

令和3年度
水質検査精度管理結果

千葉県水道水質管理連絡協議会

水質検査精度管理委員会

目次

| | | |
|------|---|----|
| I | 水質検査精度管理の背景 | 1 |
| II | 水質検査精度管理（マンガン及びその化合物） | 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) | 配付試料 | 2 |
| (5) | 実施期間 | 4 |
| (6) | 実施方法 | 4 |
| (7) | 評価基準 | 4 |
| 2 | 実施結果及び評価 | 4 |
| (1) | 報告データ数 | 4 |
| (2) | 実施結果 | 5 |
| (3) | 基本統計量及びヒストグラム | 6 |
| (4) | 評価 | 6 |
| 3 | データ集計及び解析 | 6 |
| (1) | 報告書の提出期限 | 6 |
| (2) | 試料の保存温度及び試験開始日（表4） | 6 |
| (3) | 分析方法（表5-1～表5-4） | 6 |
| (4) | 妥当性評価（表6及び表7-1～表7-4） | 7 |
| (5) | 検量線（表7-1～表7-4） | 7 |
| (6) | 確認用試料及び空試験 | 8 |
| (7) | 調整に使用した水（表9） | 9 |
| (8) | 金属類標準原液（表10-1～表10-4）及び金属類標準液（表11-1～表11-4） | 9 |
| (9) | 硝酸（表12-1～表12-4） | 10 |
| (10) | 内部標準原液（表13-1～表13-4）及び内部標準液（表14-1～表14-2） | 10 |
| (11) | 前処理、測定条件（表15-1～表15-4） | 11 |
| (12) | 日常点検・定期点検（表16-1～表16-4） | 12 |
| (13) | 一斉分析項目（表5-1～表5-4及び表17-1～表17-4） | 13 |
| 4 | 棄却された機関のアンケート結果（表18） | 13 |
| 5 | 試験上の留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等 | 13 |
| 6 | 精度管理に関する意見 | 14 |
| 7 | まとめ | 14 |

| | | |
|-----|---------------------------------|-----|
| 8 | 資料 | 1 6 |
| | 表4 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時 | |
| | 分析開始日時 | 1 8 |
| | 表5 一斉分析項目 | 1 9 |
| | 表6 妥当性評価 | 2 0 |
| | 表7 検量線 | 2 1 |
| | 表8 確認用試料、空試験 | 2 2 |
| | 表9 使用した精製水の種類 | 2 3 |
| | 表10 金属類標準原液 | 2 3 |
| | 表11 金属類標準液 | 2 5 |
| | 表12 硝酸 | 2 6 |
| | 表13 内部標準原液 | 2 7 |
| | 表14 内部標準液 | 2 8 |
| | 表15 前処理、使用機器及び測定条件 | 2 9 |
| | 表16 日常点検・定期点検 | 3 1 |
| | 表17 その他 | 3 2 |
| | 表18 棄却された機関のアンケート結果 | 3 4 |
| III | 水質検査精度管理（ジクロロ酢酸） | 3 5 |
| 1 | 実施の概要 | 3 5 |
| | (1) 実施項目 | 3 5 |
| | (2) 検査方法 | 3 5 |
| | (3) 参加機関 | 3 5 |
| | (4) 配付試料 | 3 5 |
| | (5) 実施期間 | 3 7 |
| | (6) 実施方法 | 3 7 |
| | (7) 評価基準 | 3 7 |
| 2 | 実施結果及び評価 | 3 8 |
| | (1) 報告データ数 | 3 8 |
| | (2) 実施結果 | 3 8 |
| | (3) 基本統計量及びヒストグラム | 3 9 |
| | (4) 評価 | 3 9 |
| 3 | データ集計及び解析 | 3 9 |
| | (1) 報告書の提出期限 | 3 9 |
| | (2) 試料保存温度及び試験開始日時（表5） | 3 9 |
| | (3) 試験方法 | 3 9 |
| | (4) 標準原液及び標準液（表6、7） | 4 0 |
| | (5) 調整に使用した精製水（表7） | 4 0 |
| | (6) 検量線 | 4 0 |
| | (7) 妥当性評価（表9） | 4 2 |

| | |
|---|-----|
| (8) オートサンプラーの使用の有無及び定期確認用試料 (表10) | 4 2 |
| (9) 空試験 (表10) | 4 2 |
| (10) 一斉分析項目 (表10) | 4 3 |
| 【GCMS法】 | |
| (11) 内部標準原液及び内部標準液 (表11、12) | 4 3 |
| (12) 前処理 (表12、16、17) | 4 3 |
| (13) 装置 (表18) | 4 4 |
| (14) 定量方法 (表20) | 4 4 |
| 【LCMS法】 | |
| (15) 試薬 (表21) | 4 4 |
| (16) 前処理 (表22) | 4 4 |
| (17) 装置 (表23) | 4 5 |
| (18) 測定条件 (表25、26) | 4 5 |
| 4 棄却された機関のアンケート結果 (表27) | 4 6 |
| 5 LCMS法における器具の洗浄方法 | 4 6 |
| 6 試験上の留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等 | 4 7 |
| 7 精度管理に関する意見 | 4 7 |
| 8 まとめ | 4 8 |
| 9 資料 | 4 9 |
| 表5 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時 分析開始日時 | 5 0 |
| 表6 標準原液 | 5 1 |
| 表7 標準液及び精製水 | 5 2 |
| 表8 検量線 | 5 3 |
| 表9 妥当性評価及び定量下限値 | 5 4 |
| 表10 確認用試料、空試験及び一斉分析項目 | 5 5 |
| 【GCMS法】 | |
| 表11 内部標準原液 | 5 6 |
| 表12 内部標準液及び試薬-1 | 5 6 |
| 表13 試薬-2 | 5 7 |
| 表14 試薬-3 | 5 8 |
| 表15 試薬-4 | 5 8 |
| 表16 前処理-1 | 5 9 |
| 表17 前処理-2 | 6 0 |
| 表18 装置 | 6 0 |
| 表19 分離カラム | 6 1 |
| 表20 測定条件 | 6 2 |
| 【LCMS法】 | |

| | | |
|---------------------------------------|-------|-------|
| 表21 試薬 | ----- | 6 2 |
| 表22 前処理 | ----- | 6 3 |
| 表23 装置 | ----- | 6 3 |
| 表24 分離カラム | ----- | 6 4 |
| 表25 測定条件（液体クロマトグラフ） | ----- | 6 4 |
| 表26 測定条件（質量分析計） | ----- | 6 5 |
| 表27 棄却された機関のアンケート結果 | ----- | 6 6 |
| 令和3年度水質検査外部精度管理実施要領 | ----- | 6 7 |
| 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) | ---- | 9 1 |
| 付録2 水道水の水質基準 | ----- | 1 0 5 |
| 付録3 データ解析で用いた記号及び用語 | ----- | 1 0 6 |
| 付録4 千葉県水道水質管理連絡協議会会則 | ----- | 1 1 0 |
| 付録5 水質検査精度管理委員会運営規程 | ----- | 1 1 4 |
| 付録6 令和3年度水質検査精度管理委員会委員名簿 | ----- | 1 1 6 |
| 付録7 令和3年度参加機関 | ----- | 1 1 7 |
| 付録8 水質検査精度管理実施の記録 | ----- | 1 1 8 |

I 水質検査精度管理の背景

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

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

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

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

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

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

また、平成16年3月から水質検査を受託できる者が厚生労働大臣による指定制から登録制に改正され、令和3年10月29日現在、県内に検査所を有する大臣登録の水質検査機関は8機関となった。

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

令和3年度は、マンガン及びその化合物、ジクロロ酢酸を対象に外部精度管理を実施した。

II 水質精度管理（マンガン及びその化合物）

1 実施の概要

(1) 実施項目

マンガン及びその化合物（以下「マンガン」という。）

(2) 検査方法

マンガンは「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 3「フレイムレス原子吸光光度計による一斉分析法」（以下「フレイムレス原子吸光法」という。）、別表第 4「フレイム原子吸光光度計による一斉分析法」（以下「フレイム原子吸光法」という。）、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-発光法」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

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

(4) 配付試料

水質基準値 0.05 mg/L の 10%程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 6 µg/L に設定した。

令和 3 年 9 月 24 日に配付試料調製後、分注・梱包し発送まで冷蔵室（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

「マンガン標準液（Mn100） JCSS 化学分析用」

（関東化学株式会社製 Lot No. 203K9519 保証期限 2022 年 3 月末）

「硝酸 1.42 Ultrapur-100」

（関東化学株式会社製 Lot No. 210K1002 保証期限 2021 年 10 月末）

イ 試料調製用水

千葉県衛生研究所（以下「当所」という。）で製造した超純水を使用した。

（超純水製造装置：メルク社製 Milli-Q Integral®5）

ウ 添加用マンガン標準液の調製

超純水を 100 mL の PMP 製メスフラスコに約 90 mL 採取し、マンガン標準液（100 mg/L）を 1.8 mL 加え、100 mL に定容した後、十分混合した。

エ 配付試料の調製

超純水を 36 L ステンレス製タンクに約 29.6 L 採取し、硝酸を 300 mL、添加用マンガン標準液 (1.8 mg/L) を 100 mL 加えた後、十分に攪拌し、計約 30 L の配付試料を調製した。

オ 配付試料の梱包及び配付方法

「250 mL ポリエチレン瓶」70 本に試料を約 260 mL ずつ分注し、蓋を閉めた後パラフィルムで固定し、これをファスナー付きビニール袋 (ラミジップスタンドタイプ) に封入した。これを紙製箱に入れ、ガムテープで封をし、冷蔵室 (4℃) で保存した。9 月 27 日の午後、配送業者に 31 機関分の冷蔵配送を依頼した。5 機関に対しては、外部精度管理開始日の前日に当所にて直接配付した。

カ 配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化の確認

配付試料の容器間の均一性を確認するために、分注した 70 本から調製日当日 (0 日目) に無作為に 5 本の試料を抜き取り、ICP-MS 法に従い測定した。

また、配付試料の保存期間中の経時変化を確認するために、実施要領に基づいて配付試料を保存し、試料調製後 5 日目、13 日目及び 19 日目に各日 5 本の試料を ICP-MS 法に従い測定した。

配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化の結果を表 1 に示す。

なお、試料調製後 5 日目は、実施要領において参加機関に示した「外部精度管理開始日時」に、19 日目は告示法で示されている試験実施期限の「2 週間目」に該当する。マンガンの全測定濃度の平均値は 6.283 µg/L であり、変動係数は 0.99%であった。

以上の結果より、配付試料の容器間の均一性が確認され、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 * (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 | 6.167 | 6.159 | 6.269 | 6.292 | 6.321 | 6.242 | 0.074 | 1.19 |
| 5 日目 | 6.214 | 6.307 | 6.230 | 6.294 | 6.386 | 6.286 | 0.069 | 1.09 |
| 13 日目 | 6.272 | 6.292 | 6.311 | 6.338 | 6.333 | 6.309 | 0.028 | 0.44 |
| 19 日目 | 6.222 | 6.386 | 6.267 | 6.268 | 6.338 | 6.296 | 0.065 | 1.03 |
| 平均 (n=20) | | | | | | 6.283 | 0.062 | 0.99 |

※測定値の数値の丸め方は JIS Z 8401 による。

(参考) 当所における測定条件等 (別表第 6 ICP-MS 法)

当所における測定条件等を以下に示した。

< 検量線 >

| フィッティング方法 | 検量線の点数 | 検量線の設定濃度 (µg/L) | 重み付け | 原点強制通過 | 定量下限値 (µg/L) | 定量下限値の設定理由 |
|-----------|--------|----------------------------|------|--------|--------------|-------------|
| 直線 | 7 | 0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10 | 無 | 無 | 0.1 | 基準の 1/10 以下 |

< 内部標準液 >

| 内部標準物質 | 内部標準物質の濃度(mg/L) | 期限設定 | 添加方法 | 添加割合 | 測定質量数(m/z) |
|--------|-----------------|------|------|------|------------|
| ガリウム | 0.1 | 用時調製 | 自動添加 | 1/10 | 71 |

< 前処理、使用機器及び内部標準液 >

| 前処理 | | | 使用機器 | | 測定条件 |
|-------------|------------|----------|-------------|--------------|-------------|
| 試料の分取量 (mL) | 試料の加熱処理の有無 | 試料の希釈の有無 | メーカー名 | 型式 | 測定質量数 (m/z) |
| 50 | 有 | 無 | アジレントテクノロジー | 7900x ICP-MS | 55 |

(5) 実施期間

ア 試料発送年月日

令和 3 年 9 月 27 日 (月)

イ 報告書等の提出期限

電子ファイル及び書類 (紙) とともに令和 3 年 10 月 20 日 (水) を必着とした。

(6) 実施方法

参加機関は、実施要領及び各機関の検査実施標準作業書 (以下「SOP」という。) に従い、前処理以降の操作を 1 測定実施し、その結果を含めた試験結果報告書及び関係書類を当所に提出することとした。

マンガンの報告値については統計処理の都合上、有効数字を 4 桁 (µg/L) 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いて Z スコア及び誤差率を算出した。

なお、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、検査精度が良好でないと評価した。

2 実施結果及び評価

(1) 報告データ数

参加機関数は 36 で、除去された機関はなかったため、データ数は 36 であった。

(2) 実施結果

全 36 機関の報告値について、危険率 5%で Grubbs の棄却検定を行ったところ、1 機関が棄却された。棄却された機関(機関番号 36)を除いた 35 機関の報告値を昇順で並び替え No.1 から 35 まで付番した。以降、当該番号を機関番号としてデータを集計した。

参加機関からの報告値等を表 2 に示した。

表 2 参加機関からの報告値等

| 機関番号 | 分析方法 | 報告値 (μg/L) | Z スコア | 誤差率 (%) | 機関番号 | 分析方法 | 報告値 (μg/L) | Z スコア | 誤差率 (%) |
|------|--------|------------|-------|---------|------|--------|------------|-------|---------|
| 1 | ICP-MS | 5.973 | -1.1 | -2.9 | 19 | ICP-MS | 6.159 | 0.0 | 0.1 |
| 2 | ICP-MS | 5.980 | -1.0 | -2.8 | 20 | ICP-MS | 6.174 | 0.1 | 0.4 |
| 3 | ICP-MS | 5.981 | -1.0 | -2.8 | 21 | ICP-発光 | 6.188 | 0.2 | 0.6 |
| 4 | ICP-MS | 5.986 | -1.0 | -2.7 | 22 | ICP-MS | 6.201 | 0.3 | 0.8 |
| 5 | ICP-発光 | 5.993 | -1.0 | -2.6 | 23 | ICP-MS | 6.205 | 0.3 | 0.9 |
| 6 | ICP-MS | 6.009 | -0.9 | -2.3 | 24 | ICP-MS | 6.207 | 0.3 | 0.9 |
| 7 | フレームレス | 6.009 | -0.9 | -2.3 | 25 | ICP-MS | 6.239 | 0.5 | 1.4 |
| 8 | ICP-MS | 6.020 | -0.8 | -2.1 | 26 | フレーム | 6.250 | 0.6 | 1.6 |
| 9 | ICP-MS | 6.023 | -0.8 | -2.1 | 27 | ICP-MS | 6.257 | 0.6 | 1.7 |
| 10 | ICP-MS | 6.044 | -0.7 | -1.7 | 28 | ICP-MS | 6.264 | 0.7 | 1.8 |
| 11 | ICP-MS | 6.045 | -0.6 | -1.7 | 29 | ICP-発光 | 6.281 | 0.8 | 2.1 |
| 12 | ICP-MS | 6.076 | -0.5 | -1.2 | 30 | ICP-MS | 6.295 | 0.9 | 2.3 |
| 13 | ICP-MS | 6.077 | -0.5 | -1.2 | 31 | ICP-MS | 6.300 | 0.9 | 2.4 |
| 14 | ICP-MS | 6.080 | -0.4 | -1.2 | 32 | ICP-MS | 6.365 | 1.3 | 3.5 |
| 15 | ICP-MS | 6.122 | -0.2 | -0.5 | 33 | ICP-MS | 6.387 | 1.4 | 3.8 |
| 16 | ICP-MS | 6.131 | -0.1 | -0.3 | 34 | フレームレス | 6.453 | 1.9 | 4.9 |
| 17 | ICP-MS | 6.145 | 0.0 | -0.1 | 35 | ICP-発光 | 6.570 | 2.6 | 6.8 |
| 18 | ICP-MS | 6.151 | 0.0 | 0.0 | | | | | |

棄却された機関

| 機関番号 | 分析方法 | 報告値 (μg/L) |
|------|--------|------------|
| 36 | フレームレス | 5.475 |

- ・ 機関番号は、配付試料の報告値を、小から大に並び替えたデータ集計用の番号である。
- ・ Z スコアは中央値、第 1 四分位及び第 3 四分位から計算した。
- ・ 誤差率は各機関の報告値から中央値を差し引いて百分率を計算した。
- ・ 分析方法は、告示法別表第 3 フレームレス—原子吸光光度計による一斉分析法 (フレームレス)、別表第 4 フレーム—原子吸光光度計による一斉分析法 (フレーム)、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 (ICP-発光)、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 (ICP-MS) を示す。

(3) 基本統計量及びヒストグラム

基本統計量を表 3、各機関における報告値のヒストグラムを図 1 に示した。

表 3 基本統計量

| | |
|----------------|-------|
| データ数 | 35 |
| 最大値 (µg/L) | 6.570 |
| 第 3 四分位 (µg/L) | 6.254 |
| 中央値 (µg/L) | 6.151 |
| 第 1 四分位 (µg/L) | 6.034 |
| 最小値 (µg/L) | 5.973 |
| 標準偏差 (µg/L) | 0.145 |
| 平均値 (µg/L) | 6.161 |

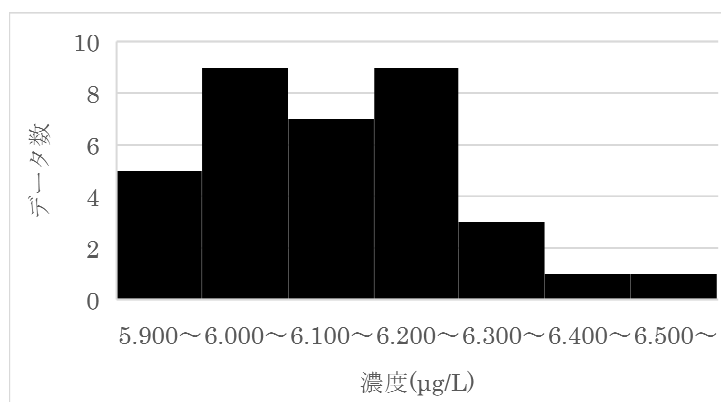


図 1 各機関における報告値のヒストグラム

(4) 評価

35機関において、評価基準である「Zスコアの絶対値が3以上かつ誤差率が±10%を超えた機関」に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はなかった。

3 データ集計及び解析

(1) 報告書の提出期限

参加した全機関が、提出期限までに電子ファイル及び書類の提出を行った。

(2) 試料の保存温度及び試験開始日 (表 4)

試料の保存について告示法では、「速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2週間以内に試験する」と規定されている。

全 36 機関において試料は 3~7.5℃で保存されていた。試験開始日時が試験実施期限の「2週間目」である令和 3 年 10 月 13 日を過ぎていた機関が 1 機関 (機関番号 17) あった。

(3) 分析方法 (表 5-1~表 5-4)

分析方法はフレイムレス原子吸光法に従い実施した機関は 3 機関、フレイム原子吸光法に従い実施した機関は 1 機関、ICP-発光法に従い実施した機関は 4 機関及び ICP-MS 法に従い実施した機関は 28 機関であった。

(4) 妥当性評価（表 6 及び表 7-1～表 7-4）

ア 評価の実施の有無

妥当性評価について、「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」（平成 29 年 10 月 18 日付け薬生水発 1018 第 1 号）（以下「妥当性評価ガイドライン」という。）において「検量線の評価」及び「添加試料の評価」を行うことが規定されている。

検量線の評価及び添加試料の評価を未実施の機関が 1 機関あり、棄却された機関と同一であった。自機関の SOP に示す検査方法について妥当性を評価することは検査を実施する上で重要なことであり、機関番号 36 は妥当性評価を速やかに行うことが望ましい。

イ 検量線の評価

妥当性評価ガイドラインでは、検量線の各濃度点の公比（隣り合う濃度点の濃度比）を原則 4 以内に設定することとなっている。

公比が 4 を超える検量点を設定している機関が 1 機関（機関番号 17）あった。

なお、上記の 1 機関の報告書には、検証課題として認識している旨の記載があった。

ウ 添加試料の評価

妥当性評価ガイドラインでは、添加試料の評価において、添加する水は原則として検査対象物を含まない水道水とされている。検査対象物が水道水の常在成分である場合等には、定量下限値における評価は精製水又はミネラルウォーター等を用いるとされているが、この場合であっても水道水を用いて常在成分の影響が無いとみなせる濃度で妥当性を評価することが求められている。

添加試料について評価を行った 35 機関のうち、定量下限値の評価を未実施の機関が 1 機関（機関番号 12）及び水道水を用いた添加試料の評価を未実施の機関が 6 機関（機関番号 15、17、24、25、27、28）あった。

また、検量線の下限より低い値で添加試料の評価を実施していた機関が 3 機関（機関番号 15、26、28）あった。添加試料の評価は検量線の濃度範囲内で実施する必要がある。

添加試料の評価を適切に実施していない上記の 8 機関（機関番号 12、15、17、24、25、26、27、28）は、追加で検討を行う必要がある。

なお、1 機関（機関番号 17）の報告書には、評価の実施方法を検討中である旨の記載があった。

(5) 検量線（表 7-1～表 7-4）

ア 検量線のフィッティング方法

検量線のフィッティング方法として全 36 機関が直線を採用していた。

イ 検量線の点数及び設定濃度

告示法で、いずれの試験方法においても検量点は4点以上設定することとなっており、全36機関において検量点は4点以上設定されていた。

また、告示法では、マンガンの検量線の濃度範囲はフレームレス原子吸光法では1～100 µg/L、フレーム原子吸光法では5～50 µg/L、ICP-発光法では1～100 µg/L 及び ICP-MS 法では0.2～100 µg/L と規定されている。

全36機関のうちフレームレス原子吸光法を採用している1機関（機関番号34）が告示法の濃度範囲外の0 µg/L を検量点として採用していた。

機関番号34は告示法で規定されている濃度範囲内で検量点を設定する必要がある。

ウ 重み付け及び原点強制通過の有無

検量線の計算式に重み付けを採用していた機関は12機関であり、試験方法は全てICP-MS法であった。

原点を強制的に通過させて検量線を作成している機関はなかった。

エ 定量下限値及び設定理由

定量下限については、「水質基準に関する省令の制定及び水道法施行規則の一部改正等並びに水道水質管理における留意事項について（平成15年10月10日健水発第1010001号）」（以下、「水道水質管理における留意事項」という。）において、原則として基準値の10分の1であることが規定されている。

全36機関が基準値の10分の1（5 µg/L）以下に定量下限値を設定し、濃度の設定方法については、告示法の濃度範囲の下限としていた機関は4機関、基準値の10分の1以下としていた機関は27機関、再現性試験の結果から設定していた機関は1機関であった。その他、自機関で定める目標値の10分の1としていた機関や参加機関の報告記載最小値に設定している機関等があった。

なお、自機関の検量線の濃度範囲（9～50 µg/L）より低い値（5 µg/L）を定量下限としていた機関が1機関（機関番号26）あった。

機関番号26は基準値の10分の1（5 µg/L）まで測定できるよう検量線の濃度範囲を見直す必要がある。

（6） 確認用試料及び空試験

ア 確認用試料（表8-1～表8-4）

告示法で、オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、検量線の作成で調製した一定の濃度の標準試料（以下、「確認用試料」という。）を測定し、算定された濃度と調製濃度との差が±10%を超えないことが規定されている。

オートサンプラーの使用について、有りは34機関、無しは1機関及び無回答は1機関であった。オートサンプラーの使用有りとの回答であったが確認用試料の測定について無

回答であった 1 機関（機関番号 24）の提出資料を確認したところ、確認用試料を測定していた。

オートサンプラーの使用無しとの回答であったが確認用試料の測定を実施していた 1 機関（機関番号 35）も含め、確認用試料の測定を実施した機関において算定された濃度と調製濃度との差は全て±10%以内であった。

また、オートサンプラーの使用の有無について無回答であった 1 機関（機関番号 36）の測定モードの資料にはオートサンプラーモードと記載されていたが、SOP には確認用試料の測定実施についての記載がなかった。オートサンプラー使用時には、確認用試料の濃度及び測定実施について SOP で規定する必要がある。

なお、確認用試料の濃度（10 µg/L）が検量線の濃度範囲（0.2～5 µg/L）を超過していた機関が 1 機関（機関番号 28）あり、SOP で規定されている検量線の濃度範囲（0.2～20 µg/L）を逸脱していた。機関番号 28 は自機関で設定した検量線の濃度範囲を遵守し、検量線の作成で調製した一定の濃度の確認用試料を測定する必要がある。

イ 空試験（表 7-1～表 7-4 及び表 8-1～表 8-4）

空試験の濃度について、検量線の濃度範囲の下限より高い値を回答した機関が 7 機関あった。内訳は、定量下限値未満は 6 機関（機関番号 3、18、19、28、33、35）及び基準値の 10 分の 1 未満は 1 機関（機関番号 25）であった。当該 7 機関は告示法に従い、空試験の濃度が検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する必要がある。

なお、空試験の濃度が検量線の濃度範囲の下限値以上の場合は、是正措置を講じた上で下限値を下回るまで試験操作及び検量線の作成を繰り返すことが必要である。

また、検量線の濃度範囲の下限より低い値を回答した機関が 1 機関（機関番号 26）あった。空試験の濃度は検量線の濃度範囲内で確認する必要があるため、検量線の濃度範囲を見直す必要がある。

（7）調製に使用した水（表 9）

調製に使用した水については、全ての機関が精製水製造装置を使用していた。

（8）金属類標準原液（表 10-1～表 10-4）及び金属類標準液（表 11-1～表 11-4）

ア 金属類標準原液

標準原液の種類については、市販標準原液（単品）は 18 機関、市販標準原液（混合）は 17 機関及び自家調製は 1 機関であったが、自家調製と回答した 1 機関の試薬の詳細を確認したところ、市販標準原液（単品）を使用していた。

告示法では、標準原液、標準液又は混合標準液は自家調製を基本としているが、値付け証明書等が添付されているものは使用可能と規定されている。値付け証明書が添付されていない市販標準原液を使用していると回答した機関が 3 機関（機関番号 17、21、29）あった。当該 3 機関は値付け証明書が添付されている市販標準原液を使用することが望ましい。

なお、市販標準原液の使用期限については、自家調製と回答した 1 機関も含め、全 36 機関が期限内に使用していた。

イ 金属類標準液

告示法では、金属類標準液の濃度について、フレイムレス原子吸光法及びフレイム原子吸光法では 1 mg/L と規定されており、ICP-発光法及び ICP-MS 法では 0.1~100 mg/L と規定されている。フレイムレス原子吸光法を採用している 3 機関のうち、規定以外の濃度を回答した機関が 2 機関あった。フレイム原子吸光法を採用している 1 機関の濃度は不明であった。ICP-発光法及び ICP-MS 法を採用している 32 機関の回答は規定の濃度範囲内であった。

また、告示法では、使用期限について、フレイムレス原子吸光法及びフレイム原子吸光法では都度調製と規定されており、ICP-発光法及び ICP-MS 法では規定されていない。

フレイムレス原子吸光法及びフレイム原子吸光法を採用している 4 機関のうち用時調製以外の回答であった機関が 3 機関あった。当該 3 機関は、告示法に基づき金属類標準液を用時調製することが望ましい。

ICP-発光法及び ICP-MS 法を採用している 32 機関における使用期限の内訳は、用時調製は 17 機関、2 週間は 1 機関、1 か月は 9 機関、3 か月又はメーカー保証期限は 1 機関、メーカー使用期限は 1 機関及び無回答は 3 機関であった。

なお、用時調製 18 機関のうち 3 機関（機関番号 2、4、29）が試験開始日以前に調製していた。

(9) 硝酸（表 12-1~表 12-4）

調製に使用した硝酸については関東化学製、富士フイルム和光純薬製、SCP SCIENCE 製及びシグマアルドリッチ製が使用されており、使用期限が記載されているものについては全て期限内での使用であった。

(10) 内部標準原液（表 13-1~表 13-4）及び内部標準液（表 14-1~表 14-2）

ア 内部標準原液

告示法では、内部標準物質については、ICP-発光法ではイットリウムを使用し、ICP-MS 法ではベリリウム、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いずれかを内部標準物質として選択すると規定されている。ICP-発光法及び ICP-MS 法を採用している全 32 機関は告示法に従い、適切に内部標準物質を使用していた。ICP-MS 法を採用している機関が選択した内部標準物質の内訳は、コバルト 13 機関、ガリウム 14 機関、イットリウム 1 機関であった。

また、内部標準原液の種類については、ICP-発光法を採用している機関では市販標準原液（単品）3 機関、自家調製 1 機関であった。ICP-MS 法を採用している機関では市販標準原液（単品）25 機関、市販標準原液（混合）2 機関及び自家調製 1 機関であったが、自家調製と回答した 1 機関の試薬の詳細を確認したところ、市販標準原液（単品）を使用していた。

なお、使用期限については、用時調製は1機関、3か月は1機関、半年は4機関、1年は6機関及びメーカー使用期限は20機関であり、使用期限の過ぎた試薬を使用していた機関が1機関（機関番号4）あった。当該1機関は自機関で規定している期限設定及び使用期限を遵守する必要がある。

イ 内部標準液

告示法では、内部標準液について、ICP-発光法では都度調製が規定されており、ICP-MS法では使用期限が規定されていない。

ICP-発光法を採用している4機関のうち内部標準液を用時調製していない機関が1機関（機関番号21）あった。当該1機関は内部標準液の使用期限について半年と回答したが、SOPには規定がなかった。内部標準液の使用期限についてはSOPで規定することが望ましい。

なお、ICP-MS法を採用している28機関における使用期限は、用時調製が18機関、2週間が1機関、1か月が6機関、半年が3機関であった。

調製年月日について、用時調製と回答した21機関のうち2機関（機関番号18、29）が試験開始日以前に調製していた。

(11) 前処理、測定条件（表15-1～表15-4）

ア フレームレス原子吸光法

告示法では、検水10～100 mL（または検水を希釈したもの）を採り、硝酸を添加後、加熱するよう規定されている。

また、マンガンの測定波長は279.5 nmと規定されている。

フレームレス原子吸光法を採用していた3機関は試料を希釈せず10～100 mLを分取して加熱し、告示法のとおり測定波長を用いていた。

イ フレーム原子吸光法

告示法では、検水（または検水を希釈したもの）を前処理後の試験溶液10 mLに対し10～100 mLの割合になるよう採り、硝酸を添加後、加熱するよう規定されている。

また、マンガンの測定波長は279.5 nmと規定されている。

フレーム原子吸光法を採用していた1機関は試料を希釈せず100 mLを分取して加熱し、告示法のとおり測定波長を用いていた。

なお、報告値が当該1機関（機関番号26）の検量線の濃度範囲（9～50 µg/L）を下回っていた。検量線の濃度範囲内で試料を測定するべきである。

ウ ICP-発光法

告示法では、検水50～500 mL（または検水を希釈したもの）を採り、硝酸を添加後、加熱するよう規定されている。

また、マンガンの測定波長は257.610 nmと規定されている。

ICP-発光法を採用していた4機関は試料を希釈せず50~100 mLを分取して加熱し、告示法のとおり測定波長を用いていた。

エ ICP-MS法

告示法では、検水（または検水を希釈したもの）を採り、硝酸を添加後、加熱するよう規定されている。

また、マンガンの測定質量数は m/z 55 を使用するように規定されている。

ICP-MS法を採用していた28機関のうち、試料を希釈せず分取して加熱した機関は25機関及び試料を希釈後に加熱した機関は3機関であった。各機関の試料の分取量は10~100 mLであった。全28機関は告示法のとおり測定質量数を使用していた。

なお、試料の希釈はせず、報告値が検量線の濃度範囲（0.2~5 $\mu\text{g/L}$ ）を超過していた機関が1機関（機関番号28）あった。試料の濃度が検量線の濃度範囲の上限を超える場合には、検量線の濃度範囲になるよう希釈する必要がある。

また、機関番号28はSOPで規定されている検量線の濃度範囲（0.2~20 $\mu\text{g/L}$ ）を逸脱していた。自機関で設定した検量線の濃度範囲を遵守する必要がある。

(12) 日常点検・定期点検（表16-1~表16-4）

ア 使用機器

試験日から直近1か月以内の、使用機器の消耗品・部品交換の有無による試料の測定結果との関連は見受けられなかった。

定期点検の頻度については、機関ごとに点検方法や点検頻度に違いがみられたが、年1回は22機関、年2回は9機関であった。その他、日常点検のみや自主点検のみの機関、自社点検が年2回とメーカー点検が年1回の機関及び定期点検が2年に1回や3年に1回の機関もあった。

イ マイクロピペット

マイクロピペットの校正について回答した35機関のうち、校正未実施の8機関のうち1機関（機関番号9）からは「年に2回、容量の確認を行い、異常がある場合は新しく購入する」との回答があった。

校正の実施方法については、自主点検20機関、業者委託による点検7機関であった。校正の頻度については、自主点検の場合には、使用の都度実施する機関や年1回実施する機関等があり、機関ごとに校正頻度に違いが見られた。一方、業者委託による校正の場合には、実施頻度が不明の1機関を除き、年1回実施は6機関であった。

マイクロピペットを使用し正確に計量するためには、操作に一定レベルの熟練が必要であるだけでなく、正しく校正されたマイクロピペットを使用することが重要である。

ウ 器具類の硝酸浸漬洗浄

器具類の硝酸浸漬容器での洗浄の有無については、有りは 32 機関、無しは 3 機関、無回答は 1 機関であった。洗浄無しの 3 機関のうち 1 機関からは、「汚染防止のため、使用する器具類は使用直前に硝酸で洗浄する」との回答があった。

硝酸の濃度や交換頻度は機関ごとに違いが見られた。

エ 精製水製造装置

試験日から直近の、各機関の精製水製造装置の比抵抗値 ($M\Omega \cdot cm$) は 14.9~18.7 及び TOC 値 (ppb) は 1 未満~100 未満までの差があったが、試料の測定結果との関連は見受けられなかった。

定期点検の頻度については機関ごとに点検方法や点検頻度に違いがみられたが、無回答の 3 機関を除き、未実施は 3 機関、2 年に 1 回は 3 機関、年 1 回は 17 機関、年 2 回は 4 機関、年 4 回は 1 機関であり、日常点検や自主点検のみの機関もあった。

(1 3) 一斉分析項目 (表 5-1~表 5-4 及び表 17-1~表 17-4)

本精度管理の試料測定時の一斉分析項目と SOP 規定の一斉分析項目の回答が一致していない機関が、無回答の 1 機関を除き 9 機関あった。当該 9 機関のうち本精度管理の試料測定時の一斉分析項目は無しと回答した機関は 6 機関 (機関番号 4、10、20、26、30、36)、SOP 規定の一斉分析項目より少ない項目を回答した機関は 1 機関 (機関番号 33) 及び複数の SOP を使用して一斉分析を実施していると見受けられたが詳細を確認できなかった機関は 2 機関 (機関番号 25、29) であった。

精度管理試料の測定においても、自機関の SOP に従い検査するべきである。

4 棄却された機関のアンケート結果 (表 18)

棄却された 1 機関は、データの逸脱について試料の前処理操作及び機器・分析条件が原因と想定し、個別の事項について確認及び検討を実施するとの回答であった。

当該機関は妥当性評価ガイドラインに規定されている検量線及び添加試料の評価を実施していないため、現行の検査方法について妥当性評価を実施し、評価目標に適合しない場合は、検査方法の是正措置を講ずることが望ましい。

5 試験上の留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等

参加機関から記載のあった内容を転載した。

| 機関番号 | 内 容 |
|------|---|
| 3 | 標準液の調整時等にマイクロピペットを使用する際は、天秤でマイクロピペットの値と重量がずれていないか確認してから使用している。 標準液やサンプルを分取する際は室温に戻してから分取する。 定期的に機器のメンテナンスを行い機器のパフォーマンスを低下させないように心がけている。 |
| 7 | 汚染防止のため、使用する器具類は使用直前に硝酸で洗浄する |

| 機関番号 | 内 容 |
|------|---|
| 10 | 器具を硝酸浸け置きして洗浄しています。 |
| 17 | 現在混合検量線を 0.2~200 µg/L の範囲で作成しているが、作成効率より低濃度から 1 µg/L、5 µg/L と原則 4 倍濃度以内を満たしていない個所の検量線の濃度設定が検証課題となっています。弊社及び周辺の水道水のマンガンは遥かに定量下限値を超えており妥当性評価で精製水を使用している事が問題となっており、精度管理試料の余り、塩素を添加したミネラルウォーターや模擬水道水の有効性を検討しています。 |
| 23 | 測定前のアイドリング時間を長めにとっている。(90~120 分程度) |
| 26 | 事前に 20%硝酸水溶液につけおきした器具を、使用の都度十分洗浄し使用する。サンプルカップに検量線、試料を入れる際には 2 回共洗いをして測定する。 |
| 30 | 検量線標準液の調製や試料の希釈調製にはガラス器具を用いているが、使用前は加温した硝酸(10%)を用いて洗浄を行い、コンタミネーションの防止に務めている。また、それらを用いて調製操作を行った際は、調製後すぐにポリエチレン容器に流し込むことで、ガラス器具からの金属物質析出により調製液が汚染しないよう努めている。 |

6 精度管理に関する意見

本精度管理に関する意見を転載した。

| 機関番号 | 意 見 |
|------|--|
| 17 | 精度管理自体ではありませんが、選択回答は記入では無くプルダウンの方が良い気がします。 |
| 26 | 余った試料を分析センター内の教育用として使用したい為、もう少し多く頂きたいです。 |

7 まとめ

(1) 本精度管理には、36 機関の参加があり、その報告値を用いて危険率 5%で Grubbs の棄却検定を行ったところ、1 機関（機関番号 36）が棄却された。棄却された 1 機関を除く 35 機関については、評価基準である「Z スコアの絶対値が 3 以上かつ誤差率が±10%を超えた機関」に該当する機関はなく、検査精度が良好と評価された。

(2) 評価基準には該当しなかったが、試験開始日時が試験実施期限を過ぎていた機関が 1 機関（機関番号 17）あった。

また、報告値が自機関の検量線の濃度範囲外であった機関が 2 機関（機関番号 26、28）あった。当該 2 機関は、検量線の濃度範囲内で試料を測定するべきである。

(3) 報告値が検量線の濃度範囲の下限を下回っていた 1 機関（機関番号 26）は、検量線の濃度範囲の下限より低い値を、定量下限及び空試験の結果として回答していた。

水道水質管理における留意事項において、水質検査方法の定量下限は原則として基準値の 10 分の 1 であることが規定されている。当該 1 機関は基準値の 10 分の 1 まで測定可能となるよう検量線の濃度範囲を見直し、定量下限については検量線の濃度範囲内で設定し、空試験の濃度については検量線の下限を下回ることを確認する必要がある。

(4) 報告値が検量線の濃度範囲の上限を超過していた 1 機関（機関番号 28）は、確認用試料の濃度についても検量線の濃度範囲を超過していた。提出された資料を確認したところ、SOP で規定されている検量線の濃度範囲を逸脱していた。

