

令和5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（臭素酸）	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)	評価方法	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)	分析方法	6
(3)	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 機器分析開始日時（表4-1）	6
(4)	一斉分析項目（表4-2）	7
(5)	妥当性評価（表4-3）	7
(6)	検量線（表4-4）	7
(7)	確認用試料（表4-5）	8
(8)	空試験（表4-6）	9
(9)	前処理（表4-7）	10
(10)	標準原液1・2（表4-8・9）	10

## 【方法別】

### [別表第18 IC-PC法]

(1)	標準液（表5-1）	10
(2)	溶離液等（表5-2）	11
(3)	臭化カリウム・硫酸溶液1・2（表5-3・4）	11
(4)	亜硝酸ナトリウム溶液（表5-5）	11
(5)	使用機器（表5-6）	12
(6)	測定条件（表5-7）	12

[別表第18の2 LC-MS/MS法]

(7) 標準液 (表6-1)	-----	1 2
(8) 移動相 (表6-2)	-----	1 2
(9) 使用機器 (表6-3)	-----	1 2
(10) 測定条件 1・2・3 (表6-4・5・6)	-----	1 3

4 棄却された機関のアンケート結果 (表7)	-----	1 3
------------------------	-------	-----

5 分析装置の流路洗浄方法及びカラムの保管方法について	-----	1 4
-----------------------------	-------	-----

6 試験上の留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等	-----	1 6
---------------------------	-------	-----

7 精度管理に関する意見	-----	1 7
--------------	-------	-----

8 まとめ	-----	1 7
-------	-------	-----

9 資料	-----	1 8
------	-------	-----

**【共通】**

[別表第18 IC-PC法及び別表第18の2 LC-MS/MS法]

表4-1 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 機器分析開始日時	-----	2 0
表4-2 一斉分析項目	-----	2 1
表4-3 妥当性評価	-----	2 1
表4-4 検量線	-----	2 2
表4-5 確認用試料	-----	2 3
表4-6 空試験	-----	2 5
表4-7 前処理	-----	2 6
表4-8 標準原液 1	-----	2 7
表4-9 標準原液 2	-----	2 8

**【方法別】**

[別表第18 IC-PC法]

表5-1 標準液	-----	3 0
表5-2 溶離液等	-----	3 1
表5-3 臭化カリウム・硫酸溶液 1	-----	3 2
表5-4 臭化カリウム・硫酸溶液 2	-----	3 3
表5-5 亜硝酸ナトリウム溶液	-----	3 4
表5-6 使用機器	-----	3 5
表5-7 測定条件	-----	3 6

[別表第18の2 LC-MS/MS法]

表6-1 標準液	-----	3 7
表6-2 移動相	-----	3 7
表6-3 使用機器	-----	3 7
表6-4 測定条件 1	-----	3 8
表6-5 測定条件 2	-----	3 8

表6-6 測定条件3	38
表7 棄却された機関のアンケート結果	39
III 水質検査精度管理（色度）	40
1 実施の概要	40
(1) 実施項目	40
(2) 検査方法	40
(3) 参加機関	40
(4) 配付試料	40
(5) 実施期間	42
(6) 実施方法	42
(7) 評価基準	42
2 実施結果及び評価	42
(1) 報告データ数及び試験方法	42
(2) 実施結果	43
(3) 透過光測定法の基本統計量及びヒストグラム	44
(4) 評価	44
3 データ集計及び解析	44
(1) 報告書の提出期限	44
(2) 試料の保存温度及び試験開始日時（表5-1～表5-2）	44
(3) 妥当性評価（表7）	45
(4) 検量線（透過光測定法）（表8-1～表8-2）	45
(5) 標準列（比色法）（表9-1～表9-2）	46
(6) 確認用試料（透過光測定法）（表10）	46
(7) 空試験（表11-1～表11-2）	47
(8) 標準原液（表12-1～表12-2）	47
(9) 標準液（表13-1～表13-2）	47
(10) 測定、使用機器等（透過光測定法）（表14～表15）	48
(11) 測定（比色法）（表16）	48
4 検査精度が良好ではないとされた機関のアンケート結果（表19）	48
5 試験上の留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等	49
6 精度管理に関する意見	50
7 まとめ	51
8 資料	52
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	

測定開始日時	5 3
表6 同時測定項目	5 4
表7 妥当性評価	5 5
表8 検量線	5 6
表9 標準列	5 8
表10 確認用試料	5 9
表11 前処理、空試験	6 0
表12 標準原液	6 1
表13 標準液	6 4
表14 測定、使用機器	6 5
表15 光源ランプ、吸収セル	6 7
表16 測定	6 9
表17 日常の精度管理	6 9
表18 吸収セル以外の使用器具の洗浄、廃液の処理方法	7 0
表19 検査精度が良好ではないとされた機関のアンケート結果	7 3

令和5年度水質検査外部精度管理実施要領	7 4
---------------------	-----

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 3
付録2 水道水の水質基準	1 0 0
付録3 データ解析で用いた記号及び用語	1 0 1
付録4 千葉県水道水質管理連絡協議会会則	1 0 5
付録5 水質検査精度管理委員会運営規程	1 0 9
付録6 令和5年度水質検査精度管理委員会委員名簿	1 1 1
付録7 令和5年度参加機関	1 1 2
付録8 水質検査精度管理実施の記録	1 1 3

## 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5年10月1日現在、県内に検査所を有する大臣登録の水質検査機関は8機関となった。

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

令和5年度は、臭素酸、色度を対象に外部精度管理を実施した。

## II 水質検査精度管理（臭素酸）

### 1 実施の概要

#### (1) 実施項目

臭素酸

#### (2) 検査方法

臭素酸は「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 18「イオンクロマトグラフーポストカラム吸光光度法」（以下「IC-PC 法」という。）、別表第 18 の 2「液体クロマトグラフー質量分析法」（以下「LC-MS/MS 法」という。）で試験するよう規定されている。

#### (3) 参加機関

##### 31 機関

参加機関の内訳は、水道事業者等及び地方公共団体が 8 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  $10 \mu\text{g/L}$  ( $0.01 \text{ mg/L}$ ) の 25%程度の測定精度を確認することを目的として、試験溶液の濃度を約  $2.4 \mu\text{g/L}$  ( $0.0024 \text{ mg/L}$ ) に設定した。

令和 5 年 7 月 7 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

「臭素酸イオン標準液」2000 mg/L JCSS 化学分析用

（関東化学株式会社製 Lot No. 308K9525 保証期限 2023 年 8 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 配付試料の調製

超純水を 30L ポリタンクに 15L 採取し、臭素酸イオン標準液を 18 mL 加えた後、十分に攪拌し、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 ポリエチレン瓶」80 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。7月10日の午後、配送業者に29機関分の試料の冷蔵配送を依頼した。2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。

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、分注した80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、IC-PC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、12日目及び19日目に各日5本の試料をIC-PC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「外部精度管理開始日時」から2週間目に該当する。臭素酸の全測定濃度の平均値は2.394 μg/L（0.002394 mg/L）であり、変動係数は1.679%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

測定日	容器別測定値*(μg/L)					平均値 (μg/L)	標準偏差	変動係数 (%)
	1	2	3	4	5			
0日目	2.429	2.413	2.405	2.392	2.371	2.402	0.0196	0.816
5日目	2.345	2.321	2.333	2.366	2.353	2.344	0.0156	0.665
12日目	2.453	2.428	2.418	2.428	2.353	2.416	0.0336	1.389
19日目	2.336	2.360	2.322	2.459	2.407	2.377	0.0502	2.114
平均 (n=20)						2.394	0.0402	1.679

※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18 IC-PC法)

<前処理>

試料を孔径0.2 μmのディスポーザブルメンブランフィルターでろ過する。その際、初流液の10 mLは捨て、残りを試験溶液とし、以下の装置及び条件で測定を行った。

<装置等> 臭素酸分析システム (島津製作所製)

イオン クロマトグラフ	LC-20AD (ポンプ)、LC-20Ai (ポンプ)、DGU-20A5R (デガッサー)、SIL-20AC (オートサンプラー)、CTO-20A (カラムオープン)、CBM-20A (システムコントローラー)、SPD-20AV (検出器)
ガードカラム	Shim-pack IC-Bromate(G) (4.6 mm×10 mm)
分離カラム	Shim-pack IC-Bromate (4.0 mm I.D.×150 mm L.)

<測定条件等>

検量線	点数	4	設定濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	1、2、5、10
	フィッティング	直線	重み付け	無
	原点強制通過	無	定量下限値 ( $\mu\text{g/L}$ )	1
試料の希釈の有無	無			
試料のろ過	実施の有無	有	フィルター孔径	0.2 $\mu\text{m}$
カラムオープン温度	40°C			
測定波長	268 nm			
移動相及び流速	1.7 mmol/L NaHCO <sub>3</sub> + 1.8 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 溶液 1.0 mL/min			
反応液 1 組成及び流量	1.2 mol/L NaNO <sub>2</sub> 0.2 mL/min			
反応液 2 組成及び流量	1.5 mol/L KBr + 1.0 mol/L H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.4 mL/min			
試料注入量	200 $\mu\text{L}$			

(5) 実施期間

ア 試料発送年月日

令和 5 年 7 月 10 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 5 年 8 月 9 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

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。

臭素酸の報告値については統計処理の都合上、小数点以下桁数を 3 桁 ( $\mu\text{g/L}$ ) とした。

(7) 評価方法

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  $\pm 10\%$  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 31 であり、除去された機関はなく、データ数は 31 であった。

## (2) 実施結果

全 31 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、2 機関が棄却された。棄却された機関（機関番号 30、31）を除いた 29 機関の報告値を昇順で並び替え 1 から 29 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	IC-PC 法	2.290	-3.1	-5.8	16	IC-PC 法	2.435	0.1	0.1
2	LC-MS/MS 法	2.304	-2.8	-5.3	17	IC-PC 法	2.437	0.1	0.2
3	IC-PC 法	2.312	-2.7	-4.9	18	IC-PC 法	2.440	0.2	0.3
4	IC-PC 法	2.328	-2.3	-4.3	19	LC-MS/MS 法	2.440	0.2	0.3
5	IC-PC 法	2.346	-1.9	-3.5	20	IC-PC 法	2.443	0.2	0.5
6	IC-PC 法	2.361	-1.6	-2.9	21	IC-PC 法	2.444	0.3	0.5
7	IC-PC 法	2.389	-1.0	-1.8	22	IC-PC 法	2.454	0.5	0.9
8	IC-PC 法	2.393	-0.9	-1.6	23	IC-PC 法	2.471	0.9	1.6
9	IC-PC 法	2.400	-0.7	-1.3	24	IC-PC 法	2.481	1.1	2.0
10	LC-MS/MS 法	2.404	-0.6	-1.2	25	IC-PC 法	2.490	1.3	2.4
11	IC-PC 法	2.410	-0.5	-0.9	26	IC-PC 法	2.491	1.3	2.4
12	IC-PC 法	2.413	-0.4	-0.8	27	IC-PC 法	2.497	1.4	2.7
13	IC-PC 法	2.423	-0.2	-0.4	28	LC-MS/MS 法	2.497	1.4	2.7
14	IC-PC 法	2.431	0.0	0.0	29	IC-PC 法	2.500	1.5	2.8
15	IC-PC 法	2.432	0.0	0.0					

### 棄却された機関

30	IC-PC 法	2.091
31	IC-PC 法	2.677

- ・ 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 18 イオンクロマトグラフ・ポストカラム吸光光度法 (IC-PC 法) 及び別表第 18 の 2 液体クロマトグラフ・質量分析法 (LC-MS/MS 法) による。

### (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。

なお、基本統計量は四捨五入し、標準偏差は有効数字 2 桁、その他のデータについては小数点以下 3 桁で記載している。

表 3 基本統計量

(μg/L)	
データ数	29
最大値	2.500
第 3 四分位	2.454
中央値	2.432
第 1 四分位	2.393
最小値	2.290
標準偏差	0.059
平均値	2.419

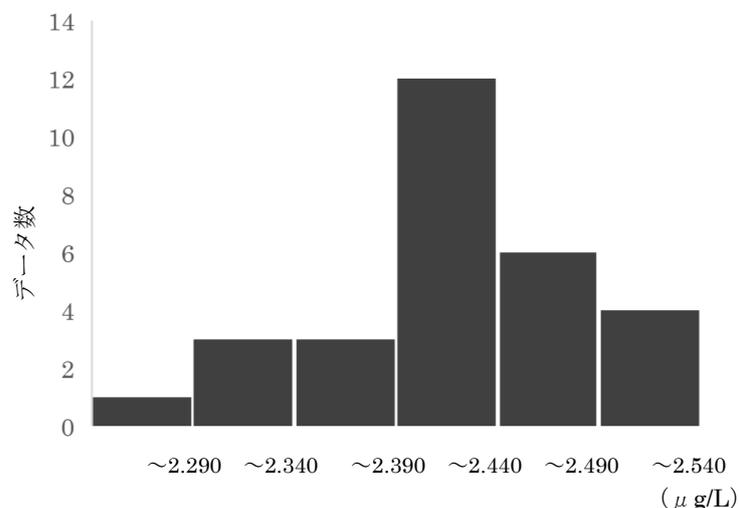


図 1 各機関における報告値のヒストグラム

### (4) 評価

棄却された 2 機関を除く 29 機関において、1 機関（機関番号 1）は Z スコア - 3.1、誤差率 - 5.8% であり、Z スコアの絶対値が 3 を超えたが、評価基準である「Z スコアの絶対値が 3 以上かつ誤差率が ±10% を超えた機関」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 2 機関の報告値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

全ての機関が、提出期限までに電子ファイルを提出した。

### (2) 分析方法

IC-PC 法に従い実施した機関は 27 機関、LC-MS/MS 法に従い実施した機関は 4 機関であった。

### (3) 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、機器分析開始日時 (表 4-1)

全ての機関において、試料は 7 月 11 日中に到着した。

試料の保存温度について、告示法では速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存することが規定されている。全ての機関において試料は 4~7℃で保存されていた。

試験の実施期限について、告示法別表第 18 及び 18 の 2 では 2 週間以内に試験することが規定されている。全ての機関が告示法のとおりに試験を開始した。

(4) 一斉分析項目 (表 4-2)

本試験と同時に一斉分析した項目について、1 機関を除いて「無」と報告した。一斉分析項目 (亜塩素酸) を報告した 1 機関の SOP を確認したところ、一斉分析に関する記述は確認できなかった。

(5) 妥当性評価 (表 4-3)

「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、全ての機関が実施していた。平成 27 年度に実施した臭素酸の外部精度管理では、妥当性評価未実施機関が 4 機関あった。

添加試料の評価を行った水は、水道水が 19 機関、水道水及び精製水が 8 機関、精製水が 4 機関 (機関番号 11、13、22、24) であった。なお、評価した水を水道水及び精製水と報告した機関のうち 1 機関 (機関番号 25) は、妥当性評価書に、定量下限値を測定した精製水についての評価の記載がなかった。

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。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。

添加試料の評価を行った濃度について、定量下限値と報告した機関は 29 機関であった。また、定量下限値を超える濃度を報告した機関が 2 機関 (機関番号 1、7) あった。

(6) 検量線 (表 4-4)

ア 決定係数

全ての機関が 0.998~1.00 の範囲であり、良好であった。ただし、有効数字の桁数の指示どおりに記載しなかった機関が複数認められた。

イ フィッティング方法

全ての機関が直線を採用した。妥当性評価ガイドラインでは検量線の回帰式にはできるだけ直線回帰モデルを用いるとされている。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、最適なフィッティング方法を選択することが重要である。

#### ウ 検量線の点数、設定濃度及び検量線の点数

全ての機関が妥当性ガイドラインで規定されているとおり、ブランク試料を含まない4点以上設定していた。

告示法で、検量線濃度は検水の濃度範囲を超えてはならないとされ、臭素酸の検水の濃度範囲は、IC-PC法では0.001~0.02 mg/L、LC-MS/MS法では0.0005~0.02 mg/Lと規定されている。告示法の濃度範囲内で検量線濃度を設定した機関は29機関であった。機関番号8は、妥当性評価を実施していない濃度(0.5 µg/L)を検量線の点数として報告していた。

告示法の濃度範囲の上限より高い値で検量線濃度を設定した機関はなかった。

#### エ 使用した容器

検量線の作成について、告示法では標準液(別表第18)または混合標準液(別表第18の2)を段階的にメスフラスコ4個以上に採ると規定されている。メスフラスコを使用した機関が30機関、4 mLバイアルを使用した機関が1機関(機関番号26)あった。

告示法においては、検量線の作成に用いるメスフラスコの容量は100 mLと規定されている。100 mLのメスフラスコを使用している機関が20機関、10 mLメスフラスコを使用している機関が2機関、200 mL、20 mL及び5 mLのメスフラスコを使用している機関がそれぞれ1機関、100 mLのメスフラスコと100 mL以外のメスフラスコを組み合わせで使用している機関が5機関あった。

#### オ 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た機関は6機関あり、分析方法別では、IC-PC法が3機関、LC-MS/MS法が3機関であった。

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。

#### カ 定量下限値

「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、定量下限は原則として基準値の10分の1であることと規定されている。全ての機関が基準値の10分の1以下に定量下限値を設定していた。

#### (7) 確認用試料(表4-5)

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。

全 31 機関が、オートサンプラーを使用し、確認用試料を測定していた。また、確認用試料の算定された濃度と調製濃度との差は全ての機関において±10%以内であった。

確認用試料の調製濃度を検量線の作成で調製した一定の濃度と報告しなかった機関が 1 機関（機関番号 8）あった。当該機関の SOP においては、設定濃度は 0.01 mg/L と記載されていた。

質疑応答集において、確認用試料の調製濃度の目安としては、「当該試験における検量線の濃度範囲の中央値付近とすることを原則とする」とされているが、設定された濃度が検量線の中央付近ではないと考えられた機関が複数見られた。また、自機関の SOP と異なる設定濃度で報告した機関（機関番号 15）、SOP に確認用試料の濃度について具体的に定めていない機関が 1 機関認められた。なお、機関番号 23 は、報告された確認用試料の濃度と SOP の記載が一致せず、報告値の誤りまたは SOP の誤記の可能性が考えられた。

確認用試料の算定された濃度との差が調製濃度±10%を超えた場合は是正処置として、31 機関中 27 機関が処置内容を報告した。本問について空欄で報告した 4 機関の SOP を確認したところ、3 機関は是正処置についての記載が見られたが、1 機関は「再測定の実施」のみで、是正処置についての記述はなかった。

是正処置の内容として「作業手順・作業記録を見直すことにより、不備等を確認して再測定をする」とした機関が見られた。しかし、作業手順や作業記録を見直すことができる具体的な記録が提出された機関がほとんどなく、実際に不備を探知できるか不明であった。これらのことから、SOP に是正処置を具体的に記述することは難しいためと推察されたが、一方で、再分析の手順をフロー図等で示している機関も認められた。

#### (8) 空試験（表 4-6）

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ことを確認することが規定されている。

全ての機関が空試験を実施していたが、ろ過処理を実施していない機関が 2 機関（機関番号 15、23）あった。当該 2 機関の SOP を確認したところ、空試験について検水と同様の操作を行うことが記載されていた。

空試験の測定結果が検量線の下限値を下回らなかった場合は是正処置について、31 機関中 27 機関が処置内容を報告した。本問について空欄で報告した 4 機関の SOP を確認したところ、是正処置についての記載が認められた。

是正処置として「作業手順・作業記録を見直すことにより、不備等を確認して再測定をする」とした機関が見られた。処置内容として、試薬等への汚染物質の混入や流路・器具等の汚染を疑い洗浄を行い再測定するなどの対応を具体的に記載している機関が認められたが、作業手順や作業記録を見直すことができる具体的な記録が提出された機関はほとんどなかった。

是正措置の具体的な手順等を SOP に記載することは難しいためと考えられるが、手順等の不備を確認することが可能な記録を作成するなどの対応が必要であると考えられた。

(9) 前処理 (表 4-7)

告示法では、検水 (または検水を検量線の範囲になるよう希釈したもの) を採り、孔径約 0.2  $\mu\text{m}$  のメンブランフィルターろ過装置でろ過すると規定されている。

全 31 機関が希釈を実施しなかった。本試験の実施要領において、配付試料は基準値の範囲内での濃度設定であることを告知したことによると考えられた。

試料のろ過については、1 機関が実施していなかった (機関番号 23)。当該機関の SOP を確認したところ、ろ過を実施することについて記載されていた。また、ろ過を実施した 30 機関については、告示法のと通りの孔径のフィルターを使用していた。

(10) 標準原液 1・2 (表 4-8・9)

告示法で、臭素酸標準原液の濃度は 2000 mg/L と規定されている。また、標準原液として、値付け証明書等が添付されているものを用いることができるとされている。

全ての機関が、臭素酸濃度 2000 mg/L (値付け結果濃度を含む) または 1000 mg/L の値付け証明書が添付された市販標準原液 (単品) を使用していた。なお、使用期限については、全ての機関が期限内に使用していた。

期限設定は、メーカーの使用期限に従うとした機関は 26 機関であった。メーカー使用期限と自機関で定めた期限 (開封後 1 年または半年) とを比較して短い期間を採用している機関は 3 機関あったが、その旨について SOP で規定している機関はなかった。自機関で使用期限を定めている 2 機関 (1 年または半年) のうち、SOP で規定している機関は 1 機関のみであった。

【方法別】

[別表第 18 IC-PC 法]

(1) 標準液 (表 5-1)

ア 濃度

告示法で、標準液の濃度は 0.02~2 mg/L (20~2000  $\mu\text{g/L}$ ) と規定されている。IC-PC 法で測定している 27 機関のうち 21 機関が規定された濃度を報告したが、そのうち、SOP と異なる濃度を報告した機関は 1 機関 (機関番号 7) であった。規定と異なる濃度を報告した 6 機関のうち、3 機関は単位を mg/L とするところを、 $\mu\text{g/L}$  と誤って計算した可能性が考えられた。

イ 調製年月日、期限設定、使用期限

告示法で、標準液の調製は使用の都度と規定されている。27 機関のうち 2 機関 (機関番号 15、30) が用時調製以外と報告した。そのうち 1 機関 (機関番号 30) の SOP には、「使用時調製」と記載されていた。また、期限について、SOP に規定のない機関が 5 機関あった。使用期限の過ぎた標準液を使用した機関はなかった。

## (2) 溶離液等 (表 5-2)

27 機関のうち、溶離液の成分が 1 種類の機関は 9 機関であり、成分が炭酸ナトリウムのみの機関は 8 機関、炭酸水素ナトリウムの機関は 1 機関であった。溶離液の成分が 2 種類の機関は 18 機関であった。

溶離液の使用期限の期限設定を用時調製としている機関は 21 機関であった。用時調製以外 (半年、3 か月、2 か月、1 週間、1 週間以内、メーカー使用期限) としている 6 機関のうち、使用期限「半年」を報告した 1 機関 (機関番号 21) の SOP には、溶離液原液の期限が半年と規定されており、溶離液については「使用の都度調製」と規定されていた。その他の機関において、報告された使用期限を超過して使用している機関はなかった。

自機関の SOP (作業手順フロー含む) に溶離液の調製方法を規定していない機関が 2 機関 (機関番号 24、29)、また、使用期限について規定していない機関は 9 機関見られた。調製方法について、SOP ではなく作業記録に記録していた機関が 1 機関 (機関番号 12) 見られた。

## (3) 臭化カリウム・硫酸溶液 1・2 (表 5-3・4)

調製に使用した硫酸のメーカーは、富士フィルム和光純薬株式会社、シグマアルドリッチジャパン及び関東化学株式会社の 3 社であった。使用期限については、報告のない機関が 4 機関、記載なしと報告した 1 機関を合わせて、期限を定めていない機関は 5 機関あった。使用期限を報告した機関のうち、期限を超過して使用した機関はなかった。

調製に使用した臭化カリウムのメーカーは、富士フィルム和光純薬株式会社及び関東化学株式会社の 2 社であった。使用期限については、報告のない機関が 5 機関、記載なしと報告した 2 機関を合わせて、期限を定めていない機関が 7 機関あった。使用期限を報告した機関のうち、期限を超過して使用した機関はなかった。臭化カリウムについて、告示法の規定するとおりの量を使用している機関は 25 機関であった。また、調製方法について、SOP または手順書等に規定されていた機関は 17 機関、規定がない、あるいは具体的に示されていない機関は 10 機関あった。

## (4) 亜硝酸ナトリウム溶液 (表 5-5)

調製に使用した亜硝酸ナトリウムのメーカーは、富士フィルム和光純薬株式会社及び関東化学株式会社の 2 社であった。亜硝酸ナトリウムの使用量は、全て告示法の規定するとおりであった。使用期限については、報告のない機関が 4 機関、記載なしと報告した 2 機関を合わせて、期限を定めていない機関が 6 機関あった。使用期限を報告した機関のうち、期限を超過して使用した機関はなかった。また、調製方法について、SOP または手順書等に規定のある機関は 17 機関、規定がない、あるいは具体的に示されていない機関は 10 機関あった。

(5) 使用機器 (表 5-6)

分離カラムは、島津製作所製を使用している機関は 15 機関、サーモフィッシャーサイエントフィック社製が 7 機関、東亜 DDK 社製が 2 機関、日立ハイテクサイエンス社製、東ソー社製、日立化成工業社製がそれぞれ 1 機関であった。

紫外部吸収検出器とカラム及び検出器以外の機器については、27 機関中 26 機関は同一メーカー製の装置を使用していたが、1 機関は検出器とそれ以外で異なるメーカーの装置を使用していた。

(6) 測定条件 (表 5-7)

反応部の測定条件は、各機関とも告示法に規定されたとおり、対象物質の最適反応条件に設定されていると考えられた。

各機関の SOP を確認したところ、カラムオープンの温度を 40°C と報告したが、SOP では 30°C と規定されていた機関が 1 機関 (機関番号 13) あった。また、1 機関 (機関番号 29) は臭化カリウム・硫酸溶液と亜硝酸ナトリウム溶液の流速を逆の記入欄に報告していた。

