令和6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

各機関の提出書類の記入内容等から、当該機関の検査方法が検査方法告示（以下、告示法）に基づいているかどうかを評価した。今年度の調査では、以下に示す項目を検査方法告示からの逸脱として判断した。

＜クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸＞

１　標準原液の濃度が異なる
２　標準液の濃度が異なる
３　標準液を用時調製していない
４　検水量が異なる
５　塩析を実施していない
６　pH調整を実施していない
７　抽出溶媒が異なる
８　誘導体化試薬が異なる
９　加温を実施していない
10　脱水を実施していない
11　内部標準物質が異なる
12　内部標準物質の測定フラグメントイオン(m/z)が異なる
13　測定対象物質の測定フラグメントイオン(m/z)が異なる
14　検量線の濃度範囲の上限を超過している
15　空試験を実施していない

＜有機物（全有機炭素（ＴＯＣ）の量）＞

１　標準原液の濃度が異なる
２　標準液の濃度が異なる
３　標準液を用時調製していない
４　検量線を作成していない

２．クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸の検査の実施状況

２．１．標準原液の濃度

告示法では標準原液の濃度はクロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸いずれも1000 mg/Lと規定されている。あるいは、用時調製したものであれば1000 mg/L未満の「調製可能標準液」を用いることもできる。全372機関の標準原液の濃度を確認したところ、361機関が1000 mg/L，11機関が100 mg/Lを用いており、全機関が告示法に従い検査を実施し

たことが確認できた。

２．２．標準液の濃度

告示法では標準液の濃度は10 mg/Lと規定されている。全372機関の標準液の濃度を確認したところ、356機関は告示法に従い検査を実施していた。一方、9機関は標準液の濃度が1 mg/L、4機関は5 mg/L、2機関は0.5 mg/L、1機関は2 mg/Lであり、これらを合わせた16機関は告示法から逸脱して検査を実施していた。

２．３．標準液の用時調製

別表第17及び17の2のいずれも標準液の用時調製が規定されている。全372機関の用時調製の実施状況を確認したところ、371機関は告示法に従い検査を実施していた。一方、1機関は標準液の使用期間を1ヶ月未満としており、告示法から逸脱していた。

２．４．検水量

別表第17では検水量として50 mLが規定されている。別表第17を用いて測定を行った142機関の検水量を確認したところ、全機関が告示法に従い検査を実施したことが確認できた。

２．５．塩析の実施

別表第17では塩析の実施（塩化ナトリウムの添加）が規定されている。別表第17を用いて測定を行った142機関の実施状況を確認したところ、全機関が告示法に従い検査を実施したことが確認できた。

２．６．pH調整の実施

別表第17では検水のpHを0.5以下に調整することが規定されている。別表第17を用いて測定を行った142機関の実施状況を確認したところ、全機関が告示法に従い検査を実施したことが確認できた。

２．７．抽出溶媒

別表第17では抽出溶媒としてtert-ブチルメチルエーテルを用いることが規定されている。別表第17を用いて測定を行った142機関が用いた抽出溶媒を確認したところ、全機関が告示法に従い検査を実施したことが確認できた。

２．８．誘導体化試薬

別表第17では誘導体化試薬としてジアゾメタンを用いることが規定されている。別表第17を用いて測定を行った142機関が用いた誘導体化試薬を確認したところ、全機関が告示法に従い検査を実施したことが確認できた。

２．９．加温の実施

別表第17ではジアゾメタン溶液を30～40℃で30分程度加温することが規定されている。別表第17を用いて測定を行った142機関の実施状況を確認したところ、141機関が告示法に従い検査を実施していた。一方、1機関は加温を実施せず30～60分静置しており、告示法から逸脱して検査を実施していた。

２．１０．脱水

別表第17では抽出後の脱水が規定されている。別表第17を用いて測定を行った142機関の脱水の実施状況を確認したところ、全機関が告示法に従い検査を実施したことが確認できた。

２．１１．内部標準物質

別表第17では内部標準物質として1,2,3―トリクロロプロパンを用いることが規定されている。別表第17を用いて測定を行った142機関が用いた内部標準物質を確認したところ、全機関が告示法に従い検査を実施したことが確認できた。

