

平成29年度  
水質検査精度管理結果

千葉県水道水質管理連絡協議会

水質検査精度管理委員会



# 目次

I	水質検査精度管理の背景	1
II	第1回外部精度管理（ホウ素及びその化合物）	2
1	実施の概要	2
(1)	実施項目	2
(2)	検査方法	2
(3)	参加機関	2
(4)	試験溶液の設定濃度	2
(5)	実施期間	4
(6)	実施方法	4
(7)	評価基準	4
2	実施結果及び評価	5
(1)	報告データ数	5
(2)	実施結果	5
(3)	基本統計量及びヒストグラム	7
(4)	評価	7
3	データ集計及び解析	7
(1)	報告書の提出期限	7
(2)	試験担当者の経験年数	7
(3)	試験実施日時及び試料保存温度	8
(4)	試験方法	8
(5)	一斉分析項目	8
(6)	試料の取り扱い	9
(7)	前処理	9
(8)	空試験	9
(9)	標準原液、標準液、定量下限値及び妥当性評価	10
(10)	検量線の作成	11
(11)	定量方法	12
(12)	連続試験を実施する場合の措置	12
4	検査精度が良好でないと評価された機関のアンケート結果	13
(1)	検量線用標準液の調製	13
(2)	前処理	13
5	試験上の留意点及び問題点	13
6	精度管理に関する意見	14

7	まとめ	16
8	資料	17
	表6 試験実施日時及び試料保存温度	18
	表7 試料の取扱い	19
	表8 標準原液及び金属類混合標準液（ホウ素を含む）	21
	表9 標準原液から調製した金属類混合標準液（ホウ素を含む）	23
	表10 使用器具及び硝酸	26
	誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法（ICP-AES）	
	表11 前処理及び空試験	30
	表12 検量線用標準液及び精製水	31
	表13 検量線濃度範囲、定量下限値及び妥当性評価	31
	表14 内部標準物質	31
	表15 測定条件及び測定機器	32
	誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法（ICP-MS）	
	表16 前処理及び空試験	32
	表17 検量線用標準液及び精製水	34
	表18 検量線濃度範囲、定量下限値及び妥当性評価	36
	表19 内部標準物質	38
	表20 測定条件及び測定機器	40
	表21 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	41
	平成29年度第1回水質検査外部精度管理実施要領	42
Ⅲ	第2回外部精度管理（ベンゼン）	59
1	実施の概要	59
	（1）実施項目	59
	（2）検査方法	59
	（3）参加機関	59
	（4）試験溶液の設定濃度	59
	（5）実施期間	61
	（6）実施方法	61
	（7）評価基準	61
2	実施結果及び評価	61
	（1）報告データ数	61
	（2）実施結果	62
	（3）基本統計量及びヒストグラム	64
	（4）評価	64
3	データ集計及び解析	64
	（1）試験担当者の経験年数	64

(2) 試験実施日時及び試料保存温度	6 5
(3) 試験方法	6 5
(4) 試験溶液の調製	6 5
(5) 標準液、内部標準液、定量下限値及び妥当性評価	6 6
(6) P&T-GC/MS法(全14機関)における検量線の作成及び試験操作	6 7
(7) HS-GC/MS法(全15機関)における検量線の作成及び試験操作	6 7
(8) 定量方法	6 8
4 除去・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	6 8
(1) 除去された機関	6 8
(2) 棄却された機関	6 9
(3) 検査精度が良好でないと評価された機関	6 9
5 試験上の留意点及び問題点	7 0
6 精度管理に関する意見	7 0
7 まとめ	7 1
8 資料	7 2
表7 試験実施日時、試料保存温度、経験年数及び配付試料	7 3
表8 標準原液及び標準液	7 4
表9 内部標準原液及び内部標準液	7 6
表10 使用した試薬類及び器具の洗浄方法	7 8
表11 定量下限値及び妥当性評価	8 6
表12 一斉分析項目	8 7
ページ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法	
表13 検量線の作成及び調製	8 9
表14 試験操作	9 0
表15 測定機器	9 1
表16 ページ・トラップ装置測定条件	9 2
表17 使用した分離カラム及び温度条件	9 3
表18 ガスクロマトグラフ測定条件及び定量方法	9 4
ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法	
表19 検量線の作成及び調製	9 5
表20 試験操作	9 6
表21 測定機器	9 7
表22 使用した分離カラム及び温度条件	9 8
表23 ガスクロマトグラフ測定条件及び定量方法	9 9
表24 棄却・除去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	1 0 0

付録1	水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法(抜粋)	1 1 9
	別表第 5 誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法	
	別表第 6 誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法	
	別表第14 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による 一斉分析法	
	別表第15: ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による 一斉分析法	
付録2	水道水の水質基準 -----	1 3 2
付録3	データ解析で用いた記号及び用語 -----	1 3 3
付録4	千葉県水道水質管理連絡協議会会則 -----	1 3 8
付録5	水質検査精度管理委員会運営規程 -----	1 4 2
付録6	平成29年度水質検査精度管理委員会委員名簿 -----	1 4 4
付録7	平成29年度参加機関 -----	1 4 5
付録8	水質検査精度管理実施の記録 -----	1 4 6

## I 水質検査精度管理の背景

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

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

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

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

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

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

また、平成16年3月から水質検査を受託できる者が厚生労働大臣による指定制から登録制に改正され、平成29年12月1日現在、県内に検査所を有する大臣登録の水質検査機関は8機関となった。

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

平成29年度は、第1回目にホウ素及びその化合物を、第2回目にベンゼン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

ホウ素及びその化合物

#### (2) 検査方法

ホウ素及びその化合物は、「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法」(平成15年厚生労働省告示第261号)(以下「告示法」という。)の別表第5「誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法」(以下「ICP-AES法」という。)、または別表第6「誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法」(以下「ICP-MS法」という。)で試験するよう規定されている。

#### (3) 参加機関

32 機関

なお、参加機関の内訳は、水道事業者が8機関、地方公共団体が1機関、登録水質検査機関が23機関であった。

#### (4) 試験溶液の設定濃度

水質基準値 1 mg/L 付近に相当する試料濃度の測定精度を確認することを目的として試験溶液の濃度を 925 µg/L に設定した。ただし、5回測定分の試料量を考慮し、配付試料は設定濃度の20倍の濃度とした。

参加機関には、「平成29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。)において、参加機関が20倍に希釈した試料を試験溶液とするよう規定した。

配付試料調製後、分注・梱包し冷蔵室(4℃)に保存した。

以下、配付試料について示した。

#### ア 標準品及び試薬

・「ほう素標準液」1000 mg/L

(関東化学株式会社製 Lot No.808H9527 保証期限 2018年8月末)

・「硝酸 1.42」

(関東化学株式会社製 Lot No.812H1033 保証期限 2017年12月末)

・「鉄標準液」1000 mg/L

(関東化学株式会社製 Lot No.806H9526 保証期限 2018年6月末)

・「アルミニウム標準液」1000 mg/L

(関東化学株式会社製 Lot No.805H9515 保証期限 2018年5月末)



#### イ 試料調製用精製水

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 配付試料の調製

平成 29 年 6 月 26 日に 5 L メスフラスコに超純水を受け、硝酸 50 mL 及びほう素標準液を 92.5 mL 添加した。続けて鉄標準液 10 mL 及びアルミニウム標準液 5 mL を添加し、5 L に定容の上、転倒混和し、30 L ポリタンクに注いだ。この操作を 3 回繰り返す、計 15 L の試料を調製した。

#### エ 配付試料の梱包及び配付方法

「100 mL ポリエチレン瓶」67 本に試料を約 140 mL 注ぎ、蓋を開めた後パラフィルムで固定した。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）に封入した後、クッション付き封筒に入れ、ガムテープで封をし、発送まで冷蔵庫（4℃）で保存した。調製日の午後、29 機関分の配付試料の冷蔵配送を配達業者に依頼した。3 機関に対しては調製日翌日に当所にて直接配付試料を配付した。

#### 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の確認

配付試料の容器間の均一性を確認するために、調製した試料 67 本から無作為に 5 本の試料を抜き取り、調製日当日（0 日目）に ICP-MS 法に従い測定した。

次に配付試料における保存期間中の濃度変化を経時的に確認するために、配付試料を実施要領に基づいて保存し、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。2 日目については容器内の均一性を確認するために、1 つの容器から 2 回試料を分取し、それぞれ 20 倍希釈以降の操作を行い測定した。結果を表 1-1 に示した。なお、試料調製後 2 日目は、実施要領において参加機関に示した「測定開始日」、16 日目は、告示法で規定されている試験実施期限の「2 週間目」に該当する。

結果を、表 1-2 に示した。ホウ素及びその化合物の全測定濃度の平均値は 963.1 µg/L であり、変動係数は 1.53 %であった。

以上より、配付した試料は、容器内及び容器間ともに均一性が確認された。また、保存期間中の濃度変化はなく、実施要領で規定した手順、調製に用いた機材及び容器による影響を受けないと判断した。

表 1-1 配付試料の容器内の均一性

	2日目の測定値 <sup>1)</sup> (µg/L)		平均値 (µg/L)
	n1	n2	
1	988	994	991.0
2	998	994	996.0
3	990	970	980.0
4	970	960	965.0
5	976	990	983.0

注1) 測定値の数値の丸め方は JIS Z 8401 による。

表 1-2 配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化

	容器別測定値 <sup>1)</sup> (µg/L)					平均値 (µg/L)	標準偏差 (µg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
0日目	956	972	944	952	949	954.6	10.7	1.12
2日目 <sup>2)</sup>	991.0	996.0	980.0	965.0	983.0	983.0	11.9	1.21
7日目	956	962	953	958	952	956.2	4.0	0.42
10日目	974	972	969	966	977	971.6	4.3	0.44
16日目	938	946	962	958	956	950.0	8.1	0.86
平均 (n=25)						963.1	14.8	1.53

注2) 測定値の数値の丸め方は JIS Z 8401 による。

注3) 2日目の結果は1つの容器から2回測定した結果の平均値である。

(5) 実施期間

ア 試料発送年月日

平成 29 年 6 月 26 日 (月)

イ 報告書等の提出期限

電子ファイル：平成 29 年 7 月 12 日 (水) 午後 11 時 59 分

書類 (紙)：平成 29 年 7 月 12 日 (水) 消印有効

(6) 実施方法

参加機関は、実施要領で規定したとおりに試験溶液を調製し、各機関の検査実施標準作業書 (以下「SOP」という。) に従い試験を行い、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。

(7) 評価基準

参加機関の報告値の平均値を用いて、危険率5%で Grubbs の棄却検定を行い、棄却された機関を除き 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

参加機関数が32で除去される機関はなかったため、データ数は32であった。

### (2) 実施結果

全32機関からの報告値を用いて危険率5%でGrubbsの棄却検定を行った結果、棄却された機関はなかった。参加機関の平均値をもとにNo.01から32までの昇順により番号付けを行った。以降、当該昇順番号を機関番号としてデータ集計した。参加機関における試験溶液の報告値を表2に示した。

表2 参加機関における試験溶液の報告値

機関 番号 <sup>1)</sup>	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 <sup>2)</sup>	誤差 率 <sup>3)</sup> (%)
		1	2	3	4	5					
01	ICP-MS	871	866	872	870	870	869.8	2.3	0.26	-2.6	-7.3
02	ICP-MS	870	870	873	870	873	871.2	1.6	0.19	-2.6	-7.2
03	ICP-AES	895	852	870	833	919	873.8	34.1	3.90	-2.5	-6.9
04	ICP-MS	904	892	887	898	902	896.6	7.1	0.79	-1.6	-4.5
05	ICP-MS	981	906	910	914	898	911.8	12.3	1.34	-1.0	-2.8
06	ICP-MS	897	920	912	921	918	913.6	9.9	1.09	-0.9	-2.6
07	ICP-MS	919	952	899	901	906	915.4	21.9	2.39	-0.9	-2.5
08	ICP-MS	922	922	929	922	929	924.8	3.8	0.41	-0.5	-1.4
09	ICP-MS	920	911	934	944	921	926.0	13.0	1.40	-0.5	-1.3
10	ICP-MS	933	918	952	924	919	929.2	14.1	1.51	-0.4	-1.0
11	ICP-MS	940	917	931	927	935	930.0	8.7	0.94	-0.3	-0.9
12	ICP-MS	924	929	940	938	919	930.0	9.0	0.96	-0.3	-0.9
13	ICP-MS	941	930	913	940	936	932.0	11.5	1.23	-0.2	-0.7
14	ICP-MS	908	961	939	942	918	933.6	20.9	2.24	-0.2	-0.5
15	ICP-MS	934	921	940	944	932	934.2	8.8	0.94	-0.2	-0.4
16	ICP-MS	933	964	920	921	952	938.0	19.4	2.07	0.0	0.0
17	ICP-AES	933	938	936	944	943	938.8	4.7	0.50	0.0	0.0
18	ICP-MS	937	936	946	940	941	940.0	3.9	0.42	0.1	0.2
19	ICP-MS	930	946	949	944	936	941.0	7.8	0.83	0.1	0.3
20	ICP-MS	936	933	939	939	960	941.4	10.7	1.14	0.1	0.3
21	ICP-AES	947	954	937	945	937	944.0	7.2	0.76	0.2	0.6
22	ICP-MS	943	949	965	972	946	955.0	12.7	1.33	0.6	1.8
23	ICP-AES	954	953	956	953	962	955.6	3.8	0.40	0.7	1.8
24	ICP-MS	950	972	954	953	962	960.2	8.8	0.92	0.8	2.3
25	ICP-MS	950	973	1000	943	954	964.0	23.0	2.38	1.0	2.7
26	ICP-MS	971	957	970	960	983	964.2	6.1	0.64	1.0	2.7
27	ICP-MS	978	971	962	989	972	974.4	10.0	1.02	1.4	3.8
28	ICP-MS	1010	976	964	964	985	979.8	19.1	1.95	1.6	4.4
29	ICP-MS	1010	963	981	981	973	981.6	17.5	1.78	1.6	4.6
30	ICP-MS	965	979	1020	976	991	986.2	21.0	2.13	1.8	5.1
31	ICP-MS	1010	971	999	1010	994	996.8	16.0	1.61	2.2	6.2
32	ICP-MS	1050	1030	1010	1070	1030	1038.0	22.8	2.20	3.8	10.6

注1) 機関番号は、試験溶液の報告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2) Zスコアは中央値から計算した。

注3) 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（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	32
最大値 (µg/L)	1038
第 3 四分位 (µg/L)	961.2
中央値 (µg/L)	938.4
第 1 四分位 (µg/L)	925.7
最小値 (µg/L)	869.8
標準偏差 (µg/L)	36.1
平均値 (µg/L)	940.8

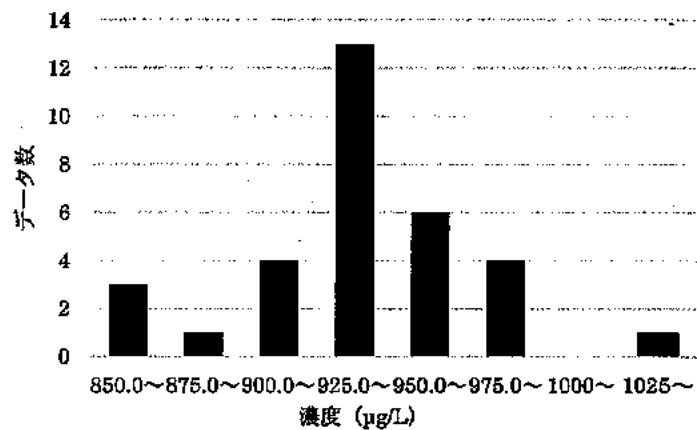


図 1 各機関における報告値（平均値）のヒストグラム

### (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（機関番号 32）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。

以上より、検査精度が良好でないと評価された機関が 1 機関あった。このため、当該 1 機関に対して、精度管理実施後の対応状況についてアンケート形式で原因究明を行った。

## 3 データ集計及び解析

### (1) 報告書の提出期限

電子ファイルの報告書について、1 機関（機関番号 01）が期限を超過して提出した。

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、実施要領で規定した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。5 年未満群と 5 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	4	935.9	2374	48.7	5.21
1年以上5年未満	16	939.5	743	27.3	2.90
5年以上10年未満	9	933.7	2113	46.0	4.92
10年以上	3	970.1	1148	33.9	3.49

(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、冷暗所保存し、2週間以内に試験する」と規定されている。全32機関において、試料は2~10℃に保存されており、実施要領で規定した測定開始日時から2週間以内に試験を開始していた。

(4) 試験方法

試験方法は、ICP-AES法に従い実施した機関が4機関、ICP-MS法に従い実施した機関が28機関であった。

試験方法別の基本統計量を表5に示した。ICP-AES法群とICP-MS法群で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 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 (%)
ICP-AES法	4	928.1	1357	36.8	3.97
ICP-MS法	28	942.1	1320	36.3	3.86

(5) 一斉分析項目

各機関のSOPで規定している項目以外を一斉に分析していた機関が2機関(機関番号02、15)あった。また、SOPで規定している項目を一斉に分析していなかった機関が13機関(01、06、08、09、14、20、21、22、26、27、28、29、32)あり、その中には、ホウ素以外の標準液を使用していないと思われる機関もあった。SOPで規定した操作を行うことが望ましい。

さらに、依頼にあわせて一斉に分析する項目をその都度選択できるようにSOPに規定している機関があった。項目間の相互作用を考慮して、それぞれの場合で妥当性評価を実施する必要がある。

## (6) 試料の取り扱い

実施要領で配付試料を正確に 20 倍希釈した溶液を試験溶液とすると規定されており、全 32 機関において 20 倍希釈した試料を試験溶液として測定し、結果が報告された。

20 倍希釈に使用した容器について、目盛り付き分解チューブと回答した 1 機関を除いて全 31 機関がメスフラスコを使用していた。使用した計量器具について、ホールピペットが 19 機関、マイクロピペットが 12 機関、メスシリンダーが 1 機関であった。

また、20 倍希釈後の試験溶液について、全 32 機関において試験溶液をさらに希釈して測定していた。希釈に使用した容器は、メスフラスコが 29 機関、共栓メスシリンダーが 1 機関、目盛り付き分解チューブが 1 機関、デジチューブが 1 機関であった。使用した計量器具は、ホールピペットが 17 機関、マイクロピペットが 14 機関、メスシリンダーが 1 機関であった。正確な希釈が求められる場合には、手技の正確さだけでなく、器具の精度を考慮し、選択することが重要である。

希釈のタイミングについて告示法では、前処理前に希釈を行うよう規定されているが、前処理後に希釈した機関が 2 機関（機関番号 03、21）あった。

## (7) 前処理

### ア ICP-AES 法

前処理について告示法では、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が 5 mL となるように加え、加熱するよう規定されている。実施要領で硝酸は加えられていないものとして前処理以降の操作を行うよう規定されているため、前処理前に告示法の規定の量を加える必要がある。全 4 機関が告示法のとおり硝酸を加えていた。

### イ ICP-MS 法

前処理について告示法では、試料採取のときに加えた量を含めて、硝酸の量が検水 100 mL に対して 1 mL の割合となるように加え、加熱するよう規定されている。実施要領で硝酸は加えられていないものとして前処理以降の操作を行うよう規定されているため、前処理前に告示法の規定の割合で硝酸を加える必要がある。告示法で規定されている割合で硝酸を加えていない機関が 5 機関（機関番号 09、15、19、20、27）あった。5 機関全てが 1 試料あたりの分取量として希釈前の試験溶液の分取量を回答したと思われるが、機関番号 15 及び 27 は希釈倍率で補正しても告示法の規定の割合にはならなかった。

また、機関番号 32 は 100 mL 分取して加熱していたが、最終定容量を 80~90 mL と回答していた。SOP を確認したところ、100 mL に定容するよう規定されていた。最終定容量は、検水の分取量と同量となるよう操作することが重要である。

## (8) 空試験

空試験について、告示法では精製水を用いて検水と同様の前処理を行うよう規定されている。未記入であった 1 機関（機関番号 16）を除いて、全 31 機関が空試験を実施していたが、加熱処理を行っていない機関が 2 機関（機関番号 06、07）あった。空試験には、試料

と同時に試験を行うことで、試験環境及び操作に異常がないことを確認する目的がある。検水と同様に操作することが重要である。

#### (9) 標準原液、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

告示法の改正（平成 29 年 3 月 28 日厚生労働省告示第 87 号）により標準液の保存が可能となり、計量法の規定に基づく証明書等が添付され、かつ告示法の規定の濃度範囲内であれば、市販の標準原液及び標準液を使用することが可能となった。

標準原液及び標準液について、全 32 機関が市販の標準原液または標準液を使用していた。標準原液から標準液を自家調製している機関は 21 機関、市販の標準液を使用している機関は 11 機関であった。標準原液と回答した 21 機関のうち 4 機関は、試薬の濃度が標準液の濃度範囲であったことから、市販の標準液を使用していると思われた。標準液と回答した 11 機関のうち 6 機関は、試薬の濃度が標準原液の濃度であったことから、標準原液から標準液を自家調製していると思われた。

また、市販混合品を使用している機関は 9 機関、市販単品を使用している機関は 23 機関であった。機関番号 1 を除く全 31 機関が、計量法に基づく証明書が添付されている標準原液及び標準液を使用していると回答したが、提出された関係書類の中に、証明書の添付がなかった機関が 6 機関あった。機関番号 1 の使用している標準原液を確認したところ、証明書の添付がある市販品であることがわかった。自機関で使用している標準原液及び標準液について確認するとともに、証明書等は保管しておくことが望ましい。

##### イ 定量下限値

定量下限値の濃度について、全 32 機関が基準値の 10 分の 1 以下に設定していたが、検量線の下限值（0 mg/L を除く）よりも低い濃度に設定していた機関が 2 機関（機関番号 12、20）あった。当該機関の SOP を確認したところ、機関番号 12 はさらに告示法の濃度範囲の下限值よりも低く設定しており、SOP の見直しが必要だと考えられた。機関番号 20 は、SOP で規定されている濃度点及び濃度範囲外で検量線を作成していた。

##### ウ 妥当性評価

妥当性評価について、実施していない機関が 2 機関（機関番号 12、21）あったが、機関番号 12 は、備考欄に「平成 26 年に実施」と記載があった。試験担当者の経験年数が 0 年であったことから、試験担当者が実施していないという意味だと考えられるが、自機関のチェック体制及び情報共有の徹底並びに過去のデータの適切な管理が重要である。機関番号 21 は、早急に妥当性評価を実施する必要がある。

「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。）では、「定量下限」とは、適切な正確さをもって定量できる検査対象物の最低量又は濃度であると定義している。つまり、ガイドラインの「定量下限」とは検量線の定量可能な最低濃度ということになる。



実施済みと回答した 30 機関のうち、9 機関（機関番号 01、06、09、14、16、19、22、28、32）は、下限値の評価を行っていなかった。報告値としての定量下限値（基準値の 10 分の 1 等）と検量線の定量可能な最低濃度が異なる場合は注意が必要である。下限値の評価が難しい場合、検量線の範囲及び検量点の設定を見直す、重みづけを行うなどの措置を講じた上で、再度実施することが望ましい。

また、用いた水の種類について、精製水のみ機関が 18 機関あった。ガイドラインの改正（平成 29 年 10 月 18 日付け薬生水発 1018 第 1 号）に伴い、水道水での評価が必要となったため、当該機関においては迅速な対応が望まれる。

## (10) 検量線の作成

### ア ICP-AES 法

検量線の点数及び濃度範囲について告示法では、検量線の点数は 4 点以上、濃度範囲は 0.006~0.6 mg/L と規定されており、全 4 機関において告示法のとおりであった。しかし、各参加機関の SOP を確認したところ、機関番号 21 はホウ素の検量線として使用する濃度及び調製方法が明記されていなかった。検量線の作成方法については SOP に明記し、試験する際は、規定された検量線を用いることが重要である。

また、検量線に 0 mg/L を含む機関が 3 機関あり、原点を強制通過させていると思われる機関が 1 機関（機関番号 21）あった。

### イ ICP-MS 法

検量線の点数及び濃度範囲について告示法では、検量線の点数は 4 点以上、濃度範囲は 0.002~0.2 mg/L と規定されており、全 28 機関において告示法のとおりであり、濃度範囲の上限を超えて検量線を作成している機関はなかった。しかし、各参加機関の SOP を確認したところ、2 機関（機関番号 16、20）が SOP で規定されている濃度ではない濃度を調製し検量線を作成していた。また、機関番号 07 は検量点の濃度及び調製方法が SOP で規定されていなかった。検量線の作成方法について SOP に明記し、試験する際は、規定された検量線を用いることが重要である。

また、検量線に 0 mg/L を含む機関が 16 機関あり、原点を強制通過させていると思われる機関が 2 機関（機関番号 18、31）あった。

検量線の重み付けについて告示法の規定はないが、重み付けをしている機関が 2 機関あった。

### ウ 使用器具

検量線の作成に使用した容器の種類は、メスフラスコが 30 機関、デジチューブが 2 機関であった。容器の材質は、樹脂製が 27 機関、ガラス製が 5 機関であった。

また、検量線の作成に使用した計量器具は、マイクロピペットが 20 機関、ホールピペットが 9 機関、マイクロピペットとホールピペットを併用している機関が 3 機関であった。計量器具の材質は、樹脂製が 23 機関、ガラス製が 8 機関、樹脂製とガラス製の両方を使用していた機関が 1 機関あった。

ガラス製の器具を使用する場合、ホウ素の測定に影響がない場合でも、一斉分析を行っている測定項目によっては注意が必要である。

検量線の作成及びその他の試験操作にマイクロピペットを使用していた機関は 26 機関あり、定期的に校正を行っている機関は 19 機関であった。機関番号 14 は水道法でのマイクロピペットの使用は認められていないので使用していないと回答していた。マイクロピペットの使用について告示法では、使用の可否を明確に示していない。検査項目の特性及び使用目的等によって適切な器具を選択できるよう、検査担当者には様々な知識が求められる。

#### (1 1) 定量方法

##### ア ICP-AES 法

定量方法について、全 4 機関が内部標準法で定量を行っており、内部標準物質としてイットリウムを使用していた。測定波長については、全 4 機関が告示法のとおり、ホウ素は「249.773」、イットリウムは「371.029」を用いていた。

##### イ ICP-MS 法

定量方法について、全 28 機関が内部標準法で定量を行っており、内部標準物質は、ベリリウムが 21 機関、コバルトが 5 機関、イットリウムが 1 機関、ガリウムが 1 機関であった。ホウ素の質量数について告示法では、「11」を使用するよう規定されている。機関番号 07 は「9」と回答していたが、SOPを確認したところ「11」を使用するよう規定されており、内部標準物質であるベリリウムの質量数を記入したと思われる。ベリリウムを使用していた 21 機関のうち、13 機関は告示法のとおり「9」を使用していたが、8 機関は不明であった。コバルトを使用していた 5 機関のうち、2 機関は告示法のとおり「59」を使用していたが、3 機関は不明であった。ガリウムを使用していた 1 機関は告示法のとおり「71」を使用していたが、イットリウムを使用していた 1 機関の質量数は不明であった。全 28 機関のうち内部標準物質の質量数が不明であった 12 機関は、質量数の回答欄に物質名を記入していた。

#### (1 2) 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連続試験を実施する場合の措置として告示法では、10 以上の試料の試験終了後及び全ての試験終了後に、検量線の作成で調製した一定の濃度の試料（以下「確認用試料」という。）を測定し、調製濃度との誤差を求めるよう規定されている。オートサンプラーを用いて連続試験を行っていた 29 機関のうち、1 機関（機関番号 17）が確認用試料の測定を行っていなかった。

確認用試料の濃度について、濃度の記載がない機関が 1 機関（機関番号 16）あり、検量線の作成で調製した濃度でない機関が 2 機関あった。濃度が確認できた 25 機関において、確認用試料の濃度設定を検量線の 1 点目としていた機関が 3 機関、2 点目としていた機関が 3 機関、3 点目としていた機関が 15 機関、4 点目としていた機関が 4 機関あった。

#### 4 検査精度が良好でないと評価された機関のアンケート結果

検査精度が良好でないと評価された1機関（機関番号 32）に対して、精度管理実施後の対応状況についてアンケートを行った結果、試験溶液の希釈操作が主な原因であると考察しており、対応策として希釈が必要な場合は2併行で実施すると回答していた。

その他に、提出書類から以下のことが推測された。

##### (1) 検量線用標準液の調製

標準原液及び標準液について、SOPでは市販の混合標準液（100 mg/L）を使用するよう規定しているが、市販の単品標準原液（1000 mg/L）を使用しており、計量法の規定に基づく証明書等もSOPとは異なっていた。試験に則したSOPを作成し、遵守することが重要である。

また、調製の記録に使用した作業記録書は決まった様式ではなく、鉛筆書きで今回の精度管理試料測定のためだけに作成されたものであった。作業記録書について、試験ごとに操作が異なることのないよう、決まった様式を使用することが望ましい。さらに、記録には容易に修正できない筆記用具を用い、修正した記録も残す必要がある。

##### (2) 前処理

前処理について、硝酸を加えた試料を100 mL加熱し、最終定容量が80~90 mLと回答していた。加熱前の試料量より最終定容量が少ないと、濃度が高くなるため、回答したとおりの操作を行ったのであれば、直接的な原因であると考えられる。

#### 5 試験上の留意点及び問題点

参加機関に記載していただいた内容を転載しました。

機関番号	内 容
02	ICP-MSを用いたホウ素の測定において、指定された20倍希釈では測定装置内にホウ素がメモリーしてしまい測定値に影響が出た。そこで希釈倍率は指定された20倍希釈後、更に10倍希釈（計200倍希釈）して測定に用いた。またホウ素のメモリーによって測定値に影響が出ないように、200倍希釈した試料の測定前にブランクを3回測定し、ブランクにおいてホウ素の測定値が0 µg/Lであることを確認してから試料の測定を行った。
03	ホウ素はメモリーが起きやすいため、各測定の前後には十分な洗浄時間をとるようにすると共に、測定中もバックグラウンド等のデータを監視しメモリーが発生していないか確認をしています。 またガラス器具からの溶出の恐れがあるため、使用する器具はなるべくポリエチレン製のものを使い、やむを得ずガラス器具を使用する場合は使用時間を最短にし溶出の影響をできる限り取り除く努力をしています。

機関 番号	内 容
08	<ul style="list-style-type: none"> <li>・メスフラスコは金属類測定専用とし、使用前に精製水ですすいでいる。</li> <li>・試料を採取する際は、容器を試料で共洗いしてから採取している。</li> </ul>
11	器具の洗浄と汚染防止が最大の課題です。使用する器具を1%硝酸に浸漬しておき、使用する直前で精製水にて洗浄し使用することにより使用器具類の汚染は防止できます。
13	ガラス器具は、ホウ素・アルミニウム等金属の溶出が考えられるので、使用しない。
14	<p>ほう素のICP-MSによる測定は、メモリー効果が大きく影響しますので、当社では最大濃度でも0.05 mg/Lとして測定しており、希釈する際には、検量線範囲の中間地点になるようにしております。今回の設定濃度（恐らく原液は20 mg/Lでしょうか）では、指定の20倍希釈後でもまだ濃度が非常に高く、さらに50倍希釈する必要がありました。希釈誤差についても大事であると考え注意して測定を行ったつもりですが、測定の際のカウントではわずかであった差が50倍に拡大され、最終結果では、やや大きくなってしまいました。</p> <p>普段のICP-MS測定時は、雰囲気、器具等からのコンタミネーションに注意していますが、ほう素測定時には雰囲気、器具からのコンタミネーションはあまり大きくないため、メモリー効果の軽減に努めています。</p>
19	メモリー効果があるため、十分に洗浄を行った後、精製水を測定しメモリーがないことを確認したうえで試料の測定を実施した。
22	<p>用いたガラス器具は、あらかじめ硝酸にて浸漬洗浄し、使用前に温硝酸・精製水の順で十分に洗浄することで事前のコンタミネーション対策を充分に行っている。</p> <p>また、試料の希釈操作時は硝酸添加を行いながらの作業となるので、使用中もガラス器具からのBの溶出（コンタミネーション）を避ける必要がある。そのため、希釈操作は素早く行い、希釈操作後はすぐにポリエチレン製容器に移すなどして、試料とガラス器具との接触時間をなるべく短くした。</p>

## 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。

また、ホウ素は告示法で規定されている検量線の濃度範囲が基準値よりも低濃度であるため、日常の業務で持ち込まれる検体でも希釈操作が必要となる可能性がある項目です。今回の試験溶液は基準値以下ですが、どの試験法でも告示法のとおり試験を実施していれば、全ての参加機関において希釈が必要な濃度となるように設定しました。基準値以下の試料については通常の検査でも対応できる体制の整備が必要です。

機関 番号	意見	コメント
03	<p>普段 ICP-AES で測定を行う場合の濃度単位は mg/L を使用していますが、今回の測定では <math>\mu\text{g/L}</math> を指定されていたため単位の換算が必要でした。</p> <p>また分取量等の記入欄の一部でも <math>\mu\text{L}</math> が単位として固定されており、検量線の式等でも強度比で入力（普段は補正をした強度で表示されている）する必要があったので、多少の不便さを感じました。</p>	<p>単位は結果集計及び統計処理のために指定させていただいております。</p>
11	<p>報告書が多く、もう少し簡略化できませんでしょうか？書類作成に大分時間がかかって大変です。</p>	<p>今後の参考にいたします。</p>
14	<p>正直に申しますと、今回の設定濃度は、ICP-MS 測定には不向きな濃度であり、ICP-AES を所有していれば、そちらで測定するべきである濃度と考えます。この試験の目的は、いかに真値に近い値を再現性良く求めることができるかということを確認するものであると認識していますが、指定のもので 20 倍希釈、測定時で 50 倍希釈を行っており、原液から考えると 1000 倍もの希釈を行っていることとなります。これでは、希釈による誤差が測定値に最も影響する要素になってしまうのではないのでしょうか。</p>	<p>各機関で検量線範囲が異なりますので、今回は全ての機関において希釈が必要な濃度に設定しました。実際の検体でも希釈が必要な場合もあります。精度管理では希釈の精度も含めて正確な結果が出せるかだけでなく、各機関の実施体制についても確認しております。</p>
22	<p>20 倍希釈後の試料において、希釈無しでそのまま測定したところ、あまりに高濃度であったため機器のバックグラウンドが高くなってしまい復旧に時間を要した。業務に支障をきたすような設定濃度は避けて頂きたい。</p>	<p>試験溶液の濃度は基準値以下に設定しております。通常の業務で測定できなければいけない範囲の濃度です。</p>
	<p>試験結果報告書における設問が理解しづらく、また詳細なため記入に時間を要する。(特に C 測定方法) 記入例がより充実になれば改善されると思う。</p>	<p>今後の参考にいたします。</p>
	<p>測定結果報告値において、丸め方（切り捨て・四捨五入等）の指示がない。</p>	<p>数値の丸め方については実施要領で規定しております。</p>

機関 番号	意見	コメント
24	<p>当初、実施要領に従い 20 倍希釈後に測定を行ったが、非常に高濃度だったため、装置へのメモリーが残り、低減されるまでかなりの時間を要した。今回の調整試料は 20 倍希釈後の濃度でも告示法の検査線範囲の上限を大幅に超える濃度であるため、さらに希釈を要する試料であることは明らかであったはずである。</p> <p>当企業団では、通常の検査業務の間に精度管理試料を測定しており、このような高濃度試料の取扱いは装置や他試料への汚染等、検査業務に支障が出る可能性がある。高濃度試料の場合は、実施要領に濃度範囲を記述する等して、試験機関が適切に測定できるよう配慮して頂きたい。</p>	<p>配付試料は基準値以下に設定しております。通常の業務で測定できなければいけない範囲の濃度です。</p>
27	<p>試験結果報告書の全部記入した記入例があるとわかりやすいと思います。</p>	<p>今後の参考にいたします。</p>

## 7 まとめ

- (1) 今回の精度管理には、水道事業者、地方公共団体及び登録水質検査機関から合わせて 32 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」が 1 機関あり、当該機関については、検査精度が良好でないと評価された。
- (2) 試験担当者の経験年数の違いによる報告値の差を統計学的に解析したところ、5 年未満と 5 年以上で比較した場合、有意差は認められなかった。
- (3) 試験方法は、ICP-AES 法に従い実施していた機関が 4 機関、ICP-MS 法に従い実施していた機関が 28 機関あった。試験方法による報告値の差を統計学的に解析したところ、有意差は認められなかった。
- (4) 希釈に使用した容器として、目盛り付きチューブ及びデジチューブを使用した機関があった。
- (5) 前処理について、検水の分取量と加熱後の最終定容量が異なる機関が 1 機関あった。
- (6) 空試験について、未記入が 1 機関、加熱処理を行っていない機関が 2 機関あった。
- (7) 妥当性評価を実施していない機関が 2 機関あった。また、定量下限値の評価を行っていないと思われる機関が 9 機関あった。
- (8) 検査線の作成方法について、各機関の SOP と異なる機関及び SOP に明記されていない機関が 3 機関あった。