当該 1 機関は SOP の規定を遵守し、試料の濃度が検量線の濃度範囲の上限を超える場合には、検量線の濃度範囲になるよう希釈する必要がある。

(5) 妥当性評価ガイドラインで規定されている検量線の評価及び添加試料の評価を未実施の機関は 1 機関であり、棄却された機関と同一であった。自機関の検査方法の妥当性を評価することは検査を実施する上で重要なことである。評価を未実施の機関は速やかに実施することが望ましい。

また、検量線の評価において各濃度点の公比が 4 を超える検量点を設定している機関が 1 機関あった。

添加試料の評価において定量下限における評価を未実施の機関が 1 機関、水道水を用いた添加試料の評価を未実施の機関が 6 機関あった。

なお、検量線の下限より低い値で添加試料の評価を実施していた機関が 3 機関あり、3 機関のうち 2 機関は水道水を用いた添加試料の評価が未実施の機関と同一であった。

評価を適切に実施していない機関は追加で検討を行うことが必要である。

(6) 検量線の濃度範囲において 0 µg/L を検量点として採用している機関が 1 機関あった。

検量点は告示法で規定されている濃度範囲内で設定する必要がある。

(7) 確認用試料について、実施していない機関が 1 機関あった。測定モードの資料にはオートサンプラーモードと記載されていたが、SOP には確認用試料の測定実施についての規定がなかった。当該機関は棄却された機関と同一であった。オートサンプラー使用時には、確認用試料の濃度及び測定実施について SOP で規定する必要がある。

(8) 空試験について、検量線の濃度範囲の下限より高い値を回答した機関が 7 機関あった。

空試験の濃度が検量線の濃度範囲の下限值以上の場合は、是正措置を講じた上で下限値を下回るまで試験操作及び検量線の作成を繰り返すことが必要である。

(9) 内部標準原液について、使用期限の過ぎた試薬を使用していた機関が 1 機関あった。

当該 1 機関は自機関で規定している期限設定及び使用期限を遵守する必要がある。

(10) 今回の精度管理において、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た。

| | |
|--------|---|
| 表 4 | 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、 分析開始日時 |
| 表 5-1 | 一斉分析項目 (別表第 3 フレームレス原子吸光法) |
| 表 5-2 | 一斉分析項目 (別表第 4 フレーム原子吸光法) |
| 表 5-3 | 一斉分析項目 (別表第 5 ICP-発光法) |
| 表 5-4 | 一斉分析項目 (別表第 6 ICP-MS 法) |
| 表 6 | 妥当性評価 |
| 表 7-1 | 検量線 (別表第 3 フレームレス原子吸光法) |
| 表 7-2 | 検量線 (別表第 4 フレーム原子吸光法) |
| 表 7-3 | 検量線 (別表第 5 ICP-発光法) |
| 表 7-4 | 検量線 (別表第 6 ICP-MS 法) |
| 表 8-1 | 確認用試料、空試験 (別表第 3 フレームレス原子吸光法) |
| 表 8-2 | 確認用試料、空試験 (別表第 4 フレーム原子吸光法) |
| 表 8-3 | 確認用試料、空試験 (別表第 5 ICP-発光法) |
| 表 8-4 | 確認用試料、空試験 (別表第 6 ICP-MS 法) |
| 表 9 | 使用した精製水の種類 |
| 表 10-1 | 金属類標準原液 (別表第 3 フレームレス原子吸光法) |
| 表 10-2 | 金属類標準原液 (別表第 4 フレーム原子吸光法) |
| 表 10-3 | 金属類標準原液 (別表第 5 ICP-発光法) |
| 表 10-4 | 金属類標準原液 (別表第 6 ICP-MS 法) |
| 表 11-1 | 金属類標準液 (別表第 3 フレームレス原子吸光法) |
| 表 11-2 | 金属類標準液 (別表第 4 フレーム原子吸光法) |
| 表 11-3 | 金属類標準液 (別表第 5 ICP-発光法) |
| 表 11-4 | 金属類標準液 (別表第 6 ICP-MS 法) |
| 表 12-1 | 硝酸 (別表第 3 フレームレス原子吸光法) |
| 表 12-2 | 硝酸 (別表第 4 フレーム原子吸光法) |
| 表 12-3 | 硝酸 (別表第 5 ICP-発光法) |
| 表 12-4 | 硝酸 (別表第 6 ICP-MS 法) |
| 表 13-1 | 内部標準原液① (別表第 5 ICP-発光法) |
| 表 13-1 | 内部標準原液② (別表第 5 ICP-発光法) |
| 表 13-3 | 内部標準原液③ (別表第 6 ICP-MS 法) |
| 表 13-4 | 内部標準原液④ (別表第 6 ICP-MS 法) |
| 表 14-1 | 内部標準液 (別表第 5 ICP-発光法) |
| 表 14-2 | 内部標準液 (別表第 6 ICP-MS 法) |
| 表 15-1 | 前処理、使用機器及び測定条件 (別表第 3 フレームレス原子吸光法) |
| 表 15-2 | 前処理、使用機器及び測定条件 (別表第 4 フレーム原子吸光法) |

| | |
|--------|---------------------------------|
| 表 15-3 | 前処理、使用機器及び測定条件 (別表第 5 ICP-発光法) |
| 表 15-4 | 前処理、使用機器及び測定条件 (別表第 6 ICP-MS 法) |
| 表 16-1 | 日常点検・定期点検 (別表第 3 フレームレス原子吸光法) |
| 表 16-2 | 日常点検・定期点検 (別表第 4 フレーム原子吸光法) |
| 表 16-3 | 日常点検・定期点検 (別表第 5 ICP-発光法) |
| 表 16-4 | 日常点検・定期点検 (別表第 6 ICP-MS 法) |
| 表 17-1 | その他 (別表第 3 フレームレス原子吸光法) |
| 表 17-2 | その他 (別表第 4 フレーム原子吸光法) |
| 表 17-3 | その他 (別表第 5 ICP-発光法) |
| 表 17-4 | その他 (別表第 6 ICP-MS 法) |
| 表 18 | 棄却された機関のアンケート結果 |

表4 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、分析開始日時

| 機関 番号 | 試料到着日時 | 試料の保存 温度 (°C) | 試験開始日時 | 試料開封日時 | 分析開始日時 |
|----------|-------------|------------------|--------------|--------------|--------------|
| 1 | 9月28日10時45分 | 5 | 9月29日9時00分 | 9月29日11時00分 | 9月29日15時00分 |
| 2 | 9月28日14時50分 | 5 | 9月29日14時20分 | 9月29日14時10分 | 9月30日15時47分 |
| 3 | 9月28日16時30分 | 5 | 9月30日9時30分 | 9月30日9時30分 | 9月30日9時30分 |
| 4 | 9月28日9時50分 | 5 | 9月29日9時30分 | 9月29日9時00分 | 9月29日13時00分 |
| 5 | 9月28日15時00分 | 3 | 9月29日9時00分 | 9月29日10時45分 | 9月29日14時28分 |
| 6 | 9月28日11時10分 | 4 | 9月29日9時00分 | 9月29日10時00分 | 9月29日14時07分 |
| 7 | 9月28日11時30分 | 5 | 9月30日9時30分 | 9月30日9時30分 | 9月30日14時30分 |
| 8 | 9月28日10時35分 | 4 | 9月29日9時00分 | 9月29日10時50分 | 9月29日14時01分 |
| 9 | 9月28日13時45分 | 7 | 10月4日17時00分 | 10月4日17時00分 | 10月5日12時23分 |
| 10 | 9月28日8時50分 | 5 | 9月29日9時00分 | 9月29日9時00分 | 9月30日8時30分 |
| 11 | 9月28日10時00分 | 4 | 10月7日7時15分 | 10月7日7時15分 | 10月7日11時20分 |
| 12 | 9月28日9時30分 | 4 | 9月30日8時30分 | 9月30日9時00分 | 9月30日9時55分 |
| 13 | 9月28日10時00分 | 4 | 9月29日9時05分 | 9月29日13時20分 | 9月29日17時29分 |
| 14 | 9月28日9時00分 | 4 | 10月6日14時00分 | 10月6日14時30分 | 10月6日15時00分 |
| 15 | 9月28日13時00分 | 4 | 9月29日10時00分 | 9月29日10時00分 | 9月29日13時00分 |
| 16 | 9月28日11時15分 | 4 | 10月11日11時00分 | 10月11日11時30分 | 10月11日14時00分 |
| 17 | 9月28日11時56分 | 4 | 10月14日6時36分 | 10月14日8時00分 | 10月14日8時46分 |
| 18 | 9月30日10時30分 | 4 | 9月30日11時00分 | 9月30日11時15分 | 9月30日11時45分 |
| 19 | 9月28日17時14分 | 4 | 10月11日9時00分 | 10月11日9時00分 | 10月11日14時35分 |
| 20 | 9月28日10時00分 | 4 | 10月4日10時00分 | 10月4日10時00分 | 10月4日12時54分 |
| 21 | 9月28日10時41分 | 4 | 9月29日9時00分 | 9月29日9時45分 | 9月29日14時58分 |
| 22 | 9月28日8時50分 | 7.5 | 9月30日9時00分 | 9月30日11時15分 | 9月30日15時03分 |
| 23 | 9月28日11時30分 | 4 | 10月4日9時00分 | 10月4日9時00分 | 10月7日11時00分 |
| 24 | 9月28日9時00分 | 4 | 10月6日12時00分 | 10月6日13時30分 | 10月6日14時04分 |
| 25 | 9月28日11時20分 | 5 | 9月30日9時00分 | 9月30日9時00分 | 9月30日17時40分 |
| 26 | 9月28日16時45分 | 4 | 10月6日11時00分 | 10月6日11時00分 | 10月6日15時10分 |
| 27 | 9月28日9時45分 | 5 | 9月30日9時00分 | 9月29日9時00分 | 9月30日19時27分 |
| 28 | 9月28日15時00分 | 4 | 10月6日15時30分 | 10月6日15時30分 | 10月12日12時00分 |
| 29 | 9月28日12時00分 | 6 | 9月29日9時30分 | 9月29日10時00分 | 9月29日14時00分 |
| 30 | 9月28日10時45分 | 6 | 9月29日9時00分 | 9月29日9時00分 | 9月29日10時57分 |
| 31 | 9月28日11時15分 | 5 | 10月6日11時10分 | 10月7日13時10分 | 10月7日17時25分 |
| 32 | 9月28日11時50分 | 4 | 9月29日7時50分 | 9月29日9時30分 | 9月29日13時28分 |
| 33 | 9月28日11時00分 | 4 | 10月1日16時00分 | 9月30日13時00分 | 10月5日11時30分 |
| 34 | 9月28日11時45分 | 4 | 9月29日10時00分 | 9月29日11時25分 | 9月29日20時01分 |
| 35 | 9月28日11時00分 | 4 | 10月6日9時00分 | 10月6日9時00分 | 10月6日9時00分 |
| 36 | 9月28日14時30分 | 5 | 9月29日10時0分 | 9月29日9時00分 | 9月29日13時30分 |

表 5-1 一斉分析項目 (別表第 3 フレームレス原子吸光法)

| 機関番号 | 一斉分析項目 |
|------|--------|
| 7 | なし |
| 34 | 鉄 |
| 36 | なし |

表 5-2 一斉分析項目 (別表第 4 フレーム原子吸光法)

| 機関番号 | 一斉分析項目 |
|------|--------|
| 26 | なし |

表 5-3 一斉分析項目 (別表第 5 ICP-発光法)

| 機関番号 | 一斉分析項目 |
|------|---------------------------------|
| 5 | 鉄 |
| 21 | 鉄 |
| 29 | アルミニウム、ホウ素、カドミウム、六価クロム、銅、鉄、鉛、亜鉛 |
| 35 | アルミニウム、銅、鉄、亜鉛 |

表 5-4 一斉分析項目 (別表第 6 ICP-MS 法)

| 機関番号 | 一斉分析項目 |
|------|---|
| 1 | 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、アンチモン、ウラン、ニッケル、モリブデン |
| 2 | 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、ニッケル、アンチモン、ウラン |
| 3 | ホウ素、ナトリウム、アルミニウム、カルシウム、マグネシウム、六価クロム、鉄、銅、亜鉛、セレン、ヒ素、カドミウム、鉛 |
| 4 | なし |
| 6 | カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、アンチモン、ウラン、ニッケル |
| 8 | 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、銅 |
| 9 | 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 |
| 10 | なし |
| 11 | 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 |
| 12 | 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 |
| 13 | 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、アンチモン、ウラン、ニッケル |
| 14 | カドミウム、マンガン、セレン、鉛、砒素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅 |
| 15 | ホウ素、アルミニウム、六価クロム、鉄、ニッケル、銅、亜鉛、ヒ素、セレン、モリブデン、カドミウム、アンチモン、鉛、ウラン |
| 16 | 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、ニッケル、アンチモン、ウラン |
| 17 | なし |
| 18 | B,Na,Mg,Al,K,Ca,Cr,Fe,Ni,Cu,Zn,As,Cd,Pb,Se |
| 19 | カドミウム、セレン、鉛、砒素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、カルシウム、マグネシウム、ウラン |
| 20 | なし |
| 22 | カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、亜鉛、鉄、銅 |
| 23 | 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 |
| 24 | 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、カルシウム、マグネシウム |
| 25 | ホウ素、アルミニウム、六価クロム、鉄、銅、亜鉛、ヒ素、セレン、カドミウム、鉛、ニッケル、モリブデン、アンチモン、ウラン |
| 27 | 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、カルシウム、マグネシウム |
| 28 | アルミニウム、六価クロム、鉄、銅、亜鉛、ヒ素、セレン、カドミウム、鉛 |
| 30 | なし |
| 31 | 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、アンチモン、ウラン、ニッケル、モリブデン |
| 32 | 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、カルシウム、マグネシウム |
| 33 | カドミウム、鉛、ヒ素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、銅 |

表 6 妥当性評価

| 機関 番号 | 検量線の評価 | | 添加試料の評価 | | |
|----------|-----------------|--------------|----------------|----------|-----------------------------|
| | キャリーオーバー の評価 | 真度・精度 の評価 | 真度・併行精度 の評価 | 添加を行った水 | 評価した濃度 |
| 1 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(精製水) 3.2µg/L(水道水) |
| 2 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 定量下限値(精製水) 定量下限値(水道水) |
| 3 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) |
| 4 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 定量下限値(水道水、精製水) |
| 5 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) |
| 6 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 定量下限値(水道水) 定量下限値(精製水) |
| 7 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値 |
| 8 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値 |
| 9 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) |
| 10 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 定量下限値(精製水) 0.01mg/L(水道水) |
| 11 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) |
| 12 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 5 µg/L(水道水) |
| 13 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 定量下限値 |
| 14 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) |
| 15 | 実施 | 実施 | 実施 | 精製水 | 0.8 µg/L(精製水) |
| 16 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 定量下限値(精製水) 定量下限値(水道水) |
| 17 | 実施 | 実施 | 実施 | 純水 | 定量下限値 |
| 18 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値 |
| 19 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 5 µg/L |
| 20 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 定量下限値(水道水、精製水) |
| 21 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) |
| 22 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(精製水) 3 µg/L(水道水) |
| 23 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 0.4 µg/L(水道水) |
| 24 | 実施 | 実施 | 実施 | 精製水 | 定量下限値 |
| 25 | 実施 | 実施 | 実施 | 精製水 | 定量下限値 |
| 26 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値 |
| 27 | 実施 | 実施 | 実施 | 精製水 | 定量下限値(精製水) |
| 28 | 実施 | 実施 | 実施 | 精製水 | 0.0001mg/L(精製水) |
| 29 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値 |
| 30 | 実施 | 実施 | 実施 | 模擬水道水 | 0.5µg/L(模擬水道水) |
| 31 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 定量下限値(精製水) 5 µg/L(水道水) |
| 32 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値 |
| 33 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 最小標準(精製水) 0.2 µg/L(水道水) |
| 34 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 1 µg/L(水道水) |
| 35 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 2 µg/L(水道水) |
| 36 | 未実施 | 未実施 | 未実施 | - | - |

表 7-1 検量線 (別表第 3 フレームレス原子吸光法)

| 機関番号 | フィッティング方法 | 検量線の点数 | 検量線の設定濃度(μg/L) | 重み付け | 原点強制通過 | 定量下限値(μg/L) | 定量下限値の設定理由 |
|------|-----------|--------|----------------|------|--------|-------------|-------------|
| 7 | 直線 | 4 | 1,3,5,10 | 無 | 無 | 1 | 基準の 1/10 以下 |
| 34 | 直線 | 5 | 0,1,2,5,10 | 無 | 無 | 1 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 36 | 直線 | 6 | 1,3,5,10,30,50 | 無 | 無 | 1 | 基準の 1/10 以下 |

表 7-2 検量線 (別表第 4 フレーム原子吸光法)

| 機関番号 | フィッティング方法 | 検量線の点数 | 検量線の設定濃度(μg/L) | 重み付け | 原点強制通過 | 定量下限値(μg/L) | 定量下限値の設定理由 |
|------|-----------|--------|----------------|------|--------|-------------|-------------|
| 26 | 直線 | 4 | 9,18,25,50 | 無 | 無 | 5 | 基準の 1/10 以下 |

表 7-3 検量線 (別表第 5 ICP-発光法)

| 機関番号 | フィッティング方法 | 検量線の点数 | 検量線の設定濃度(μg/L) | 重み付け | 原点強制通過 | 定量下限値(μg/L) | 定量下限値の設定理由 |
|------|-----------|--------|----------------|------|--------|-------------|-------------|
| 5 | 直線 | 4 | 1,4,10,30 | 無 | 無 | 1 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 21 | 直線 | 4 | 1,4,10,40 | 無 | 無 | 1 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 29 | 直線 | 4 | 1,4,10,20 | 無 | 無 | 1 | 当局の報告記載最小値 |
| 35 | 直線 | 4 | 2、4、8、20 | 無 | 無 | 5 | 基準の 1/10 以下 |

表 7-4 検量線 (別表第 6 ICP-MS 法)

| 機関番号 | フィッティング方法 | 検量線の点数 | 検量線の設定濃度(μg/L) | 重み付け | 原点強制通過 | 定量下限値(μg/L) | 定量下限値の設定理由 |
|------|-----------|--------|------------------------------------|------|--------|-------------|-------------------------|
| 1 | 直線 | 5 | 0.8, 1.6, 3.2, 4.8, 8 | 無 | 無 | 0.8 | 再現性試験の結果から設定 |
| 2 | 直線 | 5 | 0.4, 1.6, 4, 16, 40 | 有 | 無 | 0.4 | 基準の 1/10 以下 |
| 3 | 直線 | 5 | 3,10,25,50,100 | 無 | 無 | 5 | 基準の 1/10 以下 |
| 4 | 直線 | 7 | 0.2, 0.4, 1.6, 4, 16, 40, 100 | 有 | 無 | 0.2 | 基準の 1/10 以下 |
| 6 | 直線 | 6 | 1,2,5,5,10,20,50 | 無 | 無 | 1 | 当局で定める水質管理目標値の 1/10 以下 |
| 8 | 直線 | 4 | 5,10,20,50 | 無 | 無 | 5 | 基準の 1/10 以下 |
| 9 | 直線 | 9 | 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100 | 有 | 無 | 0.2 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 10 | 直線 | 6 | 1,2,5,10,20,50 | 無 | 無 | 1 | 基準の 1/10 以下 |
| 11 | 直線 | 5 | 5,10,25,50,100 | 有 | 無 | 5 | 基準の 1/10 以下 |
| 12 | 直線 | 6 | 2.5,5,7.5,10,20,30 | 無 | 無 | 2.5 | 基準の 1/10 以下 |
| 13 | 直線 | 4 | 1, 2, 5, 8 | 無 | 無 | 1 | 水質管理目標設定項目目標値の 1/10 |
| 14 | 直線 | 4 | 5,10,25,100 | 無 | 無 | 5 | 基準の 1/10 以下 |
| 15 | 直線 | 6 | 2,4,6,8,20,50 | 無 | 無 | 2 | 基準の 1/10 以下 |
| 16 | 直線 | 6 | 1,2,8,20,50,100 | 有 | 無 | 1 | 基準の 1/10 以下 |
| 17 | 直線 | 4 | 0.3,0.5,1,5 | 有 | 無 | 0.3 | 基準値の 1/10 以下 |
| 18 | 直線 | 7 | 0.2,0.5,1,2,5,10,20 | 無 | 無 | 1 | 基準の 1/10 以下 |
| 19 | 直線 | 4 | 1, 2.5, 5, 6.25 | 無 | 無 | 5 | 基準値の 1/10 以下 |
| 20 | 直線 | 5 | 1, 2, 5, 10, 20 | 無 | 無 | 1 | 基準の 1/10 以下 |
| 22 | 直線 | 6 | 1,3,5,15,50,100 | 有 | 無 | 1 | 水質管理目標設定項目の目標値の 1/10 以下 |
| 23 | 直線 | 6 | 0.4,1.6,4,8,16,32 | 有 | 無 | 1 | 基準の 1/10 以下 |
| 24 | 直線 | 5 | 5,10,25,50,100 | 有 | 無 | 5 | 基準の 1/10 以下 |
| 25 | 直線 | 6 | 1,2.5,5,20,50,100 | 有 | 無 | 1 | 基準値の 1/10 以下 |
| 27 | 直線 | 5 | 5, 10, 20, 50, 100 | 無 | 無 | 5 | 基準値の 1/10 以下 |
| 28 | 直線 | 6 | 0.2, 0.5, 1, 2, 5 | 無 | 無 | 5 | 基準の 1/10 以下 |
| 30 | 直線 | 7 | 0.4,1,2,4,10,20,50 | 有 | 無 | 5 | 基準の 1/10 以下 |
| 31 | 直線 | 7 | 1.2,5,5,10,25,50,100 | 有 | 無 | 1 | 基準の 1/10 以下 |
| 32 | 直線 | 4 | 1,2,5,5,7.5 | 無 | 無 | 1 | 基準の 1/10 以下 |
| 33 | 直線 | 5 | 0.2, 0.8, 2, 8, 20 | 無 | 無 | 1 | 基準の 1/10 以下 |

表 8-1 確認用試料、空試験（別表第 3 フレームレス原子吸光法）

| 機関 番号 | 確認用試料 | | | | 空試験 | |
|----------|---------------|------------|------------|--------|-------|-------------|
| | オートサンプラー使用の有無 | 設定濃度(μg/L) | 測定結果(μg/L) | 誤差率(%) | 実施の有無 | 測定結果 (μg/L) |
| 7 | 有 | 5 | 5.21 | 4.20 | 実施 | <1 |
| 34 | 有 | 2 | 2.05 | 2.50 | 実施 | <1 |
| 36 | — | — | — | — | 実施 | <1 |

表 8-2 確認用試料、空試験（別表第 4 フレーム原子吸光法）

| 機関 番号 | 確認用試料 | | | | 空試験 | |
|----------|---------------|------------|------------|--------|-------|-------------|
| | オートサンプラー使用の有無 | 設定濃度(μg/L) | 測定結果(μg/L) | 誤差率(%) | 実施の有無 | 測定結果 (μg/L) |
| 26 | 有 | 25 | 24.20 | -3.20 | 実施 | <5 |

表 8-3 確認用試料、空試験（別表第 5 ICP-発光法）

| 機関 番号 | 確認用試料 | | | | 空試験 | |
|----------|---------------|------------|------------|--------|-------|-------------|
| | オートサンプラー使用の有無 | 設定濃度(μg/L) | 測定結果(μg/L) | 誤差率(%) | 実施の有無 | 測定結果 (μg/L) |
| 5 | 有 | 4 | 4.03 | 0.75 | 実施 | <1 |
| 21 | 有 | 10 | 9.91 | -0.90 | 実施 | <1 |
| 29 | 有 | 4 | 3.99 | -0.25 | 実施 | <1 |
| 35 | 無 | 4 | 4.05 | 1.30 | 実施 | <5 |

表 8-4 確認用試料、空試験（別表第 6 ICP-MS 法）

| 機関 番号 | 確認用試料 | | | | 空試験 | |
|----------|---------------|------------|------------|--------|-------|-------------|
| | オートサンプラー使用の有無 | 設定濃度(μg/L) | 測定結果(μg/L) | 誤差率(%) | 実施の有無 | 測定結果 (μg/L) |
| 1 | 有 | 3.2 | 3.18 | -0.63 | 実施 | <0.8 |
| 2 | 有 | 4 | 3.92 | -2.00 | 実施 | <0.4 |
| 3 | 有 | 50 | 51.38 | 2.76 | 実施 | <5 |
| 4 | 有 | 1.6 | 1.58 | -1.25 | 実施 | <0.2 |
| 6 | 有 | 20 | 19.95 | -0.25 | 実施 | <1 |
| 8 | 有 | 20 | 20.05 | 0.25 | 実施 | <5 |
| 9 | 有 | 5 | 5.10 | 2.00 | 実施 | <0.2 |
| 10 | 有 | 10 | 9.91 | -0.90 | 実施 | <1 |
| 11 | 有 | 50 | 50.02 | 0.04 | 実施 | <5 |
| 12 | 有 | 5 | 5.13 | 2.60 | 実施 | <2.5 |
| 13 | 有 | 2 | 2.01 | 0.50 | 実施 | <1 |
| 14 | 有 | 25 | 24.83 | -0.68 | 実施 | <5 |
| 15 | 有 | 6 | 6.09 | 1.50 | 実施 | <2 |
| 16 | 有 | 20 | 20.06 | 0.30 | 実施 | <1 |
| 17 | 有 | 1 | 0.97 | -3.50 | 実施 | <0.3 |
| 18 | 有 | 1 | 0.99 | -1.00 | 実施 | <1 |
| 19 | 有 | 5 | 4.94 | -1.20 | 実施 | <5 |
| 20 | 有 | 5 | 4.92 | -1.60 | 実施 | <1 |
| 22 | 有 | 50 | 50.22 | 0.44 | 実施 | <1 |
| 23 | 有 | 4 | 3.95 | -1.25 | 実施 | <1 |
| 24 | 有 | — | — | — | 実施 | <5 |
| 25 | 有 | 5 | 5.02 | 0.40 | 実施 | <5 |
| 27 | 有 | 50 | 50.10 | 0.20 | 実施 | <5 |
| 28 | 有 | 10 | 10.59 | 5.90 | 実施 | <5 |
| 30 | 有 | 2 | 1.98 | -1.05 | 実施 | <0.4 |
| 31 | 有 | 5.04 | 5.14 | 1.98 | 実施 | <1 |
| 32 | 有 | 5 | 5.08 | 1.60 | 実施 | <1 |
| 33 | 有 | 2 | 2.06 | 3.00 | 実施 | <1 |

表 9 使用した精製水の種類

| 機関番号 | 精製水の種類 | 製品名もしくは製造装置 | 機関番号 | 精製水の種類 | 製品名もしくは製造装置 |
|------|---------|----------------------------|------|---------|--------------------------------|
| 1 | 精製水製造装置 | Merck Milli-Q Integral 10 | 19 | 精製水製造装置 | ORGANO PURELAB Chorus |
| 2 | 精製水製造装置 | ピュアリーックω | 20 | 精製水製造装置 | Merk Milli-Q Integral10 |
| 3 | 精製水製造装置 | Milli-Q Reference | 21 | 精製水製造装置 | Merck millipore Integral 5 |
| 4 | 精製水製造装置 | ADVANTEC RFU665DA | 22 | 精製水製造装置 | Merk Milli-Q IQ7010 |
| 5 | 精製水製造装置 | Merk millipore Integral 10 | 23 | 精製水製造装置 | Merk Advantage A10 |
| 6 | 精製水製造装置 | Autopure WEX3 | 24 | 精製水製造装置 | PURELAB flex-3 |
| 7 | 精製水製造装置 | milli-Q Integral3 | 25 | 精製水製造装置 | RFS563NC |
| 8 | 精製水製造装置 | Elix-UV5/ADVANTAGE A10 | 26 | 精製水製造装置 | アドバンテック東洋 |
| 9 | 精製水製造装置 | Milli-Q Integral 5 | 27 | 精製水製造装置 | Milli-Q Advatege A10 |
| 10 | 精製水製造装置 | Merk ElixR Essential 5UV | 28 | 精製水製造装置 | ザルトリウス H2OPRO-DI-T |
| 11 | 精製水製造装置 | Merck millipore Integral3 | 29 | 精製水製造装置 | ADVANTEC RFU665DA/NA |
| 12 | 精製水製造装置 | Milli-Q Integral 5 | 30 | 精製水製造装置 | オルガノ PURELAB ultra |
| 13 | 精製水製造装置 | Milli-Q Advantage A10 | 31 | 精製水製造装置 | Merk MilliQ Integral5 |
| 14 | 精製水製造装置 | Milli-Q Advantage A10 | 32 | 精製水製造装置 | Milli-Q Integra15 |
| 15 | 精製水製造装置 | Milli-Q Integral MT 3S | 33 | 精製水製造装置 | Elix-UV10/Milli-Q Gradient A10 |
| 16 | 精製水製造装置 | Merk millipore Synergy UV | 34 | 精製水製造装置 | MILLI-Q INTEGRAL 3 |
| 17 | 精製水製造装置 | メルク IQ7005 | 35 | 精製水製造装置 | メルク社 Elix ESSENTIAL 5 |
| 18 | 精製水製造装置 | ELGA PURELABDV+35 flex-UV | 36 | 精製水製造装置 | RFD383NC,RFU665DA |

表 10-1 金属類標準原液（別表第 3 フレームレス原子吸光法）

| 機関番号 | 標準原液の種類 | マンガンの濃度 (mg/L) | 市販標準原液の値付け証明書の有無 | 製品名 | メーカー名 | カタログ番号 | グレード | 期限設定 | 使用期限 |
|------|------------|----------------|------------------|-------------------|----------------|-----------|----------------------|----------|----------|
| 7 | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 | マンガン標準液 (Mn 1000) | 関東化学 | 25824-2B | JCSS 化学分析用 (原子吸光分析用) | メーカー使用期限 | 2022年8月末 |
| 34 | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 | マンガン標準液 (Mn1000) | 富士フィルム和光純薬 | 133-12131 | JCSS | メーカー使用期限 | 2022.12 |
| 36 | 市販標準原液(単品) | 100 | 有 | マンガン標準液 (Mn 100) | 富士フィルム和光純薬株式会社 | 139-12111 | 金属測定用 | メーカー使用期限 | 2023年3月末 |

表 10-2 金属類標準原液（別表第 4 フレーム原子吸光法）

| 機関番号 | 標準原液の種類 | マンガンの濃度 (mg/L) | 市販標準原液の値付け証明書の有無 | 製品名 | メーカー名 | カタログ番号 | グレード | 期限設定 | 使用期限 |
|------|---------|----------------|------------------|------------------|-------|-----------|------|----------|----------|
| 26 | 市販標準原液 | 1000 | 有 | マンガン標準液 (Mn1000) | 和光純薬 | 133-12131 | JCSS | メーカー使用期限 | 2022年12月 |

表 10-3 金属類標準原液（別表第 5 ICP-発光法）

| 機関番号 | 標準原液の種類 | マンガンの濃度 (mg/L) | 市販標準原液の値付け証明書の有無 | 製品名 | メーカー名 | カタログ番号 | グレード | 期限設定 | 使用期限 |
|------|------------|----------------|------------------|------------------|---------------|-----------|-----------------------------|----------|----------|
| 5 | 市販標準原液(単品) | 100 | 有 | マンガン標準液 (Mn 100) | 富士フィルム和光純薬 | 139-12111 | JCSS | メーカー使用期限 | 2023年3月末 |
| 21 | 市販標準原液(混合) | 100 | 無 | 多元素混合標準液 | 富士フィルム和光純薬 | 139-14551 | ICP 分析用 | メーカー使用期限 | 2022年2月 |
| 29 | 市販標準原液(混合) | 100 | 無 | 多元素混合標準液W-VI | 富士フィルム和光純薬(株) | 139-14551 | ICP 分析用 | メーカー使用期限 | 2023年6月 |
| 35 | 市販標準原液(単品) | 998 | 有 | マンガン標準液 (Mn1000) | 関東化学 | 25824-2B | JCSS 化学分析用(原子吸光分析用、ICP 分析用) | メーカー使用期限 | 2022年3月末 |

表 10-4 金属類標準原液（別表第 6 ICP-MS 法）

| 機関番号 | 標準原液の種類 | マンガンの濃度 (mg/L) | 市販標準原液の値付け証明書の有無 | 製品名 | メーカー名 | カタログ番号 | グレード | 期限設定 | 使用期限 |
|------|-------------|----------------|------------------|---------------------------|----------------|-------------|--------------------|-----------|-------------|
| 1 | 市販標準原液 (混合) | 4 | 有 | ICP 汎用混合液 XSTC-1615 | SPEX | XSTC-1615 | ILAC MRA (水質分析用混合) | メーカー使用期限 | 2022年5月 |
| 2 | 市販標準原液 (混合) | 4 | 有 | SPEX 混合標準液 | SPEX | XSTC-1615 | A2LA | 半年 | 2022年5月31日 |
| 3 | 市販標準原液 (単品) | 1000 | 有 | マンガン標準液 (Mn 1000) | 富士フイルム和光純薬 | 133-12131 | JCSS 金属測定用 | メーカー使用期限 | 2021年11月 |
| 4 | 市販標準原液 (単品) | 995 | 有 | マンガン標準液 (Mn 1000) | 関東化学 | 25824-2B | JCSS 化学分析用 | メーカー使用期限 | 2022年8月末日 |
| 6 | 市販標準原液 (混合) | — | 有 | Custom Assurance Standard | SPEX Certiprep | XSTC-760D | — | — | 2021年12月 |
| 8 | 市販標準原液 (単品) | 1000 | 有 | マンガン標準液 (Mn 1000) | 富士フイルム和光純薬 | 133-12131 | JCSS (金属測定用) | 半年 | 2022年12月31日 |
| 9 | 市販標準原液 (単品) | 1000 | 有 | マンガン標準液 (Mn 1000) | 富士フイルム和光純薬 | 133-12131 | JCSS | メーカー使用期限 | 2022年12月31日 |
| 10 | 市販標準原液 (単品) | 1000 | 有 | マンガン標準液 (Mn 1000) | 富士フイルム和光純薬 | 133-12131 | JCSS | メーカー使用期限 | 2021年11月30日 |
| 11 | 市販標準原液 (混合) | 5 | 有 | XSTC-760D | SPEX | XSTC-760D | 水質分析用 | 半年 | 2022年4月1日 |
| 12 | 市販標準原液 (混合) | 5 | 有 | ICP 汎用混合液 | SPEX CertiPrep | XSTC-760D | — | メーカー使用期限 | 2022年8月31日 |
| 13 | 市販標準原液 (混合) | 5 | 有 | 水質分析用無機混合標準液 DWS-4 | SCP SCIENCE | 700-004-287 | — | 1年 | 2022年7月30日 |
| 14 | 市販標準原液 (単品) | 1000 | 有 | マンガン標準液 (Mn 1000) | 関東化学 | 25824-2B | JCSS 化学分析用 | メーカー使用期限 | 2022年8月末 |
| 15 | 市販標準原液 (混合) | 5 | 有 | XSTC-760D | SPEX 社 | XSTC-760 | — | メーカーの使用期限 | 2022年5月 |
| 16 | 市販標準原液 (混合) | 5 | 有 | カスタムブラズマ標準液(15種混合) | SPEX | XSTC-760D | — | メーカー使用期限 | 2022年6月30日 |
| 17 | 市販標準原液 (混合) | 100 | 無 | 金属類混合標準液 V | 関東化学 | 25941-23 | 水質試験用 | メーカー使用期限 | 2022年4月末 |
| 18 | 市販標準原液 (単品) | 1001 | 有 | マンガン標準液 (Mn 1000) | 富士フイルム和光純薬株式会社 | 133-12131 | 試験研究用 | メーカー使用期限 | 2022年1月 |
| 19 | 市販標準原液 (混合) | 5 | 有 | 水質分析用標準液 | SPEX 社 | XSTC-760D | — | メーカー使用期限 | 2022/2/28 |
| 20 | 市販標準原液 (単品) | 995 | 有 | マンガン標準液 | 関東化学 | 25824-2B | 化学分析用 | 半年 | 2022年2月10日 |
| 22 | 市販標準原液 (単品) | 1000 | 有 | マンガン標準液 (Mn 1000) | 富士フイルム和光純薬 | 133-12131 | JCSS | 1年 | 2022年8月3日 |
| 23 | 市販標準原液 (混合) | 4 | 有 | XSTC-1615 | SPEX | XSTC-1615 | A2LA | 1年 | 2022年6月 |
| 24 | 自家調整 | 1000 | 有 | マンガン標準液 (Mn 1000) | 富士フイルム和光純薬 | 133-12131 | — | 用事調整 | 1ヶ月 |
| 25 | 市販標準原液 (混合) | 5 | 有 | ICP 汎用混合液 | SPEX | XSTC-760D | ICP 分析用 | 開封から半年 | 2022年3月29日 |
| 27 | 市販標準原液 (単品) | 1000 | 有 | マンガン標準液 (Mn:1,000mg/l) | 富士フイルム和光純薬 | 133-12131 | JCSS | 1年 | 2021年11月30日 |
| 28 | 市販標準原液 (混合) | 9.93 | 有 | XSTC-331 | SPEX | XSTC-331 | — | メーカー期限 | 2022年10月5日 |
| 30 | 市販標準原液 (単品) | 1000 | 有 | 1000µg/mL Manganese | SPEX CertiPrep | PLMN2-2Y | NIST | メーカー使用期限 | 2022年5月31日 |
| 31 | 市販標準原液 (混合) | 50 | 有 | XSTC-469 | SPEX | XSTC-469 | 水質分析用(A2LA認定) | メーカー使用期限 | 2022年3月31日 |
| 32 | 市販標準原液 (混合) | 5 | 有 | XSTC-760D | SPEX | 14-210AB | ICP 分析用 | メーカー使用期限 | 2022年5月31日 |
| 33 | 市販標準原液 (単品) | 1000 | 有 | マンガン標準液 (Mn 1000) | 関東化学 | 25824-2B | JCSS 化学分析用 | 半年 | 2022年8月末日 |

表 11-1 金属類標準液 (別表第 3 フレームレス原子吸光法)

| 機関 番号 | (再掲) 金属類標準原液の マンガン濃度(mg/L) | 金属類標準液 | | | (再掲) 検量線の設定濃度(μg/L) |
|----------|----------------------------------|------------------|----------|------------|------------------------|
| | | マンガン濃度 (mg/L) | 期限設定 | 調製年月日 | |
| 7 | 1000 | 0.1 | 用事調製 | 2021年9月30日 | 1,3,5,10 |
| 34 | 1000 | 10 | メーカー使用期限 | 2021年9月29日 | 0,1,2,5,10 |
| 36 | 100 | 1 | 1月 | 2021年9月27日 | 1,3,5,10,30,50 |

表 11-2 金属類標準液 (別表第 4 フレーム原子吸光法)

| 機関 番号 | (再掲) 金属類標準原液の マンガン濃度(mg/L) | 金属類標準液 | | | (再掲) 検量線の設定濃度(μg/L) |
|----------|----------------------------------|------------------|------|-------|------------------------|
| | | マンガン濃度 (mg/L) | 期限設定 | 調製年月日 | |
| 26 | 1000 | — | — | — | 9,18,25,50 |

表 11-3 金属類標準液 (別表第 5 ICP-発光法)

| 機関 番号 | (再掲) 金属類標準原液の マンガン濃度(mg/L) | 金属類標準液 | | | (再掲) 検量線の設定濃度(μg/L) |
|----------|----------------------------------|------------------|------|------------|------------------------|
| | | マンガン濃度 (mg/L) | 期限設定 | 調製年月日 | |
| 5 | 100 | 0.1 | 1ヶ月 | 2021年9月29日 | 1,4,10,30 |
| 21 | 100 | 1 | 用時調製 | 2021年9月29日 | 1,4,10,40 |
| 29 | 100 | 1 | 用時調製 | 2021年9月28日 | 1,4,10,20 |
| 35 | 998 | 0.1 | 用時調製 | 2021年10月6日 | 2、4、8、20 |

