

(別添)

## 令和2年度 統一試料精度管理調査における 検査方法告示に基づく検査の実施状況について

### 1. はじめに

検査方法告示に基づいた検査の実施状況について確認した。

### 2. 実施状況の確認資料の整理方法等

各機関の精度管理報告書（電子ファイル及び紙媒体）の記入内容から当該機関の検査方法が検査方法告示から逸脱しているかどうかを評価した。令和元年度第2回の精度管理検討会で、以下の項目の操作を告示からの逸脱と判断した。

<六価クロム化合物>

- 【内標】物質違い
- 【加熱処理】操作無し
- 【測定波長・質量数】告示と不一致
- 【検量線】濃度範囲超過
- 【空試験】操作無し

<フェノール類>

- 【pH調製】操作無し
- 【測定質量数】告示と不一致
- 【検量線】濃度範囲超過
- 【空試験】操作無し
- 【誘導体化】試薬違い
- 【固相抽出】カラム溶出方向違い
- 【固相抽出】カラム溶出溶液違い・溶液量不足
- 【内標】物質違い
- 【測定質量数】告示と不一致（内標）

### 3. 六価クロム化合物における検査の実施状況

#### 3. 1. 【内標】物質違い

別表第5では内部標準物質としてイットリウムを用いることが規定されており、別表第6ではベリリウム、コバルト、ガリウム、イットリウム、インジウム、タリウムのいずれか

を用いることが規定されている。別表第5を用いて検査した18機関は全て、内部標準物質としてイットリウムを用いたと回答した。また、別表第6を用いて検査した373機関のうち、221機関がコバルト、111機関がガリウム、32機関がイットリウム、8機関がインジウム、1機関がタリウムと、全ての機関が告示法で規定される内部標準物質を用いたと回答した。ベリリウムを用いたと回答した機関はなかった。内部標準物質を用いない別表第3を用いて測定した機関は12機関あった（表1参照）。

表1 内部標準物質の使用状況

検査方法	内部標準物質	機関数
別表第3	使用せず	12
別表第5	イットリウム	18
別表第6	コバルト	221
	ガリウム	111
	イットリウム	32
	インジウム	8
	タリウム	1
	ベリリウム	0
合計		403

### 3. 2. 【加熱処理】操作無し

別表第3、5および6では前処理で加熱処理を行うことが規定されている。各機関の報告書进行评估したところ、1機関（水道事業者等）が加熱処理を行わなかったと回答した。

### 3. 3. 【測定波長・質量数】告示と不一致

別表第3では対象物質の測定波長として357.9 nmが、別表第5では267.716 nmまたは206.149 nmが規定されており、別表第6では測定質量数として52または53が規定されている。別表第3を用いて測定を行った機関のうち1機関（水道事業者等）は359.3 nmと、規定されている波長とは異なる波長で測定していた。別表第5および6を用いた機関で、規定されている波長または質量数以外を用いて測定したと回答した機関はなかった。

### 3. 4. 【検量線】濃度範囲超過

検量線の濃度範囲の上限値が、告示法で規定されている0.1 mg/Lを超過していないかどうかを評価した。全機関、検量線の上限値は0.1 mg/L以下であった。

### 3. 5. 【空試験】操作無し

別表第3、5および6に規定されている空試験の実施について確認したところ、全ての機関が空試験を実施したと回答した。

## 4. フェノール類における検査の実施状況

### 4. 1. 【pH調製】操作無し

別表第29および29の2では前処理において塩酸を用いてpHを2とすることが規定されている。各機関の報告書を評価したところ、1機関（衛生研究所等）を除いてpHを2に調整したと回答し、その1機関も塩酸1 mLを検水500 mLに添加していたことが確認されたため、告示を逸脱した機関はないと判断した。