一部の測定条件について、SOP 等により規定されていない機関が複数認められた。

[別表第 18 の 2 LC-MS/MS 法]

(7) 標準液 (表 6-1)

告示法で、標準液の濃度は 0.02~2 mg/L (20~2000 µg/L) と規定されている。LC-MS/MS 法で測定している全 4 機関が規定された濃度を報告した。

標準液の期限設定を一週間と報告した機関 (機関番号 19) の SOP を確認したところ、「使用の都度」と記載されていた。

(8) 移動相 (表 6-2)

移動相 A の成分および濃度は、4 機関のうち 3 機関が 25 mM 酢酸アンモニウム水溶液、1 機関が 50 mM ギ酸アンモニウム水溶液であった。移動相 B については、全ての機関が 100% アセトニトリルを使用していた。移動相の使用期限設定は、用時調製、一週間または開封後 1 年と報告されたが、1 機関を除き、SOP に設定期間についての規定は認められなかった。

(9) 使用機器 (表 6-3)

分離カラムは 3 機関がジールサイエンス社製、1 機関が日本ウォーターズ社製を使用していた。分析装置は、液体クロマトグラフ部分と質量分析計を別メーカー (島津製作所製及びエービーサイエックス) で組み合わせている機関が 2 機関、同一メーカーを用いている機関が 2 機関であった。

#### (10) 測定条件1・2・3 (表6-4・5・6)

自機関の SOP に、液体クロマトグラフの測定条件についての規定がない機関が見られた。

質量分析計による測定に使用したイオン化方法は、全ての機関で ESI ネガティブであった。また、定量方法については、イオン検出方法は全ての機関で SRM を採用しており、プリカーサ及びプロダクトイオン質量数、濃度の算出方法は告示法の規定のとおりであった。

#### 4 棄却された機関のアンケート結果 (表7)

棄却された 2 機関のうち、機関番号 30 は、データが逸脱した原因として想定される事項について、検量線用標準液の調製時にコンタミネーションを起こし、標準液濃度が高くなり検量線の傾きが通常より大きくなったことと推察した。対応は、作業者に対し、経験者により検量線の作成状況について指導を実施した。作業者は、検量線の妥当性評価を行った後に精度管理試料を再測定し、良好な結果を得たことから改善されたと報告した。

機関番号 31 は、測定したクロマトグラム波形を見直してベースラインが若干不安定であること、また、1 台のポンプの圧力に多少の脈流があることを確認したことを挙げ、この脈流が誤差に影響している可能性があることと推察した。メンテナンスを行った後に再度配付試料を分析したところ良好な結果が得られたことから、ポンプの不良を原因と特定し、是正ができたことと報告した。

以上のことから、検査において試験操作や分析装置の異常を探知するためには、測定値に影響を与えるポンプ圧や装置の感度等を反映する検量線のクロマトグラムのピーク面積等を日常的に記録し、その値が通常時と大きな差がないことを確認する必要があると考えられた。

また、精度改善の確認のために、配付された精度管理試料を用いて再測定を行っているが、その実施時期は告示法に規定されている期間を超過しており、試料の安定性が保証できないため、再測定の試料としては望ましくないと考えられた。

## 5 分析装置の流路洗浄方法及びカラムの保管方法について

機関 番号	内容
IC-PC 法	
1	分析終了後は、反応液の流路を精製水で洗浄し、置換しています。 カラム保管時は、溶離液での封入は3ヶ月を超えない期間で新しい溶離液に入れ替えています。
3	流路の洗浄方法は、反応液を精製水に交換しパーージ後、全送液ポンプで30分以上送液する。 カラムは溶離液封入のまま密栓し、冷蔵庫にて保管する。
4	分析終了後、亜硝酸ナトリウム溶液と臭化カリウム-硫酸溶液の流路をそれぞれ、脱気した超純水で0.5 mL/min で2時間以上洗浄しています。 カラムは、分析装置が臭素酸専用なので、装置につけたままです。
5	分析完了しカラムを外した後、超純水（ラボ内超純水製造装置による）を用い、溶離液および反応試薬の流路を6時間以上洗浄する。 カラムは、保存期間が短期間（1ヶ月以内）の場合は溶離液を封入した状態でケースに入れ、温度変化の少ない機器分析室にて保管する。保存期間が1ヶ月を超える場合は、1ヶ月ごとに溶離液を通してカラム内の封入液を入れ替えたうえで上記と同様に保管する。
6	<流路洗浄方法>24時間以上精製水での洗浄が基本となる。装置状態によっては2-プロパノールを用いて洗浄する。 <カラム保管方法>乾燥を防ぐ為に、カラム両端を密栓する。
7	通常時（1週間程度）反応流路は、分析終了後純水で、カラムは溶離液により2時間洗浄後装置内接続状態で保管。 長期間使用しない場合は、溶離液を封入し密封保管（室温）
8	流路洗浄方法：使用后3時間以上純水洗浄、半年に1回程度イソプロパノールにて洗浄 カラム保管方法：暗所常温
9	<ul style="list-style-type: none"> <li>・毎測定終了後に超純水でp c m流路を終夜洗浄している。</li> <li>・月に一回定期で50mmol 亜硝酸ナトリウム溶液でp c mを終夜洗浄している。</li> <li>・月に一回溶離液の10倍濃度でカラム洗浄している。</li> <li>・長期間保管の場合は100mmol/l 四ホウ酸ナトリウム溶液を満たす。</li> </ul>
11	精製水にて洗浄。カラムは装置に付けたまま保管している
12	分析装置の流路洗浄は精製水で6～8時間洗浄する。 カラムの保管方法については、分析時の溶離液を充填した状態で室温で保管する。
13	流路洗浄方法：20%メタノールで流す。カラムの保管方法：100mmol 炭酸水素ナトリウム水溶液で置換して冷蔵庫で保存
14	分析装置の流路洗浄方法：分析終了後、臭化カリウム・硫酸溶液及び亜硝酸ナトリウム溶液のラインを精製水に置換したのち、溶離液と併せて分析条件で10時間以上通液します。 カラムの保管方法：洗浄が完了したカラムは、次の分析まで2～3週間以上開いてしまう場合は取り外して保管することとしています。
15	流路洗浄は測定終了後、純水による洗浄を行い、流路内を純水で満たして次回の測定に備えている。 カラムについては、毎週測定するため、機器に接続したままである。
16	流路洗浄方法：溶離液は4mmol/L 炭酸ナトリウム溶液を使用、反応液1,2は純水に変え洗浄。流速は測定と同じ。 カラム保管：他の種類との付け替えはないため、新品を購入後はそのまま室温で保管。劣化したカラムは廃棄。

17	使用後に早急に A4 水を用いて分析装置を洗浄する。その際廃液に流れる水が中性になるまで A4 水を流し続ける。またカラムについては保管する際に 100mmol の NaHCO <sub>3</sub> を用いて中の溶液を置換する。
18	分析装置の流路は分析終了後に精製水で洗浄しており、月に 1 回程度、エタノールで流路洗浄を行っています。 カラムの保管は、分析終了後に装置から取り外し、カラム購入時に入っていたカラムの箱に常温保管しています。
20	流路洗浄 ① 本体からカラムを取り外し、両端に栓をしておく。 ② 溶離液の代わりにエタノールをセットし、通常のポンプ流量で送液を 1 時間程度行う。 ③ エタノールを溶離液に戻して送液し、流路が溶離液で置換されるまで(約 20 分)行う。 カラムの保管方法 1 週間以上使用しない場合は、本体からカラムを取り外し、両端に栓をして 10℃前後の暗所に保管する。
21	分析後、流路に超純水を流して洗浄を行っている。 カラムの保存に関しては、未使用時は取り外す等の特別な作業は行っていない。
22	分析装置の流路洗浄方法：0.3mL/min で精製水を流す カラムの保管方法：1 週間以上使わない場合は、溶離液封入のまま密栓し、冷所に保存
23	分析後、流路に超純水を流して洗浄を行っている。 カラムの保存に関しては、未使用時は取り外す等の特別な作業は行っていない。
24	分離カラム通過までの流路は、溶離液で満たされた状態です。その後のポストカラム部及び検出器の流路は、分析終了後、超純水で 2 時間以上洗浄を行っています。 分離カラムは、使用頻度が高いため装置に取り付けた状態で保管しています。
25	精製水で流路・カラム共に洗浄。カラムは精製水を満たして保管。
27	分析装置の流路洗浄方法については全ての測定終了後に純水を 3 時間流す。 カラムの保管方法については特になし。
29	流路は精製水で洗浄しています。
30	流路洗浄方法：測定終了後、臭素酸反応液から脱気超純水に切り替え、3 時間流路洗浄する。臭素酸の感度が低下してきた場合は 50mmol/L の亜硝酸ナトリウム水溶液を半日ほど流し、その後脱気超純水に切り替えて 4 時間ほど洗浄する。 カラムの保管方法：測定終了後、装置に取り付けたまま保管。1 週間以上測定しない場合のみ、100mmol/L 炭酸水素ナトリウム溶液を 10 分以上送液してから保管。
31	臭化カリウム・硫酸溶液、及び亜硝酸ナトリウム溶液の流路は、測定終了後超純水に置換し、原則一晩以上洗浄。 またカラムは測定時同様溶離液で満たし、常温で保管。
LC-MS/MS 法	
2	分析終了後、流路にカラムを取り付けた状態で 50%アセトニトリルを 15 分間流し、カラム内を 50%アセトニトリルで置換した状態で保管している
10	50%メタノールで流路洗浄。 カラムを長期使用しない場合は 50%アセトニトリルで封入し冷蔵庫保存。
19	分析終了後、酢酸アンモニウム溶液の流路を水に置換する（塩による詰まりを防ぐため）
28	分析装置の流路洗浄方法：メタノール 100%で 2 時間送液 カラムの保管方法：移動相で満たし、密栓して保管

## 6 試験上の留意点、問題点及び試験操作のノウハウ等

参加機関から記載のあった内容を転載した。

機関番号	内容
IC-PC 法	
1	1 $\mu$ g/L 標準液を分析した際の面積値を記録し、設定した判定基準を超過した場合は必要な措置を行います。
3	溶離液、反応液を丁寧に作成し、十分な時間装置を安定させてから測定開始をしている
5	試料の種類（排水、飲料水、純水など）に応じて使用する器具等を分け、容易に汚染する可能性のある試験操作の際には、事前に超純水による使用器具の洗浄・浸漬等を実施する。
6	同一装置での臭素酸・シアン化物イオンおよび塩化シアンの測定をする為、残留試薬による影響が無い様に流路洗浄は十分に行う。 特に臭素酸は装置状態が安定となるまでの時間が長くかかる傾向がある為、十分に試薬を流して安定化した後測定操作に入る。
7	臭化カリウム・硫酸溶液及び亜硝酸ナトリウム溶液ラインは、使用后純水洗浄を行っているため使用前に十分溶液で置換する必要がある。
8	室温の変化に留意した。
9	<ul style="list-style-type: none"> <li>・毎分析ごとに検量線の記録（面積値、傾き、切片）をとり、各々の値に大きな変動がないか確認をすることで日々の分析の精度管理をしている。</li> <li>・設備使用日常点検記録簿にて機器状態を記録管理している。</li> <li>・ポンプユニットは気泡によるポンプエラーが起りやすいので、反応試薬と溶離液をしっかり脱気し、流路の気泡抜きも十分に行っている。</li> </ul>
11	装置の流路洗浄をこまめに行うことで、硫酸による腐食を抑えるようにしている。
17	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 水質検査を行っている際は高濃度試料を試験操作しない。また高濃度試料を試験操作する際には検査室にて十分な換気を行う。</li> <li>2. 試料はポリエチレン便にて採取を行い、速やかに試験する。できない場合は冷暗所にて保管し2週間以内に試験を行う。</li> <li>3. 検量線の直線性を示す相関係数は 0.99 以上になることを確認する。また満たない場合は満たすまで再度作成を行う。</li> </ol>
18	硫酸の lot が変わると、臭素酸イオンの面積値が変わります。
20	<ul style="list-style-type: none"> <li>・測定中は室温 35℃、湿度 80%を超えないようにし、必要に応じて空調設備を使用すること。</li> <li>・汚染防止のため、排水等の高濃度試料と同時に測定しないこと。高濃度試料の測定後は、機器の洗浄を行ってから測定すること。</li> </ul>
22	サンプル分取の際は、前処理フィルターの無駄が無いように他の項目と併用して分取をしています。
24	臭化カリウム・硫酸溶液及び亜硝酸ナトリウム溶液の脱気方法には、攪拌しながらアスピレーターで吸引する減圧脱気を採用しています。
25	反応液の劣化によるベースラインの乱れが生じる為、そのような現象が見られた場合は使用期限に係らず新しい液と交換する。
27	SOP に従い、試験操作を行う。
31	1mol/L の硫酸調整時、共栓付きメスシリンダー内の発熱や加圧に注意し、臭化カリウム添加は硫酸が常温に下がった後に行う。 溶離液や試薬でポンプを計 3 台使用しているが、前回測定時とポンプの内圧が同等か、また脈流が生じていないか等、圧力変化の有無を注視する。 また臭化カリウム・硫酸溶用のポンプは、硫酸による腐食等の影響を受け易い為、測定後は入念に超純水により洗浄し、ポンプの劣化を極力抑える。

LC-MS/MS 法	
10	ハロ酢酸、PFOS 及び PFOA を同じ機器で測定しているのに、臭素酸分析に切り替えた際の平衡化には十分時間を取るようになっています。
28	感度が安定するまでに時間がかかることが問題点としてあげられる。分析開始前に、25 件程度標準液を打ち、安定が確認できてから本試験を開始している。

## 7 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
3	試験開始前日までに試料が到着したので、日常業務との計画を立てやすく落ち着いて取り組むことができた
7	7, 8 月は予算要求時期となるので、他の月にしていただきたい。 計算がしにくいのですが通常 $\mu\text{g/L}$ での分析は行っていないので、濃度単位は、基準値である $\text{mg/L}$ で記入値は最小記載値にしていただきたい。
9	本試料での測定値の大きなばらつきが見られなかったので、安定した結果が出せて良かったです。
10	結果の報告についてですが、電子データのみでの提出が可能になればと思います。
12	①不足しているわけではありませんが、今後も検査に十分な量の配布をお願いします。 ②水質基準が $\text{mg/L}$ 表記にもかかわらず、測定結果を $\mu\text{g/L}$ 表記にするのには理由があるのでしょうか。
13	夏は水道水の依頼が増えるので、7~8 月を外した時期に開催していただけると嬉しいです。
18	提出期限内に書類必着となっておりますが、郵便局で必着の郵送方法は無いと言われました（到着日は目安でしかお知らせ出来ないとのこと）。国の精度管理において書類の送付が必要であった時は、提出期限日に対し当日消印有効でした。必着を確定する郵送方法が無いことから、書類の提出期限は消印日を有効として欲しい。
31	臭素酸用試料の配布量は適切であった。

## 8 まとめ

(1) 本精度管理には、31 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、2 機関（機関番号 30、31）が棄却された。

棄却された 2 機関を除く 29 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  $\pm 10\%$  を超えた機関」に該当する機関はなく、検査精度は良好と評価された。しかし、一方の評価基準に該当した機関（機関番号 1、Z スコアの絶対値が 3 以上）においては、その原因等を精査し、必要な措置を講じることが望ましいと考えられた。

(2) 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 31 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 4 機関あった。

(3) 空試験について、自機関の SOP にはろ過処理の規定が見られたが、本精度管理実施時には処理を行っていなかった機関が 2 機関あった。SOP 及び告示法の逸脱に該当すると考えられた。

(4) 空試験及び確認用試料の測定結果が検量線の下限值を下回らなかった場合の是正措置について、1 機関は SOP に記載されていないことを確認した。「作業記録等を見直して手順等の不備を探知すること等により原因を追究する」と報告した機関が多数であったが、見直すことのできる具体的な記録等を使用していた機関はほとんど認められなかった。

これらの是正処置を具体的に SOP に規定することは難しいためと推察されたが、原因を追究するための工程記録や対応の手順等について、整備しておくことが望ましい。

(5) 操作手順、測定条件、試薬の管理等の試験に係る事項について、SOP に具体的な記載のない機関が複数認められた。試験の再現性を確保するために、SOP 等に規定することが望ましい。

(6) 今回の精度管理において、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

参加機関からの報告内容を以下の表のとおりまとめた。

### 【共通】

[別表第 18 IC-PC 法及び 18 の 2 LC-MS/MS 法]

表 4-1 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、機器分析開始日時

表 4-2 一斉分析項目

表 4-3 妥当性評価

表 4-4 検量線

表 4-5 確認用試料

表 4-6 空試験

表 4-7 前処理

表 4-8 標準原液 1

表 4-9 標準原液 2

## 【方法別】

### [別表第 18 IC-PC 法]

- 表 5-1 標準液
- 表 5-2 溶離液等
- 表 5-3 臭化カリウム・硫酸溶液 1
- 表 5-4 臭化カリウム・硫酸溶液 2
- 表 5-5 亜硝酸ナトリウム溶液
- 表 5-6 使用機器
- 表 5-7 測定条件

### [別表第 18 の 2 LC-MS/MS 法]

- 表 6-1 標準液
- 表 6-2 移動相
- 表 6-3 使用機器
- 表 6-4 測定条件 1
- 表 6-5 測定条件 2
- 表 6-6 測定条件 3

## 【アンケート】

- 表 7 棄却された機関のアンケート結果

【共通】 [別表第 18 IC-PC 法及び 18 の 2 LC-MS/MS 法]

表 4-1 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、機器分析開始日時

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	機器分析開始日時
1	7月11日14時00分	4	7月18日11時00分	7月18日11時40分	7月18日16時46分
2	7月11日9時30分	4	7月13日14時00分	7月13日14時40分	7月13日20時00分
3	7月11日10時25分	7	7月12日15時00分	7月12日15時30分	7月12日16時25分
4	7月11日10時30分	4	7月12日10時00分	7月12日10時00分	7月12日11時53分
5	7月11日10時40分	4	7月14日8時30分	7月14日10時00分	7月14日13時16分
6	7月11日15時20分	4	7月20日9時00分	7月20日9時00分	7月20日11時29分
7	7月11日11時50分	6	7月12日9時00分	7月12日12時30分	7月12日13時20分
8	7月11日10時30分	4	7月14日13時30分	7月14日15時00分	7月14日17時00分
9	7月11日11時50分	4	7月12日18時00分	7月12日20時00分	7月12日22時27分
10	7月11日	6	7月12日 13時00分	7月12日 13時30分	7月12日 14時00分
11	7月11日11時00分	4	7月14日9時00分	7月14日11時00分	7月14日15時40分
12	7月11日9時55分	4	7月12日13時00分	7月12日14時00分	7月12日16時00分
13	7月11日11時27分	4	7月12日17時00分	7月12日17時20分	7月12日18時20分
14	7月11日11時00分	4	7月13日11時00分	7月13日14時00分	7月13日17時00分
15	7月11日15時00分	4	7月12日9時30分	7月12日9時30分	7月12日11時00分
16	7月11日15時44分	4	7月12日9時00分	7月12日13時00分	7月12日15時12分
17	7月11日10時00分	5	7月12日9時50分	7月12日9時37分	7月12日16時37分
18	7月11日10時40分	4	7月12日9時07分	7月12日17時48分	7月12日19時15分
19	7月11日10時	5	7月13日10時00分	7月13日10時00分	7月14日10時00分
20	7月11日11時00分	5	7月13日10時00分	7月13日15時00分	7月13日16時01分
21	7月11日12時20分	4	7月12日10時00分	7月12日16時30分	7月12日17時59分
22	7月11日9時30分	5	7月12日9時20分	7月12日10時30分	7月12日10時55分
23	7月11日10時00分	4	7月12日9時00分	7月12日10時00分	7月12日10時05分
24	7月11日10時15分	4	7月12日9時00分	7月12日12時30分	7月12日10時30分
25	令和5年7月11日 9時4分	4	7月18日10時00分	7月18日10時30分	7月18日11時05分
26	7月11日11時10分	4	7月13日14時00分	7月13日17時30分	7月13日18時10分
27	7月11日10時10分	4	7月18日9時00分	7月18日11時00分	7月18日11時43分
28	7月11日9時20分	4	7月13日18時05分	7月13日18時05分	7月13日21時03分
29	7月11日11時00分	4	7月12日9時00分	7月13日14時00分	7月13日15時30分
30	7月11日11時00分	4	7月12日14時00分	7月12日14時45分	7月12日15時00分
31	7月11日10時30分	5	7月13日17時00分	7月13日20時00分	7月13日21時15分

表 4-2 一斉分析項目

機関番号	一斉分析項目	機関番号	一斉分析項目	機関番号	一斉分析項目
1	無	11	無	21	無
2	無	12	無	22	無
3	無	13	無	23	無
4	無	14	無	24	無
5	無	15	無	25	無
6	無	16	無	26	無
7	無	17	無	27	亜塩素酸
8	無	18	無	28	無
9	無	19	無	29	無
10	無	20	無	30	無
				31	無

表 4-3 妥当性評価

機関 番号	妥当性評価				
	検量線の評価		添加試料の評価		
	キャリアオーバー 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	0.004mg/L(水道水)
2	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
3	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値
4	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)
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	定量下限値(水道水)
7	実施	実施	実施	水道水	2
8	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 1 μg/L(水道水)
9	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
10	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値(精製水) 2 μg/L(水道水)
11	実施	実施	実施	精製水	定量下限値(精製水)
12	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)
13	実施	実施	実施	精製水	定量下限値
14	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
15	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
16	実施	実施	実施	水道水	定量下限値

機関 番号	妥当性評価				
	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
17	実施	実施	実施	精製水及び水道水	定量下限値（精製水）、 1 $\mu$ g/L(水道水)
18	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値
19	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値
20	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
21	実施	実施	実施	水道水	定量下限（水道水）
22	実施	実施	実施	精製水	1 $\mu$ g/L（精製水）
23	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
24	実施	実施	実施	精製水	1
25	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値（精製水） 4 $\mu$ g/L（水道水）
26	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
27	実施	実施	実施	水道水	1 $\mu$ g/L（水道水）
28	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
29	実施	実施	実施	水道水	定量下限値（水道水）
30	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
31	実施	実施	実施	水道水	定量下限値（水道水）

表 4-4 検量線

機関 番号	決定 係数	フィッ ティング 方法	点数	設定濃度( $\mu$ g/L)	調製に使用した容器	重み 付け	原点 強制 通過	定量 下限値 ( $\mu$ g/L)
1	1.00	直線	4	1, 2, 4, 10	100mL メスフラスコ	無	無	1
2	1.000	直線	4	1, 2, 5, 20	100mL メスフラスコ	無	無	1
3	0.999	直線	5	1, 2, 5, 10, 20	5mL メスフラスコ	無	無	1
4	1.000	直線	5	1, 2, 5, 10, 20	100mL メスフラスコ	無	無	1
5	0.999	直線	4	1, 2, 3, 5	100mL メスフラスコ	無	無	1
6	0.999	直線	4	1, 2, 5, 10	100mL メスフラスコ	無	無	1
7	0.999	直線	4	1, 2, 4, 10	100mL メスフラスコ	無	無	1
8	1.00	直線	6	0.5, 1, 2.5, 5, 10, 20	100, 200mL メスフラスコ	無	無	1
9	0.999	直線	4	1, 2, 5, 10	100ml メスフラスコ	無	無	1
10	0.998	直線	4	1, 2, 5, 10	20mL メスフラスコ	有	無	1
11	0.998	直線	5	1, 2, 5, 8, 10	10mL メスフラスコ	無	無	1
12	1.00	直線	4	1, 2, 5, 10	100mL メスフラスコ	無	無	1
13	1.00	直線	5	1, 2, 5, 10, 20	100mL メスフラスコ	有	無	1

機関 番号	決定 係数	フィッ ティング 方法	点数	設定濃度 ( $\mu$ g/L)	調製に使用した容器	重み 付け	原点 強制 通過	定量 下限値 ( $\mu$ g/L)
14	1.00	直線	5	1, 2, 5, 10, 20	100ml メスフラスコ	無	無	1
15	0.999	直線	4	1, 2, 5, 10	100, 200, 500, 1000mL メスフラスコ	無	無	1
16	0.999	直線	4	1, 2, 3, 5	100mL メスフラスコ	無	無	1
17	1.000	直線	5	1, 2, 5, 10, 15	100mL メスフラスコ	無	無	1
18	0.999	直線	4	1, 2, 5, 10	200mL メスフラスコ	無	無	1
19	0.999	直線	7	0.5, 1, 2, 5, 10, 15, 20	0.5 $\mu$ g/L 100mL メスフラスコ 1~20 $\mu$ g/L 50mL メスフラスコ	有	無	0.5
20	0.999	直線	5	1, 2, 5, 5, 10, 20	100mL メスフラスコ	無	無	1
21	1.00	直線	4	1, 2, 5, 10	100mL メスフラスコ	無	無	1
22	0.999	直線	6	0.5, 1, 2, 5, 10, 20	100mL メスフラスコ	無	無	1
23	0.999	直線	4	1, 2, 5, 10	100mL メスフラスコ	無	無	1
24	0.999	直線	4	1, 2, 5, 10	100mL メスフラスコ	無	無	1
25	1.000	直線	4	1, 4, 10, 20	10mL メスフラスコ	有	無	1
26	0.999	直線	4	1, 2, 4, 8	4mL バイアル	無	無	1
27	0.999	直線	4	1, 2, 5, 10	100, 200mL メスフラスコ	無	無	1
28	1.00	直線	4	1, 2, 5, 5, 10	50mL メスフラスコ、 20mL メスフラスコ、 10mL メスフラスコ、 100mL メスフラスコ	有	無	1
29	0.999	直線	4	1, 2, 5, 10	100mL メスフラスコ	有	無	1
30	0.999	直線	4	1, 2, 4, 10	100mL メスフラスコ	無	無	1
31	0.999	直線	4	1, 2, 5, 10	100mL メスフラスコ	無	無	1

