査精度が良好でないと判断する基準は、次のとおりとする。

- ① Zスコアの絶対値が3以上かつ誤差率が±10%を超えた場合
- ② 変動係数が10%を超えた場合

## 9 問い合わせ先

千葉県衛生研究所 生活環境研究室 (担当：菌部、長谷川)

Tel: 043-266-7983、 Fax: 043-265-5544

# 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素 測定結果報告書-1

注:番号付きの設問は番号を記入してください。数値は半角で記入してください。

試験機関名							
試料到着日時	年	月	日	時	分	試料の保存温度(°C)	
試験開始日	年	月	日	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素 試験担当の経験年数(年)			
試験終了日	年	月	日				

## 測定結果

	測定濃度1 (mg/L)	測定濃度2 (mg/L)	測定濃度3 (mg/L)	測定濃度4 (mg/L)	測定濃度5 (mg/L)
硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素					

## 試料測定データ

### 硝酸態窒素

	空試験	測定値1	測定値2	測定値3	測定値4	測定値5
ピーク高さ又は面積値						
濃度(mg/L)						

### 亜硝酸態窒素

	空試験	測定値1	測定値2	測定値3	測定値4	測定値5
ピーク高さ又は面積値						
濃度(mg/L)						

## 検量線データ

### 硝酸態窒素

	標準1	標準2	標準3	標準4	標準5	標準6
濃度(mg/L)						
ピーク高さ又は面積値						
検量線の式				2		
使用したピークデータ	1.高さ 2.面積					

### 亜硝酸態窒素

	標準1	標準2	標準3	標準4	標準5	標準6
濃度(mg/L)						
ピーク高さ又は面積値						
検量線の式				2		
使用したピークデータ	1.高さ 2.面積					

## 定量下限値

設定法	1.基準値の1/10 2.再現性試験から算出 3.S/N比から算出 4.その他				
	[4.その他]のときは方法記入				
定量下限値(mg/L)	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素				
	硝酸態窒素				
	亜硝酸態窒素				

## 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素 測定結果報告書-2

注:番号付きの設問は番号を記入してください。数値は半角で記入してください。

試験機関名	
-------	--

### 試験方法

1. 陰イオンクロマトグラフ法 2.その他(試験方法名記入)		
一斉分析	1.有 2.無	
	1.フッ素 2.塩化物イオン 3.塩素酸 4.その他(複数回答可)	
	[4.その他]のときは、具体的な項目名記入	

### 使用した標準液及び精製水

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			
硝酸態窒素	硝酸態窒素濃度 (mg/L)			
	試薬メーカー名			
	試薬名(製品名)			
	購入年月日	年 月 日	調製年月日	年 月 日
	保証期限(使用期限)	年 月 日		
亜硝酸態窒素	亜硝酸態窒素濃度 (mg/L)			
	試薬メーカー名			
	試薬名(製品名)			
	購入年月日	年 月 日	調製年月日	年 月 日
	保証期限(使用期限)	年 月 日		
中間標準液	硝酸態窒素濃度 (mg/L)		調製年月日	年 月 日
	亜硝酸態窒素濃度 (mg/L)		調製年月日	年 月 日
精製水の種類及び製造方法				

# 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素 測定結果報告書-3

注: 番号付きの設問は番号を記入してください。数値は半角で記入してください。

試験機関名	
-------	--

## 前処理及び測定法等

前処理	試薬の添加	1.有 2.無			
		試薬・濃度			
	試料のろ過	1.有 2.無			
		フィルター	メーカー名		
型 式					
孔 径(μm)					
イオンクロマトグラフの方式	1. サプレッサー型 2. ノンサプレッサー型				
検出器	1.電気伝導度検出器 2.紫外外部吸収検出器 3.その他 (複数回答可)				
	[2.紫外外部吸収検出器]のときは波長(nm) 記入				
	[3.その他]のときは検出器名 記入				
	複数回答のときは、測定結果の報告に使用した検出器名とその理由を記入				
使用機器	メーカー名		購入年月	年 月	
	型 式				
ガードカラム	1.有 2.無				
	メーカー名		使用開始年月	年 月	
	型 式				
分離カラム	メーカー名		使用開始年月	年 月	
	型 式				
	内 径(mm)		長 さ(cm)		
	オープン温度(℃)				
溶離液	名 称				
	組 成				
	流速(mL/min)				
上記前処理及び測定法等の補足, 設問に無い条件等がありましたら記入してください。					