表 11-4 金属類標準液 (別表第 6 ICP-MS 法)

| 機関 番号 | (再掲) 金属類標準原液の マンガン濃度(mg/L) | 金属類標準液 | | | (再掲) 検量線の設定濃度(μg/L) |
|----------|----------------------------------|-------------------------------|---------------|-------------|------------------------------------|
| | | マンガン濃度 (mg/L) | 期限設定 | 調製年月日 | |
| 1 | 4 | 0.4 | 用時調製 | 2021年9月29日 | 0.8, 1.6, 3.2, 4.8, 8 |
| 2 | 4 | 0.4 | 用時調製 | 2021年9月28日 | 0.4, 1.6, 4, 16, 40 |
| 3 | 1000 | 0.5 | 2週間 | 2021年9月21日 | 3,10,25,50,100 |
| 4 | 995 | 1 | 用事調製 | 2021年9月28日 | 0.2, 0.4, 1.6, 4, 16, 40, 100 |
| 6 | — | 5 | メーカー使用期限 | 2021年12月 | 1,2,5,5,10,20,50 |
| 8 | 1000 | 10 | 1ヵ月 | 2021年9月29日 | 5,10,20,50 |
| 9 | 1000 | 1 | 1ヶ月 | 2021年10月5日 | 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100 |
| 10 | 1000 | 1 | 用時調製 | 2021年9月30日 | 1,2,5,10,20,50 |
| 11 | 5 | 0.5 | 1ヵ月 | 2021年10月6日 | 5,10,25,50,100 |
| 12 | 5 | 0.25 | 用時調製 | 2021年9月30日 | 2.5,5,7.5,10,20,30 |
| 13 | 5 | — | — | — | 1, 2, 5, 8 |
| 14 | 1000 | 1 | 1ヶ月 | 2021年10月6日 | 5,10,25,100 |
| 15 | 5 | 0.1 | 用事調製 | 2021年9月29日 | 2,4,6,8,20,50 |
| 16 | 5 | 0.5 | 用時調製 | 2021年10月11日 | 1,2,8,20,50,100 |
| 17 | 100 | 0.1 | 用事調整 | 2021年10月14日 | 0.3,0.5,1,5 |
| 18 | 1001 | 1 | 用時調製 | 2021年9月30日 | 0.2,0.5,1,2,5,10,20 |
| 19 | 5 | 0.1 | 要時調製 | 2021年10月11日 | 1, 2.5, 5, 6.25 |
| 20 | 995 | 100 | 1ヵ月 | 2021年10月4日 | 1, 2, 5, 10, 20 |
| 22 | 1000 | 5 | 1月 | 2021年9月30日 | 1,3,5,15,50,100 |
| 23 | 4 | — | — | — | 0.4,1.6,4,8,16,32 |
| 24 | 1000 | 10 | 用事調整 | 2021年10月6日 | 5,10,25,50,100 |
| 25 | 5 | 0.5 | 用時調製 | 2021年9月30日 | 1,2,5,5,20,50,100 |
| 27 | 1000 | 5 | 調製後1ヶ月 | 2021年9月16日 | 5, 10, 20, 50, 100 |
| 28 | 9.93 | 0.1 | 用時調整 | 2021年10月12日 | 0.2、0.5、1、2、5 |
| 30 | 1000 | 10 | 3ヵ月又はメーカー保証期限 | 2021年9月27日 | 0.4,1,2,4,10,20,50 |
| 31 | 50 | 5,0.5:一次希釈標準液 0.05:二次希釈標準液 | 用時調製 | 2021年10月6日 | 1,2,5,5,10,25,50,100 |
| 32 | 5 | — | — | — | 1,2,5,5,7,5 |
| 33 | 1000 | 2 | 1ヶ月 | 2021年9月27日 | 0.2, 0.8, 2, 8, 20 |

表 12-1 硝酸（別表第 3 フレームレス原子吸光法）

| 機関番号 | 製品名 | メーカー名 | カタログ番号 | グレード | 使用期限 |
|------|----------|-------------------|-----------|---------|-------------|
| 7 | 硝酸 1.38 | シグマアルドリッチジャパン合同会社 | 21-1600-5 | 精密分析用 | 2021年10月31日 |
| 34 | 硝酸 1.38 | 富士フィルム和光純薬 | 140-04016 | 有害金属測定用 | 2022年4月30日 |
| 36 | 硝酸(1.38) | 富士フィルム和光純薬株式会社 | 140-04016 | 有害金属測定用 | — |

表 12-2 硝酸（別表第 4 フレーム原子吸光法）

| 機関番号 | 製品名 | メーカー名 | カタログ番号 | グレード | 使用期限 |
|------|-----|-------|-----------|-------|------|
| 26 | 硝酸 | 和光純薬 | 016-15471 | 有害金属用 | 記載なし |

表 12-3 硝酸（別表第 5 ICP-発光法）

| 機関番号 | 製品名 | メーカー名 | カタログ番号 | グレード | 使用期限 |
|------|-----------|---------------|-----------|---------|------------|
| 5 | 硝酸 1.38 | 富士フィルム和光純薬 | 140-04016 | 有害金属測定用 | — |
| 21 | 硝酸 1.38 | 富士フィルム和光純薬 | 140-04016 | 有害金属測定用 | 無 |
| 29 | 硝酸 (1.38) | 富士フィルム和光純薬(株) | 140-04016 | 有害金属測定用 | 2022年10月 |
| 35 | 硝酸 1.38 | 関東化学 | 28163-09 | 特級 | 2024年10月4日 |

表 12-4 硝酸（別表第 6 ICP-MS 法）

| 機関番号 | 製品名 | メーカー名 | カタログ番号 | グレード | 使用期限 |
|------|------------------|-------------|-------------|--------------|-------------|
| 1 | 硝酸 1.42 | 関東化学 | 28163-5B | Ultrapur-100 | 2022年5月末 |
| 2 | 硝酸 1.42 (70%) | 関東化学 | 64202-03 | 電子工業用 EL | 2022年1月20日 |
| 3 | 硝酸 1.38 | 関東化学 | UN2031 | EL(電子工業用) | 2022年2月19日 |
| 4 | 硝酸 1.42 | 関東化学 | 28163-5B | 超高純度 | 2022年4月末日 |
| 6 | 硝酸(1.42) | 富士フィルム和光純薬 | 148-06935 | 超微量分析用 | 2023年12月8日 |
| 8 | 硝酸 1.38 | 関東化学 | 28163-1B | 超高純度試薬 | 2025年10月28日 |
| 9 | 硝酸 1.42 | 関東化学 | 28163-5B | Ultrapur-100 | 2022年5月31日 |
| 10 | 硝酸 1.42 | 富士フィルム和光純薬 | 148-06935 | 超微量分析用 | — |
| 11 | 硝酸 1.38 | 関東化学 | 28163-1B | Ultrapur | 2022年5月31日 |
| 12 | 硝酸 1.38 EL | 関東化学 | 64003-03 | 電子工業用 | — |
| 13 | Plasma PURE HNO3 | SCP SCIENCE | 250-038-171 | — | 2022年1月8日 |
| 14 | 硝酸 1.38 | 関東化学 | 28163-09 | 金属分析用 | 2025年12月末 |
| 15 | 硝酸 (1.38) | 関東化学 | 28163-1B | Ultrapur | — |
| 16 | 硝酸 1.42 | 関東化学 | 28163-5B | Ultrapur-100 | 2021年10月31日 |
| 17 | 硝酸 1.38 | 富士フィルム和光純薬 | 141-01361 | 特級 | 2021年10月21日 |
| 18 | 硝酸 1.38 | 関東化学 | UN 2031 | 電子工業用 | — |
| 19 | 硝酸 1.38 | 関東化学 | FN-01C4 | 電子工業用 | 2022年1月31日 |
| 20 | 硝酸 1.42 | 関東化学 | 28163-5B | Ultrapur-100 | 2021年11月3日 |
| 22 | 硝酸 1.42 | 富士フィルム和光純薬 | 143-09741 | 電子工業用 | 2023年3月1日 |
| 23 | 硝酸 (1.38) | 関東化学 | 28163-09 | 金属分析用 | — |
| 24 | 硝酸 1.38 | 富士フィルム和光純薬 | 140-04016 | 有害金属測定用 | — |
| 25 | 硝酸 1.38 | 関東化学 | UN2031 | 電子工業用 | 2022年2月5日 |
| 27 | 硝酸 (1.38) | 富士フィルム和光純薬 | 140-04016 | 有害金属測定用 | 2022年9月26日 |
| 28 | 硝酸 1.38 | 富士フィルム和光純薬 | 141-01366 | 特級 | 2021年10月31日 |
| 30 | 硝酸 1.42 | 関東化学 | — | 電子工業用 EL | 2021年10月28日 |
| 31 | 硝酸 (1.38) | 富士フィルム和光純薬 | 140-04016 | 有害金属測定用 | 2022年9月29日 |
| 32 | 硝酸 1.42 | 関東化学 | 28163-5B | 超高純度試薬 | 2022年3月31日 |
| 33 | 硝酸 1.42 | 関東化学 | 64202-03 | EL用 | 2022年1年27日 |

表 13-1 内部標準原液① (別表第 5 ICP-発光法)

| 機関番号 | 内部標準物質 | 標準原液の種類 | 内部標準物質の濃度(mg/L) | 市販標準原液の値付け証明書の有無 |
|------|--------|------------|-----------------|------------------|
| 5 | イットリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 無 |
| 21 | イットリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 無 |
| 29 | イットリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 無 |
| 35 | イットリウム | 自家調製 | 1000 | - |

表 13-2 内部標準原液② (別表第 5 ICP-発光法)

| 機関番号 | 製品名 | メーカー名 | カタログ番号 | グレード | 期限設定 | 使用期限 |
|------|----------------------|-----------------|-----------|---------|----------|-----------|
| 5 | イットリウム標準液(Y 1000) | 富士フイルム 和光純薬 | 258-00661 | 原子吸光分析用 | メーカー使用期限 | 2023年3月 |
| 21 | イットリウム標準液(Y1000) | 富士フイルム 和光純薬 | 258-00661 | 原子吸光分析用 | メーカー使用期限 | 2021年11月 |
| 29 | イットリウム標準液(Y 1000) | 富士フイルム 和光純薬株 | 255-00671 | ICP分析用 | メーカー使用期限 | 2022年12月 |
| 35 | 酸化イットリウム(Ⅲ)高純度 試薬 | 関東化学 | 49527-25 | — | 3か月 | 2022年1月5日 |

表 13-3 内部標準原液③ (別表第 6 ICP-MS 法)

| 機関番号 | 内部標準物質 | 標準原液の種類 | 内部標準物質の濃度(mg/L) | 市販標準原液の値付け証明書の有無 |
|------|--------|------------|-----------------|------------------|
| 1 | ガリウム | 市販標準原液(混合) | 1000 | 有 |
| 2 | コバルト | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 3 | ガリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 4 | コバルト | 市販標準原液(単品) | 1005 | 有 |
| 6 | コバルト | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 8 | コバルト | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 9 | ガリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 10 | コバルト | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 11 | ガリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 12 | ガリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 13 | コバルト | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 14 | ガリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 15 | ガリウム | 市販標準原液(単品) | 1002 | 有 |
| 16 | ガリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 17 | コバルト | 市販標準樹液(単品) | 1000 | 有 |
| 18 | コバルト | 市販標準原液(単品) | 1003 | 有 |
| 19 | ガリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 20 | コバルト | 市販標準原液(単品) | 1003 | 有 |
| 22 | ガリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 23 | ガリウム | 市販標準原液(混合) | 100 | 無 |
| 24 | コバルト | 自家調整 | 1000 | 有 |
| 25 | ガリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 27 | ガリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 28 | イットリウム | 市販標準原液 | 1000 | 有 |
| 30 | ガリウム | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 31 | コバルト | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 32 | コバルト | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |
| 33 | コバルト | 市販標準原液(単品) | 1000 | 有 |

表 13-4 内部標準原液④ (別表第 6 ICP-MS 法)

| 機関番号 | 製品名 | メーカー名 | カタログ番号 | グレード | 期限設定 | 使用期限 |
|------|------------------------------|--------------------|-------------|---------------------------------|-----------|------------------|
| 1 | ICP 汎用混合液 ZSTC-1786 | SPEX | ZSTC-1786 | ILAC MRA (水質分析用内部標準液) | メーカー使用期限 | 2022 年 5 月 |
| 2 | コバルト標準液(Co 1000) | 富士フイルム 和光純薬 | 033-16181 | 金属測定用 | 半年 | 2021 年 12 月 31 日 |
| 3 | ガリウム標準液(Ga1000) | 富士フイルム 和光純薬 | 070-05781 | JCSS 金属測定用 | メーカー使用期限 | 2023 年 1 月 |
| 4 | コバルト標準液 | 関東化学 | 08040-1B | 原子吸光分析用 | メーカー使用期限 | 2021 年 8 月末日 |
| 6 | コバルト標準液(Co 1000) | 関東化学 | 08040-1B | JCSS 化学分析用 (原子吸光分析用、ICP 分析用) | メーカー使用期限 | 2022 年 5 月 |
| 8 | コバルト標準液 (Co 1000) | 富士フイルム 和光純薬 | 033-16181 | JCSS (金属測定用) | 半年 | 2022 年 12 月 31 日 |
| 9 | ガリウム標準液(Ga 1000) | 富士フイルム 和光純薬 | 070-05781 | JCSS | メーカー使用期限 | 2023 年 1 月 31 日 |
| 10 | コバルト標準液 (Co1000) | 富士フイルム 和光純薬 | 033-16181 | — | メーカー使用期限 | 2021 年 12 月 31 日 |
| 11 | ガリウム標準液(Ga 1000) | 関東化学 | 17591-1B | JCSS 化学分析用 (原子吸光分析用、ICP 分析用) | 1 年 | 2022 年 10 月 1 日 |
| 12 | ガリウム標準液(Ga 1000) | 関東化学 | 17591-1B | 化学分析用 | メーカー使用期限 | 2022 年 6 月 30 日 |
| 13 | ICP STANDARD Co 1000µg/mL | SCP SCIENCE | 140-051-271 | — | 1 年 | 2022 年 9 月 8 日 |
| 14 | ガリウム標準液(Ga 1000) | 関東化学 | 17591-1B | JCSS 化学分析用 | メーカー使用期限 | 2023 年 7 月末 |
| 15 | ガリウム標準液 | 関東化学 | 17591-1B | 化学分析用 | メーカーの使用期限 | 2022 年 6 月末 |
| 16 | ガリウム標準液(Ga1000) | 関東化学 | 17591-1B | 化学分析用 | メーカー使用期限 | 2022 年 6 月 30 日 |
| 17 | コバルト | 関東化学 | 08040-1B | 化学分析法 | メーカー使用期限 | 2022 年 8 月末 |
| 18 | コバルト標準液 (Co 1000) | 富士フイルム 和光純薬株式会社 | 033-16181 | 試験研究用 | メーカー使用期限 | 2022 年 12 月 |
| 19 | ガリウム標準液(Ga 1000) | 関東化学 | 17591-1B | JCSS 化学分析用 (原子吸光分析用、ICP 分析用) | メーカー使用期限 | 2022/6/30 |
| 20 | コバルト標準液 | 関東化学 | 08040-1B | 化学分析用 | 半年 | 2022 年 2 月 15 日 |
| 22 | ガリウム標準液 (Ga 1000) | 富士フイルム 和光純薬 | 070-05781 | JCCS | 1 年 | 2022 年 8 月 3 日 |
| 23 | 多元素混合標準液 W-XI | 富士フイルム 和光純薬 | 131-16211 | ICP-MS 分析用 | メーカー使用期限 | 2022 年 6 月 |
| 24 | コバルト標準液 (Co 1000) | 富士フイルム 和光純薬 | 033-16181 | — | 用事調整 | 1 ヶ月 |
| 25 | Ga1000 | 関東化学 | 17591-1B | 原子吸光分析用 | 半年 | 2022 年 9 月 29 日 |
| 27 | ガリウム標準液 (Ga 1000) | 富士フイルム 和光純薬 | 070-05781 | JCCS | 1 年 | 2022 年 6 月 9 日 |
| 28 | イットリウム標準液(Y1000) | 富士フイルム 和光純薬 | 258-00661 | 原子吸光分析用 | 1 年 | 2022 年 1 月 4 日 |
| 30 | 1000µg/mL Gallium | SPEX CertiPrep | PLGA2-2Y | NIST | メーカー使用期限 | 2022 年 6 月 30 日 |
| 31 | コバルト標準液 | SPEX | PLCO2-2M | A2LA 認定 | メーカー使用期限 | 2022 年 3 月 31 日 |
| 32 | コバルト標準液(Co 1000) | 関東化学 | 08040-1B | 化学分析用 | メーカー使用期限 | 2022 年 5 月 31 日 |
| 33 | コバルト標準液(Co 1000) | 関東化学 | 08040-1B | JCSS 化学分析用 | 1 年 | 2022 年 5 月末 |

表 14-1 内部標準液 (別表第 5 ICP-発光法)

| 機関番号 | (再掲) 内部標準物質 | 内部標準物質の濃度(mg/L) | 期限設定 | 調製年月日 |
|------|----------------|-----------------|------|-----------------|
| 5 | イットリウム | 50 | 用時調製 | 2021 年 9 月 29 日 |
| 21 | イットリウム | 50 | 半年 | 2021 年 6 月 16 日 |
| 29 | イットリウム | 50 | 用時調製 | 2021 年 9 月 28 日 |
| 35 | イットリウム | 5 | 用時調製 | 2021 年 10 月 6 日 |

表 14-2 内部標準液（別表第 6 ICP-MS 法）

| 機関番号 | (再掲) 内部標準物質 | 内部標準物質の濃度(mg/L) | 期限設定 | 調製年月日 |
|------|----------------|-----------------|--------|-------------|
| 1 | ガリウム | 10 | 用時調製 | 2021年9月29日 |
| 2 | コバルト | 0.05 | 半年 | 2021年9月10日 |
| 3 | ガリウム | 0.05 | 2週間 | 2021年9月28日 |
| 4 | コバルト | 1 | 半年 | 2021年8月27日 |
| 6 | コバルト | 0.5 | 用時調製 | 2021年9月29日 |
| 8 | コバルト | 10 | 1ヵ月 | 2021年9月29日 |
| 9 | ガリウム | 0.5 | 用時調製 | 2021年10月5日 |
| 10 | コバルト | 0.01 | 用時調製 | 2021年9月30日 |
| 11 | ガリウム | 0.1 | 用時調製 | 2021年10月7日 |
| 12 | ガリウム | 0.2 | 用時調製 | 2021年9月30日 |
| 13 | コバルト | 0.05 | 用時調製 | 2021年9月29日 |
| 14 | ガリウム | 0.2 | 用時調製 | 2021年10月6日 |
| 15 | ガリウム | 0.5 | 用事調製 | 2021年9月29日 |
| 16 | ガリウム | 1 | 用時調製 | 2021年10月11日 |
| 17 | コバルト | 5 | 用事調整 | 2021年10月14日 |
| 18 | コバルト | 1 | 用時調製 | 2021年9月15日 |
| 19 | ガリウム | 0.5 | 要時調製 | 2021年10月11日 |
| 20 | コバルト | 1 | 1ヵ月 | 2021年10月4日 |
| 22 | ガリウム | 10 | 1月 | 2021年9月30日 |
| 23 | ガリウム | 0.1 | 用時調製 | 2021年10月7日 |
| 24 | コバルト | 0.05 | 用事調整 | 2021年10月6日 |
| 25 | ガリウム | 0.1 | 半年 | 2021年9月30日 |
| 27 | ガリウム | 1 | 調製後1ヶ月 | 2021年9月27日 |
| 28 | イットリウム | 0.05 | 用時調整 | 2021年10月12日 |
| 30 | ガリウム | 0.5 | 用時調整 | 2021年9月29日 |
| 31 | コバルト | 0.05 | 用時調製 | 2021年10月6日 |
| 32 | コバルト | 25 | 1ヶ月以内 | 2021年9月29日 |
| 33 | コバルト | 0.5 | 1ヶ月 | 2021年9月27日 |

表 15-1 前処理、使用機器及び測定条件（別表第 3 フレームレス原子吸光法）

| 機関番号 | 前処理 | | | | | 使用機器 | | 測定条件 |
|------|----------------|----------------|--------------|-------------|------------------|--------------|---------|-----------|
| | 試料の分取量 (mL) | 試料の加熱 処理の有無 | 試料の希釈 の有無 | 希釈倍率 (倍) | 希釈試料の加熱 処理の有無 | メーカー名 | 型式 | 測定 質量数 |
| 7 | 10 | 有 | 無 | — | — | 日立ハイテックサイエンス | Z-2010 | 279.5 |
| 34 | 50 | 有 | 無 | — | — | 島津製作所 | AA-6800 | 279.5 |
| 36 | 100 | 有 | 無 | — | — | 日立ハイテックサイエンス | ZA3700 | 279.5 |

表 15-2 前処理、使用機器及び測定条件（別表第 4 フレーム原子吸光法）

| 機関番号 | 前処理 | | | | | 使用機器 | | 測定条件 |
|------|----------------|----------------|--------------|-------------|------------------|-----------|------------|-----------|
| | 試料の分取量 (mL) | 試料の加熱 処理の有無 | 試料の希釈 の有無 | 希釈倍率 (倍) | 希釈試料の加熱 処理の有無 | メーカー名 | 型式 | 測定 質量数 |
| 26 | 100 | 有 | 無 | — | — | アナリティクイエナ | ContrAA700 | 279.5 |

表 15-3 前処理、使用機器及び測定条件（別表第 5 ICP-発光法）

| 機関番号 | 前処理 | | | | | 使用機器 | | 測定条件 |
|------|----------------|----------------|--------------|-------------|------------------|-------------------------|--------------------------|-----------|
| | 試料の分取量 (mL) | 試料の加熱 処理の有無 | 試料の希釈 の有無 | 希釈倍率 (倍) | 希釈試料の加熱 処理の有無 | メーカー名 | 型式 | 測定 質量数 |
| 5 | 50 | 有 | 無 | — | — | サーモフィッシャーサイ エンティフィック | iCAP7000 Duo Full MFC | 257.610 |
| 21 | 100 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 5100 ICP-OES | 257.610 |
| 29 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 5100 ICP-OES | 257.610 |
| 35 | 50 | 有 | 無 | — | — | SII | SPS6100 | 257.610 |

表 15-4 前処理、使用機器及び測定条件 (別表第 6 ICP-MS 法)

| 機関 番号 | 前処理 | | | | | 使用機器 | | 測定 条件 |
|----------|----------------|----------------|--------------|-------------|------------------|-------------------------|------------------------|----------|
| | 試料の分取量 (mL) | 試料の加熱 処理の有無 | 試料の希釈 の有無 | 希釈倍率 (倍) | 希釈試料の加熱 処理の有無 | メーカー名 | 型式 | |
| 1 | 50 | 有 | 有 | 2 | 希釈後に加熱 | パーキンエルマー | NexION350 XX | 55 |
| 2 | 50 | 有 | 無 | — | — | サーモフィッシャー サイエンティフィック | iCAP-RQ | 55 |
| 3 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレント・テクノロ ジー | Agilent7700 x | 55 |
| 4 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7850 | 55 |
| 6 | 100 | 有 | 無 | — | — | パーキンエルマージャバ ン | NexION 350XX | 55 |
| 8 | 50 | 有 | 無 | — | — | Perkin Elmer | ELAN DRC II | 55 |
| 9 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7800 ICP-MS | 55 |
| 10 | 100 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7800 ICP-MS | 55 |
| 11 | 20 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7700 ICP-MS | 55 |
| 12 | 100 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7700x ICP-MS | 55 |
| 13 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7800 ICP-MS | 55 |
| 14 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7850 ICP-MS | 55 |
| 15 | 100 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | Agilent7700x (ORS) | 55 |
| 16 | 15 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7900 ICP MS | 55 |
| 17 | 100 | 有 | 有 | 2 | 希釈後に加熱 | アジレントテクノロジー | 7800 ICP-MS | 55 |
| 18 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7700 series ICP- MS | 55 |
| 19 | 20 | 有 | 有 | 2.5 | 希釈後に加熱 | アジレントテクノロジー | ICP-MS 7500ce | 55 |
| 20 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレント・テクノロ ジー | 7800 | 55 |
| 22 | 100 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7700x ICP-MS | 55 |
| 23 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7800 ICP-MS | 55 |
| 24 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7700x ICP-MS | 55 |
| 25 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7900 ICP-MS | 55 |
| 27 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | ICP-MS 7700x | 55 |
| 28 | 10 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7700x | 55 |
| 30 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7800 ICP-MS | 55 |
| 31 | 50 | 有 | 無 | — | — | パーキンエルマー | NexION 2000B | 55 |
| 32 | 50 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | 7900 ICP-MS | 55 |
| 33 | 100 | 有 | 無 | — | — | アジレントテクノロジー | Agilent 7500cx | 55 |

表 16-1 日常点検・定期点検（別表第 3 フレームレス原子吸光法）

| 機関 番号 | 使用機器 | | 使用器具 | | | | | | 精製水製造装置 | | |
|----------|---------------------------------------|-------------|-------------|-----------|------|----------------|------|--------------|---------------------|----------------|-------------|
| | 試験日から直近 1 か月以内の消耗 品・部品交換の 有無 | 定期点検 の頻度 | マイクロピペットの校正 | | | 器具類の硝酸浸漬容器での洗浄 | | | 比抵抗値 (MΩ・ cm) | TOC 値 (ppb) | 定期点検 の頻度 |
| | | | 有無 | 頻度 | 方法 | 有無 | 硝酸濃度 | 交換頻度 | | | |
| 7 | 有 | 1回/年 | 有 | 使用の都 度 | 自主点検 | 無 | — | — | 18.2 | 2 | 1回/年 |
| 34 | 有 | 自主点検 のみ | 無 | — | — | 有 | 1% | 1回/1年 | 18.2 | < 1 | 自主点検 |
| 36 | 有 | 1回/年 | 無 | — | — | 有 | 5% | 約 1回 /2ヶ月 | 18.2 | 1 | 無 |

表 16-2 日常点検・定期点検（別表第 4 フレーム原子吸光法）

| 機関 番号 | 使用機器 | | 使用器具 | | | | | | 精製水製造装置 | | |
|----------|---------------------------------------|-------------|-------------|----|------|----------------|------|------|---------------------|----------------|-------------|
| | 試験日から直近 1 か月以内の消耗 品・部品交換の 有無 | 定期点検 の頻度 | マイクロピペットの校正 | | | 器具類の硝酸浸漬容器での洗浄 | | | 比抵抗値 (MΩ・ cm) | TOC 値 (ppb) | 定期点検 の頻度 |
| | | | 有無 | 頻度 | 方法 | 有無 | 硝酸濃度 | 交換頻度 | | | |
| 26 | 有 | 1回/半年 | 有 | 有 | 業者委託 | 有 | 20% | 1回/年 | 18.2 | — | 1回/2年 |

表 16-3 日常点検・定期点検（別表第 5 ICP-発光法）

| 機関 番号 | 使用機器 | | 使用器具 | | | | | | 精製水製造装置 | | |
|----------|---------------------------------------|-------------|-------------|------|------|----------------|------|---|---------------------|----------------|--|
| | 試験日から直近 1 か月以内の消耗 品・部品交換の 有無 | 定期点検 の頻度 | マイクロピペットの校正 | | | 器具類の硝酸浸漬容器での洗浄 | | | 比抵抗値 (MΩ・ cm) | TOC 値 (ppb) | 定期点検 の頻度 |
| | | | 有無 | 頻度 | 方法 | 有無 | 硝酸濃度 | 交換頻度 | | | |
| 5 | 無 | 2回/年 | 無 | — | — | 有 | 1% | 1回/半年 | 18.2 | 3 | メーカー による定 期点検は 行ってい ないが、 取扱説明 書に従い メーカー の推奨す る期間で 消耗品を 交換して います。 |
| 21 | 無 | 1回/年 | 無 | — | — | 有 | 5% | オートサ ンプラに セットす る試料 管は半年 、試料管 以外は 分析の 都度交 換 | 18.2 | 3 | — |
| 29 | 有 | 1回/年 | 無 | — | — | 有 | 1% | 1回/年 | 18.2 | <1 | — |
| 35 | 有 | 2回/年 | 有 | 1回/年 | 自主点検 | 有 | 1% | 1回/半年 | 14.9 | <100 | 2回/年 |

表 16-4 日常点検・定期点検（別表第 6 ICP-MS 法）

| 機関 番号 | 使用機器 | | 使用器具 | | | | | | 精製水製造装置 | | |
|----------|---------------------------------------|-----------------------------|-----------------|-------------|-------------|----------------|----------------|------------|---------------------|----------------|--|
| | 試験日から直近 1 か月以内の消耗 品・部品交換の 有無 | 定期点検 の頻度 | マイクロピペットの校正 | | | 器具類の硝酸浸漬容器での洗浄 | | | 比抵抗値 (MΩ・ cm) | TOC 値 (ppb) | 定期点検 の頻度 |
| | | | 有無 | 頻度 | 方法 | 有無 | 硝酸濃度 | 交換頻度 | | | |
| 1 | 有 | 1回/年 | 有 | 1回/年 | 業者委託 | 有 | 1% | 1回/月 | 18.2 | 3 | 1回/年 |
| 2 | 無 | 1回/半年 | 有 | 1回/半年 | 自主点検 | 有 | 3% | 1回/半年 | 18.2 | ≤1 | 1回/半年 |
| 3 | 無 | 1回/年 | 有 | 4回/年 | 自主点検 | 有 | 10% | 4回/年 | 18.2 | 2 | 4回/年 |
| 4 | 有 | 2回/年 | 有 | 1回/年 | 自主点検 | 有 | 1% | 1回/年 | 18.2 | 4 | 1回/年 |
| 6 | 無 | 2回/年 | 有 | 1回/年 | 業者委託 | 有 | 1% | 1回/半年 | 18.2 | 5 | なし |
| 8 | 無 | 1回/年 | 有 | 1回/年 | 自主点検 | 有 | 1% | 1回/年 | 18.2 | <3 | 1回/年 |
| 9 | 無 | 2回/年 | 無 | ※1 | ※1 | 有 | 9% | 1回/年 | 18.2 | 3 | 1回/年 |
| 10 | 有 | 1回/年 | 有 | 使用の都 度 | 自主点検 | 有 | 3% | 1回/半年 | 15 | — | 1回/年 |
| 11 | 有 | 日常点検 のみ | 有 | 1回/年 | 自主点検 | 無 | — | — | 18.2 | 3 | 日常点検 のみ |
| 12 | 有 | 1回/年 | 有 | 1回/月 | 自主点検 | 有 | 5% | 1回/月 | 18.2 | 3 | 1回/年 |
| 13 | 無 | 1回/年 | 有 | 1回/年 | 業者委託 | 有 | 約 1% | 1回/年 | 18.2 | 2 | 装置のメン テナンス メッセージ に従いフィル ター等を 自己交換し ている |
| 14 | 無 | 2回/年 | 有 | 1回/月 | 自主点検 | 有 | 1% | 1回/月 | 18.2 | 6 | 2回/年 |
| 15 | 無 | 1回/年 | 使用 してい ない | 使用して いない | 使用して いない | 有 | 5% | 1回/3月 | 18.6 | 3 | 1回/年 |
| 16 | 有 | 1回/3年 | 無 | — | — | 有 | 1% | 不定期 | 18.2 | — | — |
| 17 | 有 | 自社 2回 /年 メーカー 1回/年 | 有 | 2回/年 | 自主点検 | 有 | 1% | 1回/半年 | 18.2 | <1 | 1 |
| 18 | 有 | 1回/年 | 無 | — | — | 有 | 1% | 1回/半年 | 15 | <1 | 1回/年 |
| 19 | 無 | 1回/2年 | 有 | 1回/年 | 業者委託 | 有 | 3N (3mol/L) | 1回/半年 | 18 | <1 | 1回/2年 |
| 20 | 無 | 1回/年 | 有 | 1回/月 | 自主点検 | 有 | 10% | 1回/年 | 18.2 | <2 | 1回/年 |
| 22 | 有 | 1回/年 | 有 | 1回/年 | 業者委託 | 有 | 6% | 1回/年 | 18.2 | 3.4 | 1回/年 |
| 23 | 有 | 1回/年 | 有 | 1回/年 | 自主点検 | 有 | 5% | 1回/月 | 18.2 | 4 | 1回/2年 |
| 24 | 無 | 1回/年 | 有 | 3ヶ月に 1回 | 自主点検 | — | — | — | 18.2 | <1 | 1回/年 |
| 25 | 有 | 1回/年 | 有 | 1回/年 | 自主点検 | 有 | 10%未満 | 1回/半年 | ※2 | — | 無 |
| 27 | 有 | 2回/年 | 有 | 2回/年 | 自主点検 | 有 | 9% | 定め無 | 18.2 | 4 | 1回/年 |
| 28 | 有 | 1回/年 | 有 | 1回/年 | 自主点検 | 有 | 1% | 1回/年 | 18.2 | — | 1回/年 |
| 30 | 有 | 1回/年 | 有 | 使用の都 度 | 自主点検 | 有 | 10% | 1回/2ヶ 月 | 18.2 | <50 | 2回/年 |
| 31 | 有 | 1回/年 | 有 | 1回/月 | 自主点検 | 無 | — | — | 18.7 | 3 | 1回/年 |
| 32 | 有 | 1回/年 | 有 | 1回/年 | 業者委託 | 有 | 1% | 1回/年 | 18.2 | 2.7 | 1回/年 |
| 33 | 無 | 1回/年 | 有 | 1回/年 | 自主点検 | 有 | 5% | 1回/半年 | 18.2 | 2 | 1回/年 |

※1：以下、備考欄から転載。「マイクロピペットの校正は行っていないが、2回/年で容量の確認を行い異常のある場合は新しく購入。」

※2：以下、備考欄から転載。「精製水製造装置に表示が比抵抗値ではなく電気伝導率 (0.06μS/cm) でした。」

表 17-1 その他（別表第 3 フレームレス原子吸光法）

| 機関 番号 | SOP 規定の一斉分析項目 | 令和 2 年度の 検査実績(件) | 水道水以外の 検査の有無 |
|----------|--------------------|---------------------|-----------------|
| 7 | 原子吸光分析では、一斉分析は行わない | 13 | 有 |
| 34 | 鉄 | 51 | 有 |
| 36 | 鉄 | 0 | 有 |

表 17-2 その他（別表第 4 フレーム原子吸光法）

| 機関 番号 | SOP 規定の一斉分析項目 | 令和 2 年度の 検査実績(件) | 水道水以外の 検査の有無 |
|----------|-----------------|---------------------|-----------------|
| 26 | 亜鉛、銅、ナトリウム、マンガン | 13 | 無 |

表 17-3 その他 (別表第 5 ICP-発光法)

| 機関番号 | SOP 規定の一斉分析項目 | 令和 2 年度の検査実績(件) | 水道水以外の検査の有無 |
|------|---------------|-----------------|-------------|
| 5 | 鉄 | 102 | 有 |
| 21 | 鉄 | 12 | 無 |
| 29 | 鉄 | 48 | 河川水 |
| 35 | アルミニウム、銅、鉄、亜鉛 | 420 | 有 |

表 17-4 その他 (別表第 6 ICP-MS 法)

| 機関番号 | SOP 規定の一斉分析項目 | 令和 2 年度の検査実績(件) | 水道水以外の検査の有無 |
|------|--|-----------------|-------------|
| 1 | 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、アンチモン、ウラン、ニッケル、モリブデン | 41 | 有 |
| 2 | 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、ニッケル、アンチモン、ウラン、マンガン | 4017 | 有 |
| 3 | ホウ素、ナトリウム、アルミニウム、カルシウム、マグネシウム、六価クロム、鉄、銅、亜鉛、セレン、ヒ素、カドミウム、鉛 | 8 | 有 |
| 4 | カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅 | 50 | 有 |
| 6 | カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、アンチモン、ウラン、ニッケル | 305 | 有 |
| 8 | 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、銅 | 38 | 有 |
| 9 | 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、マンガン | 221 | 有 |
| 10 | カドミウム、鉛、ヒ素、セレン、鉄、亜鉛、銅、六価クロム、マンガン、ホウ素、アルミニウム | 100 | 有 |
| 11 | 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 | 412 | 有 |
| 12 | 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 | 5562 | 有 |
| 13 | 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、マンガン、アンチモン、ウラン、ニッケル | 76 | 有 |
| 14 | カドミウム、マンガン、セレン、鉛、砒素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅 | 146 | 有 |
| 15 | ホウ素、アルミニウム、六価クロム、マンガン、鉄、ニッケル、銅、亜鉛、ヒ素、セレン、モリブデン、カドミウム、アンチモン、鉛、ウラン | 175 | 有 |
| 16 | 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、マグネシウム、ニッケル、アンチモン、ウラン | 107 | 有 |
| 17 | 1回/年 | 25 | 有 |
| 18 | B,Na,Mg,Al,K,Ca,Cr,Fe,Ni,Cu,Zn,As,Cd,Pb,Se | 150 | 有 |
| 19 | カドミウム、セレン、鉛、砒素、六価クロム、ホウ素、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム、カルシウム、マグネシウム、ウラン | 91 | 有 |
| 20 | 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、カルシウム、マグネシウム | 4 | 有 |
| 22 | 分析の頻度や標準液の濃度などから、通常は以下の 3 つのグループで一斉分析をしている。 1. カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、亜鉛、鉄、銅、マンガン。 2. ホウ素、アルミニウム。 3. ナトリウム、カルシウム、マグネシウム | 430 | 有 |
| 23 | 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 | 5417 | 有 |
| 24 | 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、カルシウム、マグネシウム | 168 | 無 |
| 25 | ホウ素、アルミニウム、六価クロム、鉄、銅、亜鉛、ヒ素、セレン、カドミウム、鉛 | 1600 | 有 |
| 27 | 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、カルシウム、マグネシウム | 1750 | 有 |
| 28 | アルミニウム、六価クロム、鉄、銅、亜鉛、ヒ素、セレン、カドミウム、鉛 | 20 | 有 |
| 30 | Cd,Cr6+,Se,As,Pb,Zn,B,Al,Cu,Fe,Mn,Sb,U,Ni,Mo,Bi,Ba,Ag,Na,Ca,Mg,カルシウム・マグネシウム等(硬度),K | 1908 | 有 |
| 31 | 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、アンチモン、ウラン、ニッケル、モリブデン | 679 | 有 |
| 32 | 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、カルシウム、マグネシウム | 590 | 有 |
| 33 | 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、銅 | 100 | 有 |

表 18 棄却された機関のアンケート結果

| 機関 番号 | データが逸脱した原因として想定される事項 | 対応策・検討した事項（予定含む）等 |
|----------|---|--|
| 36 | <p>【前処理関係】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・前処理の加熱温度が高すぎて逸失した可能性 ・前処理後の洗いこみ不足により器具に残った可能性 ・前処理時にガラス器具に吸着した可能性 ・当场でも硝酸を添加したため、硝酸添加量が多すぎて測定結果に影響を及ぼした可能性 <p>【原子吸光機器関係】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・機器・分析条件により真度が確保できていない可能性 | <p>【前処理関係】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・上記事項（加熱温度、洗い込み、器具選定、硝酸添加量）の確認及び検討 ・試料濃縮の必要性の検討 <p>【原子吸光機器関係】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・繰返し測定での真度・精度確認 ・キュベット種類（パイロ化チューブ）等 分析条件の検討 ・機器不具合の有無の確認 |