表 4-5 確認用試料

機関 番号	オート サンプラ の使用	設定濃度 ( $\mu$ g/L)	測定結果 ( $\mu$ g/L)	誤差率 (%)	算定された濃度との差が 調製濃度 $\pm$ 10%を超えた場合は是正処置
1	有	2	1.940	-3	作業手順を見直し、不備を検知後正しい方法で再測定する。
2	有	5	5.278	5.56	作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方法で再測定する
3	有	5	5.043	0.86	溶液の再調整や、流路、接合部の洗浄等を講じ、再測定する
4	有	4.990	4.951	-0.781563126	是正措置を講じた上で、超過した工程管理試料の一段階前の工程管理試料以降の試料について、再測定を行う。
5	有	3	2.956	-1.466666667	作業記録によって使用標準液・試薬、作業手順等に誤りがないかを確認した後、正しい手順で再度測定を行う。

機関 番号	オート サンプラー の使用	設定濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	測定結果 ( $\mu\text{g/L}$ )	誤差率 (%)	算定された濃度との差が 調製濃度 $\pm 10\%$ を超えた場合は是正処置
6	有	5	4.853	-2.94	再測定でも改善されない場合は機器の校正後再測定、 なお改善されない場合は機器の保守点検を行い再測定
7	有	2	1.866	-6.7	
8	有	4	4.059	1.475	
9	有	2	2.017	0.85	検査実施標準作業書を見直し、不備が無かったか確認 後に、正しい手順で再測定する
10	有	5	5.177	3.54	原因を取り除いて、適正であったチェックサンプルの直後ま で戻って再分析を実施。機器不良の場合は検量線も再 度作成する。
11	有	5	5.023	0.46	洗浄したのち、検量線を作成して試験し直す
12	有	5	4.930	-1.4	作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方 法で再測定する
13	有	5	4.841	-3.18	作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方 法で再測定する
14	有	1	1.011	1.1	データを確認して、不備を修正し、再測定する
15	有	1	0.972	-2.8	操作手順・結果のチャートの確認を行うとともに、再 測定の実施。
16	有	3	3.053	1.766666667	-
17	有	2	1.954468	-2.2766	装置の状態の確認、検量線の再作成等を行い原因を探 知後、対策した上で再分析を行う。
18	有	2	1.899	-5.05	異常原因を追究し、措置を取った後、再測定する。
19	有	2	1.998	-0.1	試料再調整し再測定
20	有	10	10.004	0.04	試験操作と検量線の作成を見直して試験し直す。
21	有	5	4.909	-1.82	作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方 法で再測定する
22	有	2	1.987	-0.65	検査結果の信頼性に疑いがあると判断して、その原因 究明に努め、影響を与えた要因を排除し再測定する
23	有	2	2.067	3.35	作業を見直して不備を確認し、再測定する
24	有	5	4.866	-2.68	-
25	有	10	9.747	-2.53	作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方 法で再測定する
26	有	2	1.953	-2.35	再測定も範囲外なら、機器点検調整を行い、再度、検 量線を作成して測定を行う。
27	有	5	5.084	1.68	全ての試料の再調製を行い、再測定を行う
28	有	5	5.146	2.92	作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方 法で再測定する
29	有	2	2.013	0.65	再測定
30	有	4	4.001	0.025	原因を究明して処置を行い、前後約 10 検体を再試験 する
31	有	5	5.074	1.48	試薬や標準液の調整等、操作手順に不備がないか確 認、原因究明是正後に再測定を実施

表 4-6 空試験

機関 番号	実施の 有無	測定結果 ( $\mu\text{g/L}$ )	ろ過の 有無	測定結果が検量線の下限値を下回らなかった場合の是正処置
1	実施	<1	有	汚染源を改善の上、検量線の濃度範囲の下限値を下回るまで再操作を行う。
2	実施	<1	有	作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方法で再測定する
3	実施	<1	有	精製水の検討、検体の再作成や流路、接合部の洗浄等を講じ、再測定する
4	実施	<1	有	試料の前処理、測定を通して汚染・混入がないかを確認し、是正措置を講じた上で、全試料を再測定する。
5	実施	<1	有	作業記録や分析チャートによって、作業手順、ピーク面積、器具汚染の有無等を確認した後、正しい手順で再度測定を行う。
6	実施	<1	有	定量下限値を下回るまで操作を繰り返す
7	実施	<1	有	
8	実施	<1	有	
9	実施	<1	有	検査実施標準作業書を見直し、不備が無かったか確認後に、正しい手順で再測定する
10	実施	<1	有	原因を取り除いて、再度一連の操作を行い、検量線の最低濃度を下回るまで操作を繰り返す。
11	実施	<1	有	洗浄したのち、検量線を作成して試験し直す
12	実施	<1	有	作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方法で再測定する
13	実施	<1	有	作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方法で再測定する
14	実施	<1	有	データを確認して、不備を修正し、再測定する
15	実施	<1	無	操作手順・結果のチャートの確認を行うとともに、再測定の実施。
16	実施	<1	有	-
17	実施	<1	有	装置の状態の確認、検量線の再作成等を行い原因を探知後、対策した上で再分析を行う。
18	実施	<1	有	異常原因を追究し、措置を取った後、再測定する。
19	実施	<0.5	有	使用器具等の洗浄実施、再測定
20	実施	<1	有	試験操作を見直して試験し直す。
21	実施	<1	有	作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方法で再測定する
22	実施	<1	有	測定対象物質が検出された場合、その原因を調査、是正処置を講じ再度同じ操作を行い、再測定する
23	実施	<1	無	作業を見直して不備を確認し、再測定する
24	実施	<1	有	-
25	実施	<1	有	作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方法で再測定する
26	実施	<1	有	器具・機器の洗浄を、下限値を下回るまで繰り返す。

機関番号	実施の有無	測定結果 ( $\mu\text{g/L}$ )	ろ過の有無	測定結果が検量線の下限値を下回らなかった場合は是正処置
27	実施	<1	有	作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方法で再測定する。
28	実施	<1	有	作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方法で再測定する
29	実施	<1	有	再測定
30	実施	<1	有	原因を究明して処置を行い、再度空試験を行う。
31	実施	<1	有	試薬や標準液の調整等、操作手順に不備がないか確認、原因究明是正後に再測定を実施

表 4-7 前処理

機関番号	試料の希釈の有無	希釈倍率 (倍)	試料のろ過の有無	フィルターの孔径 ( $\mu\text{m}$ )
1	無	-	有	0.2
2	無	-	有	0.2
3	無	-	有	0.2
4	無	-	有	0.2
5	無	-	有	0.2
6	無	1	有	0.2
7	無	-	有	0.2
8	無	-	有	0.2
9	無	-	有	0.2
10	無	-	有	0.2
11	無	-	有	0.2
12	無	-	有	0.2
13	無	-	有	0.2
14	無	-	有	0.2
15	無	-	有	0.2
16	無	-	有	0.2
17	無	-	有	0.2
18	無	-	有	0.2
19	無	-	有	0.2
20	無	-	有	0.2
21	無	-	有	0.2
22	無	-	有	0.22
23	無	-	無	-
24	無	-	有	0.22
25	無	-	有	0.2
26	無	—	有	0.2
27	無	-	有	0.2

機関番号	試料の希釈の有無	希釈倍率(倍)	試料のろ過の有無	フィルターの孔径(μm)
28	無	-	有	0.2
29	無	-	有	0.2
30	無		有	0.2
31	無	—	有	0.2

表 4-8 標準原液 1

機関番号	種類	濃度(mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ番号
1	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
2	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
3	市販標準液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	SCP SCIENCE	AS0-000-431
4	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
5	市販標準原液(単品)	1996	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
6	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
7	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
8	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	富士フイルム和光純薬	024-18913
9	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	富士フイルム和光純薬株式会社	024-18913
10	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
11	市販標準原液	2000	臭化物イオン標準液	富士フイルム和光純薬	028-18913
12	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	富士フイルム和光純薬	024-18193
13	市販標準原液(単品)	1996	臭素酸イオン標準液 BrO <sup>-</sup> 2000	関東化学	05807-96
14	市販標準品(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
15	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	富士フイルム和光純薬(株)	024-18913
16	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
17	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	富士フイルム和光純薬	024-18913
18	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
19	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	ジーエルサイエンス	1021-12000
20	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	富士フイルム和光純薬	028-18911
21	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
22	市販標準原液(単品)	2000	認証標準物質 臭素酸イオン 2000 μg/mL in 125mL	GL Sciences Inc	1021-12000
23	市販標準原液(単品)	2000	臭素酸イオン標準液	富士フイルム和光純薬	024-18913

機関番号	種類	濃度 (mg/L)	製品名	メーカー名	カタログ番号
24	市販標準原液 (単品)	2001	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
25	市販標準原液 (単品)	1000	臭素酸イオン標準液	シグマアルドリッチ	78476-100ML
26	市販標準原液 (単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
27	市販標準原液 (単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
28	市販標準原液 (単品)	1996	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
29	市販標準原液 (単品)	2000	臭素酸イオン標準液	富士フイルム和光純薬	024-18913
30	市販標準液 (単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96
31	市販標準原液 (単品)	2000	臭素酸イオン標準液	関東化学	05807-96

表 4-9 標準原液 2

機関番号	値付け証明書の有無	トレーサビリティ	期限設定	使用期限
1	有	JCSS	メーカー使用期限	2025年4月30日
2	有	JCSS	メーカー使用期限	2025年4月30日
3	有	A2LA, ilac-MRA	メーカー使用期限	2024年3月31日
4	有	JCSS	メーカー使用期限又は 開封後1年のいずれかの短い期間	2023年8月31日
5	有	JCSS	メーカー使用期限	2023年8月31日
6	有	JCSS	メーカー使用期限	2025年4月30日
7	有	JCSS	メーカー使用期限	2024年1月
8	有	JCSS	メーカー使用期限	2025年2月末
9	有	JCSS	メーカー使用期限	2024年4月
10	有	JCSS	開封後半年もしくはメーカー使用期限(早い方)	2023年8月末
11	有	JCSS	メーカー期限	2025年2月末
12	有	JCSS	メーカー使用期限	2025年2月28日
13	有	JCSS	メーカー使用期限	2023年8月31日
14	有	JCSS	メーカー使用期限	2025年4月
15	有	JCSS	メーカー使用期限	2025年2月28日
16	有	JCSS	メーカー使用期限	2025年4月末
17	有	JCSS	メーカー使用期限	2025年02月
18	有	JCSS	1年	2024年3月8日

機関 番号	値付け 証明書の 有無	トレーサ ビリティ	期限設定	使用期限
19	有	CRM	メーカー使用期限	2023年12月31日
20	有	JCSS	メーカー使用期限	2025年2月28日
21	有	JCSS	メーカー使用期限	2023年8月31日
22	有	NIST	メーカー使用期限	2023年12月31日
23	有	JCSS	メーカー使用期限	2024年4月
24	有	JCSS	メーカー使用期限	2025年4月30日
25	有	NIST	メーカー使用期限	2025年8月
26	有	JCSS	メーカー使用期限	2023年8月31日
27	有	JCSS	メーカー使用期限	2023年8月31日
28	有	JCSS	開封後1年又はメーカー使用期限のうち短い期日	2023年8月31日
29	有	JCSS	メーカー使用期限	2024年4月30日
30	有	JCSS	半年	2024年1月12日
31	有	JCSS	メーカー使用期限	2025年4月30日

## 【方法別】

## [別表第 18 IC-PC 法]

表 5-1 標準液

機関 番号	濃度 (mg/L)	調製年月日	期限設定	使用期限
1	0.1	2023 年 7 月 18 日	用時調製	2023 年 7 月 18 日
3	0.02	2023 年 7 月 12 日	用時調製	2023 年 7 月 12 日
4	10	2023 年 7 月 12 日	用時調製	2023 年 7 月 12 日
5	0.02	2023 年 7 月 14 日	用時調製	2023 年 7 月 14 日
6	0.2	2023 年 7 月 20 日	用時調製	2023 年 7 月 20 日
7	0.02	令和 5 年 7 月 12 日	用時調製	令和 5 年 7 月 12 日
8	0.02	2023 年 7 月 14 日	用時調製	2023 年 7 月 14 日
9	0.01	2023 年 7 月 12 日	用時調製	2023 年 7 月 12 日
11	20	2023 年 7 月 14 日	用時調製	2023 年 7 月 14 日
12	0.2	2023 年 7 月 12 日	用時調整	2023 年 7 月 13 日
13	0.02	2023 年 7 月 12 日	用時調製	2023 年 7 月 19 日
14	2	2023 年 7 月 13 日	用時調整	2023 年 7 月 13 日
15	1	2023 年 7 月 6 日	4 か月	2023 年 11 月 6 日
16	0.02	2023 年 7 月 12 日	用時調製	2023 年 7 月 12 日
17	20	2023 年 7 月 12 日	用時調製	2023 年 7 月 12 日
18	2	2023 年 7 月 12 日	用時調製	2023 年 7 月 12 日
20	0.02	2023 年 7 月 13 日	用時調整	2023 年 7 月 13 日
21	0.1	2023 年 7 月 12 日	用時調製	2023 年 7 月 12 日
22	0.02	2023 年 7 月 12 日	用時調製	2023 年 7 月 12 日
23	0.1	2023 年 7 月 12 日	用時調整	2023 年 7 月 12 日
24	0.02	2023 年 7 月 12 日	用時調製	2023 年 7 月 13 日
25	0.02	2023 年 7 月 18 日	用時調製	2023 年 7 月 18 日
26	0.008	2023 年 7 月 13 日	用時調製	2023 年 7 月 13 日
27	0.01	2023 年 7 月 18 日	用時調製	2023 年 7 月 18 日
29	0.02	2023 年 7 月 13 日	用時調製	2023 年 7 月 13 日
30	1	2023 年 7 月 12 日	1 ヶ月	2023 年 8 月 12 日
31	0.02	2023 年 7 月 13 日	用時調整	2023 年 7 月 13 日

表 5-2 溶離液等

機関 番号	成分および濃度		期限 設定	使用期限
	成分 1	成分 2		
1	12.0 mmol/L 炭酸水素ナトリウム	0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム	用時調製	2023 年 7 月 18 日
3	3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム	-	用時調製	2023 年 7 月 12 日
4	12.0 mmol/L 炭酸水素ナトリウム	0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム	用時調製	2023 年 7 月 12 日
5	3.6mmol/L 炭酸ナトリウム	-	用時調製	2023 年 7 月 15 日
6	0.3 mmol/L 炭酸水素ナトリウム	2.7 mmol/L 炭酸ナトリウム	用時調製	2023 年 7 月 20 日
7	12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム	0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム	用時調製	令和 5 年 7 月 13 日
8	6.0 mmol/L 炭酸水素ナトリウム	0.30 mmol/L 炭酸ナトリウム	2 か月	2023 年 8 月 29 日
9	0.1mmol/l 炭酸水素ナトリウム	3.75mmol/l 炭酸ナトリウム	用時調製	2023 年 7 月 13 日
11	1.0mmol//L 炭酸水素ナトリウム	3.5mmol/L 炭酸ナトリウム	用時調製	2023 年 7 月 14 日
12	4mmol/L 炭酸水素ナトリウム	-	用時調整	2023 年 7 月 13 日
13	9mmol 炭酸ナトリウム	-	用時調製	-
14	1.7mmol/L 炭酸水素ナトリウム	1.8mmol/L 炭酸ナトリウム	用時調整	2023 年 7 月 13 日
15	12mmol/L 炭酸水素ナトリウム	0.6mmol/L 炭酸ナトリウム	用時調整	2023 年 7 月 12 日
16	4mmol/L 炭酸ナトリウム	-	用時調製	2023 年 7 月 12 日
17	1mmol/L 炭酸水素ナトリウム	4.5 mmol/L 炭酸ナトリウム	用時調製	2023 年 7 月 12 日
18	12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム	0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム	用時調製	2023 年 7 月 12 日
20	1.0mmol/L 炭酸水素ナトリウム	3.5mmol/L 炭酸ナトリウム	3 か月	2023 年 10 月 12 日
21	3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム	-	半年	2023 年 12 月 31 日
22	12mmol/L 炭酸水素ナトリウム	0.6mmol/L 炭酸ナトリウム	1 週間	2023 年 7 月 19 日
23	0.6mmol/L 炭酸ナトリウム	12mmol/L 炭酸水素ナトリウム	用時調整	-
24	9.0 mmol/L 炭酸ナトリウム	-	用時調製	2023 年 7 月 13 日
25	1.7 mmol/L 炭酸水素ナトリウム	1.8 mmol/L 炭酸ナトリウム	用時調製	2023 年 7 月 18 日
26	12mmol/L 炭酸水素ナトリウム	0.6mmol/L 炭酸ナトリウム	用時調製	2023 年 7 月 13 日
27	0.1 mmol/L 炭酸水素ナトリウム	3.75 mmol/L 炭酸水素ナトリウム	用時調製	2023 年 7 月 18 日
29	5.0mmol/L 炭酸水素ナトリウム	3.5mmol/L 炭酸ナトリウム	メーカー 使用期限	2023 年 12 月 31 日
30	9mmol/L 炭酸ナトリウム	-	1 週間 以内	2023 年 7 月 19 日
31	4mmol/L 炭酸ナトリウム	-	用時調整	2023 年 7 月 14 日

表 5-3 臭化カリウム・硫酸溶液 1

機関 番号	硫酸				
	製品名	メーカー名	カタログ番号	グレード	使用期限
1	硫酸	富士フイルム和光純薬	190-04675	精密分析用	2024年7月31日
3	硫酸	富士フイルム和光純薬	190-04675	精密分析用	2026年3月31日
4	硫酸	富士フイルム和光純薬	190-04675	精密分析用	2024年7月11日
5	硫酸	シグマアルドリッチ ジャパン	28-5880-5	精密分析用	2023年9月12日
6	1mol/L 硫酸 (2N)	関東化学	37879-76	定量分析用滴定液	2023年11月11日
7	硫酸	関東化学	37390-00	特級	-
8	硫酸	富士フイルム和光純薬	199-07325	有害金属測定用	2024年1月6日 (開封後6か月)
9	硫酸	関東化学株式会社	37390-09	金属分析用	2023年9月13日
11	硫酸	関東化学	37390-00	特級	2024年6月14日
12	10mol/L 硫酸	関東化学	37993-13	イオンクロマト グラフィー用	2024年3月31日
13	硫酸	関東化学	37390-00	特級	-
14	1 mol/L 硫酸	関東化学	37879-08	容量分析用	2023年12月16日
15	1mol/L 硫酸	富士フイルム和光純薬 (株)	198-09595	容量分析用	2023年10月
16	硫酸(1+1)	関東化学	37928-08	水銀分析用	2026年5月28日
17	硫酸	富士フイルム和光純薬	192-04696	試薬特級	-
18	硫酸	富士フイルム和光純薬	190-04675	精密分析用	2024年5月31日
20	硫酸	富士フイルム和光純薬	190-04675	精密分析用	2028年7月10日
21	硫酸 1mol/L	関東化学	37879-08	容量分析用	2023年8月1日
22	硫酸	関東化学	37390-00	特級	2024年7月6日
23	硫酸	富士フイルム和光純薬	190-04675	精密分析用	-
24	硫酸	富士フイルム和光純薬	190-04675	精密分析用	2024年7月11日
25	硫酸	富士フイルム和光純薬	190-04675	精密分析用	2023年12月
26	硫酸	関東化学	37390-00	特級	2024年7月8日
27	10mol/L 硫酸	関東化学	37993-13	イオンクロマト グラフィー用	2024年1月31日
29	硫酸	富士フイルム和光純薬	190-04675	精密分析用	記載なし
30	硫酸	関東化学	37390-00	特級	2024年1月12日
31	硫酸	関東化学	37390-03	精密分析用	2026年4月4日

表 5-4 臭化カリウム・硫酸溶液 2

機関 番号	臭化カリウム					
	製品名	メーカー名	カタログ番号	グレード	使用期限	使用量 (g)
1	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2025年6月30日	178.5
3	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2026年5月31日	178
4	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2024年7月5日	178.5
5	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2024年2月2日	178.5
6	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2027年3月13日	178.5
7	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	-	178.5
8	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2023年11月9日 (開封後6ヵ月)	178.5
9	臭化カリウム	関東化学株式会社	32319-00	特級	2024年6月13日	178.5
11	臭化カリウム	関東化学	32319-00	特級	2024年6月28日	178.5
12	臭化カリウム	関東化学	32319-00	特級	2028年5月31日	178.5
13	臭化カリウム	関東化学	32326-00	特級	-	178.5
14	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2023年7月13日	178.5
15	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬 (株)	168-03475	特級	記載無	178.52
16	臭化カリウム	関東化学	32319-00	特級	2028年5月23日	178.5
17	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	試薬特級	-	178.5
18	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2024年3月3日	178.5
20	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2028年5月10日	178.5
21	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2023年12月14日	178.5
22	臭化カリウム	関東化学	32319-00	特級	2024年7月3日	178.5
23	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	-	178.5
24	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2024年7月11日	178.5
25	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2023年8月17日	178.5
26	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2024年6月13日	178
27	臭化カリウム	関東化学	32319-00	特級	-	178.5
29	臭化カリウム	関東化学	32319-00	特級	記載なし	178.5
30	臭化カリウム	富士フィルム和光純薬	168-03475	特級	2024年1月12日	178.5
31	臭化カリウム	関東化学	32319-00	特級	2025年12月5日	178.5

表 5-5 亜硝酸ナトリウム溶液

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	使用量
1	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	195-02562	特級	2024年4月30日	82.8
3	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	197-02561	特級	2026年7月31日	82.8
4	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	197-02561	特級	2023年12月13日	82.8
5	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	197-02561	特級	2024年7月4日	82.8
6	亜硝酸ナトリウム	関東化学	37402-20	特級	2023年9月12日	82.8
7	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	195-02562	特級	-	82.8
8	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	195-02562	特級	2024年1月14日 (開封後6か月)	82.8
9	亜硝酸ナトリウム	関東化学株式会社	37402-30	特級	2024年3月10日	82.8
11	亜硝酸ナトリウム	関東化学	37402-30	特級	2024年6月28日	82.8
12	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	195-02562	特級	2026年5月31日	82.8
13	亜硝酸ナトリウム	関東化学	37285-00	特級	-	82.8
14	亜硝酸ナトリウム	関東化学	37402-20	特級	2023年7月13日	82.8
15	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬 (株)	197-02561	特級	記載無	82.8
16	亜硝酸ナトリウム	関東化学	37402-00	特級	2024年10月31日	82.8
17	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	RSH7829	試薬 特級	-	82.8
18	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	197-02561	特級	2024年7月5日	82.8
20	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	197-02562	特級	2024年1月28日	82.8
21	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	197-02561	特級	2023年12月31日	82.8
22	亜硝酸ナトリウム	関東化学	37402-30	特級	2024年5月11日	82.8
23	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	197-02561	特級	2023年7月12日	82.8
24	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	197-02561	特級	2024年7月11日	82.8
25	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	197-02561	特級	2023年8月17日	82.8
26	亜硝酸ナトリウム	関東化学	37402-30	特級	2024年7月13日	82.8
27	亜硝酸ナトリウム	関東化学	37402-30	特級	-	82.8
29	亜硝酸ナトリウム	富士フイルム和光純薬	197-02561	特級	記載なし	82.8
30	亜硝酸ナトリウム	関東化学	37402-30	特級	2024年1月12日	82.8
31	亜硝酸ナトリウム	関東化学	37402-00	特級	2026年4月20日	82.8

表 5-6 使用機器

機関 番号	分離カラム		紫外部吸収検出器の メーカー名	カラム及び検出器以外 の機器のメーカー名
	メーカー名	型式		
1	島津製作所	Shim-pack IC-Bromate	島津製作所	島津製作所
3	島津製作所	Shim-pack IC-SA3	島津製作所	島津製作所
4	島津製作所	Shim-pack IC-Bromate	島津製作所	島津製作所
5	島津製作所	Shim-pack IC-SA3	島津製作所	島津製作所
6	Thermo Scientific	Dionex IonPac AS23	Thermo Scientific	Thermo Scientific
7	島津製作所	Shim-pack IC-Bromate	島津製作所	島津製作所
8	島津製作所	Shim-pack IC-Bromate	島津製作所	島津製作所
9	サーモフィッシャー サイエンティフィック	AS18	サーモフィッシャー サイエンティフィック	サーモフィッシャー サイエンティフィック
11	東亜 DKK	PCI-230	日本分光	東亜 DKK
12	島津製作所	Shim-pack IC-SA2	島津製作所	島津製作所
13	Thermo Fisher Scientific	IonPac AS9-HC	Thermo Fisher Scientific	Thermo Fisher Scientific
14	島津製作所	Shim-pack IC-Bromate	島津製作所	島津製作所
15	(株) 島津製作所	Shim-Pack IC-Bromate	(株) 島津製作所	(株) 島津製作所
16	日立ハイテクサイエンス	GL-IC-A25	日立製作所	日立製作所
17	サーモフィッシャー サイエンティフィック 株式会社	Dionex IonPac AS22	サーモフィッシャー サイエンティフィック 株式会社	サーモフィッシャー サイエンティフィック 株式会社
18	島津製作所	Shim-pack IC-Bromate	島津製作所	島津製作所
20	東亜 DKK	PCI-230	東亜 DKK	東亜 DKK
21	島津製作所	Shodex IC SI-52 4E	日本分光	日本分光
22	島津製作所	Shim-pack IC-Bromate	島津製作所	島津製作所
23	島津製作所	Shim-pack IC-Bromate	島津製作所	島津製作所
24	Thermo Fisher SCIENTIFIC	IonPac AS18	Thermo Fisher SCIENTIFIC	Thermo Fisher SCIENTIFIC
25	島津製作所	Shim-pack IC-Bromate	島津製作所	島津製作所
26	島津製作所	Shim-pack IC-SA2	島津製作所	島津製作所
27	Thermo Fisher Scientific	Ion Pac AS18	Thermo Fisher Scientific	Thermo Fisher Scientific
29	東ソー	TSKgel SuperIC-WA	東ソー	東ソー
30	サーモフィッシャー サイエンティフィック	Daionex IonPac AS9-HC	サーモフィッシャー サイエンティフィック	サーモフィッシャー サイエンティフィック
31	日立化成工業	GL-IC-A25	日立製作所	日立製作所