(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。

## 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転載しました。

表 6 試験実施日時及び試料保存温度

表 7 試料の取扱い

表 8 標準原液及び金属類混合標準液（ホウ素を含む）

表 9 標準原液から調製した金属類混合標準液（ホウ素を含む）

表 10 使用器具及び硝酸

誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法（ICP-AES）

表 11 前処理及び空試験

表 12 検量線用標準液及び精製水

表 13 検量線濃度範囲、定量下限値及び妥当性評価

表 14 内部標準物質

表 15 測定条件及び測定機器

誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法（ICP-MS）

表 16 前処理及び空試験

表 17 検量線用標準液及び精製水

表 18 検量線濃度範囲、定量下限値及び妥当性評価

表 19 内部標準物質

表 20 測定条件及び測定機器

表 21 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 試験実施日時及び試料保存温度

機関番号	試料開封日時	試験開始日時	測定開始日時	測定終了日時	試験終了日時	試料保存温度(℃)	経過年数(年)	ホウ素以外に一斉分析を行った項目
01	6月28日9:00	6月28日9:30	7月3日11:03	7月3日14:55	7月3日18:40	4	5	Cd, Se, Pb, As, Cr, Zn, Al, Fe, Cu, Mn
02	6月28日9:16	6月28日9:16	6月29日14:32	6月29日19:03	6月29日19:03	2	0	Na, Mg, Al, Ca, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, As, Se, Mo, Cd, Sb, Pb, U
03	6月28日8:59	6月28日9:00	6月28日11:51	6月28日12:47	6月28日12:56	4	2	-
04	6月28日9:00	6月28日9:00	6月28日17:00	6月28日20:00	6月29日12:00	5	5	Cd, Se, Pb, As, Cr, Zn, Al, Cu, Mn
05	6月28日18:00	6月28日18:00	6月29日12:02	6月29日13:49	6月29日20:00	4	2	Cd, Se, Pb, As, Cr, Zn, Al, Fe, Cu, Mn, Na, Ca, Mg
06	6月28日10:25	6月30日8:07	6月30日14:23	6月30日16:02	6月30日16:25	3	8	Al, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, As, Se, Mo, Cd, Sb, Pb, U
07	6月29日10:00	6月29日10:00	6月29日14:07	6月29日17:07	6月29日17:30	5	2	Fe, Mo, Al, Cr, Cu, Zn, Ni, Pb, Se, Mn, As, Cd, Sb, U
08	6月29日10:00	6月30日10:00	6月30日16:30	6月30日17:10	6月30日17:10	4	1	-
09	6月28日9:00	6月28日9:00	6月29日10:50	6月29日12:00	6月29日14:00	4	3	Al, Cr, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Se, Cd, Pb
10	7月4日10:00	7月4日10:00	7月4日18:18	7月4日19:52	7月5日10:40	5	3	Cd, Se, Pb, As, Cr, Zn, Al, Fe, Cu, Mn
11	6月28日13:15	6月28日9:00	7月5日10:00	7月5日19:00	7月5日19:00	4	8	Cd, Se, Pb, As, Cr, Zn, Al, Fe, Cu, Mn
12	6月28日10:00	6月28日10:00	6月28日15:00	6月28日18:40	6月28日18:40	4.0	0	Al, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, As, Se, Cd, Sb, Pb, U
13	6月28日9:00	6月28日10:30	6月30日14:40	6月30日16:10	6月30日17:00	4	12	Al, Cr, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Se, Cd, Pb
14	6月29日13:00	6月29日13:00	6月28日9:00	6月29日19:30	6月29日19:30	5	1	-
15	6月28日17:19	6月29日8:45	6月29日17:38	6月29日19:52	6月29日20:38	4	7	Al, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, As, Se, Mo, Cd, Sb, Pb, U
16	6月29日9:00	7月4日8:00	7月4日9:28	7月4日10:43	7月4日10:56	4	8	Cr, Mn, Cu, Zn, As, Se, Cd, Pb
17	7月1日10:30	7月1日11:00	7月1日15:38	7月1日16:20	7月3日18:30	10	6	-
18	6月28日9:00	6月29日9:00	6月29日13:33	6月29日15:02	6月29日16:15	5	4	Na, Al, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, As, Se, Mo, Cd, Sb, Pb, U
19	6月28日9:00	6月28日9:00	6月28日12:19	6月28日18:56	6月28日20:00	7	2	Na, Mg, Al, Ca, Cr, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Se, Cd, Pb
20	6月28日13:00	6月30日9:00	6月30日18:39	6月30日19:33	7月11日17:00	4	4	-
21	6月28日10:00	6月28日10:15	6月29日11:00	6月29日13:30	7月11日11:00	5	5	Pb, Fe
22	6月28日9:30	6月28日10:00	6月28日15:37	6月28日20:41	6月28日21:15	5	2	Cd, Se, Pb, As, Cr, Zn, Al, Fe, Cu, Na, Mn, Ca, Mg



機関番号	試料開封日時	試験開始日時	測定開始日時	測定終了日時	試験終了日時	試験保存温度(°C)	経過年数(年)	ホウ素以外に一斉分析を行った項目
23	7月1日9:00	7月1日9:00	7月1日15:28	7月1日16:44	7月1日16:44	10	2	-
24	6月28日9:30	6月28日9:30	6月29日16:45	6月29日20:15	6月29日21:00	4	1	Cd, Se, Pb, As, Cr, Zn, Al, Cu, Mn, Sb, U, Ni, Mo
25	6月28日9:00	6月28日9:00	6月28日17:35	6月28日18:45	6月28日18:45	5	0	Fe, Cu, Zn, Pb, Mg, Ca, Na, As, Se, Cd, Al, Cr, Mn
26	6月28日16:20	6月29日13:00	6月30日11:00	6月30日12:31	6月30日12:31	4	1	-
27	6月29日9:00	6月30日9:00	6月30日12:33	6月30日14:30	6月30日14:30	10	4	-
28	6月28日11:00	7月4日9:00	7月4日13:30	7月4日14:30	7月4日17:00	5	0	-
29	6月28日9:00	6月28日9:00	6月30日11:00	6月30日14:00	6月30日17:00	6	15	Cd, Pb, As, Cr, Zn, Al, Cu, Mn
30	6月29日10:00	7月7日13:30	7月7日18:25	7月7日19:40	7月7日20:40	5	4	Fe, Cd, As, Mn, Se, Pb, Cr, Zn, Al, Cu, Na, Ca, Mg
31	7月5日13:50	7月5日13:50	7月6日10:11	7月6日12:36	7月6日15:22	7	12	Al, Cr, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Se, Cd, Pb
32	7月4日10:00	7月4日10:30	7月4日14:10	7月4日15:15	7月4日15:20	5	7	-

表7 試料の取扱い

機関番号	20倍希釈後の希釈														
	配付試料の20倍希釈					20倍希釈後の希釈									
	使用した容器		使用した計量器具			有無	倍率	タイミング	使用した容器		使用した計量器具				
名称	容量(mL)	材質	名称	容量(mL)	材質				名称	容量(mL)	名称	容量(mL)	材質		
01	メスフラスコ	100	PP	ホールビベット	5	PP	有	20	前処理前	メスフラスコ	100	PP	ホールビベット	5	PP
02	メスフラスコ	200	PP	ホールビベット	10	ガラス	有	10	前処理前	メスフラスコ	100	PP	ホールビベット	10	ガラス
03	メスフラスコ	200	PE	ホールビベット	10	ガラス	有	2	前処理後	メスフラスコ	50	PE	ホールビベット	25	ガラス
04	メスフラスコ	50	PFA	マイクロビベット	5	PP	有	10	前処理前	メスフラスコ	50	PFA	マイクロビベット	5	PP
05	メスフラスコ	100	PP	マイクロビベット	10	PP	有	5	前処理前	メスフラスコ	100	PP	マイクロビベット	1~10	PP
06	メスフラスコ	500	PP	マイクロビベット	25	PP	有	10	前処理前	メスフラスコ	500	PP	メスシリンダー	50	PP
07	メスフラスコ	100	PFA	ホールビベット	5	ガラス	有	10	前処理前	メスフラスコ	100	PFA	ホールビベット	10	G
08	メスフラスコ	1000	PP	メスシリンダー	50	PP	有	20	前処理前	メスフラスコ	100	PP	マイクロビベット	0.1~5	PP
09	メスフラスコ	100	ガラス	マイクロビベット	1~10	PP	有	20	前処理前	メスフラスコ	50	G	マイクロビベット	1~10	PP

機関 番号	配付試料の20倍希釈					20倍希釈後の希釈									
	使用した容器			使用した計量器具		タイミング	倍率	有無	使用した容器			使用した計量器具			
	名称	容量 (mL)	材質	名称	容量 (mL)				材質	名称	容量 (mL)	材質	名称	容量 (mL)	材質
10	メスフラスコ	100	PP	マイクロピペット	5	PP	有	20	前処理前	メスフラスコ	100	PP	マイクロピペット	1~5	PP
11	メスフラスコ	100	ガラス	ホールピペット	5	ガラス	有	20	前処理前	メスフラスコ	200	PE	ホールピペット	10	ガラス
12	メスフラスコ	100	PFA	マイクロピペット	10	PP	有	10	前処理前	メスフラスコ	100	PFA	マイクロピペット	0.1~1	PP
13	メスフラスコ	500	PP	ホールピペット	25	PP	有	20	前処理前	メスフラスコ	100	PP	ホールピペット	5	PP
14	メスフラスコ	500	PP	ホールピペット	25	ガラス	有	50	前処理前	メスフラスコ	100	PP	ホールピペット	2	ガラス
15	メスフラスコ	500	PP	ホールピペット	25	ガラス	有	10	前処理前	デジチューブ	50	PP	マイクロピペット	1~10	PP
16	メスフラスコ	1000	ガラス	ホールピペット	25	ガラス	有	10	前処理前	メスフラスコ	2000	G	ホールピペット	25	ガラス
17	メスフラスコ	200	ガラス	ホールピペット	10	ガラス	有	5	前処理前	メスフラスコ	100	PP	ホールピペット	20	ガラス
18	目盛り付き 分解チューブ	50	PP	マイクロピペット	0.5~50	PP	有	20	前処理前	目盛り付き 分解チューブ	50	PP	マイクロピペット	0.5~ 10	PP
19	メスフラスコ	1000	ガラス	ホールピペット	50	ガラス	有	10	前処理前	メスフラスコ	50	PP	マイクロピペット	1~5	PP
20	メスフラスコ	500	ガラス	ホールピペット	25	ガラス	有	10	前処理前	メスフラスコ	50	PMP	ホールピペット	5	ガラス
21	メスフラスコ	1000	ガラス	ホールピペット	50	ガラス	有	10	前処理後	メスフラスコ	50	G	ホールピペット	5	ガラス
22	メスフラスコ	100	ガラス	ホールピペット	5	ガラス	有	10	前処理前	メスフラスコ	100	G	ホールピペット	10	ガラス
23	メスフラスコ	500	PP	ホールピペット	20	ガラス	有	2.5	前処理前	メスフラスコ	50	PP	ホールピペット	20	ガラス
24	メスフラスコ	500	PFA	マイクロピペット	5	PP	有	10	前処理前	DigitUBE	50	PP	マイクロピペット	5	PP
25	メスフラスコ	100	PP	マイクロピペット	5	PP	有	10	前処理前	共検メスシリ ンダー	50	PP	マイクロピペット	1~5	PP
26	メスフラスコ	50	ガラス	ホールピペット	2.5	ガラス	有	10	前処理前	メスフラスコ	50	PE	マイクロピペット	0.5~5	PP
27	メスフラスコ	100	ガラス	ホールピペット	5	ガラス	有	10	前処理前	メスフラスコ	100	G	ホールピペット	10	ガラス
28	メスフラスコ	100	PP	マイクロピペット	5	PP	有	6	前処理前	メスフラスコ	300	G	ホールピペット	50	ガラス
29	メスフラスコ	1000	PP	ホールピペット	50	ガラス	有	10	前処理前	メスフラスコ	1000	PP	ホールピペット	50 (2回)	ガラス
30	メスフラスコ	100	PFA	マイクロピペット	0.5~2. 5	PP	有	20	前処理前	メスフラスコ	100	PFA	マイクロピペット	0.5~ 2.5	PP
31	メスフラスコ	100	PP	マイクロピペット	5	PP	有	10	前処理前	メスフラスコ	100	PP	マイクロピペット	0.5~5	PP

機関 番号	配付試料の20倍希釈					20倍希釈後の希釈									
	使用した容器		使用した計量器具			有無	倍率	タイミング	使用した容器		使用した計量器具				
	名称	容量 (mL)	材質	名称	容量 (mL)				材質	名称	容量 (mL)	材質	名称	容量 (mL)	材質
32	メスフラスコ	500	PP	ホールビペット	25	ガラス	有	20	前処理前	メスフラスコ	500	PP	ホールビペット	25	PP

注) PE:ポリエチレン、PEEA:テトラフルオロエチレン (フッ素樹脂)、PMP:ポリメチルペンテン、PP:ポリプロピレン

表 8 標準原液及び金属混合標準液 (ホウ素を含む)

機関 番号	告示法 の名称	種類	濃度 (mg/L)	試薬名	メーカー 名	保瓶(使用) 期限	ホウ素以外の元素 及び濃度(mg/L)	市販標準液		今後の標準液変更について	
								トレーサビ リタイプの種 類	閉封後の 使用期間	検討の 有無	具体的な内容
01	標準 原液	市販 混合	10	ICP 汎用混合液 XSTC-760C	SPEX	2017. 11. 30	Fe: 30, Al, Cu, Zn: 10, Mo: 7, Cr, Mn: 5, Ni, As, Se, Pb: 1, Cd: 0.3, Sb, U: 0.2	なし	メーカーの 保証期限	無	-
02	標準液	市販 混合	10	XSTC-760C	SPEX	2018. 2	Fe: 30, Al, Cu, Zn: 10, Mo: 7, Cr, Mn: 5, Ni, As, Se, Pb: 1, Cd: 0.3, Sb, U: 0.2	MRA	メーカーの 保証期限	無	-
03	標準 原液	市販 単品	1000	ほう素標準液	関東	2017. 8. 31	-	JCSS	メーカーの 保証期限	無	-
04	標準液	市販 単品	1000	ほう素標準液	和光	2018. 7. 31	-	JCSS	3か月	無	-
05	標準 原液	市販 単品	1000	ほう素標準液	和光	2018. 6. 27	-	JCSS	1年	有	金属混合標準液を購入
06	標準液	市販 混合	10	XSTC-760C	SPEX	2018. 5. 31	Fe: 30, Al, Cu, Zn: 10, Mo: 7, Cr, Mn: 5, Ni, As, Se, Pb: 1, Cd: 0.3, Sb, U: 0.2	MRA	メーカーの 保証期限	無	-
07	標準液	市販 混合	10	XSTC-760C-50	SPEX	2018. 3. 31	Fe: 30, Al, Cu, Zn: 10, Mo: 7, Cr, Mn: 5, Ni, As, Se, Pb: 1, Cd: 0.3, Sb, U: 0.2	MRA	メーカーの 保証期限	無	-
08	標準 原液	市販 単品	1000	ほう素標準液	和光	2018. 7. 31	-	JCSS	メーカーの 保証期限	無	-
09	標準 原液	市販 混合	50	XSTC-1615	SPEX	2017. 11	Fe: 150, Al: 20, Cr, Cu, Zn: 10, Pb, Se: 5, Mn: 4, As: 3, Cd: 1.5	A2LA	メーカーの 保証期限	無	-
10	標準 原液	市販 単品	1000	ほう素標準液	和光	2018. 2	-	JCSS	メーカーの 保証期限	有	標準原液を 混合品に変更
11	標準 原液	市販 単品	1000	ほう素標準液	和光	2018. 2. 28	-	JCSS	メーカーの 保証期限	有	内部標準液(各原液)を 混合品(市販品)に変更

機関番号	告示法の名称	種類	濃度 (mg/L)	試薬名	メーカー名	保証(使用)期限	ホウ素以外の元素及び濃度(mg/L)	市販標準液		今後の標準液変更について	
								トレーサビリティの種類	開封後の使用期間	検討の有無	具体的な内容
12	標準液	市販混合	10	ICP汎用混合液	SPEX	2017.6.22	Fe: 30, Al, Cu, Zn: 10, Cr, Mn: 5, Ni, As, Se, Pb: 1, Cd: 0.3, Sb, U: 0.2	A2LA	メーカーの保証期限	無	-
13	標準原液	市販単品	1000	ほう素標準液	関東	2018.8	-	JCSS	メーカーの保証期限	有	検量線濃度範囲の変更、混合標準液の変更
14	標準原液	市販単品	998	ほう素標準液	関東	2018.8	-	JCSS	6か月以内	無	-
15	標準液	市販混合	10	PlasmaCAL Custom Standard	SCP SCIENCE	2017.12	Fe: 30, Al, Cu, Zn: 10, Mo: 7, Cr, Mn: 5, As, Ni, Pb, Se: 1, Cd: 0.3, Sb, U: 0.2	A2LA	納品から1年間	無	-
16	標準原液	市販単品	1000	ほう素標準液	関東	2018.8.31	-	JCSS	メーカーの保証期限	有	混合標準原液の使用
17	標準原液	市販単品	1000	ほう素標準液	関東	2017.8.31	-	JCSS	メーカーの保証期限	無	-
18	標準原液	市販混合	50	XSTC-1615	SPEX	2018.5.31	Fe: 150, Mo: 35, Al: 20, Cr, Cu, Zn: 10, Ni, Pb, Se: 5, Mn: 4, As: 3, Cd: 1.5, Sb, Ab, U: 1	ilac-MRA	4か月	無	-
19	標準原液	市販単品	1000	ホウ素標準液	和光	2018.7	-	JCSS	メーカーの保証期限	無	-
20	標準液	市販単品	1000	ほう素標準液	関東	2018.8.31	-	JCSS	6か月	無	-
21	標準原液	市販単品	1000	ほう素標準液	和光	2018.1.6	-	JCSS	1年	無	-
22	標準原液	市販単品	1000	1000 µg/mL Boron	SPEX	2017.8.31	-	NIST	メーカーの保証期限	有	検量線の妥当性評価に關するガイドラインが公表された段階で、それを満たすように変更
23	標準液	市販単品	998	ほう素標準液	関東	2018.8.31	-	JCSS	メーカーの保証期限	無	-
24	標準原液	市販混合	50	XSTC-469	SPEX	2017.9.30	Zn, Al, Mn: 50, Cd, Se, Pb, As, Cr, Cu, Ni, Mo: 10, Sb, U: 1	A2LA	1年またはメーカーの保証期限	無	-
25	標準原液	市販単品	1000	ほう素標準液	和光	2018.7	-	JCSS	メーカーの保証期限	無	-
26	標準原液	市販単品	1000	ほう素標準液	関東	2018.8.31	-	JCSS	メーカーの保証期限	無	-
27	標準液	市販単品	1000	ほう素標準液	和光	2018.7.30	-	JCSS	メーカーの保証期限	無	-

機関番号	告示法の名称	種類	濃度 (mg/L)	試薬名	メーカー名	保証(使用)期限	ホウ素以外の元素及び濃度 (mg/L)	市販標準液		今後の標準液変更について	
								トレーサビリティの種類	開封後の使用期間	検討の有無	具体的な内容
28	標準液	市販単品	1000	ほう素標準液	関東	2017. 8	-	JCSS	メーカーの保証期限を越えない範囲で1年以内	有	金属混合標準液の購入
29	標準原液	市販単品	1000	ほう素標準液	関東	2018. 8	-	JCSS	6か月	無	-
30	標準原液	市販単品	1000	ほう素標準液	和光	2018. 7	-	JCSS	メーカーの保証期限	有	標準原液を混合品に変更
31	標準原液	市販単品	1000	ほう素標準液	和光	2018. 2. 28	-	JCSS	メーカーの保証期限	無	-
32	標準液	市販単品	1000	ほう素標準液	和光	2018. 7	-	JCSS	用事調整	無	-

表9 標準原液から調製した金属類混合標準液 (ホウ素を含む)

機関番号	ホウ素の濃度 (mg/L)	標準原液添加量 (mL)	メスフラスコ容量 (mL)	材質	標準原液から調製した金属類混合標準液(ホウ素を含む)				その他の標準液					
					種類	計量器具		調製年月日	使用期限	ホウ素以外の元素及び濃度 (mg/L)	元素名及び濃度 (mg/L)	調製年月日	使用期限	
						容量	材質							容量
01	0.5	未記入	未記入	未記入	未記入	未記入	未記入	未記入	未記入	未記入	未記入	-	-	-
02	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
03	100	20	200	PE	ホールビベット	20 mL	ガラス	2017. 6. 28	6か月	なし	-	-	-	-
04	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
05	10	1	100	PP	マイクロビベット	100~1000 µL	PP	2017. 6. 29	1か月	Fe: 10, Pb, Se: 1, Cd: 0.3	Cd, Se, Pb, As, Cr, Zn, Al, Cu, Mn: 0.1	2017. 6. 28	用時調整	2017. 6. 29
06	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

機関 番号	標準原液から調製した金属混合標準液(ホウ素を含む)										その他の標準液		
	ホウ素 の濃度 (mg/L)	標準原液 添加量 (mL)	メスフラスコ		種類	計量器具		調製 年月日	使用期限	ホウ素以外の元素 及び濃度(mg/L)	元素名及び 濃度(mg/L)	調製 年月日	使用期限
			容量 (mL)	材質		容量	材質						
07	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
08	10, 1	1, 10	100	PP	マイクログ ピペット	50~1000 μL, 100~5000 μL	PP	2017. 6. 30	用時調製	なし	-	-	-
09	1	2	100	ガラス	マイクログ ピペット	1~10 mL	PP	2017. 6. 29	用時調製	Fe: 3, Al: 0.4, Cr, Cu, Zn: 0.2, Pb, Se: 0.1, Mn: 0.08, As: 0.06, Cd: 0.03	-	-	-
10	1	0.1	100	PP	マイクログ ピペット	100~ 1000 μL, 1~10 mL	PP	2017. 7. 4	用時調製	Cd, Se, Pb, As, Cr, Zn, Al, Fe, Cu, Mn: 0.1, 1	-	-	-
11	10	1	100	PE	マイクログ ピペット	1000 μL	PE	2017. 7. 5	用時調製	Fe: 10	①As, Se, Mn: 10 ②Zn, Cu, Pb, Cr: 10 ③Al: 0.1, Cd: 0.01	①②③ 2017. 7. 5	①②③ 用時調製
12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
13	1	0.1	100	PP	マイクログ ピペット、ホー ルピペット	1 mL, 10 mL	PP	2017. 6. 30	用時調製	Fe: 1	Al, Cr, Mn, Cu, Zn, As, Se, Cd, Pb: 0.1	2017. 6. 30	用時調製
14	100	5	50	PP	ホール ピペット	5 mL	ガラス	2017. 6. 19	1か月	なし	-	-	-
15	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
16	100	1	100	PP	ホール ピペット	1 mL	ガラス	2017. 7. 4	原液の 保証期限	Cr, Mn, Cu, Zn, As, Se, Cd, Pb: 1	-	-	-
17	10	1	100	PP	ホール ピペット	1 mL	ガラス	2017. 7. 1	用時調製	未記入	-	-	-
18	5	2.5	25	PEA	マイクログ ピペット	1000 μL	PP	2017. 6. 29	用時調製	Fe: 15, Mo: 3.5, Al: 2, Cr, Cu, Zn: 1, Ni, Pb, Se: 0.5, Mn: 0.4, As: 0.8, Cd: 0.15, Sb, U: 0.1	-	-	-
19	1	0.1	100	PP	マイクログ ピペット	1~10 mL	PP	2017. 6. 28	用時調製	Fe: 1	①Cd, Se, Pb, As, Cr, Zn, Al, Cu, Mn: 0.1 ②Na, Ca, Mg: 100	①② 2017. 6. 28	①② 用時調製

機頭 番号	標準原液から調製した金属混合標準液(ホウ素を含む)										その他の標準液		
	ホウ素 の濃度 (mg/L)	標準原液 添加量 (mL)	メスフラスコ		計量器具		調製 年月日	使用期限	ホウ素以外の元素 及び濃度(mg/L)	元素名及び 濃度(mg/L)	調製 年月日	使用期限	
			容量 (mL)	材質	種類	容量							材質
20	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
21	1	①1 ②10	①② 100	ガラス	①マイク ロピベット ②ホール ピベット	①100~ 1000 µL ②10 mL	①PE ②ガラ ス	2017. 6. 29	未記入	①Pb: 1 ②Fe: 1	①② 2017. 6. 28	①② 用事調整	
22	100, 1, 0.1	1	10, 100, 200	ガラス	マイクロ ピベット	100~1000 µL	PP	2017. 6. 28	Fe: 100, 1, 0.1, Cd, Se, Pb, As, Cr, Zn, Al, Cu, Mn: 10, 0.1, 0.01	Ca, Na: 100, 10 Mg: 50, 5	2017. 6. 28	2021.6. 6. 28	
23	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
24	①5 ②0.5 ③0.05	①10 ②1 ③①を1	①② 100	PFA	未記入	①5 mL ②③1 mL	PP	未記入	未記入	-	-	-	
25	1	1	1000	PP	マイクロ ピベット	100~1000 µL	PP	2017. 6. 28	Fe: 1	①Cd, Se, Pb, As, Cr, Zn, Al, Cu, Mn: 0.1 ②Ca, Na: 100, Mg: 50	①② 2017. 6. 28	①② 用事調整	
26	10	10	50	PE	マイクロ ピベット	0.5~5 mL, 100~1000 µL	PP	2017. 6. 30	なし	-	-	-	
27	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
28	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
29	20	2	100	PP	マイクロ ピベット	100~1000 µL	PP	2017. 6. 30	Se, Al: 4, Pb, Cr, Zn, Cu: 2, Mn: 0.8, Cd: 0.7, As: 0.6	-	-	-	
30	1	①10 ②1	①② 100	ガラス	ホール ピベット	①1, ②10	ガラス	2017. 7. 7	Fe: 1	①Al, As, Cd, Cr, Cu, Mn, Pb, Se, Zn: 0.1 ②Na, Ca: 100	①② 2017. 7. 7	①② 用事調整	
31	0.001	0.05	①10 ②50	①ガラス ②PE	マイクロ ピベット	100~1000 µL	PE	2017. 7. 6	Fe: 0.001	Al, Cr, Mn, Cu, Zn, As, Se, Cd, Pb: 0.0001	2017. 7. 6	用事調整	
32	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	

注) PE:ポリエチレン, PFA:テトラフルオロエチレン(フッ素樹脂), PMP:ポリメチルペンテン, PP:ポリプロピレン

表 10 使用器具及び硝酸

機関 番号	マイクロピペット			硝酸					器具の洗浄方法 【材質】
	使用	校正		製品名	メーカー名	グレード	保証期限	開封後の 使用期限	
		有無	頻度						
01	無	無	-	硝酸	関東	電子工業用	2017. 7. 22	3 か月	①水道水で5回以上すすぐ ②超純水で5回以上入れ替え洗浄 ③5%硝酸溶液に浸漬 ④使用前に超純水で5回以上洗浄 【ポリプロピレン製】
02	有	1回/年	業者委託	Ultrapur-100 硝酸 1.42	関東	超高純度試薬	2017. 9	メーカーの 保証期限	①水道水で5回以上すすぐ ①精製水で5回以上入れ替え洗浄 ②3%硝酸溶液に浸漬 ③使用前に精製水で5回以上洗浄 【ビベット類】
03	無	無	-	硝酸	関東	特級	-	なし	①水道水で5回以上すすぐ ②中性洗剤溶液に一晩つけて洗浄 ③水道水で10回以上すすぐ ④精製水で5回以上洗浄 【その他器具類】
04	有	1回/年	自主点検	硝酸 1.38	関東	Ultrapur	2022. 4. 10	3 か月	①水道水で5回以上すすぐ ②1%塩酸溶液に一晩つけて洗浄 ③精製水で5回以上洗浄 ④超音波洗浄機で15分洗浄 ①超音波洗浄機で15分洗浄 ②水道水で5回以上すすぐ ③精製水で2回以上入れ替え洗浄 ④10%硝酸溶液に浸漬 ⑤水道水で5回以上すすぐ ⑥精製水で2回以上入れ替え洗浄
05	有	使用の 都度	自主点検	硝酸	和光	有害金属測定用	2018. 6. 20	1 年	①水道水で10回以上すすぐ ②超純水ですすぐ ③硝酸溶液に浸漬 ④使用前に超純水で5回以上洗浄 ①水道水で5回以上すすぐ ②精製水で3回以上入れ替え洗浄 ③5%硝酸溶液に浸漬 ⑤使用前に精製水で8回以上洗浄
06	有	無	-	硝酸 1.42	関東	Ultrapur-100	2018. 2. 28	メーカーの 保証期限	



機関 番号	マイクロピペット			硝酸				器具の洗浄方法 【材質】	
	使用	校正		製品名	メーカー名	グレード	保証期限		開封後の 使用期限
		有無	頻度						
07	不明	未記入	-	硝酸(1.42)	和光	電子工業用	2019. 8. 31	メーカーの 保証期限	①水道水で洗浄する ②器具を超音波洗浄剤の入った超音波洗浄機に15分かける ③温水で洗浄する ④5%硝酸で2回洗浄する ⑤精製水で洗浄する ⑥乾燥機で乾燥後、1%硝酸に浸漬する ⑦使用前に精製水で洗浄する
08	有	無	-	硝酸 1.42	関東	Ultrapur-100	2018. 3. 31	メーカーの 保証期限	①蒸留水で3回以上すすぐ ②精製水で2回以上すすぐ ③1%硝酸溶液に浸漬 ④使用前に精製水で3回以上すすぐ 水道水で5回以上すすぐ、精製水で5回以上洗浄 1%硝酸 溶液に浸漬、使用前に精製水で5回以上洗浄
09	有	無	-	硝酸 1.38	関東	有香金属測定用	-	なし	【ポリプロピレン製】 ①水道水で5回以上すすぐ ②精製水で3回以上洗浄 ③5%硝酸溶液に浸漬 ④精製水で5回以上洗浄 ⑤自然乾燥 ⑥使用前に精製水で3回以上洗浄
10	有	有	1回/年 自主点検	硝酸	和光	特級	-	なし	①中性洗剤で洗浄し水道水で10回以上すすぐ ②精製水で5回以上入れ替え洗浄 ③1%硝酸溶液に浸漬し保管 ④使用前に精製水で5回以上洗浄する ①水道水で3回、超純水で3回すすぐ ②硝酸(約1%)に浸し、保管 ③使用前に、超純水ですすぎ、硝酸(1%)で内部を洗浄する ④超純水で3回すすぐ
11	有	無	-	硝酸 1.42	関東	Ultrapur-100	2017. 8. 30	メーカーの 保証期限	①水道水で3回以上洗浄する ②10%硝酸溶液に浸漬する ③使用時は、精製水で3回以上洗浄する 【ポリプロピレンスラスコ】 ①水道水でよく洗浄する ②約1M硝酸溶液に浸漬する ③使用前に精製水で5回以上洗浄する
12	有	有	1回/年 業者委託	硝酸(1.42)	和光	超微量分析用	なし	なし	
13	有	有	1回/月 自主点検	硝酸 1.38	関東	原子吸光分析用	2022. 4	1週間	
14	無	-	-	Ultrapur-100	関東	超高純度試薬	2018. 2	別容器に 分取後 1か月以内	

機関 番号	マイクロピペット			硝酸				器具の洗浄方法 【材質】
	使用	校正		メーカー名	グレード	保証期限	開封後の 使用期限	
		有無	頻度					
15	有	1回/年	業者委託	PlasmaPURE Nitric Acid	SCP SCIENCE	2018. 11	納品から 1年間	①洗剤につけ超音波を60分間かける ②水道水で15回以上すすぐ ③精製水で5回以上すすぐ ④約2%の硝酸溶液に浸ける ⑤使用前に精製水で5回以上すすぐ ①水道水5回以上すすぐ ②精製水で5回以上すすぐ ③飲料水ICPMS専用1%硝酸槽に12時間以上つける ④使用前直前に精製水で5回以上洗浄
16	有	-	-	硝酸	和光	-	なし	①水道水5回以上すすぐ ②精製水で5回以上すすぐ ③飲料水ICPMS専用1%硝酸槽に12時間以上つける ④使用前直前に精製水で5回以上洗浄
17	無	-	-	硝酸(1.38)	シグマアル ドリッチ	2018. 8. 1	1か月	【メスフラスコ(ガラス、PP)及びビペット(ガラス)】 ①精製水で2回以上すすぐ ②1%硝酸溶液に浸漬 ③使用前に精製水で5回以上洗浄する
18	有	1回/年	業者委託	硝酸 1.42	関東	2017. 12. 31	保証期限 まで	①洗浄剤入り超音波洗浄機で10分間超音波洗浄する ②水道水で5回以上すすぐ ③純水で3回以上すすぐ ④超純水で8回以上すすぐ ⑤1%硝酸に浸漬 ⑥使用前に超純水で8回以上すすぐ
19	有	2回/年	自主点検	硝酸	和光	-	1年	①水道水で10回以上すすぐ ②精製水で3回以上入れ替え洗浄 ③5%硝酸溶液に一晩浸す ④水道水で5回以上洗浄し、使用前に精製水で5回以上洗浄 【マイクロピペットのチップ】 洗い捨て
20	有	1回/年	業者委託	硝酸(1.38)	関東	2017. 11. 25	6か月	【ガラス器具、PPA ビーカー、 ポリメチルペンテン製メスフラスコ】 10%程度の硝酸に1日以上浸してから、精製水でよく水洗い する。
21	有	1回/年	自主検査	硝酸	和光	2020. 5. 21	3年	【ポリエチレン製】 試料で2回共洗い
22	有	-	-	硝酸 1.42	関東	2017. 10. 10	メーカーの 保証期限	①フラン等は使用せずに水洗い、必要な場合は(硝酸(H+I))に 漬け置きした後水洗いして常温で乾燥する ②洗浄した器具類は浸漬用硝酸溶液 1+10(ふたのできる合成 樹脂性の容器に満たしたものに浸漬保管する ③浸漬容器から取り出した器具は精製水で充分にすすぎ洗い し、必要に応じてさらに温硝酸溶液(1+10)10mLで3回洗浄し 精製水で充分にすすぎ洗いする

機関番号	マイクロピペット			硝酸					器具の洗浄方法 【材質】
	使用	校正		メーカー名	グレード	保証期限	閉封後の 使用期限		
		有無	頻度					方法	
23	有	有	自主点検	硝酸 1.38	関東	有害金属測定用	2020. 7. 1	3年	未記入
24	有	有	2回/年 使用の 都度	硝酸(1.38)	和光	有害金属測定用	2020. 6. 1	1年	【PFA製】 使用する器具は専用とし、指定された内容・濃度以外の物質は取り扱わない。 ①超純水で4回すすぐ ②1%硝酸溶液で満水にする ③使用時は1%硝酸溶液を捨て、新たな1%硝酸溶液ですすいでから使用する 【ポリプロピレン製】 ①水道水で5回以上すすぐ ②20%硝酸溶液に浸漬 ③RO水で3回以上すすぐ ④超純水で3回以上すすぐ ⑤使用直前に超純水で2回洗浄
25	有	有	使用の 都度	硝酸 1.38	関東	電子工業用 ⅡL	2017. 9. 24	メーカーの 保証期限	【ガラス製】 ①水道水で2, 3回濯ぐ ②器具を中性洗剤の入った超音波洗浄機に5分かける ③水道水で15~20回以上洗い流す ④精製水で2回以上濯ぎ、自然乾燥 【ポリプロピレン製】 ①水道水で4, 5回濯ぐ ②硝酸(1+11)硝酸溶液に一晩浸ける ③水道水で15~20回以上洗い流す ④精製水で2回以上濯いだ後、精製水に一晩浸けた後、自然乾燥
26	有	無		硝酸 1.43	関東	超高純度試薬	2018. 3. 31	半年	
27	有	有	使用の 都度	硝酸(1.42)	和光	超微量分析用		1年	①水道水で5回以上すすぐ ②3%硝酸溶液に浸漬 ③水道水で5回以上すすぐ ④使用前に精製水ですすぐ 【ポリプロピレン製】
28	有	有	使用前 (日常) 点検を 使用の 都度	硝酸 1.38	関東	電子工業用	2017. 9. 16	メーカーの 保証期限を 超えない範 囲で6か月 以内	高濃度試料を取り扱った採取容器及び前処理に使用した器具については、洗剤等(金属の場合は、硝酸1%の希釈液に1晩漬けた後)、通常の洗浄作業を行う。洗浄した器具は、精製水を用いてプランク試験を行う。その結果、汚染がないかを確認してから、使用する。汚染が懸念される場合には、器具の廃棄等を行う。