Ⅲ 水質検査精度管理（ジクロロ酢酸）

1 実施の概要

(1) 実施項目

ジクロロ酢酸

(2) 検査方法

ジクロロ酢酸は「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17「溶媒抽出－誘導体化－ガスクロマトグラフ－質量分析計による一斉分析法」（以下「GCMS法」という。）または別表第17の2「液体クロマトグラフ－質量分析計による一斉分析法」（以下「LCMS法」という。）で試験するよう規定されている。

(3) 参加機関

参加機関は29機関であり、その内訳は水道事業者等及び地方公共団体が6機関、登録水質検査機関が23機関であった。

(4) 配付試料

水質基準値30 µg/Lの40%程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13 µg/Lに設定した。

なお、測定対象項目のジクロロ酢酸以外にクロロ酢酸を5 µg/Lとなるように添加した。

令和3年9月27日に配付試料調製後、分注・梱包し発送まで冷蔵室（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

- ・「ジクロロ酢酸標準原液 水質試験用」1 mg/mL
（関東化学株式会社製 Lot No. 101K1882 保証期限 2022年1月末）
- ・「クロロ酢酸標準原液 水質試験用」：1 mg/mL
（関東化学株式会社製 Lot No. 102K1265 保証期限 2022年2月末）
- ・「メタノール LC/MS用」
（富士フイルム和光純薬株式会社製 Lot No. ESF2293）

イ 試料調製用水

千葉県衛生研究所（以下「当所」という。）で製造した超純水を使用した。

（超純水製造装置：メルク社製 Milli-Q Integral® 5）

ウ 配付試料の調製

ジクロロ酢酸標準原液1 mLをメタノールで100 mLに定容し、ジクロロ酢酸中間標準液（10mg/L）を調製した。次に、クロロ酢酸標準原液1 mLをメタノールで50 mLに定

容シクロロ酢酸中間標準液（20mg/L）を調製した。5L メスフラスコにジクロロ酢酸中間標準液 39 mL、クロロ酢酸中間標準液 7.5 mL を超純水で 5 L に定容し、ハロ酢酸 2 種混合標準液を調製した。

36 L ステンレス製タンクに超純水を 25 L 採取し、これにハロ酢酸 2 種混合標準液 5 L を加え、マグネチックスターラーで十分に攪拌し、計 30 L の配付試料を調製した。

エ 配付試料の梱包及び配付方法

「100 mL 褐色ガラス瓶」70 本に試料を約 110 mL ずつ分注し、蓋を閉めた後パラフィルムで固定し、これをファスナー付きビニール袋（ラミジップスタンドタイプ）に封入した。これを紙製箱に入れ、ガムテープで封をし、冷蔵室（4℃）で保存した。調製日の午後、配送業者に 28 機関分の冷蔵配送を依頼した。1 機関に対しては、調製日翌日に当所にて直接配付した。

オ 配付試料の容器間の均一性及び保存期間中の経時変化の確認

配付試料の容器間の均一性を確認するために、調製した配付試料 70 本から無作為に 5 本の試料を抜き取り、調製日当日（0 日目）に LCMS 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、調製した試料を実施要領に基づいて保存し、試料調製後 2 日目、4 日目及び 7 日目に各日 5 本ずつ測定した。告示法で示されている試験実施期限の「72 時間目」に該当する 5 日目は測定していないが、5 日目を超える 7 日目を測定し、経時変化を確認した。これらの結果を表 1 に示した。

なお、試料調製後 2 日目は、実施要領において参加機関に示した「外部精度管理開始日時」に該当する。ジクロロ酢酸の全測定濃度の平均値は 12.995 µg/L であり、変動係数は 2.45 %であった。

以上の結果より、配付した試料は、容器間の均一性が確認され、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 ^{注)} (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 | 13.36 | 13.42 | 13.32 | 13.56 | 13.06 | 13.344 | 0.1830 | 1.37 |
| 2 日目 | 12.70 | 12.89 | 12.89 | 12.96 | 12.49 | 12.786 | 0.1917 | 1.50 |
| 4 日目 | 12.86 | 12.81 | 13.67 | 12.73 | 13.06 | 13.026 | 0.3800 | 2.92 |
| 7 日目 | 12.71 | 12.94 | 12.75 | 12.70 | 13.01 | 12.822 | 0.1431 | 1.12 |
| 平均 (n=20) | | | | | | 12.995 | 0.3181 | 2.45 |

注) 測定値の数値の丸め方は JIS Z 8401 による。

(参考) 当所における測定条件等

<装置等>

すべて日本ウォーターズ (株)製を使用

| | |
|-----------------|--|
| 液体クロマトグラフ-質量分析計 | ACQUITY UPLC H-Class/MS |
| 分離カラム | ACQUITY UPLC HSS T3 1.8 μ m (3.0 \times 100 mm) |

<測定条件等>

| 一斉分析項目 | | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
|----------------------|------------------|---|
| 検量線 | 点数 | 4 |
| | 設定濃度(μ g/L) | 2,5,10,30 |
| | フィッティング方法 | 直線 |
| 確認用試料 | 設定濃度(μ g/L) | 5 |
| 液体クロマトグラフ-質量分析計の測定条件 | カラム温度 | 40 $^{\circ}$ C |
| | 試料注入量 | 20 μ L |
| | 移動相 | A 液 : 0.2 v/v % ぎ酸水溶液 B 液:メタノール |
| | 流速 | 0.14 mL/min(13.7-17.0min は 0.8 mL/min) |
| | 送液条件 (A : B) | 95:5(0min) \rightarrow 15:85(0-13.6min) \rightarrow 0:100 (13.7-15.0min) \rightarrow 95:5(15.0-20.0min) |
| | イオンモード | ESI ネガティブ |
| | モニターイオン(m/z) | 82.9 |

(5) 実施期間

ア 試料発送年月日 令和3年9月27日 (月)

イ 報告書等の提出期限

電子ファイル及び書類 (紙) とともに令和3年10月20日 (水) を必着とした。

(6) 実施方法

参加機関は、実施要領及び各機関の検査実施標準作業書 (以下「SOP」という。) に従い、前処理以降の操作を1測定実施し、その結果を含めた試験結果報告書及び関係書類を当所に提出することとした。なお、クロロ酢酸の試験結果については評価せず参考とした。ジクロロ酢酸の報告値については統計処理の都合上、有効数字を4桁 (μ g/L) とした。

(7) 評価基準

Grubbs の棄却検定を行い、測定値が5%棄却限界値を超える機関を除外する。その後、Zスコア及び誤差率を算出し、「Zスコアの絶対値が3以上かつ誤差率が \pm 20%を超えた場合」に該当する機関は精度が良好でないと評価する。

2 実施結果及び評価

(1) 報告データ数

参加機関数は 29 であった。除去された機関はなかったため、データ数は 29 であった。

(2) 実施結果

全 29 機関の報告値について、危険率 5 %で Grubbs の棄却検定をおこなったところ、1 機関が棄却された(機関番号 29)。棄却された機関を除いた 28 機関の報告値を昇順に並べ No.1 から 28 まで付番した。以降、当該番号を機関番号としてデータを集計した。参加機関からの報告値の集計結果を表 2 に示した。

表 2 参加機関からの報告値の集計結果

| 機関番号 | 分析方法 | 報告値 (µg/L) | Z スコア | 誤差率 (%) | 機関番号 | 分析方法 | 報告値 (µg/L) | Z スコア | 誤差率 (%) |
|------|------|------------|-------|---------|------|------|------------|-------|---------|
| 1 | GCMS | 11.72 | -1.0 | -5.7 | 15 | LCMS | 12.43 | 0.0 | 0.0 |
| 2 | LCMS | 11.80 | -0.9 | -5.1 | 16 | LCMS | 12.49 | 0.1 | 0.5 |
| 3 | GCMS | 11.93 | -0.7 | -4.0 | 17 | GCMS | 12.51 | 0.1 | 0.6 |
| 4 | GCMS | 12.09 | -0.5 | -2.7 | 18 | GCMS | 12.58 | 0.2 | 1.2 |
| 5 | GCMS | 12.11 | -0.5 | -2.6 | 19 | GCMS | 12.79 | 0.5 | 2.9 |
| 6 | GCMS | 12.23 | -0.3 | -1.6 | 20 | GCMS | 12.79 | 0.5 | 2.9 |
| 7 | GCMS | 12.26 | -0.2 | -1.4 | 21 | GCMS | 13.18 | 1.1 | 6.0 |
| 8 | GCMS | 12.27 | -0.2 | -1.3 | 22 | LCMS | 13.21 | 1.1 | 6.3 |
| 9 | GCMS | 12.29 | -0.2 | -1.1 | 23 | LCMS | 13.24 | 1.2 | 6.5 |
| 10 | GCMS | 12.31 | -0.2 | -1.0 | 24 | LCMS | 13.26 | 1.2 | 6.7 |
| 11 | GCMS | 12.32 | -0.2 | -0.9 | 25 | LCMS | 13.36 | 1.4 | 7.5 |
| 12 | LCMS | 12.35 | -0.1 | -0.6 | 26 | LCMS | 13.38 | 1.4 | 7.6 |
| 13 | GCMS | 12.40 | 0.0 | -0.2 | 27 | LCMS | 13.43 | 1.5 | 8.0 |
| 14 | GCMS | 12.43 | 0.0 | 0.0 | 28 | LCMS | 13.57 | 1.7 | 9.2 |

棄却された機関

| 機関番号 | 分析方法 | 報告値 (µg/L) |
|------|------|------------|
| 29 | LCMS | 14.46 |

- ・機関番号は、配付試料の測定値を、小から大に並び替えたデータ集計用の番号である。
- ・Z スコアは中央値から計算した。
- ・誤差率は各機関の測定結果から中央値を差し引いて百分率を計算した。

(3) 基本統計量及びヒストグラム

棄却後の 28 データの基本統計量を表 3、各機関における報告値のヒストグラムを図 1 に示した。

表 3 基本統計量

| | |
|----------------|-------|
| データ数 | 28 |
| 最大値 (µg/L) | 13.57 |
| 第 3 四分位 (µg/L) | 13.19 |
| 中央値 (µg/L) | 12.43 |
| 第 1 四分位 (µg/L) | 12.27 |
| 最小値 (µg/L) | 11.72 |
| 標準偏差 (µg/L) | 0.52 |
| 平均値 (µg/L) | 12.60 |

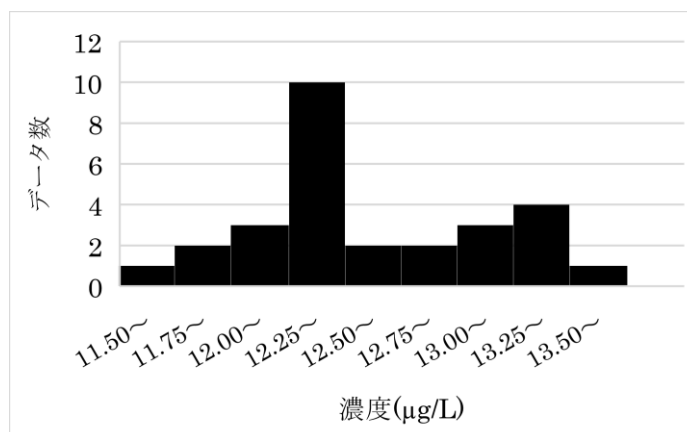


図 1 各機関における報告値のヒストグラム

(4) 評価

実施要領で定めた評価基準である「Z スコアの絶対値が 3 以上かつ誤差率が±20%を超えた機関」に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はなかった。

3 データ集計及び解析

棄却された 1 機関の報告値については統計の対象外としたが、それ以外の報告内容についてはデータ集計及び解析の対象とした。

(1) 報告書の提出期限

参加した全 29 機関が、提出期限までに電子ファイル及び書類を提出した。

(2) 試料保存温度及び試験開始日時 (表 5)

試料の保存について告示法では、「速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72 時間以内に試験する」と規定されている。全 29 機関において、試料は 3~9℃の温度で保存されていた。また、外部精度管理開始日時から 72 時間以内に試験を開始していた。

(3) 試験方法

試験方法は、GCMS 法に従い実施した機関が 17 機関、LCMS 法に従い実施した機関が 12 機関あった。それぞれの試験方法別の基本統計量を表 4 に示した。

GCMS 法に従い実施した機関の中央値は 12.31 µg/L、LCMS 法に従い実施した機関の中央値は 13.25 µg/L であった。このことから LCMS 法に従い実施した方が、測定値が大きくなる傾向にあることが推察された。

表 4 試験方法別基本統計量

GCMS 法

| | |
|----------------|-------|
| データ数 | 17 |
| 最大値 (µg/L) | 13.18 |
| 第 3 四分位 (µg/L) | 12.51 |
| 中央値 (µg/L) | 12.31 |
| 第 1 四分位 (µg/L) | 12.23 |
| 最小値 (µg/L) | 11.72 |
| 標準偏差 (µg/L) | 0.33 |
| 平均値 (µg/L) | 12.37 |

LCMS 法

| | |
|----------------|-------|
| データ数 | 12 |
| 最大値 (µg/L) | 14.46 |
| 第 3 四分位 (µg/L) | 13.39 |
| 中央値 (µg/L) | 13.25 |
| 第 1 四分位 (µg/L) | 12.48 |
| 最小値 (µg/L) | 11.80 |
| 標準偏差 (µg/L) | 0.67 |
| 平均値 (µg/L) | 13.08 |

(4) 標準原液及び標準液 (表 6,7)

告示法では、ジクロロ酢酸標準原液の濃度は 1000 mg/L と規定されているが、100 mg/L の標準原液を使用していた機関が 1 機関あった。また、市販品を使用していた機関が 28 機関、自家調製の機関が 1 機関あった。グレードは認証標準物質と報告した機関が 23 機関、水質試験用と報告した機関が 5 機関、和光一級と報告した機関（自家調製の機関）が 1 機関あった。

また、告示法では標準液の濃度は 10 mg/L、調製は使用の都度調製と規定されている。全 29 機関が 10 mg/L の標準液を調製していたが、試験開始日に調製していない機関が 1 機関（機関番号 20）あった。

(5) 調製に使用した精製水 (表 7)

精製水製造装置で製造した精製水を使用していた機関が 25 機関、市販精製水（volvic を含む）を使用していた機関が 4 機関あった。

(6) 検量線

ア 使用器具 (表 8)

検量線の作成について告示法では、ハロ酢酸混合標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採ると規定されており、全 29 機関でメスフラスコを使用していた。

メスフラスコの容量は、GCMS 法では 50 mL、LCMS 法では 10 mL と規定されている。報告書において告示法と異なる容量を報告した機関が複数みられたため、SOP を確認した。GCMS 法では全 17 機関で告示法どおりのメスフラスコを使用していたが、LCMS 法では、告示法で規定されている 10 mL 以外の 50 mL 及び 100 mL のメスフラスコを使用している機関が複数みられた。告示法と一部異なる方法で実施する場合、妥当性評価等で精度に問題がないことを確認する必要がある。

また、使用した計量器具について、マイクロピペットと報告したが SOP にはマイクロシリンジを使用すると記載されている機関及びホールピペットと報告したが SOP にはマイクロシリンジを使用すると記載されている機関等 SOP と異なる方法を報告した機関が

複数みられた。そのため、SOPを確認したところ、マイクロシリンジを使用した機関が20機関、マイクロピペットを使用した機関が3機関、ホールピペットを使用した機関が6機関であることが確認された。ホールピペットを使用した6機関（機関番号3、8、13、18、22、29）は全て標準液（10 mg/L）をさらに希釈した溶液から検量線を作成していた。

告示法では、使用する計量器具について規定はないが、マイクロシリンジは、精度が良く溶媒の揮発も少ないため一般的に使用されるが手技の差が出やすい、マイクロピペットは、操作が簡便だが、溶媒を扱う時は揮発の影響が少なくなる方法で分取する、定期的な校正が必要であるといった注意点がある。それぞれの器具の特性を理解し、適切な器具を選択し、SOPに規定した計量器具で検査することが重要である。

イ 検量点数（表8）

告示法では、いずれの試験方法においても4点以上設定することとなっており、全29機関で検量点は4点以上設定されていた。検量点の数は4点の機関が10機関、5点の機関が13機関、6点の機関が2機関、7点の機関が4機関であった。

ウ 検量点の設定濃度（表8）

告示法では、GCMS法では1~100 µg/L、LCMS法では2~200 µg/Lの濃度範囲内で調製するように規定されている。全29機関で告示法の濃度範囲で調製していたが、0を検量線の1点としていた機関が1機関（機関番号7）あった。

0を検量線の1点としたと報告した機関は、検量点数は5点と報告したが、設定濃度0、2、4、10、20、50の6点を報告したことからSOP及び生データを確認したところ、検量線の点に0は含まれていないことが確認された。

自機関で作成している検量線について、再度確認し、正しく理解することが重要である。

エ フィットング方法（表8）

直線を採用していた機関が27機関、2次曲線を採用していた機関が2機関あった。

フィットング方法について告示法での規定はないが、2次曲線を使用した場合、直線と比較し不確かさが大きくなり実際の濃度と大きく異なる可能性もあるため、検量線の濃度範囲及び測定物質の特性などを考慮し、最適なフィットング方法を選択することが重要である。

オ 定量下限値（表9）

全29機関が基準値の1/10（3 µg/L）以下で設定していた。内訳は1 µg/Lが2機関、2 µg/Lが17機関、3 µg/Lが10機関であった。

(7) 妥当性評価 (表 9)

妥当性評価について、「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(平成 29 年 10 月 18 日付け薬生水発 1018 第 1 号)(以下「妥当性評価ガイドライン」という。)において、「検量線の評価」及び「添加試料の評価」を行うことが規定されている。

検量線の評価及び添加試料の評価について、全 29 機関が実施していた。

添加試料の評価を行った水は、水道水が 20 機関、水道水及び精製水が 6 機関、精製水が 3 機関(機関番号 1、17、27)であった。添加する水は原則として検査対象物を含まない水道水とされている。検査対象物が水道水の常在成分である場合等には、定量下限値における評価は精製水又はミネラルウォーター等を用いるとされているが、この場合であっても水道水を用いて常在成分の影響が無いとみなせる濃度で妥当性を評価することが求められている。このことから精製水のみで評価をしている機関は、水道水を用いた評価を併せて実施する必要がある。

また、添加濃度について、定量下限値とした機関は 25 機関、検量線の下限(定量下限値以下)とした機関が 3 機関、0.002 µg/L と報告した機関が 1 機関あった。0.002 µg/L と報告した機関は提出された妥当性評価報告書を確認したところ、0.002 mg/L と記載されており単位間違いであると考えられた。このことから全ての機関で定量下限値以下の濃度で添加試料の評価を実施していることが確認された。

(8) オートサンプラーの使用の有無及び定期確認用試料 (表 10)

告示法では、オートサンプラーを用いて 10 以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、おおむね 10 の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に「検量線の作成」で調製した一定の濃度の試料を測定し、算定された濃度と調製濃度との差が±20%を超えないことが規定されている。

全 29 機関がオートサンプラーを使用しており、定期確認用試料の測定をしていた。また、算定された濃度と調製濃度との差は全て±20%以内であった。

確認用試料の濃度については、告示法において規定されていないため、各検査機関において濃度を規定する必要がある。一般的に高濃度試料に比べ低濃度試料の方が機器分析の測定バラツキが大きくなることから、検量線濃度の設定状況、機器の性能などを考慮し、適切な濃度の確認用試料を設定することが必要である。

(9) 空試験 (表 10)

告示法では、精製水を一定量採り、「試料と同様に試験操作を行い、その濃度が検量線の濃度範囲の下限値を下回る」と規定されている。全 29 機関が空試験を実施したと報告していたが、自機関で設定した検量線の濃度範囲の下限を超えた値を報告した機関が複数見られた。生データを確認したところ、全 29 機関で検量線の下限を下回っており、告示法どおり実施していたことが確認された。空試験を実施するにあたり自機関の検量線の下限及び定量を妨害するピークがないか再度確認することが必要である。

(10) 一斉分析項目 (表 10)

全 29 機関が一斉分析を実施しており、全ての機関でクロロ酢酸、トリクロロ酢酸を同時に測定していた。その他にブromo酢酸を測定している機関があった。

【GCMS 法】

(11) 内部標準原液及び内部標準液 (表 11、12)

内部標準原液について告示法では、濃度は 10000 mg/L と規定されているが、1 機関が 10000 mg/L、16 機関が 1000 mg/L の濃度を使用していた。自家調製の機関は 2 機関、市販品を使用していた機関は 15 機関と報告があったが、自家調製と答えた 1 機関 (機関番号 10) は、製品番号及び SOP から市販品を使用していたと考えられた。全 17 機関で使用期限内の標準原液を使用していた。

内部標準液について告示法では、調製濃度は 5 mg/L で使用の都度調製と規定されている。全 17 機関で調製濃度は 5 mg/L であったが、試験開始日に調製していない機関が 2 機関 (機関番号 17、20) あった。

(12) 前処理 (表 12、16、17)

ア pH 調整

告示法では、硫酸(1+1)を添加し pH0.5 以下に調整することと規定されている。添加した試薬について、報告のなかった機関が複数あったため SOP を確認したところ、全 17 機関が自家調製または市販品の硫酸(1+1)を使用していた。pH 値 0.5 以下を確認したと報告した機関が 12 機関、確認していないと報告した機関が 5 機関あった。硫酸(1+1)添加量は 0.8~5 mL であり、約 6 割が 2~3 mL であった。

自機関において pH 値が 0.5 以下となる最適な添加量を検討し、標準試料及び検体試料の条件を同一にすることが重要である。

イ 溶媒抽出

告示法では、tert-ブチル-メチルエーテル (以下「MTBE」という。) 4 mL を加え、2 分間振とうするように規定されており、全 17 機関において添加量は 4 mL であったが、振とう時間を 5 分と報告した機関が 1 機関 (機関番号 10) あった。SOP を確認したところ、振とう時間が 2 分であることが確認されたが、測定フローがなかったため実施日の振とう時間については不明であった。

ウ 脱水

無水硫酸ナトリウムの添加量を一定量としている 3 機関を除く 14 機関、脱水時間を一定時間としている 2 機関を除く 15 機関が、添加量及び脱水時間について不明及び決めていないと報告した。告示法での規定はないが、検査が同一条件で実施されるよう、自機関において脱水が十分できる条件を SOP に規定することが望ましい。

エ ジアゾメタン溶液（誘導体化試薬）の添加及び処理

告示法では、ジアゾメタン溶液 0.1 mL を加え、次いで 30～60 分間静置後、この溶液を 30～40℃で 30 分程度加温すると規定されており、全 17 機関で告示法のとおり行っていた。

(13) 装置（表 18）

ガスクロマトグラファー質量分析計は、島津製作所製が 10 機関、アジレントテクノロジー製が 7 機関であり、全 17 機関が四重極型を使用していた。

(14) 定量方法（表 20）

定量方法について告示法では、ピーク高さ又はピーク面積の比で濃度を算出すると規定されており、全 17 機関でピーク面積を用いて定量を行っていた。

フラグメントイオンの質量数について告示法では、ジクロロ酢酸が 83、85、1,2,3-トリクロロプロパン（内部標準物質）が 75、110 と規定されている。ジクロロ酢酸が 83、内部標準物質が 85 と報告した機関（機関番号 8）を除く 16 機関が告示法のとおりフラグメントイオンの質量数を用いて定量を行っていた。

機関番号 8 の SOP 及び生データを確認したところ、ジクロロ酢酸は 83（定量用）、85（確認用）、1,2,3-トリクロロプロパンは 75（定量用）、110（確認用）と記載されていた。自機関で実施している検査の測定条件を正しく理解することが重要である。

【LCMS 法】

(15) 試薬（表 21）

使用した試薬のメタノールのグレードについて、LCMS 用を使用した機関が 9 機関、残留農薬・PCB 測定用を使用した機関が 2 機関、高速液体クロマトグラフ用を使用した機関が 1 機関であった。SOP を確認したところ、残留農薬・PCB 測定用と報告していたが、SOP には LCMS 用を使用すると記載されていた機関が 1 機関（機関番号 2）あったが、実施日に使用した試薬については記録がないため不明であった。

検査において SOP を確認し、遵守して実施することが重要である。

(16) 前処理（表 22）

告示法では、検水を試験溶液とするが、検水中に高濃度の陰イオン類が含まれる場合には、必要に応じて検水をクリーンアップ用固相カラムに通し、これを試験溶液とすることと規定されている。クリーンアップ用前処理カートリッジ及び 0.2 μm メンブランフィルターで前処理を行っていた機関が 1 機関、0.2 μm メンブランフィルターで前処理を行っていた機関が 4 機関あった。

SOP を確認したところ、ほぼ全ての機関で高濃度の陰イオン類が含まれる場合には、クリーンアップ用固相カラムを使用することが記載されていた。今回の精度管理試料において陰イオン類は含まれていないため前処理の有無による測定値の違いは不明だが、水道水中に

高濃度の陰イオン類が含まれる場合においても正確に測定できるよう検水の前処理及び測定条件などを妥当性評価等で定期的に確認することが望ましい。

(17) 装置 (表 23)

液体クロマトグラフー質量分析計は、ともに日本ウォーターズ製が 4 機関、ともに島津製作所製が 3 機関、ともにエービー・サイエックス製が 3 機関、液体クロマトグラフが島津製作所製、質量分析計がエービー・サイエックス製の機関が 2 機関であり、全 12 機関で四重極型を使用していた。

(18) 測定条件 (表 25、26)

ア 試料注入量

試料注入量は、10 μL が 2 機関、20 μL が 3 機関、25 μL が 2 機関、30 μL が 2 機関、50 μL が 3 機関であった。

イ 移動相

全 12 機関が水及び有機溶媒の 2 液を用いたグラジエント分析を実施しており、流量は 0.2~1.0 mL/min であった。

水への添加剤は全機関がぎ酸を用いており、その濃度は 0.05~0.2 v/v % であった。有機溶媒の種類は、アセトニトリルが 3 機関、メタノールが 9 機関であり、このうち水に添加したぎ酸の濃度と同濃度のぎ酸をメタノールに添加している機関が 2 機関あった。

ウ 定量方法

定量方法について告示法では、ピーク高さ又はピーク面積で濃度を算出すると規定されており、全 12 機関でピーク面積を用いて定量を行っていた。

イオン検出方法は全 12 機関が選択反応測定 (SRM または MRM) であった。

モニターイオンの質量数について告示法では、選択反応測定の場合、ジクロロ酢酸のモニターイオンが 83、プリカーサイオンが 127 及び 173 と規定されている。モニターイオンについて、127 と報告した 2 機関 (機関番号 22、27)、127 及び 83 (82.9 を含む) と報告した 2 機関 (機関番号 16、26) を除く 8 機関が告示法どおりの質量数を報告した。プリカーサイオンについて、83 と報告した 2 機関 (機関番号 22、27) を除く 10 機関が告示法どおりの質量数を報告した。

告示法以外のモニターイオン及びプリカーサイオンを選択したと報告した機関の SOP を確認したところ、全ての機関で告示法どおりの質量数を選択していたことが確認できた。自機関で実施している検査の測定条件を正しく理解することが重要である。

4. 棄却された機関のアンケート結果（表 27）

機関番号 29 は、データが逸脱した原因と考えられる要因について想定される事項として、「LC-MS 設置メーカーの設置ミスにより、LC システムの配管ラベルが逆に取り付けられていた。」「システムとしての平衡化が不十分だった可能性がある。」ことを挙げていた。対応策として、「ポンプ A、ポンプ B の配管を入れ替え、連続測定を実施し、正常の結果が得られた。」「システムが安定するまでの時間を確認予定。」と回答があった。

装置の安定化及びクロマトグラムの確認等は分析の基本であり、異常があった場合にはすぐに気づくことができるようにチェック体制を整える必要がある。

5 LCMS 法における器具の洗浄方法

| 機関番号 | 内 容 |
|------|--|
| 2 | ガラス器具、マイクロピペットのチップ等、水道水で洗浄後、精製水ですすいで乾燥させたものを使用している。 |
| 12 | コンタミ防止のために、洗浄後にイオン交換水によるリンスを念入りに行っている。 |
| 15 | メタノール 5000(残留農薬・PCB 測定用)ですすいで使用する。 |
| 22 | ハロ酢酸の分析に使用するバイアルに関しては、不活性処理されているガラスのバイアルを使い捨てで使用しています。 |
| 26 | ホールピペットは洗剤洗浄。メスフラスコはハロ酢酸検査線用としており、使用后精製水洗浄。 |
| 27 | ガラス器具類はメタノールを使用し洗浄を行った後に試験に用いました。 |
| 28 | 洗浄が必要な器具は、洗剤を用いて十分に洗浄をしてから水洗いをし、精製水で仕上げる。メスフラスコ、ホールピペットは自然乾燥させ、ビーカー等その他のガラス器具は乾燥機(°C)で 3 時間乾燥させる。 検量線の作成に必要なメスフラスコなどは、使用前にメタノールで共洗いをする。 |
| 29 | 測定用バイアル瓶は常に新品を使用する。 検体分取用ガラス製シリンジは検体で 3 回共洗いする。 標準試料調製用ガラス製器具は、使用前に乾燥機で完全に乾燥させる。 |

6 試験上の留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等

参加機関が記載した内容を転載した。

| 機関番号 | 内 容 |
|------|--|
| 2 | 他の分析項目の器具とは混在させず、ハロ酢酸分析専用のメスフラスコを使用している。 |
| 12 | <ul style="list-style-type: none"> ・ サンプリングの際に採取容器に番号を記入し、確認しながらサンプリングを行う。 ・ 試薬の使用時に保証期限を確認し、それを超過した試薬等については、試験に用いない、また試薬容器から分取した試薬等は、再度試薬容器に戻さない。 |
| 15 | 標準液及び試料を扱う際はなるべく気泡をたてないよう静かに操作する。 測定前に MS/MS のイオン源を洗浄する。 |
| 21 | <p>検体の取り違いや試薬の二度添下などを防ぐため、常に決めた順に検体を並べ取水し、目印をつけて大量の検体を検査する際に混乱しないよう視覚的に認識できるようにしている。</p> <p>日常的に繰り返し試験を行うため、試薬の補充や作成などは週に一度確認したり、器具不足にならぬよう器具類の洗浄を行ったり、余裕を持って検査スケジュールを立てることで焦らず試験ができるよう心がけている。</p> |
| 27 | <p>試験は ISO/IEC17025 認定および水道 GLP 認定に基づいて実施しています。</p> <p>測定時、機器の感度変動を確認するため 10 試料ごとに確認用の標準測定を実施し±20%以内であることを確認しています。</p> |
| 29 | <p>汚染防止のため、標準試料と検体は同時に処理しない。</p> <p>試薬類は使用時に調整する。</p> |

7 精度管理に関する意見

今回の精度管理に関する意見を転載した。

| 機関番号 | 意 見 |
|------|---|
| 1 | 検水量が 110mL であったため、万が一分析に失敗した際にやり直しができなかった時に回答不能となってしまい、分析者への精神的な負担が大きすぎるので分析値は 1 回のみにしても検水量はもっと増やすべきだと思います。 |
| 2 | 参考測定としてのジクロロ酢酸以外の項目の Z スコア、誤差率についても問題ないか知りたいです。 |
| 21 | 日常の検査数が比較的穏やかな時期の精度管理であったので焦らず実施できた。 |
| 27 | 外部精度管理で余った分の試料を弊センター内部の教育用（複数人で測定や別の分析方法等）として技術向上に役立てたいため、試料量を増やしていただけたら幸いです。 |

8 まとめ

- (1) 今回の精度管理には、水道事業者等及び地方公共団体、登録水質検査機関から合わせて 29 機関の参加があった。報告値を用いて危険率 5%で Grubbs の棄却検定を行ったところ、1 機関棄却された。評価基準である「Z スコアの絶対値が 3 以上かつ誤差率が±20%を超えた機関」に該当する機関はなく、棄却の 1 機関を除き 28 機関において検査精度が良好と評価された。
- (2) 試験方法は、GCMS 法に従い実施した機関が 17 機関、LCMS 法に従い実施した機関が 12 機関あった。GCMS 法と LCMS 法の測定値を集計し比較した結果、LCMS 法の中央値が GCMS 法の中央値より大きい傾向にあった。
- (3) 告示法において、標準液は使用の都度調製と規定されているが、試験開始日に調製していなかった機関が 1 機関あった。
- (4) 妥当性評価ガイドラインで示されている検量線の評価及び添加試料の評価について全 29 機関が実施していたが、添加試料の評価を行う際の添加する水について、精製水のみで評価していた機関が 3 機関あった。
- (5) GCMS 法の内部標準液について告示法では、使用の都度調製と規定されているが、試験開始日に調製していなかった機関が 2 機関あった。
- (6) GCMS 法の告示法において、硫酸(1+1)を添加し pH0.5 以下に調整することと規定されているが、0.5 以下であることを確認していない機関が 5 機関あった。
- (7) 参加機関には、報告書（書類一式）を提出することとしているが、検査フロー及び試薬の記録等の提出がない機関が複数みられた。
- (8) 今回の精度管理用において、参加機関には、日常使用している SOP に従い検査を実施することとしているが、報告書への記載間違い、SOP を遵守していない機関が多く見受けられた。複数人でのチェック体制の強化が必要である。

9 資料

以下の表の作成に当たっては、参加機関から提出された報告書の内容を転載（一部抜粋）した。

表 5 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、分析開始日時

表 6 標準原液

表 7 標準液及び精製水

表 8-1 検量線（GCMS 法）

表 8-2 検量線（LCMS 法）

表 9 妥当性評価及び定量下限値

表 10 確認用試料、空試験及び一斉分析項目

【GCMS 法】

表 11 内部標準原液

表 12 内部標準液及び試薬-1

表 13 試薬-2

表 14 試薬-3

表 15 試薬-4

表 16 前処理-1

表 17 前処理-2

表 18 装置

表 19 分離カラム

表 20 測定条件

【LCMS 法】

表 21 試薬

表 22 前処理

表 23 装置

表 24 分離カラム

表 25 測定条件（液体クロマトグラフ）

表 26 測定条件（質量分析計）

表 27 棄却された機関のアンケート結果

参考データ：ジクロロ酢酸以外に検出された物質の測定値

表 5 試料到着日時、試料の保存温度、試験開始日時、試料開封日時、分析開始日時

| 機関 番号 | 試料到着日時 | 試料の保 存温度 (°C) | 試験開始日時 | 試料開封日時 | 分析開始日時 |
|----------|-------------|---------------------|-------------|-------------|-------------|
| 1 | 9月28日14時50分 | 5 | 9月29日14時30分 | 9月29日14時30分 | 9月29日18時05分 |
| 2 | 9月28日9時30分 | 4 | 9月30日10時30分 | 9月30日18時00分 | 9月30日12時00分 |
| 3 | 9月28日11時00分 | 4 | 9月30日9時00分 | 9月30日9時00分 | 9月30日9時00分 |
| 4 | 9月28日10時00分 | 5 | 9月29日8時20分 | 9月29日9時20分 | 9月29日13時10分 |
| 5 | 9月28日11時15分 | 4 | 9月30日14時30分 | 9月30日15時00分 | 9月30日19時00分 |
| 6 | 9月28日11時00分 | 4 | 9月29日10時00分 | 9月29日10時00分 | 9月29日16時00分 |
| 7 | 9月28日9時45分 | 3 | 9月30日11時10分 | 9月30日11時30分 | 9月30日13時07分 |
| 8 | 9月30日9時30分 | 4 | 10月1日8時30分 | 10月1日8時45分 | 10月2日4時47分 |
| 9 | 9月28日10時00分 | 4 | 9月29日11時26分 | 9月29日13時46分 | 9月29日17時38分 |
| 10 | 9月28日9時00分 | 5 | 9月29日9時00分 | 9月29日9時00分 | 9月29日15時00分 |
| 11 | 9月28日17時14分 | 4 | 9月29日9時20分 | 9月29日9時30分 | 9月29日19時44分 |
| 12 | 9月28日11時30分 | 4 | 9月29日12時00分 | 9月29日12時30分 | 9月29日16時00分 |
| 13 | 9月28日11時30分 | 5 | 9月29日10時00分 | 9月29日10時30分 | 9月29日15時07分 |
| 14 | 9月28日11時56分 | 4 | 10月1日14時15分 | 10月1日14時15分 | 10月1日20時00分 |
| 15 | 9月28日10時00分 | 4 | 9月29日13時00分 | 9月29日13時00分 | 9月29日16時30分 |
| 16 | 9月28日11時15分 | 5 | 9月29日9時00分 | 9月29日15時00分 | 9月30日1時26分 |
| 17 | 9月28日15時00分 | 4 | 9月30日11時00分 | 9月30日11時00分 | 9月30日20時00分 |
| 18 | 9月28日10時35分 | 4 | 9月29日9時00分 | 9月29日10時45分 | 9月29日17時14分 |
| 19 | 9月28日11時50分 | 4 | 9月29日13時00分 | 9月29日13時30分 | 9月29日16時30分 |
| 20 | 9月28日8時50分 | 4 | 9月29日9時00分 | 9月29日9時15分 | 9月29日11時44分 |
| 21 | 9月28日13時45分 | 7 | 9月29日13時40分 | 9月29日13時40分 | 9月29日21時06分 |
| 22 | 9月28日9時50分 | 5 | 9月29日13時0分 | 9月29日13時0分 | 9月29日14時0分 |
| 23 | 9月28日16時30分 | 5 | 9月29日10時50分 | 9月30日14時30分 | 9月30日15時30分 |
| 24 | 9月28日9時00分 | 4 | 9月29日9時10分 | 9月29日9時30分 | 9月29日10時30分 |
| 25 | 9月28日8時50分 | 5 | 9月29日9時30分 | 9月29日10時30分 | 9月29日11時30分 |
| 26 | 9月28日11時10分 | 4 | 9月29日9時00分 | 9月29日13時30分 | 9月29日21時24分 |
| 27 | 9月28日10時45分 | 5 | 9月29日9時00分 | 9月29日10時00分 | 9月29日14時57分 |
| 28 | 9月28日11時20分 | 6 | 9月29日10時0分 | 9月29日10時20分 | 9月29日16時56分 |
| 29 | 9月28日15時00分 | 9 | 9月29日9時00分 | 9月29日14時30分 | 9月29日15時00分 |