表 5-7 測定条件

機関 番号	測定条件					測定 波長 (nm)	ピークの 読み取り 方法	その他  自機関の SOP で 一斉分析を既定して いる場合、その項目
	カラム オープン 温度 (°C)	試料 注入量 ( $\mu$ L)	流速 (mL/min)					
			溶離液	臭化カリウム ・硫酸溶液	亜硝酸 ナトリウ ム溶液			
1	40	200	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	-
3	40	200	0.8	0.4	0.2	268	ピーク面積	-
4	40	200	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	
5	45	200	0.8	0.4	0.2	268	ピーク面積	-
6	35	100	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	
7	40	200	1.0	0.4	0.2	268	ピーク面積	
8	40	250	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	
9	35	250	1.0	0.2	0.4	268	ピーク面積	-
11	40	250	1	0.4	0.4	268	ピーク面積	-
12	40	200	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	なし
13	40	200	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	-
14	40	200	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	無
15	40	200	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	-
16	40	200	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	-
17	35	250	1.2	0.4	0.2	268	ピーク面積	
18	40	200	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	
20	37	250	0.8	0.4	0.4	268	ピーク面積	
21	45	200	0.8	0.2	0.2	268	ピーク面積	-
22	40	200	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	
23	40	200	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	-
24	35	200	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	-
25	40	200	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	-
26	40	200	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	
27	30	250	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	-
29	40	100	1.5	0.15	0.6	268	ピーク面積	
30	35	250	1.3	0.4	0.2	268	ピーク面積	フッ素及びその化合物、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素、亜硝酸態窒素、塩化物イオン
31	40	300	1	0.4	0.2	268	ピーク面積	—

[別表第 18 の 2 LC-MS/MS 法]

表 6-1 標準液

機関番号	濃度(mg/L)	調製年月日	期限設定	使用期限
2	0.02	2023年7月13日	用事調製	2023年7月13日
10	0.02	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日
19	0.05	2023年7月13日	一週間	2023年7月19日
28	0.2	2023年7月13日	用時調製	2023年7月13日

表 6-2 移動相

機関番号	移動相 A		移動相 B		洗浄液等
	成分および濃度	期限設定	成分および濃度	期限設定	
2	25mM 酢酸アンモニウム水溶液	用事調製	100% アセトニトリル	用事調製	50%アセトニトリル
10	25 mM 酢酸アンモニウム水溶液	用時調製	100% アセトニトリル	用時調製	精製水：メタノール：アセトニトリル：2-プロパノール=1:1:1:1
19	25mM 酢酸アンモニウム水溶液	一週間	100% アセトニトリル	一週間	0.1%ギ酸（精製水：メタノール：イソプロピルアルコール：アセトニトリル=1:1:1:1）溶液
28	50mM ギ酸アンモニウム水溶液	1週間	100% アセトニトリル	開封後1年	10%メタノール

表 6-3 使用機器

機関番号	分離カラム		液体クロマトグラフ		質量分析計	
	メーカー名	型式	メーカー名	型式	メーカー名	型式
2	ジーエルサイエンス	SYPRON AX-1 HP 5 μm 2.1 mm×100 mm	島津製作所	Nexera XR	エービーサイエックス	TRIPLE QUAD 4500
10	ジーエルサイエンス	SYPRON AX-1 5 μm	島津製作所	Exion AD	SCIEX	Triple Quad 4500
19	ジーエルサイエンス	SYPRON AN-1	AB SCIEX	ExionLC	AB SCIEX	Triple Quad 4500 LCMS/MS
28	日本ウォーターズ	AQUITY UPLC BEH Amide	日本ウォーターズ	AQUITY UPLC H-Class	日本ウォーターズ	Xevo TQ-S micro

表 6-4 測定条件 1

機関 番号	液体クロマトグラフ				
	サンプル 温度 (°C)	カラム オープン 温度 (°C)	試料注入量 ( $\mu$ L)	流量 (mL/min)	移動相 A : B 混合比、保持時間
2	4	40	10	0.2	60:40、10分
10	15	40	1	0.2	55 : 45、5分→90 : 10、5分→55:45、7分
19	15	40	1	0.2	55 : 45 5分→90 : 10 5分→55 : 45 7分
28	5	35	2	0.3	10:90(0-0.5分)→40:60(0.5-4分)

表 6-5 測定条件 2

機関 番号	質量分析計		
	イオン化法	キャピラリー電圧 (kV)	脱溶媒ガス温度 (°C)
2	ESI ネガティブ	-4.5	600
10	ESI ネガティブ	-1.5*	600
19	ESI	イオンスプレー電圧 -1.5	600
28	ESI ネガティブ	0.3	500

\* : 参加機関による注釈

「使用している装置(サイエックス社)では該当するものが無く、IonSpray Voltage の値を記載」

表 6-6 測定条件 3

機関 番号	定量方法				濃度の 算出方法	その他  自機関の SOP で 一斉分析を既定 している場合、 その項目
	イオン 検出方法	選択イオン 測定【SIM】	選択反応 測定【SRM】			
		モニター イオン質量数 (m/z)	プリカーサ イオン質量数 (m/z)	プロダクト イオン質量数 (m/z)		
2	SRM	-	127	111	ピーク面積	-
10	SRM	—	126.900	110.900	ピーク面積	
19	SRM		127	111	ピーク面積	
28	SRM		126.8	110.8	ピーク面積	

表7 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
30	<p>精度管理当時の検量線の測定結果を確認したところ、検量線用標準液の調製作業時のコンタミネーションが原因で、標準液濃度が上がってしまい、検量線の傾きが通常よりも大きくなってしまったことで、試料の測定値が小さく出てしまったことが今回のデータ逸脱につながってしまったと考えます。</p>	<p>対応策として、作業時のコンタミネーションに気を付け、検量線の作成状況を経験豊富な社員に見てもらい、問題点や注意事項について教育を行い、その効果確認を行いました。具体的には、妥当性評価ガイドラインに則っとり、検量線の妥当性評価を行い、真度・精度ともに10%以内に収まり、問題がないことを確認しました。その後、残っていた精度管理試料を使用して、測定を行い、速報結果に記載があった中央値から算出した誤差率は約3.4%と良好な結果が得られたため、現在は改善していると考えます。</p>
31	<p>今回の臭素酸の精度管理において、設定値 <math>2.4 \mu\text{g/L}</math> に対し、<math>2.677 \mu\text{g/L}</math> と正の誤差が生じた。改めてクロマトの波形を確認すると、ベースラインが若干不安定となっており、使用している3台のポンプのうち、「臭化カリウム-硫酸溶液」用のポンプの圧力に多少の脈流が視認された。</p> <p>この脈流が正の誤差に起因している可能性があり、メンテナンスを行った後、再度配布試料を分析した。</p>	<p>「臭化カリウム-硫酸溶液」用ポンプ内のプランジャーシール、バックアップシール、ダイヤフラムという部品を新品に交換した。またポンプヘッド、シールハウジング、フランジ、スプリング、プランジャーを超音波洗浄等で清掃した。</p> <p>その結果脈流やベースラインに改善が確認された為、再分析を行った。</p> <p>n=5で分析を行い、平均値の <math>2.400 \mu\text{g/L}</math>、CV(%) 0.44 と非常に良好な結果が得られた。よって、今回のデータの逸脱の原因は、このポンプの不良によるものと検証及び是正ができた。</p>

### Ⅲ 水質検査精度管理（色度）

#### 1 実施の概要

##### （1）実施項目

色度

##### （2）検査方法

色度は「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 35「比色法」、別表第 36「透過光測定法」、別表第 37「連続自動測定機器による透過光測定法」（以下「連続透過光測定法」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 39 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 15 機関、登録水質検査機関が 24 機関であった。

##### （4）配付試料

水質基準値 5 度付近の測定精度を確認することを目的として、試験溶液の色度を約 4.5 度に設定した。

令和 5 年 7 月 10 日に試料調製後、分注・梱包し発送まで冷蔵室（4℃）で保存した。

以下、配付試料について示した。

#### ア 標準品

「色度標準溶液（1000 度） 色度試験用」

（関東化学株式会社製 Lot No. 410K9527）

#### 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

超純水を 30 L ポリエチレン製タンクに 28.65 L 採取し、100 度に調製した色度標準液を 1.35 L 加えた後、十分に攪拌し、約 30 L の配付試料を調製した。

#### エ 配付試料の分注、梱包及び配付方法

「250 mL 褐色ポリエチレン瓶」80 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た。これをファスナー付き遮光ビニール袋（ラミジップスタンドタイプ）に封入した後、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。7 月

10日の午後、配送業者に34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。

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、分注した80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、透過光測定法に従い測定した。

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2日目、4日目及び8日目に各日5本の試料を透過光測定法に従い測定した。

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」及び告示法で示されている試験実施期限の「12時間目」に該当する。色度の全測定度数の平均値は4.51度であり、変動係数は1.69%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、保存期間中の色度の変化はなく、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

測定日	容器別測定値(度)					平均値(度)	標準偏差	変動係数(%)
	1	2	3	4	5			
0日目	4.38	4.40	4.37	4.53	4.50	4.44	0.074	1.66
2日目	4.52	4.51	4.52	4.48	4.47	4.50	0.023	0.52
4日目	4.61	4.60	4.60	4.61	4.62	4.61	0.008	0.18
8日目	4.52	4.45	4.53	4.44	4.47	4.48	0.041	0.91
平均(n=20)						4.51	0.076	1.69

※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36 透過光測定法)

試料を試験溶液とし、以下の装置及び条件で測定を行った。

<装置等>

すべて日本電色工業株式会社製を使用

水質濁度・色度計	Water Analyzer WA6000
光源ランプ	ハロゲンランプ 型式: 55919
吸収セル	フローセル

<測定条件等>

同時分析項目	濁度			
検量線	点数	5	設定色度 (度)	0.5,1,2,5,10
	フィッティング	直線	原点強制通過	無
	定量下限値 (度)	0.5		
試料の希釈の有無	無			
測定波長	390 nm			
光路長 (mm)	50			

(5) 実施期間

ア 試料発送年月日

令和 5 年 7 月 10 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 5 年 8 月 9 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

- 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。色度の報告値については統計処理の都合上、有効数字を 3 桁 (度) とした。

(7) 評価基準

ア 透過光測定法及び連続透過光測定法

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 スコアー及び誤差率を算出した。

なお、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、検査精度が良好でないと評価した。

イ 比色法

誤差が ±1.0 度を超えた場合、検査精度が良好でないと評価した。

なお、誤差は各機関の報告値から透過光測定法における報告値の中央値を差し引いて計算した。

2 実施結果及び評価

(1) 報告データ数及び試験方法

参加機関数は 39 で、除去された機関はなかったため、データ数は 39 であった。試験方法は透過光測定法に従って実施していた機関が 32 機関、比色法に従って実施していた機関が 7 機関であった。連続透過光測定法に従って実施していた機関は無かった。

## (2) 実施結果

透過光測定法に従って実施していた 32 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、棄却された機関はなかった。32 機関の報告値を昇順で並び替え 1 から 32 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 2-1 に示した。

比色法に従って実施していた 7 機関の報告値を昇順で並び替え 101 から 107 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 2-2 に示した。

表 2-1 透過光測定法における参加機関からの報告値等

機関番号	分析方法	報告値(度)	Zスコア	誤差率(%)	機関番号	分析方法	報告値(度)	Zスコア	誤差率(%)
1	透過光測定法	3.92	-2.8	-13.1	17	透過光測定法	4.51	0.0	0.0
2	透過光測定法	4.04	-2.2	-10.4	18	透過光測定法	4.52	0.0	0.2
3	透過光測定法	4.09	-2.0	-9.3	19	透過光測定法	4.53	0.1	0.4
4	透過光測定法	4.19	-1.5	-7.1	20	透過光測定法	4.55	0.2	0.9
5	透過光測定法	4.25	-1.2	-5.8	21	透過光測定法	4.59	0.4	1.8
6	透過光測定法	4.30	-1.0	-4.7	22	透過光測定法	4.60	0.4	2.0
7	透過光測定法	4.32	-0.9	-4.2	23	透過光測定法	4.61	0.5	2.2
8	透過光測定法	4.33	-0.9	-4.0	24	透過光測定法	4.61	0.5	2.2
9	透過光測定法	4.34	-0.8	-3.8	25	透過光測定法	4.66	0.7	3.3
10	透過光測定法	4.45	-0.3	-1.3	26	透過光測定法	4.68	0.8	3.8
11	透過光測定法	4.49	-0.1	-0.4	27	透過光測定法	4.69	0.9	4.0
12	透過光測定法	4.50	0.0	-0.2	28	透過光測定法	4.69	0.9	4.0
13	透過光測定法	4.50	0.0	-0.2	29	透過光測定法	4.82	1.5	6.9
14	透過光測定法	4.50	0.0	-0.2	30	透過光測定法	4.94	2.0	9.5
15	透過光測定法	4.50	0.0	-0.2	31	透過光測定法	5.02	2.4	11.3
16	透過光測定法	4.51	0.0	0.0	32	透過光測定法	5.15	3.0	14.2

- ・ 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。

表 2-2 比色法における参加機関からの報告値

機関番号	分析方法	報告値(度)	誤差(度)
101	比色法	4	-0.5
102	比色法	4	-0.5
103	比色法	5	0.5
104	比色法	5	0.5
105	比色法	5	0.5
106	比色法	6	1.5
107	比色法	6	1.5

- ・ 誤差(度)は各機関の報告値から透過光測定法における報告値の中央値(4.51度)を差し引いて計算した。

### (3) 透過光測定法の基本統計量及びヒストグラム

透過光測定法の基本統計量を表 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。

なお、基本統計量は四捨五入し、標準偏差は有効数字 2 桁、その他のデータについては有効数字 3 桁で記載している。

表 3 基本統計量

データ数	32
最大値 (度)	5.15
第 3 四分位 (度)	4.62
中央値 (度)	4.51
第 1 四分位 (度)	4.34
最小値 (度)	3.92
標準偏差 (度)	0.26
平均値 (度)	4.51

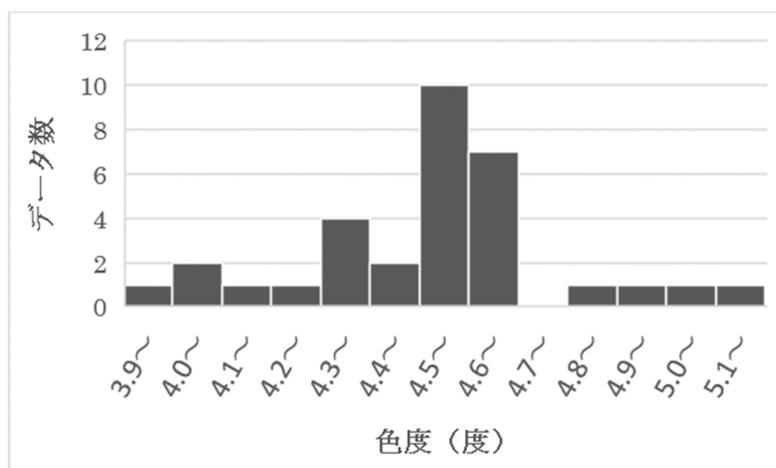


図 1 各機関における報告値のヒストグラム

### (4) 評価

#### ア 透過光測定法

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。

#### イ 比色法

評価基準である「誤差が±1.0を超えた機関」が 2 機関（機関番号 106、107）あった。

したがって、精度が良好でないと評価された機関は 2 機関（機関番号 106、107）であった。

### 3 データ集計及び解析

全 39 機関における報告内容について、データ集計及び解析の対象とした。

#### (1) 報告書の提出期限

全ての機関が、提出期限までに書類及び電子ファイルを提出したが、測定方法の記載誤りのため、提出期限後に報告書を差し替えた機関が 1 機関（機関番号 9）あった。

#### (2) 試料の保存温度及び試験開始日時（表 5-1～表 5-2）

試料の保存温度について、告示法では速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存することが規定されている。全 39 機関において試料は 2～12℃で保存されていた。

試験の実施期限について、告示法では12時間以内に試験することが規定されている。全ての機関が告示法のとおり試験を開始したが、実施要領で指定した開始時間前に試験を開始した機関が1機関（機関番号105）あった。

### (3) 妥当性評価（表7）

「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、透過光測定法で行った機関のうち、31機関が実施しており、未実施の機関は1機関（機関番号27）であった。

添加試料の評価を行った水は、水道水が19機関、水道水及び精製水が6機関、精製水が6機関（機関番号2、4、8、13、20、23）であった。

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色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。

添加試料の評価を行った色度について、定量下限値とした機関は29機関であった。また検量線の下限值（定量下限値以下）とした機関は1機関、定量下限値を超える色度を回答した機関が1機関あった。

### (4) 検量線（透過光測定法）（表8-1～表8-2）

#### ア 作成頻度及び作成年月日

検量線を「メーカーが作成」としていた機関が2機関、「自機関で作成」としていた機関が30機関であった。自機関で作成している機関の作成頻度は、都度作成が最も多かった。

作成年月日は、31機関は作成の頻度の範囲内であったが、自機関で定めた作成頻度を逸脱した検量線を使用していた機関が1機関（機関番号12）あった。

#### イ フィットिंग方法

直線を採用した機関が31機関、2次曲線を採用した機関が1機関あった。

妥当性評価ガイドラインでは検量線の回帰式にはできるだけ直線回帰モデルを用いるとされている。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色度と大きく異なる可能性もあるため、検量線の範囲及び測定物質の特性などを考慮し、最適なフィッティング方法を選択することが重要である。

#### ウ 検量線の点数及び範囲

告示法で、検量線の点数は、4点以上設定し、範囲は10度を超えてはならないと定められている。

検量線の点数は、全32機関が規定のとおり4点以上設定していた。

検量線の範囲については、規定の範囲内で設定した機関は 30 機関、規定の範囲の上限より高い値で検量線を設定した機関は 2 機関（機関番号 6、12）であった。

妥当性評価ガイドラインでは、検量線の回帰式は原則としてブランク試料を含めずに応答値が得られた濃度の標準試料のみを用いて算出すると規定されている。ブランク（0 度）を含めて検量線を作成していた機関が 2 機関（機関番号 10、22）あった。

#### エ 使用した容器

検量線の作成について、告示法では、色度標準液を段階的にメスフラスコに採り、100 mL とすると定められている。

自機関で検量線を調製した 30 機関のうち、メスフラスコを使用した機関が 29 機関あった。未回答であった 1 機関の SOP を確認したところ、メスフラスコを使用と記載されていた。また、検量線の試薬調製時に、100 mL 以外の容量のメスフラスコを用いて定容と報告し、かつ SOP においても規定以外の容量を記載していた機関が複数機関あった。

#### オ 定量下限値

「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）」において、定量下限は原則として基準値の 10 分の 1 であることと定められている。31 機関が基準値の 10 分の 1（0.5 度）以下に定量下限値を設定していたが、基準値の 5 分の 1 と報告した機関が 1 機関（機関番号 18）あった。当該機関の SOP を確認したところ、定量下限値は基準値の 10 分の 1 であった。

### (5) 標準列（比色法）（表 9-1～表 9-2）

#### ア 調製の頻度及び使用期限

「1 カ月ごと」が 2 機関、「2 カ月ごと」が 1 機関、「3 カ月ごと」が 2 機関、「1 年ごと」が 2 機関であった。使用期限は全 7 機関が自機関で定めた使用期限内の標準列を使用していた。

#### イ 標準列の度数

告示法は、色度標準液（100 度）を 0 から 20 mL の間で段階的に比色管に採り精製水で 100 mL としたものと定められている。規定どおりに標準列を調製した機関は 6 機関であったが、25 度を上限値としていた機関が 1 機関（機関番号 106）あった。機関 106 の SOP を確認したところ、標準列の上限値は 10 度であった。

#### ウ 調製に使用した器具

告示法では、平底無色試験管で底部から 30 cm の高さに 100 mL の刻線をつけたものと定められている。全 7 機関が規定どおりの比色管を使用していた。

### (6) 確認用試料（透過光測定法）（表 10）

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色度の試料（以下「確認用試料」という。）を測定し、算定された色度と調製色度との差が±20%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 8 機関、無しは 24 機関であった。有りと回答した 8 機関は、確認用試料の測定を実施していた。確認用試料の算定された色度と調製色度との差は全ての機関において±20%以内であった。

#### (7) 空試験 (表 11-1～表 11-2)

告示法で、透過光測定法は精製水を一定量、比色法は精製水を 100 mL 採り、試料と同様に試験操作を行うことが定められている。

##### ア 透過光測定法

空試験を実施した機関は 30 機関、未実施は 2 機関 (機関番号 10、27) であった。なお、実施した機関の空試験の測定値はすべて検量線の下限值を下回っていた。

##### イ 比色法

空試験を実施した機関は 5 機関、未実施は 2 機関 (機関番号 101、107) であった。なお、実施した機関の空試験の測定結果は 0 度または 1 度未満であった。

#### (8) 標準原液 (表 12-1～表 12-2)

告示法で、色度標準原液は色度 1000 度に相当すると定められている。また、標準原液として、値付け証明書等が添付されているものを用いることができるとされている。

##### ア 透過光測定法

色度 1000 度の標準原液を使用していた機関は 30 機関、100 度のものを使用していた機関は 2 機関であった。値付け証明書については、ほとんどの機関において無しと記載されていた。

なお、使用期限については、全ての機関が期限内に使用していた。

##### イ 比色法

色度 1000 度の標準原液を使用していた機関は 1 機関、色度 100 度のものを使用していた機関は 6 機関であった。値付け証明書については、全機関において無しと記載されていた。

なお、使用期限については、全ての機関が期限内に使用していた。

#### (9) 標準液 (表 13-1～表 13-2)

告示法で、色度標準液は色度標準原液を精製水で 10 倍に薄めたものであり、この溶液は色度 100 度に相当すると定められている。

##### ア 透過光測定法

全 32 機関が、色度標準液の「調製有り」と回答していたが、色度 100 度以外の度数で回答した機関が 5 機関あった。各機関の SOP を確認したところ、5 機関のうち、確認用試料の度数を回答したと思われる機関が 2 機関、検量線の度数を回答したと思われる機関が 1 機関あった。

なお、使用期限については、使用期限を過ぎた標準液を使用していた機関が 2 機関 (機関番号 27、28) あった。

#### イ 比色法

色度 1000 度の色度標準原液を使用していた機関のうち、色度標準液の「調製有り」とした機関は 1 機関、「調製無し」とした機関は 6 機関（機関番号 101、102、104、105、106、107）であった。機関番号 105 については、調製有りと回答していたが、色度標準原液は 100 度を使用し、標準液の度数を 100 度と回答していたため、「調製無し」として集計した。

なお、使用期限については、調製有りと回答した 1 機関（機関番号 103）は使用期限を過ぎていた。

#### (1 0) 測定、使用機器等（透過光測定法）（表 14～表 15）

##### ア 測定条件

告示法では、測定波長は 390 nm 付近で測定と定められている。全 32 機関が規定の条件で測定していた。ゼロ点校正については、全 32 機関が精製水を用いて実施していた。

##### イ 吸収セル

告示法では、吸収セルの光路長は 50 mm または 100 mm と定められている。全 32 機関が規定の条件で実施していた。

#### (1 1) 測定（比色法）（表 16）

測定時の背景は白紙またはそれに準ずるものを使用した機関が 4 機関、具体的な回答がなかった機関が 3 機関であった。透視した方向は全 7 機関が上方からの透視と回答した。

#### 4 検査精度が良好ではないとされた機関のアンケート結果（表 19）

検査精度が良好ではないとされた 2 機関のうち、機関番号 106 は、データが逸脱した原因として想定される事項について、試験器具の洗浄が不十分であったことにより正の誤差が生じたと推察した。対応は、試験器具を中性アルコール系洗剤を使用して洗浄し、新たに調製した標準液を測定して正しい測定値となることを確認したと報告した。

機関番号 107 は、データが逸脱した原因として想定される事項について、標準列によるもの（調製誤差、比色管の汚れ）、比色法による個人差及び照明（ライトボックス）による誤差と推察した。試験に使用した標準列の再確認を行い、問題がないことを確認し、LED ライトボックスを購入すると報告した。

以上のことから、比色法を実施するにあたり、試験器具の汚染や、照明について定期的に確認する必要があると考えられた。

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	検査方法	内容
4	透過光測定法	光源で使用しているハロゲンランプの劣化を示すメッセージが機器に表示されなくても、およそ1年毎に交換する。 試料が低温の場合は50mm角セルが曇る恐れがある為、常温に戻した後色度を測定する。 試料が濁っている場合（目安として濁度1度以上）、見掛け上の色度として正の誤差が生じる恐れがある為、5Cのろ紙でろ過した後再測定を行う。
9	透過光測定法	検体を測定する際は、色度、濁度の数値の高そうな検体は後の方にまわし、極力検体の汚染を無くす。色濁測定は原則採取後24時間以内に測定する。色度の測定結果が4.0度を超えた際は再検査を行う。毎週金曜日と基準値超過の検体を測定した日は測定終了後に色濁計の薬液洗浄を行う。
10	透過光測定法	器具からの汚染を防ぐために、使用直前に超純水で洗浄する。
11	透過光測定法	時間の経過による変化で検査結果が変わりかねない検体もあるため、再検査などは可能な限り間をあけずに行う。
17	透過光測定法	ゼロ校正をしているものと同じ精製水で標準液の調製を行うこと。標準液、検体等の温度をゼロ校正している精製水に近づけるようにすること。標準液等、攪拌後測定前に静置して、気泡などがなく安定した状態にしてから測定すること。
20	透過光測定法	<ul style="list-style-type: none"> <li>搬入された検体は速やかに測定を実施し、時間経過による色の変化が生じないように留意しています。</li> <li>搬入された検体が低温であった場合、測定時に測定セルに結露が生じる可能性があるため25℃程度に恒温して測定を実施しています。</li> <li>着色の濃い試料を測定した後は精製水を測定し、コンタミが無いことを確認してから次の試料を測定するようにしています。</li> </ul>
22	透過光測定法	使用器具は汚れがないかよく確認し、使用后汚れが付着した場合は次亜塩酸で洗浄する。
23	透過光測定法	試料が入ってきたら、すぐに分析に着手できるようにしている。試料採取後12時間以内に分析しないといけない為、採取時間にも気を付けて貰っている。
26	透過光測定法	・色度標準液は光の影響で退色するため、調製は測定する直前に行うようにしている。
28	透過光測定法	SOPに従い、試験操作を行う。
29	透過光測定法	試験室内の湿度が高いと色度の測定値にバラツキが生じるので、エアコン稼働し、十分に湿度が低下してから測定を行っている。
31	透過光測定法	サンプルが冷たい場合は、濁度だけ値が出る事がある為、サンプルはきちんと常温にしてから測定するようにしている。
105	比色法	比色管の黄ばみがないかを確認。サンプル入れた後の水滴はきれいにふき取る。