機関番号	マイクロピペット				硝酸				器具の洗浄方法 【材質】
	使用	校正		製品名	メーカー名	グレード	保証期限	開封後の 使用期限	
		有無	頻度						
29	有	1回/ 3か月	自主点検	E1用硝酸	関東	電子工業用	2017.10. 04	1か月	①水道水で10回以上すすぐ ②精製水で5回以上入れ替え洗浄 ③1%硝酸溶液に浸漬 ④使用前に精製水で5回以上洗浄
30	有	1回/ 3か月	自主点検	硝酸(1.38)	和光	有害金属測定用		なし	①水道水で5回洗浄 ②精製水で5回洗浄 ③1%硝酸溶液で満たす ④使用時に精製水で5回洗浄
31	有	1回/年	自主点検	硝酸	関東	Ultrapur100	2018.2. 28	メーカーの 保証期限	①水道水で10回以上すすぐ ②精製水で3回以上入れ替え洗浄 ③硝酸(1+10)溶液に一晚以上浸漬 ④水道水で10回以上すすぐ ⑤精製水で3回以上入れ替え洗浄
32	無			硝酸(1.38)	和光	精密分析用	なし	なし	【ポリプロピレン製】 ①1%硝酸溶液に浸漬保管 ②超純水でゆすぎ、低温乾燥 ③使用前に超純水洗浄または共洗い

ICP-AES

表 11 前処理及び空試験

機関番号	前処理										空試験				
	1 試料あたり			加熱条件			加熱装置			加熱容器			最終 溶液の 過剰の 有無	実施の 有無	加熱の 有無
	分取量 (mL)	硝酸の 添加量 (mL)	最終 定容量 (mL)	分取量 (mL)	温度 (℃)	時間 (分)	メーカー名	型式	メーカー名	製品名	材質	容量 (mL)			
03	50	1	50	50	180	30	アサヒ理化学製作所	APS-500	IWAKI	コニカルビーカー	ガラス	100	有	有	有
17	50	5	50	50	180	60	LIFFLEX	KHN22-6426	サンプラテック	テフロンビーカー	PFA	200	無	有	有
21	50	5	50	50	120	240	イアス	IAS06-PLA3-2	ジーエル サイエンス	digitube	PP	60	無	有	有
23	50	5	50	50	200	40	広島家電販売	KH-G35B	アズワン	PTFEビーカー	PFA	200	無	有	有

注) PE:ポリエチレン、PFA:テトラフルオロエチレン（フッ素樹脂）、PMP:ポリメチルペンテン、PP:ポリプロピレン

表 12 検量線用標準液及び精製水

機関番号	検量線用標準液						精製水	
	メスフラスコ		計量器具		添加した標準液の濃度 (mg/L)	標準液添加量	メーカー名	装置名
	容量(mL)	材質	名称	容量				
03	100	PE	ホールビベット	1, 2, 4, 6 mL	ガラス	0, 1, 2, 4, 6 mL	メルク(株)	Milli-Q Gradient A 10
17	100	PP	ホールビベット	5, 10, 25, 50 mL	ガラス	0, 5, 10, 25, 50 mL	メルク(株)	Milli-Q Integral3
21	100	ガラス	マイクロビベット	100~1000 µL, 1~10 mL	PE	0, 1, 4, 10, 50 mL	ザルトリウス	ariumu pro
23	50	PP	マイクロビベット	1~10	PP	5, 10, 15, 20, 25 mL	メルク(株)	純水製造装置

注) PE:ポリエチレン、PFA:テトラフルオロエチレン (フッ素樹脂)、PMP:ポリメチルペンテン、PP:ポリプロピレン

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			妥当性評価									
	濃度(µg/L)	重みづけ	濃度(µg/L)	設定方法	実施	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(µg/L)	下限値の評価	検査方法の変更理由	変更時の妥当性評価
03	0, 100, 200, 400, 600	無	100	基準値の 1/10	有	精製水	10	5	4	100	-	-	-
17	0, 50, 100, 250, 500	無	100	基準値の 1/10	有	精製水	5	4	4	250	有	-	-
21	0, 10, 40, 100, 500	無	10	一斉分析項目の下限値に合わせ設定	無	-	-	-	-	-	-	-	-
23	100, 200, 300, 400, 500	無	100	基準値の 1/10	有	精製水	12	6	5	100	-	-	-

表 14 内部標準物質

機関番号	内部標準物質名	告示法の名称	種類	濃度 (mg/L)	試薬名	メーカー名	保証(使用)期限	開封年月日	市販品		混合内部標準液濃度 (mg/L)	調製年月日	使用期限	試験溶液中の内部標準物質濃度 (mg/L)
									開封後の使用期限	自家調製調製年月日				
03	Y	内部標準原液	自家調製	1000	酸化イットリウム、4N	関東	調製後6か月	-	-	-	50	2017.6.13	3か月	5

機関番号	内部標準物質名	告示法の名称	種類	濃度 (mg/L)	試薬名	メーカー名	保証(使用)期限	開封年月日	市販品		自家調製		混合内部標準液濃度 (mg/L)	調製年月日	使用期限	試験溶液中の内部標準物質濃度 (mg/L)
									開封後の使用期限	メーカーの保証期限	調製年月日	調製年月日				
17	Y	内部標準原液	市販単品	1000	イットリウム標準原液	関東	2018. 3. 31	2016. 8. 23	メーカーの保証期限	-	-	5	2017. 7. 1	用時調製	0.5	
21	Y	内部標準原液	市販単品	1000	イットリウム標準液	和光	2018. 4. 27	2017. 4. 28	1年	-	-	5	2017. 6. 29	用事調整	自動添加のため不明	
23	Y	内部標準原液	自家調製	1000	酸化イットリウム	関東	調製後6か月	2016. 6. 9	5年	2017. 6. 13	-	5	2017. 7. 1	用時調製	0.5	

表 15 測定条件及び測定機器

機関番号	測定波長(nm)		キャリヤガス	高周波出力(W)	バックグラウンド補正の有無	注入方法	連続測定 の措置	噴霧器の種類	測定機器		
	ホウ素	内部標準物質							種類	メーカー名	型式
03	249.772	371.029	Ar	1200	有	手動	-	連続噴霧器	Varian	Vista-MPX	2008.5.26
17	249.773	371.080	Ar	1200	有	オートサンプラー	-	連続噴霧器	島津製作所	ICPE-9820	2015. 1. 13
21	249.773	371.080	Ar	1400	有	手動	-	連続噴霧器	Rigaku	CIROS 120	2002. 12. 24
23	249.772	371.029	Ar	1200	有	手動	-	連続噴霧器	エスアイアイ・テクノロジーズ	SFS6100	2006. 6. 5

ICP-MS

表 16 前処理及び空試験

機関番号	前処理											空試験		
	1 試料あたり		加熱条件			加熱装置		加熱容器			最終溶液のろ過の有無		実施の有無	加熱の有無
			分取量 (mL)	濃度の添加量 (mL)	分取量 (mL)	温度 (°C)	時間 (分)	最終定容量 (mL)	メーカー名	型式	メーカー名	製品名		
01	100	1	100	180	60	100	00KOM	HK-360	不明	PTFE ビーカー	PFA	200	有	有
02	50	0.5	50	100	120	50	SCP Science	Digi PREP Jr.24	SCP Science	デジチューブ	PP	50	有	有
04	50	0.5	50	200	90	50	IKA	C-MAG HP10 S27	7ロン工業㈱	PTFE ビーカー	PFA	100	有	有

機関 番号	前処理														最終 溶液の ろ過の 有無		空試験	
	1 試料あたり				加熱装置				加熱容器				容量 (mL)	材質	実施の 有無	加熱の 有無		
	分取量 (mL)	試料の 添加量 (mL)	加熱条件		メーカー名	型式	メーカー名	製品名										
			分取量 (mL)	温度 (°C)					時間 (分)	最終 定容量 (mL)								
05	100	1	50	95	120	50	SCP SCIENCE	Digi PREP MS	SCP SCIENCE	DigiTUBES	PP	50	無	有	有			
06	100	1	15	92	120	15	ヤマト科学	HF200	GLサイエンス	Autosampler tube	PP	15	無	有	無			
07	100	1	100	100	60	100	いすゞ製作所	GA-14S	サンブラテック	PFA 細口ボトル	PFA	100	無	有	無			
08	100	1	15	100	120	15	SCP SCIENCE	DigiPREP MINI	SCP SCIENCE	DigiTUBES	PP	15	無	有	有			
09	2.5	0.5	50	95	100	50	GLサイエンス	DigiPREP MS	GLサイエンス	デジチューブ	PP	50	無	有	有			
10	10	0.1	10	115	120	10	SCP SCIENCE	DigiPREPLS	サンブラテック	NEST	PP	15	無	有	有			
11	100	1	101	170	30	100	ZOJIRUSHI	EA-D型	-	テフロンビンカー	PFA	200	無	有	有			
12	100	1	100	180	90	100	GLサイエンス	DigiPREP HP	不明	不明	PFA	200	無	有	有			
13	50	0.5	50	200	20	50	アドバンテック 東洋㈱	TP-420	フロン工業㈱	B100	PFA	100	無	有	有			
14	50	0.5	50	200	60	50	象印	ホットプレート	-	テフロンビンカー	PFA	200	無	有	有			
15	5.05	0.45	50.5	95	89	50	SCP SCIENCE	デジブレード	SCP SCIENCE	デジチューブ	PP	50	無	有	有			
16	100	1	100	200	30	100	アズワン	EC1200N	-	-	PFA	200	無	未記入	未記入			
18	50	0.5	50	75	150	50	SCP SCIENCE	Digi PREP Jr.	SCP SCIENCE	Digi Tube	PP	50	無	有	有			
19	5	0.5	50	100	80	50	GLサイエンス㈱	Digi PREP MS	GLサイエンス ㈱	デジチューブ	PP	50	無	有	有			
20	5	0.45	50	300	60	50	MASUDA	未記入	ARAM	PFA ビーカー	PFA	50	無	有	有			
22	50	0.5	50	105	90	50	SCP SCIENCE	Digi PREP Jr.	SCP SCIENCE	デジチューブ	PP	50	無	有	有			
24	50	0.5	50	95	100	50	SCP SCIENCE	DigiPREP MS	SCP SCIENCE	DigiTUBE	PP	50	無	有	有			
25	60	0.5	50	95	60	50	ジーエル サイエンス	DigiPREP Jr. 24ブロック	ジーエル サイエンス	DigiTUBES	PP	50	無	有	有			
26	50	0.5	50	110	90	50	アズワン㈱	TA-4030	SCP SCIENCE	DigiTUBES	PP	50	無	有	有			
27	10	1	100	95	60	100	SCP SCIENCE	DigiPREP	SCP SCIENCE	DigiTUBES	PP	100	無	有	有			
28	20	0.2	20	90	90	20	SCPサイエンス	Digi PREP MS	SCPサイエンス	DigiTUBES	PP	50	無	有	有			

機関 番号	前処理											最終 溶液の ろ過の有無		空試験	
	1 試料あたり			加熱条件			加熱装置			加熱容器		容量 (mL)	材質	実施の有無	加熱の有無
	分取量 (mL)	硝酸の 添加量 (mL)	分取量 (mL)	温度 (℃)	時間 (分)	最終 定容量 (mL)	メーカー名	型式	メーカー名	製品名	メーカー名				
												材料	名称	容量	材質
29	100	1	100	150	60	100	アズワン	HPD-3000EZN	アズワン	テフロンビーカー	アズワン	PFA	100	有	有
30	50	0.5	50	80	35	50	アズワン	ND-2	アズワン	ビーカー	アズワン	ガラス	50	有	有
31	50	0.5	50	95	120	50	SCP SCIENCE	Digi PREP Jr	SCP SCIENCE	Digi TUBE	SCP SCIENCE	PP	50	有	有
32	100	1	100	220	45~ 70	80~ 90	アズワン	HI1000	三筒	PTFE ビーカー	三筒	PFA	200	有	有

注) PE:ポリエチレン、PFA:テトラフルオロエチレン(フッ素樹脂)、FMP:ポリメチルペンテン、PP:ポリプロピレン

表 17 検量線用標準液及び精製水

機関 番号	検量線用標準液											精製水	
	メスフラスコ		計量器具			添加した 標準液の 濃度 (mg/L)		標準液添加量		メーカー名	装置名		
	容量(mL)	材質	名称	容量	材質	濃度	濃度	標準液添加量					
01	50	PP	ホールビベット	1~10 mL	PP	0.5	0, 0.5, 1, 1.5, 2, 4, 6, 10 mL	メルク	メルク	SIMPLICITY UV			
02	200, 100, 100, 100, 100	PP	マイクロピベット	50~1000 µL	PP	0.01	0, 200, 200, 400, 1000, 2000 µL	メルク	メルク	Milli-Q integral 5			
04	50	PFA	マイクロピベット	1, 1, 5, 5, 5 mL	PP	1	0.5, 1, 2.5, 5, 10 mL	メルク	メルク	Elix-UV5/Milli-Q ADVANTAGE A10			
05	100	PP	マイクロピベット	100~1000 µL	PP	10	0, 0.1, 0.5, 1, 2 mL	メルク	メルク	MILLI-Q Advantage A10			
06	100	PP	マイクロピベット	1~5 mL, 20~200 µL, 100~1000 µL	PP	①0.1, ②10	0, ①2, 4 mL, ②0.1, 0.2, 0.4, 0.5, 1, 2 mL	メルク	メルク	MILLI-Q Integral 3			
07	100	PFA	ホールビベット	2, 4, 6, 8, 20, 50 mL	ガラス	0.2	2, 4, 6, 8, 20, 50 mL	メルク	メルク	Elix UV 3.Milli-Q Element			
08	100	PP	マイクロピベット	50~1000 µL, 100~5000 µL	PP	1	0, 0.2, 0.5, 1, 1.5, 2, 5, 10 mL	メルク	メルク	SYNERGY UV			
09	200, 100, 100, 100	ガラス	マイクロピベット	200~1000 µL, 1~10 mL	PP	1	0.2, 1, 5, 10 mL	メルク	メルク	MILLI-Q Advantage			
10	100	PP	マイクロピベット	100~1000 µL, 1~10 mL	PP	1	1, 2, 5, 10 mL	メルク	メルク	MILLI-Q Integral 3			



機 関 番 号	検量線用標準液										精製水		
	メスフラスコ		計量器具			添加した 標準液の 濃度 (mg/L)	標準液添加量	メーカー名	装置名				
	容量(mL)	材質	名称	容量	材質								
11	100	PE	ホールピペット	1, 2, 5, 10 mL	ガラス	1	1, 2, 5, 10 mL	メルク	Academic A10				
12	100	PFA	マイクロピペット	10~100 µL, 100~1000 µL	PP	10	0, 50, 80, 100, 200, 400, 1000 µL	メルク	Milli-Q Integral 5L				
13	100	PP	①マイクロピペット ②ホールピペット	①0.2~1 mL ②5, 10 mL	PP	①0.1, ②1	①5 mL, ②1, 2.5, 10 mL	メルク	純水供給型超純水装置				
14	100	PP	ホールピペット	2, 5, 1, 2, 5 mL	ガラス	①0.1, ②1	①2, 5 mL, ②1, 2, 5 mL	メルク	Milli-Q Integral10				
15	デジタル 60	PP	マイクロピペット	10~100 µL, 20~200 µL, 100~1000 µL	PP	10	0, 50, 150, 250, 500 µL	メルク	Milli-Q Advantage A10				
16	100	PP	①マイクロピペット ②ホールピペット	①100~1000 µL ②1, 2 mL	PP	①0.1, ②1	①1 mL, ②0.5, 0.6, 0.7, 1, 2, 4, 8, 20 mL	メルク	advantage5				
18	100	PFA	マイクロピペット	10~300, 50~1000 µL	PP	5	200, 400, 600, 800, 1200 µL	メルク	Milli-Q Integral 10				
19	100	PP	マイクロピペット	100~1000 µL, 1~5, 1~10, 20 mL	PP	1	1, 3, 5, 10, 20 mL	メルク	Simplicity UV				
20	100	PMP	ホールピペット	2, 5, 10, 15, 20 mL	ガラス	1	2, 5, 10, 15, 20 mL	ADVANTEC	RFD342NA aquarius				
22	50	ガラス	①マイクロピペット ②ホールピペット	①1000 µL ②5, 3, 4, 10 mL	①PP ②G	①0.1, ②1	0, ①1, 2, 5 mL, ②3, 4, 10 mL	オルガノ	PURELAB Ultra Analytic				
24	100	PFA	マイクロピペット	1, 5, 1, 5, 1, 2 mL	PP	①0.05 ②0.5, ③5	①1, 5, ②1, 5, ③1, 2 mL	メルク	Milli-Q Integral 5 微量元素分析タイプ				
25	50	PP	マイクロピペット	100~1000, 1000~5000 µL	PP	1	0.5, 3, 5, 10 mL	ADVANTEC	RFU665DA				
26	50	PE	マイクロピペット	100~1000 µL, 0.5~5 mL	PP	①0.2, ②10	①0.5, 2.5, 5, ②0.5, 1 mL	ADVANTEC	RFU665DA				
27	100	ガラス	ホールピペット	2, 5, 10, 20 mL	ガラス	①0.5, ②1	0, ①2, 5, 10, 20, ②20 mL	メルク	Elix Essential 5UV				
28	デジタル 50	PP	マイクロピペット	100~1000 µL	PP	10	500, 600, 750, 850, 1000 µL	メルク	Milli-Q Integral 3				
29	100	PP	マイクロピペット	100~1000 µL, 1~10 mL	PP	2	0, 0.1, 0.4, 1, 4, 10 mL	メルク	Elix-UV10/Milli-Q Gradient A10				
30	10	ガラス	マイクロピペット	50~250, 500~2500 µL	PP	1	100, 200, 500, 1000, 2000 µL	ELGA	PURELAB Flex-3				
31	50	PP	マイクロピペット	100~1000, 500~5000 µL	PP	①0.0001, ②0.001	①1, 2.5, 0.5, ②1, 2.5, 5, 10 mL	メルク	Milli-Q Integral 5				

機関 番号	検量線用標準液						精製水		
	メスフラスコ		計量器具		添加した標準液の濃度 (mg/L)		標準液添加量	メーカー名	装置名
	容量 (mL)	材質	名称	容量	材質	濃度			
32	100	PP	ホールピペット	10, 20, 4, 5, 10 mL	ガラス	①0.1, ②1	0, ①10, 20, ②4, 5, 10 mL	ヤマト科学(株)	WD501UV

注) PE:ポリエチレン、PFA:テトラフルオロエチレン (フッ素樹脂)、PMP:ポリメチルペンテン、PP:ポリプロピレン。

表 18 検量線濃度範囲、定置下限値及び妥当性評価

機関 番号	検量線			定置下限値			妥当性評価							変更時 の妥当 性評価
	濃度 (µg/L)	重み づけ	濃度 (µg/L)	設定方法	実施	用いた 水の種類	真度の評 価に用い た試験数	併行精度 の自由度	室内精度 の自由度	添加濃度 (µg/L)	下限値の 評価	検査方法の 変更理由		
01	0, 5, 10, 15, 20, 40, 60, 100	無	20	再現性試験から 算出	有	精製水	10	5	4	20	-	-	-	
02	0, 10, 20, 40, 100, 200	無	10	一斉分析項目の 下限値 に合わせて設定	有	水道水	10	5	4	10	-	-	-	
04	10, 20, 50, 100, 200	無	10	再現性試験から 算出	有	精製水	10	5	4	100	有	-	-	
05	0, 10, 50, 100, 200	無	10	再現性試験から 算出	有	精製水	10	5	4	10	-	-	-	
06	0, 2, 4, 10, 20, 40, 50, 100, 200	無	2	再現性試験から 算出	有	水道水	10	5	4	10	無	通統分析用の 測定試料濃度 の変更	有	
07	4, 8, 12, 16, 40, 100	無	100	基準値の 1/10	有	精製水	5	24	5	10	有 (詳細に ついては 未記入)	-	-	
08	0, 2, 5, 10, 15, 20, 50, 100	無	2	一斉分析項目の 下限値 に合わせて設定	有	水道水	10	5	4	5	有	市販標準液の 変更、検量線 濃度の変更	有	
09	1, 10, 50, 100	無	100	基準値の 1/10	有	水道水	12	6	5	5	無	-	-	
10	0, 10, 20, 50, 100	無	100	基準値の 1/10	有	精製水	10	5	4	10	-	-	-	
11	10, 20, 50, 100	無	10	再現性試験から 算出	有	精製水	10	10	10	10	-	-	-	
12	0, 5, 8, 10, 20, 40, 100	無	0.6	再現性試験から 算出	無	-	-	-	-	-	-	未記入	-	

機関 番号	検量線		定量下限値		妥当性評価								変更時 の妥当 性評価
	濃度(µg/L)	重み づけ	濃度 (µg/L)	設定方法	実施	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 (µg/L)	下限値の 評価	検査方法の 変更理由	
13	5, 10, 25, 100	無	5	再現性試験から 算出	有	精製水	5	4	4	5	・	-	-
14	2, 5, 10, 20, 50	無	100	基準値の 1/10	有	水道水	5	4	4	100	無	-	-
15	0, 10, 30, 50, 100	無	10	一斉分析項目の 下限値 に合わせて設定	有	精製水	10	5	4	10	・	-	-
16	1, 5, 6, 7, 10, 20, 40, 80, 200	有	1	31	有	精製水	5	4	4	10, 100	無	-	-
18	10, 20, 30, 40, 60	無	10	再現性試験から 算出	有	精製水	25	20	4	10	・	ICP-MS 装置の更新	有
19	10, 30, 50, 100, 200	無	100	基準値の 1/10	有	精製水	5	4	4	100	無	検液、 検査線の変更	有
20	20, 50, 100, 150, 200	無	10	再現性試験から 算出	有	精製水	5	5	2	10	・	-	-
22	0, 2, 4, 10, 60, 80, 200	無	20	再現性試験から 算出	有	水道水	55	50	10	10	無	-	-
24	0, 0.5, 2.52, 5.04, 25.20, 50.40, 100.80	無	0.5	再現性試験から 算出	有	水道水及び 精製水	5	4	-	5	有	-	-
25	0, 10, 60, 100, 200	無	10	一斉分析項目の 下限値 に合わせて設定	有	精製水	25	20	4	10	・	-	-
26	2, 10, 20, 100, 200	有	10	再現性試験から 算出	有	水道水及び 精製水	25	20	4	10	・	-	-
27	0, 10, 25, 50, 100, 200	無	10	基準値の 1/10	有	精製水	10	5	4	10	・	-	-
28	0, 100, 120, 150, 170, 200	無	100	基準値の 1/10	有	水道水	12	5	5	0.1	無	-	-
29	0, 2, 8, 20, 80, 200	無	10	再現性試験から 算出	有	水道水及び 精製水	5	4	4	2	・	-	-
30	0, 10, 20, 50, 100, 200	無	10	再現性試験から 算出	有	水道水及び 精製水	20	4	3	10	・	-	-
31	2, 5, 10, 20, 50, 100, 200	無	2	再現性試験から 算出	有	精製水	10	5	4	10	有	-	-
32	0, 10, 20, 40, 50, 100	無	10	再現性試験から 算出	有	水道水	5	5	4	50	無	-	-

表 19 内部標準物質

機頭 番号	内部 標準 物質名	告示法の 名称	種類	濃度 (mg/L)	試薬名	メーカー 名	保証(使用) 期限	開封 年月日	市販品		混合 内部 標準液 濃度 (mg/L)	調製年月日	使用期限	試験溶液中 の内部標準 物質濃度 (mg/L)
									調製後の 使用期限	自家調製 調製年月 日				
01	Be	内部 標準液	市販 単品	1000	ベリリウム 標準原液	関東	2018.3.31	2016.7.4	メーカーの 保証期限	-	未記入	未記入	未記入	
02	Be	内部標準 原液	市販 単品	1000	ベリリウム 標準原液	関東	2018.11	2017.6.7	メーカーの 保証期限	-	1	2017.6.29	用時調製	濃度は 未記入
03	Y	内部標準 原液	自家 調製	1000	酸化イットリ ウム、4N	関東	調製後6か 月	-	-	2017.6. 18	50	2017.6.19	3か月	5
04	Co	内部標準 原液	市販 混合	0.5	ICP汎用 混合液	西進 商事	2018.5.31	2017.6.28	3か月	-	0.05	2017.6.28	用時調製	0.005
05	Be	内部標準 原液	市販 単品	100	ベリリウム 標準液	和光	2017.11.30	2016.12.22	メーカーの 保証期限	-	0.5	2017.6.29	1年	約0.05
06	Be	内部標準 原液	市販 単品	1000	ベリリウム 標準原液	関東	2018.11.30	2017.6.28	メーカーの 保証期限	-	0.5	2017.6.30	用時調製	0.025
07	Be	内部標準 原液	市販 単品	1008	ベリリウム 標準原液	関東	2018.11.30	2017.6.15	メーカーの 保証期限	-	-	-	-	未記入
08	Be	内部標準 原液	市販 単品	1000	ベリリウム 標準原液	関東	2018.3.31	2016.5.23	メーカーの 保証期限	-	0.05	2017.6.30	用時調製	0.0034
09	Be	内部標準 原液	市販 混合	100	多元素混合標 準液 W-XI	和光	2017.12	2017.6.19	メーカーの 保証期限	-	0.1	2017.6.29	用時調製	0.01
10	Be	内部標準 原液	市販 単品	100	ベリリウム 標準液	和光	2018.10	2017.6.30	メーカーの 保証期限	-	0.05	2017.7.4	用時調製	0.005
11	Be	内部標準 原液	市販 単品	1000	Beryllium	和光	2018.11.26	2015.6.11	メーカーの 保証期限	-	10	2017.7.5	用時調製	0.005
12	Co	内部標準 原液	市販 単品	1000	コバルト 標準液(Co- 1000)	関東	2018.3.31	2017.5.18	メーカーの 保証期限	-	0.5	2017.6.28	都度調製	0.005
13	Be	内部標準 原液	市販 単品	1000	ベリリウム 標準原液	関東	2018.3	2016.7.14	メーカーの 保証期限	-	0.05	2017.6.30	用時調製	0.005
14	Be	内部標準 原液	市販 単品	1003	ベリリウム 標準原液	関東	2018.11	2017.5.17	メーカーの 保証期限	-	0.05	2017.6.29	用時調製	0.005
15	Be	内部標準 原液	市販 単品	1000	PlasmaCAL Standard Beryllium 1000µg/mL	SCP SCIENCE	2018.7	2017.2.17	納品から 1年間	-	0.05	2017.6.29	用時調製	0.005
16	Be	内部標準 原液	市販 単品	未記入	ベリリウム 標準原液	関東	未記入	2017.2.27	2018.8.31	-	-	-	-	未記入

機関 番号	内部 標準 物質名	告示法の 名称	種類	濃度 (mg/L)	試薬名	メーカー 名	保証(使用) 期限	開封 年月日	市販品		自家調製 調製年月 日	混合 内部 標準液 濃度 (mg/L)	調製年月日	使用期限	試験溶液中 の内部標準 物質濃度 (mg/L)
									閉封後の 使用期限	メーカーの 保証期限					
17	Y	内部標準 原液	市販 単品	1000	イットリウム 標準原液	関東	2018. 3. 31	2016. 8. 28	メーカーの 保証期限	-	-	5	2017. 7. 1	用時調製	0.5
18	Y	内部標準 原液	市販 単品	1000	イットリウム 標準原液	関東	2018. 12. 31	2017. 6. 28	4か月	-	-	0.05	2017. 6. 29	用時調製	0.005
19	Co	内部標準 原液	市販 混合	1000	ZSTC-1786	西進 商事	2018. 5	2017. 6. 28	メーカーの 保証期限	-	-	0.1	2017. 6. 28	用時調製	0.009
20	Ga	内部標準 原液	市販 単品	1000	ガリウム 標準液	関東	2018. 8. 31	2017. 6. 30	6か月	-	-	-	-	-	未記入
21	Y	内部標準 原液	市販 単品	1000	イットリウム 標準液	和光	2018. 4. 27	2017. 4. 28	1年	-	-	5	2017. 6. 29	用事調整	自動添加の ため不明
22	Be	内部標準 原液	市販 単品	1000	1000 pg/mL Beryllium 標準液	SPEX CertiPrep	2018. 3. 31	2017. 4. 26	メーカーの 保証期限	-	-	0.05	2017. 6. 28	用時調製	0.005
23	Y	内部標準 原液	自家 調製	1000	酸化 イットリウム	関東	調製後6か 月	2016. 6. 9	5年	2017. 6. 18	5	2017. 7. 1	用時調製	0.5	
24	Co	内部標準 原液	市販 単品	1000	PLCO2-2Y	SPEX	2017. 10. 31	2017. 1. 10	1年または メーカーの 保証期限	-	-	0.05	2017. 6. 29	用時調製	0.005
25	Co	内部標準 原液	市販 単品	1000	コバルト 標準液	和光	2018. 8	2017. 8. 28	メーカーの 保証期限	-	-	0.05	2017. 6. 28	用時調製	0.005
26	Be	内部標準 原液	市販 単品	1000	ベリリウム 標準原液	関東	2018. 11. 30	2017. 6. 30	メーカーの 保証期限	-	-	0.05	2017. 6. 30	用時調製	0.005
27	Be	内部 標準液	市販 単品	100	ベリリウム 標準液	和光	2017. 11. 30	2016. 12. 7	メーカーの 保証期限	-	-	-	-	-	未記入
28	Be	内部 標準液	市販 単品	1000	ベリリウム 標準液	関東	2018. 3	2017. 4. 8	メーカーの 保証期限を 超えない 範囲で1年 以内	-	-	-	-	-	未記入
29	Be	内部標準 原液	市販 単品	1000	ベリリウム 標準原液	関東	2018. 11	2017. 5. 8	6か月	-	-	0.1	2017. 6. 30	1か月	0.005
30	Be	内部標準 原液	市販 単品	1000	ベリリウム 標準原液	関東	2018. 11	2017. 6. 28	メーカーの 保証期限	-	-	0.05	2017. 7. 7	用時調製	濃度は 未記入
31	Be	内部標準 原液	市販 単品	1000	ベリリウム 標準液	関東	2018. 3. 31	2016. 10. 11	メーカーの 保証期限	-	-	0.05	2017. 7. 5	用時調製	0.005
32	Be	内部 標準液	市販 混合	100	多元薬混合標 準液 W-XI	和光	2017. 12	2016. 6. 8	メーカーの 保証期限	-	-	-	-	-	未記入

表 20 測定条件及び測定機器

機関 番号	測定質量数		キャリアガス		高周波 出力 (W)	コリジョン/リアクション法		連続測定の措置			噴霧器の 種類	測定機器			
	ホウ素	内部 標準物質	種類	純度(%)		有 無	コリジョン ガスの種類	リアクション ガスの種類	有 無	設定濃度 (mg/L)		検査線の点 (0を除く)	メーカー名	型式	購入 年月日
01	11	9	Ar	99.999	1600	無	-	-	有	0.05	不明	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7700x	2013. 7. 5
02	11	9	Ar	99.999	1600	有	He	なし	有	0.01	1点目	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7900- ICPMS	2016. 9. 14
04	11	Co	Ar	99.998	1500	無	-	-	有	0.05	3点目	連続 噴霧器	Perkin Elmer	ELAN DRC II	2005. 2. 22
05	11	9	Ar	99.9999	1550	有	He	なし	有	0.1	3点目	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7700x	2011. 8. 24
06	11	Be	Ar	99.99	1600	有	He	なし	有	0.02	4点目	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7500cx	2009. 9. 8
07	9	Be	Ar	99.99	1550	有	He	なし	有	0.012	3点目	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7700X	2011. 12. 6
08	11	9	Ar	99.99	1550	無	-	-	有	0.01	3点目	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7900	2016. 2. 25
09	11	9	Ar	99.999	1550	無	-	-	有	0.01	2点目	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7800	2015. 10. 15
10	11	9	Ar	99.99	1550	有	He	H <sub>2</sub>	有	0.05	3点目	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7900	2015. 6. 1
11	11	9	Ar	99.99	1550	有	H <sub>2</sub>	-	有	0.05	3点目	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7500ce	2005. 2. 14
12	11	Co	Ar	99.995	1600	有	He	-	有	0.02	4点目	連続 噴霧器	Perkin Elmer	Nez ION350	2015. 2. 10
13	11	9	Ar	99.99	1500	有	He	H <sub>2</sub>	有	0.025	3点目	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7500ce	2004. 6. 30
14	11	Be	Ar	99.999	1500	無	-	-	有	0.01	3点目	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7700x	2013. 4. 18
15	11	Be	Ar	99.999	1500	無	-	-	有	0.03	2点目	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7500cx	2007. 12. 20
16	11	Be	Ar	99.999	1600	無	-	-	有	未記入	不明	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7900	2016. 1. 18
18	11	Y	Ar	99.9999	1600	無	-	-	有	0.01	1点目	連続 噴霧器	Perkin Elmer	Nezlon 350XX	2017. 3. 16
19	11	59	Ar	99.999	1550	有	He	なし	有	0.03	2点目	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7700x	2011. 1. 21
20	11	71	Ar	99.999	1600	有	He	H <sub>2</sub>	有	0.1	3点目	連続 噴霧器	Agilent Technologies	7500ce	2004. 10. 7

機関番号	測定物質数		キャリアガス	高出力出力(W)	コリジョン(リアクション)法		連続測定の措置		噴霧器の種類	測定機器					
	ホウ素	内部標準物質			コリジョンガスの種類	リアクションガスの種類	有	無		設定濃度(mg/L)	検査線の点(0を除く)	メーカー名	型式	購入年月日	
22	11	Be	Ar	99.99	1550	有	He	なし	なし	有	0.01	3点目	連続噴霧器	Agilent Technologies ICP-MS 7700x	2011.3.25
24	11	59	Ar	99.999	1500	無	-	-	-	有	0.00504	3点目	連続噴霧器	Perkin Elmer ELAN DRC-e	2009.12.25
25	11	Co	Ar	99.999	1550	有	He	なし	なし	有	0.1	3点目	連続噴霧器	Agilent Technologies 7700x	2013.1.11
26	11	9	Ar	99.99	1550	有	-	He	He	有	0.1	4点目	連続噴霧器	Agilent Technologies 7700x	2011.2.18
27	11	Be	Ar	99.9975	1100	無	-	-	-	有	10	不明	連続噴霧器	Perkin Elmer ELAN DRC-II	2012.4.1
28	11	9	Ar	99.99	1600	有	He	-	-	有	0.15	3点目	連続噴霧器	Agilent Technologies series 7700e	2013.3.29
29	11	Be	Ar	99.999	1550	有	He	-	-	有	0.02	3点目	連続噴霧器	Agilent Technologies 7500cx	2009.10.1
30	11	9	Ar	>99.9	1550	無	-	-	-	有	0.01	1点目	連続噴霧器	Agilent Technologies 7700x	2011.6.25
31	11	9	Ar	99.999	1500	有	He	なし	なし	有	0.01	3点目	連続噴霧器	Agilent Technologies 7500cx	2009.8.28
32	11	9	Ar	99.99	1500	有	He	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	有	0.05	4点目	連続噴霧器	Agilent Technologies 7500cx	2007.9.20

表 21 検査精度が良好でないと評価された機関における精度管理実施後の対応状況に係るアンケート結果

機関番号	統計上データが逸脱した原因として想定される事項	対応策・検討した事項など
32	SOPの濃度範囲だと希釈が必要になった。数値としての差は大きくはないので希釈がうまくいかなかったことが考えられる。一部ガラス器具を使用したことに問題があったかとも考えたが、同様に作成した検査線は良好であるので、この点は除外とした。	今後、サンプル希釈が必要な場合は、2種類の希釈液を作り、測定を行う。ICP-MSの測定レンジは公定法で定める範囲よりずっと広いので、希釈など特別な作業が入ることが少なくなると濃度範囲を定めて欲しい。

# 平成 29 年度 第 1 回水質検査外部精度管理実施要領

## 1. 精度管理対象項目

ホウ素及びその化合物（以下、「ホウ素」という）

## 2. 調査概要及びフロー

参加機関は、千葉県衛生研究所から送付された未知濃度の試料を、通常の水質検査業務と同様の方法（各機関の標準作業書）により濃度を測定し、結果を千葉県衛生研究所（生活環境研究室担当）宛に報告する。千葉県衛生研究所はその報告をとりまとめ、調査結果及び全参加機関の評価を公表する。

### (1) 試料の送付

発送予定：平成 29 年 6 月 26 日（月）※6 月 27 日（火）までに到着予定  
（衛生研究所に來所して受け取る場合、來所日は 6 月 27 日（火））

↓

### (2) 試料の測定

測定開始日時：平成 29 年 6 月 28 日（水）午前 9 時

↓

### (3) 報告書（電子ファイル及び書類）の提出

提出締め切り：平成 29 年 7 月 12 日（水）

↓

### (4) 測定結果の解析及びとりまとめ

暫定結果の通知：平成 29 年 8 月（予定）

↓

### (5) 調査結果の公表

結果公表の通知：平成 30 年 1 月（予定）

## 3. 試料の送付

下表に示す試料を発送する。試料が指定日の午後 4 時までに届かない場合及び到着時に破損していた場合は、千葉県衛生研究所に電話で連絡すること。配送状況を確認のうえ、輸送中の破損や、配送業者による誤配送についてのみ、発送予定日の翌日に再発送する。なお、再発送した試料を用いて試験を行う場合は、試料到着日時を試験開始日時とする。