表6 標準原液

| 機関番号 | 種類 | 濃度 (mg/L) | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 | グレード | 使用期限 |
|------|------|-----------|------------------------------------|----------------|------------|------------|------------|
| 1 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | RESTEK | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2023年3月31日 |
| 2 | 自家調製 | 1000 | ジクロロ酢酸 | 富士フィルム和光純薬 | 040-16653 | 和光一級 | 2022年6月21日 |
| 3 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | GLサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2022年4月末 |
| 4 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | 関東化学 | 18150-97 | 水質試験用 | 2023年3月 |
| 5 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | GLサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2022年4月30日 |
| 6 | 市販品 | 1000 | 3種クロロ酢酸混合標準液 | 富士フィルム和光純薬 | 035-19321 | 水質試験用 | 2023年6月 |
| 7 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準原液 | GLサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2022年4月30日 |
| 8 | 市販品 | 1000 | 認証標準物質 ハロ酢酸4種混合標準液 各1mg/mL in MTBE | ジューエルサイエンス株式会社 | 1021-10008 | 認証標準物質 | 2022年4月30日 |
| 9 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | ジューエルサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2022年4月末日 |
| 10 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準原液 | GLサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2022年4月末日 |
| 11 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸混合標準原液 | 関東化学 | 18158-96 | 認証標準物質 | 2022年9月末 |
| 12 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | 関東化学 | 18150-97 | JCSS | 2023年3月31日 |
| 13 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | 関東化学 | 18150-97 | 水質試験用 | 2022年10月末 |
| 14 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | GLサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2023年3月末日 |
| 15 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | 関東化学 | 18150-97 | JSCC 化学分析用 | 2023年3月31日 |
| 16 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合原液 | GLサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2022年4月30日 |
| 17 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸混合標準液 | 富士フィルム和光純薬 | 086-07261 | 水質試験用 | 2022年1月 |
| 18 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | GLサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2023年3月31日 |
| 19 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | GLサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2023年3月末 |
| 20 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | 富士フィルム和光純薬 | 084-10491 | 認証標準物質 | 2022年7月 |
| 21 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | RESTEK | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2022年4月30日 |
| 22 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準原液 | GLサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2023年3月末日 |
| 23 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | 関東化学株式会社 | 18150-97 | JCSS 化学分析用 | 2023年3月末 |
| 24 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準原液 | GLサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2023年3月31日 |
| 25 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準原液 | GLサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2022年1月31日 |
| 26 | 市販品 | 100 | ハロ酢酸混合標準原液Ⅱ(9種) | 関東化学 | 18158-96 | 水質試験用 | 2022年2月末 |
| 27 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | GLサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2023年3月31日 |
| 28 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準液 | 関東化学株式会社 | 18150-97 | JCSS | 2023年3月31日 |
| 29 | 市販品 | 1000 | ハロ酢酸4種混合標準原液 | GLサイエンス | 1021-10006 | 認証標準物質 | 2023年3月31日 |

表 7 標準液及び精製水

| 機関 番号 | 標準液 | | 調製に使用した精製水 | |
|----------|--------------|------------|------------|---------------------------|
| | 濃度 (mg/L) | 調製年月日 | 精製水の種類 | 製品名もしくは製造装置 |
| 1 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | オルガノ PURiC-ω60 |
| 2 | 10 | 2021年9月30日 | 精製水製造装置 | メルク製 Milli-Q Integral 3 |
| 3 | 10 | 2021年9月30日 | 精製水製造装置 | メルク社 Elix ESSENTIAL 5 |
| 4 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | Milli-Q IQ7005 |
| 5 | 10 | 2021年9月30日 | 精製水製造装置 | RFU663EA |
| 6 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | MilliQ Gragient A10 |
| 7 | 10 | 2021年9月30日 | 精製水製造装置 | Milli-Q Advantage A10 |
| 8 | 10 | 2021年10月1日 | 精製水製造装置 | FlexUV |
| 9 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | MilliQ Advantage A10 |
| 10 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | PURELAB flex-3 |
| 11 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | ORGANO PURELAB Chorus |
| 12 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | PURELAB Chorus |
| 13 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | Milli-Q Integral3 |
| 14 | 10 | 2021年10月1日 | 精製水製造装置 | Merck Milli-Q IQ7005 |
| 15 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | Merk Milli-Q Integral10 |
| 16 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | Merk Milli-Q Integral10 |
| 17 | 10 | 2021年9月30日 | 精製水製造装置 | ザルトリウス H2OPRO-DI-T |
| 18 | 10 | 2021年9月29日 | volvic | volvic |
| 19 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | Milli-Q Integra15 |
| 20 | 10 | 2021年9月9日 | 市販精製水 | volvic |
| 21 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | Milli-Q Integral 5 |
| 22 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | ADVANTEC RFU665DA |
| 23 | 10 | 2021年9月30日 | 精製水製造装置 | Milli-Q Reference |
| 24 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | PURELAB flex-UV |
| 25 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | Merk Milli-Q IQ7010 |
| 26 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | Merck millipore Integral5 |
| 27 | 10 | 2021年9月29日 | 市販精製水 | 超純水 LC/MS 用 |
| 28 | 10 | 2021年9月29日 | 市販精製水 | 蒸留水 (LC/MS 用) |
| 29 | 10 | 2021年9月29日 | 精製水製造装置 | RFD250NB |

表 8-1 検量線 (GCMS 法)

| 機関 番号 | フィッティ ング方法 | 点数 | 設定濃度(μg/L) | 調製 | |
|----------|---------------|----|--------------------|------------------------------|-------------------|
| | | | | 使用した器具 | メスフラスコ の容量(mL) |
| 1 | 直線 | 4 | 1, 4, 15, 50 | マイクロシリンジ | 50 |
| 3 | 直線 | 5 | 1,3,6,10,16 | ホールピペット、メスフラスコ | 50、100 |
| 4 | 直線 | 4 | 3, 6, 20, 40 | マイクロシリンジ (10μL, 50μL, 500μL) | 100、50 |
| 5 | 直線 | 5 | 2, 4, 10, 20, 40 | デジタルマイクロピペット | 50 |
| 6 | 直線 | 7 | 1,2,4,8,20,40,80 | マイクロシリンジ | 50 |
| 7 | 直線 | 5 | 0,2,4,10,20,50 | マイクロシリンジ、マイクロピペット | 50 |
| 8 | 直線 | 5 | 1,2,5,10,20 | マイクロシリンジ、ホールピペット | 10mL, 50mL |
| 9 | 直線 | 5 | 2,4,10,20,30 | マイクロシリンジ | 50 |
| 10 | 直線 | 7 | 2,5,10,15,20,30,40 | マイクロシリンジ | 10 |
| 11 | 直線 | 4 | 1.6,4,8,16 | マイクロシリンジ | 50 |
| 13 | 直線 | 4 | 1,3,10,20 | ホールピペット | 10,50,100 |
| 14 | 直線 | 4 | 2, 6, 20, 40 | マイクロシリンジ | 100 |
| 17 | 直線 | 5 | 2, 8, 20, 40, 80, | マイクロシリンジ | 50 |
| 18 | 直線 | 4 | 2,5,10,40 | ホールピペット | 50 |
| 19 | 直線 | 4 | 2,5,10,20 | マイクロシリンジ、マイクロピペット | 10 |
| 20 | 直線 | 5 | 2,5,10,20,40 | マイクロシリンジ | 10 |
| 21 | 直線 | 5 | 2, 3, 10, 20, 30 | マイクロシリンジ | 50 |

表 8-2 検量線 (LCMS 法)

| 機関 番号 | フィッ ティング 方法 | 点数 | 設定濃度(μg/L) | 調製 | |
|----------|-------------------|----|----------------------------|-------------------|-------------------|
| | | | | 使用した器具 | メスフラスコ の容量(mL) |
| 2 | 直線 | 5 | 2,5,10,15,20 | マイクロピペット,マイクロピペット | 10,100 |
| 12 | 直線 | 4 | 2,5,10,25 | マイクロシリンジ、マイクロピペット | 50 |
| 15 | 直線 | 4 | 2, 5, 10, 20 | マイクロシリンジ | 10 |
| 16 | 2次曲線 | 6 | 2,5,10,15,20,30 | マイクロシリンジ | 10,50 |
| 22 | 直線 | 7 | 2,5,10,20,50,100,200 | ホールピペット | 10,50,100 |
| 23 | 直線 | 5 | 2,5,10,25,50 | デジタルマイクロシリンジ | 100 50 |
| 24 | 直線 | 5 | 2, 5, 10, 20, 50 | マイクロシリンジ | 50 |
| 25 | 直線 | 5 | 2, 5, 10, 20, 50 | マイクロシリンジ、ホールピペット | 10 |
| 26 | 直線 | 4 | 2,5,10,20 | マイクロピペット、ホールピペット | 100 |
| 27 | 直線 | 6 | 1,2,5,10,20,50 | 全量ピペット、マイクロシリンジ | 100,10 |
| 28 | 直線 | 5 | 2, 4, 15, 30, 40 | マイクロシリンジ | 10 |
| 29 | 2次曲線 | 7 | 2, 5, 10, 20, 50, 100, 200 | ガラス製全量ピペット | 50, 100 |

表9 妥当性評価及び定量下限値

| 機関 番号 | 妥当性評価 | | | | | 定量下限値 | |
|----------|--------------|-----------|-------------|----------|--|---------------------------|-------------------------|
| | 検量線の評価 | | 添加試料の評価 | | | 濃度 ($\mu\text{g/L}$) | 設定理由 |
| | キャリー オーバー | 真度・ 精度 | 真度・ 併行精度 | 添加を行った水 | 評価した濃度 | | |
| 1 | 実施 | 実施 | 実施 | 精製水 | 定量下限値(精製水) | 1 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 2 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) | 2 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 3 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 1 $\mu\text{g/L}$ (水道水) | 3 | 基準の1/10 |
| 4 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) | 3 | 基準の1/10以下 |
| 5 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値 | 2 | 基準の1/10以下 |
| 6 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 定量下限値(水道水、精製水) | 3 | 基準の1/10以下 |
| 7 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 定量下限値(精製水) | 3 | 基準の1/10以下 |
| 8 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) | 3 | 基準の1/10以下 |
| 9 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) | 2 | 基準の1/10以下 |
| 10 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 0.002 $\mu\text{g/L}$ (水道水) | 3 | 基準の1/10以下 |
| 11 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) | 3 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 12 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 2 $\mu\text{g/L}$ (水道水) | 3 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 13 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) | 1 | 基準の1/10以下 |
| 14 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値 | 2 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 15 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 定量下限値(精製水、水道水) | 2 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 16 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 定量下限値(水道水及び精製水) | 2 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 17 | 実施 | 実施 | 実施 | 精製水 | 2 $\mu\text{g/L}$ (精製水) | 3 | 基準の1/10 |
| 18 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(volvic) 30 $\mu\text{g/L}$ (水道水) | 3 | 基準値の1/10 |
| 19 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値 | 2 | クロロ酢酸の基準値の1/10以下にあわせている |
| 20 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値 | 2 | 基準の1/10以下 |
| 21 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 2 $\mu\text{g/L}$ | 2 | 基準の1/10以下 |
| 22 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 定量下限値(水道水及び精製水) | 2 | 基準の1/10以下 |
| 23 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) | 2 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 24 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) | 2 | 基準の1/10以下 |
| 25 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水及び精製水 | 2 $\mu\text{g/L}$ (精製水) 15 $\mu\text{g/L}$ (水道水) | 2 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 26 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値 | 2 | 告示法の濃度範囲の下限 |
| 27 | 実施 | 実施 | 実施 | 精製水 | 定量下限値(精製水) | 2 | 基準の1/10以下 |
| 28 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値(水道水) | 2 | 基準の1/10以下 |
| 29 | 実施 | 実施 | 実施 | 水道水 | 定量下限値 | 2 | 告示法の濃度範囲の下限 |

表 10 確認用試料、空試験及び一斉分析項目

| 機関 番号 | 確認用試料 | | | | 空試験 | | 一斉分析項目 |
|----------|-------------|-----------------------------|-----------------------------|--------|------|-----------------------------|---------------------------|
| | 連続運転 の有無 | 設定濃度 ($\mu\text{g/L}$) | 測定結果 ($\mu\text{g/L}$) | 誤差率(%) | 実施状況 | 測定結果 ($\mu\text{g/L}$) | |
| 1 | 有 | 15 | 14.79 | -1.4 | 実施 | <1 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 2 | 有 | 5 | 4.75 | -5.0 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 3 | 有 | 6 | 5.89 | -1.8 | 実施 | <3 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 4 | 有 | 20 | 18.08 | -9.6 | 実施 | <3 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 5 | 有 | 10 | 10.07 | 0.7 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 6 | 有 | 20 | 20.62 | 3.1 | 実施 | <3 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 7 | 有 | 4 | 4.10 | 2.5 | 実施 | <3 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 8 | 有 | 10 | 9.39 | -6.1 | 実施 | <1 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 9 | 有 | 4 | 4.03 | 0.8 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 10 | 有 | 15 | 15.19 | 1.3 | 実施 | <3 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 11 | 有 | 4 | 4.07 | 1.8 | 実施 | <3 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 12 | 有 | 5 | 4.68 | -6.4 | 実施 | <3 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 13 | 有 | 10 | 9.92 | -0.8 | 実施 | <3 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 14 | 有 | 20 | 19.33 | -3.4 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 15 | 有 | 20 | 21.02 | 5.1 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 16 | 有 | 5.0015 | 4.81 | -3.8 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸、 ブromo酢酸 |
| 17 | 有 | 8 | 8.07 | 0.9 | 実施 | <3 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 18 | 有 | 10 | 9.85 | -1.5 | 実施 | <3 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 19 | 有 | 5 | 5.04 | 0.8 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 20 | 有 | 2 | 1.79 | -10.5 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 21 | 有 | 20 | 20.05 | 0.3 | 実施 | <3 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 22 | 有 | 10 | 10.11 | 1.1 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 23 | 有 | 25 | 25.62 | 2.5 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 24 | 有 | 10 | 10.29 | 2.9 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 25 | 有 | 20 | 21.24 | 6.2 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 26 | 有 | 2 | 1.80 | -10.0 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 27 | 有 | 5 | 4.94 | -1.2 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 28 | 有 | 4 | 3.92 | -2.0 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |
| 29 | 有 | 20 | 21.57 | 7.9 | 実施 | <2 | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 |

【GCMS 法】

表 11 内部標準原液

| 機関番号 | 種類 | 濃度 (mg/L) | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 | グレード | 使用期限 |
|------|------|-----------|-------------------------|----------------|-----------|-------|------------|
| 1 | 自家調製 | 10000 | 1,2,3-トリクロロプロパン | 関東化学 | 40838-30 | 鹿特級 | 2022年7月21日 |
| 3 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準原液 | 関東化学 | 41073-96 | 水質試験用 | 2021年12月末 |
| 4 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準原液 | 関東化学 | 41073-96 | 水質試験用 | 2023年4月 |
| 5 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準液 | 富士フィルム 和光 | 203-15981 | 水質試験用 | 2023年7月31日 |
| 6 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準液 | 富士フィルム 和光純薬 | 203-15981 | 水質試験用 | 2021年12月 |
| 7 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準原液 | 関東化学 | 41073-96 | 水質試験用 | 2023年4月30日 |
| 8 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準液 | 富士フィルム 和光純薬 | 203-15981 | 水質試験用 | 2023年7月 |
| 9 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準原液 | 関東化学 | 41073-96 | 水質試験用 | 2022年10月末日 |
| 10 | 自家調整 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン標 準原液 | 関東化学 | 41073-96 | 水質試験用 | 2022年4月末日 |
| 11 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準原液 | 関東化学 | 41073-96 | 水質試験用 | 2022年10月末 |
| 13 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準原液 | 関東化学 | 41073-96 | 水質試験用 | 2023年4月末 |
| 14 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準原液 | 関東化学 | 41073-96 | 水質試験用 | 2023年4月末 |
| 17 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準液 | 富士フィルム 和光純薬 | 203-15981 | 水質試験用 | 2023年7月 |
| 18 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準液 | 富士フィルム 和光純薬 | 203-15981 | 水質試験用 | 2023年7月31日 |
| 19 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準原液 | 関東科学 | 41073-96 | 水質試験用 | 2023年4月末 |
| 20 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準原液 | 富士フィルム 和光純薬 | 203-15981 | 水質試験用 | 2021年12月 |
| 21 | 市販品 | 1000 | 1,2,3-トリクロロプロパン 標準液 | 和光純薬 | 203-15981 | 水質試験用 | 2023年7月31日 |

表 12 内部標準液及び試薬-1

※試薬を自家調製している場合は、調製に使用した試薬を記載

| 機関番号 | 内部標準液 | | 試薬 | | |
|------|-----------|------------|-------------|------------|-----------|
| | 濃度 (mg/L) | 調製年月日 | 硫酸(1+1) | | |
| | | | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 |
| 1 | 5 | 2021年9月29日 | 96%硫酸 | 関東化学 | 65001-03 |
| 3 | 5 | 2021年9月30日 | 65%硫酸 | 関東化学 | 37928-08 |
| 4 | 5 | 2021年9月29日 | 硫酸(特級) | 関東化学 | 37390-00 |
| 5 | 5 | 2021年9月30日 | 64%硫酸 | 富士フィルム和光 | 198-11565 |
| 6 | 5 | 2021年9月29日 | 硫酸(有害金属測定用) | 富士フィルム和光純薬 | 199-07325 |
| 7 | 5 | 2021年9月30日 | 硫酸 | 関東化学 | 37390-00 |
| 8 | 5 | 2021年10月1日 | - | - | - |

| 機関 番号 | 内部標準液 | | 試薬 | | |
|----------|--------------|------------|---------|------------|-----------|
| | 濃度 (mg/L) | 調製年月日 | 硫酸(1+1) | | |
| | | | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 |
| 9 | 5 | 2021年9月29日 | 硫酸 | 富士フィルム和光 | 192-04696 |
| 10 | 5 | 2021年9月29日 | 64%硫酸 | 富士フィルム和光 | 198-11561 |
| 11 | 5 | 2021年9月29日 | 硫酸(特級) | 関東化学 | 37390-00 |
| 13 | 5 | 2021年9月29日 | 自社で調製 | - | - |
| 14 | 5 | 2021年10月1日 | 硫酸 | 関東化学 | 37390-00 |
| 17 | 5 | 2021年8月31日 | 硫酸 | 富士フィルム和光 | 190-04675 |
| 18 | 5 | 2021年9月29日 | 64%硫酸 | 富士フィルム和光純薬 | 198-11565 |
| 19 | 5 | 2021年9月29日 | 硫酸(特級) | 関東科学 | 37390-00 |
| 20 | 5 | 2021年9月1日 | 硫酸 | 富士フィルム和光純薬 | 192-04696 |
| 21 | 5 | 2021年9月29日 | - | - | - |

表 13 試薬 - 2

※試薬を自家調製している場合は、調製に使用した試薬を記載

| 機関 番号 | 塩化ナトリウム | | | 水酸化ナトリウム溶液(20w/v%) | | |
|----------|--------------------|------------|-----------|-----------------------|----------------|-----------|
| | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 |
| 1 | 塩化ナトリウム (GR 特級) | ナカライテスク | 31320-05 | 水酸化ナトリウム (特級) | 関東化学 | 37184-00 |
| 3 | 塩化ナトリウム (特級) | 関東化学 | 37144-00 | 水酸化ナトリウム (特級) | 関東化学 | 37184-00 |
| 4 | 塩化ナトリウム (特級) | 関東化学 | 37144-00 | 水酸化ナトリウム (特級) | 関東化学 | 37184-00 |
| 5 | 塩化ナトリウム | 富士フィルム和光 | 192-10745 | 水酸化ナトリウム | 富士フィルム和光 | 198-13765 |
| 6 | 塩化ナトリウム (特級) | 富士フィルム和光純薬 | 191-01665 | 水酸化ナトリウム (特級) | 富士フィルム和光純 薬 | 194-18865 |
| 7 | 塩化ナトリウム (試験研究用) | 富士フィルム和光 | 191-01665 | 水酸化ナトリウム | 関東化学 | 37184-00 |
| 8 | 塩化ナトリウム (特級) | 富士フィルム和光純薬 | 195-01663 | - | - | - |
| 9 | 塩化ナトリウム | 富士フィルム和光 | 199-10015 | 水酸化ナトリウム (粒状) | 富士フィルム和光 | 198-13765 |
| 10 | 塩化ナトリウム | 関東化学 | 37144-00 | - | - | - |
| 11 | 塩化ナトリウム (特級) | ナカライテスク | 31320-05 | 水酸化ナトリウム (特級) | 関東化学 | 37184-00 |
| 13 | 塩化ナトリウム | シグマアルドリッジ | 28-2270-5 | 自社で調製 | - | - |
| 14 | 塩化ナトリウム | 関東化学 | 37144-00 | 水酸化ナトリウム | 関東化学 | 37184-00 |
| 17 | 塩化ナトリウム | 富士フィルム和光 | 191-01665 | - | - | - |
| 18 | 塩化ナトリウム (試験研究用) | 富士フィルム和光純薬 | 191-01665 | 5mol/L 水酸化ナト リウム溶液 | 富士フィルム和光純 薬 | 196-05375 |
| 19 | 塩化ナトリウム (特級) | 富士フィルム和光 | 191-01665 | 水酸化ナトリウム (特級) | 富士フィルム和光 | 198-13765 |
| 20 | 塩化ナトリウム | 富士フィルム和光純薬 | 191-01665 | 水酸化ナトリウム | 富士フィルム和光純 薬 | 198-13765 |
| 21 | 塩化ナトリウム | 和光純薬 | 195-01663 | - | - | - |

表 14 試薬 - 3

※試薬を自家調製している場合は、調製に使用した試薬を記載

| 機関 番号 | MTBE | | | 無水硫酸ナトリウム | | |
|----------|--------------------------|------------|-----------|------------------------|------------|-----------|
| | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 |
| 1 | tert-ブチルメチルエーテル | 関東化学 | 04418-4B | 硫酸ナトリウム(無水) | 富士フィルム和光純薬 | 197-07125 |
| 3 | tert-ブチル-メチルエーテル | 関東化学 | 04418-4B | 無水硫酸ナトリウム | 佐々木化学薬品 | 85672 |
| 4 | tert-ブチルメチルエーテル (鹿特級) | 関東化学 | 04418-70 | 無水硫酸ナトリウム (残留農薬試験用) | 関東化学 | 6639-1B |
| 5 | t-ブチルメチルエーテル 5,000 | 富士フィルム和光 | 020-14831 | 硫酸ナトリウム | 富士フィルム和光 | 197-07125 |
| 6 | tert-ブチル-メチルエーテル | 富士フィルム和光純薬 | 024-12771 | 硫酸ナトリウム(無水) | 富士フィルム和光純薬 | 197-03345 |
| 7 | t-ブチルメチルエーテル | 富士フィルム和光 | 028-11995 | 硫酸ナトリウム | 関東化学 | 37280-00 |
| 8 | tert-ブチル-メチルエーテル | 関東化学 | 04418-1B | 硫酸ナトリウム | 富士フィルム和光純薬 | 197-07125 |
| 9 | t-ブチルメチルエーテル | 富士フィルム和光 | 022-12711 | 硫酸ナトリウム(無水) | 富士フィルム和光 | 197-07125 |
| 10 | tert-ブチル-メチルエーテル | 関東化学 | 04418-4B | 硫酸ナトリウム | 関東化学 | 37280-00 |
| 11 | t-ブチルメチルエーテル 300 | 富士フィルム和光 | 024-14351 | 硫酸ナトリウム(特級) | 関東化学 | 37280-00 |
| 13 | tert-ブチル-メチルエーテル | 関東化学 | 04418-96 | 硫酸ナトリウム(無水) | シグマアルドリッジ | 28-4230-5 |
| 14 | tert-ブチルメチルエーテル | 関東化学 | 04418-96 | 硫酸ナトリウム(無水) | 関東化学 | 37280-00 |
| 17 | tert-ブチルメチルエーテル | 関東化学 | 04418-96 | 硫酸ナトリウム(無水) | 関東化学 | 6639-1B |
| 18 | t-ブチルメチルエーテル | 富士フィルム和光純薬 | 020-14831 | 硫酸ナトリウム(無水) | 富士フィルム和光純薬 | 197-03345 |
| 19 | tert-ブチル-メチルエーテル 5000 | 関東科学 | 04418-4B | 硫酸ナトリウム(無水) | 関東科学 | 6639-1B |
| 20 | tert-ブチル-メチルエーテル | 富士フィルム和光純薬 | 024-14351 | 硫酸ナトリウム(無水) | 富士フィルム和光純薬 | 197-03345 |
| 21 | t-ブチルメチルエーテル 300 | 和光純薬 | 024-14351 | 硫酸ナトリウム(無水) | 和光純薬 | 197-07125 |

表 15 試薬 - 4

※試薬を自家調製している場合は、調製に使用した試薬を記載

| 機関 番号 | メチルアルコール | | | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン | | |
|----------|---------------------|------------|-----------|---|---------------|------------|
| | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 |
| 1 | メタノール(残留農薬・PCB 試験用) | 関東化学 | 25183-4B | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン | 東京化成 | M0527 |
| 3 | メタノール(特級) | 関東化学 | 25183-70 | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン | GLサイエンス | 1022-15202 |
| 4 | メタノール(残留農薬試験用) | 関東化学 | 25183-4B | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン(鹿一級) | 関東化学 | 25596-51 |
| 5 | メタノール 5,000 | 富士フィルム和光 | 132-14161 | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン | GLサイエンス | 1022-15202 |
| 6 | メタノール 300 | 富士フィルム和光純薬 | 139-08821 | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン | 富士フィルム和光純薬 | 515-45301 |
| 7 | メタノール(LC/MS用) | 富士フィルム和光 | 134-14523 | N-METHYL-N'-NITRO-NITROSOGUANIDINE(MNNG 5G) | GLサイエンス | 1022-15202 |
| 8 | メタノール(高速液体クロマトグラフ用) | 富士フィルム和光純薬 | DLN1453 | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン | ジーエルサイエンス株式会社 | 1022-15202 |

| 機関 番号 | メチルアルコール | | | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン | | |
|----------|--------------------|------------|-----------|--|------------|------------|
| | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 |
| 9 | メタノール 5000 | 富士フイルム和光 | 132-14161 | N-METHYL-N'-NITRO-NITROSOGUANIDINE(MNNG) | ジールサイエンス | 1022-15202 |
| 10 | メタノール | 関東化学 | 6011-2B | NメチルNニトロNニトロソグアニ | 関東化学 | 255965 |
| 11 | メタノール 300 | 富士フイルム和光 | 135-08823 | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン (MNNG) | GLサイエンス | 1022-15202 |
| 13 | メタノール (トリハロメタン測定用) | 富士フイルム和光 | 131-07801 | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン | 関東化学 | 25596-51 |
| 14 | メタノール (水質試験用) | 関東化学 | 25185-96 | N-メチル N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン | GLサイエンス | 1022-15202 |
| 17 | メタノール 300 | 関東化学 | 6011-4B | 1-メチル-3-ニトロ-1-ニトロソグアニジン | 富士フイルム和光 | 138-14901 |
| 18 | メチルアルコール (試験研究用) | 富士フイルム和光純薬 | 132-14161 | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン | GLサイエンス | 1022-15202 |
| 19 | メタノール 5000 | 関東科学 | 132-14161 | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン | GLサイエンス | 1022-15202 |
| 20 | - | - | - | 1-メチル-3-ニトロ-1-ニトロソグアニジン | 富士フイルム和光純薬 | 138-04901 |
| 21 | メタノール 300 | 和光純薬 | 135-08823 | N-METHYL-N'-NITROSOGUANIDINE(MNNG) | GLサイエンス | 1022-15202 |

表 16 前処理-1

| 機関 番号 | 試料の 分取量 (mL) | 希釈倍率 | 硫酸(1+1)の添加 | | | 塩化ナトリウム 添加量 (g) | 溶媒抽出 (MTBE の添加) | |
|----------|--------------------|------|-------------|---------------|--------------|-----------------------|-----------------|---------------|
| | | | 添加量 (mL) | pH 値確認 の有無 | 添加後の pH 値 | | 添加量 (mL) | 振とう 時間 (分) |
| 1 | 50 | 無 | 3 | 有 | 0.5 以下 | 20 | 4 | 2 |
| 3 | 50 | 2 | 2 | 有 | 0.5 以下 | 20 | 4 | 2 |
| 4 | 50 | 無 | 1 | 有 | 0.5 以下 | 20 | 4 | 2 |
| 5 | 50 | 無 | 1.5 | 有 | 0.5 以下 | 20 | 4 | 2 |
| 6 | 50 | 無 | 2 | 有 | 0.5 以下 | 20 | 4 | 2 |
| 7 | 50 | 無 | 2 | 有 | 0.5 以下 | 20 | 4 | 2 |
| 8 | 50 | 無 | 1 | 無 | - | 20 | 4 | 2 |
| 9 | 50 | 無 | 2 | 無 | - | 20 | 4 | 2 |
| 10 | 50 | 無 | 4 | 無 | - | 20 | 4 | 5 |
| 11 | 50 | 無 | 2.5 | 有 | 0.5 以下 | 20 | 4 | 2 |
| 13 | 50 | 無 | 3 | 無 | - | 20 | 4 | 2 |
| 14 | 50 | 無 | 2.5 | 有 | 0.5 | 20 | 4 | 2 |
| 17 | 50 | 無 | 4 | 有 | 0.5 以下 | 20 | 4 | 2 |
| 18 | 50 | 無 | 2.5 | 有 | 0.5 以下 | 20 | 4 | 2 |
| 19 | 50 | 無 | 2 | 有 | 0.5 以下 | 20 | 4 | 2 |
| 20 | 50 | 無 | 0.8 | 無 | - | 20 | 4 | 2 |
| 21 | 50 | 無 | 5 | 有 | 0.5 | 20 | 4 | 2 |

表 17 前処理-2

| 機関 番号 | 脱水（無水硫酸ナトリウムの添加） | | 誘導体化試薬の添加 （ジアゾメタン溶液） | | 静置後の 加温温度(℃) | 静置後の 加温時間(分) |
|----------|------------------|----------|-------------------------|---------|-----------------|-----------------|
| | 使用量 (g) | 脱水時間 (分) | 添加量 (mL) | 静置時間(分) | | |
| 1 | 決めていない | 決めていない | 0.1 | 30 | 36 | 30 |
| 3 | 決めていない | 決めていない | 0.1 | 30 | 35 | 30 |
| 4 | 1 | 決めていない | 0.1 | 60 | 30～40 | 30 |
| 5 | 決めていない | 決めていない | 0.1 | 45 | 35 | 30 |
| 6 | 決めていない | 決めていない | 0.1 | 30 | 30 | 30 |
| 7 | 1 | 30 | 0.1 | 30 | 40 | 30 |
| 8 | 決めていない | - | 0.1 | 30 | 40 | 30 |
| 9 | 決めていない | 決めていない | 0.1 | 30～60 | 30～40 | 30 |
| 10 | 決めていない | 決めていない | 0.1 | 60 | 30～40 | 30 |
| 11 | 決めていない | 40 | 0.1 | 60 | 40 | 30 |
| 13 | 決めていない | - | 0.1 | 30 | 40 | 30 |
| 14 | 決めていない | 決めていない | 0.1 | 60 | 30 | 30 |
| 17 | 決めていない | 決めていない | 0.1 | 60 | 40 | 30 |
| 18 | 決めていない | 決めていない | 0.1 | 60 | 35 | 30 |
| 19 | 適量 | きめていない | 0.1 | 30 | 40 | 30 |
| 20 | 2 | 決めていない | 0.1 | 60 | 35 | 30 |
| 21 | 決めていない | 決めていない | 0.1 | 60 | 30～40 | 30 |

表 18 装置

| 機関 番号 | 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 | 種類 |
| 1 | 島津製作所 | GC-2010 Plus | 島津製作所 | GCMS-QP2020 | 四重極型 |
| 3 | アジレントテクノロジー | 7890A | アジレントテクノロジー | JMS-Q1000GC | 四重極型 |
| 4 | アジレントテクノロジー | 7890B | アジレントテクノロジー | 5977A | 四重極型 |
| 5 | アジレントテクノロジー | 8890 GC | アジレントテクノロジー | 5977B MSD | 四重極型 |
| 6 | 島津製作所 | GC-2020 | 島津製作所 | GCMS-QP2010 | 四重極型 |
| 7 | 島津製作所 | GC-2010 | 島津製作所 | GCMS-QP2010 | 四重極型 |
| 8 | 島津製作所 | GC2010 | 島津製作所 | QP2010 | 四重極型 |
| 9 | 島津製作所 | GC-2030 | 島津製作所 | GCMS-QP2020NX | 四重極型 |
| 10 | 島津サイエンス東日本 | GC2010 | 島津サイエンス東日本 | GCMS-QP2010 | 四重極型 |
| 11 | アジレントテクノロジー | 7890B | アジレントテクノロジー | 5977A MSD | 四重極型 |
| 13 | (株)島津製作所 | GC-2010 | (株)島津製作所 | GCMS-QP2010 | 四重極型 |
| 14 | アジレントテクノロジー | 8890A | アジレントテクノロジー | 7000D | 四重極型 |
| 17 | (株)島津製作所 | GC-2010 | (株)島津製作所 | GCMS-QP2010 | 四重極型 |

| 機関 番号 | 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 | 種類 |
| 18 | 島津製作所 | GC-2010 | 島津製作所 | GCMS-QP2010 | 四重極型 |
| 19 | アジレントテクノロジー | 7890A | アジレントテクノロジー | 5975C | 四重極型 |
| 20 | 島津製作所 | QP-2010 | 島津製作所 | GCMS-QP2010Plus | 四重極型 |
| 21 | アジレントテクノロジー | HP6890N | アジレントテクノロジー | HP5973N | 四重極型 |

表 19 分離カラム

| 機関 番号 | メーカー名 | 型式 | 内径 (mm) | 長さ (m) | 膜厚 (μ m) | 昇温条件 |
|----------|-------------------------|-------------------|------------|-----------|------------------|---|
| 1 | RESTEK | Rtx-1 | 0.25 | 30 | 1.0 | 40°C(0-2min)→15°C/min(2-10min)→155°C(10min)→ 20°C/min(10-12min)→200°C(12-17min) |
| 3 | アジレントテ クノロジー | HP-5 | 0.32 | 30 | 0.25 | 35°C(5分 hold)→3°C/min 昇温→50°C(1分 hold) |
| 4 | アジレントテ クノロジー | DB-5MS | 0.25 | 30 | 1 | 40°C (0-2min) → 20°C/min (2-4min) → 80°C (4min) → 10°C/min (4-9min) → 130°C (9min) → 30°C/min(9-14min) → 280°C (14-16min) |
| 5 | アジレントテ クノロジー | DB-5MS UI | 0.18 | 20 | 0.36 | 40°C(1min)→40°C/min→280°C (1min) |
| 6 | RESTEK | Rtx-1 | 0.25 | 30 | 0.25 | 35°C(0-5min)→25°C/min(5-9.67min)→150°C (9.67min)→5°C/min(9.67-19.67min)→200°C(19.67- 22.67min) |
| 7 | RESTEK | 分析カラム Rtx-1MS | 0.25 | 30 | 1.0 | 38°C(0-5min)→20°C/min(5-11min)→160°C(11min)→ 40°C/min(11-13min)→240°C(13min-16min) |
| 8 | Agilent Technologies | VF-5ms | 0.25 | 30 | 0.25 | 40°C→5°C/min→120°C→20°C/min→240°C(2min hold) |
| 9 | 島津製作所 | SH-Rxi-5Sil MS | 0.25 | 30 | 0.25 | 35°C(0-3min)→ 10°C/min(3-22.5min)→230°C(22.5- 25.5min) |
| 10 | Restec | Rtx-1 | 0.25 | 30 | 1 | 35°C (5min)→(15°C/min)→250°C(5min) |
| 11 | アジレントテ クノロジー | HP-5MS | 0.25 | 30 | 0.25 | 40°C(5分保持)→15°C/分で上昇→ 200°C(4分保持) |
| 13 | GLサイエン ス | InertCap1M S | 0.25 | 30 | 1 | 35°C(0-5min)→15°C/min(5-11min)→200°C(11-16min) |
| 14 | アジレントテ クノロジー | DB-1 | 0.25 | 30 | 1 | 50°C(0-2min)→15°C/min(2-8min)→ 140°C(8min)→60°C/min(8-10min)→250°C(10min) |
| 17 | SGE | BPX5 | 0.25 | 30 | 0.25 | 35°C(0-4min) → 10°C/min(4-10.5min) → 100°C(10.5- 13.5min) → 30°C/min(13.5-16.83min) → 200°C(16.83- 21.83min) |
| 18 | GLサイエン ス | InertCap 1 MS | 0.25 | 30 | 1 | 35°C(0.5分保持)→15°C/min で昇温→200°C(5分保持) |
| 19 | アジレントテ クノロジー | DB-5MS | 0.25 | 30 | 0.25 | 40°C (7分保持) → 10°C/分で上昇→ 100°C→40°C/分で上昇→250°C (1分保持) |
| 20 | GLサイエン ス | InertCap1 | 0.25 | 60 | 1.5 | 60°C (1min) → 15°C/min→200°C (5min) |
| 21 | アジレントテ クノロジー | HP-5MS Semivol | 0.25 | 30 | 0.5 | 35°C (0-1min) → 5°C/min(1-9 min) → 75°C(9min) →20°C/min(9-19.25)→280°C (19.25-20.25) |

表 20 測定条件

| 機関 番号 | 注入口 温度 (°C) | イオン 源温度 (°C) | キャリアーガス | | 試料注入 量(μL) | 定量方法 | フラグメントイオンの質量数 | |
|----------|-------------------|--------------------|---------------------------|---|---------------|-------|-----------------|-----------------|
| | | | 種類 | 流量 (mL/min) | | | ジクロロ酢酸 (m/z) | 内部標準物質 (m/z) |
| 1 | 200 | 200 | ヘリウム | 1.56 | 2 | ピーク面積 | 83, 85 | 75, 110 |
| 3 | 200 | 200 | 超高純度ヘリウム | 1.5 | 2 | ピーク面積 | 83, 85 | 75, 110 |
| 4 | 250 | 230 | ヘリウム | 1 | 2 | ピーク面積 | 83, 85 | 75, 110 |
| 5 | 200 | 280 | ヘリウム | 1 | 2 | ピーク面積 | 83, 85 | 75, 110 |
| 6 | 250 | 200 | ヘリウム | 1.01 | 1.2 | ピーク面積 | 83, 85 | 75, 110 |
| 7 | 230 | 200 | ヘリウム | 50(全流量) (カラム流量は線 速度 45.0cm/s に 設定し、その時の カラム流量は 1.25mL/min) | 1 | ピーク面積 | 83,85 | 75,110 |
| 8 | 200 | 200 | ヘリウム | 1.07 | 2 | ピーク面積 | 83 | 85 |
| 9 | 230 | 200 | ヘリウム | 1.83 | 2 | ピーク面積 | 83,85 | 75,110 |
| 10 | 230 | 200 | ヘリウム | 50 | 1 | ピーク面積 | 83,85 | 75,110 |
| 11 | 200 | 200 | ヘリウム | 1.57 | 1 | ピーク面積 | 83,85 | 75,110 |
| 13 | 200 | 200 | ヘリウム | 1.57 | 1 | ピーク面積 | 83,85 | 75,110 |
| 14 | 250 | 230 | ヘリウム | 2.5 | 1 | ピーク面積 | 83, 85 | 75, 110 |
| 17 | 250 | 230 | ヘリウム | 1.2 | 2 | ピーク面積 | 83, 85 | 75, 110 |
| 18 | 280 | 200 | ヘリウム | 2.16 | 1 | ピーク面積 | 83,85 | 75,110 |
| 19 | 250 | 230 | ヘリウム | 定圧分析 2.5ml/min(40°C) | 2 | ピーク面積 | 83,85 | 75,110 |
| 20 | 230 | 200 | ヘリウム | 12 | 1 | ピーク面積 | 83, 85 | 75, 110 |
| 21 | 200 | 230 | 純度 99.999v/v % 以上のヘリウム | 0.9 | 4.0 | ピーク面積 | 83, 85 | 75, 110 |

