

令和5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。

＜硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素＞

- 検量線の濃度範囲の上限を超過している
- 空試験を実施していない

＜ホルムアルデヒド＞

- 標準液を用時調製していない
- 抽出溶媒量が異なる
- 誘導体化試薬が異なる
- 誘導体化試薬の添加量が異なる
- 脱水の操作を実施していない
- 内部標準物質が異なる
- 内部標準物質の測定フラグメントイオン (m/z) が異なる
- 測定対象物質の測定フラグメントイオン (m/z) が異なる
- 検量線の濃度範囲の上限を超過している
- 空試験を実施していない

2. 硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素の検査の実施状況

2. 1. 検量線の濃度範囲の上限

別表第13では検量線濃度の上限が規定されており、硝酸態窒素は20 mg/L、亜硝酸態窒素は0.4 mg/Lが上限濃度となっている。全421機関のうち、420機関は検量線の上限濃度が上記の範囲内であったが、1機関は亜硝酸態窒素の検量線の上限濃度が4 mg/Lであった。

2. 2. 空試験の実施

別表第13では空試験の実施が規定されていることから、全機関の回答を確認したところ、全機関が空試験を行ったことが確認できた。

3. ホルムアルデヒドの検査の実施状況

3. 1. 標準液の用時調製

別表第19、19の2及び19の3のいずれも標準液の用時調製が規定されていることから、全

機関の回答を確認したところ、373機関のうち372機関は用時調製を行っていたが、1機関が開封後2ヶ月未満標準液を使用していた。

3. 2. 抽出溶媒量

別表第19では反応後の抽出溶媒として内部標準添加ヘキサン5 mLを用いることが規定されている。別表第19を用いて測定した152機関の溶出溶媒量を確認したところ、151機関は5 mLであったが、1機関は4 mLであった。

3. 3. 誘導体化試薬

別表第19では誘導体化試薬としてペンタフルオロベンジルヒドロキシルアミン(PFBOA)が、第19の2及び第19の3では2,4-ジニトロフェニルヒドラジン(DNPH)が規定されている。全機関の誘導体化試薬を確認したところ、別表第19を用いて測定を行った全152機関がPFBOAを、別表第19の2あるいは第19の3を用いて測定を行った全221機関がDNPHを用いたことが確認できた。

3. 4. 誘導体化試薬の添加量

別表第19では検水50 mLに対して誘導体化試薬を3 mL添加することが規定されている。別表第19を用いて測定した152機関のうち、151機関が上記と同様の添加量であったが、1機関は検水40 mLに対して誘導体化試薬1 mLを添加しており、検水と誘導体化試薬のどちらも少なかった。

別表第19の2及び第19の3はいずれも検水10 mLに対して誘導体化試薬を0.5 mL添加することが規定されている。いずれかの検査方法を用いて測定した221機関のうち、215機関は上記と同様の添加量であったが、残りの6機関は誘導体化試薬の添加量が異なっていた(表1)。

表1 別表第19の2あるいは別表第19の3を用いて検査した機関における検水の分取量と誘導体化試薬の添加量

検水の分取量(mL)	誘導体化試薬の添加量(mL)	機関数
10	0.5	215
20	1	2
5	0.25	2
1	0.05	2

3. 5. 脱水操作

別表第19では抽出後の脱水操作が規定されていることから、別表第19を用いて測定を行った152機関が脱水操作の実施の有無を確認したところ、全機関が脱水を行ったことが確

認できた。

3. 6. 内部標準物質

別表第19では内部標準物質として1-クロロデカンを用いることが規定されていることから、別表第19を用いて測定を行った152機関が用いた内部標準物質を確認したところ、全機関が1-クロロデカンを用いたことが確認できた。

3. 7. 内部標準物質の測定フラグメントイオン (m/z)

別表第19では内部標準物質の測定フラグメントイオンとして m/z 91あるいは105が規定されている。別表第19を用いて測定した152機関のうち、151機関が m/z 91を、1機関が m/z 105を用いて測定しており、全機関が別表第19で規定されているフラグメントイオンを用いたことが確認できた。

3. 8. 測定対象物質の測定フラグメントイオン (m/z)

別表第19ではホルムアルデヒドの測定フラグメントイオンとして m/z 181、195あるいは161が規定されている。ホルムアルデヒドの測定フラグメントイオンは148機関が m/z 181を、4機関が m/z 195を用いて測定しており、全機関が別表第19で規定されているフラグメントイオンを用いたことが確認できた。

なお、 m/z 161を用いた機関はなかった。

3. 9. 検量線の濃度範囲の上限

別表第19、19の2及び19の3のいずれも検量線濃度の上限が0.1 mg/Lと規定されていることから、全機関の回答を確認したところ、上限濃度を超過した検量線を作成した機関はなかった。

3. 10. 空試験の実施

別表第19、19の2及び19の3のいずれも、空試験の実施が規定されていることから、全機関の回答を確認したところ、全機関が空試験を行ったことが確認できた。