

3. 精度管理

本調査における分析結果の品質を確認・保証するために以下の試験を行った。

3.1 分析環境由来の汚染状況の確認試験

試料分析時の分析環境由来による汚染の有無を確認し、分析結果の信頼性を確保するために、操作ブランク試験を実施した。

試験は、調査対象物質を含まない精製水を試料と同等に分析を行い、5回繰り返した分析結果の平均値を評価した。

試験結果を表 3-1に示したが、すべて ND(定量下限値未満)であったので、分析由来の汚染は無いものと判断した。

表 3-1 操作ブランク試験結果

No	項目	操作ブランク値	目標定量下限値	
検 01	銀	ND	0.06	μg/L
検 02	バリウム	ND	0.04	μg/L
検 04	モリブデン	ND	0.04	μg/L
検 05	アクリルアミド	ND	0.03	μg/L
検 06	アクリル酸	ND	2	μg/L
検 10	エチレンジアミン四酢酸(EDTA)	ND	0.5	μg/L
検 11	塩化ビニル	ND	0.1	μg/L
検 36	ジブロモアセトニトリル	ND	1	μg/L
検 38	MX	ND	0.005	μg/L
検 41	過塩素酸	ND	0.05	μg/L
検 42	パーフルオロオクタン酸(PFOA)	ND	0.001	μg/L
検 43	パーフルオロオクタンスルホン酸(PFOS)	ND	0.001	μg/L
検 44	NDMA	ND	0.001	μg/L
基 45	有機物(全有機炭素(TOC)の量)	ND	0.05	mg/L
	アンモニア態窒素	ND	0.02	mg/L
	全窒素	ND	0.04	mg/L
基 10	硝酸態窒素	ND	0.02	mg/L
	亜硝酸態窒素	ND	0.02	mg/L

3.2 定量下限値確認試験

試験方法は、定量下限値濃度程度に調製した模擬試料水 5 検体を試料と同様に分析し、その分析結果により算出した変動係数(CV%)を用いて分析操作における定量下限値を評価することとした。試験結果の評価は 5 回の繰り返し測定の変動係数が 20%以内(銀、バリウム、モリブデン、有機物(全有機炭素(TOC)の量)、アンモニア態窒素、全窒素、硝酸態窒素、亜硝酸態窒素、については 10%以内)であることとした。

試験結果を表 3-2に示したが、本調査の分析における定量下限は、提示された目標とする定量下限を十分に満足した。

表 3-2定量下限値確認試験結果

No	項目	定量下限値		媒体	添加濃度		回収率 %	定量下限 値濃度で の変動係 数%
検 01	銀	0.06	μg/L	精製水	0.04	μg/L	101	2.4
検 02	バリウム	0.04	μg/L	精製水	0.04	μg/L	96.9	2.5
検 04	モリブデン	0.04	μg/L	精製水	0.04	μg/L	98.4	1.6
検 05	アクリルアミド	0.03	μg/L	精製水	0.05	μg/L	108	1.1
検 06	アクリル酸	2	μg/L	精製水	2	μg/L	114	11
検 10	エリツジ [®] アミン四酢酸(EDTA)	0.5	μg/L	精製水	0.5	μg/L	86.4	1.4
検 11	塩化ビニル	0.1	μg/L	精製水	0.1	μg/L	109	6.3
検 36	ジブromoアセトニトリル	1	μg/L	精製水	1	μg/L	102	5.9
検 38	MX	0.005	μg/L	精製水	0.0005	μg/L	101	4.0
検 41	過塩素酸	0.05	μg/L	精製水	0.05	μg/L	102	5.4
検 42	パーフルオロオクタン酸(PFOA)	0.001	μg/L	精製水	0.001	μg/L	113	4.5
検 43	パーフルオロオクタンルホン酸(PFOS)	0.001	μg/L	精製水	0.001	μg/L	97.5	3.0
検 44	NDMA	0.001	μg/L	精製水	0.002	μg/L	105	4.7
基 45	有機物(全有機炭素(TOC)の量)	0.05	mg/L	精製水	0.3	mg/L	97.2	1.5
	アンモニア態窒素	0.02	mg/L	精製水	0.02	mg/L	93.5	2.7
	全窒素	0.04	mg/L	精製水	0.04	mg/L	96.8	3.9
基 10	硝酸態窒素	0.02	mg/L	精製水	0.02	mg/L	106	1.1
	亜硝酸態窒素	0.02	mg/L	精製水	0.01	mg/L	99.0	3.1