【LCMS 法】

表 21 試薬

| 機関 番号 | メチルアルコール | | | ぎ酸 | | |
|----------|-------------------------------|----------------|-----------|-------------------------|----------------|-----------|
| | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 |
| 2 | メタノール 300(残留農 薬試験・PCB 試験用) | 関東化学 | 6011-2B | ぎ酸 (約 99%) | 富士フィルム和光 純薬 | 067-04531 |
| 12 | メタノール LC/MS 用 | 富士フィルム和光 | 138-14521 | ぎ酸(約 99%) | 富士フィルム和光 | 063-04192 |
| 15 | メタノール 5000(残留 農薬・PCB 測定用) | 富士フィルム和光 純薬 | 138-14163 | ぎ酸 (約 99%) | 富士フィルム和光 純薬 | 063-04533 |
| 16 | メタノール-Plus- (LC/MS 用) | 関東化学 | 25185-79 | ぎ酸(約 99%) | 富士フィルム和光 | 067-04531 |
| 22 | メタノール(LCMS 用) | 富士フィルム和光 | 134-14523 | ぎ酸(約 99%) | 富士フィルム和光 | 067-04531 |
| 23 | メタノール-plus- (LC/MS 用) | 関東化学株式会社 | 25185-76 | ぎ酸(約 99%) | 富士フィルム和光 純薬 | 067-04531 |
| 24 | メタノール -Plus- | 関東化学 | 25185-76 | ぎ酸 (98%) 特級 | 関東化学 | 16233-00 |
| 25 | メタノール (高速液体 クロマトグラフ用) | 富士フィルム和光 | 132-06471 | ギ酸 (約 99%) (LC-MS 用) | 富士フィルム和光 | 067-04531 |

| 機関番号 | メチルアルコール | | | ぎ酸 | | |
|------|---------------|------------|-----------|-----------------|------------|-----------|
| | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 | 製品名 | メーカー名 | 製品番号 |
| 26 | メタノール(LC/MS用) | 富士フイルム和光純薬 | 138-14521 | ぎ酸(約99%) | 富士フイルム和光純薬 | 067-04531 |
| 27 | メタノール(LC/MS用) | 富士フイルム和光 | 138-14521 | ぎ酸(99%)(LC/MS用) | 富士フイルム和光 | 067-04531 |
| 28 | メタノール(LC/MS用) | 関東化学株式会社 | 25185-79 | ぎ酸(88%) | 関東化学株式会社 | 16064-00 |
| 29 | メタノール(LC-MS用) | 富士フイルム和光純薬 | 134-14523 | ぎ酸(99%) | 富士フイルム和光純薬 | 067-04531 |

表 22 前処理

| 機関番号 | 試料の分取量(mL) | 前処理に使用した器材 | | | |
|------|------------|--|-------------------------------|------------|---|
| | | 種類 | 製品名 | 製品番号 | 使用方法 |
| 2 | 1 | - | - | - | - |
| 12 | 1 | - | - | - | - |
| 15 | 1 | - | - | - | - |
| 16 | 1.5 | 0.20 μ m ディスポーザブルメンブレンフィルター | DISMIC-13HP | 13HP020AN | ディスポーザブルシリンジ及びディスポーザブルメンブレンフィルターを用いて試料をろ過し、初めのろ液 10ml を捨て、次のろ液をバイアルに採り、試料とする。 |
| 22 | 1.5 | 0.2 μ m メンブレンフィルター | DISMIC-25AS | 25AS020AN | 試料を孔径 0.2 μ m のメンブレンフィルターでろ過し、初めの 10ml は捨て、次のろ液をバイアル瓶に採り、試験溶液とする。 |
| 23 | 2 | 0.2 μ m メンブレンフィルター | DISMIC-25AS | 25AS020AN | 試料 12ml 以上をシリンジに採り、メンブレンフィルターでろ過し、最初の 10ml は捨て、次のろ液を測定用バイアルに 2ml 採取する。 |
| 24 | 1 | - | - | - | - |
| 25 | 5 | 0.2 μ m メンブレンフィルター、クリーンアップ用前処理カートリッジ | MetaSEP SlimJ LC-Ba/Ag/H 50 本 | 8500-25100 | 検水 5mL を分取し、0.25mol/L 塩化マグネシウム溶液 50 μ L を加え、前処理カートリッジに検水を通水する。 |
| 26 | 1.5 | - | - | - | - |
| 27 | 1 | - | - | - | - |
| 28 | 1 | - | - | - | - |
| 29 | 10 | 0.2 μ mメンブレンフィルター | DISMIC-25CS | 25CS020AN | シリンジに試料 10ml を吸引させディスポフィルターを装着し、濾過する。 |

表 23 装置

| 機関番号 | 液体クロマトグラフ (LC) | | 質量分析計 (MS) | | |
|------|----------------|---------------------------|------------|------------------|------|
| | メーカー名 | 型式 | メーカー名 | 型式 | 種類 |
| 2 | Waters | ACQUITY UPLC H-Class PLUS | Waters | Xevo TQ-S cronos | 四重極型 |
| 12 | 島津製作所 | LC-40D X3 | 島津製作所 | LCMS-8060 | 四重極型 |
| 15 | AB Sciex | ExionLC AC | AB Sciex | QTRAP 4500 | 四重極型 |
| 16 | 島津製作所 | LCMS-8060 | 島津製作所 | LCMS-8060 | 四重極型 |
| 22 | AB サイエックス | Exion LC | サイエックス | TQ4500 | 四重極型 |
| 23 | 日本ウォーターズ | ACQUITY UPLC H-Class | 日本ウォーターズ | Xevo TQ-S micro | 四重極型 |

| 機関 番号 | 液体クロマトグラフ (LC) | | 質量分析計 (MS) | | |
|----------|----------------|--------------|-------------|------------------|----------|
| | メーカー名 | 型式 | メーカー名 | 型式 | 種類 |
| 24 | 島津製作所 | Nexera XR | エービー・サイエックス | TRIPLE QUAD 4500 | 四重極型 |
| 25 | 日本ウォーターズ | Acquity UPLC | 日本ウォーターズ | TQD | 四重極型 |
| 26 | 島津製作所 | Nexera X2 | 島津製作所 | LCMS-8050 | タンデム四重極型 |
| 27 | 島津製作所 | LC-20ADvp | ABSCIEX | TQ4500 | 四重極型 |
| 28 | Waters | ACQUITY UPLC | Waters | Xevo TQ | 四重極型 |
| 29 | SCIEX | ExionLC | SCIEX | Triple Quad 4500 | 四重極型 |

表 24 分離カラム

| 機関 番号 | メーカー名 | 型式 | 内径(mm) | 長さ (cm) | 粒子径(μm) |
|----------|------------|----------------------------|--------|---------|---------|
| 2 | Waters | ACQUITY UPLC HSS T3 | 2.1 | 10 | 1.8 |
| 12 | GLサイエンス | Inertsustain C18 | 2.1 | 100 | 2 |
| 15 | ワイエムシィ | YMC-Triart C18 | 2.1 | 10 | 1.9 |
| 16 | 大阪ソーダ | CAPCELL PAK C18 | 3 | 15 | 3 |
| 22 | GLサイエンス | Inert Sustain C18HP | 3 | 15 | 3 |
| 23 | 日本ウォーターズ | ACQUITY UPLC HSS T3 | 3.0 | 10 | 1.8 |
| 24 | ジューエルサイエンス | Inertsustain C18 HP | 4.6 | 15 | 3.0 |
| 25 | 日本ウォーターズ | ACQUITY UPLC HSS T3 Column | 3.0 | 10 | 1.8 |
| 26 | 大阪ソーダ | C18 MGIII | 3.0 | 15 | 3 |
| 27 | GLサイエンス | InertSustainC18 | 3.0 | 10 | 3 |
| 28 | GL Science | Inert Sustain C18 | 2.1 | 15 | 3 |
| 29 | GLサイエンス | InertSustainC18HP | 3.0 | 15 | 3 |

表 25 測定条件 (液体クロマトグラフ)

| 機関 番号 | 液体クロマトグラフの測定条件 | | | 移動相 | | | |
|----------|-----------------------|-------------------|--------------------|------------------|------------------------|----------------|--|
| | カラム オープン 温度(°C) | 試料注 入量 (μL) | サンプル 温度 (°C) | A 液の種類 | B 液の種類 | 流量 (mL/min) | 条件 |
| 2 | 40 | 10 | 5 | ぎ酸 (0.2v/v%) | メチルアル コール | 0.3 | A:B=99.5:0.5(0-1.5min)→80:20(1.5-5.0min)→ 20:80(5.0-6.0min)→99.5:0.5(6.0-11.0min) |
| 12 | 50 | 25 | 4 | メチルアル コール | ぎ酸 (0.1v/v%) | 0.2 | A:B=70:30(0min)→70:30(0-1min)→40:60(1-4min)→ 5:95(4-5.5min)→5:95(5.5-8)→70:30(8.01min) |
| 15 | 40 | 10 | 5 | メチルアル コール | ぎ酸 (0.2v/v%) | 0.3 | A:B=80:20(0-2min)→5:95(3-4min)→80:20(4.1-6min) |
| 16 | 50 | 30 | 4 | 0.2v/v%ぎ 酸水溶液 | 0.2v/v%ぎ 酸メタノー ル | 0.50 | A:B=99:1(0.00min)→0:100(0.00-7.00min)→ 0:100(7.00-10.00min)→99:1(10.00-10.01min)→ 99:1(10.01-15.00min) |

| 機関 番号 | 液体クロマトグラフの測定条件 | | | 移動相 | | | |
|----------|-----------------------|-------------------------|--------------------|---------------------|--------------------------|----------------|--|
| | カラム オープン 温度(°C) | 試料注 入量 (μ L) | サンプル 温度 (°C) | A 液の種類 | B 液の種類 | 流量 (mL/min) | 条件 |
| 22 | 40 | 20 | 5 | メチルアル コール | ぎ酸 (0.2v/v%) | 1.0 | A:B=80:20(0min)→80:20(0-2min)→5:95(2-4min)→ 80:20(4.0-4.1min)→80:20(4.1-8min) |
| 23 | 40 | 50 | 10 | ぎ酸水溶液 (0.05v/v%) | アセトニト リル | 0.3 | A:B=95 : 5(0-0.3min)→20 : 80(0.3-3.8min)→10 : 90(3.8-4.0min)→95 : 5(4.0-5.0min) |
| 24 | 40 | 20 | 4 | ぎ酸 (0.2v/v%) | メチルアル コール | 1.0 | A : B=80 : 20 (0-2 min)→5 : 95 (3-4 min)→80 : 20 (4.1-6 min) |
| 25 | 40 | 50 | 5 | ぎ酸 (0.05 v/v%) | アセトニト リル | 0.35 | A:B=95:5(0-0.3min)→20:80(3.3min)→10:90(3.5min) →95:5(4.5min) |
| 26 | 50 | 30 | 4 | 0.2v/v%ぎ 酸水溶液 | 0.2v/v%ぎ 酸メタノー ル溶液 | 0.5 | A:B=99:1(0min)→(7min)→0:100(3min)→ 99:1(15min) |
| 27 | 35 | 20 | 4 | ぎ酸 (0.2v/v%) | メチルアル コール | 0.3 | A:B=95:5(0min)→10:90(0 - 3min)→10:90(3 - 8min) →95:5(8.01 - 15min) |
| 28 | 40 | 50 | 10 | 0.05%ぎ酸 水溶液 | アセトニト リル | 0.40 | A:B=99:1(0min) → 80:20(1.5min) → 10:90(3min) → 10:90(4.5min) → 99:1(4.6min) |
| 29 | 40 | 25 | 5 | ぎ酸 (0.2%) | メチルアル コール | 0.4 | A:B=95:5(0-0.01min)→0:100(0.01-9.5min)→ 95:5(9.5-9.6min)→95 : 5 (9.6-12min) |

表 26 測定条件 (質量分析計)

| 機関 番号 | 質量分析計の測定条件 | | | | イオン 検出方法 | 定量方法 | 質量数 (m/z) | |
|----------|----------------------|----------------------|-----------------------|--------------------------------|-------------|-------|-------------|--------------|
| | キャピラ リー電圧 (kV) | イオン源温度 (°C) | 脱溶媒ガスの 流量 (L/hr) | 脱溶媒ガスの温 度(°C) | | | モニター イオン | プリカーサ イオン |
| 2 | 0.50 | 120 | 1000 | 300 | SRM | ピーク面積 | 83 | 127 |
| 12 | 4 | 100 | 180 | 160 | SRM | ピーク面積 | 83 | 127 |
| 15 | -4.5 | 450 | - | 450 | SRM | ピーク面積 | 83 | 127 |
| 16 | -1.0 | 100 | 600 | 160 | SRM | ピーク面積 | 127,82.9 | 127 |
| 22 | -3.5 | 350 | 660 | 350 | SRM | ピーク面積 | 127 | 83 |
| 23 | 0.5 | 120 | 1200 | 250 | SRM | ピーク面積 | 82.8 | 126.9 |
| 24 | -3.5 | - | 660 | 450 | SRM | ピーク面積 | 83 | 127 |
| 25 | 0.4 | 120 | 1000 | 500 | SRM | ピーク面積 | 82.9 | 126.9 |
| 26 | -3.5 | 100(インター フェイス温度) | 300 | DL 温度 150 ヒートブロック 温度 100 | SRM | ピーク面積 | 127,83 | 127 |
| 27 | - 4.5kV | 300°C(ターボ ヒーター温度) | 70psi(イオン ソースガス 1) | 30psi(カーテン ガス 1) | SRM | ピーク面積 | 127 | 83 |
| 28 | 0.55 | 120 | 1200 | 250 | MRM | ピーク面積 | 82.9 | 126.8 |
| 29 | -4.5 | 350 | 792 | 350 | SRM | ピーク面積 | 83 | 127 |

表 27 棄却された機関のアンケート結果

| 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 |
|------|---|---|
| 29 | <ul style="list-style-type: none"> ・LC-MS 設置メーカーの設置ミスにより、LC システムの配管ラベルが逆に取り付けられていた。妥当性確認試験はクリアしているが影響を受けていた可能性がある。 ・システムとしての平衡化が不十分だった可能性がある。 | <ul style="list-style-type: none"> ・ポンプ A、ポンプ B の配管を入れ替え、連続測定を実施し、正常の結果が得られた。 ・システムが安定するまでの時間を確認予定。 |

<参考データ> ジクロロ酢酸以外に検出された物質の測定値

| 機関番号 | その他分析項目の測定値 |
|------|---------------------------|
| 1 | クロロ酢酸 3.954 トリクロロ酢酸 - |
| 2 | ジクロロ酢酸 4.538、トリクロロ酢酸- |
| 3 | クロロ酢酸 4.268 |
| 4 | クロロ酢酸 5.051、トリクロロ酢酸 - |
| 5 | クロロ酢酸 4.591 |
| 6 | クロロ酢酸 4.291 |
| 7 | クロロ酢酸 4.339 |
| 8 | クロロ酢酸 5.020、トリクロロ酢酸 1.100 |
| 9 | クロロ酢酸 4.804 トリクロロ酢酸 - |
| 10 | - |
| 11 | クロロ酢酸 4.664 トリクロロ酢酸 - |
| 12 | クロロ酢酸 4.409 |
| 13 | クロロ酢酸 2.761 |
| 14 | クロロ酢酸 4.638 トリクロロ酢酸 0.113 |
| 15 | クロロ酢酸 4.877、トリクロロ酢酸 - |

| 機関番号 | その他分析項目の測定値 |
|------|------------------------|
| 16 | クロロ酢酸 4.417 |
| 17 | クロロ酢酸 4.696、トリクロロ酢酸 - |
| 18 | クロロ酢酸 2.88、トリクロロ酢酸 - |
| 19 | クロロ酢酸 4.556 |
| 20 | クロロ酢酸 5.200 トリクロロ酢酸 - |
| 21 | クロロ酢酸 5.142 |
| 22 | クロロ酢酸 4.632、トリクロロ酢酸- |
| 23 | クロロ酢酸 4.867、トリクロロ酢酸 - |
| 24 | クロロ酢酸 4.216 |
| 25 | クロロ酢酸 5.484 |
| 26 | ジクロロ酢酸以外は定量せず。 |
| 27 | クロロ酢酸 4.873 |
| 28 | クロロ酢酸 4.828 |
| 29 | クロロ酢酸 5.39 トリクロロ酢酸 (-) |

千葉県衛生研究所の配付試料（クロロ酢酸）の測定結果

| | 容器別測定値 (µg/L) | | | | | 平均値 (µg/L) | 標準偏差 (µg/L) | 変動係数 (%) |
|-----------|---------------|------|------|------|------|------------|-------------|----------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | | | |
| 0日目 | 4.81 | 4.67 | 5.40 | 4.33 | 4.37 | 4.716 | 0.4323 | 9.17 |
| 2日目 | 4.92 | 5.18 | 4.87 | 4.96 | 4.72 | 4.930 | 0.1667 | 3.38 |
| 4日目 | 4.72 | 4.78 | 5.10 | 4.46 | 4.86 | 4.784 | 0.2317 | 4.84 |
| 7日目 | 5.58 | 4.51 | 5.37 | 4.89 | 4.90 | 5.050 | 0.4251 | 8.42 |
| 平均 (n=20) | | | | | | 4.870 | 0.3350 | 6.88 |

令和3年度水質検査外部精度管理実施要領

1. 精度管理対象項目

マンガン及びその化合物（以下、「マンガン」という。）

ジクロロ酢酸

2. 概要及びフロー

参加機関は、千葉県衛生研究所から送付された未知濃度の試料を、通常の水質検査業務と同様の方法（各機関の検査実施標準作業書（以下、「SOP」という。））により濃度を測定し、千葉県衛生研究所生活環境研究室宛に結果を報告する。千葉県衛生研究所はその報告を取りまとめ、結果等を参加機関へ公表する。

(1) 試料の配付

発送予定：令和3年9月27日（月）※9月28日（火）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28日（火）とする）

↓

(2) 試料の測定

外部精度管理開始日時：令和3年9月29日（水）午前9時

↓

(3) 報告書（電子ファイル及び書類）の提出

提出締め切り：**令和3年10月20日（水）必着**

↓

(4) 測定結果の解析及び取りまとめ

暫定結果の通知：令和3年11月予定

↓

(5) 集計結果の公表

結果公表の通知：令和4年2月予定

3. 試料の配付

- ・ 参加項目に関わらず、すべての参加機関に対し、マンガン1試料及びジクロロ酢酸1試料を配付する。
- ・ 試料の配付方法は、業者による配送または来所による受取りとする。
- ・ 配付試料に含まれる測定物質の濃度は、概ね水質基準値の1/10から水質基準値の範囲内となるよう調製している。
- ・ 試料が9月28日の午後4時までに届かない時または到着時に破損していた場合は、すみやかに千葉県衛生研究所に電話で連絡すること（直通：043-266-7983）。

| 測定項目 | 送付容器 | 内容量 | 発送方法・梱包サイズ |
|--------|----------------|----------|----------------------------------|
| マンガン | 250 mL ポリエチレン瓶 | 約 260 mL | 冷蔵配送 縦 12 cm×横 12 cm×高さ 24 cm |
| ジクロロ酢酸 | 100 mL 褐色ガラス瓶 | 約 110 mL | |

※ 1 項目のみ参加する機関は、参加項目の試料のみ測定し、参加しない項目の試料は各機関の廃棄方法に従って適切に処分すること。

4. 試料の測定

(1) 測定方法

「水質基準に関する省令の規定に基づき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 SOP に従って測定すること。

| 測定項目 | 検査方法（告示法） |
|--------|--|
| マンガン | 別表第 3：フレームレス—原子吸光光度計による一斉分析法 |
| | 別表第 4：フレーム—原子吸光光度計による一斉分析法 |
| | 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 |
| ジクロロ酢酸 | 別表第 17：溶媒抽出—誘導体化—ガスクロマトグラフ—質量分析計による一斉分析法 |
| | 別表第 17 の 2：液体クロマトグラフ—質量分析計による一斉分析法 |

(2) 外部精度管理開始日時

令和 3 年 9 月 29 日（水）午前 9 時を外部精度管理開始日時とする。本時刻を日常検査における採水時刻とし、告示法で示された制限時間内に試験を開始すること。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、冷蔵庫等の冷暗所に保存すること。
- イ 各機関で作成した SOP に従い試験を行い、マンガン及びジクロロ酢酸のいずれも測定結果を 1 つだけ各試験結果報告書に記入すること。配付試料は測定に十分な量を送付しているが、配付試料が余ってもやり直しはしないこと。
- ウ 告示法に示された試料採取時の硝酸及び残留塩素除去剤（アスコルビン酸ナトリウム）を各機関において添加する必要はない。
- エ 配付試料のうち、ジクロロ酢酸の試料には、ジクロロ酢酸以外の物質も添加しているが、ジクロロ酢酸以外の測定結果は求めない。
- オ 測定終了後の配付試料は、各機関の廃棄方法に従って適切に処分すること。

5. 試験結果報告書（電子ファイル）の提出

- (1) 千葉県健康福祉部薬務課から送付される報告書ファイル（Excel ファイル）は、マンガン及びジクロロ酢酸の2種類あるが、参加項目の測定結果及び操作に係る項目を全て入力する。

入力後、ファイル名をマンガンは「各機関の機関名_マンガン.xlsx」、ジクロロ酢酸は「各機関の機関名_ジクロロ酢酸.xlsx」に変更して保存すること。

※書式、記入順序等を変更しないこと。

- (2) マンガン及びジクロロ酢酸の報告書ファイル（Excel ファイル）は4(1)の表で示した検査方法ごとにタブ分けされているので、実施している検査法のシートのみ回答すること。実施していない検査法のシートについては削除すること。

- (3) 参加項目の電子ファイル（2項目参加する場合は2つ、1項目のみ参加の場合は参加項目のみ）を電子メールに添付し、メールの件名を「令和3年度精度管理報告書」とし、千葉県衛生研究所（eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp）へ送信する。

※Excel ファイル以外の電子ファイルは添付しないこと。

- (4) 各機関からの電子メールの受信及び添付ファイルの確認後、各機関宛てに受付完了のメールを返信するが、確認には時間を要する場合がある。

※パスワードには対応するが、添付ファイルが開けない等の不具合がある場合は受理しない（受付完了メールは送付しない）。

- (5) 試験結果報告書入力時の留意点

ア 得られた測定結果は、各機関が通常実施している SOP に従い濃度を算出し、試験結果報告書には有効数字 **4桁**（単位： $\mu\text{g/L}$ ）で入力すること。

イ 該当する全ての記入欄へ記入すること。

ウ 記入欄は、報告書の「記入例」及び「選択肢・注意事項」に従って記入すること。

エ 回答が記入欄に入りきらない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入のうえ、各シート末尾の備考欄に設問番号とともに回答を記入すること。

6. 試験結果報告書（書類）の提出

以下の書類を A4 サイズで作成し、千葉県衛生研究所へ提出する。なお、各書類の原本は、各機関で保存すること。

- (1) 印刷した試験結果報告書
- (2) 試験に使用した SOP 及び操作手順を示したフローシート等の写し
- (3) 測定データに係る書類一式の写し

測定結果の計算過程の記録、試料の希釈の記録、測定条件、サンプルスケジュール等、標準品や試薬（調製試薬）に関する記録、試料や検量線のチャート（クロマトグラム等）、検量線結果レポート等の写し

※第三者が理解できるよう、試験操作の順番に従って全ての記録を時系列に並べること。

(5) 妥当性評価書の写し

妥当性評価書については「水道水質検査方法の妥当性ガイドライン（最終改正：平成 29 年 10 月 18 日付け薬生水発 1018 第 1 号）」の別紙 2 妥当性評価書の記載例を参考とすること。

(提出先) 〒260-8715

千葉県千葉市中央区仁戸名町 666-2

千葉県衛生研究所 生活環境研究室

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 21 日後とし、期日を下表に示す。なお、試料の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 | 電子ファイル | 書類 |
|-----------------------------|---------------|-----------|
| 令和 3 年 10 月 20 日 (水) | 午後 5 時 | 必着 |

8. 評価方法

棄却検定を行い、測定値が 5 %棄却限界値を超える機関を除外する。

Z スコア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。

| 測定項目 | 評価基準 |
|--------|----------------------------------|
| マンガン | Z スコアーの絶対値が 3 以上かつ誤差率が±10%を超えた場合 |
| ジクロロ酢酸 | 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 |

- ・報告の遅延もしくは未提出、無効な測定結果及び日常の検査精度に影響のある実施要領違反と判断した結果については、測定結果を無効とし、棄却検定前に除外する。

9. 問い合わせ先

千葉県衛生研究所 生活環境研究室

電子メールアドレス：eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp

送付物チェックシート

送付漏れのないように、電子ファイルの送付、書類の送付の際にご活用ください。

なお添付の必要はありません。

| | |
|-----------|--|
| 機 関 名 | |
| 記 入 者 氏 名 | |
| 記 入 日 | |

【電子ファイル】

試験結果報告書（電子ファイル）の送付 **（10月20日午後5時 締切）**

| |
|---|
| <input type="checkbox"/> 報告書の記入漏れはないか |
| <input type="checkbox"/> メールには、Excel ファイルのみ添付しているか（送付状不要） |
| <input type="checkbox"/> メール の 件名 を「令和3年度精度管理報告書」としたか |
| <input type="checkbox"/> 電子ファイルのファイル名を「各機関の機関名_項目名.xlsx」に変更したか <input type="checkbox"/> マンガン <input type="checkbox"/> ジクロロ酢酸 |

【書類】

試験結果報告書（書類）の送付 **（10月20日必着）**

| | マンガン | ジクロロ酢酸 |
|-----------------------|--------------------------|--------------------------|
| 印刷した試験結果報告書 | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| SOP の写し | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 操作手順を示したフローシート等の写し | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 測定データに係る書類一式の写し | | |
| 測定結果の計算過程の記録 | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 試料の希釈の記録 | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 測定条件、サンプルスケジュール等 | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 標準品や試薬（調製試薬）に関する記録 | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 試料や検量線のチャート（クロマトグラム等） | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 検量線結果レポート等の写し | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 測定結果を得るための必要な全ての情報 | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 妥当性評価書の写し | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |

試験結果報告書(マンガン及びその化合物)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、またその他は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

別表第3: フレームレス—原子吸光度計による一斉分析法

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 | |
|------|-------------|----------------------|-------------|--|---|--|
| 1 | 試験機関名 | | | 〇〇市水道局 | | |
| 2 | 試料到着日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に到着した日時を記入 | |
| 3 | 試料の保存温度(°C) | | | 4 | 自機関での試料保存温度(°C)を記入 | |
| 4 | 試験開始日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 試験操作を開始した日時を記入 | |
| 5 | 試料開封日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 試料を開封した日時を記入 | |
| 6 | 分析開始日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 分析を開始した日時を記入 | |
| 7 | 測定結果(μg/L) | | | 10.00 | 測定結果を一つだけ記入 有効数字は4桁で記入 | |
| 8 | 一斉分析項目 | | | カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、 六価クロム、亜鉛、アルミニウム、 鉄、銅、ナトリウム | 一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「なし」と記入 | |
| 9 | 妥当性 評価 | 検量線の 評価の 実施状況 | キャリーオーバーの評価 | 実施 | 「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(最終改正平成29年10月18日付薬生水発1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入 | |
| 10 | | | 真度・精度の評価 | 実施 | | |
| 11 | | 添加試料の 評価の 実施状況 | 真度・併行精度の評価 | 実施 | | |
| 12 | | | 添加を行った水 | 水道水 | | 【水道水・水道水及び精製水・精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合(井戸水等)は具体的に記入 |
| 13 | | | 評価した濃度 | 定量下限値(精製水) 10 μg/L(水道水) | | 添加濃度が定量下限値と同じ場合は、「定量下限値」、異なる場合は濃度に単位をつけ、添加した水の種類とともに記入 |
| 14 | 検量線 | フィッティング方法 | | 直線 | 【直線・2次曲線】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 | |
| 15 | | 検量線の点数 | | 4 | 測定に用いた検量線の濃度点の数を記入 | |
| 16 | | 検量線の設定濃度(μg/L) | | 5, 10, 20, 50 | 設定濃度を記入(実測値は記入しない) | |
| 17 | | 重み付け | | 無 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 18 | | 原点強制通過 | | 無 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 19 | | 定量下限値(μg/L) | | 5 | マンガンの定量下限値(μg/L)を記入 | |
| 20 | | 定量下限値の設定理由 | | 基準の1/10以下 | 【告示法の濃度範囲の下限・基準の1/10以下】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 | |
| 21 | 確認用 試料 | オートサンプラー使用の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 22 | | 設定濃度(μg/L) | | 10 | 設定濃度(μg/L)を記入 | |
| 23 | | 測定結果(μg/L) | | 10.78 | 小数点以下桁数2桁で記入 | |
| 24 | | 誤差率(%) | | #DIV/0! | 自動で計算されるため、記入不要 誤差率=測定結果÷設定濃度×100-100 | |
| 25 | 空試験 | 実施の有無 | | 実施 | 【実施・未実施】のいずれかを記入 | |
| 26 | | 測定結果(μg/L) | | <5 | 空試験の測定結果を有効数字4桁で記入 定量下限値未満の場合は記入例にならって記入(記入例は定量下限値(5μg/L)未満だった場合) | |

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 |
|------|--------------------|------------------|------------|-------------------------------|---|
| 27 | 調製に 使用した 精製水 | 精製水の種類 | | 精製水製造装置 | 【精製水製造装置・市販精製水】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 28 | | 製品名もしくは製造装置 | | Merk millipore Integral5 | 製品名もしくは製造装置の名称を具体的に記入 |
| 29 | | 市販精製水の使用期限 | | 2021年○月○日 | 使用していない場合は「-」を記入 |
| 30 | 金属類 標準 原液 | 標準原液の種類 | | 市販標準原液(混合) | 【市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)・自家調製】のい ずれかを記入 |
| 31 | | マンガンの濃度(mg/L) | | 1000 | マンガンの標準原液の濃度(mg/L)を記入 |
| 32 | | 市販標準原液の値付け証明書の有無 | | 有 | 市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか 【有・無】のいずれかを記入 自家調製を使用した場合は「-」と記入 |
| 33 | | 製品名 | | マンガン標準液(Mn 1000) | 市販品の場合は、名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 |
| 34 | | メーカー名 | | 関東化学 | 市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入 |
| 35 | | カタログ番号 | | 25824-1B | 市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 |
| 36 | | グレード | | JCSS化学分析用(原子吸光分 析用、ICP分析用) | 自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記 入 |
| 37 | | 期限設定 | | 1年 | 【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 38 | | 使用期限 | | 2021年○月○日 | 市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している 使用期限を記入 |
| 39 | 金属類 標準液 | マンガンの濃度(mg/L) | | 1 | マンガンの標準液の濃度(mg/L)を記入 |
| 40 | | 期限設定 | | 1年 | 【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 41 | | 調製年月日 | | 2021年○月○日 | 標準原液から標準液を調製した年月日を記入 |
| 42 | 硝酸 | 製品名 | | 硝酸1.42 | |
| 43 | | メーカー名 | | 関東化学 | |
| 44 | | カタログ番号 | | 28161-00 | |
| 45 | | グレード | | 特級 | |
| 46 | | 使用期限 | | 2021年○月○日 | 試験に使用した硝酸の使用期限を記入 |
| 47 | | 前処理 | 試料の分取量(mL) | | 50 |
| 48 | 試料の加熱処理の有無 | | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 49 | 試料の希釈の有無 | | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 50 | 希釈倍率(倍) | | | 5 | 試料の希釈を有と回答した場合は希釈倍率(倍)を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入 |
| 51 | 希釈試料の加熱処理の有無 | | | 希釈後に加熱 | 【希釈後に加熱・加熱後に希釈・無】のいずれかを記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入 |
| 52 | 使用 機器 | メーカー名 | | アジレントテクノロジー | |
| 53 | | 型式 | | AA Duo | |
| 54 | 測定 条件 | 測定波長(nm) | | 279.5 | 試験に使用した測定波長(nm)を記入 |

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 |
|------|---------|--------------------------|-----|--|--|
| 55 | 使用機器 | 試験日から直近1か月以内の消耗品・部品交換の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 56 | | 定期点検の頻度 | | 1回/年 | 【1回/年・1回/2年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 57 | 使用器具 | マイクロピペットの校正の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 58 | | マイクロピペットの校正の頻度 | | 1回/年 | 【使用の都度・1回/年・1回/2年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 59 | | マイクロピペットの校正の方法 | | 業者委託 | 【自主点検・業者委託】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 60 | | 器具類の硝酸浸漬容器での洗浄 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 61 | | 浸漬洗浄用の硝酸濃度 | | 1% | 精製水に対する硝酸の凡その濃度を記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 62 | | 浸漬洗浄用の硝酸の交換頻度 | | 1回/年 | 【1回/月・1回/半年・1回/年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 63 | 精製水製造装置 | 比抵抗値(MΩ・cm) | | 18.2 | 試験日または試験日直近の日常点検時の精製水製造装置の比抵抗値(MΩ×cm)の表示値を記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 64 | | TOC値(ppb) | | <1 | 試験日または試験日直近の日常点検時の精製水製造装置のTOC値(ppb)の表示値を記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 65 | | 定期点検の頻度 | | 1回/年 | 【1回/年・1回/2年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 66 | その他 | SOP規定の一斉分析項目 | | カドミウム、セレン、鉛、ヒ素、六価クロム、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム | 水道水質検査のためのSOP(標準作業手順書)で規定されている一斉分析の項目を記入 |
| 67 | | 令和2年度の検査実績(件) | | 20 | 水道水質検査の令和2年度の検査実績(件)を記入 |
| 68 | | 水道水以外の検査の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 水道水以外: 鉱泉、河川水、排水等 |

貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。

本精度管理について、意見の記入をお願いします。

備考欄

報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。
また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

試験結果報告書(マンガン及びその化合物)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、またその他は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

別表第4: フレーム—原子吸光度計による一斉分析法

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 | |
|------|-------------|----------------|-------------|----------------------------|---|--|
| 1 | 試験機関名 | | | 〇〇市水道局 | | |
| 2 | 試料到着日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に到着した日時を記入 | |
| 3 | 試料の保存温度(°C) | | | 4 | 自機関での試料保存温度(°C)を記入 | |
| 4 | 試験開始日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 試験操作を開始した日時を記入 | |
| 5 | 試料開封日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 試料を開封した日時を記入 | |
| 6 | 分析開始日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 分析を開始した日時を記入 | |
| 7 | 測定結果(μg/L) | | | 10.00 | 測定結果を一つだけ記入 有効数字は4桁で記入 | |
| 8 | 一斉分析項目 | | | 亜鉛、鉄、銅、ナトリウム、カルシウム、マグネシウム | 一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「なし」と記入 | |
| 9 | 妥当性評価 | 検量線の評価の実施状況 | キャリーオーバーの評価 | 実施 | 「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(最終改正平成29年10月18日付薬生水発1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入 | |
| 10 | | | 真度・精度の評価 | 実施 | | |
| 11 | | 添加試料の評価の実施状況 | 真度・併行精度の評価 | 実施 | | |
| 12 | | | 添加を行った水 | 水道水 | | 【水道水・水道水及び精製水・精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合(井戸水等)は具体的に記入 |
| 13 | | | 評価した濃度 | 定量下限値(精製水) 10 μg/L(水道水) | | 添加濃度が定量下限値と同じ場合は、「定量下限値」、異なる場合は濃度に単位をつけ、添加した水の種類とともに記入 |
| 14 | 検量線 | フィッティング方法 | | 直線 | 【直線・2次曲線】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 | |
| 15 | | 検量線の点数 | | 4 | 測定に用いた検量線の濃度点の数を記入 | |
| 16 | | 検量線の設定濃度(μg/L) | | 5, 10, 20, 50 | 設定濃度を記入(実測値は記入しない) | |
| 17 | | 重み付け | | 無 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 18 | | 原点強制通過 | | 無 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 19 | | 定量下限値(μg/L) | | 5 | マンガンの定量下限値(μg/L)を記入 | |
| 20 | | 定量下限値の設定理由 | | 基準の1/10以下 | 【告示法の濃度範囲の下限・基準の1/10以下】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 | |
| 21 | 確認用試料 | オートサンプラー使用の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 22 | | 設定濃度(μg/L) | | 10 | 設定濃度(μg/L)を記入 | |
| 23 | | 測定結果(μg/L) | | 10.78 | 小数点以下桁数2桁で記入 | |
| 24 | | 誤差率(%) | | #DIV/0! | 自動で計算されるため、記入不要 誤差率=測定結果÷設定濃度×100-100 | |
| 25 | 空試験 | 実施の有無 | | 実施 | 【実施・未実施】のいずれかを記入 | |
| 26 | | 測定結果(μg/L) | | <5 | 空試験の測定結果を有効数字4桁で記入 定量下限値未満の場合は記入例にならって記入(記入例は定量下限値(5μg/L)未満だった場合) | |

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 |
|------|--------------------|------------------|-----|-------------------------------|---|
| 27 | 調製に 使用した 精製水 | 精製水の種類 | | 精製水製造装置 | 【精製水製造装置・市販精製水】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 28 | | 製品名もしくは製造装置 | | Merk millipore Integral5 | 製品名もしくは製造装置の名称を具体的に記入 |
| 29 | | 市販精製水の使用期限 | | 2021年○月○日 | 使用していない場合は「-」を記入 |
| 30 | 金属類 標準 原液 | 標準原液の種類 | | 市販標準原液(混合) | 【市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)・自家調製】の いずれかを記入 |
| 31 | | マンガンの濃度(mg/L) | | 1000 | マンガンの標準原液の濃度(mg/L)を記入 |
| 32 | | 市販標準原液の値付け証明書の有無 | | 有 | 市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか 【有・無】のいずれかを記入 自家調製を使用した場合は「-」と記入 |
| 33 | | 製品名 | | マンガン標準液(Mn 1000) | 市販品の場合は、名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 |
| 34 | | メーカー名 | | 関東化学 | 市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入 |
| 35 | | カタログ番号 | | 25824-1B | 市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 |
| 36 | | グレード | | JCSS化学分析用(原子吸光分 析用、ICP分析用) | 自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記 入 |
| 37 | | 期限設定 | | 1年 | 【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 38 | | 使用期限 | | 2021年○月○日 | 市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している 使用期限を記入 |
| 39 | 金属類 標準液 | マンガンの濃度(mg/L) | | 1 | マンガンの標準液の濃度(mg/L)を記入 |
| 40 | | 期限設定 | | 1年 | 【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 41 | | 調製年月日 | | 2021年○月○日 | 標準原液から標準液を調製した年月日を記入 |
| 42 | 硝酸 | 製品名 | | 硝酸1.42 | |
| 43 | | メーカー名 | | 関東化学 | |
| 44 | | カタログ番号 | | 28161-00 | |
| 45 | | グレード | | 特級 | |
| 46 | | 使用期限 | | 2021年○月○日 | 試験に使用した硝酸の使用期限を記入 |
| 47 | 前処理 | 試料の分取量(mL) | | 50 | 試料の分取量(mL)を記入 |
| 48 | | 試料の加熱処理の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 49 | | 試料の希釈の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 50 | | 希釈倍率(倍) | | 5 | 試料の希釈を有と回答した場合は希釈倍率(倍)を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入 |
| 51 | | 希釈試料の加熱処理の有無 | | 希釈後に加熱 | 【希釈後に加熱・加熱後に希釈・無】のいずれかを記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入 |
| 52 | 使用 機器 | メーカー名 | | アジレントテクノロジー | |
| 53 | | 型式 | | AA Duo | |
| 54 | 測定 条件 | 測定波長(nm) | | 279.5 | 試験に使用した測定波長(nm)を記入 |