※連絡先が申込の連絡先と異なるので注意すること。

衛生研究所に來所して受け取る場合は、発送予定日の翌日（6 月 27 日）を來所日とする。

名称	測定項目	送付容器	内容量	備考
無機物試料	ホウ素	100 mL ポリエチレン瓶	約 125mL	・ 20 倍濃縮 ・ 1%硝酸溶液



#### 4. 試料の測定

##### (1) 測定方法

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

測定項目	検査方法（告示法）
ホウ素	別表第 5：誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法
	別表第 6：誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法

##### (2) 測定開始日時

平成 29 年 6 月 28 日（水）午前 9 時を測定開始日時とする。測定開始日時を日常検査における採水日時とし、告示法で示された制限時間内に試験を開始すること。なお、制限時間内であっても、試料開封後は速やかに試験を開始すること。

##### (3) 留意点

- ア 試料到着後、測定開始まで、冷蔵庫等の冷暗所で保存すること。
- イ 試料は正確に 20 倍希釈し、これを試験溶液とし、硝酸は加えられていないものとして前処理以降の操作を行うこと。
- ウ 試料には、ホウ素以外に複数の元素を添加している。20 倍希釈後の試験溶液をさらに希釈する必要がある場合は、精度管理対象項目であるホウ素の測定に最適な倍率で希釈すること。その他の元素の結果については、今後の精度管理項目選定の参考にするため、検量線の範囲外であってもホウ素の測定時に得られた値をそのまま報告書に記入すること。なお、ホウ素以外の結果については、評価及び統計処理は行わない。
- エ 試験溶液について前処理以降の操作を 5 回行い、5 回分の結果を報告書に記載すること。このとき、5 つの試料は別の試料として扱い、さらに希釈が必要な場合は 1 試料ごとに希釈操作を行うこと。
- オ 配付試料は試験に十分な量を送付しているが、試験溶液が余ってもやり直しはしないこと。
- カ 試験終了後の配付試料は、各機関の廃棄方法に従って適正に処分すること。

#### 5. 試験結果報告書

- (1) 報告書の様式は「.xlsx」形式で送付する。
- (2) 入力後、ファイル名を「各機関の機関名」に変更して保存する。  
※書式、記入順序の変更や、ファイル構成等を変更しないこと。
- (3) 報告書の様式「.xls」が必要な場合や、ファイルが開かない等の問合せは、千葉県衛生研究所 ([eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp](mailto:eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp)) に電子メールで行うこと。  
※電話での問合せには対応しないので注意すること。

#### (4) 試験結果報告書入力時の留意点

- ア 得られた試験結果は、各機関が通常実施している手順で濃度を算出し、試験結果報告書には有効数字 3 桁で入力すること。
- イ 試験結果報告書はシート A~E まで該当するすべての回答欄へ記入すること。シート C は検査方法ごとに作成しているの、検査方法をよく確認して記入すること。
- ウ 番号付きの設問は番号で回答し、該当する番号がない場合は、直接具体的に入力すること。
- エ 記入欄に入りきらない設問がある場合は、回答欄に「備考欄へ」と記入のうえ、各シート末尾の備考欄に記入すること。
- オ 該当しない設問への記入は必要ありませんが、「わからない」「行っていない」等の場合は、「- (ハイフン)」にするなど、「記入漏れ」との判別ができるように記入すること。

## 6. 試験結果報告書の提出

### (1) 電子ファイルの提出

- ア エクセルファイルのみ電子メールに添付して、千葉県衛生研究所 ([eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp](mailto:eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp)) に送信する。  
※エクセルファイル以外の電子ファイル（送付状等）は添付しないこと。
- イ メールのは件名は「H29 年度第 1 回精度管理報告書」とする。
- ウ 電子ファイルの受信及び添付ファイルの確認後、受付完了のメールを返送するが、確認には時間を要する場合がある。  
※パスワードには対応するが、添付ファイルが開けない等の不具合については受付しない（受付完了メールは送らない）ので注意すること。

### (2) 書類の提出

下記の書類を A4 サイズ で作成し、提出する。提出方法に指定はないが、料金後納郵便は消印の確認ができないため、送付日が確認できる証明等を付けること。なお、各書類の原本は、各機関で保存すること。

※宛名の間違い、送付物の漏れ等がないよう確認すること。

- ア 試験結果報告書を印刷したもの
  - イ 試験に使用した SOP 及び操作手順を示したフローシート等の写し
  - ウ 測定に係る作業記録（結果の計算過程の記録、試料の希釈についての記録等）の写し
  - エ 測定条件、分析チャート、検量線、結果レポート等の写し
- ※第三者が理解できるよう、試験操作の順番に従って時系列に並べること。

## 7. 提出期限

試験結果報告書の提出期限は測定開始日から14日後とし、期日を下記に示す。なお、試料再発送の場合も提出期限は下表に示す期日とする。

提出期日	書類	電子ファイル
平成29年7月12日(水)	消印有効	午後11時59分

## 8. 評価方法

Grubbsの棄却検定を行い、測定値が5%棄却限界値を超える機関を除外する。

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

評価基準
・Zスコアの絶対値が3以上かつ誤差率が10%を超えた場合
・変動係数が10%を超えた場合

報告書を提出しなかった機関、無効な測定結果及び日常の検査精度に影響のある実施要領違反については測定結果を無効とし、Grubbsの棄却検定から除外する。

## 9. 問合せ先

試料の輸送中の破損及び試料が届かない場合以外（検査結果報告書のファイルが開かない等の不具合があった場合）は、千葉県衛生研究所に [eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp](mailto:eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp) に電子メールで連絡すること。

○千葉県衛生研究所 生活環境研究室（担当：横山、田中）

電話番号：043-266-7983

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

※基本的に、電話での問合せには回答しないので注意すること。

整理番号※	
-------	--

※記入しないでください

## 試験結果報告書(ホウ素及びその化合物)

- ・番号付きの設問は番号で回答し、該当する番号がない場合は、直接入力してください。
- ・記入欄に入りきらない設問がある場合は、回答欄に「備考欄へ」と記入したうえで、各シート末尾の備考欄に記入してください。
- ・該当しない設問への記入は必要ありませんが、「わからない」「行っていない」等の場合は「-」を記入するなど、「記入漏れ」との判別ができるように記入してください。

試験機関名										
試料受取日時	月	日	時	分	試料開封日時	月	日	時	分	
試験開始日時	月	日	時	分	測定開始日時	月	日	時	分	
測定終了日時	月	日	時	分	試験終了日時	月	日	時	分	
試料の保存温度					℃	試験担当者のホウ素の経験年数				年
							*1年未満は切り捨てて記入			

## 測定結果(μg/L)を有効数字2桁で記入

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

## 試験方法

- 別表第5 誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法
- 別表第6 誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法

## 分析項目

一斉分析	1.行った 2.行わなかった	
1の場合	ホウ素以外に一斉分析した項目を全て記入	

## 定量下限値

	定量下限値の濃度	μg/L
設定方法	<ol style="list-style-type: none"> <li>基準値の1/10</li> <li>再現性試験から算出</li> <li>他の一斉分析項目の下限値に合わせて設定</li> </ol>	

標準作業書作成時の妥当性評価実施の有無		1.有 2.無			
1の場合 *標準作業書作成時の妥当性評価の結果について記入	用いた水の種類	1. 水道水 2. 精製水 3. 水道水及び精製水			
		水道水	精製水	定量下限値の評価 *添加濃度が下限値と異なる場合のみ記入	
	添加濃度	µg/L	µg/L	µg/L	
	実施者の人数	人	人	人	
	1人あたりの実施日数	日	日	日	
	1人、1日あたりの実施検体数				
	選択性 添加濃度のピークに対する妨害ピークの割合	1. 1/3未満 2. 1/3以上	1. 1/3未満 2. 1/3以上	1. 1/3未満 2. 1/3以上	
	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				
	真度	%	%	%	
	併行精度(RSD%)	%	%	%	
	室内精度(RSD%)	%	%	%	
	上記項目以外に補足があれば具体的に記入 (例) 選択性、真度、併行精度は1人1日5併行の結果から算出し、室内精度は3人分の結果から算出した				
検査方法等の一部の変更の有無		1.有 2.無			
1の場合	変更内容 (例)キャリアガス変更、移動相の組成変更など				
	妥当性評価の有無	1.有 2.無			
*変更時の妥当性評価について記入	用いた水の種類	1. 水道水 2. 精製水 3. 水道水及び精製水			
		水道水	精製水	定量下限値の評価 *添加濃度が下限値と異なる場合のみ記入	
	添加濃度	µg/L	µg/L	µg/L	
	実施者の人数	人	人	人	
	1人あたりの実施日数	日	日	日	
	1人、1日あたりの実施検体数				
	選択性 添加濃度のピークに対する妨害ピークの割合	1. 1/3未満 2. 1/3以上	1. 1/3未満 2. 1/3以上	1. 1/3未満 2. 1/3以上	
	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					

<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。>

## 試料の取り扱い

配付試料の 20倍希釈	容器	名称	1. メスアラスコ 2. 共栓メスシリンダー	
		容量	* 単位まで記入 (例) 1L	
		材質	1. ガラス 2. ポリエチレン 3. ポリプロピレン	
	計量器具	名称	1. ホールピペット 2. マイクロピペット 3. メスシリンダー	
		容量	* 単位まで記入 (例) 50mL	
		材質	1. ガラス 2. ポリエチレン 3. ポリプロピレン	
精製水	1. 試験に使用した精製水 *1以外の場合は、装置名やメーカー名、 製品名、ロット番号等がわかるように記入			

## 精製水

精製水	1. 市販精製水 2. 精製水製造装置使用				
	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	開封年月日	年 月 日
	2の場合	装置名		メーカー名	

## 硝酸

製品名		メーカー名	
グレード		保証(使用)期限	年 月 日
購入年月日	年 月 日	開封年月日	年 月 日
開封後の使用期間	(例) なし、メーカーの保証期限まで、1週間、3ヵ月、1年など		

## 使用器具

マイクロ ピペット	校正	1. 行っている 2. 行っていない			
		1の場合	直近の校正年月日		年 月 日
			頻度	(例) 使用の都度、1回/年など	
方法	(例) 自主点検、業者委託など				
使用器具の 洗浄方法	(例) *器具の材質で異なる場合は分かるように記入 【ポリプロピレン製】 ①水道水で10回以上すすぐ ②精製水で5回以上入れ替え洗浄 ③1%硝酸溶液に浸漬 ④使用前に精製水で5回以上洗浄				

## 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5 誘導結合プラズマ発光分光分析装置(ICP-AES)による一斉分析法

\* 試験方法が誘導結合プラズマ発光分光分析装置(ICP-AES)による一斉分析法の場合のみ記入

標準原液及び標準液

		1. 市販標準原液(単品) 2. 市販標準原液(混合品) 3. 自家調製液 4. 使用なし				
金属類 標準原液 (ホウ素を含む)	1,2,3の場合	試薬名/製品名	メーカー名			
		ロット番号	開封年月日			
		開封後の使用期間	(例) 用時調製、メーカーの保証期限まで、3ヵ月など			
	1,2の場合	ホウ素の濃度	mg/L	保証(使用)期限	年 月 日	
		トレーサビリティ	(例) なし、JCSS、MRAなど【証明書の写しを提出】			
	2の場合	ホウ素以外の元素及び濃度 *濃度は単位まで記入	(例) 鉄1000mg/L カドミウム・鉛・アルミニウム100mg/Lなど			
	3の場合	調製濃度	mg/L	試薬量	g	
		調製年月日	年 月 日	使用期限	年 月 日	
		調製に 使用した 容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー		
			容量	*単位まで記入 (例) 100mL、10mLなど		
材質	1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン 3. ガラス					
金属類混合 標準液 (ホウ素を含む)	1. 市販標準液(単品) 2. 市販標準液(混合品) 3. 自家調製液					
	1,2の場合	試薬名/製品名	メーカー名			
		ロット番号	開封年月日			
		開封後の使用期間	(例) 用時調製、メーカーの保証期限まで、3ヵ月など			
		ホウ素の濃度	mg/L	保証(使用)期限	年 月 日	
	2,3の場合	ホウ素以外の元素及び濃度 *濃度は単位まで記入	(例) 鉄10mg/L カドミウム・鉛・アルミニウム1mg/Lなど			
		ホウ素の調製濃度	mg/L	調製年月日	年 月 日	
	3の場合	標準原液の添加量	μL	使用期限	年 月 日	
		調製に 使用した 計量器具	名称	1. マイクロピペット 2. ホールピペット		
			容量	*単位まで記入 (例) 100μL、20~200μL、1mLなど		
材質			1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン 3. ガラス			
調製に 使用した 容器		名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー			
		容量	*単位まで記入 (例) 100mL、10mLなど			
	材質	1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン 3. ガラス				
その他標準液① (ホウ素を含まない) *金属類混合標準液以外に調製した標準液がある場合のみ記入	混合した元素及び濃度 *濃度は単位まで記入	(例) カドミウム・ヒ素・アルミニウム1mg/Lなど				
	調製年月日	年 月 日	使用期限	年 月 日		
その他標準液② (ホウ素を含まない) *金属類混合標準液以外に調製した標準液がある場合のみ記入	混合した元素及び濃度 *濃度は単位まで記入	(例) カルシウム10mg/Lなど				
	調製年月日	年 月 日	使用期限	年 月 日		
今後標準液の変更を検討しているか	1. 変更したい 2. 変更の予定はない					
	1の場合	*変更したい点を具体的に記入 (例) 標準原液を混合品に変更、金属混合標準液を購入など				

		ホウ素の測定に用いた内部標準物質名				
		1. 市販標準原液(単品) 2. 自家調製液 3. 使用なし				
内部標準原液 *内部標準法の 場合のみ記入	1,2の場合	試薬名/製品名		メーカー名		
		ロット番号		開封年月日	年 月 日	
		開封後の使用期間		(例) 用時調製、メーカーの保証期限まで、3ヵ月など		
	1の場合	内部標準物質の濃度		mg/L	保証(使用)期限	年 月 日
	2の場合	調製濃度		mg/L	試薬量	g
		調製に 使用した 容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー		
容量			*単位まで記入 (例) 100mL、10mLなど			
材質			1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン 3. ガラス			
調製年月日		年 月 日	使用期限	年 月 日		
内部標準液 *内部標準法の 場合のみ記入		1. 市販標準液(単品) 2. 自家調製液				
		1の場合	試薬名/製品名		メーカー名	
			ロット番号		保証(使用)期限	年 月 日
			内部標準物質の濃度		mg/L	開封年月日
		2の場合	開封後の使用期間		(例) 用時調製、メーカーの保証期限まで、3ヵ月など	
			調製濃度		mg/L	調製年月日
使用期限			年 月 日	添加量	μL	
試験溶液中の内部標準物質濃度					mg/L	

検査線用標準液

選択肢: 「使用した容器」「使用した計量器具」の名称欄及び材質には、下記から番号を選び、該当がない場合は直接記入。

- 容器 1. メスフラスコ  
 計量器具 1. マイクロピペット 2. ホールピペット  
 材質 1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン

選択肢: 「濃度及び名称」の回答欄には、下記から番号を選び、該当がない場合は濃度を直接記入。

1. 金属類混合標準液

ホウ素の検査操作 成用標準液につい てのみ記入	使用した容器			添加した標準液		添加に使用した計量器具		
	名称	材質	容量	濃度及び名称	添加量	名称	材質	容量
	*番号を記入	*番号を記入	*単位まで記入 (例) 100mL 1L	*濃度は 単位まで記入 (例) 標準液5	*単位まで記入 (例) 1mL 100μL	*番号を記入	*番号を記入	*単位まで記入 (例) 10~100μL 1~10mL
(例)	1	ガラス	100mL	200μg/L	500μL	1	2	500μL
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								
標準液8								
標準液9								
標準液10								



前処理及び測定方法 \*20倍希釈後の試料について記入してください。

試料の希釈	1. 20倍希釈後の試料を更に希釈した 2. そのまま測定した					
	1の場合	希釈倍率 *20倍希釈後に更に希釈した倍率を記入		倍		
		タイミング	1. 前処理前 2. 前処理後 3. 前処理を行っていない			
			様式	1. 告示法に従った *1以外の場合は、理由を具体的に記入		
		容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー		
			容量	*単位まで記入 (例) 100mL, 50mLなど		
			材質	1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン 3. ガラス		
		計量器具	名称	1. マイクロピペット 2. ホールピペット		
容量	*単位まで記入 (例) 20~200μL, 50mLなど					
材質	1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン 3. ガラス					
精製水	1. 試験に使用した精製水 *1以外の場合は、装置名やメーカー名、製品名、ロット番号等がわかるように記入					
前処理	1試料あたりの分取量			mL		
	1試料あたりの硝酸の添加量			mL		
	加熱の有無		1. 有 2. 無			
	1の場合	加熱に用いた試料の分取量	mL	加熱温度	℃	
		加熱時間	分	加熱後の最終定容量	mL	
		加熱装置	メーカー名	型式		
		加熱容器	材質	容量		
			メーカー名	製品名		
最終溶液のろ過の有無		1. 有 2. 無				
空試験の加熱の有無		1. 有 2. 無 3. 空試験を実施していない				
測定	1. 内部標準法 2. 絶対検量線法					
	定量計算法	検量線の重みづけの有無		1. 有 2. 無		
	測定波長	ホウ素	nm	内部標準物質	nm	
	キャリアガス	種類		純度	%	
	測定条件	高周波出力			W	
		バックグラウンド補正の有無		1. 有 2. 無		
	試料注入	1. 自動(オートサンプラー) 2. 手動				
1の場合		連続測定の措置として測定している試料の調製濃度		mg/L		
噴霧器の種類		1. 連続噴霧器 2. 超音波噴霧器				
使用機器 (ICP-AES)	メーカー名		型式			
	購入年月日		年 月 日			

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6 誘導結合プラズマ質量分析装置(ICP-MS)による一斉分析法

\*1 試験方法が誘導結合プラズマ質量分析装置(ICP-MS)による一斉分析法の場合のみ記入

標準原液及び標準液

		1. 市販標準原液(単品) 2. 市販標準原液(混合品) 3. 自家調製液 4. 使用なし			
金属類 標準原液 (ホウ素を含む)	1,2,3の場合	試薬名/製品名		メーカー名	
		ロット番号		開封年月日	
		開封後の使用期間	(例) 用時調製、メーカーの保証期限まで、3ヵ月など		
	1,3の場合	ホウ素の濃度	mg/L	保証(使用)期限	年 月 日
		トレーサビリティ	(例) なし、JCSS、MRAなど【証明書の写真提出】		
	2の場合	ホウ素以外の元素及び濃度 *濃度は単位まで記入	(例) 鉄1000mg/L カドミウム・鉛・アルミニウム100mg/Lなど		
		調製濃度	mg/L	試薬量	g
	3の場合	調製年月日	年 月 日	使用期限	年 月 日
		調製に 使用した 容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー	
			容量	*単位まで記入 (例) 100mL、10mLなど	
材質			1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン 3. ガラス		
金属類混合 標準液 (ホウ素を含む)	1. 市販標準液(単品) 2. 市販標準液(混合品) 3. 自家調製液				
	1,2の場合	試薬名/製品名		メーカー名	
		ロット番号		開封年月日	
		開封後の使用期間	(例) 用時調製、メーカーの保証期限まで、3ヵ月など		
		ホウ素の濃度	mg/L	保証(使用)期限	年 月 日
	2,3の場合	トレーサビリティ	(例) なし、JCSS、MRAなど【証明書の写真提出】		
		ホウ素以外の元素及び濃度 *濃度は単位まで記入	(例) 鉄10mg/L カドミウム・鉛・アルミニウム1mg/Lなど		
	3の場合	ホウ素の調製濃度	mg/L	調製年月日	年 月 日
		標準原液の添加量	μL	使用期限	年 月 日
		ホウ素以外に混合した元素及び濃度 *濃度は単位まで記入	(例) 鉄10mg/L カドミウム・鉛・アルミニウム1mg/Lなど		
調製に 使用した 計量器具		名称	1. マイクロピペット 2. ホールピペット		
		容量	*単位まで記入 (例) 100μL、20~200μL、1mLなど		
		材質	1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン 3. ガラス		
調製に 使用した 容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー			
	容量	*単位まで記入 (例) 100mL、10mLなど			
	材質	1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン 3. ガラス			
その他標準液① (ホウ素を含まない) ※金属類混合標準液以外に調製した標準液がある場合に記入	混合した元素及び濃度(mg/L)	(例) カドミウム・ヒ素・アルミニウム1mg/L			
	調製年月日	年 月 日	使用期限	年 月 日	
その他標準液② (ホウ素を含まない) ※金属類混合標準液以外に調製した標準液がある場合に記入	混合した元素及び濃度(mg/L)	(例) カルシウム10mg/Lなど			
	調製年月日	年 月 日	使用期限	年 月 日	
今後標準液の変更を検討しているか	1. 変更したい 2. 変更の予定はない				
	1の場合	*変更したい点を具体的に記入 (例) 標準原液を混合品に変更、金属混合標準液を購入など			

		ホウ素の測定に用いた内部標準物質名			
		1. 市販標準原液(単品) 2. 市販標準原液(混合品) 3. 自家調製液 4. 使用なし			
内部標準原液 *内部標準法の 場合のみ記入	1,2,3の場合	試薬名/製品名		メーカー名	
		ロット番号		開封年月日	年 月 日
		開封後の使用期間	(例) 用時調製、メーカーの保証期限まで、3ヵ月など		
	1,2の場合	内部標準物質の濃度	mg/L	保証(使用)期限	年 月 日
	3の場合	調製濃度	mg/L	試薬量	g
		調製に 使用した 容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー	
容量			*単位まで記入 (例) 100mL、10mLなど		
材質			1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン 3. ガラス		
調製年月日	年 月 日	使用期限	年 月 日		
混合 内部標準液 *内部標準法の 場合のみ記入	1. 市販標準液(単品) 2. 市販標準液(混合品) 3. 自家調製液				
	1,2の場合	試薬名/製品名		メーカー名	
		ロット番号		保証(使用)期限	年 月 日
		内部標準物質の濃度	mg/L	開封年月日	年 月 日
	3の場合	開封後の使用期間	(例) 用時調製、メーカーの保証期限まで、3ヵ月など		
		調製濃度	mg/L	調製年月日	年 月 日
		使用期限	年 月 日	添加量	μL
試験溶液中の内部標準物質濃度				mg/L	

検量線用標準液

選択肢: 「使用した容器」「使用した計量器具」の名称欄及び材質には、下記から番号を選び、該当がない場合は直接記入。

- 容器 1. メスフラスコ  
計量器具 1. マイクロピペット 2. ホールピペット  
材質 1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン

選択肢: 「濃度及び名称」の回答欄には、下記から番号を選び、該当がない場合は濃度を直接記入。

1. 金属類混合標準液

ホウ素の検量線作成用標準液についてのみ記入	使用した容器			添加した標準液		添加に使用した計量器具		
	名称	材質	容量	濃度及び名称	添加量	名称	材質	容量
	*番号を記入	*番号を記入	*単位まで記入 (例) 100mL 1L	*濃度は 単位まで記入 (例) 標準液5	*単位まで記入 (例) 1mL 100μL	*番号を記入	*番号を記入	*単位まで記入 (例) 10~100μL 1~10mL
(例)	1	ガラス	100mL	200μg/L	500μL	1	2	500μL
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								
標準液8								
標準液9								
標準液10								

前処理及び測定方法 \*20倍希釈後の試料について記入してください。

試料の希釈	1. 20倍希釈後の試料を更に希釈した 2. そのまま測定した					
	希釈倍率 *20倍希釈後に更に希釈した倍率を記入			倍		
	タイミング	1. 前処理前 2. 前処理後 3. 前処理を行っていない				
		根拠	1. 告示法に従った *1以外の場合は、理由を具体的に記入			
	容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー			
		容量	*単位まで記入 (例) 100mL、50mLなど			
		材質	1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン 3. ガラス			
	計量器具	名称	1. マイクロピペット 2. ホールピペット			
		容量	*単位まで記入 (例) 20~200µL、50mLなど			
		材質	1. ポリエチレン 2. ポリプロピレン 3. ガラス			
精製水	1. 試験に使用した精製水 *1以外の場合は、装置名やメーカー名、製品名、ロット番号等がわかるように記入					
前処理	1試料あたりの分取量			mL		
	1試料あたりの硝酸の添加量			mL		
	加熱の有無		1. 有 2. 無			
	1の場合	加熱に用いた試料の分取量	mL	加熱温度	℃	
		加熱時間		分	加熱後の最終定容量	mL
		加熱装置	メーカー名	型式		
		加熱容器	材質	容量		
			メーカー名	製品名		
		最終溶液のろ過の有無		1. 有 2. 無		
	空試験の加熱の有無	1. 有 2. 無 3. 空試験を実施していない				
測定	定量計算法	1. 内部標準法 2. 絶対検量線法				
	検量線の重みづけの有無		1. 有 2. 無			
	測定質量数	ホウ素	内部標準物質			
	キャリアガス	種類	純度 %			
	測定条件	高周波出力			W	
		コリジョン/リアクション法の使用の有無		1. 有 2. 無		
		1の場合	コリジョンガス	(例) ヘリウム、水素		
	リアクションガス		(例) 使用なし、メタン、酸素			
	試料注入	1. 自動(オートサンプラー) 2. 手動				
		1の場合	連続測定の措置として測定している試料の調製濃度		mg/L	
噴霧器の種類		1. 連続噴霧器 2. 超音波噴霧器				
使用機器 (ICP-MS)	メーカー名	型式				
	購入年月日	年	月	日		

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。>

## 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
濃度(μg/L) *得られた数値を そのまま記入	シートAで記入済					
ホウ素の発光強度 またはイオン強度						
内部標準物質の 発光強度またはイオン強度						
強度比						
測定開始時間 (例) 10:10						
測定モード (例) ヘリウム、酸素など						

↑ \*ICP-MSで測定した場合、測定に使用したガスの種類を試料ごとに記入し、2種以上のモードを採用した場合のみ、次項の検量線データに、それぞれの検量線情報を記入

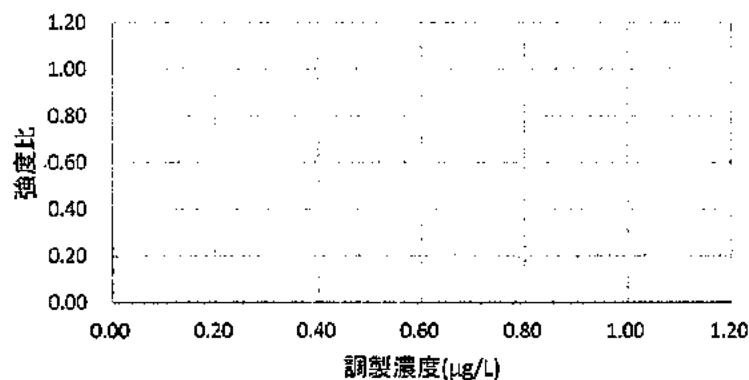
## 検量線データ

測定モード *ICP-MSのみ記入	(例) ヘリウム、水素、酸素など				
検量線	$y =$	$x \times +$	直線性	$r^2 =$	

↑ 切片がマイナスになる場合は「-」を記入

ホウ素の検量線として 使用している 点のみ記入	設定濃度(μg/L)	ホウ素の発光強度 またはイオン強度	内部標準物質の 発光強度または イオン強度	強度比	測定開始時間 (例) 10:10
標準液1	μg/L				
標準液2	μg/L				
標準液3	μg/L				
標準液4	μg/L				
標準液5	μg/L				
標準液6	μg/L				
標準液7	μg/L				
標準液8	μg/L				
標準液9	μg/L				
標準液10	μg/L				

## ホウ素及びその化合物



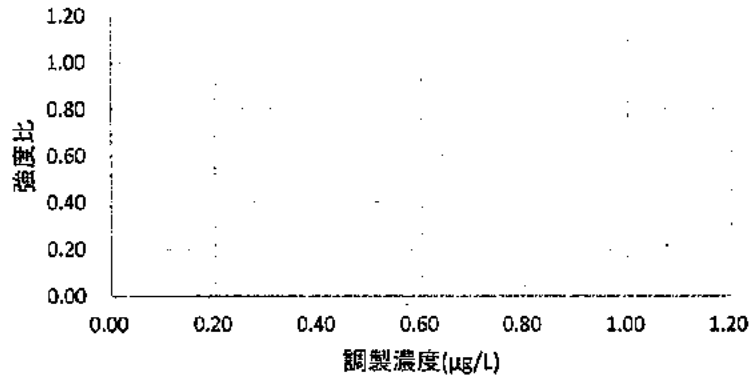
\*5試料の測定で、試料ごとに測定モードが異なる場合に記入

測定モード *ICP-MSのみ記入		(例) ヘリウム、水素、酸素など				
検量線	y=		x x +	直線性	r <sup>2</sup> =	

↑切片がマイナスになる場合は「-」を記入

ホウ素の検量線として使用している点のみ記入	設定濃度(μg/L)	ホウ素の発光強度またはイオン強度	内部標準物質の発光強度またはイオン強度	強度比	測定開始時間 (例) 10:10
標準液1	μg/L				
標準液2	μg/L				
標準液3	μg/L				
標準液4	μg/L				
標準液5	μg/L				
標準液6	μg/L				
標準液7	μg/L				
標準液8	μg/L				
標準液9	μg/L				
標準液10	μg/L				

ホウ素及びその化合物



## その他の測定データ

\*今回の精度管理試料には、ホウ素以外の元素も添加しています。試験はホウ素の最適条件で行っていると思いますので、その他の元素のために、ホウ素と異なる希釈を行う等の操作は必要ありません。検量線の範囲外であつて構いませんので、得られた測定値を記入してください。今後の精度管理項目選定の参考とさせていただきます。  
 なお、その他の項目の測定値に関しては、評価及び統計処理は行いません。

鉛及びその化合物	空試験	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5
濃度(µg/L)						
亜鉛及びその化合物	空試験	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5
濃度(µg/L)						
アルミニウム及びその化合物	空試験	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5
濃度(µg/L)						
鉄及びその化合物	空試験	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5
濃度(µg/L)						

## 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)。

今回提出いただいた精度管理結果は、評価して今後の検査作業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、検査結果はホームページなどで公表いたしますが、機関名・個別の信託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

ベンゼン

##### (2) 検査方法

ベンゼンは「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法」(平成15年厚生労働省告示第261号)(以下「告示法」という。)の別表第14「パージ・トラップーガスクロマトグラフィー質量分析計による一斉分析法」(以下「P&T-GC/MS法」という。)又は別表第15「ヘッドスペースーガスクロマトグラフィー質量分析計による一斉分析法」(以下「HS-GC/MS法」という。)で試験するよう規定されている。

##### (3) 参加機関

32 機関

なお、参加機関の内訳は、水道事業者が9機関、地方公共団体が1機関、登録水質検査機関が22機関であった。

##### (4) 試験溶液の設定濃度

水質基準値 0.01 mg/L の 30 %程度に相当する試料濃度の測定精度を確認することを目的として、試験溶液の濃度を設定した。ただし実際に配付する試料の濃度は、試料調製日から測定日までの安定性を考慮し、20 倍の濃度とした。また、「平成29年度第2回水質検査外部精度管理実施要領」(以下「実施要領」という。)において、配付した試料を参加機関が希釈し試験溶液とするよう規定した。

配付試料調製後、泡立てないように分注・梱包し発送まで冷蔵庫(4℃)に保存した。

以下、配付試料について示した。

#### ア 標準品及び試薬

- ・「ベンゼン標準原液」1000 mg/L  
(関東化学株式会社製 Lot No. 802H2050 保証期限 2019年2月末)
- ・「1,4-ジオキサン標準原液」1000 mg/L  
(関東化学株式会社製 Lot No. 904H1992 保証期限 2018年4月末)
- ・「塩酸 有害金属測定用」  
(和光純薬工業株式会社製 Lot No.DSF3446)

#### イ 試料調製用精製水

千葉県衛生研究所(以下「当所」という。)で製造した超純水を使用した。

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

#### ウ 配付試料の調製

平成 29 年 9 月 22 日に 36 L ステンレス製タンクに 5 L メスフラスコを用いて超純水を約 30 L 採水し、冷蔵室 (4 °C) で保管した。試料調製日 (平成 29 年 9 月 25 日) の朝に冷蔵室から取り出し、塩酸 30 mL、ベンゼン標準原液 (1000 mg/L) 3 mL 及び 1,4-ジオキサン標準原液 (1000 mg/L) 4 mL を添加し、スターラーを用いて 5 分間攪拌したものを配付試料とした。

#### エ 配付試料の梱包及び配付方法

「100 mL 褐色ガラス瓶+ポリテトラフルオロエチレン貼り蓋」70 本に試料を注ぎ、褐色ガラス瓶の破損を防止するためわずかな気層を残しほぼ満水とした (試料量は約 170 mL)。蓋を閉めた後パラフィルムで固定し、これをファスナー付きビニール袋 (ラミジップスタンドタイプ) に封入した後、ダンボール箱に入れ、ガムテープで封をし、冷蔵室 (4 °C) で保存した。調製日の午後、29 機関分の配付試料の冷蔵配送を配送業者に依頼した。3 機関に対しては調製日翌日に、当所にて直接配付試料を配付した。

#### 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の確認

配付試料の容器間の均一性を確認するために、調製した配付試料 70 本からランダムに 5 本の試料を抜き取り、調製日当日 (0 日目) に HS-GC/MS 法に従い測定した。

次に、配付試料における保存期間中の濃度変化を経時的に確認するために、配付試料を実施要領に基づいて保存し、試料調製後 2 日目、3 日目、7 日目及び 9 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「外部精度管理開始日時」、3 日目は告示法で示されている試験実施期限の「24 時間目」に該当する。

結果を表 1 に示した。なお、測定対象物質の特性を考慮し、1 つの容器から 3 回測定した値の中央値を採用した。ベンゼンの全測定濃度の平均値は 3.230 µg/L であり、変動係数は 1.96 %であった。このことから、配付した試料の容器間の均一性が確認された。また、保存期間中の濃度変化はなく、実施要領で規定した手順、調製に用いた機材及び容器による影響を受けないと判断した。

表1 配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化

	容器別測定値 <sup>1),2)</sup> (µg/L)					平均値 (µg/L)	標準偏差 (µg/L)	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
0日目	3.28	3.22	3.31	3.23	3.22	3.252	0.0409	1.26
2日目	3.27	3.17	3.23	3.23	3.30	3.240	0.0490	1.51
3日目	3.27	3.32	3.21	3.23	3.28	3.262	0.0432	1.33
7日目	3.23	3.14	3.12	3.20	3.24	3.186	0.0537	1.68
9日目	3.33	3.25	3.26	3.07	3.15	3.212	0.1021	3.18
平均 (n=25)						3.230	0.0633	1.96

注1) 測定値の数値の丸め方は JIS Z 8401 による。

注2) 測定値は1つの容器から3回測定した値の中央値である。

#### (5) 実施期間

ア 試料発送年月日

平成 29 年 9 月 25 日 (月)

イ 報告書等の提出期限

電子ファイル：平成 29 年 10 月 11 日 (水) 午後 11 時 59 分

書類 (紙)：平成 29 年 10 月 11 日 (水) 消印有効

#### (6) 実施方法

参加機関は、実施要領で規定したとおりに試験溶液を調製し、各機関の検査実施標準作業書 (以下「SOP」という。) に従い試験を行い、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。

#### (7) 評価基準

参加機関の報告値の平均値を用いて、危険率 5 % で Grubbs の棄却検定を行い、棄却された機関を除き 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

参加機関数は 32 であったが、報告書で求めた単位とは異なる単位で報告したと推察された 1 機関、実施要領において 20 倍希釈したものを試験溶液とするよう規定していたにも関わらず、20 倍の値を報告したと推察された 1 機関はデータを除去した。したがってデータ数は 30 であった。

## (2) 実施結果

30 機関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、29 機関の報告値の平均値を基に No.01 から 29 まで昇順により番号付けを行った。以降、当該昇順番号を機関番号としてデータ集計した。29 機関における報告値を表 2-1 に示した。

また、Grubbs の棄却検定で棄却された機関を No.30、除去された機関は報告値の平均値を基に昇順により No.31、32 と番号付けを行い、当該昇順番号を機関番号とした。除去及び棄却された機関における報告値を表 2-2 に示した。なお、除去及び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形式で原因究明を行った。

