

# 令和7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。

### <塩化物イオン>

- 1 標準原液の濃度が異なる
- 2 標準液の濃度が異なる
- 3 検水量が異なる
- 4 指示薬が異なる
- 5 指示薬の添加量が異なる
- 6 滴定試薬が異なる
- 7 滴定試薬の濃度が異なる
- 8 試薬が異なる
- 9 試薬の添加濃度が異なる
- 10 検量線を都度作成していない
- 11 検量線の濃度範囲の上限を超過している
- 12 空試験を実施していない

### <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>

- 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 内部標準物質が異なる
- 7 内部標準物質の測定フラグメントイオン( $m/z$ )が異なる
- 8 測定対象物質の測定フラグメントイオン( $m/z$ )が異なる
- 9 検量線を都度作成していない
- 10 検量線の濃度範囲の上限を超過している
- 11 空試験を実施していない

## 2. 塩化物イオンの検査の実施状況

### 2.1. 標準原液の濃度

別表第13では標準原液の濃度は1,000 mg/Lと規定されている。あるいは、1,000 mg/L未

満の「調製可能標準液」を用いることもできる。全419機関の標準原液の濃度を確認したところ、371機関が1,000 mg/L, 29機関が200 mg/L, 2機関が20 mg/Lを用いており、402機関は告示法に従い検査を実施していた。一方、2,000 mg/Lを14機関が、10,000 mg/L, 5,000 mg/L, 1,500 mg/Lを各1機関が用いており、これらを合わせた17機関は告示法から逸脱して検査を実施していた。

## 2. 2. 標準液の濃度

別表第13では標準液の濃度は2~200 mg/Lと規定されている。全419機関が用いた標準液の濃度を確認したところ、415機関は告示法に従い検査を実施していた。一方、3機関は標準液を調製せずに標準原液から直接、検量線を作成しており、告示法から逸脱して検査を実施していた。

## 2. 3. 検水量

別表第21では検水量として100 mLが規定されている。別表第21を用いて測定を行った5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. 4. 指示薬

別表第21では指示薬としてクロム酸カリウム溶液が規定されている。別表第21を用いて測定を行った5機関の指示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. 5. 指示薬の添加量

別表第21では指示薬の添加量として0.5 mLが規定されている。別表第21を用いて測定を行った5機関の指示薬の添加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. 6. 滴定試薬

別表第21では滴定試薬として硝酸銀溶液が規定されている。別表第21を用いて測定を行った5機関の滴定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. 7. 滴定試薬の濃度

別表第21では滴定試薬の濃度として0.01 mol/Lが規定されている。別表第21を用いて測定を行った5機関の滴定試薬の濃度を検証したところ、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. 試薬

別表第21では滴定補助試薬として塩化ナトリウム溶液が規定されている。別表第21を用

いて測定を行った5機関の滴定補助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. 試薬の濃度

別表第21では滴定補助試薬の濃度として5 mLが規定されている。別表第21を用いて測定を行った5機関の滴定補助試薬の濃度を確認したところ、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. 10. 検量線の作成

別表第13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419機関の検量線の作成状況を確認したところ、418機関が告示法に従い検査を実施した。一方、1機関で試料測定時に検量線を作成しているか確認ができなかった。

## 2. 11. 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は200 mg/Lと規定されている。別表第13を用いて測定を行った419機関の検量線濃度の上限を確認したところ、全機関が200 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. 12. 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。全419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. 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50,000 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、50,000 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391機関の標準原液の濃度を確認したところ、381機関は1,000 mg/Lの用時調製した調製可能標準液を用いており、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100 mg/Lと標準液より低い濃度であった機関が2機関あり、また、用時調製していない調製可能標準液を用いた機関が9機関(標準液より低い濃度であった1機関を含む)あったことから、これらを合わせた10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500 mg/Lと規定されている。全391機関が用いた標準液の濃度を確認したところ、389機関は告示法に従い検査を実施していた。一方、2機関の標準液の濃度は告示と異なっており、20 mg/L、50 mg/Lが各1機関ずつと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391機関の標準液の用時調製の実施状況を確認したところ、386機関は告示法に従い検査を実施していた。一方、標準液の使用期間を1ヶ月未満とした機関が3機関、3ヶ月未満及び半年未満とした機関が各1機関あったことから、これら5機関は告示法から逸脱していた。

### 3. 4. 検水量

別表第15では検水量としてバイアルの容量に対して0.4～0.85と規定されている。別表第15を用いて測定を行った169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。

### 3. 5. 塩析の実施

別表第15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15を用いて測定を行った169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。

### 3. 6. 内部標準物質

別表第14及び15では内部標準物質としてフルオロベンゼン、4-ブロモフルオロベンゼン、1,4-ジオキサン-d8を用いることが規定されている。全391機関が用いた内部標準物質を確認したところ、287機関がフルオロベンゼン、104機関が4-ブロモフルオロベンゼンを用いており、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。

### 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14及び15では内部標準物質の測定フラグメントイオン( $m/z$ )としてフルオロベンゼンは70, 96、4-ブロモフルオロベンゼンは95, 174, 176、1,4-ジオキサン-d8は64, 96が規定されている。全391機関の測定フラグメントイオンを確認したところ、フルオロベンゼンは282機関が $m/z$  96を、5機関が $m/z$  70を用いており、また4-ブロモフルオロベンゼンは59機関が $m/z$  174を、44機関が $m/z$  95を、1機関が $m/z$  176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。

### 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14及び15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61, 96, 98が規定されている。全391機関の測定フラグメントイオンを確認したところ、表1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
シス-1,2-ジクロロエチレン	61	258
	96	112
	98	20
	61・98	1
トランス-1,2-ジクロロエチレン	61	285
	96	91
	98	14
	61・98	1

### 3. 9. 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391機関の検量線の作成状況を確認したところ、390機関が告示法に従い検査を実施したことが確認できた。一方、過去に作成した検量線を用いて検査をしていた機関が1機関あり、告示法から逸脱していた。

### 3. 10. 検量線の濃度範囲の上限

告示法ではシス-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。全391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。

### 3. 11. 空試験の実施

別表第14及び15のいずれも空試験の実施が規定されている。全391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。