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 |
|------|---------|--------------------------|-----|---------------------------|--|
| 55 | 使用機器 | 試験日から直近1か月以内の消耗品・部品交換の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 56 | | 定期点検の頻度 | | 1回/年 | 【1回/年・1回/2年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 57 | 使用器具 | マイクロピペットの校正の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 58 | | マイクロピペットの校正の頻度 | | 1回/年 | 【使用の都度・1回/年・1回/2年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 59 | | マイクロピペットの校正の方法 | | 業者委託 | 【自主点検・業者委託】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 60 | | 器具類の硝酸浸漬容器での洗浄 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 61 | | 浸漬洗浄用の硝酸濃度 | | 1% | 精製水に対する硝酸の凡その濃度を記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 62 | | 浸漬洗浄用の硝酸の交換頻度 | | 1回/年 | 【1回/月・1回/半年・1回/年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 63 | 精製水製造装置 | 比抵抗値(MΩ・cm) | | 18.2 | 試験日または試験日直近の日常点検時の精製水製造装置の比抵抗値(MΩ×cm)の表示値を記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 64 | | TOC値(ppb) | | <1 | 試験日または試験日直近の日常点検時の精製水製造装置のTOC値(ppb)の表示値を記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 65 | | 定期点検の頻度 | | 1回/年 | 【1回/年・1回/2年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 66 | その他 | SOP規定の一斉分析項目 | | 亜鉛、鉄、銅、ナトリウム、カルシウム、マグネシウム | 水道水質検査のためのSOP(標準作業手順書)で規定されている一斉分析の項目を記入 |
| 67 | | 令和2年度の検査実績(件) | | 20 | 水道水質検査の令和2年度の検査実績(件)を記入 |
| 68 | | 水道水以外の検査の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 水道水以外: 鉱泉、河川水、排水等 |

貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。

本精度管理について、意見の記入をお願いします。

備考欄

報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。
また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

試験結果報告書(マンガン及びその化合物)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、またその他は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

別表第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

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 | |
|------|-------------|----------------|-------------|--|---|--|
| 1 | 試験機関名 | | | 〇〇市水道局 | | |
| 2 | 試料到着日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に到着した日時を記入 | |
| 3 | 試料の保存温度(°C) | | | 4 | 自機関での試料保存温度(°C)を記入 | |
| 4 | 試験開始日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 試験操作を開始した日時を記入 | |
| 5 | 試料開封日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 試料を開封した日時を記入 | |
| 6 | 分析開始日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 分析を開始した日時を記入 | |
| 7 | 測定結果(μg/L) | | | 10.00 | 測定結果を一つだけ記入 有効数字は4桁で記入 | |
| 8 | 一斉分析項目 | | | 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、カルシウム、マグネシウム | 一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「なし」と記入 | |
| 9 | 妥当性評価 | 検量線の評価の実施状況 | キャリーオーバーの評価 | 実施 | 「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(最終改正平成29年10月18日付薬生水発1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入 | |
| 10 | | | 真度・精度の評価 | 実施 | | |
| 11 | | 添加試料の評価の実施状況 | 真度・併行精度の評価 | 実施 | | |
| 12 | | | 添加を行った水 | 水道水 | | 【水道水・水道水及び精製水・精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合(井戸水等)は具体的に記入 |
| 13 | | | 評価した濃度 | 定量下限値(精製水) 10 μg/L(水道水) | | 添加濃度が定量下限値と同じ場合は、「定量下限値」、異なる場合は濃度に単位をつけ、添加した水の種類とともに記入 |
| 14 | 検量線 | フィッティング方法 | | 直線 | 【直線・2次曲線】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 | |
| 15 | | 検量線の点数 | | 4 | 測定に用いた検量線の濃度点の数を記入 | |
| 16 | | 検量線の設定濃度(μg/L) | | 5, 10, 20, 50 | 設定濃度を記入(実測値は記入しない) | |
| 17 | | 重み付け | | 無 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 18 | | 原点強制通過 | | 無 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 19 | | 定量下限値(μg/L) | | 5 | マンガンの定量下限値(μg/L)を記入 | |
| 20 | | 定量下限値の設定理由 | | 基準の1/10以下 | 【告示法の濃度範囲の下限・基準の1/10以下】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 | |
| 21 | 確認用試料 | オートサンプラー使用の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 22 | | 設定濃度(μg/L) | | 10 | 設定濃度(μg/L)を記入 | |
| 23 | | 測定結果(μg/L) | | 10.78 | 小数点以下桁数2桁で記入 | |
| 24 | | 誤差率(%) | | #DIV/0! | 自動で計算されるため、記入不要 誤差率=測定結果-設定濃度×100-100 | |
| 25 | 空試験 | 実施の有無 | | 実施 | 【実施・未実施】のいずれかを記入 | |
| 26 | | 測定結果(μg/L) | | <5 | 空試験の測定結果を有効数字4桁で記入 定量下限値未満の場合は記入例にならって記入(記入例は定量下限値(5μg/L)未満だった場合) | |

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 |
|------|--------------------|------------------|---------------|-------------------------------|---|
| 27 | 調製に 使用した 精製水 | 精製水の種類 | | 精製水製造装置 | 【精製水製造装置・市販精製水】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 28 | | 製品名もしくは製造装置 | | Merk millipore Integral5 | 製品名もしくは製造装置の名称を具体的に記入 |
| 29 | | 市販精製水の使用期限 | | 2021年○月○日 | 使用していない場合は「-」を記入 |
| 30 | 金属類 標準 原液 | 標準原液の種類 | | 市販標準原液(混合) | 【市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)・自家調製】のい ずれかを記入 |
| 31 | | マンガンの濃度(mg/L) | | 1000 | マンガンの標準原液の濃度(mg/L)を記入 |
| 32 | | 市販標準原液の値付け証明書の有無 | | 有 | 市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか 【有・無】のいずれかを記入 自家調製を使用した場合は「-」と記入 |
| 33 | | 製品名 | | マンガン標準液(Mn 1000) | 市販品の場合は、名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 |
| 34 | | メーカー名 | | 関東化学 | 市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入 |
| 35 | | カタログ番号 | | 25824-1B | 市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 |
| 36 | | グレード | | JCSS化学分析用(原子吸光分 析用、ICP分析用) | 自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記 入 |
| 37 | | 期限設定 | | 1年 | 【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 38 | | 使用期限 | | 2021年○月○日 | 市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している 使用期限を記入 |
| 39 | | 金属類 標準液 | マンガンの濃度(mg/L) | | 1 |
| 40 | 期限設定 | | | 1年 | 【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 41 | 調製年月日 | | | 2021年○月○日 | 標準原液から標準液を調製した年月日を記入 |
| 42 | 硝酸 | 製品名 | | 硝酸1.42 | |
| 43 | | メーカー名 | | 関東化学 | |
| 44 | | カタログ番号 | | 28161-00 | |
| 45 | | グレード | | 特級 | |
| 46 | | 使用期限 | | 2021年○月○日 | 試験に使用した硝酸の使用期限を記入 |
| 47 | | 内部 標準 原液 | 内部標準物質 | | イットリウム |
| 48 | 標準原液の種類 | | | 市販標準原液(混合) | 【市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)・自家調製】のい ずれかを記入 |
| 49 | 内部標準物質の濃度(mg/L) | | | 1000 | 内部標準物質の標準原液の濃度(mg/L)を記入 |
| 50 | 市販標準原液の値付け証明書の有無 | | | 有 | 市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか 【有・無】のいずれかを記入 自家調製を使用した場合は「-」と記入 |
| 51 | 製品名 | | | イットリウム標準液(Y 1000) | 市販品の場合は、名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 |
| 52 | メーカー名 | | | 富士フィルム和光純薬 | 市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入 |
| 53 | カタログ番号 | | | 255-00671 | 市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 |
| 54 | グレード | | | ICP分析用 | 自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記 入 |
| 55 | 期限設定 | | | 1年 | 【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 56 | 使用期限 | | | 2021年○月○日 | 市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している 使用期限を記入 |
| 57 | 内部 標準液 | 内部標準物質の濃度(mg/L) | | 5 | 内部標準物質の標準液の濃度(mg/L)を記入 |
| 58 | | 期限設定 | | 1年 | 【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 59 | | 調製年月日 | | 2021年○月○日 | 標準原液から標準液を調製した年月日を記入 |

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 | |
|------|-----------|---------------|--------------------------|--|--|--|
| 60 | 前処理 | 試料の分取量(mL) | | 50 | 試料の分取量(mL)を記入 | |
| 61 | | 試料の加熱処理の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 62 | | 試料の希釈の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 63 | | 希釈倍率(倍) | | 5 | 試料の希釈を有と回答した場合は希釈倍率(倍)を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入 | |
| 64 | | 希釈試料の加熱処理の有無 | | 希釈後に加熱 | 【希釈後に加熱・加熱後に希釈・無】のいずれかを記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入 | |
| 65 | 使用機器 | メーカー名 | | アジレントテクノロジー | | |
| 66 | | 型式 | | 5900 ICP-OES | | |
| 67 | 測定条件 | 測定波長(nm) | | 257.610 | 試験に使用した測定波長(nm)を記入 | |
| 68 | 日常点検・定期点検 | 使用機器 | 試験日から直近1か月以内の消耗品・部品交換の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 69 | | | 定期点検の頻度 | | 1回/年 | 【1回/年・1回/2年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 70 | | 使用器具 | マイクロピペットの校正の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 71 | | | マイクロピペットの校正の頻度 | | 1回/年 | 【使用の都度・1回/年・1回/2年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 72 | | | マイクロピペットの校正の方法 | | 業者委託 | 【自主点検・業者委託】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 73 | | | 器具類の硝酸浸漬容器での洗浄 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 74 | | | 浸漬洗浄用の硝酸濃度 | | 1% | 精製水に対する硝酸の凡その濃度を記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 75 | | | 浸漬洗浄用の硝酸の交換頻度 | | 1回/年 | 【1回/月・1回/半年・1回/年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 76 | | 精製水製造装置 | 比抵抗値(MΩ・cm) | | 18.2 | 試験日または試験日直近の日常点検時の精製水製造装置の比抵抗値(MΩ×cm)の表示値を記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 77 | | | TOC値(ppb) | | <1 | 試験日または試験日直近の日常点検時の精製水製造装置のTOC値(ppb)の表示値を記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 78 | 定期点検の頻度 | | | 1回/年 | 【1回/年・1回/2年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 | |
| 79 | その他 | SOP規定の一斉分析項目 | | 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、カルシウム、マグネシウム | 水道水質検査のためのSOP(標準作業手順書)で規定されている一斉分析の項目を記入 | |
| 80 | | 令和2年度の検査実績(件) | | 20 | 水道水質検査の令和2年度の検査実績(件)を記入 | |
| 81 | | 水道水以外の検査の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 水道水以外: 鉱泉、河川水、排水等 | |

貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。

本精度管理について、意見の記入をお願いします。

備考欄

報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。
また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

試験結果報告書(マンガン及びその化合物)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、またその他は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

別表第6: 誘導結合プラズマ-質量分析装置による一斉分析法

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 | |
|------|-------------|----------------------|-------------|---|---|--|
| 1 | 試験機関名 | | | 〇〇市水道局 | | |
| 2 | 試料到着日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に到着した日時を記入 | |
| 3 | 試料の保存温度(°C) | | | 4 | 自機関での試料保存温度(°C)を記入 | |
| 4 | 試験開始日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 試験操作を開始した日時を記入 | |
| 5 | 試料開封日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 試料を開封した日時を記入 | |
| 6 | 分析開始日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 分析を開始した日時を記入 | |
| 7 | 測定結果(μg/L) | | | 10.00 | 測定結果を一つだけ記入 有効数字は4桁で記入 | |
| 8 | 一斉分析項目 | | | 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、 カルシウム、マグネシウム | 一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「なし」と記入 | |
| 9 | 妥当性 評価 | 検量線の 評価の 実施状況 | キャリーオーバーの評価 | 実施 | 「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(最終改正平成29年10月18日付薬生水発1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入 | |
| 10 | | | 真度・精度の評価 | 実施 | | |
| 11 | | 添加試料の 評価の 実施状況 | 真度・併行精度の評価 | 実施 | | |
| 12 | | | 添加を行った水 | 水道水 | | 【水道水・水道水及び精製水・精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合(井戸水等)は具体的に記入 |
| 13 | | | 評価した濃度 | 定量下限値(精製水) 10 μg/L(水道水) | | 添加濃度が定量下限値と同じ場合は、「定量下限値」、異なる場合は濃度に単位をつけ、添加した水の種類とともに記入 |
| 14 | 検量線 | フィッティング方法 | | 直線 | 【直線・2次曲線】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 | |
| 15 | | 検量線の点数 | | 4 | 測定に用いた検量線の濃度点の数を記入 | |
| 16 | | 検量線の設定濃度(μg/L) | | 5, 10, 20, 50 | 設定濃度を記入(実測値は記入しない) | |
| 17 | | 重み付け | | 無 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 18 | | 原点強制通過 | | 無 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 19 | | 定量下限値(μg/L) | | 5 | マンガンの定量下限値(μg/L)を記入 | |
| 20 | | 定量下限値の設定理由 | | 基準の1/10以下 | 【告示法の濃度範囲の下限・基準の1/10以下】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 | |
| 21 | 確認用 試料 | オートサンプラー使用の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 22 | | 設定濃度(μg/L) | | 10 | 設定濃度(μg/L)を記入 | |
| 23 | | 測定結果(μg/L) | | 10.78 | 小数点以下桁数2桁で記入 | |
| 24 | | 誤差率(%) | | #DIV/0! | 自動で計算されるため、記入不要 誤差率=測定結果÷設定濃度×100-100 | |
| 25 | 空試験 | 実施の有無 | | 実施 | 【実施・未実施】のいずれかを記入 | |
| 26 | | 測定結果(μg/L) | | <5 | 空試験の測定結果を有効数字4桁で記入 定量下限値未満の場合は記入例にならって記入(記入例は定量下限値(5μg/L)未満だった場合) | |

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 |
|------|--------------------|------------------|---------------|---------------------------------------|---|
| 27 | 調製に 使用した 精製水 | 精製水の種類 | | 精製水製造装置 | 【精製水製造装置・市販精製水】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 28 | | 製品名もしくは製造装置 | | Merk millipore Integral5 | 製品名もしくは製造装置の名称を具体的に記入 |
| 29 | | 市販精製水の使用期限 | | 2021年○月○日 | 使用していない場合は「-」を記入 |
| 30 | 金属類 標準 原液 | 標準原液の種類 | | 市販標準原液(混合) | 【市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)・自家調製】のい ずれかを記入 |
| 31 | | マンガンの濃度(mg/L) | | 1000 | マンガンの標準原液の濃度(mg/L)を記入 |
| 32 | | 市販標準原液の値付け証明書の有無 | | 有 | 市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか 【有・無】のいずれかを記入 自家調製を使用した場合は「-」と記入 |
| 33 | | 製品名 | | マンガン標準液(Mn 1000) | 市販品の場合は、名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 |
| 34 | | メーカー名 | | 関東化学 | 市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入 |
| 35 | | カタログ番号 | | 25824-1B | 市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 |
| 36 | | グレード | | JCSS化学分析用(原子吸光分 析用、ICP分析用) | 自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記 入 |
| 37 | | 期限設定 | | 1年 | 【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 38 | | 使用期限 | | 2021年○月○日 | 市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している 使用期限を記入 |
| 39 | | 金属類 標準液 | マンガンの濃度(mg/L) | | 1 |
| 40 | 期限設定 | | | 1年 | 【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 41 | 調製年月日 | | | 2021年○月○日 | 標準原液から標準液を調製した年月日を記入 |
| 42 | 硝酸 | 製品名 | | 硝酸1.42 | |
| 43 | | メーカー名 | | 関東化学 | |
| 44 | | カタログ番号 | | 28161-00 | |
| 45 | | グレード | | 特級 | |
| 46 | | 使用期限 | | 2021年○月○日 | 試験に使用した硝酸の使用期限を記入 |
| 47 | 内部 標準 原液 | 内部標準物質 | | イットリウム | 試験に使用した内部標準物質を記入 |
| 48 | | 標準原液の種類 | | 市販標準原液(混合) | 【市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)・自家調製】のい ずれかを記入 |
| 49 | | 内部標準物質の濃度(mg/L) | | 1000 | 内部標準物質の標準原液の濃度(mg/L)を記入 |
| 50 | | 市販標準原液の値付け証明書の有無 | | 有 | 市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか 【有・無】のいずれかを記入 自家調製を使用した場合は「-」と記入 |
| 51 | | 製品名 | | イットリウム標準液(Y 1000) | 市販品の場合は、名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 |
| 52 | | メーカー名 | | 富士フィルム和光純薬 | 市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入 |
| 53 | | カタログ番号 | | 255-00671 | 市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 |
| 54 | | グレード | | ICP分析用 | 自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記 入 |
| 55 | | 期限設定 | | 1年 | 【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 56 | 使用期限 | | 2021年○月○日 | 市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している 使用期限を記入 | |
| 57 | 内部 標準液 | 内部標準物質の濃度(mg/L) | | 5 | 内部標準物質の標準液の濃度(mg/L)を記入 |
| 58 | | 期限設定 | | 1年 | 【用時調製・半年・1年・メーカー使用期限】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 59 | | 調製年月日 | | 2021年○月○日 | 標準原液から標準液を調製した年月日を記入 |

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 | |
|------|-----------|---------------|--------------------------|---|--|--|
| 60 | 前処理 | 試料の分取量 (mL) | | 50 | 試料の分取量 (mL) を記入 | |
| 61 | | 試料の加熱処理の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 62 | | 試料の希釈の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 63 | | 希釈倍率(倍) | | 5 | 試料の希釈を有と回答した場合は希釈倍率(倍)を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入 | |
| 64 | | 希釈試料の加熱処理の有無 | | 希釈後に加熱 | 【希釈後に加熱・加熱後に希釈・無】のいずれかを記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入 | |
| 65 | 使用機器 | メーカー名 | | アジレントテクノロジー | | |
| 66 | | 型式 | | 7900 ICP-MS | | |
| 67 | 測定条件 | 測定質量数 | | 55 | | |
| 68 | 日常点検・定期点検 | 使用機器 | 試験日から直近1か月以内の消耗品・部品交換の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 69 | | | 定期点検の頻度 | | 1回/年 | 【1回/年・1回/2年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 70 | | 使用器具 | マイクロピペットの校正の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 71 | | | マイクロピペットの校正の頻度 | | 1回/年 | 【使用の都度・1回/年・1回/2年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 72 | | | マイクロピペットの校正の方法 | | 業者委託 | 【自主点検・業者委託】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 |
| 73 | | | 器具類の硝酸浸漬容器での洗浄 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 74 | | | 浸漬洗浄用の硝酸濃度 | | 1% | 精製水に対する硝酸の凡その濃度を記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 75 | | | 浸漬洗浄用の硝酸の交換頻度 | | 1回/年 | 【1回/月・1回/半年・1回/年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 76 | | 精製水製造装置 | 比抵抗値 (MΩ・cm) | | 18.2 | 試験日または試験日直近の日常点検時の精製水製造装置の比抵抗値 (MΩ×cm) の表示値を記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 77 | | | TOC値 (ppb) | | <1 | 試験日または試験日直近の日常点検時の精製水製造装置のTOC値 (ppb) の表示値を記入 使用していない場合は「-」を記入 |
| 78 | 定期点検の頻度 | | | 1回/年 | 【1回/年・1回/2年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 | |
| 79 | その他 | SOP規定の一斉分析項目 | | 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、カルシウム、マグネシウム | 水道水質検査のためのSOP(標準作業手順書)で規定されている一斉分析の項目を記入 | |
| 80 | | 令和2年度の検査実績(件) | | 20 | 水道水質検査の令和2年度の検査実績(件)を記入 | |
| 81 | | 水道水以外の検査の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 水道水以外: 鉱泉、河川水、排水等 | |

貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。

本精度管理について、意見の記入をお願いします。

備考欄

報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。
また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

試験結果報告書(ジクロロ酢酸)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、英数字以外は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

別表第17 溶媒抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 | |
|------|--------------------|----------------------|---------------|--|---|---|
| 1 | 試験機関名 | | | 〇〇市水道局 | | |
| 2 | 試料番号 | | | 38 | 試料に貼付しているラベルの右下の番号を記入 | |
| 3 | 試料到着日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に着した日時を記入 | |
| 4 | 試料の保存温度(°C) | | | 4 | 自機関での試料保存温度(°C)を記入 | |
| 5 | 試験開始日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 試験操作を開始した日時を記入 | |
| 6 | 試料開封日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 試料を開封した日時を記入 | |
| 7 | 分析開始日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 分析を開始した日時を記入 | |
| 8 | 測定結果(μg/L) | | | 30.00 | 測定結果を一つだけ記入 有効数字は4桁で記入 | |
| 9 | 一斉分析項目 | | | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 | 一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「なし」と記入 | |
| 10 | 妥当性 評価 | 検量線の 評価の 実施状況 | キャリーオーバーの評価 | 実施 | 「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(最終改正平成29年10月18日付薬生水発1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入 | |
| 11 | | | 真度・精度の評価 | 実施 | | |
| 12 | | 添加試料の 評価の 実施状況 | 真度・併行精度の評価 | 未実施 | | |
| 13 | | | 添加を行った水 | 水道水 | | |
| 14 | | | 評価した濃度 | 定量下限値(精製水) 6 μg/L(水道水) | | |
| 15 | 検量線 | 直線性 | 決定係数(r^2) | 0.999 | 有効数字3桁で記入 | |
| 16 | | フィッティング方法 | | 直線 | 【直線・2次曲線】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入 | |
| 17 | | 検量線の点数 | | 4 | 測定に用いた検量線の濃度点の数を記入 | |
| 18 | | 検量線の設定濃度(μg/L) | | 3, 6, 12, 30 | 設定濃度を記入(実測値は記入しない) | |
| 19 | | 調製 | 使用した器具 | | マイクロシリンジ、マイクロピペット | 標準液を添加する際に使用した計量器具を全て記入 |
| 20 | | | メスフラスコの容量(mL) | | 50 | 標準液調製に用いたメスフラスコの容量(mL)を全て記入 |
| 21 | | 定量下限値(μg/L) | | | 3 | ジクロロ酢酸の定量下限値(μg/L)を記入 |
| 22 | | 定量下限値の設定理由 | | | 告示法の濃度範囲の下限 | 【告示法の濃度範囲の下限・基準の1/10以下】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入 |
| 23 | | 確認用 試料 | オートサンプラー使用の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 24 | | | 設定濃度(μg/L) | | 6 | 設定濃度(μg/L)を記入 |
| 25 | 測定結果(μg/L) | | 6.78 | 小数点以下桁数2桁で記入 | | |
| 26 | 誤差率(%) | | #DIV/0! | 自動で計算されるため、記入不要 誤差率 = 測定結果 ÷ 設定濃度 × 100 - 100 | | |
| 27 | 空試験 | 実施の有無 | | 実施 | 【実施・未実施】のいずれかを記入 | |
| 28 | | 測定結果(μg/L) | | <3 | 空試験の測定結果(μg/L)を有効数字4桁で記入 定量下限値未満の場合は記入例にならって記入(記入例は定量下限値(3μg/L)未満だった場合) | |
| 29 | 調製に 使用した 精製水 | 精製水の種類 | | 精製水製造装置 | 【精製水製造装置・市販精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合はそのまま記入 | |
| 30 | | 製品名もしくは製造装置 | | Merk millipore Integral5 | 製品名もしくは製造装置の名称を具体的に記入 | |

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 | | |
|------|-----------|--------------------------|-----------|-----------------------------------|---|------------------|------------------|
| 31 | 標準原液 | 標準原液の種類 | | 市販標準原液(混合) | 【市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)・自家調製】のいずれかを記入 | | |
| 32 | | ジクロロ酢酸の濃度(mg/L) | | 1000 | ジクロロ酢酸の標準原液の濃度(mg/L)を記入 | | |
| 33 | | 市販標準原液の値付け証明書の有無 | | 有 | 市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか【有・無】のいずれかを記入 自家調製を使用した場合は「-」と記入 | | |
| 34 | | 製品名 | | ハロ酢酸4種混合標準原液 | 市販品の場合は、名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入(希釈に用いた溶媒については記入不要) | | |
| 35 | | メーカー名 | | GLサイエンス | 市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入(希釈に用いた溶媒については不要) | | |
| 36 | | カタログ番号 | | 1234-5678 | 市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 | | |
| 37 | | グレード | | 認証標準物質 | 自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記入 | | |
| 38 | | 使用期限 | | 〇年〇月〇日 | 市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を記入 | | |
| 39 | 標準液 | ジクロロ酢酸の濃度(mg/L) | | 10 | ジクロロ酢酸の標準液の濃度(mg/L)を記入 | | |
| 40 | | 調製年月日 | | 2021年〇月〇日 | 標準原液から標準液を調製した年月日を記入 | | |
| 41 | 内部標準原液 | 内部標準原液の種類 | | 自家調製 | 【市販標準原液・自家調製】のいずれかを記入 それ以外の場合は回答をそのまま記入 | | |
| 42 | | 濃度(mg/L) | | 10000 | 内部標準原液の濃度(mg/L)を記入 | | |
| 43 | | 製品名 | | 1,2,3-トリクロロプロパン標準原液 | 市販品の場合は、名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入(希釈に用いた溶媒については記入不要) | | |
| 44 | | メーカー名 | | 関東化学 | 市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入(希釈に用いた溶媒については不要) | | |
| 45 | | カタログ番号 | | 1234-5678 | 市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 | | |
| 46 | | グレード | | 水質試験用 | 自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記入 | | |
| 47 | 使用期限 | | 2021年〇月〇日 | 市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を記入 | | | |
| 48 | 内部標準液 | 濃度(mg/L) | | 5 | 内部標準液の濃度を記入 | | |
| 49 | | 調製年月日 | | 〇年〇月〇日 | 内部標準原液から内部標準液を調製した年月日を記入 | | |
| 50 | 試薬 | 硫酸(1+1) | 製品名 | | 64%硫酸 | 使用していない場合は「-」と記入 | |
| 51 | | | メーカー名 | | 関東化学 | | |
| 52 | | | カタログ番号 | | 1234-5678 | | |
| 53 | | 塩化ナトリウム | 製品名 | | 塩化ナトリウム(水質試験用) | 使用していない場合は「-」と記入 | |
| 54 | | | メーカー名 | | 富士フィルム和光 | | |
| 55 | | | カタログ番号 | | 1234-5678 | | |
| 56 | | 水酸化ナトリウム溶液(20w/v%) | 製品名 | | 20 w/v %水酸化ナトリウム溶液 | 使用していない場合は「-」と記入 | |
| 57 | | | メーカー名 | | 関東化学 | | |
| 58 | | | カタログ番号 | | 1234-5678 | | |
| 59 | | tert-ブチルメチルエーテル | MTBE | 製品名 | | tert-ブチルメチルエーテル | 使用していない場合は「-」と記入 |
| 60 | | | | メーカー名 | | 富士フィルム和光 | |
| 61 | | | | カタログ番号 | | 1234-5678 | |
| 62 | 無水硫酸ナトリウム | | 製品名 | | 硫酸ナトリウム(無水) | 使用していない場合は「-」と記入 | |
| 63 | | メーカー名 | | 関東化学 | | | |
| 64 | カタログ番号 | | 1234-5678 | | | | |
| 65 | 試薬 | メチルアルコール | 製品名 | | メタノール(トリハロメタン測定用) | 使用していない場合は「-」と記入 | |
| 66 | | | メーカー名 | | 富士フィルム和光 | | |
| 67 | | | カタログ番号 | | 1234-5678 | | |
| 68 | | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン | 製品名 | | N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン | 使用していない場合は「-」と記入 | |
| 69 | | | メーカー名 | | GLサイエンス | | |
| 70 | カタログ番号 | | 1234-5678 | | | | |

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 | |
|------|----------|--------------------------|--------------|---|---|--|
| 71 | 前処理 | 試料の分取量(mL) | | 50 | 試料の分取量(mL)を記入 | |
| 72 | | 希釈の実施の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 | |
| 73 | | 希釈倍率(倍) | | 5 | 設問72で有と回答した場合は希釈倍率(倍)を記入 無と回答した場合は「-」と記入 | |
| 74 | | 硫酸(1+1) | 添加量(mL) | | 2 | |
| 75 | | | 添加後のpH値確認の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 76 | | | 添加後のpH値 | | 0.5以下 | 設問75で有と回答した場合は、添加後のpH値を記入 無の場合「-」と記入 |
| 77 | | 塩化ナトリウム添加量(g) | | 20 | | |
| 78 | | MTBE | 添加量(mL) | | 4 | 添加量(mL)を記入 決めていない場合は「決めていない」、 使用していない場合は「使用していない」と記入 |
| 79 | | | 振とう時間(分) | | 2 | 振とう時間(分)を記入 決めていない場合は「決めていない」と記入 使用していない場合は「-」と記入 |
| 80 | | 無水硫酸ナトリウム | 使用量(g) | | 決めていない | 使用量(g)を記入 決めていない場合は「決めていない」と記入 使用していない場合は「使用していない」と記入 |
| 81 | | | 脱水時間(分) | | 20 | 脱水時間(分)を記入 決めていない場合は「決めていない」と記入 使用していない場合は「-」と記入 |
| 82 | | 誘導体化試薬 (ジアゾメタン 溶液) | 添加量(mL) | | 0.1 | 添加量(mL)を記入 決めていない場合は「決めていない」と記入 使用していない場合は「使用していない」と記入 |
| 83 | | | 添加後の静置時間(分) | | 30 | 添加後の静置時間(分)を記入 決めていない場合は「決めていない」と記入 使用していない場合は「-」と記入 |
| 84 | | 静置後の加温温度(°C) | | 40 | 静置後の加温温度(°C)を記入 決めていない場合は「決めていない」と記入 | |
| 85 | | 静置後の加温時間(分) | | 30 | 静置後の加温時間(分)を記入 決めていない場合は「決めていない」と記入 | |
| 86 | 使用 機器 | ガスクロマト グラフ | メーカー名 | | アジレントテクノロジー | |
| 87 | | | 型式 | | ABC-012 | |
| 88 | | 質量分析計 | メーカー名 | | (株)島津製作所 | |
| 89 | | | 型式 | | DEF-034 | |
| 90 | | | 種類 | | 四重極型 | 【四重極型・イオントラップ型】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入 |
| 91 | | 分離カラム | メーカー名 | | アジレントテクノロジー | |
| 92 | | | 型式 | | GH000 | |
| 93 | | | 内径(mm) | | 0.2 | |
| 94 | | | 長さ(m) | | 30 | |
| 95 | | 膜厚(μm) | | 0.2 | | |
| 96 | 測定 条件 | 分離カラムの昇温条件 | | 50°C(0-12min) → 10°C/min(12-22min) → 150°C(22min) → 50°C/min(22-24min) → 250°C(24min) | 記入例を参考に、分離カラムの温度条件を記入 | |
| 97 | | 注入口温度(°C) | | 220 | | |
| 98 | | イオン源温度(°C) | | 230 | | |
| 99 | | キャリアーガス | | ヘリウム | | |
| 100 | | キャリアーガス流量(mL/min) | | 1 | | |
| 101 | | 試料注入量(μL) | | 1 | | |

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 | |
|------|----------|---------------------------------|--------------|-------------------------------|--|---|
| 102 | 定量 方法 | ピークの読み取り方 | | ピーク面積 | 【ピーク面積・ピーク高さ】のいずれかを記入 その他の場合は具体的に記入 | |
| 103 | | 定量計算方法 | | 内部標準法 | 【内部標準法・絶対検量線法】のいずれかを記入 その他の場合は具体的に記入 | |
| 104 | | イオン検出方法 | | SIM | 【SIM・Scan】のいずれかを記入 その他の場合は具体的に記入 | |
| 105 | | フラグメントイ オンの質量数 | ジクロロ酢酸 (m/z) | | 83, 85 | 定量イオンの他に確認イオンがある場合は、記入例に従い、 定量イオン、確認イオンの順で記入 |
| 106 | | | 内部標準物質 (m/z) | | 75, 110 | |
| 107 | 参考 | ジクロロ酢酸以外に検出された物質と その濃度(μg/L) | | クロロ酢酸 3.456、 トリクロロ酢酸 7.890 | 定量下限値以上検出された物質があった場合、記入例のと おり全ての物質を記入し、濃度は有効数字4桁で記入 検出されなかった場合は「-」と記入 なお、この結果は本精度管理の参考データとします | |

| |
|---|
| 貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。 |
| |
| 本精度管理について、意見の記入をお願いします。 |
| |
| 備考欄 |
| |
| 報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。 また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。 |

試験結果報告書(ジクロロ酢酸)

- ・ 記入欄への回答は、英数字は半角、英数字以外は全角で記入してください。
- ・ 回答が存在しない場合は、指示がない限り、記入欄は空欄にせずハイフン「-」を記入してください。
- ・ 選択肢の中に回答がない場合は、指示がない限り、回答を具体的に記入欄に記入してください。
- ・ 回答が入らない場合は、記入欄に「備考欄へ」と記入の上、シート末尾の備考欄に設問番号とともに記入してください。

別表第17の2 液体クロマトグラフ-質量分析計による一斉分析法

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 | |
|------|--------------------|----------------------|---------------|--|---|--|
| 1 | 試験機関名 | | | 〇〇市水道局 | | |
| 2 | 試料番号 | | | 38 | 試料に貼付しているラベルの右下の番号を記入 | |
| 3 | 試料到着日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 自機関に試料が到着した日時を記入 来所受取りの場合は、各事務所に到着した日時を記入 | |
| 4 | 試料の保存温度(°C) | | | 4 | 自機関での試料保存温度(°C)を記入 | |
| 5 | 試験開始日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 試験操作を開始した日時を記入 | |
| 6 | 試料開封日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 試料を開封した日時を記入 | |
| 7 | 分析開始日時 | | | 〇月〇日〇時〇分 | 分析を開始した日時を記入 | |
| 8 | 測定結果(μg/L) | | | 30.00 | 測定結果を一つだけ記入 有効数字は4桁で記入 | |
| 9 | 一斉分析項目 | | | クロロ酢酸、トリクロロ酢酸 | 一斉分析した項目を記入 他に分析した項目がない場合は「なし」と記入 | |
| 10 | 妥当性 評価 | 検量線の 評価の 実施状況 | キャリーオーバーの評価 | 実施 | 「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」(最終改正平成29年10月18日付業生水発1018第1号)に示された評価を指す 【実施・未実施】のいずれかを記入 | |
| 11 | | | 真度・精度の評価 | 実施 | | |
| 12 | | 添加試料の 評価の 実施状況 | 真度・併行精度の評価 | 未実施 | | |
| 13 | | | 添加を行った水 | 水道水 | | 【水道水・水道水及び精製水・精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合(井戸水等)は具体的に記入 |
| 14 | | | 評価した濃度 | 定量下限値(精製水) 6 μg/L(水道水) | | 添加濃度が定量下限値と同じ場合は、「定量下限値」、異なる場合は濃度に単位をつけ、添加した水の種類とともに記入 |
| 15 | 検量線 | 直線性 | 決定係数(r^2) | 0.999 | 有効数字3桁で記入 | |
| 16 | | フィッティング方法 | | 直線 | 【直線・2次曲線】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入 | |
| 17 | | 検量線の点数 | | 4 | 測定に用いた検量線の濃度点の数を記入 | |
| 18 | | 検量線の設定濃度(μg/L) | | 3, 6, 12, 30 | 設定濃度を記入(実測値は記入しない) | |
| 19 | | 調製 | 使用した器具 | マイクロシリンジ、マイクロピペット | 標準液を添加する際に使用した計量器具を全て記入 | |
| 20 | | | メスフラスコの容量(mL) | 50 | 標準液調製に用いたメスフラスコの容量(mL)を全て記入 | |
| 21 | | 定量下限値(μg/L) | | 3 | ジクロロ酢酸の定量下限値(μg/L)を記入 | |
| 22 | | 定量下限値の設定理由 | | 告示法の濃度範囲の下限 | 【告示法の濃度範囲の下限・基準の1/10以下】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入 | |
| 23 | | 確認用 試料 | オートサンブラー使用の有無 | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 24 | | | 設定濃度(μg/L) | | 6 | 設定濃度(μg/L)を記入 |
| 25 | 測定結果(μg/L) | | 6.78 | 小数点以下桁数2桁で記入 | | |
| 26 | 誤差率(%) | | #DIV/0! | 自動で計算されるため、記入不要 誤差率=測定結果-設定濃度×100-100 | | |
| 27 | 空試験 | 実施の有無 | | 実施 | 【実施・未実施】のいずれかを記入 | |
| 28 | | 測定結果(μg/L) | | <3 | 空試験の測定結果(μg/L)を有効数字4桁で記入 定量下限値未満の場合は記入例にならって記入(記入例は定量下限値(3μg/L)未満だった場合) | |
| 29 | 調製に 使用した 精製水 | 精製水の種類 | | 精製水製造装置 | 【精製水製造装置・市販精製水】のいずれかを記入 それ以外の場合はそのまま記入 | |
| 30 | | 製品名もしくは製造装置 | | Merk millipore Integral5 | 製品名もしくは製造装置の名称を具体的に記入 | |