表 2-1 参加機関（除去及び棄却された機関を除く）における試験溶液の報告値

機関 番号 <sup>1)</sup>	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 <sup>2)</sup>	誤差率 <sup>3)</sup> (%)
		1	2	3	4	5					
01	HS-GC/MS 法	2.88	2.92	2.93	2.93	2.96	2.924	0.0288	0.99	-1.8	-11.2
02	HS-GC/MS 法	2.92	2.94	2.92	2.98	2.94	2.930	0.0100	0.34	-1.7	-11.1
03	HS-GC/MS 法	3.02	3.07	3.07	3.04	3.08	3.056	0.0251	0.82	-1.1	-7.2
04	HS-GC/MS 法	3.09	3.13	2.97	3.07	3.05	3.062	0.0593	1.94	-1.1	-7.0
05	HS-GC/MS 法	3.12	3.07	3.05	3.11	3.03	3.076	0.0385	1.25	-1.0	-6.6
06	HS-GC/MS 法	3.12	3.12	3.10	3.07	3.00	3.082	0.0502	1.63	-1.0	-6.4
07	HS-GC/MS 法	3.11	3.15	3.08	3.09	3.17	3.120	0.0387	1.24	-0.8	-5.3
08	P&T-GC/MS 法	3.15	3.11	3.12	3.15	3.12	3.130	0.0187	0.60	-0.8	-5.0
09	HS-GC/MS 法	3.19	3.22	3.28	3.16	3.18	3.206	0.0467	1.46	-0.4	-2.7
10	P&T-GC/MS 法	3.17	3.21	3.18	3.23	3.26	3.210	0.0367	1.14	-0.4	-2.6
11	HS-GC/MS 法	3.24	3.25	3.24	3.11	3.23	3.214	0.0586	1.82	-0.4	-2.4
12	P&T-GC/MS 法	3.28	3.45	3.15	3.36	3.04	3.256	0.1635	5.02	-0.2	-1.2
13	HS-GC/MS 法	3.27	3.26	3.26	3.27	3.23	3.258	0.0164	0.50	-0.2	-1.1
14	HS-GC/MS 法	3.35	3.27	3.31	3.24	3.30	3.294	0.0416	1.26	0.0	0.0
15	P&T-GC/MS 法	3.27	3.30	3.31	3.29	3.30	3.294	0.0152	0.46	0.0	0.0
16	P&T-GC/MS 法	3.48	3.42	3.39	3.21	3.01	3.302	0.1918	5.81	0.0	0.2
17	P&T-GC/MS 法	3.34	3.37	3.36	3.26	3.26	3.318	0.0540	1.63	0.1	0.7
18	P&T-GC/MS 法	3.46	3.33	3.33	3.28	3.29	3.338	0.0719	2.15	0.2	1.3
19	P&T-GC/MS 法	3.37	3.37	3.48	3.20	3.33	3.350	0.1007	3.01	0.3	1.7
20	HS-GC/MS 法	3.31	3.49	3.43	3.39	3.31	3.386	0.0780	2.30	0.4	2.8
21	P&T-GC/MS 法	3.63	3.30	3.48	3.34	3.31	3.412	0.1417	4.15	0.6	3.6
22	P&T-GC/MS 法	3.45	3.43	3.49	3.37	3.33	3.414	0.0639	1.87	0.6	3.6
23	HS-GC/MS 法	3.42	3.51	3.49	3.52	3.50	3.485	0.0396	1.14	0.9	5.9
24	P&T-GC/MS 法	3.53	3.55	3.57	3.52	4.12	3.658	0.2590	7.08	1.7	11.1
25	HS-GC/MS 法	3.65	3.66	3.66	3.68	3.67	3.664	0.0114	0.31	1.8	11.2
26	HS-GC/MS 法	3.64	3.64	3.65	3.76	3.69	3.676	0.0513	1.40	1.8	11.6
27	P&T-GC/MS 法	3.87	3.87	3.85	3.76	3.73	3.816	0.0662	1.73	2.5	15.8
28	P&T-GC/MS 法	3.93	4.44	4.03	3.85	3.92	4.034	0.2359	5.85	3.5	22.5
29	P&T-GC/MS 法	4.16	4.50	4.82	4.06	4.67	4.442	0.3255	7.33	5.5	34.9

注1) 機関番号（除去及び棄却された機関を除く）は、試験溶液の報告値の平均値を、小から大に並び替えたデータ集計用の番号である。

注2) Zスコアは中央値から計算した。

注3) 誤差率は中央値からの誤差で計算した。

表 2-2 除去及び棄却された機関における試験溶液の報告値

機関番号	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 (%)
		1	2	3	4	5			
30	P&T-GC/MS 法	6.23	6.03	5.93	5.97	5.87	6.006	0.1381	2.30
31	HS-GC/MS 法	0.00309	0.00303	0.00296	0.00300	0.00301	0.003018	0.000048	1.58
32	HS-GC/MS 法	59.3	59.0	59.1	58.5	57.8	58.74	0.6025	1.03

(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 (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	29
最大値 (µg/L)	4.442
第 3 四分位 (µg/L)	3.414
中央値 (µg/L)	3.294
第 1 四分位 (µg/L)	3.130
最小値 (µg/L)	2.924
標準偏差 (µg/L)	0.331
平均値 (µg/L)	3.359

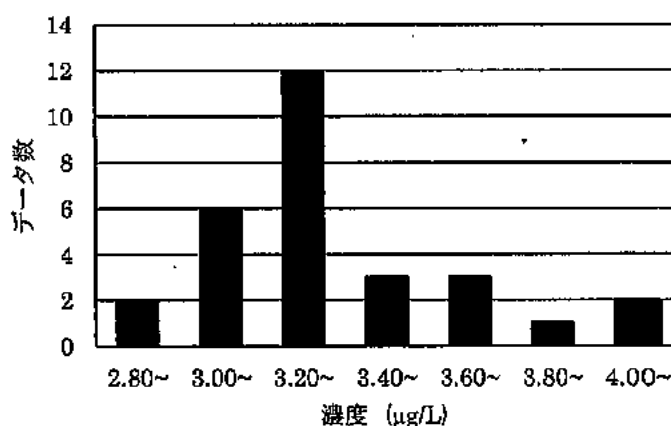


図 1 各機関における報告値 (平均値) のヒストグラム

(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

2 機関 (機関番号 28、29) が該当した。

イ 報告値の変動係数が 20 % を超えた機関

該当する機関はなかった。

以上より、検査精度が良好でないと評価された機関が 2 機関あった。このため検査精度が良好でないと評価された 2 機関に対して、精度管理実施後の対応状況についてアンケート形式で原因究明を行った。

3 データ集計及び解析

(1) 試験担当者の経験年数

試験担当者の経験年数別の基本統計量を表 4 に示した。5 年未満群と 5 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	3.233	0.0011	0.033	1.01
1年以上5年未満	11	3.394	0.1751	0.418	12.33
5年以上10年未満	7	3.436	0.0492	0.222	6.45
10年以上	9	3.284	0.1100	0.332	10.10

(2) 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、24時間以内に試験する」と規定されている。全29機関において試料は2~10℃で保存されており、外部精度管理開始日時から24時間以内に試験を開始していた。

(3) 試験方法

試験方法は、P&T-GC/MS法に従い実施した機関が14機関、HS-GC/MS法に従い実施した機関が15機関であった。

試験方法別の基本統計量を表5に示した。P&T-GC/MS法群とHS-GC/MS法群でt検定を行ったところ、報告値に有意差が認められた(有意水準5%)。

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 (%)
P&T-GC/MS法	14	3.498	0.1351	0.368	10.51
HS-GC/MS法	15	3.229	0.0560	0.237	7.33

(4) 試験溶液の調製

希釈に用いた精製水は、超純水製造装置で製造した精製水を使用した機関が14機関、ミネラルウォーターを使用した機関が15機関あった。精製水別の基本統計量を表6に示した。超純水製造装置群とミネラルウォーター群で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%)。

全29機関がホールピペットとメスフラスコを用いて希釈しており、容量から実施要領で規定したとおり20倍希釈されていたことが確認された。

表6 精製水別の基本統計量

精製水	機関数	平均値 ( $\mu\text{g/L}$ )	分散	標準偏差 ( $\mu\text{g/L}$ )	変動係数 (%)
超純水製造装置	14	3.347	0.0691	0.263	7.86
ミネラルウォーター	15	3.370	0.1544	0.393	11.66

## (5) 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

全 29 機関において、標準原液は 1000 mg/L の市販の混合標準液を保証期限内に使用していた。

標準液について、告示法では使用の都度調製することが規定されているが、調製後保存している機関が 5 機関（機関番号 03、11、15、24、27）あった。提出された SOP を確認したところ、機関番号 11、15 は使用の都度調製することが記載されていた。

標準原液を希釈せず標準系列を作製していた機関が 3 機関あった。標準液を調製していた 26 機関のうち、用いた容器はメスフラスコが 24 機関、共栓メスシリンダーが 1 機関、共栓付試験管が 1 機関であった。また、標準液の添加に使用した計量器具は、ホールピペットが 21 機関、マイクロシリンジが 3 機関、ガスタイトシリンジが 1 機関、マイクロピペットが 1 機関であった。

### イ 内部標準原液及び内部標準液

市販の内部標準原液を使用していた機関が 25 機関あり、保証期限なしと回答した 1 機関を除く 24 機関が保証期限内に使用していた。また、自家調製している機関が 4 機関あり、調製後の使用期限は、1 年が 2 機関、3 か月が 1 機関、使用の都度調製が 1 機関であった。

内部標準液について告示法では、使用の都度調製することが規定されているが、調製後保存している機関が 4 機関（機関番号 03、04、11、15）あった。提出された SOP を確認したところ、機関番号 04、15 は使用の都度調製することが記載されていた。

内部標準液を調製せず、購入した内部標準液を使用した機関が 1 機関あった。内部標準液を調製していた全 28 機関が容器にメスフラスコを用いていた。また、希釈に用いた計量器具は、ホールピペットが 15 機関、マイクロシリンジが 8 機関、マイクロピペットが 3 機関、ガスタイトシリンジが 1 機関、ホールピペットとメスピペットの併用が 1 機関であった。

### ウ 定量下限値

定量下限値の濃度について、全 29 機関が基準値の 10 分の 1 以下に設定していた。設定方法として基準値の 10 分の 1 としていた機関が 8 機関、他の一斉分析項目の下限値に合わせて設定していた機関が 13 機関、再現性試験から算出していた機関が 8 機関あった。

### エ 妥当性評価

妥当性評価を実施していた機関が 28 機関、現在実施中の機関が 1 機関（機関番号 22）であった。実施中と回答した機関の過去の実施状況については、詳細不明である。

用いた水の種類については、水道水が 10 機関、精製水（ミネラルウォーターを含む）が 12 機関、水道水及び精製水（ミネラルウォーターを含む）が 6 機関であった。

添加濃度と定量下限値が異なる機関が 7 機関あったが、1 機関は異なる単位で報告していたと推察された。「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインの一部改定について」



(平成 29 年 10 月 18 日付け薬生水発 1018 第 1 号) (以下「妥当性評価ガイドライン」という。) が発出されたため、内容については再確認する必要がある。

(6) P&T-GC/MS 法 (全 14 機関) における検量線の作成及び試験操作

ア 検量線の作成

(7) 検量線の濃度範囲及び点数

検量線の濃度範囲について告示法では、0.0001~0.01 mg/L となるように規定されているが、濃度範囲の上限を超えて作成していた機関が 1 機関 (機関番号 27) あった。また、検量線の作成について告示法では「揮発性有機化合物混合標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採る」とあり、全 14 機関において検量線の点数は 4 点以上で作成していた。なお、検量線に 0 mg/L を含めていた機関が 5 機関 (機関番号 08、12、17、22、27) あった。

(i) 使用器具

検量線の作成について告示法では、メスフラスコ 4 個以上に採り、メチルアルコールを加えて 10 mL とすると規定されているが、10 mL 以外のメスフラスコを使用して標準系列を作製した機関が 4 機関 (機関番号 17、18、19、24) あった。標準液添加に使用した計量器具として、マイクロシリンジが 5 機関、ホールピペットが 3 機関、マイクロシリンジとホールピペットの併用が 2 機関、ホールピペットとメスピペットの併用が 1 機関、マイクロシリンジとマイクロピペットの併用が 1 機関、マイクロピペットが 1 機関あった。

告示法では「段階的に調製した溶液を一定の割合でメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて一定量とする」と規定されているが、精製水に一定の割合で添加していない機関が 3 機関 (機関番号 18、27、29) あった。また、市販の混合標準液を希釈せず、精製水へ直接添加していたと考えられる機関が 1 機関 (機関番号 29) あった。

イ 試験操作

内部標準液の添加方法について、パージ・トラップ装置による自動添加をしていた機関が 11 機関、計量器具を用いて添加していた機関が 3 機関あった。

(7) HS-GC/MS 法 (全 15 機関) における検量線の作成及び試験操作

ア 検量線の作成

(7) 検量線の濃度範囲及び点数

検量線の濃度範囲について告示法では、0.0001~0.01 mg/L となるように規定されており、全機関において告示法の濃度範囲内で作成していた。また、検量線の作成について告示法では「揮発性有機化合物混合標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採る」とあり、全機関において検量線の点数は 4 点以上で作成していた。なお、検量線に 0 mg/L を含めていた機関が 3 機関 (機関番号 09、23、26) あった。

#### (イ) 使用器具

検量線の作成について告示法では、メスフラスコ 4 個以上に採り、メチルアルコールを加えて 10 mL とすると規定されているが、10 mL 以外のメスフラスコを使用して標準系列を作製した機関が 4 機関（機関番号 03、09、25、26）あった。

#### イ 試験操作

前処理について、告示法では「バイアルに塩化ナトリウムを検水量 10 mL に対して 3 g を入れる」と規定されており、全 15 機関が告示法に従い行っていた。また、告示法（改正：平成 29 年 3 月 28 日付け厚生労働省告示第 87 号）において、検水のバイアル容量に対する割合が 0.40～0.85 に緩和されたが、全機関においてこの割合の範囲内であった。

告示法では、バイアルに塩化ナトリウムを入れ、検水を採り、内部標準液を注入することと規定されているが、機関番号 25、26 は、メスフラスコに試料を採り、メスアップ後内部標準物質を添加（機関番号 26 は内部標準物質を添加後メスアップ）し、塩化ナトリウムを入れたバイアルに 15 mL 分取していた。機関番号 25 はあらかじめメスフラスコに調製することにより、測定試料のばらつきを抑えるようにしているとのことであったが、両機関は告示法のとおり実施することが望ましい。

#### (8) 定量方法

全 29 機関において、内部標準法及びピーク面積を用いて定量を行っていた。測定に用いた内部標準物質は、フルオロベンゼンが 21 機関、4-ブロモフルオロベンゼン（p-ブロモフルオロベンゼン）が 8 機関であった。

フラグメントイオンの質量数について告示法では、ベンゼンが「78、77、52」、フルオロベンゼンが「96、70」、4-ブロモフルオロベンゼンが「95、174、176」と記載されている。ベンゼンにおいて 52 ではなく 51 としていた機関が 1 機関（機関番号 18）あったが、その他の機関は「78、77、52」のうちの 2 つ又は全てを使用していた。

内部標準物質にフルオロベンゼンを使用していた機関は、全て告示法のとおり質量数を用いていた。4-ブロモフルオロベンゼン（p-ブロモフルオロベンゼン）を使用していた機関は、「95、174、176」のうちの 2 つ又は全てを使用していた。

検量線のフィッティング方法は、報告書への記載がなかった 1 機関（機関番号 04）を除き直線で計算されており、重み付けをしていた機関が 2 機関あった。

#### 4 除去・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

##### (1) 除去された機関

機関番号 31 は、通常分析結果は mg/L を用いており、通常と異なる µg/L での報告で単位の違いを見落とししたことを原因として挙げていた。更に報告書のチェック体制が通常と異なっていたため単位の見落としがあり、対応策として今後は技能試験も通常と同様とするとしていた。

機関番号 32 は、20 倍に希釈する前の試料濃度を報告値としたことを原因として挙げていた。対応策として、報告にあたり文章上の意味合いについて疑義が生じた場合は、自己解釈

せずに主催者に問合せ等の対応をするとのことであったが、実施要領には参加機関からの問合せについて「ファイルが開かない等の不具合があった場合」に限定しており、その他については基本的に回答しないため各機関において複数人で確認する体制が必要である。また当該機関は、電子ファイルの報告書の提出について、メールに不具合が生じたことを理由に期限を超過して報告した。今回の精度管理では、報告書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、実施要領で規定した報告書等の提出期限を遵守していただきたい。

## (2) 棄却された機関

機関番号 30 は、試料を 20 倍に希釈するところを 10 倍に希釈したことを原因として挙げている。対応策として、希釈操作を行う際は希釈倍率について複数回確認する、分析担当者以外の職員が立ち会うなど分析操作の相互確認を行うこととしていた。報告書では、希釈に使用した器具は 25 mL ホールピペット及び 500 mL メスフラスコと回答していたが、電話にて確認したところ 25 mL ホールピペット及び 250 mL メスフラスコを使用したとの回答があった。アンケート結果と報告書に相違があったこと、提出された書類に希釈操作についての作業記録がなかったことから、複数人でのチェック体制の強化が必要である。その他、提出された書類から推測されることとして、検量線の作成において告示法では、メタノールで標準系列を調製後、一定の割合で精製水に添加することになっているが、精製水に一定の割合で添加しておらず、告示法とは異なる操作を行っていた。告示法のとおり作成した SOP の遵守が求められる。

## (3) 検査精度が良好でないと評価された機関

機関番号 28 は、作業手順、データ、検量線及び濃度計算シート工程管理試料結果を確認し、異常は認められないと判断していた。また、自機関における検証の結果、配付試料を 20 倍希釈するとき用いる精製水の温度及び希釈方法の違いを原因として挙げている。報告書を確認したところ、標準液の調製及び検量線用標準液の調製にはマイクロピペットを使用しており、マイクロピペットは定期的に自主点検を行っているとのことであった。しかし、検査対象物質が揮発性有機化合物であること、また有機溶媒を使用することから、マイクロピペットの使用方法には注意が必要である。

機関番号 29 は、試料の希釈時における操作ミス、操作に使用したメスフラスコやホールピペットによるコンタミネーション等が希釈段階において発生したことを原因として挙げているが、今回の測定において空試験、検量線、コントロール試料等の確認を行ったところ、問題はないと判断していた。提出された SOP を確認したところ、検量線用標準液の具体的な調製方法等が記載されておらず、作業手順を定めた SOP の作成が必要である。

## 5 試験上の留意点及び問題点

参加機関に記載していただいた内容を転載しました。

機関 番号	内 容
9	揮発性物質のため、全ての操作を手早く行った。
11	検体希釈時の攪拌について注意した。 メスフラスコ転倒混和を3回行い、その際に泡立たないよう緩やかにかつ十分攪拌できるようにこころがけた。
13	HS バイアル（消耗品）、及び塩化ナトリウムは 105 ℃ / 3 時間以上焼き出し後、放冷してから使用しています。
14	メスフラスコを用いて試料を 20 倍希釈する際、容器内にヘッドスペースが生じベンゼンが減衰してしまうため、速やかに分取・攪拌を行いました。
20	ベンゼンの揮発性を考慮の上、試料希釈の際には十分注意して操作を行った。
21	揮発性物質を取り扱っているため操作はできるだけ手早く行った。また、分取、希釈時には緩やかに攪拌操作を行った。
23	ホールピペット、メスフラスコ等はあらかじめメタノールで洗浄したものを使用。 検量線の標準液調製では、冷やしながらい、ピペット操作も手際よく行っています。 調整後は出来たものからすぐ冷蔵庫に保存。 メスアップ後の標準液は、混和のし過ぎに注意し、静かに混和する。
24	成分の揮発を最小限に抑えるため、試料を攪拌する際はゆっくりと振り混ぜるようにしています。
25	告示法では、直接測定バイアルに標準物質、試料を入れ、そこに内部標準物質を添加するようになっているが、当社では、メスフラスコ（100 mL や 50 mL）に標準物質、試料を採り、メスアップ後内部標準物質を添加する。静かに混ぜ合わせ、塩化ナトリウム 4.5 g 入れたバイアルに 15 mL 分取している。あらかじめメスフラスコで調製することにより測定試料のばらつきを抑えるようにしている。

## 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
2	試料瓶のフタが非常に固く、開けるのにとっても苦労した。	今後の参考にいたします。
13	今回、9/25（月）東京都外部精度管理と同じ週の実施となりました。せめて違う週での実施日を希望します。	今後の参考にいたします。

機関番号	意見	コメント
15	「入力用シート」にセルの統合が多く、コピー＆ペーストがまとめてできない箇所が多いため、作業が煩雑になります。 入力情報が多岐にわたりますので、入力の利便性も考慮していただけるよう、ご検討いただきますと幸いです。	今後の参考にいたします。
19	ねじ口のかみ合わせが悪いのか、試料の蓋が非常に固く、開けるのに時間が掛った。 女性の力ではまず困難と思われる。 試料がこぼれるのも困るが、改善が必要ではないかと思われる。	今後の参考にいたします。
24	試料の濃度範囲について、あらかじめ情報があるとよいと思います。 (例：基準値の 1/10 以上基準値未満、など)	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、地方公共団体、登録水質検査機関から合わせて 32 機関の参加があった。報告書で求めた単位とは異なる単位で報告したと推察された 1 機関、実施要領において 20 倍希釈したものを試験溶液とするよう規定していたにも関わらず、20 倍の値を報告したと推察された 1 機関のデータを除去した。
- (2) 30 機関からの報告値を用いて危険率 5% で Grubbs の棄却検定を行ったところ、棄却された機関が 1 機関あった。また評価基準である「Z スコアの絶対値が 3 以上かつ誤差率が ± 20% を超えた機関」が 2 機関あり、検査精度が良好でないと評価された。
- (3) 試験担当者の経験年数別に統計学的解析をしたところ、5 年未満と 5 年以上で比較した場合、報告値に有意差は認められなかった。
- (4) 試験方法は、P&T-GC/MS 法に従い実施していた機関が 14 機関、HS-GC/MS 法に従い実施していた機関が 15 機関あった。試験方法別に統計学的解析をしたところ、報告値に有意差が認められた (有意水準 5%)。
- (5) 告示法では、検量線の濃度範囲が 0.0001~0.01 mg/L となるように規定されているが、濃度範囲を超えて作成していた機関が 1 機関あった。また、検量線に 0 mg/L を含めていた機関が 8 機関あった。
- (6) 検量線標準系列調製に 10 mL 以外のメスフラスコを使用していた機関が 8 機関あった。
- (7) 標準液の調製、内部標準液の調製及び標準系列の作製において、計量器具としてマイクロピペットを使用している機関があった。マイクロピペットの自主点検、業者委託による点検を行っていない機関があり、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、検査対象物質が揮発性有機化合物であること、調製に有機溶媒を使用することから、マイクロピペットの使用方法には注意が必要である。

- (8) 妥当性評価について、実施した機関が 28 機関、実施中の機関が 1 機関あった。平成 29 年 10 月 18 日付けで妥当性評価ガイドラインが改定されたため、内容については再確認する必要がある。
- (9) 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転載しました。

- 表 7 試験実施日時、試料保存温度、経験年数及び配付試料
- 表 8 標準原液及び標準液
- 表 9 内部標準原液及び内部標準液
- 表 10 使用した試薬類及び器具の洗浄方法
- 表 11 定量下限値及び妥当性評価
- 表 12 一斉分析項目

パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

- 表 13 検量線の作成及び調製
- 表 14 試験操作
- 表 15 測定機器
- 表 16 パージ・トラップ装置測定条件
- 表 17 使用した分離カラム及び温度条件
- 表 18 ガスクロマトグラフ測定条件及び定量方法

ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

- 表 19 検量線の作成及び調製
- 表 20 試験操作
- 表 21 測定機器
- 表 22 使用した分離カラム及び温度条件
- 表 23 ガスクロマトグラフ測定条件及び定量方法

- 表 24 棄却・除去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7 試験実施日時、試験保存温度、経験年数及び配付試料

機 関 番 号	試料受取日時	試料開封日時	試験操作開始日時	試料の 保存温 度(℃)	経験年 数(年)	配付試料		
						希釈に用いた容器と その容量(mL)	希釈に用いた計量 器具とその容量(mL)	希釈に用いた水
01	9月26日11時25分	9月27日13時30分	9月27日13時30分	7	10	メスフラスコ 200	ホールビベット 10	Milli-Q integral-6 メルク㈱
02	9月26日11時00分	9月27日17時30分	9月27日10時00分	4	2	メスフラスコ 200	ホールビベット 10	evian
03	9月26日10時40分	9月27日15時00分	9月27日15時20分	6	15	メスフラスコ 200	ホールビベット 10	ボルビック
04	9月27日16時30分	9月27日13時30分	9月27日18時30分	2	12	メスフラスコ 500	ホールビベット 25	evian
05	9月25日11時00分	9月27日9時00分	9月27日9時00分	4	20	メスフラスコ 1L	ホールビベット 50	エビアン
06	9月26日11時00分	9月27日13時00分	9月27日10時00分	10	4	メスフラスコ 100	ホールビベット 5	奥大山の天然水
07	9月26日9時00分	9月27日9時00分	9月27日10時00分	5	3	メスフラスコ 200	ホールビベット 10	Advantage A10 ミリポア
08	9月26日9時26分	9月27日9時55分	9月27日9時55分	4	1	メスフラスコ 500	ホールビベット 25	Milli-Q Gradient Millipore
09	9月26日14時00分	9月27日10時40分	9月27日9時00分	8	3	メスフラスコ 500	ホールビベット 25	Volvic
10	9月26日12時00分	9月27日9時10分	9月27日9時10分	5	0	メスフラスコ 500	ホールビベット 25	RFU665DA アドバンテック東洋
11	9月26日9時30分	9月27日10時00分	9月27日11時00分	4	5	メスフラスコ 200	ホールビベット 10	ボルヴィック
12	9月26日11時00分	9月27日18時00分	9月27日19時00分	5	0	メスフラスコ 500	ホールビベット 25	Milli-Q Integral 5 メルク株式会社
13	9月26日10時35分	9月27日9時30分	9月27日9時30分	5	9	メスフラスコ 200	ホールビベット 10	南アルプルの天然水
14	9月26日8時50分	9月27日10時30分	9月27日10時00分	4	2	メスフラスコ 100	ホールビベット 5	純水供給型超純水装置 メルク㈱/日本ミリポア㈱
16	9月26日12時50分	9月27日9時00分	9月27日9時00分	4	15	メスフラスコ 100	ホールビベット 5	Volvic
16	9月26日10時00分	9月27日10時30分	9月26日17時00分	4	10	メスフラスコ 50	ホールビベット 2.5	南アルプスの天然水
17	9月26日10時25分	9月27日14時18分	9月27日9時15分	8	11	メスフラスコ 500	ホールビベット 25	Milli-Q Integral+EDS Pak メルクミリポア
18	9月26日10時44分	9月27日13時31分	9月27日13時15分	4	5	メスフラスコ 1L	ホールビベット 50	Milli-Q Advantage A10 メルク株式会社
19	9月26日9時30分	9月27日15時10分	9月27日15時15分	5	6	メスフラスコ 500	ホールビベット 25	PURELAB flex-3 ELGA
20	9月26日10時50分	9月27日10時00分	9月27日9時00分	5	1	メスフラスコ 100	ホールビベット 5	Direct-Q8UV MILLIPORE
21	9月26日10時30分	9月27日9時00分	9月27日9時00分	7.0	5	メスフラスコ 500	ホールビベット 25	PURELAB Ultra オルガノ株式会社
22	9月26日10時00分	9月27日19時00分	9月27日20時00分	4	3	メスフラスコ 500	ホールビベット 25	RFU665EA ADVANTEC

機関番号	試料受取日時	試料開封日時	試験操作開始日時	試料の保存温度(℃)	経過年数(年)	配付試料		
						希釈に用いた容器とその容量(mL)	希釈に用いた計量器具とその容量(mL)	希釈に用いた水
23	9月26日10時32分	9月27日11時17分	9月27日11時17分	3	15	メスフラスコ 200	ホールビベット 10	希釈に用いた水
24	9月26日11時5分	9月27日9時00分	9月27日9時00分	5	2	メスフラスコ 50	ホールビベット 2.5	アルプスの天然水
25	9月26日10時00分	9月27日9時30分	9月27日9時30分	7	5	メスフラスコ 200	ホールビベット 10	Volvic
26	9月26日11時00分	9月27日9時00分	9月27日9時00分	2	3	メスフラスコ 1L	ホールビベット 50	南アルプスの天然水
27	9月26日10時57分	9月27日11時25分	9月27日9時00分	4	5	メスフラスコ 500	ホールビベット 25	Milli-Q integrals メルク株式会社
28	9月26日11時00分	9月27日9時00分	9月27日9時00分	5	10	メスフラスコ 500	ホールビベット 25	Volvic
29	9月26日14時45分	9月27日15時00分	9月27日15時00分	5	1	メスフラスコ 500	ホールビベット 25	カスカードII. I システム 日本ボール株式会社
30	9月26日10時00分	9月27日9時30分	9月27日10時00分	4	0	メスフラスコ 500	ホールビベット 25	ボルビック
31	9月26日15時00分	9月27日17時00分	9月27日17時00分	4	1	メスフラスコ 100	ホールビベット 5	volvic
32	9月26日12時30分	9月27日10時30分	9月27日10時00分	4	1	メスフラスコ 100	ホールビベット 5	エビアン 森の水

表8 標準原液及び標準液

機関番号	種類	製品名	メーカー名	濃度(mg/L)	保証(純用)期限	開封後の使用期限	標準液の調製			
							使用した容器とその容量(mL)	使用した計量器具とその容量(mL)	濃度(mg/L)	使用期限
01	市販品	揮発性有機化合物25種混合標準液	和光	1000	2018年2月28日	メーカーの保証期限まで	メスフラスコ 10	ガスタイトシリンジ 5	500	用時調製
02	市販品	揮発性有機化合物23種混合標準液	関東	1000	2018年3月31日	用時調整	メスフラスコ 20	ホールビベット 2	100	用時調製
03	—	揮発性有機化合物23種混合標準液	和光	1000	2018年3月1日	メーカーの保証期限まで	メスフラスコ 20	ホールビベット 2, 4, 8	1, 2, 10, 40, 100	1か月
04	市販品	揮発性有機化合物	関東	1000	2018年3月末日	用時調整	メスフラスコ 10	ホールビベット 1	200	用時調整
05	市販品	揮発性有機化合物25種混合標準液	関東	1000	2018年4月	メーカーの保証期限まで	メスフラスコ 10	ホールビベット 1	500, 50	用時調製
06	市販品	揮発性有機化合物25種混合標準液	関東	1000	2018年6月30日	用時調整	メスフラスコ 10	ホールビベット 0.5, 1, 2.5	1, 5, 10, 25, 50	用時調製
07	市販品	揮発性有機化合物25種混合標準液	関東	1000	2018年4月30日	メーカーの保証期限まで	メスフラスコ 5	ホールビベット 2.5	500	用時調製



機関番号	標準原液				標準液の調製					
	種類	製品名	メーカー名	濃度 (mg/L)	保証(使用)期限	開封後の使用期限	使用した容器とその容量(mL)	使用した計量器具とその容量(mL)	濃度 (mg/L)	使用期限
08	市販品	揮発性有機化合物23種混合標準液	和光	1000	2018年12月31日	用時調整	メスフラスコ 20	ホールビベット 1	50	用時調整
09	市販品	揮発性有機化合物23種混合標準液	和光	1000	2018年3月末	用時調整	メスフラスコ 20 共栓メスシリンダー 10	ホールビベット 2	500	用時調整
10	市販品	揮発性有機化合物混合標準液	和光	1000	2018年3月1日	用時調整	—	—	—	—
11	市販品	揮発性有機化合物23種混合標準液	和光	1000	2018年3月1日	用時調整	メスフラスコ 20	ホールビベット 2	100	1か月
12	市販品	揮発性有機化合物23種混合標準液	関東	1000	平成30年8月31日	用時調整	メスフラスコ 2	ホールビベット 1	500	用時調整
13	市販品	25種揮発性有機化合物標準液	和光	1000	2018年12月末日	用時調整	メスフラスコ 10	ホールビベット 5	500	用時調整
14	市販品	揮発性有機化合物23種混合標準液	関東	1000	2018年3月31日	即日	共栓付試験管 10	ホールビベット 2	500	用時調整
15	市販品	揮発性有機化合物23種混合標準液	関東	1000	2018年8月31日	用時調整	メスフラスコ 2	ホールビベット 1	500	3か月
16	市販品	揮発性有機化合物23種混合標準液	和光	1000	29年11月30日	用時調整	メスフラスコ 10, 50	マイクロシリンジ 25 µL, 500 µL	0.0001~ 0.010	用時調整
17	市販品	揮発性有機化合物25種混合標準液	関東	1000	2018年6月30日	用時調整	—	—	—	—
18	市販品	揮発性有機化合物25種混合標準液	関東	1000	2018年6月30日	試験当日	メスフラスコ 20	ホールビベット 1	5, 50	用時調整
19	市販品	揮発性有機化合物23種混合標準液	和光	1000	2018年3月	用時調整	メスフラスコ 10	ホールビベット 1	100	用時調整
20	市販品	揮発性有機化合物25種混合標準液	関東	1000	2018年6月末日	用時調整	—	—	—	—
21	市販品	揮発性有機化合物25種混合標準液	関東	1000	平成30年4月30日	用時調整	メスフラスコ 4	ホールビベット 2	500	用時調整
22	市販品	揮発性有機化合物25種混合標準液	和光	1000	2018年2月	用時調整	メスフラスコ 5	ホールビベット 2.5	500	用時調整
23	市販品	揮発性有機化合物25種混合標準液	関東	1000	2018年6月30日	用時調整	メスフラスコ 10	ホールビベット 1	100	用時調整
24	市販品	揮発性有機化合物25種混合標準液	関東	1000	2018年4月	用時調整	メスフラスコ 25	ホールビベット 1, 1.5	100	3か月 以内
25	市販品	揮発性有機化合物25種混合標準液	和光	1000	2018年2月28日	用時調整	メスフラスコ 50	ホールビベット 1, 2.5	1	用時調整

機関番号	標準原液				標準液の調製					
	種類	製品名	メーカー名	濃度 (mg/L)	保証(使用)期限	開封後の使用期限	使用した容器とその容量(mL)	使用した計量器具とその容量(mL)	濃度 (mg/L)	使用期限
26	市販品	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東	1000	2018年2月末日	用時調製	メスフラスコ 10	マイクロシリンジ 10 µL, 50 µL, 100 µL, 250 µL	0, 1, 2.5, 5, 25, 50	用時調製
27	市販品	25 種揮発性有機化合物混合標準液	和光	1000	2018年8月	用時調製	メスフラスコ 10	ホールピペット 1	100	1か月
28	市販品	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東	1000	30年6月30日	用時調製	メスフラスコ 10	マイクロピペット 500 µL	50	用時調製
29	市販品	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東	1002	2018年4月30日	用時調製	メスフラスコ 50	マイクロシリンジ 100 µL	2	用時調製
30	市販品	25 種揮発性有機化合物混合標準液	和光	1000	2018年8月末日	用時調製	メスフラスコ 20	ホールピペット 1	50	用時調製
31	市販品	揮発性有機化合物 23 種混合標準液	和光	1000	2018年3月1日	用時調製	メスフラスコ 2	ホールピペット 1	500	用時調製
32	市販品	揮発性有機化合物 25 種混合標準液	関東	1000	2018年6月30日	用時調製	メスフラスコ 10, 4	ホールピペット 2, 1, 0.5 マイクロシリンジ 250 µL	50, 25, 10, 5	用時調製

表9 内部標準原液及び内部標準液

機関番号	内部標準原液				内部標準液の調製					
	種類	製品名	メーカー名	濃度 (mg/L)	保証(使用)期限	開封後の使用期限	使用した容器とその容量(mL)	使用した計量器具とその容量(mL)	濃度 (mg/L)	使用期限
01	市販品	4-プロモフルオロベンゼン・フルオロベンゼン混合標準液	和光	1000	2020年5月31日	メーカーの保証期限まで	メスフラスコ 10	ガスタイトシリンジ 250 µL	12.5	用時調製
02	自家調製	—	—	5000	—	2017年12月26日	メスフラスコ 10	ホールピペット 1	12.5	用時調製
03	市販品	p-プロモフルオロベンゼン標準液	和光	1000	2019年11月1日	メーカーの保証期限まで	メスフラスコ 20	ホールピペット 2	100	1か月
04	市販品	p-プロモフルオロベンゼン・フルオロベンゼン混合標準液	和光	1000	2020年5月末日	用時調製	メスフラスコ 20	マイクロシリンジ 100 µL	7.5	1週間
05	市販品	内部標準混合原液 2	関東	1000	2018年4月	メーカーの保証期限まで	メスフラスコ 10	ホールピペット 0.5, 1	12.5, 12.5	用時調製
06	市販品	フルオロベンゼン標準原液	関東	1000	2019年11月30日	用時調製	メスフラスコ 10	ホールピペット 1, 2	20, 200	用時調製
07	市販品	内部標準混合原液	関東	1000	2018年10月31日	メーカーの保証期限まで	メスフラスコ 20	ホールピペット 2.5	125	用時調製