## 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素 測定結果報告書-4

試験機関名	
-------	--

試験上の留意点及び問題点(報告書に記載します。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(今後の精度管理の参考にします。)

--

今回提出していただいた精度管理結果は検討解析の上、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く場合があります。その解析結果等はホームページや学会等で公表されますが、機関名等の個別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13

（平17厚労告125・平24厚労告66・一部改正）

イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法

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

#### 1 試薬

##### （1）精製水

測定対象成分を含まないもの

##### （2）溶離液

測定対象成分が分離できるもの

##### （3）除去液

サプレッサを動作させることができるもの

##### （4）硝酸態窒素標準原液

硝酸ナトリウム 6.068g を精製水に溶かして 1L としたもの

この溶液 1ml は、硝酸態窒素 1mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

##### （5）亜硝酸態窒素標準原液

亜硝酸ナトリウム 4.926g を精製水に溶かして 1L としたもの

この溶液 1ml は、亜硝酸態窒素 1mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

##### （6）フッ素標準原液

フッ化ナトリウム 2.210g を精製水に溶かして 1L としたもの

この溶液 1ml は、フッ素 1mg を含む。

この溶液は、ポリエチレン瓶に入れて冷暗所に保存する。

##### （7）塩化物イオン標準原液

塩化ナトリウム 1.649g を精製水に溶かして 1L としたもの

この溶液 1ml は、塩化物イオン 1mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

##### （8）陰イオン混合標準液

硝酸態窒素標準原液 2ml、亜硝酸態窒素標準原液 1ml、フッ素標準原液 5ml 及び塩化物イオン標準原液 20ml をメスフラスコに採り、精製水を加えて 1L としたもの

この溶液 1ml は、硝酸態窒素 0.002mg、亜硝酸態窒素 0.001mg、フッ素 0.005mg 及び塩化物イオン 0.02mg 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

サプレッサ型は、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

ノンサプレッサ型は、内径 4～4.6mm、長さ 5～25cm のもので、陰イオン交換基を被覆した表面多孔性のポリアクリレート若しくはシリカを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

###### イ 検出器

電気伝導度検出器又は紫外部吸収検出器

### 3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、24時間以内に試験する。

ただし、フッ素の検査に用いる試料は、ポリエチレン瓶に採取する。

### 4 試験操作

#### (1) 前処理

検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表1に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したものを)をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlは捨て、次のろ液を試験溶液とする。

表1 対象物質の濃度範囲

対象物質	濃度範囲(mg/L)
硝酸態窒素	0.02~2
亜硝酸態窒素	0.01~1
フッ素	0.05~5
塩化物イオン	0.2~20

#### (2) 分析

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

### 5 検量線の作成

陰イオン混合標準液を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、調製した溶液のそれぞれの陰イオンの濃度は、表1の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの陰イオンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

### 6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作してそれぞれの陰イオンの濃度を求め、表1の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

### 7 連続試験を実施する場合の措置

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

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

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

う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の±10%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

#### 別表第30

(平17厚労告125・平18厚労告191・平24厚労告66・一部改正)

#### 全有機炭素計測定法

ここで対象とする項目は、有機物(全有機炭素(TOC)の量)である。

#### 1 試薬

##### (1) 精製水

イオン交換法、逆浸透膜法、蒸留法又は紫外線照射法の組合せによって精製したもので、全有機炭素濃度が0.1mg/L以下のもの又は同等以上の品質を有するもの

##### (2) 全有機炭素標準原液

フタル酸水素カリウム2.125gを精製水に溶かして1Lとしたもの

この溶液1mlは、炭素1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存すると2か月間は安定である。

##### (3) 全有機炭素標準液

全有機炭素標準原液を精製水で100倍に薄めたもの

この溶液1mlは、炭素0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

##### (4) その他

装置に必要な試薬を調製する。

#### 2 装置

全有機炭素定量装置

試料導入部、分解部、二酸化炭素分離部、検出部、データ処理装置又は記録装置などを組み合わせたもので、全有機炭素の測定が可能なもの

#### 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に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72時間以内に試験する。