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 | |
|------|------|------------------|---------|--------------|---|---|
| 31 | 標準原液 | 標準原液の種類 | | 市販標準原液(混合) | 【市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)・自家調製】のいずれかを記入 | |
| 32 | | ジクロロ酢酸の濃度(mg/L) | | 1000 | ジクロロ酢酸の標準原液の濃度(mg/L)を記入 | |
| 33 | | 市販標準原液の値付け証明書の有無 | | 有 | 市販品を使用した場合、「値付け証明書」が添付されていたか【有・無】のいずれかを記入 自家調製を使用した場合は「-」と記入 | |
| 34 | | 製品名 | | ハロ酢酸4種混合標準原液 | 市販品の場合は、名称を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入(希釈に用いた溶媒については記入不要) | |
| 35 | | メーカー名 | | GLサイエンス | 市販品の場合はメーカー名を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬のメーカー名を記入(希釈に用いた溶媒については不要) | |
| 36 | | カタログ番号 | | 1234-5678 | 市販品の場合はカタログ番号を記入 自家調製の場合は、調製に使用した試薬を記入 | |
| 37 | | グレード | | 認証標準物質 | 自家調製の場合、もしくは回答が存在しない場合は「-」と記入 | |
| 38 | | 使用期限 | | 〇年〇月〇日 | 市販品の場合は使用期限、自家調製の場合は設定している使用期限を記入 | |
| 39 | 標準液 | ジクロロ酢酸の濃度(mg/L) | | 10 | ジクロロ酢酸の標準液の濃度(mg/L)を記入 | |
| 40 | | 調製年月日 | | 2021年〇月〇日 | 標準原液から標準液を調製した年月日を記入 | |
| 41 | 試薬 | メチルアルコール | 製品名 | | メタノール(トリハロメタン測定用) | 使用していない場合は「-」と記入 |
| 42 | | | メーカー名 | | 富士フィルム和光 | |
| 43 | | | カタログ番号 | | 1234-5678 | |
| 44 | | ぎ酸 | 製品名 | | ぎ酸(約99%) | 使用していない場合は「-」と記入 |
| 45 | | | メーカー名 | | 関東化学 | |
| 46 | | | カタログ番号 | | 1234-5678 | |
| 47 | 前処理 | 試料の分取量(mL) | | | 5 | 試料の分取量(mL)を記入 |
| 48 | | 希釈の実施の有無 | | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 49 | | 希釈倍率(倍) | | | 5 | 設問48で有と回答した場合は希釈倍率(倍)を記入 無と回答した場合は「-」と記入 |
| 50 | | 前処理の実施の有無 | | | 有 | 【有・無】のいずれかを記入 |
| 51 | | 前処理に使用した器材 | 種類 | | 0.2μmメンブランフィルター、 クリーンアップ用固相カラム | 設問50で無と回答した場合は、「-」と記入 |
| 52 | | | 製品名 | | MetaSEP SlimJ LC-Ba/Ag/H 50/pk | |
| 53 | | | カタログ番号 | | A00112 | |
| 54 | | | 使用方法 | | 試料5 mLを分取し、ここに0.25mol/L 塩化マグネシウム溶液を50μL添加する。 固相カラムにこの試料を通水する。 | |
| 55 | 使用機器 | 液体クロマトグラフ(LC) | メーカー名 | | アジレントテクノロジー | |
| 56 | | | 型式 | | ABC-012 | |
| 57 | | 質量分析計(MS) | メーカー名 | | 日本ウォーターズ | |
| 58 | | | 型式 | | DEF-034 | |
| 59 | | | 種類 | | 四重極型 | 【四重極型・イオントラップ型】のいずれかを記入 それ以外の場合は具体的に記入 |
| 60 | | 分離カラム | メーカー名 | | 日本ウォーターズ | |
| 61 | | | 型式 | | GH000 | |
| 62 | | | 内径(mm) | | 4.6 | |
| 63 | | | 長さ(cm) | | 15 | |
| 64 | | | 粒子径(μm) | | 3 | |

| 設問番号 | 記入項目 | | 記入欄 | 記入例 | 選択肢・注意事項 |
|------|----------|---------------------------------|--------------------------|--|--|
| 65 | 測定 条件 | LC | カラムオープン温度(°C) | 40 | |
| 66 | | | 試料注入量(μL) | 10 | |
| 67 | | | サンプル温度(°C) | 5 | |
| 68 | | LC (移動相) | A液の種類 | メチルアルコール | |
| 69 | | | B液の種類 | ぎ酸(0.2v/v%) | |
| 70 | | | 流量(mL/min) | 0.2 | |
| 71 | | | 条件 | A: B=5:95(0min)→85:15(0-6min)→ 100:0(6-8min)→5:95(8-12min)→ 5:95(12-15min) | 記入例を参考に、LC条件を記入 |
| 72 | | MS | イオン化法 | ESI法ネガティブ | |
| 73 | | | キャピラリー電圧(kV) | 0.5 | |
| 74 | | | イオン源温度(°C) | 120 | |
| 75 | | | 脱溶媒ガスの流量(L/hr) | 1000 | |
| 76 | | | 脱溶媒ガスの温度(°C) | 350 | |
| 77 | 定量 方法 | ピークの読み取り方 | | ピーク面積 | 【ピーク面積・ピーク高さ】のいずれかを記入 その他の場合は具体的に記入 |
| 78 | | イオン検出方法 | | SRM | 【SIM・SRM】のいずれかを記入 その他の場合は具体的に記入 |
| 79 | | 質量数(m/z) | ジクロロ酢酸(m/z)の モニターイオン | 127, 173 | 定量イオンの他に確認イオンがある場合は、記入例に従い、 定量イオン、確認イオンの順で記入 |
| 80 | | | ジクロロ酢酸(m/z)の プリカーサイオン | 127 | 設問78でSRMと回答した場合に記入 SIMと回答した場合は「-」と記入 |
| 81 | 参考 | ジクロロ酢酸以外に検出された物質と その濃度(μg/L) | | クロロ酢酸 3.456、 トリクロロ酢酸 7.890 | 定量下限値以上検出された物質があった場合、記入例のと おり全ての物質を記入し、濃度は有効数字4桁で記入 検出されなかった場合は「-」と記入 なお、この結果は本精度管理の参考データとします |

貴所の器具の洗浄方法及び留意点について記入をお願いします。

貴所の日常の試験における留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等について、記入をお願いします。

本精度管理について、意見の記入をお願いします。

備考欄

報告された精度管理結果は、解析して今後の検査精度向上のための資料として活用します。
また、ホームページや学会等で解析結果を公表する場合がありますが、機関名等個別の情報が公開されることはありません。

付録1 水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（抜粋）

別表第3

フレイムレス—原子吸光光度計による一斉分析法

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、亜鉛、アルミニウム、鉄、銅、ナトリウム及びマンガンである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸

(3) 硝酸(1+1)

(4) 硝酸(1+30)

(5) 硝酸(1+160)

(6) 塩酸(1+1)

(7) 塩酸(1+50)

(8) 水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)

(9) 金属類標準原液

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、それぞれの金属を 1mg 含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表1 金属類標準原液(1mg/ml)の調製方法

| 金属類 | 調製方法 |
|--------|---|
| カドミウム | カドミウム 1.000g 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 1L としたもの |
| セレン | 二酸化セレン 1.405g 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 1L としたもの |
| 鉛 | 鉛 1.000g 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 1L としたもの |
| ヒ素 | 三酸化ヒ素 1.320g を採り、少量の水酸化ナトリウム溶液(0.4w/v%)を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、塩酸(1+50)を加えて 1L としたもの |
| 六価クロム | 二クロム酸カリウム 2.829g 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 1L としたもの |
| 亜鉛 | 亜鉛 1.000g 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 1L としたもの |
| アルミニウム | アルミニウム 1.000g を採り、少量の塩酸(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+30)を加えて 1L としたもの |
| 鉄 | 鉄 1.000g 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 1L としたもの |
| 銅 | 銅 1.000g 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 1L としたもの |
| ナトリウム | 塩化ナトリウム 2.542g を精製水に溶かして 1L としたもの |
| マンガン | マンガン 1.000g 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 1L としたもの |

(10) 金属類標準液

表2に掲げる方法により調製されたもの
これらの溶液は、使用の都度調製する。

表2 金属類標準液の濃度及び調製方法

| 金属類 | 濃度(mg/ml) | 調製方法 |
|--------|-----------|----------------------------|
| カドミウム | 0.0001 | カドミウム標準原液を精製水で10000倍に薄めたもの |
| セレン | 0.001 | セレン標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの |
| 鉛 | 0.001 | 鉛標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの |
| ヒ素 | 0.001 | ヒ素標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの |
| 六価クロム | 0.001 | 六価クロム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの |
| 亜鉛 | 0.001 | 亜鉛標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの |
| アルミニウム | 0.001 | アルミニウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの |
| 鉄 | 0.01 | 鉄標準原液を精製水で100倍に薄めたもの |
| 銅 | 0.001 | 銅標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの |
| ナトリウム | 0.001 | ナトリウム標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの |
| マンガン | 0.001 | マンガン標準原液を精製水で1000倍に薄めたもの |

2 器具及び装置

- (1) フレームレス—原子吸光光度計及び中空陰極ランプ
- (2) アルゴンガス

純度 99.99v/v%以上のもの

3 試料の採取及び保存

試料は、硝酸及び精製水で洗浄したポリエチレン瓶に採取し、試料1Lにつき硝酸10mlを加えて、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2週間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

検水10~100ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が表3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の量が1mlとなるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が10ml以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて10ml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。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液をフレームレス—原子吸光光度計に注入し、表3に示すそれぞれの金属の測定波長で吸光度を測定し、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。

表3 対象金属の濃度範囲及び測定波長

| 金属類 | 濃度範囲(mg/L) | 波長(nm) |
|-------|-------------|--------|
| カドミウム | 0.0001~0.01 | 228.8 |
| セレン | 0.001~0.1 | 196.0 |
| 鉛 | 0.001~0.1 | 283.3 |
| ヒ素 | 0.001~0.1 | 193.7 |
| 六価クロム | 0.001~0.1 | 357.9 |

| | | |
|--------|-----------|-------|
| 亜鉛 | 0.001～0.1 | 213.8 |
| アルミニウム | 0.001～0.1 | 309.3 |
| 鉄 | 0.01～1 | 248.3 |
| 銅 | 0.001～0.1 | 324.7 |
| ナトリウム | 0.002～0.2 | 589.0 |
| マンガン | 0.001～0.1 | 279.5 |

5 検量線の作成

金属類標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに硝酸1ml及び精製水を加えて10mlとする。この場合、調製した溶液のそれぞれの金属の濃度は、表3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吸光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4

フレーム—原子吸光光度計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、亜鉛、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) 硝酸

(3) 硝酸(1+1)

(4) 硝酸(1+160)

(5) 金属類標準原液

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。

カルシウム及びマグネシウムについては、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、それぞれの金属を1mg含む。

これらの溶液は、冷暗所に保存する。

表1 カルシウム及びマグネシウムの標準原液(1mg/ml)の調製方法

| 金属類 | 調製方法 |
|--------|---|
| カルシウム | 炭酸カルシウム 2.497g 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 1L としたもの |
| マグネシウム | 硝酸マグネシウム(6 水塩) 10.550g をメスフラスコに採り、硝酸(1+160)を加えて 1L としたもの |

(6) 金属類標準液

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(10)の例による。
カルシウム及びマグネシウムについては、表2に掲げる方法により調製されたもの
これらの溶液は、使用の都度調製する。

表2 カルシウム及びマグネシウムの標準液の濃度及び調製方法

| 金属類 | 濃度(mg/ml) | 調製方法 |
|--------|-----------|------------------------------|
| カルシウム | 0.01 | カルシウム標準原液を精製水で 100 倍に薄めたもの |
| マグネシウム | 0.001 | マグネシウム標準原液を精製水で 1000 倍に薄めたもの |

2 器具及び装置

- (1) フレーム—原子吸光光度計及び中空陰極ランプ
- (2) アセチレンガス

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3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)を前処理後の試験溶液の量(以下この4において「調製量」という。)10ml に対して 10~100ml の割合となるように採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が調製量 10ml に対して 1ml の割合となるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が調製量以下になったら加熱をやめ、冷後、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。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液をフレーム中に噴霧し、原子吸光光度計で表3に示すそれぞれの金属の測定波長で吸光度を測定し、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)

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

表3 対象金属の濃度範囲及び測定波長

| 金属類 | 濃度範囲(mg/L) | 波長(nm) |
|--------|------------|--------|
| 亜鉛 | 0.02~0.2 | 213.8 |
| 鉄 ※ | 0.01~0.1 | 248.3 |
| 銅 | 0.04~0.4 | 324.7 |
| ナトリウム | 0.06~0.6 | 589.0 |
| マンガン ※ | 0.005~0.05 | 279.5 |

| | | |
|--------|------------|-------|
| カルシウム | 0.02～0.2 | 422.7 |
| マグネシウム | 0.005～0.05 | 285.2 |

※印は10倍濃縮が必要な金属である。

5 検量線の作成

金属類標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合となるように硝酸を加え、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3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吸光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、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)

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

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 | 0.001~0.1 | 267.716、206.149 |
| ホウ素 | 0.006~2 | 249.773、208.893 |
| 亜鉛 | 0.001~2 | 202.546、213.856 |
| アルミニウム | 0.001~2 | 396.152、309.271 |

| | | |
|----------|-----------|-------------------------|
| 鉄 | 0.001～2 | 259.940、238.204 |
| 銅 | 0.001～2 | 324.754、224.700 |
| ナトリウム | 0.05～20 | 589.592 |
| マンガン | 0.001～0.1 | 257.610 |
| カルシウム | 0.05～20 | 422.673、396.847、393.366 |
| マグネシウム | 0.05～10 | 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

金属類標準原液又は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、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0.250g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 |
| イットリウム | 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 |
| インジウム | インジウム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 |
| タリウム | 硝酸タリウム(I)0.326g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、それぞれ一定量の内部標準原液を混合して硝酸を添加後、精製水で10~1000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、それぞれの内部標準物質を0.001~0.1mg含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(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て硝酸を添加後、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1ml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 | 0.0002~0.1 | 111、112、114 |
| セレン | 0.0004~0.1 | 77、78、80、82 |
| 鉛 | 0.0002~0.1 | 208 |
| ヒ素 | 0.0002~0.1 | 75 |
| 六価クロム | 0.0002~0.1 | 52、53 |
| ホウ素 | 0.002~2 | 11 |
| 亜鉛 | 0.001~2 | 64、66 |
| アルミニウム | 0.001~2 | 27 |
| 鉄 | 0.001~2 | 54、56 |
| 銅 | 0.001~2 | 63、65 |
| ナトリウム | 0.1~200 | 23 |
| マンガン | 0.0002~0.1 | 55 |
| カルシウム | 0.1~200 | 43、44 |
| マグネシウム | 0.1~200 | 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

金属類標準原液又は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値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合、是正処置を講じた上で上記4(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17

溶媒抽出—誘導体化—ガスクロマトグラフ—質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) 硫酸(1+1)

(4) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(5) 水酸化ナトリウム溶液(20w/v%)

(6) tert-ブチル-メチルエーテル

測定対象成分を含まないもの

(7) 無水硫酸ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(8) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(9) ジアゾメタン溶液

ジアゾメタン生成装置を用い、N-メチル-N'-ニトロ-N-ニトロソグアニジン0.1~0.2gに精製水0.5ml及び水酸化ナトリウム溶液(20w/v%)0.6mlを加え、発生したジアゾメ

タンを氷冷した tert-ブチル-メチルエーテル 3ml に黄色を呈するまで捕集し、この tert-ブチル-メチルエーテル層をジアゾメタン溶液とする。

この溶液は、使用時に調製する。

なお、この操作は必ずドラフト内で行う。

(10) 内部標準原液

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

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

この溶液は、調製後直ちにねじロバイアルに入れて冷凍保存する。

(11) 内部標準液

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

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

この溶液は、使用の都度調製する。

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

クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸のそれぞれ 0.100g を別々のメスフラスコに採り、tert-ブチル-メチルエーテル又はメチルアルコールを加えて 100ml としたもの
これらの溶液 1ml は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸をそれぞれ 1mg 含む。

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

(13) ハロ酢酸混合標準液

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

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

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじロ瓶

別表第 14 の 2 (1) の例による。

(2) ねじロバイアル

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

(3) ジアゾメタン生成装置

(4) バイアル

(5) ガスクロマトグラフ-質量分析計

ア 試料導入部

試料導入方式に応じて最適温度が設定できるもの

イ 分離カラム

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

ウ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

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

エ 検出器

別表第 14 の 2 (4) ウの例による。

オ イオン化電圧

別表第 14 の 2 (4) エの例による。

カ キャリアーガス

別表第 14 の 2 (4) オの例による。

3 試料の採取及び保存

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

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

4 試験操作

(1) 前処理

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

(2) 分析

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

表 1 フラグメントイオン

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

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

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

6 空試験

精製水 50ml を採り、以下上記 4 (1) 及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、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±20%の範囲を超えた場合には、上記4及び5の操作により試験し直す。

別表第17の2

液体クロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) tert-ブチル-メチルエーテル

別表第17の1(6)の例による。

(4) メチルアルコール

別表第17の1(8)の例による。

(5) ぎ酸(0.2v/v%)

(6) クロロ酢酸標準原液、ジクロロ酢酸標準原液及びトリクロロ酢酸標準原液

別表第17の1(12)の例による。

(7) ハロ酢酸混合標準液

別表第17の1(13)の例による。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

別表第14の2(1)の例による。

(2) ねじロバイアル

別表第17の2(2)の例による。

(3) クリーンアップ用固相カラム

通水方向から順にバリウム型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたもの、銀型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたもの及び水素型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたものを連結したもの又はこれと同等以上の妨害物質除去性能を有するもの

(4) 液体クロマトグラフー質量分析計

ア 分離カラム

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

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、A液はメチルアルコール、B液はぎ酸(0.2v/v%)のもの

ウ 移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、毎分0.2mlの流量で、A液とB液の混合比が5:95のものを、A液の割合を毎分2.5ポイントずつ上昇させて100%にできるもの

エ 検出器

次のいずれかに該当するもの

① 選択イオン測定(SIM)又はこれと同等以上の性能を有するもの

② 選択反応測定(SRM)又はこれと同等以上の性能を有するもの

オ モニターイオンを得るための電圧

上記エ①に該当する検出器を用いる場合にあつては、エレクトロスプレーイオン化法(ESI法)(負イオン測定モード)で、最適条件に設定できる電圧

上記エ②に該当する検出器を用いる場合にあつては、ESI法(負イオン測定モード)により得られたプリカーサイオンを開裂させてプロダクトイオンを得る方法で、最適条件に設定できる電圧

3 試料の採取及び保存

別表第17の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.2mg/Lを超える場合には、0.002～0.2mg/Lとなるように精製水を加えて調製したものを)試験溶液とする。ただし、検水中に高濃度の陰イオン類が含まれる場合には、必要に応じて検水をクリーンアップ用固相カラムに通し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ質量分析計に注入し、表1に示すそれぞれの対象物質のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

表1 モニターイオンの例

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

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

5 検量線の作成

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

6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、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(2)に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

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

水道水の水質基準

水質基準に関する省令（平成15年5月30日 厚生労働省令第101号）

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

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

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

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

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

一部改正（平成27年3月2日厚生労働省令第29号、平成27年4月1日施行）

一部改正（令和2年3月25日厚生労働省令第38号、令和2年4月1日施行）

◎ 健康に関連する項目（31項目）

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

◎ 水道水が有すべき性状に関連する項目（20項目）

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

付録 3

データ解析で用いた記号及び用語

1. 記号

| | |
|-----------|---|
| n | : 標本の大きさ |
| x | : 標本の特性値 個々の値は $x_1, x_2, x_3 \cdots x_n$ と書く。 |
| \bar{x} | : 標本の平均値 |
| x_p | : 標本の最大値 |
| x_i | : 標本の最小値 |
| R | : 範囲 |
| S | : 平方和 |
| V | : 不偏分散 |
| s | : 標本の標準偏差 |
| α | : 有意水準あるいは危険率 |
| H_0 | : 帰無仮説 |
| H_1 | : 対立仮説 |
| $Q1$ | : データの第 1 四分位数 |
| $Q2$ | : データの第 2 四分位数 (中央値) |
| $Q3$ | : データの第 3 四分位数 |

2. 用語

(1) 有意水準(危険率)

仮説が真であるにもかかわらず、これを棄てるという誤りをおかすことがある。この誤りを第 1 種の誤りという。第 1 種の誤りをおかす確率である。

(2) Grubbs の棄却検定

飛び離れた疑わしい値の処理方法のひとつ。飛び離れた値は存在しないという帰無仮説 H_0 を検定する。検定しようとする x_p 又は x_i に対し、下式から検定統計量 G_p を算出する。

算出した G_p の値と、Grubbs の検定の棄却限界値表(JIS Z8402-2 表 5 グラッブズの検定の棄却限界値)から読みとった $G(n, \alpha)$ の値を比べて、 $G_p > G(n, \alpha)$ あれば、有意水準 α で H_0 が棄却され、 x_p 又は x_i が統計的に異常に離れていると判断する。

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

(3) 四分位数

n 個のデータを小さい順に並べた時に、データの値を 4 等分した時の 3 つの区切り値を示す。小さい方から、第 1 四分位 ($Q1$)、第 2 四分位 ($Q2$)、第 3 四分位 ($Q3$) という。第 2 四分位は中央値となる。

(4) 平均値

サンプルの特性値 x の平均値

$$\bar{x} = (x_1 + x_2 + x_3 \cdots x_n) / n$$

(5) 範囲

測定値の最大値と最小値との差。

$$R = x_p - x_i$$

(6) 平方和

各特性値と平均値との差の二乗和

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

(7) 不偏分散

平方和をその自由度（この場合 $n-1$ ）で割ったもの。

$$V = \frac{S}{n-1}$$

(8) 標準偏差

不偏分散の平方根

$$s = \sqrt{V}$$

(9) 変動係数

標準偏差を平均値で割ったもので、単位に関係のない測度。平均値を単位として相対的なバラツキの大きさを表す。相対標準偏差とも言う。

$$CV\% = \frac{s}{\bar{x}} \times 100$$

(10) Z スコア

データのバラツキを表す統計量

Z スコアの一般的な評価基準では、絶対値が 2 以下の場合は「満足」、2 を越え 3 未満の場合は「疑わしい」、3 以上の場合は「不満足」と判定する。しかし Z スコアは検査結果のバラツキを見る指標であり、3 以上であっても、それだけで精度が確保できなかったと判断することはできない。

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

(11) 度数分布

特性値と、その度数または相対標準偏差との関係を観測したもの

※度数とは、一定の事象が起きる回数、または特定の級に入る観測値の個数。度数分布は度数表、棒グラフ、ヒストグラムなどで表す。

(12) ヒストグラム

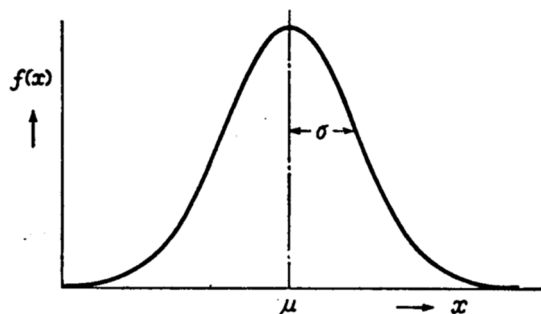
計量特性の度数分布のグラフ表示の一つ。測定値の範囲をいくつかの区間に分けた場合、各区間を底辺とし、その区間に属する測定値の度数に比例する面積。例えば、日本人全体の体重のヒストグラム作ると、正規分布形になる。

(13) 正規分布

下図に示したように左右対称で、確率密度関数 $f(x)$ をもつ分布。

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

π ; 円周率、 e ; 自然対数の底、 σ ; 母標準偏差、 μ ; 母平均



(14) 散布図

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

表5 グラップズの検定の棄却限界値

| p | 外れ値が一つの場合 | | 外れ値が二つの場合 | |
|-----|-----------|-------|-----------|---------|
| | 1 % | 5 % | 1 % | 5 % |
| 3 | 1,155 | 1,155 | — | — |
| 4 | 1,496 | 1,481 | 0,000 0 | 0,000 2 |
| 5 | 1,764 | 1,715 | 0,001 8 | 0,009 0 |
| 6 | 1,973 | 1,887 | 0,011 6 | 0,034 9 |
| 7 | 2,139 | 2,020 | 0,030 8 | 0,070 8 |
| 8 | 2,274 | 2,126 | 0,056 3 | 0,110 1 |
| 9 | 2,387 | 2,215 | 0,085 1 | 0,149 2 |
| 10 | 2,482 | 2,290 | 0,115 0 | 0,186 4 |
| 11 | 2,564 | 2,355 | 0,144 8 | 0,221 3 |
| 12 | 2,636 | 2,412 | 0,173 8 | 0,253 7 |
| 13 | 2,699 | 2,462 | 0,201 6 | 0,283 6 |
| 14 | 2,755 | 2,507 | 0,228 0 | 0,311 2 |
| 15 | 2,806 | 2,549 | 0,253 0 | 0,336 7 |
| 16 | 2,852 | 2,585 | 0,276 7 | 0,360 3 |
| 17 | 2,894 | 2,620 | 0,299 0 | 0,382 2 |
| 18 | 2,932 | 2,651 | 0,320 0 | 0,402 5 |
| 19 | 2,968 | 2,681 | 0,339 8 | 0,421 4 |
| 20 | 3,001 | 2,709 | 0,358 5 | 0,439 1 |
| 21 | 3,031 | 2,733 | 0,376 1 | 0,455 6 |
| 22 | 3,060 | 2,758 | 0,392 7 | 0,471 1 |
| 23 | 3,087 | 2,781 | 0,408 5 | 0,485 7 |
| 24 | 3,112 | 2,802 | 0,423 4 | 0,499 4 |
| 25 | 3,135 | 2,822 | 0,437 6 | 0,512 3 |
| 26 | 3,157 | 2,841 | 0,451 0 | 0,524 5 |
| 27 | 3,178 | 2,859 | 0,463 8 | 0,536 0 |
| 28 | 3,199 | 2,876 | 0,475 9 | 0,547 0 |
| 29 | 3,218 | 2,893 | 0,487 5 | 0,557 4 |
| 30 | 3,236 | 2,908 | 0,498 5 | 0,567 2 |
| 31 | 3,253 | 2,924 | 0,509 1 | 0,576 6 |
| 32 | 3,270 | 2,938 | 0,519 2 | 0,585 6 |
| 33 | 3,286 | 2,952 | 0,528 8 | 0,594 1 |
| 34 | 3,301 | 2,965 | 0,538 1 | 0,602 3 |
| 35 | 3,316 | 2,979 | 0,546 9 | 0,610 1 |
| 36 | 3,330 | 2,991 | 0,555 4 | 0,617 5 |
| 37 | 3,343 | 3,003 | 0,563 6 | 0,624 7 |
| 38 | 3,356 | 3,014 | 0,571 4 | 0,631 6 |
| 39 | 3,369 | 3,025 | 0,578 9 | 0,638 2 |
| 40 | 3,381 | 3,036 | 0,586 2 | 0,644 5 |

アメリカ統計学会から許可を得て、附属書Cの参考文献[4]から転載。

p =与えられた水準での試験室の数

参考 外れ値が一つの場合、表の値よりも大きければ有意。外れ値が二つの場合、表の値よりも小さければ有意。

なお、表の中では小数点としてコンマ(.)を用いている。

千葉県水道水質管理連絡協議会会則

第1章 総則

(名称)

第1条 この協議会は、千葉県水道水質管理連絡協議会（以下「協議会」）という。

(目的・事業)

第2条 この協議会は、千葉県水道水質管理計画の円滑な実施に資するため、水質検査、水質監視に係る諸問題についての情報交換を行うとともに、必要に応じて検討を行う。

(組織)

第3条 この協議会は、別表1に掲げる関係行政機関、水道事業者、及び用水供給事業者(以下「水道事業者等」)及び地方公共団体の水質検査機関の担当課長等をもって組織する。

第2章 役員

(役員)

第4条 協議会の会長は、千葉県総合企画部水政課長とする。

2 会長は、この協議会を代表して会務を総括する。

第3章 会議

(会議)

第5条 この協議会の通常会議は、毎年1回開催する。

2 会長が必要と認めたときには、臨時会議を開催することができる。

3 会議は、会長が招集する。

4 会議の議長は、会長が務める。

第4章 幹事会

(幹事会)

第6条 協議会の円滑な運営を図るために幹事会を置く。

2 幹事会は、別表2に掲げる機関の職員のうち会長が指名する者をもって組織する。

3 幹事会の幹事長は、会長が指名する。

4 幹事会は、会長が招集する。

第5章 委員会

(委員会)

第7条 協議会の会長は、必要に応じて委員会を置くことができる。

2 委員会には、会長が指名する委員長を置く。

3 委員会に属する委員は、会長が指名する。

4 委員長は、委員会の事務を総括し、委員会における会議の内容及び結果等について協議会に報告するものとする。

5 前4項に定めるもののほか、委員会の運営について必要な事項は委員長が会長に諮って定める。

第6章 事務局

(事務局)

第8条 協議会の事務を処理するため、事務局を置く。

2 事務局は、千葉県総合企画部水政課に置く。

第7章 その他

(委任)

第9条 この会則に定めのないもので必要な事項は、会長が別に定める。

附則

1. この会則は、平成 6 年 3 月 8 日から施行する。
2. この会則は、平成 7 年 3 月 28 日から施行する。
3. この会則は、平成 12 年 4 月 1 日から施行する。
4. この会則は、平成 16 年 4 月 1 日から施行する。
5. この会則は、平成 18 年 4 月 1 日から施行する。
6. この会則は、平成 21 年 4 月 1 日から施行する。
7. この会則は、平成 23 年 1 月 24 日から施行する。
8. この会則は、平成 24 年 1 月 24 日から施行する。
9. この会則は、平成 24 年 4 月 2 日から施行する。
10. この会則は、平成 26 年 2 月 4 日から施行する。
11. この会則は、平成 27 年 1 月 26 日から施行する。
12. この会則は、平成 28 年 2 月 1 日から施行する。
13. この会則は、平成 28 年 4 月 1 日から施行する。
14. この会則は、平成 29 年 4 月 1 日から施行する。
15. この会則は、平成 30 年 4 月 1 日から施行する。
16. この会則は、平成 31 年 4 月 1 日から施行する。
17. この会則は、令和 2 年 4 月 1 日から施行する。

表 1

協議会名簿

| 行 政 機 関 | | | |
|----------------------|----------|-----------------|-----------|
| 千葉県 総合企画部水政課長 | | | |
| 千葉県 健康福祉部薬務課長 | | | |
| 千葉市 保健福祉局医療衛生部生活衛生課長 | | | |
| 船橋市 保健所衛生指導課長 | | | |
| 柏 市 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 | 印西市上下水道部 | 水道課長 |
| 北千葉広域水道企業団 | 水質管理室総括 | 長門川水道企業団 | 水道課長 |
| 東総広域水道企業団 | 浄水課長 | 白井市都市建設部 | 上下水道課長 |
| かずさ水道広域連合企業団 | 浄水 1 課長 | 香取市建設水道部 | 水道課副参事 |
| 印旛郡市広域市町村圏事務組合 | 工務課長 | 多古町生活環境課 | 生活環境課長 |
| 南房総広域水道企業団 | 浄水課長 | 神崎町まちづくり課 | 建設・水道担当課長 |
| 千葉県企業局 | 水道部浄水課長 | 銚子市水道局 | 水道局長 |
| 千葉市水道局 | 水道事業事務所長 | 東庄町まちづくり課 | まちづくり課長 |
| 市原市上下水道部 | 新井浄水場長 | 旭市水道課 | 水道課長 |
| 松戸市水道部 | 工務課長 | 八匠水道企業団 | 事務局長 |
| 習志野市企業局 | ガス水道供給課長 | 山武郡市広域水道企業団 | 施設課長 |
| 野田市水道部 | 次長 | 長生郡市広域市町村圏組合水道部 | 施設課長 |
| 柏市水道部 | 浄水課長 | 山武市水道課 | 水道課長 |
| 流山市上下水道局 | 水道工務課長 | 勝浦市水道課 | 水道課長 |
| 八千代市上下水道局 | 上水道課長 | 大多喜町環境水道課 | 環境水道課長 |
| 我孫子市水道局 | 工務課長 | いすみ市環境水道課 | 環境水道課長 |
| 成田市水道部 | 工務課長 | 御宿町建設環境課 | 建設環境課長 |
| 佐倉市上下水道部 | 維持管理課長 | 鴨川市水道局 | 水道局長 |
| 四街道市上下水道部 | 水道課長 | 南房総市水道局 | 水道局長 |
| 酒々井町上下水道課 | 上下水道課長 | 鋸南町建設水道課 | 建設水道課長 |
| 八街市水道課 | 水道課長 | 三芳水道企業団 | 事務局長 |
| 富里市都市建設部 | 上下水道課長 | 芝山町企画空港政策課 | 企画空港政策課長 |
| | | | |
| 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 |
| かずさ水道広域連合企業団 |
| 印旛郡市広域市町村圏事務組合 |
| 南房総広域水道企業団 |
| 香取市建設水道部 |
| 千葉県企業局水道部浄水課 |
| 千葉市水道局 |
| 市原市上下水道部 |

水 質 検 査 精 度 管 理 委 員 会 運 営 規 程

(設置)

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

(組織)

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

2 委員長は、薬務課長の職にある者をもって充てる。

3 委員は、別表に掲げる所属又は水道事業体の長が指定する職員をもって充てる。

(業務)

第 3 条 委員会は、次に掲げる業務を行う。

(1) 水質検査の精度管理に関すること。

(2) 水質検査技術の向上に関すること。

(3) 水質検査の推進に係る会員相互の情報交換に関すること。

(4) その他業務の実施に必要な事項に関すること。

(会議)

第 4 条 委員会の会議は、必要に応じて委員長が招集する。

2 会議の議長は委員長とする。

(事務局)

第 5 条 委員会の事務を処理するため、健康福祉部薬務課に事務局を置く。

(雑則)

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

附則

この規程は、平成 7 年 7 月 3 1 日から施行する。

附則

この規程は、平成 1 2 年 4 月 1 日から施行する。

附則

この規程は、平成 1 5 年 4 月 1 日から施行する。

附則

この規程は、平成 2 0 年 4 月 1 日から施行する。

附則

この規程は、平成 2 9 年 4 月 1 日から施行する。

附則

この規程は、平成 3 1 年 4 月 1 日から施行する。

<別 表>

| | |
|-----|--------------|
| 委員長 | 千葉県健康福祉部薬務課 |
| 委員 | 千葉県総合企画部水政課 |
| 委員 | 千葉県衛生研究所 |
| 委員 | 千葉県企業局水道部浄水課 |
| 委員 | 千葉県企業局水質センター |
| 委員 | 北千葉広域水道企業団 |
| 委員 | かずさ水道広域連合企業団 |
| 委員 | 東総広域水道企業団 |
| 委員 | 九十九里地域水道企業団 |
| 委員 | 南房総広域水道企業団 |
| 委員 | 千葉市環境保健研究所 |

千葉県水道水質管理連絡協議会会則第7条第2項に基づき委員長、同条第3項に基づき委員が会長から指名を受けています。

令和3年度水質検査精度管理委員会委員名簿

| 委員所属及び職名 | 氏名 | 所属住所 | 電話番号 |
|--------------------------------|-------|------------------------|--------------|
| 千葉県健康福祉部薬務課長事務取扱 千葉県健康福祉部次長 | 舘岡 聰 | 千葉市中央区市場町1-1 | 043-223-2623 |
| 千葉県総合企画部水政課 水道事業室主査 | 本田 恵理 | 千葉市中央区市場町1-1 | 043-223-2629 |
| 千葉県衛生研究所 生活環境研究室長 | 鶴岡 則子 | 千葉市中央区仁戸名町666-2 | 043-266-6783 |
| 千葉県企業局水道部浄水課 水質管理班副主査 | 井上 宏隆 | 千葉市花見川区幕張町5-417 -24 | 043-211-8673 |
| 千葉県企業局水道部水質センター 調査課長 | 木下 英二 | 千葉市美浜区若葉3-1-7 | 043-296-8100 |
| 北千葉広域水道企業団 技術部水質管理室調査班主査 | 高橋 真紀 | 流山市桐ヶ谷130番地 | 04-7158-8091 |
| かずさ水道広域連合企業団 浄水1課水質検査班長 | 金木 忠俊 | 木更津市十日市場500番 | 0438-98-8841 |
| 東総広域水道企業団 浄水課水質係係長 | 田谷 賢一 | 香取郡東庄町笹川ろ1番地 | 0478-79-8667 |
| 九十九里地域水道企業団 浄水課水質検査室長 | 石田 剛久 | 東金市東金769番地2 | 0475-54-3492 |
| 南房総広域水道企業団 浄水課水質班主幹 | 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 | 043-238-1900 |

令和3年度参加機関

マンガン及びその化合物

| |
|------------------------|
| 九十九里地域水道企業団 |
| 北千葉広域水道企業団 |
| 東総広域水道企業団 |
| かずさ水道広域連合企業団 |
| 南房総広域水道企業団 |
| 千葉県企業局水質センター |
| 千葉県企業局ちば野菊の里浄水場 |
| 千葉県企業局栗山浄水場 |
| 千葉県企業局柏井浄水場 |
| 千葉県企業局北総浄水場 |
| 千葉県企業局福増浄水場 |
| 佐倉市上下水道部 |
| 千葉県環境保健研究所 |
| 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 |
| 株式会社環境測定サービス |
| オーヤラックスクリーンサービス株式会社 |
| いであ株式会社 |
| 三菱ケミカルアクア・ソリューションズ株式会社 |
| 東京テクニカル・サービス株式会社 |
| 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 |
| 株式会社総合環境分析 |
| 日本総合住生活株式会社 |
| 株式会社ショウエイ |
| 平成理研株式会社 |
| 株式会社トータル環境システム |
| 環境保全株式会社 |
| 株式会社日本分析 |

36機関参加

ジクロロ酢酸

| |
|------------------------|
| 北千葉広域水道企業団 |
| 東総広域水道企業団 |
| かずさ水道広域連合企業団 |
| 南房総広域水道企業団 |
| 千葉県企業局水質センター |
| 千葉県環境保健研究所 |
| 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 |
| 株式会社環境測定サービス |
| 環境未来株式会社 総合検査センター |
| オーヤラックスクリーンサービス株式会社 |
| いであ株式会社 |
| 三菱ケミカルアクア・ソリューションズ株式会社 |
| 東京テクニカル・サービス株式会社 |
| 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 |
| 株式会社総合環境分析 |
| 日本総合住生活株式会社 |
| 平成理研株式会社 |
| 株式会社トータル環境システム |
| 環境保全株式会社 |
| 株式会社日本分析 |

29機関参加

水質検査精度管理実施の記録

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

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

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

| 実施年月日 | 事 項 |
|-------------------|--|
| 平成 28 年 1 月 29 日 | 平成 27 年度水質検査精度管理委員会（大谷俊介 委員長） |
| 平成 28 年 5 月 19 日 | 平成 27 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室，説明：林千恵子，横山結子 特別講演「千葉県の地層と地下水」 環境研究センター 地質環境研究室 研究員 吉田剛 |
| 平成 28 年 7 月 6 日 | 色度（46 機関），薬務課担当：東徳子 |
| 平成 28 年 10 月 19 日 | 亜硝酸態窒素（42 機関），薬務課担当：東徳子 |
| 平成 29 年 1 月 20 日 | 平成 28 年度水質検査精度管理委員会（石出広 委員長） |
| 平成 29 年 5 月 19 日 | 平成 28 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室，説明：田中智子，豊崎緑 特別講演「水道水質検査に用いる検量線の妥当性評価について」 国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 第三室 室長 小林憲弘 |
| 平成 29 年 6 月 28 日 | ハウ素及びその化合物（32 機関），薬務課担当：西條雅明 |
| 平成 29 年 9 月 27 日 | ベンゼン（32 機関），薬務課担当：西條雅明 |
| 平成 30 年 1 月 16 日 | 平成 29 年度水質検査精度管理委員会（石出広 委員長） |
| 平成 30 年 5 月 17 日 | 平成 29 年度結果報告 場所：千葉県庁 5 階大会議室，説明：横山結子，池田俊介 特別講演「クリプトスポリジウム検査と水道の病原生物対策の歴史的経緯」 国立感染症研究所 寄生動物部 第一室 主任研究官 泉山信司 |
| 平成 30 年 7 月 11 日 | 濁度（44 機関），薬務課担当：望月勝人 |
| 平成 30 年 10 月 3 日 | フッ素及びその化合物（37 機関），薬務課担当：望月勝人 |
| 平成 31 年 1 月 17 日 | 平成 30 年度水質検査精度管理委員会（松本正敏 委員長） |
| 令和元年 5 月 21 日 | 平成 30 年度結果報告 場所：千葉県衛生研究所多目的ホール説明：本島しのぶ，豊崎緑 特別講演「水道水質検査方法の近年の改正と今後の展望」 国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 第三室 室長 小林憲弘 |
| 令和元年 7 月 3 日 | 一般細菌（47 機関），薬務課担当：望月勝人 |
| 令和元年 10 月 9 日 | 銅及びその化合物（33 機関），薬務課担当：望月勝人 |
| 令和 2 年 1 月 27 日 | 令和元年度水質検査精度管理委員会（松本正敏 委員長） |
| 令和 2 年 10 月 7 日 | 塩化物イオン（46 機関），有機物（全有機炭素（TOC）の量）（47 機関）， 薬務課担当：市原潤一 |
| 令和 3 年 1 月 20 日 | 令和 2 年度水質検査精度管理委員会（萩野良雄 委員長） |
| 令和 3 年 5 月 21 日 | 令和 2 年度結果報告 方法：オンライン開催 説明：橋本ルイコ，橋本博之 特別講演「水道・環境のリスク管理」 国立保健医療科学院 生活環境研究部 上席主任研究官 浅見真理 |
| 令和 3 年 9 月 28 日 | マンガン及びその化合物（36 機関），ジクロロ酢酸（29 機関）， 薬務課担当：高松大騎 |
| 令和 4 年 1 月 24 日 | 令和 3 年度水質検査精度管理委員会（舘岡聡 委員長） |

令和4年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