機 関 番 号	内部標準原液						内部標準液の調製				
	種類	製品名	メーカー名	濃度 (mg/L)	保証(使用)期限	開封後の 使用期限	使用した容器と その容量(mL)	使用した計量器具と その容量(mL)	濃度 (mg/L)	使用期限	
08	市販品	p-プロモフルオロベンゼン・ フルオロベンゼン混合標準	和光	1000	2019年9月30日	用時調整	メスフラスコ 10	ホールピペット 1	10	用時調整	
09	市販品	p-プロモフルオロベンゼン・ フルオロベンゼン混合標準液	和光	1000	2020年5月末	用時調整	メスフラスコ 10	マイクログリンジ 250 µL	12.5	用時調整	
10	市販品	フルオロベンゼン標準原液	関東	1000	2019年5月31日	用時調整	メスフラスコ 50	マイクログリンジ 100~1000 µL	12.5	用時調整	
11	市販品	p-プロモフルオロベンゼン標 準液	和光	1000	2019年11月1日	用時調整	メスフラスコ 10	ホールピペット 1	125	1か月	
12	自家 調製	p-プロモフルオロベンゼン	和光	5000	平成29年9月27日	3か月	メスフラスコ 100, 200	ホールピペット 5,20	25	用時調整	
13	市販品	内部標準混合原液 2	関東	1000	2018年10月末日	用時調整	メスフラスコ 20	ホールピペット 2.5	125	用時調整	
14	市販品	内部標準混合原液 2	関東	1000	2019年2月28日	即日	メスフラスコ 10	マイクログリンジ 125 µL	12.5	用時調整	
15	市販品	p-プロモフルオロベンゼン・ フルオロベンゼン混合標準液	和光	1000	2019年9月30日	用時調整	メスフラスコ 200	ホールピペット 2.5	12.5	3か月	
16	市販品	p-プロモフルオロベンゼン・ フルオロベンゼン混合標準液	和光	1000	2019年9月30日	用時調整	メスフラスコ 20	マイクログリンジ 500 µL	12.5	用時調整	
17	市販品	内部標準混合原液 2 (VOC分析用)	関東	1000	2018年10月31日	用時調整	メスフラスコ 100	マイクログリンジ 1000 µL	12.5	用時調整	
18	市販品	内部標準物質混合原液 2	関東	1000	2018年10月31日	試験当日	メスフラスコ 20	ホールピペット 1,5	12.5	用時調整	
19	市販品	フルオロベンゼン標準液	関東	1000	2019年5月末日	用時調整	メスフラスコ 10	ホールピペット 1 メスピペット 0.5	125	用時調整	
20	自家 調製	フルオロベンゼン標準品	和光	5000	2018年9月26日	メーカーの保証期限まで	メスフラスコ 100	ホールピペット 2.5	125	用時調整	
21	自家 調製	p-プロモフルオロベンゼン	和光	5000	2018年5月16日	1年間	メスフラスコ 100	マイクログリンジ 250 µL	12.5	用時調整	
22	市販品	p-プロモフルオロベンゼン・ フルオロベンゼン混合標準液	和光	1000	2019年9月	用時調整	メスフラスコ 80	ホールピペット 1	12.5	用時調整	
23	市販品	4-プロモフルオロベンゼン標 準原液	関東	1000	2019年9月30日	用時調整	メスフラスコ 10	ホールピペット 0.5	50	用時調整	
24	市販品	内部標準混合原液 2	関東	1000	2018年10月	用時調整	メスフラスコ 25	マイクログリンジ 500 µL	12.5	用時調整	
25	市販品	p-プロモフルオロベンゼン・ フルオロベンゼン混合標準液	和光	1000	2020年5月31日	用時調整	メスフラスコ 20	ホールピペット 1,5	12.5	用時調整	
26	市販品	4-プロモフルオロベンゼン標 準原液	関東	1000	2019年9月末日	用時調整	メスフラスコ 10	マイクログリンジ 10 µL	10	用時調整	

機関番号	内部標準原液					内部標準液の調製				
	種類	製品名	メーカー名	濃度 (mg/L)	保証(使用)期限	開封後の使用期限	使用した容器とその容量(mL)	使用した計量器具とその容量(mL)	濃度 (mg/L)	使用期限
27	市販品	p-プロモフルオロベンゼン標準液	和光	1000	2017年11月	用時調整	メスフラスコ 20	マイクログピペット 200~1000 µL	12.5	なし
28	市販品	フルオロベンゼン標準原液	和光	1000	31年7月31日	用事調整	メスフラスコ 10, 20	マイクログピペット 1, 2.5	12.5	用事調整
29	市販品	検収用サンプル PBFB 2.5 µg/mL	ジーエルサイエンス	2.5	なし	3か月	—	—	—	—
30	市販品	フルオロベンゼン標準原液	関東	1000	2019年5月末日	用時調整	メスフラスコ 20	ホールピペット 2, 2.5	12.5	用事調整
31	—	p-プロモフルオロベンゼン・フルオロベンゼン混合標準品	和光	1000	2019年9月一日	用事調整	メスフラスコ 10	ホールピペット 1 マイクログシリンジ 250 µL	125, 12.5	用事調整
32	市販品	内部標準混合原液 2	関東	1000	2019年2月28日	用事調整	メスフラスコ 4	ホールピペット 0.4 マイクログシリンジ 50 µL	12.5	用事調整

表 10 使用した試薬類及び器具の洗浄方法

機関番号	メチルアルコール				塩化ナトリウム			使用する器具の洗浄方法
	製品名	メーカー名	グレード	開封後の使用期間	製品名	メーカー名	グレード	
01	メタノール	和光	トリハロメタン測定用	購入年月日から3年	塩化ナトリウム	和光	特級	①水道水で10回以上すすぐ ②精製水で8回以上すすぎ、乾燥 ③使用前にメタノールですすぎ、100℃で3時間以上乾燥 【標準作成用の器具】 ①精製水で8回以上すすぎ、乾燥 ②メタノールですすぎ、乾燥 【その他の器具】 ①洗剤で洗浄後、水道水で10回以上すすぐ ②精製水で8回以上すすぎ、乾燥 ③使用前にメタノールですすぎ
02	メタノール	関東	水質試験用	1日	塩化ナトリウム	和光	1級	【メスフラスコ・ホールピペット】 ①水道水で10回以上すすぐ ②精製水で8回以上すすぎ、乾燥 ③使用前にメタノールですすぎ
03	メタノール 300	和光	残留農薬・PCB 試験用	1か月	塩化ナトリウム	和光	特級	①水道水で10回以上すすぐ ②精製水で8回以上すすぎ、乾燥 ③使用前にメタノールで共洗いし、乾燥
04	メタノール	関東	水質試験用	開封当日	塩化ナトリウム	関東	特級	(メスフラスコ・メスピベット)

機関 番号	メチルアルコロール			塩化ナトリウム			使用する器具の洗浄方法
	製品名	メーカー名	グレード	開封後の使用期間	製品名	メーカー名	
05	メタノール 5000	関東	残留農薬試験・PCB 試験用	当日	塩化ナトリウム	関東	水道水で洗浄後精製水で3回以上洗浄、乾燥機で105℃8時間以上乾燥 (マイクロシリンジ) 使用前メタノールで5回以上洗浄、使用前にメタノールで5回以上洗浄 全器具について ①水道水で10回すすぐ ②純水で8回すすぎ、乾燥させる。 【メスフラスコ】 ①水道水で6回以上すすぐ ②精製水で8回以上すすぎ、乾燥。 【ホールビベット】 ①分析器具用の洗剤につけておく ②水道水で10回以上すすぐ。 ③精製水で8回以上すすぎ、乾燥。 【マイクロシリンジ】 メタノールで3回以上洗浄 メスフラスコ 1. 精製水で8回すすいだ後、メタノールで8回すすぎ、乾燥 【メスフラスコ】 ①超音波洗浄機を用いて洗浄 ②水道水で10回以上すすいだ後、精製水で8回以上すすぎ、乾燥 【ホールビベット】 ①洗剤に一晩浸け置いた後、超音波洗浄機を用いて洗浄 ②超音波洗浄機に精製水を入れ洗い流し、乾燥
06	メタノール	和光	トリハロメタン測定用	1か月	塩化ナトリウム	シグマアルドリッチ	特級
07	メタノール	和光	ICMS 用	当日開封	塩化ナトリウム	和光	特級
08	メタノール	和光	THM 測定用	1年	—	—	—

機 関 番 号	メチルアルコロール			塩化ナトリウム			使用する器具の洗浄方法
	製品名	メーカー名	グレード	開封後の使用期間	製品名	メーカー名	
09	メタノール 5000	和光	残留農薬・PCB 試験用	2 日間	塩化ナトリウム	和光	特級
10	—	—	—	—	—	—	【メスフラスコ、ホールピペット】 ①水道水で10回以上すすぐ ②Volvicで8回以上すすぎ、乾燥 ③使用前にメタノール5000ですすぎ、乾燥 【マイクログリッジ】 使用前にメタノール5000で10回以上すすぎ、乾燥 【バイアル】 ①水道水で10回以上、精製水3回以上すすぐ ②105℃で8時間以上乾燥 【メスフラスコ】 ①洗剤をつけて洗浄 ②水道水で10回程度すすぐ ③精製水（上記希釈水と同じ）で3回程度すすぐ 【ホールピペット】 ①洗剤をつけて洗浄 ②水道水で10回程度すすぐ ③精製水（上記希釈水と同じ）で3回程度すすぐ
11	メタノール	和光	トリハロメタン測定用	1 週間	塩化ナトリウム	和光	特級
12	メタノール 800	関東	残留農薬試験・PCB 試験用	なし	—	—	【メスフラスコ/ホールピペット/メスビペット】 ①水道水で5回すすぐ ②精製水で2回すすぎ、乾燥 ③使用前にメタノールですすぎ、乾燥 【メスフラスコ/ホールピペット/メスビペット】 ①水道水で4、5回すすぐ ②精製水で2、3回すすぎ、乾燥

機関 番号	メチルアルコロール				塩化ナトリウム			使用する器具の洗浄方法
	製品名	メーカー名	グレード	開封後の使用期間	製品名	メーカー名	グレード	
13	残留農薬・PCB試験用メタノール(濃縮5000)	キシダ化学機	残留農薬・PCB試験用	3か月	塩化ナトリウム	キシダ化学機	特級	<p>【メスフラスコ】</p> <p>①薄めた中性洗剤を使用し水道水で振り洗いする</p> <p>②水道水で泡が切れるまで濯ぐ</p> <p>③純水で3回以上濯ぐ</p> <p>④乾燥させる⑤専用ホルダーで保管【ボールビベット】</p> <p>①ピベッ洗浄用洗剤入りの槽に付置きする②ピベッ洗浄機(サイフォン式)で水道水2時間(10回転以上)、純水1時間(5回転以上)通水する</p> <p>③精浄な場所ですら乾燥させる</p> <p>④専用の保管庫で保管【マイクロシリンジ】</p> <p>メタノールで3回以上ポンピングし液を捨てるを3回繰り返す</p> <p>②キムワイブ等で水分を取り除き保管</p> <p>メスフラスコ</p> <p>①中性洗剤で洗浄後、水道水で10回以上すすぐ</p> <p>②精製水で3回以上すすぎ、乾燥</p> <p>③使用前にメタノールで5回以上すすぎ、乾燥</p> <p>④パイアル</p> <p>①中性洗剤で洗浄後、水道水で10回以上すすぐ</p> <p>②精製水で3回以上すすぎ、乾燥</p> <p>【バイアルビン】</p> <p>①水道水でブラッシング洗浄</p> <p>②精製水で3回すすぎ、105℃で乾燥</p> <p>③メタノールで1回すすぎ、105℃で2時間乾燥</p> <p>メスフラスコ・ボールビベット</p> <p>①超音波洗浄(10分)</p> <p>②水道水で5回以上すすぐ</p> <p>③精製水で3回以上すすぎ、乾燥</p>
14	メタノール300	関東	残留農薬試験用	1週間	塩化ナトリウム	関東	鹿一級	
15	メタノール	和光	水質分析用	1週間以内	—	—	—	
16	メタノール	和光	残留農薬試験、PCB試験用5000	1年	—	—	—	

機頭 番号	メチルアルコール			塩化ナトリウム			使用する器具の洗浄方法
	製品名	メーカー名	グレード	明封後の使用期間	製品名	メーカー名	
17	メタノール 5000	関東	PCB・残留農薬試験用	3か月	—	—	<p>【メスフラスコ、ホールピペット、パイアル】</p> <p>①水道水で10回以上すすぐ ②精製水で3回以上すすぎ、乾燥 ③使用前にメタノールですすぎ、乾燥 【マイクシリンジ】</p> <p>①精製水で7回洗浄 ②メタノールで7回洗浄 ③使用前にメタノールで7回洗浄</p> <p>【メスフラスコ】</p> <p>①洗剤を入れ、超音波をかける ②水道水で16回以上すすぐ ③精製水で5回以上すすぎ、乾燥 【オートサンブラー用パイアル瓶】</p> <p>①洗剤を入れ、1噴以上漂ける ②ブラシで擦り、水道水で15回以上すすぐ ③精製水で5回以上すすぎ、乾燥</p> <p>【オートサンブラー用パイアル瓶のアタ】</p> <p>①洗剤を入れ、1噴以上漂ける ②水道水で15回以上すすぐ ③精製水で5回以上すすぎ、乾燥</p> <p>【ホールピペット】</p> <p>①水道水で3回以上すすぐ ②洗浄液に2時間漂ける ③ピペット自動洗浄機で2時間以上、精製水ですすぎ ③乾燥機に120℃で3時間、置く ④使用前にメタノールですすぎ、乾燥 【メスフラスコ】</p> <p>①水道水で3回以上すすぐ ②超音波洗浄機で10分洗う ③精製水で3回以上すすぐ ③乾燥機に120℃で3時間、置く ④使用前にメタノールですすぎ、乾燥</p> <p>【使用した器具すべて】</p> <p>①水道水で10回以上すすぐ ②精製水で3回以上すすぎ、乾燥 ③使用前にメタノールですすぎ、乾燥</p>
18	メタノール 5000	和光	残留農薬・PCB試験用	1か月	—	—	
19	メチルアルコール 300	関東	残留農薬・PCB試験用	3か月	—	—	
20	メタノール	和光	トリハロメタン測定用	なし	塩化ナトリウム	和光	特級
21	メタノール	関東	水質分析用	開封日当日	—	—	<メスフラスコ>



機関 番号	メチルアルコール			塩化ナトリウム			使用する器具の洗浄方法
	製品名	メーカー名	グレード	開封後の使用期間	製品名	メーカー名	
22	メタノール 5000	和光	残留農薬・PCB 試験用	使用の都度、新しい 物を開封	—	—	水道水で3回以上すすぐ、精製水で2回以上すすぎ乾燥、使用前にメタノールですすぎ、乾燥。 <ホルピベット> 水道水で3回以上すすぎ、超音波30分以上、精製水で2回以上すすぎ乾燥、使用前にメタノールですすぎ、乾燥。 【メスフラスコ】 ①超音波洗浄機で中性洗剤を使って洗浄 ②水道水で5回以上すすぐ ③蒸留水ですぐ ④アセトンですすぎ、乾燥 ⑤使用前に溶媒ですぐ 【ホルピベット】 ①超音波洗浄機で中性洗剤を使って洗浄 ②水道水で5回以上すすぐ ③蒸留水ですぐ
23	メタノール	関東	特級	1週間	塩化ナトリウム	関東	特級
24	メタノール	和光	トリハロメタン測定用	なし	—	—	メスフラスコ ①水道水で5回以上すすぐ ②精製水で5回以上すすぎ、乾燥 ③メタノールですすぎ、乾燥、使用前にメタノールですすぎ使用。 ホルピベット ①水道水で洗浄 ②アルカリ洗浄液に一昼夜、水道水ですすぎ。 ③酸洗浄し、精製水ですすぎ、乾燥 ④メタノールで洗浄し、乾燥 ①水道水ですすぎ ②洗浄剤入りの超音波洗浄器で10分間超音波洗浄を行う ③水道水で5回以上すすぐ ④純水で3回以上すすぎ乾燥 【ガラス製器具】 ①水道水で2,3回すすぐ。 ②中性洗剤の入った超音波洗浄機に5分かける。 ③水道水で15~20回以上洗い流す。 ④精製水で3回以上すすぎ、自然乾燥。
25	メタノール	関東	水質試験用	1週間	塩化ナトリウム	和光	特級
26	メタノール 5000	和光	残留農薬・PCB 試験用	1週間	塩化ナトリウム	和光	特級

機関 番号	メチルアルコール			塩化ナトリウム			使用する器具の洗浄方法
	製品名	メーカー名	グレード	製品名	メーカー名	グレード	
							①超音波洗浄後、水道水で10回以上すすぐ ②精製水で3回以上すすぎ、乾燥 (メスフラスコ 50ml)
27	メタノール 5000	和光	残留農薬・PCB 試験用	なし	なし	なし	①水道水で3回以上すすぐ ②超純水で2回以上すすぎ、乾燥 ③使用前に精製水ですすぐ (ホールピペット、シリンジ、メタノール 10ml) ④メタノールで2回以上すすぎ、乾燥 (40ml バイアル) ①水道水で3回以上すすいだ後、超純水ですすぐ。 ②120℃で3時間以上乾燥する。
28	メタノール 300	和光	残留農薬・PCB 試験用	1年			【メスフラスコ：水溶液用】 ①超純水を満たして保管していたものを捨て、精製水で5回以上すすぐ。 【メスフラスコ：メタノール溶液用】 ①前回作成して冷蔵所保存したものを捨て、メタノールで5回以上すすぐ。 【メスフラスコ】
29	メタノール	関東	残留農薬試験・PCB 試験用	開封日当日			①水道水で洗浄する。 ②器具を超音波洗浄剤の入った超音波洗浄機に15分かける。 ③温水で洗浄する。 ④精製水で洗浄する。 ⑤乾燥機で乾燥

機関 番号	メチルアルコール			塩化ナトリウム			使用する器具の洗浄方法
	製品名	メーカー名	グレード	開封後の使用期間	製品名	メーカー名	
30	メタノール 5000	和光	残留農薬・PCB 試験用	なし	—	—	<p>【メスフラスコ、バイアル】</p> <p>①水道水で洗浄後、洗剤を用いて器具内外面を洗浄する。</p> <p>②水道水で洗剤を十分に流す。</p> <p>③精製水で洗浄する。</p> <p>④乾熱乾燥をする。</p> <p>【ホールピベット】</p> <p>超音波洗浄機に入れ、以下の順で各種薬品を用いて洗浄した後、自然乾燥。</p> <p>①水道水 ②コンタミンUS (和光純薬工業製) を水道水で希釈したもの</p> <p>③水道水 ④1級硝酸 (関東化学製) を水道水で希釈したもの</p> <p>⑤水道水 ⑥精製水</p> <p>【メスフラスコ】</p> <p>①水道水で10回以上すすぐ</p> <p>②精製水で3回以上すすぎ、乾燥</p> <p>③使用前にメタノールですすぎ、乾燥</p> <p>【ホールピベット】</p> <p>①水道水で10回以上すすぐ</p> <p>②精製水で3回以上すすぎ、乾燥</p> <p>③使用前にメタノールですすぎ、乾燥</p> <p>【ホールピベット】</p> <p>①水道水で軽くすすぐ</p> <p>②洗剤入れて超音波洗浄(15min)</p> <p>③水道水ですすいだ後(15min)、乾燥</p> <p>【マイクログラフイー】</p> <p>①メタノールで内部を洗浄し、乾燥</p> <p>【メスフラスコ】</p> <p>自動洗浄機にて</p> <p>①予洗い 水道水で1min×2回</p> <p>②洗い 洗剤水で10min</p> <p>③すすぎ 水道水で30sec×7回</p> <p>④仕上げ 蒸留水で1minのち乾燥</p>
31	メタノール	和光	トリハロメタン測定用	6か月	塩化ナトリウム	和光	特級
32	メタノール	関東	高速液体クロマトグラフィー用	1年間	塩化ナトリウム	関東	特級

表 11 定量下限値及び妥当性評価

機関 番号	定量下限値			妥当性評価						
	濃度 (µg/L)	設定方法	評価の 有無	実施の 有無	用いた水の種類	真度の評価に 用いた試料数	自由度 (併行精度)	自由度 (室内精度)	選択性(判定値又は定量 下限値に対する割合)	添加濃度 (µg/L)
01	1	基準値の 1/10	—	有	精製水	5	4	4	1/3 未満	1
02	0.1	他の一斉分析項目の下限値に 合わせて設定	—	有	精製水	10	4	5	1/3 未満	0.1
03	0.1	再現性試験から算出	—	有	水道水、精製水	10, 10	4, 4	9, 9	1/3 未満、1/3 未満	0.1, 0.1
04	0.2	他の一斉分析項目の下限値に 合わせて設定	—	有	水道水、精製水	5, 5	4, 4	4, 4	1/3 未満、1/3 未満	10, 2
05	0.1	他の一斉分析項目の下限値に 合わせて設定	—	有	精製水	5	5	5	1/3 未満	0.1
06	0.2	他の一斉分析項目の下限値に 合わせて設定	有	有	精製水	5, 5	4, 4	4, 4	1/3 未満、1/3 未満	5, 0.2
07	0.001	基準値の 1/10	—	有	水道水	6	6	5	1/3 未満	1.000
08	0.1	再現性試験から算出	—	有	精製水	5	5	4	1/3 未満	0.1
09	0.2	他の一斉分析項目の下限値に 合わせて設定	—	有	精製水	10	5	4	1/3 未満	0.2
10	1	他の一斉分析項目の下限値に 合わせて設定	—	有	水道水	25	20	4	1/3 未満	1
11	1	基準値の 1/10	有	有	精製水	10, 10	5, 5	4, 4	1/3 未満、1/3 未満	5, 1
12	0.1	再現性試験から算出	—	有	精製水	10	5	4	1/3 未満	0.1
13	0.2	他の一斉分析項目の下限値に 合わせて設定	—	有	精製水	10	9	4	1/3 未満	0.2
14	1	基準値の 1/10	—	有	水道水	5	4	4	1/3 未満	1
15	0.035	再現性試験から算出	—	有	精製水	5	4	4	1/3 未満	0.2
16	0.1	再現性試験から算出	—	有	水道水	5	4	4	1/3 未満	0.1
17	0.5	再現性試験から算出	—	有	水道水	10	6	4	1/3 未満	5
18	0.2	他の一斉分析項目の下限値に 合わせて設定	—	有	水道水、精製水	10, 10	5, 5	4, 4	1/3 未満、1/3 未満	0.2, 0.2
19	1	基準値の 1/10	—	有	水道水	25	4	4	1/3 未満	0.2
20	1	基準値の 1/10	—	有	精製水	25	4	4	1/3 未満	1
21	1	基準値の 1/10	—	有	水道水	60	55	11	1/3 未満	0.1

機関番号	定量下限値			妥当性評価						
	濃度 (µg/L)	設定方法	評価の有無	実施の有無	用いた水の種類	真度の評価に用いた試料数	自由度 (併行精度)	自由度 (室内精度)	選択性(判定値又は定値 下限値に対する割合)	添加濃度 (µg/L)
22	0.1	他の一斉分析項目の下限値に 合わせて設定	—	無	—	—	—	—	—	—
23	0.2	他の一斉分析項目の下限値に 合わせて設定	—	有	水道水	10	5	4	1/3 未満	0.2
24	0.2	再現性試験から算出	有	有	水道水、精製水	25, 25	20, 20	4, 4	1/3 未満, 1/3 未満	5, 0.2
25	0.1	他の一斉分析項目の下限値に 合わせて設定	—	有	水道水、精製水	25, 25	20, 20	4, 4	1/3 未満, 1/3 未満	0.1, 0.1
26	0.2	他の一斉分析項目の下限値に 合わせて設定	—	有	水道水	25	20	4	1/3 未満	1
27	0.1	他の一斉分析項目の下限値に 合わせて設定	—	有	水道水	12	4	4	1/3 未満	0.1
28	0.1	再現性試験から算出	—	有	水道水、精製水	5, 5	4, 4	—	1/3 未満, 1/3 未満	1.0, 0.1
29	1	基準値の 1/10	—	有	精製水	5	24	5	1/3 未満	1
30	0.1	再現性試験から算出	—	有	精製水	10	25	30	1/3 未満	1
31	0.001	基準値の 1/10	—	無	—	—	—	—	—	—
32	1.00	基準値の 1/10	—	有	水道水	6	6	5	1/3 未満	1.00

表 12 一斉分析項目

- |               |                 |                     |                    |                            |
|---------------|-----------------|---------------------|--------------------|----------------------------|
| ①1,1-ジクロロメタン  | ②ジクロロメタン        | ③trans-1,2-ジクロロエチレン | ④p-ブチルエチルエーテル      | ⑤cis-1,2-ジクロロエチレン          |
| ⑥クロロホルム       | ⑦1,1,1-トリクロロエタン | ⑧四塩化炭素              | ⑨1,2-ジクロロエタン       | ⑩トリクロロエチレン                 |
| ⑪1,2-ジクロロプロパン | ⑫プロモジクロロメタン     | ⑬cis-1,3-ジクロロプロパン   | ⑭トルエン              | ⑮trans-1,3-ジクロロプロパン        |
| ⑯テトラクロロエチレン   | ⑰ジブロモクロロメタン     | ⑱o-キシレン             | ⑲トリプロモメタン (プロモホルム) | ⑳1,4-ジクロロベンゼン (p-ジクロロベンゼン) |
| ㉑1,4-ジオキサン    | ㉒p-キシレン         | ㉓m-キシレン             | ㉔1,1,2-トリクロロエタン    |                            |

機関番号	①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧	⑨	⑩	⑪	⑫	⑬	⑭	⑮	⑯	⑰	⑱	⑲	⑳	㉑	㉒	㉓	㉔	㉕
01		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
02		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
03		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○



機関番号	①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧	⑨	⑩	⑪	⑫	⑬	⑭	⑮	⑯	⑰	⑱	⑲	⑳	㉑	㉒	
28	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
29	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
30	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
31																							
32	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

【バージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法】

表 13 検量線の作成及び調製

機関番号	検量線の作成											検量線の調製										
	標準系列	計算方法	重み付けの有無	使用した容器とその容量(mL)	標準液添加に使用した計量器具とその容量(mL)	標準液に添加した内部標準液						精製水への添加										
						濃度(mg/L)	添加量(mL)	使用した計量器具とその容量(mL)	使用した容器とその容量(mL)	使用した計量器具	添加量(μL)											
08	0, 0.1, 1, 2, 5, 10	直線	無	メスフラスコ 10	ホールピペット 0.5, 1, 2.5, 5 マイクロシリンジ 100 μL	100	1	ホールピペット 1	メスフラスコ 50	マイクロシリンジ	20											
10	0.2, 1, 3, 6, 10	直線	無	メスフラスコ 10	マイクロシリンジ 1-5 μL, 10-100 μL, 100-1000 μL	12.5	—	—	メスフラスコ 50	マイクロシリンジ	20											
12	0, 0.1, 0.2, 0.5, 1, 5, 10	直線	無	メスフラスコ 10, 20	メスピペット 1, 10 ホールピペット 1	—	—	—	メスフラスコ 50	マイクロシリンジ	20											
15	0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0	直線	無	メスフラスコ 10	マイクロシリンジ 100 μL	12.5	0.0176	マイクロシリンジ 10 μL	バイアルビン 44	マイクロシリンジ	17.6											
16	0.1, 0.2, 0.6, 1.0, 4.0, 7.0, 10	直線	無	メスフラスコ 10	マイクロシリンジ 25, 500 μL	12.5	0.002	自動添加	メスフラスコ 50	マイクロシリンジ	20											
17	0, 0.5, 1, 2.5, 5, 10	直線	無	メスフラスコ 20	マイクロシリンジ 25, 50, 250, 500 μL	12.5	0.002	自動添加	メスフラスコ 100	マイクロシリンジ	40											
18	0.2, 0.5, 1, 2	直線	無	メスフラスコ 20	ホールピペット 2	12.5	0.002	—	メスフラスコ 50	マイクロシリンジ	5, 10, 20											
19	1.5, 2.0, 4.0, 7.0	直線	無	メスフラスコ 5	マイクロピペット 250, 2500 μL	125	0.5	ホールピペット 0.5	メスフラスコ 50	マイクロシリンジ	20											
21	0.1, 0.2, 0.4, 1.0, 2.0, 10.0	直線	無	メスフラスコ 10	マイクロシリンジ	—	—	—	メスフラスコ 50	マイクロシリンジ	20											

機 関 番 号	検量線の作成				検量線の調製				精製水への添加			
	標準系列	計算方法	重み付けの有無	使用した容器とその容量(mL)	標準液添加に使用した計量器具とその容量(mL)	濃度(mg/L)	標準液に添加した内部標準液		使用した容器とその容量(mL)	使用した計量器具	添加量(μL)	
							添加量(mL)	使用した計量器具とその容量(mL)				
22	0, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0	直線	無	メスフラスコ 10	25, 50, 250, 500 μL ホールピペット 1, 2, 4, 5	12.5	—	自動添加	メスフラスコ 40	マイクロシリンジ	2	
24	0.2, 0.5, 1, 3, 5, 8, 10	直線	無	メスフラスコ 20	マイクロシリンジ 500 μL ホールピペット 1.5, 2.5, 4, 5	12.5	0.002	自動注入	メスフラスコ 50	マイクロシリンジ	20	
27	0, 0.1, 0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 50	直線	無	メスフラスコ 10	ホールピペット 0.5, 1	12.5	—	自動添加	メスフラスコ 50	マイクロシリンジ	1, 2.5, 5, 10, 25	
28	0.1, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0	直線	無	メスフラスコ 10	マイクロピペット 100~1000 μL マイクロシリンジ 100 μL	—	—	—	メスフラスコ 50	マイクロシリンジ	20	
29	1, 2, 5, 10	直線	無	—	—	2.5	—	自動添加	メスフラスコ 100, 200	マイクロシリンジ	100, 200, 500	
30	0, 1, 2, 4, 10	直線	無	メスフラスコ 10, 20, 50	ホールピペット 1, 2 マイクロピペット 5~100 μL	—	—	—	—	—	—	

表 14 試験操作

機 関 番 号	試験溶液採取			塩化ナトリウム 添加の有無	内部標準液		使用した計量器具と その容量(μL)
	バイアル 容量(mL)	採取量 (mL)	使用した計量器具と その容量(mL)		添加した内部 標準液濃度(mg/L)	内部標準液 添加量(μL)	
06	44	44	—	無	10	20	マイクロシリンジ 25
10	オートサンブラー	—	—	無	12.5	2	—
12	42	42	メスピペット 25	無	25	1	—
15	44	44	—	無	12.5	17.6	マイクロシリンジ 10
16	42~43	5	—	無	12.5	2	自動添加



機関番号	試験溶液採取			塩化ナトリウム		内部標準液		
	バイアル容量(mL)	採取量(mL)	使用した計量器具とその容量(mL)	添加の有無	添加量(g)	添加した内部標準液濃度(mg/L)	内部標準液添加量(μL)	使用した計量器具とその容量(μL)
17	44	40	ホールピペット 20	無	—	12.5	2	自動添加
18	42	42	—	無	—	12.5	2	自動添加
19	40	50	メスフラスコ 50 メスピペット 0.5	無	—	1.25	20	マイクロシリンジ 25
21	40	40	オートサンプラー 5	無	—	12.5	2	—
22	40	40	ホールピペット 40	無	—	12.5	10	自動添加
24	40	40	バイアルに直接採取	無	—	12.5	2	オートサンプラーによる自動注入
27	40	40	—	無	—	12.5	—	オートサンプラーによる自動添加
28	約 44	満水	—	無	—	12.5	2	自動注入
29	40	プレシャライズ 時間 40 秒	—	無	—	2.5	—	自動添加
30	40	40	—	無	—	12.5	—	自動添加

表 15 測定機器

機関番号	ページ・トランプ装置			ガスクロマトグラフ			質量分析計		
	メーカー名	型式	内部標準液自動添加の有無	メーカー名	型式	試料注入法(スプリット比)	メーカー名	型式	MS 方式
08	Teledyne Tekmar	AQUA PT 5000J Plus	無	島津製作所	GC2010	ダイレクト	島津製作所	GCMS-QP2010	四重極型
10	ジーエルサイエンス	AQUA PT 5000J Plus	有	島津製作所	GC-2010	ダイレクト	島津製作所	QP-2010 Plus	四重極型
12	O・I ナリテイカル株式会社	4660 Eclipse	有	Agilent Technologies	6890N GC System	スプリット (40:1)	Agilent Technologies	5975C inert XL MSD	四重極型
15	Teledyne Tekmar	5000J	無	Agilent Technologies	6890N	クワイオフォース	Agilent Technologies	5975B	四重極型
16	ジーエルサイエンス	TELEDYNE TEKMAR AQUA PT 6000J	有	島津製作所	GC-2010puls	スプリット (3:1)	島津製作所	GCMS-QP2010	四重極型
17	Teledyne Tekmar	AQUA PT5000J PLUS	有	島津製作所	GC-2010	ダイレクト	島津製作所	GCMS-QP2010 Plus	四重極型

機関番号	ページ・トラップ装置			ガスクロマトグラフ			質量分析計		
	メーカー名	型式	内部標準液自動添加の有無	メーカー名	型式	試料注入法(スプリット比)	メーカー名	型式	MS方式
18	Teledyne Tekmar	AQUA PT 5000J	有	島津製作所	GC-2010	ダイレクト	島津製作所	QP-2010	四重極型
19	Teledyne Tekmar	AQUA PT 5000J	無	島津製作所	GC-2010	ダイレクト	島津製作所	GCMS-QP2010	四重極型
21	Teledyne Tekmar	Tekmar4000J	有	島津製作所	GCMS-QP2010	ダイレクト	島津製作所	GCMS-QP2010	四重極型
22	Teledyne Tekmar	Atomx	有	Agilent Technologies	7890B	スプリット(1:100)	Agilent Technologies	5977B	四重極型
24	ジーエルサイエンス	AquaPT6000	有	日本電子	Master GC	スプリットレス	日本電子	JMS-Q1500GC	四重極型
27	ジーエルサイエンス	AQUA PT5000J Plus	有	島津製作所	GCMS-QP2010 ultra	ダイレクト	島津製作所	GCMS-QP2010 ultra	四重極型
28	ジーエルサイエンス	AquaPT 6000	有	ブルカー・ダルトニクス株式会社	436-GC	スプリット(5)	ブルカー・ダルトニクス株式会社	SCION SQ	四重極型
29	ジーエルサイエンス	AQUA PT 5000J Plus	有	島津製作所	GCMS-QP2010 Plus	クライオオフオーカス	島津製作所	GCMS-QP2010 Plus	四重極型
30	ジーエルサイエンス	AQUA PT 6000 AS	有	島津製作所	GCMS-QP2010ultra	クライオオフオーカス	島津製作所	GCMS-QP2010ultra	四重極型

表 16 ページ・トラップ装置測定条件

機関番号	ページ容器の容量(mL)	ページ温度(°C)	ページ時間(分)	ページ流量(mL/min)	トラップ管充填材	ページ時間(分)	ページ温度(°C)
08	5	0	8	40	テナックスGR、カーボンモレキュラーシープ	6	220
10	5	40	8	40	Tenax TA/Tenax GR	6	220
12	5	70	5	40	Tenax	1.5	180
15	5	常温	4	45	Tenax	4	230
16	5	0	6	40	TenaxTA Tenax GR	2	220
17	5	35	5	40	AQUA TRAP 1	2	220
18	5	室温	8	40	テナックスTA、テナックスGR	1	220
19	40	0	7	40	GLトラップ1	3	220

機関番号	バージ容器の容量(mL)	バージ温度(°C)	バージ時間(分)	バージ流量(mL/min)	トラップ管充填材	デソープ時間(分)	デソープ温度(°C)
21	5	35	6	6	TENAX TATENAX GR	5	200
22	25	40	10	50	—	2.5	200
24	5	60	6	40	25% Diphenyl - 75% Dimethylpolysiloxane	2	220
27	5	室温	8	40	テナックス TA/テナックス GR	6	220
28	5	60	6	40	アクアトラップ 1(Tenax)	2	220
29	25	35	5	40	テナックス TA-テナックス GR	2	180
30	5	30	8	40	AQUA Trap-1	6	220