## 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	検査方法	意見
1	透過光測定法	試料量を 500mL いただけると幸いです。
4	透過光測定法	今回試料の内容量が約 260mL であったが、繰り返し精度を更に確認しなかった為、500mL 以上は配布して欲しかった。
20	透過光測定法	弊所ではオートサンプラーを用いて色度の他、濁度、pH、TOC を同時に分析するシステムを構築しています。このシステムを用いて外部精度管理を実施するには配布された試料量では少ないので、1 L 程度の配布を希望します。
25	透過光測定法	・実施要領で配布資料の度数として「20 度以下」とされていましたが、もし実際に基準値を大きく超える資料が配布される場合は必要な希釈倍率を事前に示していただきたい。
29	透過光測定法	提出期限内に書類必着となっておりますが、郵便局で必着の郵送方法は無いと言われました（到着日は目安でしかお知らせ出来ないとのこと）。国の精度管理において書類の送付が必要であった時は、提出期限日に対し当日消印有効でした。必着を確定する郵送方法が無いことから、書類の提出期限は消印日を有効として欲しい。

## 7 まとめ

(1) 本精度管理では 39 機関が参加し、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、棄却された機関はなかった。

透過光測定法で実施した 32 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±20%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。比色法を実施した 7 機関については、評価基準である「誤差が±1.0 を超えた機関」に該当した機関が 2 機関あり、検査精度が良好ではないと評価された。

全 39 機関が期限内に書類及び電子ファイルを提出したが、測定方法の記載の誤りがあり、提出期限後に報告書の差替えがあった機関が 1 機関あった。

(2) 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未実施の機関が 1 機関あった。また、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 6 機関あった。

(3) 透過光測定法における検量線について、告示法に規定された範囲外の度数で作成した機関が 2 機関あり、検量線の作成に使用するメスフラスコとして告示法に規定された容量以外のものを使用していた機関が複数機関あった。

(4) 比色法における標準列について、告示法に規定された範囲外の度数で作成した機関が 1 機関あった。

(5) 空試験について、未実施の機関が 4 機関あった。

(6) 色度標準液について、告示法で定められた色度（100 度）以外の度数で回答した機関が 5 機関あった。

(7) 使用期限の過ぎた色度標準液を使用していた機関が 3 機関あった。

(8) 今回の精度管理において、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、告示法及び SOP を遵守していない機関が見受けられた。告示法及び自機関における SOP の再確認が必要と考えられる。

## 8 資料

参加機関からの報告内容（一部省略）を以下の表のとおりまとめた。

表 5-1	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、測定開始日時（別表第 36 透過光測定法）
表 5-2	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、測定開始日時（別表第 35 比色法）
表 6	同時測定項目（別表第 36 透過光測定法）
表 7	妥当性評価（別表第 36 透過光測定法）
表 8-1	検量線 ①（別表第 36 透過光測定法）
表 8-2	検量線 ②（別表第 36 透過光測定法）
表 9-1	標準列 ①（別表第 35 比色法）
表 9-2	標準列 ②（別表第 35 比色法）
表 10	確認用試料（別表第 36 透過光測定法）
表 11-1	前処理、空試験（別表第 36 透過光測定法）
表 11-2	前処理、空試験（別表第 35 比色法）
表 12-1	標準原液（別表第 36 透過光測定法）
表 12-2	標準原液（別表第 35 比色法）
表 13-1	標準液（別表第 36 透過光測定法）
表 13-2	標準液（別表第 35 比色法）
表 14	測定、使用機器（別表第 36 透過光測定法）
表 15	光源ランプ、吸収セル（別表第 36 透過光測定法）
表 16	測定（別表第 35 比色法）
表 17	日常の精度管理（別表第 36 透過光測定法）
表 18-1	吸収セル以外の使用器具の洗浄、廃液の処理方法 （別表第 36 透過光測定法）
表 18-2	使用器具の洗浄、廃液の処理方法（別表第 5 比色法）
表 19	検査精度が良好ではないとされた機関のアンケート結果

表 5-1 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、測定開始日時  
(別表第 36 透過光測定法)

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	測定開始日時
1	7月11日9時30分	4	7月12日16時10分	7月12日16時10分	7月12日16時47分
2	7月11日9時30分	5	7月12日14時00分	7月12日14時00分	7月12日14時10分
3	7月11日15時44分	4	7月12日9時00分	7月12日9時20分	7月12日12時51分
4	7月11日10時30分	5	7月12日15時30分	7月12日18時00分	7月12日17時36分
5	7月11日11時00分	4	7月12日17時00分	7月12日17時00分	7月12日17時10分
6	7月11日11時00分	4	7月12日9時00分	7月12日9時00分	7月12日9時00分
7	7月11日10時30分	4	7月12日9時00分	7月12日9時30分	7月12日9時30分
8	7月11日10時15分	4	7月12日9時30分	7月12日9時30分	7月12日11時10分
9	7月11日15時20分	2	7月12日9時15分	7月12日13時05分	7月12日10時00分
10	7月11日10時40分	4	7月12日10時30分	7月12日13時30分	7月12日14時10分
11	7月11日14時30分	10	7月12日17時00分	7月12日17時30分	7月12日17時35分
12	7月11日11時00分	4	7月12日13時30分	7月12日14時00分	7月12日15時31分
13	7月11日11時27分	5	7月12日9:00	7月12日10:00	7月12日13:00
14	7月11日10時25分	7	7月12日14時10分	7月12日15時10分	7月12日14時40分
15	7月11日11時10分	4	7月12日18時10分	7月12日18時55分	7月12日19時00分
16	7月11日10時30分	4	7月12日9時00分	7月12日9時00分	7月12日9時10分
17	2023年7月11日 9時20分	4	7月12日9時40分	7月12日15時35分	7月12日15時50分
18	7月11日10時52分	5	7月12日9時00分	7月12日10時21分	7月12日10時26分
19	7月11日11時00分	4	7月12日09時00分	7月12日11時30分	7月12日10時53分
20	2023年7月11日 9時30分	5	2023年7月12日 9時00分	2023年7月12日 11時30分	2023年7月12日 11時30分
21	7月11日10時	5	7月12日9時30分	7月12日9時30分	7月12日11時38分
22	7月11日10時00分	7	7月12日13時00分	7月12日14時00分	7月12日14時20分
23	7月11日14時00分	4	7月12日18時32分	7月12日17時37分	7月12日18時17分
24	7月11日10時30分	4	7月12日13時00分	7月12日14時00分	7月12日14時20分
25	7月11日9時55分※1	4	7月12日9時00分	7月12日9時30分	7月12日10時45分
26	7月11日11時50分	4	7月12日9時00分	7月12日9時30分	7月12日10時19分
27	7月11日9時5分	12	7月12日13時31分	7月12日13時41分	7月12日13時43分
28	7月11日10時10分	4	7月12日9時00分	7月12日15時00分	7月12日15時53分
29	7月11日10時40分	4	7月12日11時00分	7月12日17時10分	7月12日17時11分
30	7月11日11時1分	5	7月12日9時00分	7月12日13時20分	7月12日13時35分
31	7月11日11時00分	5	7月12日9時30分	7月12日9時54分	7月12日11時45分
32	7月11日10時00分	4	7月12日10時30分	7月12日11時00分	7月12日11時05分

※1：以下、備考欄から転載。「検体配送時に横倒しの状態で届きました。（検体のこぼれ、損失等はありませんでした。）」

表 5-2 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、測定開始日時  
(別表第 35 比色法)

機関番号	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	測定開始日時
101	7月12日9時00分	4	7月12日9時00分	7月12日 14時30分	7月12日 14時35分
102	7月11日16時00分	4	7月12日9時00分	7月12日11時00分	7月12日11時00分
103	7月11日12時20分	4	7月12日9時00分	7月12日9時00分	7月12日9時00分
104	7月11日15時00分	4	7月12日11時00分	7月12日11時00分	7月12日11時30分
105	令和5年7月11日 9時4分	5	7月12日8時00分	7月12日8時50分	7月12日9時00分
106	7月11日10時00分	4	7月12日10時30分	7月12日10時30分	7月12日10時30分
107	7月11日11時50分	6	7月12日9時00分	7月12日10時10分	7月12日10時10分

表 6 同時測定項目 (別表第 36 透過光測定法)

機関番号	同時測定項目の有無	同時測定項目	測定値(度)
1	有	濁度	0.00
2	有	濁度	0.000
3	無	無	-
4	有	濁度	0.044
5	有	濁度	0
6	有	濁度	0.03
7	無	無	-
8	無	無	-
9	有	濁度	0.01
10	無	無	-
11	有	濁度	0.006
12	有	濁度	0.280
13	有	濁度	0.062
14	有	濁度	0.000
15	有	濁度	0.016
16	無	無	-
17	有	濁度	0.004
18	有	濁度	0.000
19	無	無	-
20	無	無	-
21	無	無	-
22	有	濁度	0.000
23	無	無	-
24	無	無	-
25	無	無	-

26	有	濁度	0.010
27	有	濁度	0.000
28	有	濁度	0.000
29	有	濁度	0.034
30	有	濁度	0.009
31	有	濁度	0.111
32	無	無	—

表 7 妥当性評価 (別表第 36 透過光測定法)

機関 番号	検量線の評価		添加試料の評価		
	キャリアオーバー 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	評価した色度
1	実施	実施	実施	水道水	定量下限値(水道水)
2	実施	実施	実施	精製水	定量下限値 (精製水)
3	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
4	実施	実施	実施	精製水	定量下限値 (精製水)
5	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
6	実施	実施	実施	水道水	5 度(水道水)
7	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水)
8	実施	実施	実施	精製水	定量下限値 (精製水)
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	定量下限値 (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	0.5 度 (水道水)
13	実施	実施	実施	精製水	0.5
14	実施	実施	実施	水道水	0.5
15	実施	実施	実施	水道水	定量下限
16	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値 (水道水、精製水)
17	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水) 1 度 (水道水)
18	実施	実施	実施	水道水及び精製水	0.5 度 (精製水) 5.0 度 (水道水)
19	実施	実施	実施	水道水	0.5 度
20	実施	実施	実施	精製水	定量下限値
21	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値
22	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値(精製水) 1 度 (水道水)
23	実施	実施	実施	精製水	定量下限値(精製水)
24	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)
25	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水)
26	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水)

27	未実施	未実施	未実施	-	-
28	実施	実施	実施	水道水	0.5 度 (水道水)
29	実施	実施	実施	水道水及び精製水	定量下限値
30	実施	実施	実施	水道水	定量下限値 (水道水)
31	実施	実施	実施	水道水	定量下限値
32	実施	実施	実施	水道水	定量下限値

表 8-1 検量線 ① (別表第 36 透過光測定法)

機関 番号	作成の頻度	検量線作成 年月日	フィッ ティング 方法	検量線 の点数	設定	
					色度の度数 (度)	色度の吸光度 (Abs)
1	1年に1回	2023年7月12日	直線	5	0.5、1、2、5、10	0.0014、0.0031、0.0062、 0.0148、0.0292
2	メーカーが作成 (1年に1回)	2022年9月16日	直線	5	0.5、1.0、3.0、 5.0、10.0	0.00150、0.00300、 0.00940、0.01550、0.03180
3	都度作成	2023年7月12日	直線	4	0.5、2.0、5.0、 10.0	0.0021 0.0069 0.0148 0.0277
4	3か月に1回	2023年7月12日	直線	5	0.5、1.0、3.0、 5.0、10.0	0.0014、0.0028、0.0088、 0.0145、0.0287
5	3か月に1回	2023年7月12日	直線	4	0.5、2.0、5.0、 10.0	0.00174、0.00630、 0.01591、0.03091
6	1年に1回	2023年6月26日	直線	6	0.2、0.5、2.0、 5.0、10.0、30.0	0.00049、0.00169、 0.00628、0.01494、0.02922
7	都度作成	2023年7月12日	直線	4	0.5、2.0、5.0、 10.0	0.0040、0.0135、0.0360、 0.0700
8	1週間に1回	2023年7月12日	直線	4	0.5、2.0、5.0、 10.0	0.00749495、0.0283522、 0.0711979、0.143957
9	都度作成	2023年7月12日	直線	5	0.2、0.5、2.0、 5.0、10.0	0.0007、0.0016、0.0059、 0.0151、0.0299
10	都度作成	2023年7月12日	直線	5	0、0.5、1.0、 2.0、5.0	0.0000、0.0073、0.0148、 0.0291、0.0724
11	3か月に1回	2023年7月11日	2次曲線	6	0.5、1.0、2.0、 4.0、8.0、10.0	0.00116、0.00248、 0.00501、0.01025、 0.02030、0.02538
12	メーカーが作成 (1年に1回)	2021年10月12 日	直線	6	0.20、0.50、 2.00、5.00、 10.00、30.00	0.00072、0.00180、 0.00738、0.01810、 0.03614、0.10007
13	都度	2023年7月12日	直線	5	0.5、1.0、2.0、 5.0、10.0	0.00218、0.00402、0.00800 0.01827、0.03635
14	2か月に1回	2023年7月11日	直線	5	0.5、1.0、3.0、 5.0、10.0	0.00162、0.00309、 0.00861、0.01450、0.02798
15	都度作成	2023年7月12日	直線	5	0.5、1.0、2.0、5.0、 10.0	0.0016、0.0027、0.0051、 0.0120、0.0227
16	1ヶ月に1回	2023年7月12日	直線	5	0.5、1.0、2.0、 5.0、10.0	0.0071、0.0141、0.0282、 0.0699、0.1392
17	週に1回	2023年7月10日	直線	5	0.5、1.0、2.0、 5.0、10.0	0.00193、0.00347、 0.00654、0.01639、0.03172

18	都度作成	2023年7月12日	直線	5	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	0.0019、0.0036、0.0073、0.0178、0.0351
19	精度管理試料の回収率が±10%の間に入らなくなった場合に検量線を引きなおす	2023年7月12日	直線	5	0.5、1.0、3.0、5.0、10.0	0.0019、0.0034、0.0096、0.0158、0.0311
20	都度作成	2023年7月12日	直線	6	0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	0.0020、0.0042、0.0077、0.0142、0.0341、0.0697
21	1か月に1回	2023年7月12日	直線	4	0.5、1.0、4.0、10.0	0.00138、0.00272、0.01064、0.02635
22	都度作成	2023年7月12日	直線	5	0.0、0.5、1.0、5.0、10.0	0.00000、0.00124、0.00202、0.01265、0.02580
23	都度作成	2023年7月12日	直線	4	0.5、2.0、5.0、10.0	0.0036、0.0136、0.0343、0.0694
24	都度作成	2023年7月12日	直線	5	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	0.0008、0.0018、0.0038、0.0085、0.0166
25	都度作成	2023年7月12日	直線	4	0.5、2.0、5.0、10.0	0.0011、0.0050、0.0128、0.0247
26	都度作成	2023年7月12日	直線	4	0.5、1.0、2.0、5.0	0.0015、0.0028、0.0053、0.0130
27	3ヶ月に1回	2023年7月7日	直線	4	0.5、2.0、5.0、10.0	0.00174、0.00628、0.01470、0.02726
28	3か月に1回	2023年5月1日	直線	4	0.5、1.0、2.0、5.0	0.00150、0.00270、0.00560、0.01350
29	1年に1回	2023年7月12日	直線	5	0.5、1.0、2.0、5.0、10.0	0.0015、0.0030、0.0058、0.0145、0.0284
30	3か月に1回	2023年7月3日	直線	5	0.2、0.5、2.0、5.0、10.0	0.00074、0.00176、0.00735、0.01789、0.03607
31	1回/年 ※1	2023年7月12日	直線	5	0.1、0.4、1.5、5.0、10.0	0.00040、0.00150、0.00410、0.01310、0.02430
32	都度作成	2023年7月12日	直線	5	0.5、1.0、2.5、5.0、10.0	0.0015、0.0028、0.0064、0.0124、0.0242

※1：以下、備考欄から転載。「自社規格に沿って性能確認検査（1回/年）を実施しており、その際に検量線作成を行う。また、ランプ交換などの消耗品交換を行った際にも同様に検量線作成を行う。」

表 8-2 検量線 ②（別表第 36 透過光測定法）

機関番号	調製		原点強制通過	定量下限値	
	使用した容器	使用した計量器具		定量下限値(度)	設定方法
1	100mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準の 1/10
2	メスフラスコ	マイクロピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
3	100mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
4	100mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
5	200mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
6	100 mL メスフラスコ	マイクロピペット	無	0.2	基準値の 1/10 以下
7	100 mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下

8	100 mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
9	100mL メスフラスコ	マイクロピペット	無	0.2	基準値の 1/10 以下
10	100mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
11	100 mL メスフラスコ	マイクロピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
12	100 mL メスフラスコ	マイクロピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
13	100mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
14	100ml メスフラスコ	マイクロピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
15	100mL メスフラスコ	マイクロピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
16	50、100、250、500、1000mL	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
17	100mL、200mL、500mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
18	200 mL メスフラスコ 1000 mL メスフラスコ	ホールピペット	無	1.0	基準値の 1/5
19	100mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
20	100 mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
21	200mL メスフラスコ 500mL メスフラスコ	マイクロピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
22	100mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
23	100mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
24	100 mL 全量フラスコ	全量ピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
25	100mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
26	100mL、200mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
27	100mL メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
28	100 mL メスフラスコ	全量ピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
29	100mL メスフラスコ	マイクロピペット ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下
30	100 mL メスフラスコ	マイクロピペット、 ホールピペット	無	0.2	基準値の 1/10 以下
31	100mL メスフラスコ	マイクロピペット	無	0.1	基準値の 1/10 以下
32	100ml メスフラスコ	ホールピペット	無	0.5	基準値の 1/10 以下

表 9-1 標準列①（別表第 35 比色法）

機関 番号	調製の頻度	標準列調製 年月日	使用期限	標準列 の点数	標準列の度数（度）
101	3 か月に 1 回	2023 年 7 月 7 日	2023 年 10 月 7 日	9	0、1、2、3、5、7、10、15、20
102	3 か月に 1 回	2023 年 4 月 26 日	2023 年 7 月 26 日	9	0、1、2、3、5、7、10、15、20
103	1 か月に 1 回	2023 年 6 月 30 日	2023 年 7 月 30 日	10	0、1、2、3、5、7、10、13、 15、20
104	2 か月に 1 回	2023 年 7 月 10 日	2023 年 9 月 10 日	9	0、1、3、5、8、10、12、15、20

105	一ヵ月に1回	2023年7月12日	2023年7月18日	21	0,1,2,3,4,5,6,7,8,9,10,11,12,13,14,15,16,17,18,19,20
106	1年に1回	2023年3月15日	2024年3月31日	9	0、1、3、5、7、10、15、20、25
107	年に1回	2023年7月11日	2024年7月11日	8	0,1,2,3,5,10,15,20

表 9-2 標準列 ② (別表第 35 比色法)

機関番号	調製				使用頻度
	使用した器具	使用した器具の容量 (mL)	使用した器具の直径 (mm) ×長さ (mm)	使用した計量器具	
101	比色管	100	23×370	ホールピペット	1日1回
102	比色管	100	24×370	ホールピペット	1日1回
103	比色管	100	20×370	ホールピペット	1か月に5回
104	比色管	100	25×370	ホールピペット	1週間に5回
105	比色管	100	19mm×370mm	電子ピペット	毎日
106	比色管	100	23 × 370mm	ホールピペット	1日に1回
107	比色管	100	約 24×約 375	ホールピペット	毎日

表 10 確認用試料 (別表第 36 透過光測定法)

機関番号	オートサンプラー使用の有無	確認用試料		
		設定度数 (度)	測定結果 (度)	誤差率
1	無	1	0.91	-9
2	無	5	5.11	2.2
3	無	5	4.87	-2.6
4	無	5	4.95	-1
5	有	2	1.95	-2.5
6	無	5	5.13	2.6
7	無	5	5.06	1.2
8	無	5	4.88	-2.4
9	有	1	0.90	-10
10	無	2	2.00	0
11	有	1	1.01	1
12	無	1	0.95	-5
13	無	5	5.00	0
14	有	2	2.21	10.5
15	無	2.0	1.98	-1
16	無	1	0.995	-0.5
17	有	2	1.95	-2.5
18	無	5	4.94	-1.2
19	有	1	0.922	-7.8
20	無	2	1.96	-2
21	有	1	0.99	-1

22	無	5	5.25	5
23	無	5	4.9068	-1.864
24	無	5	5.10	2
25	無	5.0	5.06	1.2
26	有	1.00	1.01	1
27	無	無	-	-
28	無	1	1.01	1
29	無	2	2.03	1.5
30	無	5	5.26	5.2
31	無	—	—	-
32	無	2.5	2.58	3.2

表 11-1 前処理、空試験（別表第 36 透過光測定法）

機関 番号	前処理						空試験	
	希釈					希釈以外 の前処理	実施の 有無	測定 結果 (度)
	試料の希釈 の有無	希釈倍率 (倍)	1 試料あたり の分取量 (mL)	使用した 容器	使用した 計量器具			
1	無	-	-	-	-	5C のろ紙 でろ過	実施	0.00
2	無	-	-	-	-	-	実施	0.06
3	無	-	-	-	-	-	実施	0
4	無	—	—	—	—	—	有	0.00
5	無					-	有	0.00
6	無	—	—	—	—	—	実施	0.00
7	無	-	-	-	-	-	実施	0.00
8	無	—	—	—	—	—	実施	0.01
9	無	-	-	-	-	-	実施	0.00
10	無	-	-	-	-	-	未実施	-
11	無	-	-	-	-	-	実施	0.03
12	有	10	100	1000 mL メスフラスコ	ホールピペット	-	実施	0.03
13	無	-	-	-	-	-	実施	0.00
14	無	—	—	—	—	—	実施	0.00
15	無	—	—	—	—	—	実施	0.00
16	無	-	-	-	-	-	実施	0.00
17	無	-	-	-	-	-	有	0.00
18	有	2	100	200 mL メスフラスコ	ホールピペット	—	実施	0.00
19	無	-	-	-	-	-	実施	0.00
20	無	-	-	-	-	-	実施	0.00
21	無	-	-	-	-	-	実施	0.00
22	無	-	-	-	-	-	実施	0.00

23	無	-	-	-	-	-	実施	0.00
24	無	-	-	-	-	-	実施	0.00
25	無	-	-	-	-	-	実施	-0.01
26	有※1	2	100	200mL メスフラスコ	ホールピペット	—	実施	0.00
27	無	-	-	-	-	-	未実施	-
28	無	-	-	-	-	-	実施	0.00
29	無	—	—	—	—	—	実施	0.00
30	無	—	—	—	—	—	実施	0.00
31	無	—	—	—	—	—	実施	0.00
32	無	—	—	—	—	—	実施	0.00

※1:以下、備考欄から転載。「希釈操作では計量器具として50mLホールピペットを2回使用した。」

表 11-2 前処理、空試験（別表第 35 比色法）

機関 番号	前処理						空試験	
	希釈					希釈以外 の前処理	実施の有無	測定結果 (度)
	試料の希釈 の有無	希釈 倍率 (倍)	1 試料あたりの 分取量 (mL)	使用した 容器	使用した計 量器具			
101	無	-	-	-	-	-	無	-
102	無	—	—	—	—	—	有	0
103	無	-	-	-	-	-	有	<1 ※1
104	無	-	-	-	-	-	有	0
105	無	-	-	-	-	-	有	0
106	無	—	—	—	—	—	有	0
107	無	-	-	-	-	-	無	-

※1:以下、備考欄から転載。「SOP において「1 度未満であることを確認する」と規定しているため、数字ではなく「<1」と記入しました。」

表 12-1 標準原液（別表第 36 透過光測定法）

機関 番号	標準原液の 種類	製品名	メーカー名	度数 (度)	カタログ 番号	値付け 証明書の 有無	トレー サビリ ティ	期限設定	使用期限
1	市販品	色度標準液 (1000 度)色度 試験用	関東化学	1000	08043-23	無	-	1 年未満	2024 年 7 月 11 日
2	市販標準 原液 (単品)	色度標準液	関東化学	1000	08043-08	無	-	1 年	2023 年 11 月 29 日
3	自家調製	塩化コバル ト、塩化白金 酸カリウム	関東化学	1000	07398- 30,32260- 60	-	-	半年	2024 年 1 月 11 日
4	市販標準 原液 (単品)	色度標準液	関東化学	1000	08043-23	無	—	1 年	2024 年 7 月 11 日
5	市販標準 原液 (単品)	色度標準液	関東化学	1000	08043-23	無	-	半年	2024 年 1 月 12 日