#### 4 試験操作

##### (1) 前処理

全有機炭素の測定において、検水に懸濁物質が含まれている場合には、ホモジナイザー、ミキサー、超音波発生器等で懸濁物質を破砕し、均一に分散させ、これを試験溶液とする。

##### (2) 分析

装置を作動状態にし、上記(1)で得られた試験溶液の一定量を全有機炭素定量装置で測定を行い、検水中の全有機炭素の濃度を算定する。

#### 5 検量線の作成

全有機炭素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一定量とする。以下装置の補正方法に従い検量線に相当する補正を行う。

#### 6 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6において「調製濃度」という。)に調製した溶液について、上記4(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

(2) 上記(1)により求められた差が調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製濃度の $\pm 20\%$ の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

## 水道水の水質基準

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

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

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

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

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

#### ◎ 健康に関連する項目(30項目)

No.		基準値	No.	項目名	基準値
1	一般細菌	100集落数 /ml以下	16	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	17	テトラクロロエチレン	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	18	トリクロロエチレン	0.01 mg/l以下
4	水銀及びその化合物	0.0005 mg/l以下	19	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	20	塩素酸	0.6 mg/l以下
6	鉛及びその化合物	0.01 mg/l以下	21	クロロ酢酸	0.02 mg/l以下
7	ヒ素及びその化合物	0.01 mg/l以下	22	クロロホルム	0.06 mg/l以下
8	六価クロム化合物	0.05 mg/l以下	23	ジクロロ酢酸	0.04 mg/l以下
9	シアン化物イオン及び塩化シアン	0.01 mg/l以下	24	ジブromokクロロメタン	0.1 mg/l以下
10	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	10 mg/l以下	25	臭素酸	0.01 mg/l以下
11	フッ素及びその化合物	0.8 mg/l以下	26	総トリハロメタン	0.1 mg/l以下
12	ホル素及びその化合物	1.0 mg/l以下	27	トリクロロ酢酸	0.2 mg/l以下
13	四塩化炭素	0.002 mg/l以下	28	ブromोजジクロロメタン	0.03 mg/l以下
14	1,4-ジ'オキサン	0.05 mg/l以下	29	ブromホルム	0.09 mg/l以下
15	シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン	0.04 mg/l以下	30	ホルムアルデ'ヒド	0.08 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
31	亜鉛及びその化合物	1.0 mg/l以下	41	ジ'エオスミン	0.00001 mg/l以下
32	アルミニウム及びその化合物	0.2 mg/l以下	42	2-メチルイソホルネオール	0.00001 mg/l以下
33	鉄及びその化合物	0.3 mg/l以下	43	非イオン界面活性剤	0.02 mg/l以下
34	銅及びその化合物	1.0 mg/l以下	44	フェノール類	0.005 mg/l以下
35	ナトリウム及びその化合物	200 mg/l以下	45	有機物(全有機炭素(TOC))の量	3 mg/l以下
36	マンガン及びその化合物	0.05 mg/l以下	46	pH値	5.8以上8.6以下
37	塩化物イオン	200 mg/l以下	47	味	異常でないこと
38	カルシウム・マグネシウム等(硬度)	300 mg/l以下	48	臭気	異常でないこと
39	蒸発残留物	500 mg/l以下	49	色度	5度以下
40	陰イオン界面活性剤	0.2 mg/l以下	50	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 $\alpha$  : 有意水準あるいは危険率 $\phi$  : 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、 $G_p > G(n, \alpha)$  あれば、有意水準  $\alpha$  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  $\mu$  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：

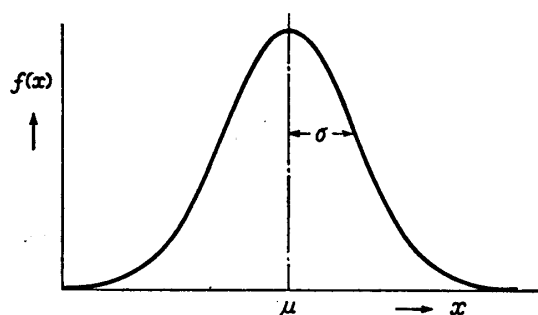
- ①測定値の中に同じ値が繰り返し現われる場合、各値の出現度数を並べたものの。
- ②測定値の存在する範囲をいくつかの区間に分けた場合、各区間に属する測定値の出現度数を並べたもの。度数分布は度数表、ヒストグラムなどで表わされる。