表17 使用した分離カラム及び温度条件

機関番号	メーカー名	製品名	内径(mm)	長さ(m)	膜厚(µm)	使用開始年月	温度条件
08	RESTEK	Rtx-624	0.32	60	1.8	2016年5月	40°C (5 min) → 90°C/min → 220°C (3 min)
10	ジューエルサイエンス	AQUATIC	0.32	60	1.4	2016年12月	40°C (5 min) → 6°C/min → 90°C → 10°C/min → 200°C
12	Agilent Technologies	Select Volatiles	0.2	25	1.12	平成29年5月	35°C (2.5min) → 10°C/min → 90°C → 26°C/min → 120°C → 49°C/min → 230°C (1min)
15	Agilent Technologies	DB-1301	0.25	60	1	2015年4月	40°C (6min) → 8°C/min → 180°C → 15°C/min → 255°C (2min)
16	ジューエルサイエンス	AQUATIC	0.25	60	1	2016年7月	40°C (1min) → 5°C/min → 100°C → 10°C/min → 200°C (10min)
17	ジューエルサイエンス	InertCapAQUATIC	0.32	60	1.40	2017年9月	40°C (3min) → 5°C/min → 100°C → 10°C/min → 200°C (7min)
18	ジューエルサイエンス	AQUATIC	0.32	60	1.4	2015年1月	35°C (5min) → 90°C (6°C/min) → 220°C (10°C/min)
19	ジューエルサイエンス	AQUATIC	0.32	60	1	2014年2月	35°C (5min) → 90°C (6°C/min) → 200°C (10°C/min) → 5min 保持
21	ジューエルサイエンス	AQUATIC	0.32	60	1.4	2014年2月	40°C (5min) → 10°C/min → 190°C → 10°C/min → 210°C (5min)
22	Agilent Technologies	Select Volatiles	0.2	25	1.12	2017年2月	40°C (3min) → 8°C/min → 160°C → 25°C/min → 230°C (3min)
24	ジューエルサイエンス	AQUATIC	0.25	60	1.00	2014年8月	40°C (1 min) → 5°C/min → 100°C → 10°C/min → 200°C
27	ジューエルサイエンス	AQUATIC	0.32	60	1.4	2011年1月	35°C : 5min ホールド → 6°C/min 昇温 : 90°Cまで → 10°C/min 昇温 : 220°Cまで → 3min ホールド

機関番号	メーカー名	製品名	内径 (mm)	長さ (m)	膜厚 (μm)	使用開始年月	温度条件
28	ジーエルサイエンス	InertCap AQUATEC	0.25	60	1.0	27年3月	40°C(1min)→5°C/min→100°C(5min)→10°C/min→200°C(5min)
29	株式会社島津ジーエルシー	Rtx-5MS	0.25	30	0.25	2007年10月	40°C(4min)→4°C/min(80°Cまで)→20°C/min(200°Cまで)→15°C/min(240°Cまで)→240°C(5min)
30	ジーエルサイエンス	GL Sciences AQUATIC COLUMN	0.25	60	1.00	2017年2月	40°C(7 min 保持)→4°C/分→100°C→10°C/分→200°C(9 min 保持)

表 18 ガスクロマトグラフ測定条件及び定量方法

機関番号	注入口温度(°C)	イオン源温度(°C)	イオン化電圧(V)	キャリアーガスの種類	キャリアーガス流量(mL/min)	フラグメントイオンの質量数(m/z) (定量用、確認用)	ベンゼン		ピーク読み取り方法	定量方法
							測定に用いた内部標準物質	ベンゼン		
08	200	200	70	ヘリウム	1.0	フルオロベンゼン	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法
10	—	200	70	ヘリウム	10	フルオロベンゼン	78, 77, 52	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法
12	200	230	70	ヘリウム	1.2	p-ブロモフルオロベンゼン	78, 77	p-ブロモフルオロベンゼン 174, 176	ピーク面積	内部標準法
15	150	230	70	ヘリウム	1	フルオロベンゼン	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法
16	150	200	70	ヘリウム	1.7	フルオロベンゼン	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法
17	200	200	70	ヘリウム	50	フルオロベンゼン	77.1, 78.1, 52.0	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法
18	150	200	70	ヘリウム	2.33	フルオロベンゼン	78, 51	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法
19	200	200	70	ヘリウム	50	フルオロベンゼン	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法
21	—	200	70	ヘリウム	2.33	p-ブロモフルオロベンゼン	78, 52	p-ブロモフルオロベンゼン 174, 95, 176	ピーク面積	内部標準法
22	180	250	70	ヘリウム	1	フルオロベンゼン	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法
24	210	200	70	ヘリウム	1.5	フルオロベンゼン	77, 78	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法
27	150	200	70	ヘリウム	40	4-ブロモフルオロベンゼン	78, 77	4-ブロモフルオロベンゼン 174, 176	ピーク面積	内部標準法

機関 番号	注入口 温度(°C)	イオン源 温度(°C)	インター フェイス 温度(°C)	イオン化 電圧(V)	キャリアーガス の種類	キャリアーガス 流量(mL/min)	フラグメントイオンの質量数(m/z) (定量用、確認用)		ピーク読み取り 方法	定量計算方法
							ベンゼン	測定に用いた内部 標準物質		
28	150	200	200	70	ヘリウム	2	78, 77, 52	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法
29	220	200	220	-0.25	ヘリウム	—	78, 77	4-プロモフルオロベンゼン 95, 174, 176	ピーク面積	内部標準法
30	—	200	200	70	ヘリウム	0.87	78, 77, 52	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法

【ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法】

表 19 検量線の作成及び調製

機 関 番 号	検量線の作成				検量線の調製				バイアルへの添加			
	標準系列	計算方法	重み 付けの 有無	使用した容器と その容量(mL)	標準液に添加した 内部標準液		使用した計量器具と その容量(mL)	計量器具	標準液 添加量 ( $\mu$ L)			
					標準液添加 と その容量(mL)	濃度 (mg/L)						
01	0.2, 1, 2, 5, 10	直線	無	メスフラスコ 10	マイクロシリンジ 50, 250 $\mu$ L ガスタイトシリンジ 1	1	125	1	マイクロシリンジ	2		
02	0.1, 0.2, 1, 2, 5, 10	直線	有	メスフラスコ 10	ホールピペット 0.5, 1, 2.5, 5	1	125	1	ホールピペット 1	マイクロシリンジ	3	
03	0.1, 0.2, 1, 4, 10	直線	無	メスフラスコ 20	ホールピペット 2, 4, 8	2	1000	2	ホールピペット 2	マイクロシリンジ	1	
04	—	—	—	メスフラスコ 10	マイクロシリンジ 10, 25, 100, 250, 500 $\mu$ L	20 $\mu$ L	7.5	20 $\mu$ L	マイクロシリンジ 25 $\mu$ L	マイクロシリンジ	15	
05	0.1, 0.5, 1, 5, 10	直線	無	メスフラスコ 10	ホールピペット 0.5, 1 マイクロピペット 0.2	1	125	1	ホールピペット 1	マイクロシリンジ	2	
06	0.2, 1, 2, 5, 10	直線	無	メスフラスコ 10	ホールピペット 0.5, 1, 2.5	1	200	1	ホールピペット 1	マイクロシリンジ	3	
07	0.20, 1.00, 2.00, 5.00, 10.0	直線	無	メスフラスコ 10	ホールピペット 0.5, 1 マイクロシリンジ 25, 500 $\mu$ L	1	125	1	ホールピペット 1	マイクロシリンジ	2	
09	0, 0.2, 0.4, 2, 4, 10	直線	無	メスフラスコ 5	マイクロシリンジ 250, 500 $\mu$ L	0.5	125	0.5	マイクロシリンジ 500 $\mu$ L	マイクロシリンジ	2	
11	0.1, 1, 2, 5, 10	直線	無	メスフラスコ 10	ホールピペット 0.5, 1, 2.5, 5	1	125	1	ホールピペット 1	マイクロシリンジ	2	
13	0.2, 1.0, 5.0, 10.0	直線	無	メスフラスコ 10	ホールピペット 1 マイクロシリンジ 250, 500 $\mu$ L	1	125	1	ホールピペット 1	マイクロシリンジ	3	
14	0.1, 0.2, 1, 2, 5, 10	直線	無	メスフラスコ 10	ホールピペット 1	1	125	1	ホールピペット 1	マイクロシリンジ	2	

機 関 番 号	検量線の作成				検量線の調製				バイアルへの添加	
	標準系列	計算方法	重み 付けの 有無	使用した容器と その容積(mL)	標準液添加に使用した計量器具 とその容積(mL)	標準液に添加した 内部標準液			計量器具	標準液 添加量 ( $\mu$ L)
						濃度 (mg/L)	添加量 (mL)	使用した計量器具と その容積(mL)		
20	1, 2.5, 5, 7.5, 10	直線	無	メスフラスコ 10	マイクロシリンジ 100, 500 $\mu$ L	125	1	ホールピペット 1	マイクロシリンジ	2
23	0, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10	直線	無	メスフラスコ 10	ホールピペット 0.5, 1, 2.5	50	2.5	ホールピペット 2.5	マイクロシリンジ	2
25	0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 8.0, 10.0	直線	有	メスフラスコ 100	マイクロシリンジ 50, 500 $\mu$ L	12.5	0.02	マイクロシリンジ 50 $\mu$ L	メスピペット	15 mL
26	0, 0.2, 0.5, 1, 5, 10	直線	無	メスフラスコ 50	マイクロシリンジ 10 $\mu$ L	10	0.01	マイクロシリンジ 10 $\mu$ L	—	—
31	0.2, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0	直線	無	メスフラスコ 10	マイクロシリンジ 25, 100, 250, 500 $\mu$ L	125	1	ホールピペット 1	マイクロシリンジ	3
32	1.00, 2.00, 6.00, 10.0	直線	無	メスフラスコ 4	ホールピペット 0.5, 1 マイクロシリンジ 250 $\mu$ L	12.5	0.4	ホールピペット 0.4	マイクロシリンジ	3

表 20 試験操作

機 関 番 号	試験溶液採取				塩化ナトリウム 添加の 有無	内部標準液			恒温槽	
	バイアル 容積(mL)	採取量 (mL)	使用した計量器具と その容積(mL)	添加した内部 標準液濃度(mg/L)		内部標準液 添加量( $\mu$ L)	使用した計量器具と その容積( $\mu$ L)	温度( $^{\circ}$ C)	加温時間(分)	
01	20	10	ホールピペット 10	12.5	2	マイクロシリンジ 5	60	30		
02	22	15	マイクロピペット 10	12.5	3	マイクロシリンジ 10	60	30		
03	22	10	ホールピペット 10	100	1	マイクロシリンジ 10	60	30		
04	20	15	ホールピペット 15	7.5	20	マイクロシリンジ 25	60	30		
05	22	10	ホールピペット 10	12.5	2	マイクロシリンジ 5	80	30		
06	20	15	ホールピペット 15	20	3	マイクロシリンジ 10	60	30		
07	20	10	ホールピペット 10	12.5	2	マイクロシリンジ 10	60	30		
09	20	10	ホールピペット 10	12.5	2	マイクロシリンジ 10	65	30		
11	20	10	ホールピペット 10	12.5	2	マイクロシリンジ 10	60	30		

機関番号	試験溶液採取			塩化ナトリウム		内部標準液			恒温槽	
	バイアル容量(mL)	採取量(mL)	使用した計量器具と その容量(mL)	添加量 (g)	添加した内部 標準液濃度(mg/L)	内部標準液 添加量(μL)	使用した計量器具と その容量(μL)	温度(°C)	加温時間(分)	
13	20	15	ホールピペット 15	有	12.5	8	マイクログリッジ 10	60	30	
14	22	10	ホールピペット 10	有	12.5	2	マイクログリッジ 10	60	30	
20	20	10	ホールピペット 10	有	12.5	2	マイクログリッジ 60	70	30	
23	22	10	ホールピペット 10	有	12.5	2	マイクログリッジ 2	70	30	
25	20	15	メスピペット 20	有	12.5	40	マイクログリッジ 50	60	30	
26	20	15	デジタル可変ピペット 20	有	10	10	マイクログリッジ 10	60	30	
31	20	15	ホールピペット 15	有	12.5	3	マイクログリッジ 10	60	30	
32	20	15	ホールピペット 15	有	12.5	3	マイクログリッジ 10	60	30	

表 2.1 測定機器

機関番号	ヘッドスペース装置		ガスクロマトグラフ		質量分析計	
	メーカー名	型式	メーカー名	型式	メーカー名	型式
01	Perkin Elmer	Turbo Matrix 40	島津製作所	GC2010	島津製作所	GCMS-QP2010Plus
02	Agilent technologies	7694	Agilent technologies	6890N	Agilent technologies	5975
03	Perkin Elmer	HS-40	島津製作所	GC-17A	島津製作所	QP-6000
04	Agilent technologies	G1888	Agilent technologies	7890A	Agilent technologies	5975C
05	Teledyne Tekmer	HT-3	島津製作所	GC-2010	島津製作所	QP2010SE
06	Perkin Elmer	Turbo Matrix 40	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010
07	Thermo	TRIPLES	Thermo	TRACE GC ULTRA	Thermo	DSQ2
09	Perkin Elmer	TurboMatrix40	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010
11	Perkin Elmer	Turbo Matrix 40	島津製作所	GC-2010	島津製作所	GCMS-QP2010
18	Agilent technologies	7697A	Agilent technologies	6890N	Agilent technologies	5973inert

機頭 番号	ヘッドスペース装置		ガスクロマトグラフ			質量分析計		
	メーカー名	型式	メーカー名	型式	試料注入法 (スプリット比)	メーカー名	型式	MS方式
14	Teledyne Tekmer	HT3	Agilent technologies	6890N	スプリット (2:6)	日本電子	Jms-Q1000GC K9	四重極型
20	Agilent technologies	7697A	Agilent technologies	7890A	スプリット (15:1)	Agilent technologies	5975C	四重極型
23	島津製作所	HS-20	島津製作所	GC-2010	スプリット (1:5)	島津製作所	QP-2010ultra	四重極型
25	Agilent technologies	G1888	Agilent technologies	7890A	スプリット (27:1)	Agilent technologies	5975C	四重極型
26	Agilent technologies	G1888	Agilent technologies	7890A	スプリットレス	Agilent technologies	5975C	四重極型
31	Perkin Elmer	Turbo Matrix 40	島津製作所	GC-2010	ダイレクト	島津製作所	GCMS-QP2010	四重極型
32	Agilent technologies	7697A	Agilent technologies	7890B	スプリット (40:1)	Agilent technologies	5977A	四重極型

表 22 使用した分離カラム及び温度条件

機頭 番号	メーカー名	製品名	内径 (mm)	長さ (m)	膜厚 ( $\mu$ m)	使用開始年月	温度条件
01	RESTEK	Rtx-624	0.32	60	1.8	2007年11月	35°C(1min)→10°C/min→230°C(5min)
02	ジーエルサイエンス	AQUATIC	0.25	60	1	2017年3月	40°C(1min)→5°C/min→140°C→20°C/min→210°C(1.5min)
03	J&W Scientific	DB-624	0.32	60	1.8	2012年1月	40°C(2min)→10°C/min(90°C)→3°C/min(102°C)→8°C/min(200°C)→4min 保持
04	ジーエルサイエンス	AQUATIC	0.25	60	1.0	2016年8月	50°C(7分保持)→8°C/minで上昇→180°C
05	ジーエルサイエンス	アクアチック-2	0.32	60	1.8	2012年11月	40°C(1分保持)→3°C/分→90°C→10°C/分→180°C→20°C/分→200°C(3分保持)
06	ジーエルサイエンス	AQUATIC-2	0.32	60	1.80	2006年4月	40°C(5min)→5°C/min→80°C→10°C/min→220°C(3min)
07	Agilent technologies	DB-624	0.250	30	1.40	2017年9月	40°C(2min)→12.5°C/min→200°C(1.2min 保持)
09	ジーエルサイエンス	Aquatic II	0.32	60	1.8	2005年8月	40°C(2分保持)→90°C(5°C/分)→220°C(15°C/分)
11	RESTEK	Rtx-624	0.32	60	1.80	2004年11月	40°C(1min)→10°C/min→200°C
13	SUPELCO	VOCOL	0.25	60	1.5	2012年8月	40°C(1分)→10°C/分 140°C→20°C/分 200°C(2分)
14	ジーエルサイエンス	AQUATIC	0.32	60	1.4	2006年2月	40°C(5min)→5°C/min→80°C(0min)→10°C/min→220°C(5min)



機関番号	メーカー名	製品名	内径 (mm)	長さ (m)	膜厚 (µm)	使用開始年月	温度条件
20	Agilent technologies	Select Volatiles	0.20	25	1.12	2016年6月	40°C(1.5min)→15°C/min→120°C→20°C/min→200°C
23	RESTEK	Rtx-624	0.32	60	1.8	2015年12月	40°C(5min)→10°C/min→230°C
25	Agilent technologies	DB-624	0.180	20	1.00	2015年4月	40°C(1.575min)→30°C/min→220°C(1.5min)
26	J&W	DB-624	0.25	30	1.40	2016年12月	40°C(1.5min)→10°C/min→80°C→20°C/min→220°C
31	J&W Scientific	DB-VRX	0.32	60	1.8	2014年9月	40°C(5min)→10°C/min→250°C(3min)
32	Agilent technologies	CP7410	0.2	25	1.12	2017年7月	40°C(2min)→10°C/min→75°C→80°C/min→180°C(1min)

表 23 ガスクロマトグラフ測定条件及び定量方法

機関番号	注入口温度(°C)	イオン源温度(°C)	インターフェイス温度(°C)	イオン化電圧(V)	キャリアーガスの種類	キャリアーガス流量(mL/min)	ベンゼン	フラグメントイオンの質量数(m/z)		ピーク読み取り方法	定量計算方法
								(定量用、確認用)	測定に用いた内部標準物質		
01	200	200	230	70	ヘリウム	50	78, 52	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法	
02	200	230	220	70	ヘリウム	0.9	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法	
08	120	230	230	--	ヘリウム	--	78, 77, 52	p-プロモフルオロベンゼン 174, 96, 176	ピーク面積	内部標準法	
04	200	230	220	70e	ヘリウム	1	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法	
05	110	200	230	70	ヘリウム	1	78, 77, 52	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法	
06	200	200	250	1000	--	120kpa	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法	
07	200	220	200	70	ヘリウム	2.0	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法	
09	150	200	230	70e	ヘリウム	100kPa	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法	
11	150	200	230	70	ヘリウム	2.3	78, 77, 52	p-プロモフルオロベンゼン 95, 174, 176	ピーク面積	内部標準法	
13	200	250	220	70	ヘリウム	1.5	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法	

機関番号	注入口温度(°C)	イオン源温度(°C)	インターフェイス温度(°C)	イオン化電圧(V)	キャリアーガスの種類	キャリアーガス流量(mL/min)	フラグメントイオンの質量数(m/z)		ピーク読み取り方法	定量計量方法
							ベンゼン	(定量用、確認用) 測定に用いた内部標準物質		
14	160	200	200	70	ヘリウム	80kPa	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法
20	220	230	230	70	ヘリウム	0.8	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法
23	150	200	230	70	ヘリウム	22	78, 77	4-プロモフルオロベンゼン 174, 176	ピーク面積	内部標準法
25	200	230	220	1294	ヘリウム	0.792	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法
26	200	230	260	69.9	ヘリウム	1.3	78, 77	4-プロモフルオロベンゼン 95, 174	ピーク面積	内部標準法
31	180	260	260	1640	ヘリウム	100kPa	78, 51	96, 70	ピーク面積	内部標準法
32	160	230	180	1721	ヘリウム	1	78, 77	フルオロベンゼン 96, 70	ピーク面積	内部標準法

表 24 棄却・除去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
28	配布試料を 20 倍希釈するときに用いる精製水の温度及び希釈方法の違いにより、揮発性物質であるベンゼン濃度が参加した他の水道事業体の値に比べ高い値となったと考えられた。	①過去の検査結果の検証 ②外部精度管理実施時の標準作業手順書に則った作業手順の確認 ③測定データと検出データの確認及び検量線、濃度計算シート工程管理試料結果の確認 ④配布試料の希釈操作が測定値に与える影響に関する検証
29	今回の測定において検量線等不備は認められず、精度管理結果が逸脱した原因として考えられることは、試料の希釈時における操作ミス、操作に使用したメスフラスコやホルビペットによるコンタミネーションの発生等が希釈段階において発生したものと推察される。	・空試験の確認を行ったところ、検量線の最小濃度の面積比 2%以下となっており、問題なかった。 ・検量線の真度を確認したところ、80%~120%の範囲内に入っており、問題はなかった。 ・コントロール試料の確認をしたところ、80%~120%の範囲内に入っており、問題はなかった。 ・検量線の傾向を精度管理前後の測定データと比較したところ、大きな違いは認められなかった。
30	試料を 20 倍希釈するところを 10 倍希釈してしまった。	希釈操作を行う際は希釈倍率について複数回確認する。分析担当者以外の職員が立ち会うなど分析操作の相互確認を行う。
31	報告値を µg/L で報告すべきところを mg/L で報告した。通常の分析結果は mg/L で行っており、通常と異なる µg/L での報告で単位の違いを見落とした。	µg/L に直してデータを比較したところ、平均値は 3.02 µg/L であり、Zスコアは -1.3 程度であった。報告書のチェック体制が通常の工程と異なっていたため、単位の見落としがあった。今後は技能試験も通常と同様とする。

機関 番号	統計上データが逸脱した原因として想定される事項	対応策・検討した事項など
32	<p>20倍に希釈する前の試料濃度を報告値としたため。実際には、20倍希釈後の結果について求められていたわけですが、実施票値の(3)留置点のイに「試料は正確に20倍希釈し、これを試験濃度とする。」とあり、報告様式の結果報告欄は「試料」となっていたためにより20倍希釈する前の試料の濃度を報告するものと勘違いし、試験溶液の濃度に20をかけたいました。</p>	<p>報告した結果を20倍希釈した濃度で再評価すると、Zスコアは±2以内、誤差率は20%以内でしたので、検査方法上は、問題なしとしました。なお、報告にあたって、文章上の意味合いについて、疑義が生じた場合は、自己解釈せずに主催者にお問い合わせ等の対応をすするようにします。</p>

## 平成 29 年度 第 2 回水質検査外部精度管理実施要領

### 1. 精度管理対象項目

ベンゼン

### 2. 調査概要及びフロー

参加機関は、千葉県衛生研究所から送付された未知濃度の試料を、通常の水質検査業務と同様の方法（各機関の標準作業書）により濃度を測定し、結果を千葉県衛生研究所（生活環境研究室担当）宛に報告する。千葉県衛生研究所はその報告をとりまとめ、調査結果及び全参加機関の評価を公表する。

#### (1) 試料の送付

発送予定：平成 29 年 9 月 25 日（月）※9 月 26 日（火）までに到着予定  
（衛生研究所に来所して受け取る場合、来所日は 9 月 26 日（火））



#### (2) 試料の測定

外部精度管理開始日時：平成 29 年 9 月 27 日（水）午前 9 時



#### (3) 報告書（電子ファイル及び書類）の提出

提出締め切り：平成 29 年 10 月 11 日（水）



#### (4) 測定結果の解析及びとりまとめ

暫定結果の通知：平成 29 年 11 月（予定）



#### (5) 調査結果の公表

結果公表の通知：平成 30 年 1 月（予定）

### 3. 試料の送付

下表に示す試料を発送する。試料が指定日の午後 4 時までに届かない場合及び到着時に破損していた場合は、千葉県衛生研究所に電話で連絡すること。配送状況を確認のうえ、輸送中の破損や、配送業者による誤配送についてのみ、発送予定日の翌日に再発送する。なお、再発送した試料を用いて試験を行う場合は、試料到着日時を外部精度管理開始日時とする。

※連絡先が申込の連絡先と異なるので注意すること。

衛生研究所に来所して受け取る場合は、発送予定日の翌日（9 月 26 日）を来所日とする。

名称	測定項目	送付容器	内容量	備考
有機物試料	ベンゼン	100 mL 褐色ガラス瓶	約 170 mL	・ 20 倍濃縮 ・ 塩酸添加水溶液 (約 0.1%)

#### 4. 試料の測定

##### (1) 測定方法

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

測定項目	検査方法（告示法）
ベンゼン	別表第14：パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法
	別表第15：ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

##### (2) 外部精度管理開始日時

平成29年9月27日（水）午前9時を外部精度管理開始日時とする。外部精度管理開始日時を日常検査における採水日時とし、告示法で示された制限時間内に試験を開始すること。なお、制限時間内であっても、試料開封後は速やかに試験を開始すること。

##### (3) 留意点

- ア 試料到着後、試験開始まで、冷蔵庫等の冷暗所で保存すること。
- イ 試料は正確に20倍希釈し、これを試験溶液とする。試験溶液には告示法に示された試料採取時の保存試薬や脱塩素処理剤は添加せず、前処理以降の操作を行うこと。
- ウ 試料には、ベンゼン以外の揮発性有機化合物を添加している。その他の結果については、今後の精度管理項目選定の参考にするため、検量線の範囲内であったもののみ、測定時に得られた値をそのまま報告書に記入すること。なお、ベンゼン以外の結果については、評価及び統計処理は行わない。
- エ 試験溶液について前処理以降の操作を5回行い、5回分の結果を報告書に記載すること。また、試料ラベルに付番されている番号を試料番号とし、報告書に記載すること。
- オ 配付試料は、100 mL 褐色ガラス瓶の破損を防止するため満水にしていない。試験に十分な量を送付しているが、試験溶液が余ってもやり直しはしないこと。
- カ 試験終了後の配付試料は、各機関の廃棄方法に従って適正に処分すること。

#### 5. 試験結果報告書

(1) 報告書の様式は「.xlsx」形式で送付する。

(2) 入力後、ファイル名を「各機関の機関名」に変更して保存する。

※書式、記入順序の変更や、ファイル構成等を変更しないこと。

(3) 報告書の様式「.xls」が必要な場合や、ファイルが開かない等の問合せは、千葉県衛生研究所 ([eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp](mailto:eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp)) に電子メールで行うこと。

※電話での問合せには回答しないので注意すること。

#### (4) 試験結果報告書入力時の留意点

- ア 得られた試験結果は、各機関が通常実施している手順で濃度を算出し、試験結果報告書には有効数字3桁で入力すること。
- イ 試験結果報告書はシートA~Eまで該当するすべての回答欄へ記入すること。シートCは検査方法ごとに作成しているので、検査方法をよく確認して記入すること。
- ウ 番号付きの設問は番号で回答し、該当する番号がない場合は、直接具体的に入力すること。
- エ 記入欄に入りきれない設問及び不足、不備がある場合は、回答欄に「備考欄へ」と記入のうえ、各シート末尾の備考欄に記入すること。報告書の記入方法や設問の意図について、メールや電話での問合せには回答しないので注意すること。
- オ 該当しない設問への記入は必要ないが、「わからない」「行っていない」等の場合は、「- (ハイフン)」にするなど、記入漏れとの判別ができるように記入すること。

## 6. 試験結果報告書の提出

### (1) 電子ファイルの提出

- ア エクセルファイルのみ電子メールに添付して、千葉県衛生研究所 ([eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp](mailto:eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp)) に送信する。  
※エクセルファイル以外の電子ファイル（送付状等）は添付しないこと。
- イ メールのはじめの件名は「H29年度第2回精度管理報告書」とする。
- ウ 電子ファイルの受信及び添付ファイルの確認後、受付完了のメールを返送するが、確認には時間を要する場合がある。  
※パスワードには対応するが、添付ファイルが開けない等の不具合については受付しない（受付完了メールは送らない）ので注意すること。

### (2) 書類の提出

下記の書類を A4サイズ で作成し、千葉県衛生研究所に提出する。提出方法に指定はないが、料金後納郵便は消印の確認ができないため、送付日が確認できる証明等を付けること。なお、各書類の原本は、各機関で保存すること。

※宛名の間違い、送付物の漏れ等がないよう確認すること。

- ア 試験結果報告書を印刷したもの
  - イ 試験に使用した SOP 及び操作手順を示したフローシート等の写し
  - ウ 測定に係る作業記録（結果の計算過程の記録、試料の希釈についての記録等）の写し
  - エ 測定条件、分析チャート、検量線、結果レポート等の写し
- ※第三者が理解できるよう、試験操作の順番に従って時系列に並べること。

(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：林、豊崎)

#### 7. 提出期限

試験結果報告書の提出期限は外部精度管理開始日から 14 日後とし、期日を下記に示す。なお、試料再発送の場合も提出期限は下表に示す期日とする。

提出期日	書類	電子ファイル
平成 29 年 10 月 11 日 (水)	消印有効	午後 11 時 59 分

#### 8. 評価方法

Grubbs の棄却検定を行い、測定値が 5%棄却限界値を超える機関を除外する。

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

評価基準
・ Z スコアーの絶対値が 3 以上かつ誤差率が 20%を超えた場合
・ 変動係数が 20%を超えた場合

報告書を提出しなかった機関、無効な測定結果及び日常の検査精度に影響のある実施要領違反については測定結果を無効とし、Grubbs の棄却検定から除外する。

#### 9. 問合せ先

試料の輸送中の破損及び試料が届かない場合以外 (試験結果報告書のファイルが開かない等の不具合があった場合) は、千葉県衛生研究所 ([eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp](mailto:eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp)) に電子メールで連絡すること。

○千葉県衛生研究所 生活環境研究室 (担当：林、豊崎)

住所：〒260-8715 千葉市中央区仁戸名町 666-2

電話番号：043-266-7983

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

※基本的に、電話での問合せには回答しないので注意すること。

整理番号\*

※記入しないでください

## 試験結果報告書(ベンゼン)

- ・番号付きの設問は番号で回答し、該当する番号がない場合は、直接入力してください。
- ・記入欄に入りきらない設問及び不足、不備がある場合は、回答欄に「備考欄へ」と記入したうえで、各シート末尾の備考欄に記入してください。
- ・該当しない設問への記入は必要ありませんが、「わからない」「行っていない」等の場合は「-」を記入するなど、記入漏れとの判別ができるように記入してください。

試験機関名			
試料番号 * 試料ラベルに付番			
試料受取日時	月	日	時 分
試料開封日時	月	日	時 分
試験操作開始日時	月	日	時 分
試料の保存温度	℃	試験担当者のベンゼンの経験年数 * 1年未満は切り捨てて記入	年

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

測定方法
1. 別表第14 パーシトラップーガス chromatography-質量分析計による一斉分析法 2. 別表第15 ヘッドスペースーガス chromatography-質量分析計による一斉分析法

分析項目	
一斉分析	1. 行った 2. 行わなかった
1の場合	ベンゼン以外に一斉分析した項目を全て記入

定量下限		
設定方法	1. 基準値の1/10 2. 再現性試験から算出 3. 他の一斉分析項目の下限値に合わせて設定	定量下限値の濃度 μg/L



妥当性評価実施の有無		1. 有 2. 無			
1の場合 *最新の データを 記入して ください	用いた水の種類	1. 水道水 2. 精製水 (ミネラルウォーターを含む) 3. 水道水及び精製水 (ミネラルウォーターを含む)			
		水道水		精製水	定量下限値の評価 * 添加濃度が下限値と異なる場合のみ記入
	添加濃度	µg/L		µg/L	µg/L
	実施者の人数	人		人	人
	1人あたりの実施日数	日		日	日
	1人、1日あたりの実施検体数				
	選択性 添加濃度のピークに対する 妨害ピークの割合	1. 1/3未満 2. 1/3以上		1. 1/3未満 2. 1/3以上	1. 1/3未満 2. 1/3以上
	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				
	真度	%		%	%
	併行精度 (RSD%)	%		%	%
	室内精度 (RSD%)	%		%	%
	*上記項目以外に補足があれば具体的に記入 (例) 選択性、真度、併行精度は1人1日5併行の結果から算出し、室内精度は3人分の結果から算出した				
妥当性評価実施の理由 (例) 標準作業書策定のため、標準原液を変更したため					

## 備考

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

## 精製水

精製水	1. 市販精製水 (ミネラルウォーターを含む) 2. 精製水製造装置使用				
	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	開封年月日	年 月 日
2の場合	装置名		メーカー名		

## 試料の取り扱い

配付試料の 20倍希釈	容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー	
		容量	* 単位まで記入 (例) 1Lなど	
	計量器具	名称	1. ホールビペット 2. マイクロビペット 3. メスビペット	
		容量	* 単位まで記入 (例) 50 mLなど	
希釈水	1. 試験に使用した上記精製水 * 1以外の場合は、装置名やメーカー名、製品名、ロット番号等がわかるように記入			

## メチルアルコール

製品名		メーカー名	
グレード (例) 特級など		購入年月日	年 月 日
開封後の使用期間	(例) なし、1週間、3ヵ月、1年など		

## 塩化ナトリウム

製品名		メーカー名	
グレード (例) 特級など			

## 使用器具

洗浄方法	(例) * 洗い方の異なる器具ごとに記入 ①水で洗う ②精製水で10回以上すすぐ ③精製水で3回以上すすぎ、乾燥 ④使用前にアルコールですすぎ、乾燥			
マイクロ ビペット	校正	1. 行っている 2. 行っていない		
		1の場合	最近の校正年月日	年 月 日
			頻度	(例) 使用の頻度、1回/年など
方法	(例) 自主点検、業者委託など			

## 備考欄

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

別表第14 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

\* 試験方法がパージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法の場合のみ記入

標準原液及び標準液

		1. 市販標準原液(単品) 2. 市販標準原液(混合品) 3. 自家調製液			
標準原液	1,2,3の場合	製品名/試薬名		メーカー名	
		ロット番号		開封年月日	
		開封後の使用期間	(例) 用時調製、メーカーの保証期限まで、3か月など		
	1,2の場合	濃度	mg/L	保証(使用)期限	年 月 日
		トレーサビリティ	(例) なし、JCSS、MRAなど【証明書の写しを提出】		
	3の場合	調製濃度	mg/L	試薬量	g
調製年月日		年 月 日	使用期限	年 月 日	
調製に 使用した 容器		名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー		
		容量	* 単位まで記入 (例) 100 mL、10 mLなど		
標準液	調製濃度	mg/L	調製年月日	年 月 日	
	使用期限(例) 用時調製、3か月など				
	調製に 使用した 容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー		
		容量	* 単位まで記入 (例) 100 mL、10 mLなど		
計量器具	名称	1. ホールピペット 2. マイクロピペット 3. メスピペット			
	容量	* 単位まで記入 (例) 1 mL、20~200 µLなど			
内部標準原液	ペンシンの測定に用いた内部標準物質名				
	1. 市販内部標準原液(単品) 2. 市販内部標準原液(混合品) 3. 自家調製液				
	1,2,3の場合	製品名/試薬名		メーカー名	
		ロット番号		開封年月日	
		開封後の使用期間	(例) 用時調製、メーカーの保証期限まで、3か月など		
	1,2の場合	濃度	mg/L	保証(使用)期限	
		調製濃度	mg/L	試薬量	
	3の場合	調製年月日	年 月 日	使用期限	
調製に 使用した 容器		名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー		
		容量	* 単位まで記入 (例) 100 mL、10 mLなど		
内部標準液		調製濃度	mg/L	調製年月日	
	使用期限(例) 用時調製、3か月など				
	調製に 使用した 容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー		
		容量	* 単位まで記入 (例) 100 mL、10 mLなど		
計量器具	名称	1. ホールピペット 2. マイクロピペット 3. メスピペット			
	容量	* 単位まで記入 (例) 1 mL、20~200 µLなど			

検査線用標準液

- 「使用した容器」「使用した計量器具」「精製水への添加」の名称欄には、下記から番号を選び、該当がない場合は直接記入してください。

- 容器 1. メスフラスコ  
 計量器具 1. ホールピペット 2. マイクロピペット 3. マイクロシリンジ

- 「濃度又は名称」の回答欄には、濃度又は名称を直接記入してください。

ベンゼンの検査線 作成用標準液に ついてのみ記入	使用した容器		添加した標準液		添加に使用した計量器具		精製水への添加				
	名称 * 番号を記入	容量 * 単位まで 記入	濃度又は名称 * 濃度は 単位まで記入 (例) 標準液5	添加量 * 単位 まで 記入	名称 * 番号を 記入	容量 * 単位まで 記入	容器 * 番号を記入	容量 * 単位 まで記入	計量器具 * 番号を 記入	添加量 * 単位まで 記入	
(例)	1.	10 mL	100 mg/L	1 mL	1	1 mL	1	50 mL	8	50 µL	
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											
標準液8											
標準液9											
標準液10											
内部標準液	標準液への添加		添加に用いた内部標準液濃度							mg/L	
			添加量							mL	
			計量器具	名称	1. ホールピペット 2. マイクロシリンジ						
				容量	* 単位まで記入 (例) 1 mL など						

試験操作方法 \* 20倍希釈後の試料について記入してください。

試料の希釈	1. 20倍希釈後の試料を更に希釈した 2. そのまま測定した										
	1の場合	希釈倍率 * 20倍希釈後に更に希釈した標準を記入								倍	
		容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー							
			容量	* 単位まで記入 (例) 100 mL, 50 mL など							
		計量器具	名称	1. ホールピペット 2. マイクロピペット							
容量	* 単位まで記入 (例) 5 mL, 100~1000 µL など										
希釈水		1. シートBに記入した精製水 2. 1以外の場合は、装置名やメーカー名、製品名、目外番号等がわかるように記入									
塩化ナトリウムの添加	1の場合		添加量							g	
試験溶液採取	容器の容量		mL				採取量		mL		
	計量器具	名称	1. ホールピペット 2. メスピペット								
容量		* 単位まで記入 (例) 20 mL など									
内部標準液	試験溶液への添加		添加に用いた内部標準液濃度							mg/L	
			添加量							µL	
			計量器具	名称	1. ホールピペット 2. マイクロピペット						
				容量	* 単位まで記入 (例) 10 µL, 2~20 µL など						
試験溶液中の内部標準物質濃度										mg/L	