6	市販標準原液(単品)	色度標準溶液	関東化学	1000	08043-23	無	—	規定なし※1	規定なし※1
7	市販	色度標準溶液(1000度)	関東化学	1000	08043-23	無	-	1年	2024年6月1日
8	市販標準原液(単品)	色度標準溶液	関東化学	1000	08043-23	無	—	1年	2024年2月17日
9	市販標準原液(単品)	色度標準液	関東化学	1000	08043-08	無	-	半年	2024年12月23日
10	市販標準原液(単品)	色度標準溶液	関東化学	1000	08043-23	無	-	1年	2024年6月16日
11	市販標準原液(単品)	色度標準液(100)	富士フィルム和光純薬株式会社	100	030-15851	無	-	メーカー使用期限	2025年12月
12	市販標準原液(単品)	色度標準液	関東化学	1000	08043-23	無	-	1年	2024年4月
13	市販標準原液(単品)	色度標準液(1000度)	関東化学	1000	0843-23	無	-	1年	2024年4月末日
14	市販標準原液	色度標準液	富士フィルム和光純薬	1000	035-08451	無	—	—	2025年9月
15	市販標準原液(単品)	色度標準液	富士フィルム和光純薬	1000	035-08451	無	—	メーカー使用期限	2025年3月31日
16	市販標準原液(単品)	色度標準液	富士フィルム和光純薬	1000	035-08451	無	-	メーカー使用期限又は開封後1年のいずれかの短い期間	2024年4月16日
17	市販標準原液(単品)	色度標準溶液	関東化学	1000	08043-08	無	-	開封後1年	2024年6月19日
18	市販標準原液(単品)	色度標準液	関東化学	1000	08043-08	無	—	半年	2024年1月12日
19	市販標準原液(単品)	色度標準液	関東化学	1000	08043-23	無	-	1年	2024年7月11日
20	市販標準原液(単品)	色度標準液(1000)	富士フィルム和光純薬工業	1000	035-08451	無	-	メーカー使用期限	2025年12月
21	市販標準原液(単品)	色度標準原液(1000)	富士フィルム和光純薬株式会社	1000	035-08451	無	-	メーカー使用期限	2025年9月
22	市販標準原液(単品)	色度標準液(1000)	富士フィルム和光純薬株式会社	1000	035-08451	無	-	メーカー使用期限	2025年12月
23	市販品標準原液(単品)	色度標準液	富士フィルム和光純薬	1000	035-08451	有	色度試験用	開封後3年又はメーカー使用期限	2025年12月31日

24	市販標準原液(単品)	色度標準液	富士フィルム和光純薬	100	030-15851	無	-	メーカー使用期限	2025年12月
25	市販標準原液(単品)	色度標準液(1,000)	富士フィルム和光純薬	1000	035-08451	無	-	メーカー使用期限	2025.12.31
26	市販標準原液(単品)	色度標準液(1,000)	富士フィルム和光純薬株式会社	1000	035-08451	無	-	メーカー使用期限	2025年12月末日
27	市販標準原液(単品)	色度標準溶液(1000)	関東化学	1000	08043-23	有	JCSS	メーカー使用期限が無い為、購入後2年程度	2025年7月6日
28	市販標準原液(単品)	色度標準液	富士フィルム和光純薬	1000	035-08451	無	-	メーカー使用期限	2025年12月31日
29	市販標準原液(単品)	色度標準液(1000)	富士フィルム和光純薬	1000	035-08451	無	-	メーカー保証期限内かつ開封年月日より1年以内	2024年7月10日
30	市販標準原液(単品)	色度標準溶液(1000度)	関東化学	1000	08043-08	無	-	半年	2024年1月2日
31	市販標準原液(単品)	色度標準液(1000)	富士フィルム和光純薬	1000	035-08451	無	-	メーカー使用期限	2025年12月
32	市販標準原液(単品)	色度標準液	富士フィルム和光純薬	1000	035-08451	無	-	メーカー使用期限	2025年3月

※1：以下、備考欄から転載。「色度の市販標準原液に関しては、使用状況の都合上1年以内に使い切るため使用期限を設けていない。」

表 12-2 標準原液 (別表第 35 比色法)

機関番号	標準原液の種類	製品名	メーカー名	度数(度)	カタログ番号	値付け証明書の有無	トレーサビリティ	期限設定	使用期限
101	市販標準原液(単品)	色度標準液(100)	富士フィルム和光純薬(株)	100	030-15851	無	-	メーカー使用期限	2025年9月
102	市販標準原液(単品)	色度標準液(100)	富士フィルム和光純薬	100	030-15851	無	-	メーカー使用期限	2024年6月
103	市販標準原液(単品)	色度標準液(1,000)	富士フィルム和光	1000	035-08451	無	-	メーカー使用期限	2023年10月
104	市販標準原液(単品)	色度標準液(100)	富士フィルム和光純薬(株)	100	030-15851	無	-	メーカー使用期限	2025年3月
105	市販標準原液(単品)	色度標準液(100)	富士フィルム和光純薬	100	030-15851	無	-	2025.12	2025.12

106	市販標準原液 (単品)	色度 標準液	富士フィルム 和光純薬	100	030-15851	無	—	メーカー 使用期限	2024年 12月
107	市販標準原液 (単品)	色度 標準液 (100)	富士フィルム 和光純薬株式 会社	100	030-15851	ネット上 に製品規 格書はあ るが、商 品には添 付されて いない。	-	メーカー 使用期限	2025年 3月

表 13-1 標準液 (別表第 36 透過光測定法)

機関 番号	調製の 有無	標準液の 度数 (度)	調製年月日	期限設定	使用期限	混合標準 液調製の 有無	混合した標準液の 種類
1	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	-
2	有	5	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	有	濁度標準液
3	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	-
4	有	100	2023年7月12日	用時調整	2023年7月12日	無	—
5	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	
6	有	100	2023年7月12日	用時調整	2023年7月12日	無	—
7	有	100	2023年7月12日	用時調製	-	無	-
8	有	100	2023年7月12日	1か月	2023年8月12日	無	—
9	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月13日	無	-
10	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	-
11	有	1	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	-
12	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	無
13	有	100	2023年7月12日	用時調整	2023年7月12日	有	濁度標準液
14	有	100	2023年7月12日	用事調整	2023年7月12日	無	
15	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	
16	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年8月11日	無	-
17	有	100	2023年7月10日	調製後 1か月	2023年8月9日	無	-
18	有	100	2023年7月12日	用時調整	2023年7月12日	無	—
19	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	
20	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	-
21	有	100	2023年7月12日	1週間	2023年7月12日	無	0
22	有	10	2023年7月12日	用時調製	2023年10月12日	無	-
23	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	-
24	有	0.5、1.0、 2.0、5.0、 10.0	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	無
25	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	
26	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	—
27	有	100	2023年7月7日	用時調製	2023年7月7日	無	無
28	有	100	2023年5月1日	用時調製	2023年5月1日	無	-

29	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	—
30	有	100	2023年7月3日	2か月	2023年9月2日	無	—
31	有	100	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	—
32	有	50	2023年7月12日	用時調製	2023年7月12日	無	—

表 13-2 標準液（別表第 35 比色法）

機関番号	調製の有無	標準液の度数 (度)	調製年月日	期限設定	使用期限
101	無	-	-	-	-
102	無	—	—	—	—
103	有	100	2023年6月30日	用時調製	2023年6月30日
104	無	-	-	-	-
105	有	100	2023年7月11日	用時調整	2023年7月31日
106	無	—	—	—	—
107	無	-	-	-	-

表 14 測定、使用機器（別表第 36 透過光測定法）

機関番号	測定					使用機器				
	測定波長 (nm)	機器の安定時間 (分)	ゼロ点校正			種類	メーカー名	型式	定期点検の有無	定期点検の頻度
			実施の有無	使用した水	頻度					
1	390.0	30	有	蒸留水	測定前	分光光度計	日本電色工業株式会社	WA6000	有	1年に1回
2	390.0	10	有	蒸留水	測定前と1時間毎	光電分光光度計	日本電色工業株式会社	WA6000	有	1年に1回
3	390	30	有	蒸留水	測定前	光電光度計	日本電色工業(株)	WA6000	有	半年に1回
4	390.0	30	有	超純水	測定前と試料測定毎	色度・濁度測定器	日本電色工業	Water Analyzer 6000	有	1年に1回
5	390.0	30	有	蒸留水	測定前と5検体測定毎	光電光度計	日本電色工業株式会社	WA7700	有	2か月に1回
6	390.0	10	有	超純水	測定前	光電光度計	日本電色工業株式会社	WA7700	有	1年に1回
7	390.0	30	有	超純水	測定前	分光光度計	株式会社日立ハイテクサイエンス	U-2900	有	6か月に1回
8	390.0	90	有	純水	測定前	分光光度計	日本分光株式会社	V-630	有	1年に1回
9	390	60	有	蒸留水	測定前	光電光度計	日本電色工業株式会社	WA6000	無	-
10	390.0	30	有	超純水	測定前	分光光度計	日立計測サービス株式会社	U-2910	有	1年に1回
11	390.0	30	有	超純水	測定前	光電光度計	日本電色工業株式会社	WA6000	有	半年に1回

12	390.0	30	有	超純水	測定前と3時間毎	光電光度計	日本電色工業株式会社	WA7700	有	1年に1回
13	390.0	10	有	超純水	測定前	光電光度計	日本電色工業株式会社	WA7700	有	半年1回
14	390	30	有	超純水	測定前	光電光度計	日本電色工業株式会社	WA7700	有	1年に1回
15	390.0	5	有	超純水	測定前後と測定者変更毎	Water Analyzer	日本電色工業株式会社	2000N	無	—
16	390.0	60	有	超純水	測定前	分光光度計	島津製作所	UV-1900i	有	1ヶ月に1回
17	390	60	有	純水 (RO-EDI方式)	測定前と5検体毎	濁度計・色度計	日本電色工業株式会社	WA7700	有	半年に1回
18	390.0	30	有	超純水	測定前	光電光度計	日本電色工業株式会社	WA7700	無	—
19	390	30	有	イオン交換水	測定前と48回毎	光電分光光度計	日本電色工業株式会社	WA7700	有	1年に1回
20	390.0	30	有	超純水	測定前と3時間毎	紫外・可視分光光度計	島津製作所	UV-1650PC	有	半年に1回
21	390.0	30	有	超純水	測定前と測定後	分光光度計	日本電色工業(株)	Water Analyzer WA6000	有	1年に2回
22	390.0	30	有	蒸留水	測定前	濁度計・色度計	日本電色工業株式会社	WA6000	有	半年に1回
23	390	30	有	超純水	測定前	分光光度計	島津製作所	UV1800	有	年に1回
24	390.0	60	有	超純水	測定前	光電光度計	日本電色工業株式会社	WA-2000N	有	3年に1回
25	390.0	30	有	超純水	測定前	光電光度計	日本電色工業	Water Analyzer 2000N	有	4年に1回
26	390.0	30	有	超純水	測定毎	分光光度計	日本電色工業株式会社	WA6000	無	—
27	390.0	10	有	超純水	測定前	光電光度計	日本電色工業株式会社	WA6000	無	-
28	390.0	30	有	超純水	測定前	光電光度計	日本電色工業株式会社	WA6000	無	-
29	390	30	有	超純水	測定前	光電光度計	日本電色工業株式会社	WA6000	無	—
30	390	30	有	超純水	測定前	光電光度計	日本電色工業株式会社	WA7700	有	3年に1回
31	390.0	30	有	超純水	測定前	光電分光光度計	日本電色工業株式会社	WA6000	有	1年に1回
32	390.0	10	有	蒸留水	測定前	色濁度計	日本電色工業株式会社	WA6000	有	半年に1回

表 15 光源ランプ、吸収セル (別表第 36 透過光測定法)

機 関 番 号	光源ランプ				吸収セル				
	測定 光源	メーカ 名	型式	使用 時間 (時間)	種類	材質	光路長 (mm)	洗浄方法	使用 頻度
1	ハロゲン ランプ	OSRAM	64258-J 20W・ 12V・ G4	960	角セル	ガラス	50	中性洗剤を用いて筆で洗浄し、水道水で洗い流した後、精製水で3回すすぐ。	毎日
2	ハロゲン ランプ	日本電色 工業株式 会社	NA 55919	500 ※1	50mm 角セル	ガラス	50	①精製水で3回すすぐ。 ②エタノール浸漬にて保管。	月2 回
3	ハロゲン ランプ	日本電色 工業株式 会社	NA 55919	630	50mm 角セル	ガラス	50	①中性洗剤を使用しスポンジ で洗浄 ②水道水、純水の順番で洗い 流す	使用 後
4	ハロゲン ランプ	パナソ ニック	J12V20 WAS	0	50mm 角セル	ガラス	50	超純水で入念に洗浄。必要に 応じて綿棒を使用。	ほ ぼ 毎 日
5	ハロゲン ランプ	日本電色 工業株式 会社	NA 55919	4800	フロー セル	ガラス	50	試料測定毎に測定後に蒸留水 を1回フローセルに注入し洗 浄	毎日
6	ハロゲン ランプ	日本電色 工業株式 会社	NA 55919	2678	50mm 角セル	ガラス	50	①超純水で2回洗い流す。	週 5 回
7	タンゲ ステン ランプ	株式会社 日立ハイ テクサイ エンス	885- 1200	800	50mm 角セル	ガラス	50	超純水で2回洗い流す	週 5 回
8	ハロゲン ランプ	日本分光 株式会社	64258-J	199.8	100mm 角セル	ガラス	100	①純水で3回洗い流す。 (汚れている場合は無リン酸洗 浄液で洗った後、精製水で数 回洗い流す。)	週 2 回
9	ハロゲン ランプ	日本電色 工業株式 会社	12V20W	18時間 (800時 間で交 換)	フロー セル	ガラス	50	・超純水による自動洗浄(試 料毎)・超純水で希釈した洗剤 を流し、超純水ですすぎ洗い (週1回)	毎日
10	ハロゲン ランプ	日立計測 サービス株式 会社	885- 1200	6100	100 mm角 セル	石英	100	超純水で3回洗う。	週 1 回
11	ハロゲン ランプ	日本電色 工業株式 会社	NA 55919	10	フロー セル	ガラス	50	使用時、終了時に本体及び オートサンプラー側からの操 作でA3水による洗浄を実 行。	毎日
12	ハロゲン ランプ	日本電色 工業株式 会社	NA 55919	600	50mm 角セル	ガラス	50	①内側を含めてキムワイブで 拭いた後、超純水で5回洗 う。	週 1 回
13	ハロゲン ランプ	日本電色 工業株式 会社	NA 55919	1500	50 mm角 セル	ホウケ イ酸耐 熱ガラ ス	50	純水中で超音波20分洗浄後、 純粋で3回すすぐ	測 定 毎
14	ハロゲン ランプ	日本電色 工業株式 会社	55919	1000	フロー セル	ガラス	50	①中性洗剤を使用した洗浄液 で3回洗う。 ②超純水で10回洗い流す。	月 1 回
15	ハロゲン ランプ	日本電色 工業株式 会社	NA 55919	1000	50mm 角セル	ガラス	50	精製水で3回洗い流す。	使用 毎

16	ハロゲンランプ	島津製作所	062-65005	250	100mm角セル	ガラス	100	①水道水で流す。 ②中性洗剤で洗う。 ③水道水で洗い流す。 ④超純水で洗う。	週1回
17	ハロゲンランプ	日本電色工業株式会社	NA55919	650	フローセル	テンボックス	50	シカクリーン LX-II を 5% に薄め、オートサンブラー(AT-48) 薬液洗浄モードにて洗浄する。	週1回
18	ハロゲンランプ	日本電色工業株式会社	NA55919	131	フローセル	ガラス	50	超純水で洗い流す。	月1回
19	ハロゲンランプ	日本電色工業株式会社	55919	883	フローセル	ガラス	50	①アルカリ洗剤で漬け置き ②イオン交換水で6回洗浄	毎日
20	重水素ランプ	島津製作所	L6380	5904	50mm角セル	石英ガラス	50	①アルカリ性洗剤を用いて洗浄する。 ②水道水で洗剤分を洗い流す。 ③精製水で5回洗い流す。	週1回
21	ハロゲンランプ	NARVA	HLL55919	350	フローセル	ガラス	50	コンタミノン(洗剤)を100倍に希釈した洗浄水を用い、自動洗浄を行う。	週1回
22	ハロゲンランプ	日本電色工業株式会社	NA55919	50	50mm角セル	ガラス	50	精製水で2回洗い流す。	週1回
23	-	-	-	-	50mmセル	ガラス	50	超純水で2回洗い流す	月4回
24	ハロゲンランプ	NARVA	55919	500	(50mm)角セル	ガラス	50	①中性洗剤の入った洗浄水に漬けておく。 ②水道水で3回以上すすぐ。 ③超純水で3回以上すすぐ。	週5回
25	ハロゲンランプ	NARVA	55919	1000	50mm角セル	ガラス	50	超純水で5回洗い流す。	週2回
26	ハロゲンランプ	日本電色工業株式会社	NA55919	1000	フローセル	バイレックスガラス	50	①0.1mol/L 塩酸水溶液による洗浄を行う。 ②中性洗剤による洗浄後に精製水で洗い流す。	毎日
27	ハロゲンランプ	NARVA	55919	1000	50mm角セル	ガラス	50	①市販の洗剤を薄めた洗浄水に1昼夜以上付け洗い。 ②超純水で10回程度洗い流す。	月1回
28	ハロゲンランプ	日本電色工業株式会社	M081002	1000	50mm角セル	石英	50	①中性洗剤を使用した洗浄水に1晩浸す。 ②イオン交換水で5回洗い流す。	毎日
29	ハロゲンランプ	NARVA	HLL55919	1000	フローセル	ガラス	50	超純水で3回以上洗う。	開庁日の毎日
30	ハロゲンランプ	NARVA	NA55919	730	フローセル	ガラス	50	①精製水で3回以上洗う。(測定毎) ②中性洗剤に一晩浸漬後、精製水で10回以上洗い流す。(週1回程度・適宜)	週5回

31	ハロゲンランプ	日本電色工業株式会社	NA 55919	1060	フローセル	石英	50	超純水によるすすぎを3回程度行う。	週5回
32	ハロゲンランプ	日本電色工業株式会社	NA 55919	不明	50mm角セル	ガラス	50	精製水で3回洗い流す。	週5回

※1：以下、備考欄から転載。「装置にランプ使用時間のカウント機能がないため、検査実施日等から算出した概算となります。」

表 16 測定（別表第 35 比色法）

機関番号	照明	比濁用暗箱に相当する箱等の使用の有無	背景	透視した方向
101	室内蛍光灯+LED ライトボックス	-	-	上方から
102	室内蛍光灯+手元反射用蛍光灯	無	-	上方から
103	室内白色 LED 照明+手元反射用蛍光灯	無	白紙 白色反射板	上方から
104	室内蛍光灯+手元反射用蛍光灯	無	白色反射板	上方から
105	室内蛍光灯 + 上からの蛍光灯	無	白色反射板	上方から
106	室内蛍光灯	無	白紙+白色蛍光板	上方から
107	室内蛍光灯+トレース板	無	-	上方から

表 17 日常の精度管理（別表第 36 透過光測定法）

機関番号	日常の精度管理		
	有無	実施頻度	実施方法
1	有	測定毎	色度 1 度の標準液で±10%以内
2	有	測定毎	色度 5 度の標準液で±10%以内
3	有	測定毎	色度 5 度の標準液で±10%以内
4	有	概ね 10 試料測定毎	色度 5 度の標準液で±20%以内
5	有	毎日測定前	色度 2 度の標準液で±20%以内
6	有	月 3 回	色度 5 度の標準液で±10%以内
7	無	-	-
8	有	測定毎	色度 5 度の標準液で±20%以内
9	有	測定毎	色度 1 度の標準液で±10%以内
10	有	測定毎	色度 2 度の標準液で±10%以内
11	有	測定検体数 10 検体毎	色度 1 度の調整標準液で±10%以内
12	有	測定毎	色度 1.0 度の標準液で±10%以内
13	有	測定毎	色度 0.5 度及び 5 度の標準液で±10%以内
14	有	測定毎、10 サンプル毎	色度 2 度の標準液で±20%以内
15	有	測定前後、10 検体毎	色度 2 度の標準液で±10%以内
16	有	測定毎、1 週間ごと	・精製水の測定・色度 1 度の標準液で±10%以内 ・色度 100 度の標準原液の吸光度を前回調製時と比較
17	有	検体 12 件毎	色度 2 度の標準液で±10%以内
18	有	測定毎	色度 5 度の標準液で±10%以内
19	有	測定前、15 検体毎及び測定終了時	色度 1 度の標準液で±10%以内

20	有	測定毎	色度 2 度の標準液で±20%以内
21	有	測定毎	色度 1 度の標準液で±20%以内
22	有	年 2 回	色度 1、5、10 度の標準液で±20%以内
23	有	測定毎	色度 5 度の標準液で±20%以内
24	有	測定毎	色度 5 度の標準液で±20%以内
25	無	-	-
26	有	測定毎	色度 1.0 度の標準液で±10%以内
27	無	無	無
28	有	測定毎	色度 1 度の標準液で±10%以内
29	有	1 週間に 1 回	色度 2 度の標準液で±20%以内
30	有	測定毎	色度 5 度の標準液で±10%以内
31	有	測定毎	超純水の測定を行い、色度が 0.00 度であることを確認した後、測定を実施している
32	有	10 の試料ごとの後及び全ての試料の後	色度 2.5 度の標準液で±10%以内

表 18-1 吸収セル以外の使用器具の洗浄、廃液の処理方法（別表第 36 透過光測定法）

機 関 番 号	吸収セル以外の使用器具の洗浄方法	廃液の処理方法
	具体的方法	
1	①水道水で 2 回すすぐ ②薄めた塩酸で酸洗浄をし、水道水で 10 回洗い流す ③精製水で 3 回すすぐ	自社でスラッジ及び活性炭による処理を行う。
2	①水道水で 3 回すすぐ。 ②器具を洗剤が入った超音波洗浄機に 5 分かける。 ③水道水で 5 回すすぐ。 ④精製水で 3 回すすぐ。	ポリ容器に廃棄し、廃酸（特別管理産業廃棄物）として専門業者による処理を行う。
3	①中性洗剤を使用しスポンジで洗浄 ②水道水、純水の順番で洗い流す	産廃業者による処理
4	①水道水で 3 回濯ぐ ②超純水で 3 回入念に濯ぐ	20L のポリ容器に廃棄し、「廃金属溶液」として専門業者による処理を行う。
5	①器具を洗浄機にセットして、洗剤で洗浄 ②洗浄器内で水道水で 5 回すすぐ。 ③イオン交換水で 4 分間すすぐ。	20L のポリタンクに廃液し、中和処理を行ってから廃棄する。
6	①水道水で 3 回すすぐ。 ②器具を洗剤が入った超音波洗浄機に 10 分かける。 ③水道水で 3 回すすぐ。 ④蒸留水で 3 回すすぐ。	20L のポリ容器に廃棄し、「廃酸」として専門業者による処理を行う。
7	①水道水で 3 回すすぐ。 ②超純水で 3 回すすぐ。	20 L のポリ容器に一時的に貯留した後、中和処理をして下水道に流す。
8	①水道水ですすぐ。 ②精製水で 2 回すすぐ。 (ホールピペットや汚れているものについては洗浄液につけて洗浄し、水道水で数回すすいだ後、精製水で 2 回すすぐ。	20 L のポリ容器に廃棄し、「廃酸」として自社で処理を行う。

9	①中性コンタミノンを用いて超音波洗浄機で洗浄する。 ②専用スポンジの硬い面で内壁をこすり、泡が残らないように丁寧に濯ぐ。 ③その後超純水で丁寧に濯ぎ洗いする。	特になし
10	①水道水で3回すすぐ。 ②精製水で3回すすぐ。	中和処理装置を通して処理する。
11	①超音波洗浄機に5分かける。②加温した水道水で4回すすぐ。③精製水で3回すすぐ。④乾燥する。	大体の検体が中性であるので、特段処理は行わずに排水溝へ流す。
12	①水道水で1回すすぐ。 ②器具を洗剤が入った超音波洗浄機に20分かける。 ③水道水で10回すすぐ。 ④精製水で3回すすぐ。	薄めて下水に流す。
13	①水道水1回すすぐ ②洗剤が入ったピーカーで20分間超音波洗浄 ③水道水で2回すすぐ ④精製水で1回すすぐ	10L ポリ容器に廃棄、重金廃液として専門業者に委託処理
14	①水道水で1回すすぐ。 ②器具を洗剤が入った超音波洗浄機に5分かける。 ③水道水で10回すすぐ。 ④精製水で1回すすぐ。	20 L のポリ容器に廃棄し、pHを確認後排水する。
15	①水道水で3回すすぐ。 ②器具を洗剤が入った超音波洗浄器に10分かける。 ③ぬるま湯で3回すすぐ。 ④精製水で3回すすぐ。	中和処理をして、 多量の水道水で流す。
16	①水道水で3回すすぐ。 ②イオン交換水で3回すすぐ。 ③超純水で3回すすぐ。	20Lのポリ容器に廃棄し、「特廃酸」として専門業者による処理を行う。
17	①水道水で2回すすぐ。②器具を洗剤が入った超音波洗浄機に15分かける。③洗浄機で水道水すすぎを12分行う。④水道水で3回すすぐ。⑤精製水で3回すすぐ。	pH調整設備にてpH調整を行った後に排水される。
18	超純水で3回すすぐ。	廃アルカリとして処理を行う。
19	①水道水で3回すすぐ。 ②洗剤で洗浄（ブラシ、超音波洗浄機） ③水道水で3回すすぐ。 ④精製水で3回すすぐ。	社内のpH中和処理装置で処理している。
20	①水道水で3回すすぐ。 ②器具を洗剤が入った超音波洗浄機に15分かける。 ③水道水で3回すすぐ。 ④精製水で3回すすぐ。	20 L のポリ容器に廃棄し、「重金属廃液」として専門業者による処理を行う。
21	精製水で2回すすぐ。	中和槽による中和処理後、下水に放流。
22	①水道水で2回すすぐ。 ②精製水で1回すすぐ。	20Lのポリ容器に廃棄し、 「廃アルカリ」として専門業者による処理を行う。
23	①水道水で5回すすぐ。 ②超純水で3回すすぐ。	20 L のポリ容器に廃棄し、「廃酸」として専門業者による処理を行う。
24	①水道水で3回以上すすぐ。 ②器具を洗剤が入った超音波洗浄機に15分かける。 ③水道水で3回以上すすぐ。 ④超純水で3回以上すすぐ。	20 L のポリ容器に廃棄し、「廃アルカリ」として専門業者による処理を行う。
25	①水道水で5回すすぐ。 ②超純水で3回すすぐ。	18Lのポリ容器に廃棄し、「廃酸」として専門業者による処理を行う。
26	①水道水で2回すすぐ。 ②精製水で2回すすぐ。	流しに廃棄する。