(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。

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

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



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

(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  $\alpha$  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  $\alpha$  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  $\alpha$  で  $H_0$  が棄却される。この場合の自由度  $\phi$  は  $\phi = n_A + n_B - 2$  である。

- (17) Welch 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、分散が等しいと仮定できない場合に適用する。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、

$$t_0 = \frac{\bar{x}_A - \bar{x}_B}{\sqrt{\left(\frac{s_A^2}{n_A} + \frac{s_B^2}{n_B}\right)}}$$

算出した  $t_0$  の値と、 $t$  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  $\alpha$  で  $H_0$  が棄却される。この場合の自由度  $\phi$  は下式より算出する。

$$\phi = \frac{\left(\frac{s_A^2}{n_A} + \frac{s_B^2}{n_B}\right)^2}{\frac{\left(\frac{s_A^2}{n_A}\right)^2}{n_A - 1} + \frac{\left(\frac{s_B^2}{n_B}\right)^2}{n_B - 1}}$$

- (18)  $Z$  スコア：データのバラツキを表す統計量である。

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

$Z$  スコアの一般的な評価基準では、絶対値が2以下の場合は「満足」、2 を越え3未満の場合は「疑わしい」、3以上の場合は「不満足」と判定する。

しかし  $Z$  スコアは検査結果のバラツキを見る指標であり、3以上であっても、それだけで精度が確保できなかつたと判断することはできない。

- (19) 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。

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	技術部副技監	印西市水道部	水道課長
東総広域水道企業団	浄水課長	長門川水道企業団	水道課長
君津広域水道企業団	工務課長	白井市上下水道課	上下水道課長
印旛郡市広域市町村圏事務組合	工務課長	香取市上下水道部	水道課長
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	水道施設課長	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	工務部主幹	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
流山市水道局	工務課長	山武市水道課	水道課長
八千代市上下水道局	維持管理課長	勝浦市水道課	水道課長
我孫子市水道局	工務課長	大多喜町環境水道課	環境水道課長
木更津市水道部	工務課長	御宿町建設環境課	建設環境課長
君津市水道部	工務課長	いすみ市水道課	水道課長
富津市水道部	工務課長	鴨川市水道局	水道局長
袖ヶ浦市水道事業	工務課長	南房総市水道部	水道課長
成田市水道部	工務課長	鋸南町水道課	水道課長
佐倉市水道部	施設課長	三芳水道企業団	事務局長
四街道市建設水道部	水道工務課長	鹿野山水道株式会社	常務取締役
酒々井町上下水道課	上下水道課長	芝山町企画財政課	企画財政課長
八街市水道課	水道課長		
検 査 機 関			
千葉県衛生研究所	生活環境研究室長	千葉市環境保健研究所	健康科学課長

別表 2

幹事会名簿

千葉県総合企画部水政課
千葉県健康福祉部薬務課
九十九里地域水道企業団
北千葉広域水道企業団
東総広域水道企業団
君津広域水道企業団
印旛郡市広域市町村圏事務組合
南房総広域水道企業団
香取市上下水道部
千葉県水道局技術部浄水課
千葉市水道局
市原市水道部