### 4. 2. 【測定質量数】告示と不一致（測定対象物質）

別表第29で規定されているフェノール類のフラグメントイオンと、今回の調査で測定に用いた機関数を表2に示す。1機関（水道事業者等）を除く316機関が規定されるフラグメントイオンを用いて測定したと回答した。この機関は、2-クロロフェノールを $m/z$  149で測定していた。

表2 フェノール類の測定に用いられたフラグメントイオン

フェノール類	フラグメントイオン ( $m/z$ )	機関数
フェノール	151	282
	166	35
2-クロロフェノール	185	16
	200	300
	149※	1
4-クロロフェノール	185	304
	200	13
2,4-ジクロロフェノール	219	300
	234	17
2,6-ジクロロフェノール	219	302
	234	15
2,4,6-トリクロロフェノール	253	302
	268	15

※告示法で規定されていないフラグメントイオン

#### 4. 3. 【検量線】濃度範囲超過

検量線の濃度範囲の上限値が、告示法で規定されている0.01 mg/Lを超過していないかどうかを評価した。全機関、検量線の上限値は0.01 mg/L以下であった。

#### 4. 4. 【空試験】操作無し

別表第29および29の2で規定されている空試験の実施について確認したところ、全ての機関が空試験を実施したと回答した。

#### 4. 5. 【誘導体化】試薬違い

別表第29で規定されているN, 0-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド以外の誘導体化試薬を用いたと回答した機関はなかった。

#### 4. 6. 【固相抽出】カラム溶出方向違い

別表第29では、通水方向の逆から溶出を行うことが規定されているが、通水方向から溶出を行ったと回答した機関はなかった。

#### 4. 7. 【固相抽出】カラム溶出溶液違い・溶液量不足

別表第29ではカラム溶出溶液として酢酸エチルが規定されており、溶出量は5 mLが規定されている。全機関が告示通りの溶出溶液および溶出量を用いたと回答した。

別表第29の2ではカラム溶出溶液としてメタノールが規定されており、溶出量は通水方向の逆から流す場合は1 mL、通水方向から流す場合は2 mLと規定されている。全機関が告示通りの溶出溶液を用いたと回答した。しかし溶出量に関しては、1機関(水道事業者等)が通水方向から1 mLと回答した。

#### 4. 8. 【内標】物質違い

別表第29で規定されているアセナフテン-d10以外の内部標準物質を用いたと回答した機関はなかった。

#### 4. 9. 【測定質量数】告示と不一致(内標)

別表第29では内部標準物質のフラグメントイオンとして $m/z$ 164および162が規定されている。今回の調査では298機関が $m/z$ 164を、18機関が $m/z$ 162を用いたと回答したが、1機関(水道事業者等)は、規定されていない $m/z$ 158を用いたと回答した。

(参考)

別表第 29 の 2 を用いたフェノール類のモニターイオンについて

別表第 29 の 2 で例示されているフェノール類のモニターイオンと、今回の調査で測定に用いた機関数を表 3 に示す。49 機関は例示されているモニターイオンを用いていた。2 機関（いずれも水道事業者）は、6 種類全てのフェノール類に対して例示されていないモニターイオンを用いて測定しており、そのうち 1 機関は  $|Z| > 3$  であった。

表 3 フェノール類の測定に用いられたモニターイオン

フェノール類	検出器	モニターイオン ( $m/z$ )	機関数
フェノール	SIM	93	10
		65	39
	SRM	93※	2
2-クロロフェノール	SIM	127	10
		129	0
	SRM	35	33
		91	6
		127※	2
4-クロロフェノール	SIM	127	10
		129	0
	SRM	35	33
		91	6
		127※	2
2,4-ジクロロフェノール	SIM	161	10
		163	0
	SRM	35	26
		125	13
		161※	2
2,6-ジクロロフェノール	SIM	161	10
		163	0
	SRM	35	33
		125	6
		161※	2
2,4,6-トリクロロフェノール	SIM	195	10
		197	0
	SRM	35	34
		159	5
		194※	1
		195※	1

※告示法で例示されていないモニターイオン