２．１２．内部標準物質の測定フラグメントイオン(*m/z*)

別表第17では内部標準物質の測定フラグメントイオン(m/z)として75及び110が規定されている。別表第17を用いて測定を行った142機関の測定フラグメントイオンを確認したところ、129機関がm/z 75を、13機関がm/z 110を用いており、全機関が告示法に従い検査を実施したことが確認できた。

２．１３．測定対象物質の測定フラグメントイオン(*m/z*)

別表第17では測定対象物質の測定フラグメントイオン(m/z)としてクロロ酢酸は77及び108が、ジクロロ酢酸は83及び85が、トリクロロ酢酸は117及び119が規定されている。別表第17を用いて測定を行った142機関の測定フラグメントイオンを確認したところ、表2.2に示す結果となり、全機関が告示法に従い検査を実施したことが確認できた。

表１　測定対象物質のフラグメントイオン

測定対象物質	フラグメントイオン(*m/z*)	機関数
クロロ酢酸	77	100
	108	42
ジクロロ酢酸	83	121
	85	21
トリクロロ酢酸	117	132
	119	10

２．１４．検量線の濃度範囲の上限

別表第17ではクロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸の検量線濃度の上限はいずれもが0.1 mg/Lと規定されている。また、別表第17の2ではいずれも0.2 mg/Lと規定されている。別表第17を用いて測定を行った142機関の検量線濃度の上限を確認したところ、全機関が0.1 mg/L以下であった。また、別表第17の2を用いて測定を行った230機関の検量線濃度の上限を確認したところ、全機関が0.2 mg/L以下であったことから、全機関が告示法に従い検査を実施したことが確認できた。

２．１５．空試験の実施

別表第17及び17の2のいずれも空試験の実施が規定されている。全372機関の空試験の実施状況を確認したところ、全機関が告示法に従い検査を実施したことが確認できた。

３．有機物（全有機炭素（ＴＯＣ）の量）の検査の実施状況

３．１．標準原液の濃度

告示法では標準原液の濃度は1000 mg/Lと規定されている。あるいは、用時調製したものであれば、1000 mg/L未満の「調製可能標準液」を用いて標準液を調製することもできる。全415機関の標準原液の濃度を確認したところ、412機関は1000 mg/Lの標準原液を用い、1機関は500 mg/Lの用時調製した調製可能標準液を用いており、これら413機関は告示法に従い検査を実施していた。一方、用いた標準原液の濃度が2000 mg/L、10000 mg/Lであった機関が各1機関ずつあり、これら2機関は告示法から逸脱して検査を実施していた。

３．２．標準液の濃度

告示法では標準液の濃度は10 mg/Lと規定されている。全415機関が用いた標準液の濃度を確認したところ、384機関は告示法に従い検査を実施していた。一方、3機関の標準液の濃度は告示法と異なっており、標準液の濃度を5 mg/Lで調製していた。また、28機関は標準液を調製せずに標準原液から直接、検量線を作成していたことから、これらを合わせた31機関は告示法から逸脱していた。

３．３．標準液の用時調製

告示法では標準液の用時調製が規定されている。全415機関の標準液の用時調製の実施状況を確認したところ、387機関は告示法に従い検査を実施していた。一方、1機関は標準液の使用期間を1ヶ月未満としており、告示法から逸脱していた。また、上述のように28機関は標準液を調製せずに標準原液から直接、検量線を作成していたことから、これらを合わせた29機関は告示法から逸脱して検査を実施していた。

３．４．検量線の作成

告示法では試料測定時に検量線を作成することが規定されている。全415機関の検量線の作成状況を確認したところ、412機関は告示法に従い検査を実施していた。一方、3機関

は検量線の作成方法が告示と異なっており、2機関が妥当性評価実施時または装置据付時に作成した検量線を使用して測定を行っており、1機関が検量線の作成を、標準液をメスフラスコに採り、精製水を加えて定容するのではなく、装置の検量線自動作成機能により行っていた。