## 水 質 検 査 精 度 管 理 委 員 会 運 営 規 程

### (設置)

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

### (組織)

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

2 委員長は、薬務課長の職にある者をもって充てる。

3 委員は、別表に掲げる職にある者をもって充てる。

### (業務)

第 3 条 委員会は、次に掲げる業務を行う。

(1) 水質検査の精度管理に関すること。

(2) 水質検査技術の向上に関すること。

(3) 水質検査の推進に係る会員相互の情報交換に関すること。

(4) その他業務の実施に必要な事項に関すること。

### (会議)

第 4 条 委員会の会議は、必要に応じて委員長が招集する。

2 会議の議長は委員長とする。

### (事務局)

第 5 条 委員会の事務を処理するため、健康福祉部薬務課に事務局を置く。

### (雑則)

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

### 附則

この規程は、平成 7 年 7 月 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	水質管理室副主幹
委員	千葉県水道局水質センター	調査課長
委員	北千葉広域水道企業団	技術部水質管理室主査
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	浄水課水質係長
委員	九十九里地域水道企業団	浄水課水質検査室長
委員	南房総広域水道企業団	浄水課水質班主査
委員	千葉市環境保健研究所	健康科学課長
委員	(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24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
1	健康福祉部 薬務課長	能重 芳雄	260-8667	千葉市中央区市場町 1-1	043-223-2618
2	総合企画部水政課 水道事業室副主幹	吉田 岳己	260-8667	千葉市中央区市場町 1-1	043-223-2629
3	衛生研究所 生活環境研究室長	岸田 一則	260-0801	千葉市中央区仁戸名町 666-2	043-266-7983
4	千葉県水道局 技術部浄水課水質管理室副主幹	塩田 実	262-8512	千葉市花見川区幕張町5-417-24	043-211-8673
5	千葉県水道局水質センター 調査課長	吉田 雅次	261-0014	千葉市美浜区若葉 3-1-7	043-296-8100
6	北千葉広域水道企業団 技術部水質管理室主査	木村 直広	270-0172	流山市桐ヶ谷 130	04-7158-8091
7	君津広域水道企業団 浄水課センター長	齊藤 弘	292-0024	木更津市大寺346	0438-98-0921
8	東総広域水道企業団 浄水課水質係長	飯田 俊明	289-0602	香取郡東庄町笹川ろー1	0478-86-3821
9	九十九里地域水道企業団 浄水課水質検査室長	五十嵐太加志	283-0068	東金市東岩崎 2-3	0475-54-3492
10	南房総広域水道企業団 浄水課水質班主査	齋藤 直樹	298-0228	夷隅郡大多喜町小谷松 500	0470-82-5651
11	千葉市環境保健研究所 健康科学課長	都竹 豊茂	261-0001	千葉市美浜区幸町 1-3-9	043-238-9951
12	(財)千葉県薬剤師会検査センター技術検査部長	粕谷 智浩	260-0024	千葉市中央区中央港 1-12-11	043-242-5940

## 平成24年度参加機関

平成24年度第1回(有機物(全有機炭素(TOC)の量)

九十九里地域水道企業団
北千葉広域水道企業団
東総広域水道企業団
君津広域水道企業団
南房総広域水道企業団
千葉県水道局水質センター
千葉県水道局栗山浄水場
千葉県水道局柏井浄水場
千葉県水道局北総浄水場
千葉県水道局福増浄水場
千葉県水道局ちば野菊の里浄水場
市原市水道部
柏市水道部
佐倉市水道部
銚子市水道課
三芳水道企業団
千葉県環境保健研究所
柏市保健所
(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
ニッカウキスキー (株)
(株) ユーベック
(財) 茨城県薬剤師会公衆衛生検査センター
内藤環境管理 (株)
(株) エヌ・イーサポート
平成理研 (株)
オーヤラックスクリーンサービス (株)
いであ (株)
日本環境 (株)
(株) ウェルシイ
芝浦セムテック (株)
(株) ビー・エム・エル
アクアス (株)
(株) 東京水質研究所
(株) 保健科学東日本
(株) ケイ・エス分析センター
(株) トータル環境システム
(株) 総合環境分析
芙蓉化学工業 (株)
(株) 日本分析
ヴェオリア・ウォーター・インダストリーズ・ジャパン (株)

44機関参加

平成24年度第2回(硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素)

九十九里地域水道企業団
北千葉広域水道企業団
東総広域水道企業団
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
千葉県水道局栗山浄水場
千葉県水道局柏井浄水場
千葉県水道局北総浄水場
千葉県水道局福増浄水場
千葉県水道局ちば野菊の里浄水場
柏市水道部
佐倉市水道部
銚子市水道課
三芳水道企業団
千葉市環境保健研究所
柏市保健所
(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
ニッカウキスキー (株)
(株) ユーベック
習和産業 (株)
(財) 茨城県薬剤師会公衆衛生検査センター
内藤環境管理 (株)
(株) エヌ・イーサポート
平成理研 (株)
オーヤラックスクリーンサービス (株)
いであ (株)
日本環境 (株)
(株) ビー・エム・エル
アクアス (株)
(株) 保健科学東日本
(株) ケイ・エス分析センター
(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)
芙蓉化学工業 (株)
(株) 日本分析

42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)) (46 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 2 5 年 2 月  
千葉県健康福祉部薬務課  
千葉県千葉市中央区市場町 1 番 1 号  
電話 043-223-2618  
FAX 043-227-5393