## 使用装置と機器

ページトラップ装置	メーカー名		型式		
	購入年月日	年 月 日			
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				
分離カラム	メーカー名		製品名		
	内径	mm	長さ	m	
	膜厚	μm	使用開始年月	年 月	
測定条件	内部標準液自動添加		1. 有 2. 無		
	バージ容器の容量	mL	バージ温度	℃	
	バージ時間	分	バージ流量	mL/min	
	トラップ管充填材名				
	デソープ時間	分	デソープ温度	℃	
	ガスクロマトグラフへの 試料注入法	1. クライオフォーカス 2. スプリット 3. ダイレクト			
		2の場合	スプリット比		
	分離カラムの温度条件 (例) 40℃ (2 min) → 10℃/min → 180℃				
	洗入口温度	℃	イオン源温度	℃	
	インターフェイス温度	℃	イオン化電圧	V	
	キャリアガスの種類		キャリアガス流量	mL/min	
	定量方法	フラグメントイオンの質量数 (m/z)	ベンゼン	定量用	
				確認用	
			内部標準物質	定量用	
確認用					
ピーク読み取り方法	1. ピーク面積 2. ピーク高さ				
定量計算方法	1. 内部標準法 2. 絶対検量線法				

## 備考欄

<シートC1の記入欄に関して、不足、不備等がある場合は本欄に記入してください。>

別表第15 ヘッドスペース—ガスクロマトグラフ—質量分析計による一斉分析法

\* 試験方法がヘッドスペース—ガスクロマトグラフ—質量分析計による一斉分析法の場合のみ記入

標準原液及び標準液

		1. 市販標準原液(単品) 2. 市販標準原液(混合品) 3. 自家調製液			
標準原液	1,2,3の場合	製品名/試薬名		メーカー名	
		ロット番号		開封年月日	年 月 日
		開封後の使用期間	(例) 用時調製、メーカーの保証期限まで、3ヵ月など		
	1,2の場合	濃度	mg/L	保証(使用)期限	年 月 日
		トレーサビリティ	(例) なし、JCSS、MRAなど【証明書の写真を提出】		
	3の場合	調製濃度	mg/L	試薬量	g
調製年月日		年 月 日	使用期限	年 月 日	
調製に 使用した 容器		名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー		
		容量	* 単位まで記入 (例) 100 mL、10 mLなど		
標準液	調製濃度		mg/L	調製年月日	年 月 日
	使用期限 (例) 用時調製、3ヵ月など				
	調製に 使用した 容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー		
		容量	* 単位まで記入 (例) 100 mL、10 mLなど		
	計量器具	名称	1. ホールピペット 2. マイクロピペット 3. スピペット		
		容量	* 単位まで記入 (例) 1 mL、20~200 µLなど		
ベンゼンの測定に用いた内部標準物質名					
		1. 市販内部標準原液(単品) 2. 市販内部標準原液(混合品) 3. 自家調製液			
内部標準原液	1,2,3の場合	製品名/試薬名		メーカー名	
		ロット番号		開封年月日	年 月 日
		開封後の使用期間	(例) 用時調製、メーカーの保証期限まで、3ヵ月など		
	1,2の場合	濃度	mg/L	保証(使用)期限	年 月 日
		調製濃度	mg/L	試薬量	g
	3の場合	調製年月日	年 月 日	使用期限	年 月 日
調製に 使用した 容器		名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー		
		容量	* 単位まで記入 (例) 100 mL、10 mLなど		
内部標準液		調製濃度		mg/L	調製年月日
	使用期限 (例) 用時調製、3ヵ月など				
	調製に 使用した 容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスシリンダー		
		容量	* 単位まで記入 (例) 100 mL、10 mLなど		
	計量器具	名称	1. ホールピペット 2. マイクロピペット 3. スピペット		
		容量	* 単位まで記入 (例) 1 mL、20~200 µLなど		

検査線用標準液

・「使用した容器」「使用した計量器具」「バイアルへの添加」の名称欄には、下記から番号を選び、該当がない場合は直接記入してください。

- 容器 1. メスフラスコ  
 計量器具 1. ホールピペット 2. マイクロピペット 3. マイクロシリンジ

・「濃度又は名称」の回答欄には、濃度又は名称を直接記入してください。

ベンゼンの検査線 作成用標準液に ついてのみ記入	使用した容器		添加した標準液		添加に使用した計量器具		バイアルへの添加		
	名称	容量	濃度又は名称	添加量	名称	容量	計量器具	添加量	
	* 番号を記入	* 単位まで記入	* 濃度は 単位まで記入 (例) 標準液5	* 単位まで記入	* 番号を 記入	* 単位まで記入	* 番号を記入	* 単位まで記 入	
(例)	1	10 mL	100 mg/L	1 mL	1	1 mL	3	3 µL	
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									
標準液8									
標準液9									
標準液10									
内部標準液	標準液への添加	添加に用いた内部標準液濃度						mg/L	
		添加量						mL	
		計量器具	名称	1. ホールピペット 2. マイクロシリンジ					
			容量	* 単位まで記入 (例) 1 mL など					

試験操作方法 \* 20倍希釈後の試料について記入してください。

試料の希釈	1. 20倍希釈後の試料を更に希釈した 2. そのまま測定した				
	1の場合	希釈倍率	* 20倍希釈後に更に希釈した倍率を記入		倍
		容器	名称	1. メスフラスコ 2. 共栓メスリンジャー	
		容量	* 単位まで記入 (例) 100 mL, 50 mL など		
計量器具	名称	1. ホールピペット 2. マイクロピペット			
	容量	* 単位まで記入 (例) 5 mL, 100~1000 µL など			
希釈水	1. フロートBに記入した精製水 2. 以外の場合は、装置名やメーカー名、製品名、ロット番号等がわかるように記入				
塩化ナトリウムの添加	1の場合	添加量		g	
試験溶液採取	容量	mL	採取量	mL	
	計量器具	名称	1. ホールピペット 2. マイクロピペット		
内部標準液	試験液への添加	濃度又は名称	添加に用いた内部標準液濃度		mg/L
		添加量			µL
	計量器具	名称	1. ホールピペット 2. マイクロピペット		
		容量	* 単位まで記入 (例) 10 µL		
試験溶液中の内部標準液物質濃度				mg/L	
恒温槽	温度	°C	加温時間	分	

## 使用装置と機器

ヘッドスペース装置	メーカー名		型式	
	購入年月日	年 月 日		
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			
分離カラム	メーカー名		製品名	
	内径	mm	長さ	m
	膜厚	μm	使用開始年月	年 月
測定条件	トラップ管充填材名			
	ガスクロマトグラフへの試料注入法	1. スプリット 2. スプリットレス		
		1の場合	スプリット比	
	分離カラムの温度条件 (例) 40℃ (2 min) → 10℃/min → 180℃			
	注入口温度	℃	イオン源温度	℃
	イオン化温度	℃	イオン化電圧	V
	キャリアーガスの種類		キャリアーガス流量	mL/min
	定量方法	フラグメントイオンの質量数 (m/z)	ベンゼン	定量用
				確認用
	ピーク読み取り方法	内部標準物質	定量用	
確認用				
ピーク読み取り方法	1. ピーク面積 2. ピーク高さ			
定量計算方法	1. 内部標準法 2. 絶対換算線法			

## 備考欄

<シートC2の記入欄に関して、不足、不備等がある場合は本欄に記入してください。>



## 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
濃度 (µg/L) * 得られた数値を そのまま記入		シートAで記入済				
ベンゼンの ピーク高さ又は面積値						
内部標準物質の ピーク高さ又は面積値						
強度比						
測定開始時間 (例) 10:10						

## 検量線データ

検量線	y =	x x +	直線性	r <sup>2</sup> =
-----	-----	-------	-----	------------------

↑ 切片がマイナスになる場合は「-」を記入

検量線のフィッティング方法	1. 直線 2. 2次曲線		ベンゼンの ピーク高さ又は面積値	内部標準物質の ピーク高さ又は面積値	強度比	測定開始時間 (例) 10:10
	重み付け	1. 有 2. 無				
ベンゼンの検量線 として使用している 点のみ記入	設定濃度 (µg/L)					
標準液1	µg/L					
標準液2	µg/L					
標準液3	µg/L					
標準液4	µg/L					
標準液5	µg/L					
標準液6	µg/L					
標準液7	µg/L					
標準液8	µg/L					
標準液9	µg/L					
標準液10	µg/L					

## その他の測定データ

\*今回の精度管理試料には、ベンゼン以外の揮発性有機化合物も添加しています。  
希釈を行う必要はありませんので、検量線の範囲内であったもののみ得られた測定値を記入してください。  
今後の精度管理項目選定の参考とさせていただきます。  
なお、その他の項目の測定値に関しては、評価及び統計処理は行いません。

項目名	空試験 (µg/L)	試料1 (µg/L)	試料2 (µg/L)	試料3 (µg/L)	試料4 (µg/L)	試料5 (µg/L)
項目名	空試験 (µg/L)	試料1 (µg/L)	試料2 (µg/L)	試料3 (µg/L)	試料4 (µg/L)	試料5 (µg/L)

## 備考欄

<シートDの記入欄に関して、不足、不備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)。

今回提出いただいた精度管理結果は、他社に今後の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、機関名等個別の名称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5

#### 誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法

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

#### 1 試薬

##### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

##### (2) 内部標準原液

酸化イットリウム（Ⅲ）0.318gを採り、硝酸5mlを加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、精製水を加えて250mlとしたものこの溶液1mlは、イットリウム1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

##### (3) 内部標準液

内部標準原液を精製水で2～200倍に薄めたもの

この溶液1mlは、イットリウム0.005～0.5mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

##### (4) 硝酸

##### (5) 硝酸（1+1）

##### (6) 硝酸（1+30）

##### (7) 硝酸（1+160）

##### (8) 塩酸（1+1）

##### (9) 金属類標準原液

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

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

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

##### (10) 金属類混合標準液

カドミウム、鉛、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン、カルシウム及びマグネシウムのそれぞれ一定量の標準原液を混合して硝酸を添加後、精製水で100～10000倍の範囲内における任意の濃度に薄めたものこの溶液1mlは、それぞれの金属を0.0001～0.01mg含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

#### 2 器具及び装置

##### (1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置

##### (2) アルゴンガス別表第3の2(2)の例による。

#### 3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

#### 4 試験操作

### (1) 前処理

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

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

なお、内部標準液は、前処理の任意の段階での添加でもよい。

### (2) 分析

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

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

硬度 (炭酸カルシウム mg/L)

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

表 2 各金属の濃度範囲及び測定波長

金属類	濃度範囲 (mg/L)	測定波長 (nm)
カドミウム	0.0003～0.05	226.502、214.438
鉛	0.001～0.1	220.353
六価クロム	0.0008～0.08	267.716、206.149
ホウ素	0.006～0.6	249.773、208.893
亜鉛	0.0006～0.06	202.546、213.856
アルミニウム	0.0004～0.04	396.152、309.271
鉄	0.001～0.1	259.940、238.204
銅	0.0006～0.06	324.754、224.700
ナトリウム	0.006～0.6	589.592
マンガン	0.0002～0.02	257.610
カルシウム	0.04～4	422.673、396.847、 393.366
マグネシウム	0.0006～0.06	279.553
イットリウム※		371.029

※印は内部標準物質である。

### 5 検量線の作成

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

濃度と発光強度比との関係を求める。

#### 6 空試験

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

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

#### 7 連続試験を実施する場合の措置

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

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

### 別表第6

#### 誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法

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

#### 1 試薬

##### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

##### (2) 内部標準原液

表1に掲げる方法により調製されたものこれらの溶液1mlは、それぞれの内部標準物質を1mg含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表1 内部標準原液の調製方法

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

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

(3) 混合内部標準液

ベリリウム、コバルト、ガリウム、イットリウム、インジウム及びタリウムのうち使用する内部標準物質を選択し、それぞれの内部標準原液 10ml ずつをメスフラスコに採り、精製水を加えて 1 L とした溶液を精製水で 2 ~ 200 倍に薄めたものこの溶液 1 ml は、それぞれの内部標準物質を 0.00005 ~ 0.005mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

- (4) 硝酸
- (5) 硝酸 (1 + 1)
- (6) 硝酸 (1 + 30)
- (7) 硝酸 (1 + 160)
- (8) 塩酸 (1 + 1)
- (9) 塩酸 (1 + 50)
- (10) 水酸化ナトリウム溶液 (0.4w/v %)
- (11) 金属類標準原液

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

ホウ素については、別表第 5 の 1 (9) の例による。

カルシウム及びマグネシウムについては、別表第 4 の 1 (5) の例による。

これらの溶液 1 ml は、それぞれの金属を 1 mg 含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

(12) 金属類混合標準液

カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、マンガン、カルシウム及びマグネシウムのそれぞれ一定量の標準原液を混合し、精製水で 10 ~ 10000 倍の範囲内における任意の濃度に薄めたものこの溶液 1 ml は、それぞれの金属を 0.0001 ~ 0.1mg 含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

2 器具及び装置

(1) 誘導結合プラズマ質量分析装置

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

(2) アルゴンガス



別表第3の2(2)の例による。

(3) 多原子イオン低減化用ガス

必要な衝突又は反応作用が得られる種類又は組合せであるもの

3 試料の採取及び保存

別表第3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表2に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲になるように精製水を加えて調製したもの）を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸を検水100mlに対して1mlの割合となるように加え、静かに加熱する。液量が検水100mlに対して90mlの割合以下になったら加熱をやめ、冷後、混合内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がおおむね0.005～0.5mg/Lとなるよう一定量加え、更に精製水を加えて一定量とし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。なお、混合内部標準液は、前処理の任意の段階での添加でもよい。

(2) 分析

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

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

硬度（炭酸カルシウム mg/L）

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

表2 各金属の濃度範囲及び質量数

金属類	濃度範囲 (mg/L)	質量数
カドミウム	0.00007～0.007	111、112、114
セレン	0.0004～0.04	77、78、80、82
鉛	0.0002～0.02	208
ヒ素	0.00006～0.006	75
六価クロム	0.0002～0.02	52、53
ホウ素	0.002～0.2	11
亜鉛	0.0002～0.02	64、66
アルミニウム	0.0004～0.04	27
鉄	0.001～0.3	54、56
銅	0.0002～0.02	63、65
ナトリウム	0.1～20	23
マンガン	0.00008～0.008	55

カルシウム	0.1 ~ 20	44
マグネシウム	0.1 ~ 10	24、25
ベリリウム ※		9
コバルト ※		59
ガリウム ※		71
イットリウム ※		89
インジウム ※		115
タリウム ※		205

※印は内部標準物質である。

#### 5 検量線の作成

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

#### 6 空試験

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

#### 別表第14

##### パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、四塩化炭素、1, 4-ジオキサン、シス-1, 2-ジクロロエチレン及びトランス-1, 2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、プロモジクロロメタン並びにプロモホルムである。

## 1 試薬

### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

### (2) 塩酸 (1+10)

### (3) アスコルビン酸ナトリウム

### (4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

### (5) 内部標準原液

フルオロベンゼン及び4-ブロモフルオロベンゼンはそれぞれ 0.500 g、1, 4-ジオキサン-d<sub>8</sub>は 0.400 g をメチルアルコール 10ml を入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて 100ml としたもの

これらの溶液 1 ml は、フルオロベンゼン及び4-ブロモフルオロベンゼンをそれぞれ 5 mg、1, 4-ジオキサン-d<sub>8</sub>を 4 mg 含む。

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

### (6) 内部標準液

内部標準原液をメチルアルコールで 4~400 倍に薄めたもの

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

この溶液 1 ml は、フルオロベンゼン又は4-ブロモフルオロベンゼンをA液では 0.0125~1.25mg 及び1, 4-ジオキサン-d<sub>8</sub>を 0.01~1 mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

### (7) 揮発性有機化合物標準原液四塩化炭素、1, 4-ジオキサン、シス-1, 2-ジクロロエチレン、トランス-1, 2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromokクロロメタン、プロモジクロロメタン及びプロモホルムのそれぞれ 0.500 g について、メチルアルコール少量を入れた別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて 10ml としたもの

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

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

### (8) 揮発性有機化合物混合標準液

それぞれの揮発性有機化合物標準原液 1 ml ずつをメチルアルコール 10ml を入れたメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて 100ml としたもの

この溶液 1 ml は、四塩化炭素、1, 4-ジオキサン、シス-1, 2-ジクロロエチレン、トランス-1, 2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブromokクロロメタン、プロモジクロロメタン及びプロモホルムをそれぞれ 0.5mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

## 2 器具及び装置

### (1) ねじ口瓶

容量 40~100ml のもので、ポリテトラフルオロエチレン張りのキャップをしたもの

### (2) アンプル

容量 1~2ml のもの

### (3) パージ・トラップ装置

#### ア パージ容器

ガラス製で、5~25ml の精製水及び検水を処理できるもの

#### イ 恒温槽

30~40℃の範囲内で一定の温度に保持できるもの

#### ウ トラップ管

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

#### エ 脱着装置

トラップ管を 180~200℃の温度に急速に加熱できるもの

#### オ クライオフォーカス装置

内径 0.32~0.53mm の熔融シリカ管で、-50~-120℃程度に冷却でき、かつ 200℃まで加熱できるもの

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

### (4) ガスクロマトグラフ-質量分析計

#### ア 分離カラム

内径 0.20~0.53mm、長さ 60~75m の熔融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に 25% フェニル-75% ジメチルポリシロキサンを 1 μm の厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

#### イ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

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

#### ウ 検出器

選択イオン測定 (SIM) 又はこれと同等以上の性能を有するもの

#### エ イオン化電圧

電子イオン化法 (EI 法) で、イオン化電圧を 70V にしたもの

#### オ キャリアーガス

純度 99.999 v/v % 以上のヘリウムガス又はこれと同程度の感度を得られるもの

## 3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したねじ口瓶に泡立てないように採取し、pH 値が約 2 となるように塩酸 (1+10) を試料 10ml につき 1 滴程度加え、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、24 時間以内に試験する。

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

#### 4 試験操作

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001~0.01mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの）をバージ容器に採り、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がフルオロベンゼン又は4-ブロモフルオロベンゼンがおおむね0.005~0.5mg/L及び1, 4-ジオキサン-d8がおおむね0.004~0.4mg/Lとなるよう一定量注入する。次いで、バージ・トラップ装置及びガスクロマトグラフ-質量分析計を操作し、表1に示すそれぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記5により作成した検量線から検水中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を算定する。

表1 フラグメントイオン

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

※印は内部標準物質である。

#### 5 検量線の作成

揮発性有機化合物混合標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに内部標準液を一定量加え、更にメチルアルコールを加えて10mlとする。段階的に調製した溶液を一定の割合でメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて一定量とする。この場合、内部標準物質の濃度が上記4に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調製する。以下上記4と同様に操作して、それぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれの揮発性有機化合物の濃度との関係を求める。

#### 6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限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値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記4と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

#### 7 連続試験を実施する場合の措置

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

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

### 別表第15

#### ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、四塩化炭素、1, 4-ジオキサン、シス-1, 2-ジクロロエチレン及びトランス-1, 2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、プロモジクロロメタン並びにプロモホルムである。

#### 1 試薬

##### (1) 精製水

別表第14の1(1)の例による。

##### (2) 塩酸(1+10)

##### (3) アスコルビン酸ナトリウム

##### (4) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

##### (5) メチルアルコール

別表第14の1(4)の例による。

##### (6) 内部標準原液

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

1, 4-ジオキサン-d<sub>8</sub>は0.400gをメチルアルコール5mlを入れたメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて10mlとしたもの

これらの溶液1mlは、フルオロベンゼン及び4-ブロモフルオロベンゼンをそれぞれ5mg、1, 4-ジオキサン-d<sub>8</sub>を40mg含む。これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら1~2mlのアンプルに小分けし、封入して冷凍保存する。

##### (7) 内部標準液別表第14の1(6)の例による。

この溶液 1 ml は、フルオロベンゼン又は 4-ブロモフルオロベンゼンを 0.0125～1.25mg 及び 1, 4-ジオキサン-d<sub>8</sub> を 0.1～10mg 含む。

(8) 揮発性有機化合物標準原液

別表第 14 の 1 (7) の例による。

(9) 揮発性有機化合物混合標準液別表第 14 の 1 (8) の例による。

この溶液 1 ml は、四塩化炭素、1, 4-ジオキサン、シス-1, 2-ジクロロエチレン、トランス-1, 2-ジクロロエチレン、ジクロロメタン、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、ベンゼン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、プロモジクロロメタン及びプロモホルムをそれぞれ 0.5mg 含む。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第 14 の 2 (1) の例による。

(2) アンプル

別表第 14 の 2 (2) の例による。

(3) バイアル

容量 10～100ml のもの

(4) セプタム

(5) ポリテトラフルオロエチレンシート厚さ 0.05mm 以上のもの

(6) アルミキャップ

(7) アルミキャップ締め器

(8) 恒温槽

60～80℃の範囲内で一定の温度に保持できるもの

(9) トラップ管

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

ただし、トラップ操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。

(10) 脱着装置

トラップ管を 180～250℃の温度に急速に加熱できるもの

ただし、トラップ操作を行わない場合は、この装置を使用しなくてもよい。

(11) ガスクロマトグラフ—質量分析計

ア 試料導入部

最適温度が設定できるもの

イ 分離カラム

別表第 14 の 2 (4) アの例による。

ウ 分離カラムの温度

別表第 14 の 2 (4) イの例による。

エ 検出器

別表第 14 の 2 (4) ウの例による。

オ イオン化電圧

別表第 14 の 2 (4) エの例による。

カ キャリヤーガス

別表第 14 の 2 (4) オの例による。

### 3 試料の採取及び保存

別表第 14 の 3 の例による。

### 4 試験操作

#### (1) 前処理

バイアルに塩化ナトリウムを検水量 10ml に対して 3 g を入れた後、検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が 0.01mg/L を超える場合には、0.0001~0.01mg/L となるように精製水を加えて調製したもの）をバイアル容量に対して 0.40~0.85 となるように採り、内部標準液を試験溶液の内部標準物質濃度がフルオロベンゼン又は 4-プロモフルオロベンゼンがおおむね 0.0025~0.25mg/L 及び 1, 4-ジオキサン-d8 がおおむね 0.002~0.2mg/L となるよう一定量注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム、アルミキャップをのせ、アルミキャップ締め器で密閉する。次いで、バイアルを振り混ぜた後、恒温槽で 30 分間以上加熱し、これを試験溶液とする。

#### (2) 分析

上記 (1) で得られた試験溶液の気相の一定量をガスクロマトグラフ質量分析計（トラップ操作を行う場合にはトラップ管及び脱着装置を接続したもの）に注入し、別表第 14 の表 1 に示すそれぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を求め、検水中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を算定する。

### 5 検量線の作成

揮発性有機化合物混合標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに内部標準液を一定量加え、更にメチルアルコールを加えて 10ml とする。精製水を上記 4 (1) と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水 10ml に対して 2  $\mu$ l の割合で注入する。この場合、調製した溶液のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度は、上記 4 (1) に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。また、内部標準物質の濃度が上記 4 (1) に示す試験溶液の内部標準物質濃度と同一になるよう調製する。以下上記 4 (1) 及び (2) と同様に操作して、それぞれの揮発性有機化合物と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれの揮発性有機化合物の濃度との関係を求める。

### 6 空試験

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

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

### 7 連続試験を実施する場合の措置

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

- (1) おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記 5 で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この 7 において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記 4 (1) 及び (2) に示



す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

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

## 水道水の水質基準

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

- 一部改正(平成19年11月14日厚生労働省令第135号、平成20年4月1日施行)
- 一部改正(平成20年12月22日厚生労働省令第174号、平成21年4月1日施行)
- 一部改正(平成22年2月17日厚生労働省令第18号、平成22年4月1日施行)
- 一部改正(平成23年1月28日厚生労働省令第11号、平成23年4月1日施行)
- 一部改正(平成26年2月28日厚生労働省令第15号、平成26年4月1日施行)
- 一部改正(平成27年3月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	テトラクロロエチレン	0.01 mg/l以下
3	カドミウム及びその化合物	0.003 mg/l以下	19	トリクロロエチレン	0.01 mg/l以下
4	水銀及びその化合物	0.0005 mg/l以下	20	ベンゼン	0.01 mg/l以下
5	セレン及びその化合物	0.01 mg/l以下	21	塩素酸	0.6 mg/l以下
6	鉛及びその化合物	0.01 mg/l以下	22	クロ酢酸	0.02 mg/l以下
7	ヒ素及びその化合物	0.01 mg/l以下	23	クロホルム	0.06 mg/l以下
8	六価クロム化合物	0.05 mg/l以下	24	ジクロロ酢酸	0.03 mg/l以下
9	亜硝酸態窒素	0.04 mg/l以下	25	ジブromクロロメタン	0.1 mg/l以下
10	シアン化物イオン及び塩化シアン	0.01 mg/l以下	26	臭素酸	0.01 mg/l以下
11	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	10 mg/l以下	27	総トリハロメタン	0.1 mg/l以下
12	フッ素及びその化合物	0.8 mg/l以下	28	トリクロロ酢酸	0.03 mg/l以下
13	ホウ素及びその化合物	1.0 mg/l以下	29	ブromジクロロメタン	0.03 mg/l以下
14	四塩化炭素	0.002 mg/l以下	30	ブromホルム	0.09 mg/l以下
15	1,4-ジオキサン	0.05 mg/l以下	31	ホルムアルデヒド	0.08 mg/l以下
16	シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン	0.04 mg/l以下			

#### ◎ 水道水が有すべき性状に関連する項目(20項目)

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

## 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。

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

(11) 度数分布：

①測定値の中に同じ値が繰り返し現われる場合、各値の出現度数を並べたもの。

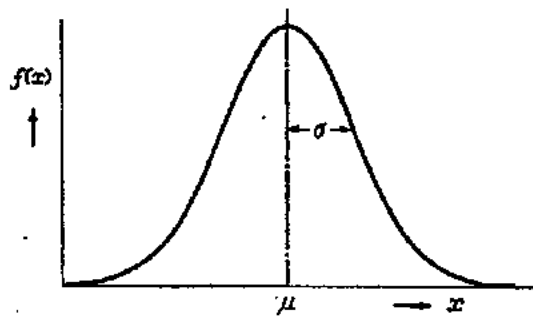
②測定値の存在する範囲をいくつかの区間に分けた場合、各区間に属する測定値の出現度数を並べたもの。度数分布は度数表、ヒストグラムなどで表わされる。

(12) ヒストグラム：度数分布を、各区間を底辺とし、出現度数に比例する面積をもつ柱(長方形)を並べた図で表わしたもの。例えば、日本人全体の体重のヒストグラム作ると、正規分布形になる。

(13) 正規分布：下図に示したように左右対称で、確率密度関数 $f(x)$ をもつ分布。

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

$\pi$ ;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  $F(\nu_1, \nu_2; \alpha/2)$  の値を比べて、 $F_0 > F(\nu_1, \nu_2; \alpha/2)$  であれば有意水準  $\alpha$  で  $H_0$  が棄却される。この場合の自由度  $\nu_1 = n_A - 1$ 、 $\nu_2 = n_B - 1$  である。 $F$  表を引くときの確率は、有意水準  $\alpha$  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) Zスコア：データのバラツキを表す統計量である。

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

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

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

(18) 四分位数

N個のデータを小さい順に並べた時に  $[ \{ i \times (N - 1) / 4 \} + 1 ]$  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。
13. この会則は、平成 28 年 4 月 1 日から施行する。
14. この会則は、平成 29 年 4 月 1 日から施行する。

別表 1

## 協議会名簿

行 政 機 関			
千葉県 総合企画部水政課長			
千葉県 健康福祉部業務課長			
千葉市 保健福祉局健康部生活衛生課長			
船橋市 保健所衛生指導課長			
柏市 保健所生活衛生課長			
水 道 事 業 者 等			
九十九里地域水道企業団	浄水課長	富里市水道課	水道課長
北千葉広域水道企業団	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	水道課副参事
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	水道部浄水課長	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
市原市上下水道部	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	八匜水道企業団	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	水道工務課長	山武市水道課	水道課長
八千代市上下水道局	上水道課長	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	次長	御宿町建設環境課	建設環境課長
君津市水道部	工務課長	いすみ市環境水道課	環境水道課長
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	鋸南町建設水道課	建設水道課長
佐倉市上下水道部	維持管理課長	三芳水道企業団	事務局長
四街道市上下水道部	水道課長	芝山町総務課企画政策係	総務課企画政策担当課長
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
千葉県水道局水道部浄水課
千葉市水道局
市原市上下水道部

## 水質検査精度管理委員会運営規程

### (設置)

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

### (組織)

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

2 委員長は、業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、健康福祉部業務課に事務局を置く。

### (雑則)

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

### 附則

この規程は、平成7年7月31日から施行する。

### 附則

この規程は、平成12年4月1日から施行する。

### 附則

この規程は、平成15年4月1日から施行する。

### 附則

この規程は、平成20年4月1日から施行する。

### 附則

この規程は、平成29年4月1日から施行する。

<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	千葉県水道局水道部浄水課	水質管理班主任査
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	技術部水質管理室副主幹
委員	君津広域水道企業団	浄水課水質検査班副主幹
委員	東総広域水道企業団	浄水課水質係主査
委員	九十九里地域水道企業団	浄水課副課長
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

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29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	石出 広	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	長谷川 純一	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
千葉県水道局水道部浄水課 水質管理班主査	山田 義隆	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	石橋 美幸	千葉市美浜区若葉3-1-7	043-296-8100
北千葉広域水道企業団 技術部水質管理室副主幹	木村 直広	流山市桐ヶ谷130番地	04-7158-8091
君津広域水道企業団 浄水課水質検査班副主幹	齊藤 新一	木更津市大寺346番地	0438-98-8841
東総広域水道企業団 浄水課水質係主査	田谷 賢一	香取郡東庄町笹川ろ1番地	0478-86-3821
九十九里地域水道企業団 浄水課副課長	渡辺 幸夫	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	横井 一	千葉市美浜区幸町1-3-9	043-238-9951

## 平成29年度参加機関

平成29年度第1回(ホウ素及びその化合物)

九十九里地域水道企業団
北千葉広域水道企業団 技術部 水質管理室
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
佐倉市上下水道部
銚子市水道課
千葉市環境保健研究所
一般財団法人 千葉県薬剤師会検査センター
株式会社 江東微生物研究所
中外テクノス株式会社
一般財団法人 千葉県環境財団
株式会社 上総環境調査センター
株式会社ダイワ
株式会社 ユーバック
一般社団法人 群馬県薬剤師会 環境衛生試験センター
一般財団法人 茨城県薬剤師会検査センター
内藤環境管理株式会社
平成理研株式会社
オーヤラックスクリーンサービス(株)
いであ株式会社
ユーロフィン日本環境株式会社
東京テクニカル・サービス株式会社
アクアス株式会社
株式会社保健科学東日本
株式会社 ケイ・エス分析センター
株式会社 トータル環境システム
株式会社 総合環境分析
日本総合住生活株式会社
芙蓉化学工業株式会社
株式会社 日本分析

32機関参加

平成29年度第2回(ベンゼン)

九十九里地域水道企業団
北千葉広域水道企業団 技術部 水質管理室
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
佐倉市上下水道部
銚子市水道課
三芳水道企業団
千葉市環境保健研究所
一般財団法人 千葉県薬剤師会検査センター
株式会社江東微生物研究所
中外テクノス株式会社
一般財団法人 千葉県環境財団
株式会社 上総環境調査センター
株式会社ダイワ
㈱ ユーバック
㈱日立産機ドライブ・ソリューションズ
一般社団法人 群馬県薬剤師会 環境衛生試験センター
一般財団法人茨城県薬剤師会検査センター
内藤環境管理株式会社
平成理研株式会社
オーヤラックスクリーンサービス㈱
いであ株式会社
ユーロフィン日本環境
東京テクニカル・サービス株式会社
アクアス株式会社
株式会社 保健科学東日本
株式会社 トータル環境システム
株式会社 総合環境分析
日本総合住生活株式会社
株式会社 日本分析

32機関参加

## 水質検査精度管理実施の記録

実施年月日	事 項
平成 7 年 7 月 31 日	平成 7 年度水質検査精度管理委員会（松井宏之 委員長）
平成 7 年 10 月 30 日	塩素イオン（41 機関）及び色度（63 機関）の検査，業務課担当：今吉佑子，木村 威
平成 8 年 2 月 23 日	平成 7 年度結果報告 場所：県文書館 6F 多目的ホール，報告：日野隆信
平成 8 年 6 月 20 日	平成 8 年度第 1 回水質検査精度管理委員会（松井宏之 委員長）
平成 8 年 10 月 2 日	トリハロメタン類の検査（17 機関），業務課担当：榎谷暁宏，木村 威
平成 9 年 1 月 20 日	塩素イオン（48 機関）及び色度（68 機関）の検査
平成 9 年 3 月 10 日	平成 8 年度第 2 回水質検査精度管理委員会（松井宏之 委員長）
平成 9 年 3 月 12 日	平成 8 年度結果報告 場所：県文書館多目的ホール，報告：日野隆信，中山和好
平成 9 年 9 月 9 日	平成 9 年度第 1 回水質検査精度管理委員会（松井宏之 委員長）
平成 9 年 10 月 21 日	濁度の検査（53 機関），業務課担当：榎谷暁宏，田中修司
平成 9 年 12 月 10 日	トリハロメタン類の検査（16 機関）
平成 10 年 3 月 20 日	平成 9 年度第 2 回水質検査精度管理委員会（松井宏之 委員長）
平成 10 年 4 月 28 日	平成 10 年度第 1 回水質検査精度管理委員会（藤代良彦 委員長）
平成 10 年 5 月 8 日	平成 9 年度結果報告 場所：千葉市文化センター，報告：日野隆信，成富武治
平成 10 年 7 月 14 日	pH 値の検査（70 機関），業務課担当：山野隆史，田中修司
平成 10 年 10 月 20 日	ヒ素の検査（17 機関）
平成 11 年 3 月 15 日	平成 10 年度第 2 回水質検査精度管理委員会（藤代良彦 委員長）
平成 11 年 4 月 27 日	平成 11 年度第 1 回水質検査精度管理委員会（小泉光正 委員長）
平成 11 年 5 月 11 日	平成 10 年度結果報告 場所：千葉市文化センター，説明：日野隆信，福嶋得忍
平成 11 年 7 月 13 日	有機物等（過マンガン酸カリウム消費量）の検査（47 機関），業務課担当：山野隆史，渡辺俊雄
平成 11 年 10 月 26 日	ヒ素の検査（19 機関）
平成 12 年 3 月 24 日	平成 11 年度第 2 回水質検査精度管理委員会（小泉光正 委員長）
平成 12 年 5 月 9 日	平成 11 年度結果報告 場所：千葉市文化センター，説明：日野隆信，中西成子 特別講演「ダイオキシンの分析について」千葉県水質保全研究所首席研究員 吉澤 正
平成 12 年 7 月 11 日	有機物等（過マンガン酸カリウム消費量）の検査（43 機関），業務課担当：木村 威，渡辺俊雄
平成 12 年 10 月 17 日	硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素の検査（43 機関）
平成 13 年 3 月 16 日	平成 12 年度水質検査精度管理委員会（小泉光正 委員長）
平成 13 年 5 月 11 日	平成 12 年度結果報告 場所：千葉市文化センター，説明：日野隆信，中山和好 特別講演「計量検定等について」千葉県計量検定所課長 岡 和雄
平成 13 年 7 月 10 日	大腸菌群の検査（40 機関），業務課担当：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），業務課担当：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:千葉県文化センター, 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:千葉県文化センター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 (松岡紀子 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 28 年 5 月 19 日 平成 28 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室，説明：林千恵子，横山結子  
特別講演「千葉県の地層と地下水」  
環境研究センター 地質環境研究室 研究員 吉田剛
- 平成 28 年 7 月 6 日 色度（46 機関），薬務課担当：東徳子
- 平成 28 年 10 月 19 日 亜硝酸態窒素（42 機関），薬務課担当：東徳子
- 平成 29 年 1 月 20 日 平成 28 年度水質検査精度管理委員会（石出広 委員長）
- 平成 29 年 5 月 19 日 平成 29 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室，説明：田中智子，豊崎緑  
特別講演「水道水質検査に用いる検量線の妥当性評価について」  
国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 第三室 室長 小林憲弘
- 平成 29 年 6 月 28 日 ホウ素及びその化合物（32 機関），薬務課担当：西條雅明
- 平成 29 年 9 月 27 日 ベンゼン（32 機関），薬務課担当：西條雅明
- 平成 30 年 1 月 16 日 平成 29 年度水質検査精度管理委員会（石出広 委員長）





平成30年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