27	①洗剤の入った超音波洗浄機で15～30分かける。 ②水道水で8回以上すすぐ。 ③超純水で2回すすぐ。	20Lの「その他の廃酸」というラベルの貼ってあるポリ容器に廃棄し専門業者により処理を行う。なお、廃棄する段階のpHがアルカリ性であったら「その他の廃アルカリ」として処理。
28	①水道水で1回すすぐ。 ②器具を洗剤が入った超音波洗浄機に15分かける。 ③水道水で3回すすぐ。 ④精製水で2回すすぐ。	廃液の処理なし。
29	①水道水で10回すすぐ。 ②洗剤に漬ける ③水道水で15回すすぐ。 ④純水で3回すすぐ。	20Lポリ容器に廃棄し、「強酸」として専門業者による処理を行う。
30	①水道水で3回以上すすぐ。 ②器具を洗剤が入った超音波洗浄機に10分かける。 ③水道水で10回以上すすぐ。 ④精製水で3回以上すすぐ。	20Lのポリ容器に廃棄し、「廃酸」として専門業者による処理を行う。
31	超純水によるすすぎを3回程度行う。	下水道に排出
32	①水道水で洗う ②精製水を入れた超音波洗浄機で20分かける。 ③精製水で1回すすぐ。	中和槽で中和したあと排水に流す。

表 18-2 使用器具の洗浄、廃液の処理方法（別表第5 比色法）

機 関 番 号	使用器具の洗浄方法	廃液の処理方法
101	①水道水で1～2回すすぐ ②中性洗剤を使ってブラシでこする ③水道水で洗剤の泡がなくなるまですすぐ ④精製水で2回すすぐ	流しに廃棄
102	①水道水で1時間程度すすぐ。 ②洗剤が入った超音波洗浄機に15分かけ一晩放置する。 ③水道水で1時間程度すすぐ。 ④精製水で3回すすぐ。	十分に希釈して廃棄する。
103	水道水にて内外面を洗浄後、精製水で洗浄し、自然乾燥する。汚れがひどい場合には、必要に応じて洗剤に一晩浸す、洗剤を用いて超音波洗浄する等を行う。	多量の水で薄めて廃棄。
104	①水道水で5回すすぐ。 ②器具を洗剤を付けた試験管ブラシで洗う。 ③水道水で10回すすぐ。 ④精製水で5回すすぐ。	水道水で希釈し下水道に流す。
105	①水道水で3回すすぐ ②超音波で洗浄 ③洗剤で洗う ④水道水で洗剤がなくなるまですすぐ ⑤超純水にて3回すすぐ	20Lのポリ容器に廃棄微量金属廃液として専門産廃業者に委託
106	①必要に応じ洗剤及び洗浄ブラシで洗う。 ②水道水で3回すすぐ。 ③精製水で3回すすぐ。	ポリ容器等に廃棄し専門業者による処理を行う。
107	水道水ですすいだ後蒸留水で泡立たなくなるまですすぐ。	本試験においては法律に抵触するような成分が含有されていることは考えにくいことから浄化槽にて処理している。

表 19 検査精度が良好ではないと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
106	色度の試験に用いる比色管は、通常は標準作業手順書 8.(1)「水道水による洗浄法」に基づき、水道水による洗浄を行った後、精製水で濯いだものを使用している。今回、本精度管理に用いた比色管を、標準作業手順書 8.(2)「洗剤（中性アルコール系洗剤）による洗浄」により洗浄を行った後、新たに調製した標準液を測定して正しい測定値となることを確認した。そのため、試験器具の洗浄が不十分であったことにより正の誤差を生じていた可能性がある。	試験器具の使用後は、洗剤による洗浄を適宜行うこととする。
107	標準列によるもの（調整誤差、比色管の汚れ） 比色法による個人差 照明（ライトボックス）による誤差	試験に使用した標準列の再度確認行い問題がないことを確認した。 LEDライトボックスの購入。

# 令和5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

臭素酸  
色度

## 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の濃度及び度数の試料を、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。））により測定し、千葉県衛生研究所医薬品・生活環境研究室宛てに結果を報告する。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5年7月10日（月）※7月11日（火）に到着予定  
（衛生研究所に來所して受け取る場合、來所日は7月11日（火）とする）

↓

### (2) 試料の測定

外部精度管理開始日時：令和5年7月12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5年8月9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5年9月予定

↓

### (5) 集計結果の公表

結果公表の通知：令和6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、臭素酸1試料及び色度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來所による受取りとする。
- ・試料が7月11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
臭素酸	100 mL ポリエチレン瓶	約 110 mL	冷蔵配送・着払い 縦 10 cm×横 10 cm×高さ 25 cm
色度	250 mL 褐色ポリエチレン瓶	約 260 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）
臭素酸	別表第 18：イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法
	別表第 18 の 2：液体クロマトグラフィー質量分析法
色度	別表第 35：比色法
	別表第 36：透過光測定法
	別表第 37：連続自動測定機器による透過光測定法

##### (2) 外部精度管理開始日時

令和 5 年 7 月 12 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。別表第 37 については、告示で制限時間の記載はないが別表 35、36 と同様に 12 時間以内とする。

##### (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 配付試料に含まれる測定物質は、下表のとおり調製している。

測定項目	試料の濃度及び度数
臭素酸	水道水質基準値の 1/10 以上、基準値以下
色度	20 度以下

- ウ 試験実施に際しては、配付試料を室温に戻して、速やかに実施すること。
- エ 各機関で作成した SOP に従い試験を行い、臭素酸及び色度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。
- 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、臭素酸及び色度の 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、ファイル名を臭素酸は「機関名\_臭素酸.xlsx」、色度は「機関名\_色度.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) 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シート分けされているので、実施した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 5 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](mailto: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、各機関が通常使用している SOP に従い濃度及び度数を算出し、試験結果報告書に下表のとおりに入力すること。

測定項	単位	告示法	結果報告書への記入
臭素酸	μg/L	別表第 18、18 の 2	小数点以下桁数 3 桁
色度	度	別表第 35	得られた数字をそのまま記入
		別表 36、37	有効数字 3 桁

イ 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。

ウ 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。

#### (4) 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 医薬品・生活環境研究室
--

#### 7. 提出期限

試験結果報告書の提出期限を下表に示す。

なお、試料を再発送した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 5 年 8 月 9 日 (水)	午後 5 時	必着

#### 8. 評価方法

臭素酸及び色度の透過光測定法（別表第 37 を含む）については、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
臭素酸	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
色度	① 比色法 誤差が±1.0 度を超えた場合 ② 透過光測定法（別表第 37 を含む） 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 医薬品・生活環境研究室

電子メールアドレス：[eiken5@mz.pref.chiba.lg.jp](mailto: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（8月9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 5 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「機関名_項目名.xlsx」に変更したか <input type="checkbox"/> 臭素酸 <input type="checkbox"/> 色度

### 【書類】

試験結果報告書（書類）の送付（8月9日必着）

	臭素酸	色度
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に必要な全ての情報	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
妥当性評価書の写し（実施している項目について）	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

# 試験結果報告書(臭素酸)

- ・ 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18: イオンクロマトグラフポストアラム吸光度法

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	機器分析開始日時			〇月〇日〇時〇分	機器で分析を開始した日時を記入	
7	測定結果(μg/L)			1.000	測定結果を一つだけ記入 小数点以下3桁で記入	
8	一斉分析項目			無	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「無」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	水道水及び精製水		【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) 2 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	直線性	決定係数( $r^2$ )	0.999	有効数字3桁で記入	
15		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	
16		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	
17		検量線の設定濃度(μg/L)		1, 2, 5, 10	設定濃度を記入(実測値は記入しない)	
18		調製に使用した容器		100mL メスフラスコ	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に用いた最 終容器の容量及び種類を記入(記入例は標準液を設定濃度ご とに100mLメスフラスコに採り定容した場合)	
19		重み付け		無	【有・無】のいずれかを記入	
20		原点強制通過		無	【有・無】のいずれかを記入	
21		定量下限値(μg/L)		1	臭素酸の定量下限値(μg/L)を記入	
22		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
23			設定濃度(μg/L)		2	設定濃度(μg/L)を記入
24	測定結果(μg/L)		2.088	小数点以下3桁で記入		
25	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		
26	算定された濃度との差が 調製濃度±10%を超えた場合は是正処置		作業記録を見直して手順等 の不備を探知後、正しい方法で再 測定する	是正処置内容を記入		
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)		<1	空試験の測定結果を小数点以下3桁で記入 検量線の下限值未満の場合は記入例にならって記入(記入例 は検量線の下限值(1 μg/L)未満だった場合)	
29		ろ過の有無		有	空試験について前処理(ろ過)を実施したか【有・無】のいずれか を記入	
30		測定結果が検量線の下限値を 下回らなかった場合は是正処置		作業記録を見直して手順等 の不備を探知後、正しい方法で再 測定する	是正処置内容を記入	

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(単品)	【自家調製・市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)】のいずれかを記入	
32		濃度(mg/L)		2000	標準原液の濃度(mg/L)を記入	
33		製品名		臭素酸イオン標準液	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	
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		05807-96	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のカタログ番号を記入	
36		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 自家調製の場合は「-」と記入	
37		トレーサビリティ		JCSS	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		期限設定		メーカー使用期限	【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	
39		使用期限		○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	
40	標準液	濃度(mg/L)		0.02	標準液の濃度(mg/L)を記入	
41		調製年月日		○年○月○日	標準原液から標準液を調製した年月日を記入	
42		期限設定		用時調製	【用時調製・半年・1年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
43		使用期限		○年○月○日	調製した標準液の期限を記入	
44	溶離液	成分1	成分名及び濃度	1.7 mmol/L 炭酸水素ナトリウム	溶離液の成分名及び濃度を記入 溶離液を2種類使用していない場合は、成分2を「-」と記入	
45		成分2	成分名及び濃度	1.8 mmol/L 炭酸ナトリウム		
46		期限設定			用時調製	【用時調製・半年・1年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
47		使用期限			○年○月○日	調製した溶離液の期限を記入
48	臭化カリ ウム・硫 酸溶液	硫酸	製品名		硫酸	
49			メーカー名		富士フィルム和光純薬	
50			カタログ番号		190-04675	
51			グレード		精密分析用	
52			使用期限		○年○月○日	試験に使用した硫酸の使用期限を記入
53		臭化カリ ウム	臭化カリウム	製品名		臭化カリウム
54	メーカー名				富士フィルム和光純薬	
55	カタログ番号				168-03475	
56	グレード				特級	
57	使用期限				○年○月○日	
58	臭化カリウムの量(g)				178.5	1 Lの臭化カリウム-硫酸溶液中の臭化カリウムの量(g)を記入
59	亜硝酸 ナトリウ ム溶液	亜硝酸 ナトリウム	製品名		亜硝酸ナトリウム	
60			メーカー名		富士フィルム和光純薬	
61			カタログ番号		197-02561	
62			グレード		特級	
63			使用期限		○年○月○日	
64			亜硝酸ナトリウムの量(mg)		82.8	1 Lの亜硝酸ナトリウム溶液中の亜硝酸ナトリウムの量(mg)を記入 亜硝酸ナトリウム溶液を使用していない場合は「-」と記入

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
65	前処理	希釈	試料の希釈の有無	有	【有・無】のいずれかを記入	
66			希釈倍率(倍)	100	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	
67	ろ過		試料のろ過の有無	有	【有・無】のいずれかを記入	
68			フィルターの孔径(μm)	0.2	試料のろ過を有と回答した場合は使用したフィルターの孔径(μm)を記入 試料のろ過を無と回答した場合は「-」と記入	
69	使用機器	分離カラム	メーカー名	島津製作所		
70			型式	Shim-pack IC-Bromate		
71		紫外部吸収検出器のメーカー名	島津製作所			
72		カラム及び検出器以外の機器のメーカー名	島津製作所			
73	測定条件		カラムオープン温度(°C)	40		
74			試料注入量(μL)	200		
75			流速 (mL/min)	溶離液	1	
76				臭化カリウム・硫酸溶液	0.4	
77				亜硝酸ナトリウム溶液	0.2	
78			測定波長(nm)	268		
79	定量方法	ピークの読み取り方法	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		
80	その他	自機関のSOPで一斉分析を既定している場合、その項目		今回分析を行わなかったが、SOPには規定されている項目を記入		

分析装置の流路洗浄方法及びカラムの保管方法について、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。

## 試験結果報告書(臭素酸)

- ・ 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18の2:液体クロマトグラフー質量分析法

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	機器分析開始日時			〇月〇日〇時〇分	機器で分析を開始した日時を記入	
7	測定結果(μg/L)			1.000	測定結果を一つだけ記入 小数点以下3桁で記入	
8	一斉分析項目			無	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「無」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	水道水及び精製水		【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) 2 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	直線性	決定係数( $r^2$ )	0.999	有効数字3桁で記入	
15		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	
16		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	
17		検量線の設定濃度(μg/L)		1, 2, 5, 10	設定濃度を記入(実測値は記入しない)	
18		調製に使用した容器		100mL メスフラスコ	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に用いた最終容器の容量及び種類を記入(記入例は標準液を設定濃度ごとに100mLメスフラスコに採り定容した場合)	
19		重み付け		無	【有・無】のいずれかを記入	
20		原点強制通過		無	【有・無】のいずれかを記入	
21		定量下限値(μg/L)		1	臭素酸の定量下限値(μg/L)を記入	
22		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
23			設定濃度(μg/L)		2	設定濃度(μg/L)を記入
24	測定結果(μg/L)		2.088	小数点以下3桁で記入		
25	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		
26	算定された濃度との差が 調製濃度±10%を超えた場合は是正処置		作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方法で再測定する	是正処置内容を記入		
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)		<1	空試験の測定結果を有効数字3桁で記入 検量線の下限值未満の場合は記入例にならって記入 (記入例は検量線の下限值(1 μg/L)未満だった場合)	
29		ろ過の有無		有	空試験について前処理(ろ過)を実施したか【有・無】のいずれかを記入	
30		測定結果が検量線の下限値を 下回らなかった場合は是正処置		作業記録を見直して手順等の不備を探知後、正しい方法で再測定する	是正処置内容を記入	

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(単品)	【自家調製・市販標準原液(混合)・市販標準原液(単品)】のいずれかを記入	
32		濃度(mg/L)		2000	標準原液の濃度(mg/L)を記入	
33		製品名		臭素酸イオン標準液	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	
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		05807-96	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のカタログ番号を記入	
36		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 自家調製の場合は「-」と記入	
37		トレーサビリティ		JCSS	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		期限設定		メーカー使用期限	【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	
39		使用期限		○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	
40	標準液	濃度(mg/L)		0.02	標準液の濃度(mg/L)を記入	
41		調製年月日		○年○月○日	標準原液から標準液を調製した年月日を記入	
42		期限設定		用時調製	【用時調製・半年・1年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
43		使用期限		○年○月○日	調製した標準液の期限を記入	
44	移動相	移動相A	成分名及び濃度	50 mM ぎ酸アンモニウム水溶液	移動相の成分名及び濃度を記入	
45			期限設定	用時調製	【用時調製・半年・1年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
46		移動相B	成分名及び濃度	100%アセトニトリル	移動相の成分名及び濃度を記入	
47			期限設定	用時調製	【用時調製・半年・1年】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
48	洗浄液等			10%メタノール 100%アセトニトリル	その他、分析時に使用する洗浄液等を記入	
49	前処理	希釈	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)	100	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		ろ過	試料のろ過の有無	有	【有・無】のいずれかを記入	
52			フィルターの孔径(μm)	0.2	試料のろ過を有と回答した場合は使用したフィルターの孔径(μm)を記入 試料のろ過を無と回答した場合は「-」と記入	
53	使用機器	分離カラム	メーカー名	日本ウォーターズ		
54			型式	ACQUITY UPLC BEH Amide		
55		液体クロマトグラフ(LC)	メーカー名	日本ウォーターズ		
56			型式	ACQUITY UPLC H-Class		
57		質量分析計(MS)	メーカー名	日本ウォーターズ		
58			型式	Xevo TQD		
59		測定条件	液体クロマトグラフ(LC)	サンプル室温度(°C)	5	
60				カラムオープン温度(°C)	40	
61	試料注入量(μL)			4		
62	流量(mL/min)			0.3		
63	移動相A:B混合比 保持時間			5:95、13分→95:5、10分	設問番号[44、46]の移動相について記入	
64	質量分析計(MS)			イオン化法	ESIネガティブ	
65			キャピラリー電圧(kV)	0.25		
66			脱溶媒ガス温度(°C)	600		

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項
67	イオン検出方法			SIM	【SIM・SRM】のいずれかを記入
68	定量方法	選択イオン測定【SIM】	モニターイオン質量数 (m/z)	128.80	【SIM】を選択した場合は設問番号[68]を、【SRM】を選択した場合は設問番号[69・70]を記入
69		選択反応測定【SRM】	プリカーサイオン質量数 (m/z)	—	
70			プロダクトイオン質量数 (m/z)	—	
71	濃度の算出方法			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
72	その他	自機関のSOPで一斉分析を既定している場合、その項目			今回分析を行わなかったが、SOPには規定されている項目を記入

分析装置の流路洗浄方法及びカラムの保管方法について、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。

## 試験結果報告書（色度）

- ・ 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35：比色法**

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（℃）			4	自機関での試料保存温度（℃）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	測定開始日時			〇月〇日〇時〇分	測定を開始した日時を記入	
7	測定結果	度数（度）		2	測定結果を一つだけ記入	
8	標準列	調製の頻度		1か月に1回	標準列の調製の頻度を記入	
9		標準列調製年月日		2023年〇月〇日	検査時に使用した標準列の調製年月日	
10		使用期限		2023年〇月〇日	検査時に使用した標準列の使用期限を記入	
11		標準列の点数		10	標準列の濃度点の数を記入	
12		標準列の度数（度）		0、1、2、3、4、5、7、10、15、20	標準列の設定を記入（実測値は記入しない）	
13		調製	使用した器具		比色管	標準列の調製に使用した器具を記入
14			使用した器具の容量（mL）		100	
15			使用した器具の直径（mm）×長さ（mm）		〇〇×〇〇	
16			使用した計量器具		ホールピペット	標準列の調製に使用した計量器具を記入 用いた器具が無ければ「-」を記入
17			使用頻度		1週間に1回	調製した標準列の使用頻度を記入
18	前処理	試料の希釈の有無		有	【有・無】のいずれかを記入	
19		希釈倍率（倍）		10	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	
20		1試料あたりの分取量（mL）		25	分取量（mL）を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入	
21		使用した容器		100 mL メスフラスコ	希釈試料の調製に使用した容器の容量及び種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入	
22		使用した計量器具		マイクロピペット	希釈試料の調製に使用した計量器具の種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入	
23		希釈以外の前処理		〇μ mのフィルターでろ過	実施した前処理を具体的に記入 実施していない場合は「-」と記入	
24	空試験	実施の有無		有	【有・無】のいずれかを記入	
25		測定結果（度）		0	空試験の測定結果（度）を得られた数字を記入	

設問番号	記入項目	記入欄	記入例	選択肢・注意事項
26	標準原液の種類		市販標準原液（単品）	【自家調製・市販標準原液（混合）・市販標準原液（単品）】のいずれかを記入
27	製品名		色度標準液	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
28	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
29	度数（度）		1000	標準原液の度数（度）を記入
30	カタログ番号		08043-08	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のカタログ番号を記入
31	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 自家調製の場合は「-」と記入
32	トレーサビリティ		JCSS	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
33	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
34	使用期限		2023年〇月〇日	市販品の場合は使用期限（期限のないものは設定した期限）、自家調製の場合は設定している使用期限を記入
35	調製の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
36	標準液の度数（度）		100	色度標準液の度数（度）を記入 調製を実施していない場合は「-」を記入
37	調製年月日		2023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 調製を実施していない場合は「-」を記入
38	期限設定		用時調製	【用時調製・具体的な期限（1か月等）】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入 調製を実施していない場合は「-」を記入
39	使用期限		2023年〇月〇日	調製した標準液の期限を記入 調製を実施していない場合は「-」を記入
40	照明		室内蛍光灯＋手元反射用蛍光灯	測定に使用した照明を記入
41	比濁用暗箱に相当する箱等の使用の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
42	背景		白紙 白色反射板	測定に使用した背景を記入 使用無しの場合は「-」を記入
43	透視した方向		上方から	【上方から・側面から・下方から】のいずれかを記入 上記以外の方向は具体的に記入
44	使用器具の洗浄方法		①水道水で〇回すすぐ。 ②器具を洗剤が入った超音波洗浄機に〇分かける。 ③水道水で〇回すすぐ。 ④精製水で〇回すすぐ。	具体的に記入
45	廃液の処理方法		20 Lのポリ容器に廃棄し、「廃アルカリ」として専門業者による処理を行う。	標準液を含む廃液の処理方法を記入

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（色度）

- 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36：透過光測定法

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（℃）			4	自機関での試料保存温度（℃）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	測定開始日時			〇月〇日〇時〇分	機器で測定を開始した日時を記入		
7	測定結果	度数（度）		1.55	測定結果を一つだけ記入 有効数字は3桁で記入		
8		吸光度（Abs）		0.0151	測定した色度の吸光度を記入（出た結果をそのまま記入）		
9	同時測定項目	同時測定項目の有無		無	【有・無】のいずれかを記入		
10		同時測定した項目		濁度	同時測定した項目を記入 他に測定した項目がない場合は「無」と記入		
11		濁度を同時測定している場合の測定結果（度）		0.100	濁度の測定結果（度）を小数点以下3桁で記入		
12	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	
13			真度・精度の評価		実施		
14		添加試料の評価の実施状況	真度・併行精度の評価		実施		
15			添加を行った水		水道水及び精製水		【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
16			評価した濃度		定量下限値（精製水） 5度（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
17	検量線	作成の頻度			メーカーが作成（1年に1回）	【都度作成・3か月に1回・メーカーが作成（作成頻度）】のいずれかを記入 【メーカーが作成】の場合はその作成頻度を（）内に記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
18		検量線作成年月日			2023年〇月〇日	測定時に使用した検量線の作成年月日	
19		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	
20		検量線の点数			5	測定に用いた検量線の濃度点の数を記入	
21		設定	色度の度数（度）		0.2、1.0、3.0、5.0、10.0	検量線の設定濃度（度）を記入（実測値は記入しない）	
22			色度の吸光度（Abs）		0.00060、0.00298、0.00890、 0.01485、0.02925	検量線の各設定濃度の吸光度を記入	
23		調製	使用した容器		100 mL メスフラスコ	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に使用した最終容器の容量及び種類を記入	
24			使用した計量器具		マイクロピペット	標準液から検量線の設定濃度の溶液を調製する際に使用した計量器具の種類を記入	
25		原点強制通過			無	【有・無】のいずれかを記入	
26		定量下限値	定量下限値（度）		0.5	色度の定量下限値（度）を記入	
27			設定方法		基準値の1/10以下	定量下限値の設定方法を記入	

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
28	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	
29		設定度数（度）		5	設定度数（度）を記入	
30		測定結果（度）		4.97	有効数字3桁で記入	
31		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	
32	前処理	希釈	試料の希釈の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
33			希釈倍率（倍）		10	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
34			1試料あたりの分取量（mL）		25	分取量を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
35			使用した容器		100 mL メスフラスコ	希釈試料の調製に用いた容器の容量及び種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
36			使用した計量器具		マイクロピペット	希釈試料の調製に用いた計量器具の種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入
37	希釈以外の前処理			0.1 μmのフィルターでろ過	実施した前処理を具体的に記入 実施していない場合は「-」と記入	
38	空試験	実施の有無		実施	【実施・未実施】のいずれかを記入	
39		測定結果（度）		0.00	空試験の測定結果を小数点以下2桁で記入	
40	標準原液	標準原液の種類		市販標準原液（単品）	【自家調製・市販標準原液（混合）・市販標準原液（単品）】のいずれかを記入	
41		製品名		色度標準液	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	
42		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	
43		度数（度）		1000	標準原液の度数（度）を記入	
44		カタログ番号		08043-08	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のカタログ番号を記入	
45		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 自家調製の場合は「-」と記入	
46		トレーサビリティ		JCSS	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		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	
48		使用期限		2024年〇月〇日	市販品の場合は使用期限(期限のないものは設定した期限)、 自家調製の場合は設定している使用期限を記入	
49	標準液	調製の有無		有	【有・無】のいずれかを記入	
50		標準液の度数（度）		100	色度標準液の度数（度）を記入	
51		調製年月日		2023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	
52		期限設定		用時調製	【用時調製・具体的期限（1か月等）】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
53		使用期限		2023年〇月〇日	調製した標準液の期限を記入	
54		混合標準液調製の有無		無	濁度標準液などと混合していた場合は有と記入	
55		混合した標準液の種類		濁度標準液	混合した標準液の種類を記入	
56	測定	測定波長（nm）		390.0	試験に使用した測定波長（nm）を記入	
57		機器の安定時間（分）		30		
58		ゼロ点校正	実施の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
59			使用した水		超純水	【超純水、蒸留水、水道水】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
60			頻度		測定前と3時間毎	ゼロ点校正の頻度を記入