$$\text{変動係数(CV: \%)} = \text{標準偏差(s)} / \text{平均測定値} \times 100$$

$$\text{回収率(\%)} = \text{平均測定値(mg/L)} / \text{添加濃度(mg/L)} \times 100$$

3.3 添加回収試験

原水および浄水(代表的な採取地点1地点)に標準物質を添加し、回収率を求めた。回収率は80%~120%の範囲(銀、バリウム、モリブデン、有機物(全有機炭素(TOC)の量)、アンモニア態窒素、全窒素、硝酸態窒素、亜硝酸態窒素、については90%~110%以内)とした。

試験結果を表3-3に示したが、実サンプルでも良好な回収率が得られた。

表 3-3 添加回収試験結果

No	項目	添加濃度		回収率(%)	
				原水	浄水
検 01	銀	1	μg/L	99.4	101
検 02	バリウム	1	μg/L	94.7	101
検 04	モリブデン	1	μg/L	100	99.4
検 05	アクリルアミド	0.1	μg/L	112	112
検 06	アクリル酸	25	μg/L	94.4	92.9
検 10	エチレンジアミン四酢酸(EDTA)	2.5	μg/L	116	102
検 11	塩化ビニル	0.1	μg/L	92.5	104
検 36	ジプロモアセトニトリル	5	μg/L	95.8	100
検 38	MX	0.004	μg/L	83.5	80.2
検 41	過塩素酸	1	μg/L	114	116
検 42	パーフルオロオクタン酸(PFOA)	0.002	μg/L	112	100
検 43	パーフルオロオクタンスルホン酸(PFOS)	0.002	μg/L	91.0	90.8
検 44	NDMA	0.002	μg/L	94.0	103
基 45	有機物(全有機炭素(TOC)の量)	0.5	mg/L	94.9	101
	アンモニア態窒素	0.3	mg/L	103	102
	全窒素	0.4	mg/L	93.9	98.2
基 10	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	0.15	mg/L	94.4	96.5

3.4 分析装置の感度安定性確認試験

分析装置の感度の安定性を確認するために感度安定性確認試験を実施した。検量線作成に用いる中間程度の標準溶液を測定し分析装置の安定性を確認した。頻度は測定開始時、測定終了時および10試料に1回以上行った。変動の許容範囲は標準溶液濃度に対する実測値が20%以内(銀、バリウム、モリブデン、有機物(全有機炭素(TOC)の量)、アンモニア態窒素、全窒素、硝酸態窒素、亜硝酸態窒素、については10%以内)とした。

試験結果を表3-4に示したが、すべて許容範囲内であった。

表 3-4 分析装置の感度安定性確認試験結果

No	項目	感度確認変動率(%)	
		範囲	平均値
検 01	銀	0.1 ~ 3.6	2.4
検 02	バリウム	0.4 ~ 2.0	1.0
検 04	モリブデン	0.1 ~ 1.6	0.8
検 05	アクリルアミド	0.9 ~ 8.9	2.4
検 06	アクリル酸	1.8 ~ 9.2	4.5
検 10	エリツアミン四酢酸(EDTA)	1.6 ~ 18.8	10.1
検 11	塩化ビニル	0.4 ~ 19.3	7.9
検 36	ジブromoアセトニトリル	1.2 ~ 15.6	6.1
検 38	MX	8.7 ~ 18.6	13
検 41	過塩素酸	0.4 ~ 9.6	4.0
検 42	パーフルオロオクタン酸(PFOA)	0.2 ~ 15.1	4.4
検 43	パーフルオロオクタンスルホン酸(PFOS)	0.6 ~ 13.5	8.4
検 44	NDMA	1.8 ~ 6.2	3.1
基 45	有機物(全有機炭素(TOC)の量)	0.0 ~ 6.7	2.9
基 46	pH 値	0.0 ~ 0.6	0.2
	アンモニア態窒素	0.0 ~ 7.8	2.9
	全窒素	0.1 ~ 1.6	0.5
基 10	硝酸態窒素	0.2 ~ 8.7	4.1
	亜硝酸態窒素	0.2 ~ 9.8	6.4