設問番号	記入項目	記入欄	記入例	選択肢・注意事項
61	使用機器	種類	光電光度計	使用装置の種類を記入
62		メーカー名	日本電色工業株式会社	
63		型式	WA6000	
64		定期点検の有無	有	【有・無】のいずれかを記入
65		定期点検の頻度	〇年に1回	定期点検頻度を記入 定期点検を無と回答した場合は「-」を記入
66	光源ランプ	測定光源	ハロゲンランプ	
67		メーカー名	日本電色工業株式会社	
68		型式	NA55919	
69		使用時間（時間）	1000	
70	吸収セル	種類	フローセル	セルの種類（50 mm角セル、フローセル等）を記入
71		材質	ガラス	セルの材質を記入
72		光路長（mm）	50	
73		洗浄方法	①△△洗剤を使用した洗浄水で〇回洗う。 ②△△水で〇回洗い流す。	具体的に記入
74		使用頻度	週1回	使用頻度を記入
75	日常の精度管理	有無	有	【有・無】のいずれかを記入
76		実施頻度	測定毎、3日毎	日常の精度管理の実施頻度を記入
77		実施方法	色度〇度の標準液で±〇%以内	実施方法を具体的に記入
78	吸収セル以外の使用器具の洗浄方法		①水道水で〇回すすぐ。 ②器具を洗剤が入った超音波洗浄機に〇分かける。 ③水道水で〇回すすぐ。 ④精製水で〇回すすぐ。	具体的に記入
79	廃液の処理方法		20 Lのポリ容器に廃棄し、「廃アルカリ」として専門業者による処理を行う。	標準液を含む廃液の処理方法を記入

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（色度）

- 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37：連続自動測定器による透過光測定法

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（℃）			4	自機関での試料保存温度（℃）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	測定開始日時			〇月〇日〇時〇分	機器で測定を開始した日時を記入	
7	測定結果	度数（度）		1.55	測定結果を一つだけ記入 有効数字は3桁で記入	
8		吸光度（Abs）		0.0040	測定した色度の吸光度を記入（出た結果をそのまま記入）	
9	同時測定項目	同時測定項目の有無		無	【有・無】のいずれかを記入	
10		同時測定した項目		濁度	同時測定した項目を記入 他に測定した項目がない場合は「無」と記入	
11		濁度を同時測定している場合の測定結果（度）		0.100	濁度の測定結果（度）を小数点以下3桁で記入	
12	検量線	作成の頻度		メーカーが作成 （1年に1回）	【都度作成・3か月に1回・メーカーが作成（作成頻度）】のいずれかを記入 【メーカーが作成】の場合はその作成頻度を（）内に記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
13		検量線作成年月日		2023年〇月〇日	測定時に使用した検量線の作成年月日	
14		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		5	測定に用いた検量線の濃度点の数を記入	
16		設定	色度の度数（度）		0.2、1.0、3.0、5.0、10.0	検量線の設定濃度を記入（実測値は記入しない）
17			色度の吸光度（Abs）		0.00060、0.00298、0.00890、 0.01485、0.02925	検量線の各設定濃度の吸光度を記入
18			原点強制通過		無	【有・無】のいずれかを記入
19		定量下限値	定量下限値（度）		0.2	色度の定量下限値（度）を記入
20			設定方法		基準値の1/10以下	定量下限値の設定方法を記入
21		前処理	試料の希釈の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
22	希釈倍率（倍）			10	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	
23	1試料あたりの分取量（mL）			25	分取量を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入	
24	使用した容器			100 mL メスフラスコ	希釈試料の調製に用いた容器の容量及び種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入	
25	使用した計量器具			マイクロピペット	希釈試料の調製に用いた計量器具の種類を記入 試料の希釈を無と回答した場合は「-」と記入	
26	希釈以外の前処理			〇 μ mのフィルターで ろ過	実施した前処理を具体的に記入 実施していない場合は「-」と記入	

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項	
27	空試験	実施の有無		有	【有・無】のいずれかを記入	
28		測定結果（度）		0.00	空試験の測定結果を小数点以下2桁で記入	
29	標準原液	標準原液の種類		市販標準原液（単品）	【自家調製・市販標準原液（混合）・市販標準原液（単品）】のいずれかを記入	
30		製品名		色度標準液	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	
31		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	
32		度数（度）		1000	標準原液の度数（度）を記入	
33		カタログ番号		08043-08	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のカタログ番号を記入	
34		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 自家調製の場合は「-」と記入	
35		トレーサビリティ		JCSS	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	
36		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	
37		使用期限		2024年〇月〇日	市販品の場合は使用期限(期限のないものは設定した期限)、 自家調製の場合は設定している使用期限を記入	
38		標準液	調製の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
39	標準液の度数（度）			100	色度標準液の度数（度）を記入	
40	調製年月日			2023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	期限設定			用時調製	【用時調製・具体的期限（1か月等）】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入	
42	使用期限			2023年〇月〇日	調製した標準液の期限を記入	
43	測定	測定波長（nm）		390.0	試験に使用した測定波長（nm）を記入	
44		機器の安定時間（分）		30		
45		ゼロ点校正	実施の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
46			使用した水		超純水	【超純水、蒸留水、水道水】のいずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
47			ろ過の有無		有	【有・無】のいずれかを記入
48			ろ過に使用した フィルターの孔径（μm）		0.2	ろ過を実施していない場合は「-」を記入
49			頻度		測定前と3時間毎	ゼロ点校正の頻度を記入
50		スパン校正	頻度		測定毎、〇時間毎	スパン校正を行う頻度を記入
51			使用したもの		色度校正用標準液	【色度校正用標準液・色度校正用標準液及び色度標準板】の いずれかを記入 選択肢以外の場合は具体的に記入
52			具体的な方法		色度〇度の標準液で ±〇%以内	実施方法を具体的に記入
53	使用機器	種類		光電光度計	使用装置の種類を記入	
54		メーカー名		日本電色工業株式会社		
55		型式		WA6000		
56		定期点検の有無		有	【有・無】のいずれかを記入	
57		定期点検の頻度		〇年に1回	定期点検頻度を記入 定期点検【無】の場合は「-」を記入	

設問番号	記入項目		記入欄	記入例	選択肢・注意事項
58	光源ランプ	測定光源		ハロゲンランプ	
59		メーカー名		日本電色工業株式会社	
60		型式		NA55919	光源の型式を記入
61		使用時間（時間）		1000	
62	吸収セル	種類		フローセル	セルの種類（50 mm角セル、フローセル等）を記入
63		材質		ガラス	セルの材質を記入
64		光路長（mm）		50	
65		洗浄方法		①△△洗剤を使用した洗浄水で○回洗う。 ②△△水で○回洗い流す。	具体的に記入
66		使用頻度		週1回	使用頻度を記入
67	保守管理基準	精度の基準		±0.5度以内	自施設の保守管理基準を記入
68		定期保守	実施方法と頻度	・測定毎に洗浄と標準液による校正を実施 ・年に1回の点検を実施	定期保守の実施方法及び頻度を記入
69	吸収セル以外の使用器具の洗浄方法			①水道水で○回すすぐ。 ②器具を洗剤が入った超音波洗浄機に○分かける。 ③水道水で○回すすぐ。 ④精製水で○回すすぐ。	具体的に記入
70	廃液の処理方法			20 Lのポリ容器に廃棄し、「廃アルカリ」として専門業者による処理を行う。	標準液を含む廃液の処理方法を記入

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18

イオンクロマトグラフ—ポストカラム吸光光度法

ここで対象とする項目は、臭素酸である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 溶離液

測定対象成分が分離できるもの

(3) 硫酸(1mol/L)

精密分析用のもの又はこれと同等以上のもの

(4) 臭化カリウム—硫酸溶液

臭化カリウム 178.5g を硫酸(1mol/L)に溶かして 1L としたもの

(5) 亜硝酸ナトリウム溶液

亜硝酸ナトリウム 8.28g を精製水 100ml に溶かした溶液 1ml に精製水を加えて 1L としたもの

(6) 臭素酸標準原液

臭素酸カリウム 2.61g を精製水に溶かして 1L としたもの

この溶液 1ml は、臭素酸 2mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) 臭素酸標準液

臭素酸標準原液を、精製水で 1000~100000 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、臭素酸 0.00002~0.002mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

別表第12の2(1)の例による。

別表第12の2(1)：孔径約0.2 $\mu$ mのメンブランフィルターを備えたもの

(2) イオンクロマトグラフ

ア 分離カラム

内径2~8mm、長さ5~25cmのもので、陰イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 反応部

分離カラムで分離された液と反応試薬が別々に混合できるもので、反応温度等が対象物質の最適反応条件に設定できるもの

例えば、臭化カリウム—硫酸溶液を毎分0.4mlの流量で注入して40℃で反応させることができるもの。ただし、分析に十分な感度が得られない場合は、必要に応じて亜硝酸ナトリウム溶液を注入することができる。

ウ 検出器

紫外外部吸収検出器で、波長268nm付近に設定したもの

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2週間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

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

## (2) 分析

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

## 5 検量線の作成

臭素酸標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。この場合、調製した溶液の臭素酸の濃度は、上記4(1)に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4(2)と同様に操作して、臭素酸の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

## 6 空試験

精製水を一定量採り、以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して試験溶液中の臭素酸の濃度を求め、検量線の濃度範囲の下限值を下回ることを確認する。

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

## 7 連続試験を実施する場合の措置

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

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

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

## 別表第18の2

### 液体クロマトグラフ—質量分析法

ここで対象とする項目は、塩素酸及び臭素酸である。

## 1 試薬

### (1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

### (2) エチレンジアミン溶液(50mg/ml)

別表第13の1(2)の例による。

別表第13の1(2):エチレンジアミン2.5gを精製水に溶かして50mlとしたもの

この溶液は、冷暗所に保存し、1か月以上を経過したものは使用してはならない。

### (3) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.3w/v%)

### (4) ヨウ化カリウム溶液(5w/v%)

### (5) 窒素ガス

別表第13の1(5)の例による。

別表第13の1(5):精製が必要な場合には、洗浄瓶を用いてヨウ化カリウム溶液(5w/v%)

に通し、酸化剤を除去したもの

ただし、ヨウ化カリウム溶液(5w/v%)は、着色したものは使用してはならない。

### (6) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

- (7) 酢酸(0.5v/v%)
- (8) 酢酸アンモニウム
- (9) 塩酸
- (10) ヨウ化カリウム
- (11) 炭酸ナトリウム(無水)
- (12) イソアミルアルコール

測定対象成分を含まないもの

- (13) ヨウ素酸カリウム溶液(0.017mol/L)  
別表第13の1(12)の例による。  
別表第13の1(12):ヨウ素酸カリウム3.567gを精製水に溶かして1Lとしたもの
- (14) 硫酸(1+5)
- (15) でんぷん溶液  
別表第13の1(14)の例による。  
別表第13の1(14):可溶性でんぷん1gを精製水約100mlとよく混ぜながら、熱した精製水200ml中に加え、約1分間煮沸後、放冷したもの  
ただし、上澄み液を使用する。  
この溶液は、使用の都度調製する。

- (16) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)

別表第13の1(15)の例による。

別表第13の1(15):チオ硫酸ナトリウム(5水塩)26g及び炭酸ナトリウム(無水)0.2gを精製水に溶かして1Lとし、イソアミルアルコール約10mlを加えて振り混ぜ、2日間静置したもの

なお、次の操作によりチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のファクター(f)を求める。

ヨウ素酸カリウム溶液(0.017mol/L)25mlを共栓付き三角フラスコに採り、ヨウ化カリウム2g及び硫酸(1+5)5mlを加えて直ちに密栓し、静かに振り混ぜた後、暗所に5分間静置し、更に精製水100mlを加える。次に、チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)を用いて滴定し、液の黄色が薄くなってから1~2mlのでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定する。別に、同様に操作して精製水について試験を行い、補正したチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数aから次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f) = 25/a$$

- (17) 塩素酸標準原液

別表第13の1(19)の例による。

別表第13の1(19):塩素酸ナトリウム1.3gを精製水に溶かして1Lとしたもの

なお、次に定める方法により含有する塩素酸の濃度を測定する。

共栓付き三角フラスコに塩酸10mlを採り、これに塩素酸標準原液10ml及びヨウ化カリウム1gを加え、直ちに栓をする。この溶液を暗所で20分間静置した後、チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)で滴定し、液の褐色が淡黄色に変わったら1~2mlのでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定する。これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のml数bから次式により溶液に含まれる塩素酸の濃度(mg/ml)を算定する。

$$\text{塩素酸}(\text{mg/ml}) = (b \times 1.391 \times f) / 10$$

この式において、fはチオ硫酸ナトリウム溶液(0.1mol/L)のファクターを表す。

この溶液は、冷暗所に保存する。

- (18) 臭素酸標準原液

別表第18の1(6)の例による。

- (19) 陰イオン混合標準液

塩素酸及び臭素酸のそれぞれ一定量の標準原液を混合し、精製水で塩素酸は10~1000倍、臭素酸は1000~100000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、塩素酸は0.001~0.1mg及び臭素酸0.00002~0.002mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

## 2 器具及び装置

### (1) メンブランフィルターろ過装置

別表第 12 の 2(1) の例による。

別表第 12 の 2(1) : 孔径約  $0.2\mu\text{m}$  のメンブランフィルターを備えたもの

### (2) 液体クロマトグラフー質量分析計

#### ア 分離カラム

内径 2~5mm、長さ 5~15cm のステンレス管に、陰イオン交換基を被覆したシリカゲル若しくはポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

#### イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、A 液は酢酸アンモニウム ( $0.2\text{mol/L}$ )—酢酸 ( $0.5\text{v/v}\%$ ) 溶液、B 液はアセトニトリルのもの

#### 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  $0.3\text{ml}$  の流量で、A 液と B 液の混合比が 5 : 95 で 13 分間保持した後、95 : 5 にして 10 分間保持できるもの

#### エ 検出器

別表第 17 の 2 の 2(4) エの例による。

別表第 17 の 2 の 2(4) エ: 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

別表第 17 の 2 の 2(4) オの例による。

別表第 17 の 2 の 2(4) オ: 上記エ①に該当する検出器を用いる場合にあっては、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っては、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

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2 週間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料 1L につきエチレンジアミン溶液 ( $50\text{mg/ml}$ )  $0.1\sim 1\text{ml}$  又はチオ硫酸ナトリウム溶液 ( $0.3\text{w/v}\%$ )  $1\sim 2\text{ml}$  を加える。ただし、塩素酸の検査を行わない場合は、エチレンジアミン溶液又はチオ硫酸ナトリウム溶液の添加を省略することができる。

また、二酸化塩素を含む試料については、散気用フィルター付きの管を用い窒素ガスで 15 分間曝気した後、試料 1L につきエチレンジアミン溶液 ( $50\text{mg/ml}$ )  $0.1\sim 1\text{ml}$  又はチオ硫酸ナトリウム溶液 ( $0.3\text{w/v}\%$ )  $1\sim 2\text{ml}$  を加える。ただし、塩素酸の検査を行わない場合は、窒素ガスによる曝気を省略することができる。

## 4 試験操作

### (1) 前処理

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

表 1 対象物質の濃度範囲

対象物質	濃度範囲 (mg/L)
塩素酸	0.03~1.2
臭素酸	0.0005~0.02

(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2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。検水中に高濃度の硫酸イオンが含まれる場合は、硫酸イオンが分離カラムから溶出する分析条件を設定する。

表2 モニターイオンの例

検出器	別表第17の2の2(4)エ①に該当する検出器		別表第17の2の2(4)エ②に該当する検出器
	モニターイオン(m/z)		モニターイオン(m/z)
対象物質	モニターイオン(m/z)		モニターイオン(m/z)
塩素酸	83	83	51、67
臭素酸	127、129	127、129	95、97、111、113

※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

陰イオン混合標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。この場合、調製した溶液のそれぞれの対象物質の濃度は、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には、是正処置を講じた上で上記4(1)及び(2)と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7 連続試験を実施する場合の措置

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

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

別表第35

比色法

ここで対象とする項目は、色度である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 色度標準原液

塩化白金酸カリウム(IV)2.49g及び塩化コバルト(6水塩)2.02gを塩酸200mlに溶かし、精製水を加えて1Lとしたもの

この溶液は、色度1000度に相当する。

この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

(3) 色度標準液

色度標準原液を精製水で 10 倍に薄めたもの

この溶液は、色度 100 度に相当する。

(4) 色度標準列

色度標準液 0 から 20ml を段階的に比色管に採り、それぞれに精製水を加えて 100ml としたもの

2 器具

比色管

共栓付き平底無色試験管で、底部から 30cm の高さに 100ml の刻線を付けたもの

3 試料の採取及び保存

別表第 31 の 3 の例による。

別表第 31 の 3 : 試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、12 時間以内に試験する。

4 試験操作

検水 100ml を比色管に採り、色度標準列と比色して検水中の色度を求める。

5 空試験

精製水 100ml を採り、以下上記 4 と同様に操作して色度を求める。

別表第 3 6

透過光測定法

ここで対象とする項目は、色度である。

1 試薬

(1) 精製水

別表第 35 の 1(1) の例による。

(2) 色度標準原液

別表第 35 の 1(2) の例による。

(3) 色度標準液

別表第 35 の 1(3) の例による。

この溶液は、色度 100 度に相当する。

2 器具及び装置

(1) 吸収セル

光路長が 50mm 又は 100mm のもの

(2) 分光光度計又は光電光度計

3 試料の採取及び保存

別表第 31 の 3 の例による。

別表第 31 の 3 : 試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、12 時間以内に試験する。

4 試験操作

検水 100ml (検水の色度が 10 度を超える場合には、10 度以下となるように精製水を加えて 100ml に調製したもの)の一部を吸収セルに採り、分光光度計又は光電光度計を用いて、波長 390nm 付近で吸光度を測定し、下記 5 により作成した検量線から検水中の色度を算定する。

5 検量線の作成

色度標準液を段階的にメスフラスコ 4 個以上に採り、それぞれに精製水を加えて 100ml とする。この場合、調製した溶液の色度は、上記 4 に示す検水の色度の範囲を超えてはならない。以下上記 4 と同様に操作して、色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 と同様に操作して色度を算定する。

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 で調製した溶液の色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色度(以下この 7 において「調製色度」という。)に調製した溶液について、上記 4 に示す操作により試験を行い、算定された色度と調製色度との差を求める。
- (2) 上記(1)により求められた差が調製色度の±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試験を行う。その結果、上記(1)により求められた差が再び調製色度の±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 3 7

連続自動測定機器による透過光測定法

ここで対象とする項目は、色度である。

### 1 試薬

- (1) 精製水
- (2) 色度標準原液  
別表第 35 の 1(2) の例による。
- (3) 色度校正用標準液  
色度標準原液を精製水で 100 倍に薄めたもの  
この溶液は、色度 10 度に相当する。  
装置に付属している色度標準板を使用する場合は、この溶液を適宜希釈して整合性を確認する。
- (4) 色度ゼロ校正水  
精製水を孔径約 0.2 μm のメンブランフィルターを通して微粒子を除去したもの

### 2 装置

透過光測定方式による連続自動測定機器で、定量下限値が 0.2 度以下(変動係数 10%)の性能を有するもの

### 3 装置の校正

あらかじめ光学系の測定部分及び配管の洗浄を行った後、色度ゼロ校正水、色度校正用標準液を通路して、装置のゼロ点及びスパンを繰り返し校正する。

- (1) ゼロ点校正  
装置に色度ゼロ校正水を通路する。信号が十分に安定するまで通路した後、ゼロ点を合わせる。
- (2) スパン校正  
色度校正用標準液を通路又は色度標準板を用いて校正する。  
なお、機種によって色度校正用標準液又は色度標準板で校正したにもかかわらず、水道水の測定値が別表第 36 で測定した値と一致しない場合は、別表第 36 で測定した値にスパンを合わせる。

### 4 測定操作

装置に検水を通して色度を測定する。

### 備考

- 1 定期保守は、下記 2 の保守管理基準を満たすため、装置の取扱説明書に従い、定期的に洗浄、点検整備、色度校正用標準液による校正等を行う。
- 2 保守管理基準は、運用中の装置について常時保持されていなければならない精度の基準で、±0.5 度以内とする。保守管理基準が満たされていない場合は、上記備考 1 により、保守管理基準が満たされていることを確認する。

## 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.	項目名	基準値	No.	項目名	基準値
1	一般細菌	100集落数 /ml以下	17	ジクロロメタン	0.02 mg/l以下
2	大腸菌	検出されないこと	18	テトラクロエチレン	0.01 mg/l以下
3	カドミウム及びその化合物	0.003 mg/l以下	19	トリクロロエチレン	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	トリクロロ酢酸	0.03 mg/l以下
13	ホウ素及びその化合物	1.0 mg/l以下	29	ブromジクロロメタン	0.03 mg/l以下
14	四塩化炭素	0.002 mg/l以下	30	ブromホルム	0.09 mg/l以下
15	1,4-ジオキサン	0.05 mg/l以下	31	ホルムアルデヒド*	0.08 mg/l以下
16	シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン	0.04 mg/l以下			

#### ◎ 水道水が有すべき性状に関連する項目(20項目)

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

## 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
$\alpha$	: 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  $\alpha$  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

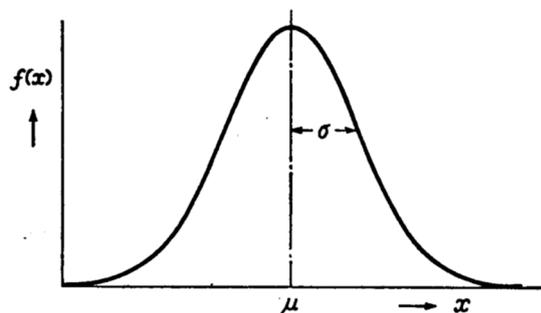
計量特性の度数分布のグラフ表示の一つ。測定値の範囲をいくつかの区間に分けた場合、各区間を底辺とし、その区間に属する測定値の度数に比例する面積。例えば、日本人全体の体重のヒストグラム作ると、正規分布形になる。

(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。

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

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



(14) 散布図

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

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。
18. この会則は、令和 3 年 4 月 1 日から施行する。
19. この会則は、令和 4 年 4 月 1 日から施行する。
20. この会則は、令和 5 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 健康福祉部業務課長			
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 健康医療部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	用水供給課長	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	まちづくり課長
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	旭市上下水道課	上下水道課長
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	施設課長
柏市上下水道局	施設管理課長	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	いすみ市水道課	水道課長
成田市水道部	工務課長	御宿町建設水道課	建設水道課長
佐倉市上下水道部	水道課長	鴨川市水道課	水道課長
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	参事兼上下水道課長	芝山町まちづくり課	上水道担当課長
千葉県衛生研究所	医薬品・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5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	荒木 会美	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 医薬品・生活環境研究室長	西村 真紀	千葉市中央区仁戸名町666-2	043-266-6723
千葉県企業局水道部浄水課 水質管理班主査	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	山田 恵子	千葉市美浜区若葉3-1-7	043-296-8100
北千葉広域水道企業団 技術部水質管理室検査班副主幹	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 副主幹	山田 明世	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 主任技師	渡邊 雅直	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 浄水課副課長	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	永島 道明	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	千葉市若葉区大宮町3816番地	043-312-7911

## 令和5年度参加機関

## 臭素酸

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
千葉県企業局ちば野菊の里浄水場
千葉県企業局福増浄水場
千葉市環境保健研究所
一般財団法人千葉県薬剤師会検査センター
株式会社江東微生物研究所
中外テクノス株式会社
一般財団法人千葉県環境財団
株式会社上総環境調査センター
株式会社ダイワ
株式会社ユーバック
株式会社日立産機ドライブ・ソリューションズ
一般財団法人茨城県薬剤師会検査センター
内藤環境管理株式会社
平成理研株式会社
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
環境保全株式会社
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
アクアス株式会社
株式会社保健科学東日本
株式会社ケイ・エス分析センター
株式会社トータル環境システム
株式会社総合環境分析
日本総合住生活株式会社
株式会社日本分析

31機関参加

## 色度

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
柏市上下水道局
佐倉市水道事業上下水道部
千葉市環境保健研究所
柏市健康医療部衛生検査課（保健所）
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
株式会社日立産機ドライブ・ソリューションズ
一般財団法人茨城県薬剤師会検査センター
内藤環境管理株式会社
平成理研株式会社
株式会社環境測定サービス筑波研究所
環境未来株式会社
オーヤラックスクリーンサービス株式会社
環境保全株式会社
株式会社総合水研究所
東京テクニカル・サービス株式会社
アクアス株式会社
株式会社保健科学東日本環境検査センター
株式会社ケイ・エス分析センター
株式会社トータル環境システム
株式会社総合環境分析
日本総合住生活株式会社
株式会社日本分析

39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（館岡聡 委員長）
令和 4 年 5 月 19 日	令和 3 年度結果報告 方法：オンライン開催 説明：橋本ルイコ，草原紀子 特別講演「亜急性参照値の設定：基準値との違いと毒性学的意義について」 国立医薬品食品衛生研究所 客員研究員 広瀬明彦
令和 4 年 7 月 12 日	ナトリウム及びその化合物（33 機関），ホルムアルデヒド（31 機関）， 薬務課担当：高松大騎
令和 5 年 1 月 13 日	令和 4 年度水質検査精度管理委員会（荒木会美 委員長）

実施年月日	事 項
令和 5 年 5 月 24 日	令和 4 年度結果報告 方法：オンライン開催 説明：橋本ルイコ, 神力 絢子 特別講演「ヘリウム不足に対応した機器分析—水素キャリアガス GC-MS 分析について—」 神奈川県衛生研究所 主任研究員 西 以和貴
令和 5 年 7 月 12 日	臭素酸 (31 機関), 色度 (39 機関), 薬務課担当：根本卓也
令和 6 年 1 月 19 日	令和 5 年度水質検査精度管理委員会 (荒木会美 委員長)

令和6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