

(別添)

## 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

平成 23 年度調査より測定結果の報告方法を郵送から Eメールに添付する方式に変更したことで、測定結果報告書の個別項目の実施状況について、容易に電子データによるデータベース化が可能となり、これまでは困難だった全参加機関を対象とした検査実施状況の実態把握等が可能となった。

本資料は、検査方法告示（以下、告示法）に基づかない検査を行っている機関がどの程度存在しているのか、それら機関の存在率に統計分析結果別、検査機関別及び検査方法別で傾向がみられるのか確認することを目的として整理したものである。

### 2. 資料の整理方法等

測定結果報告書の内容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判断できる項目を抜き出し、回答内容を統計分析結果別、検査機関別、検査方法別比較に図（単位：％）もしくは表を作成した。なお、資料の中では以下の略語（グラフ内）を用いている。

- ・ IC (Anion) : 別表第 13 イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法
- ・ IC : 別表第 16 の 2 イオンクロマトグラフ法
- ・ PT-GC/MS : 別表第 25 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法
- ・ HS-GC/MS : 別表第 26 ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法
- ・ SPE-GC/MS : 別表第 27 固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法
- ・ SPME-GC/MS : 別表第 27 の 2 固相マイクロ抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法
- ・ 棄却 : Grubbs 検定により棄却された機関
- ・  $Z \leq 2$  : Z スコアの絶対値が 2 以下であった機関
- ・  $2 < |Z| < 3$  : Z スコアの絶対値が 2 より大きく、3 より小さかった機関
- ・  $|Z| \geq 3$  : Z スコアの絶対値が 3 以上であった機関
- ・ 登録 : 登録水質検査機関
- ・ 水道 : 水道事業者等（大臣認可及び都道府県知事認可）
- ・ 衛研 : 衛生研究所等

### 3. 無機物項目（亜硝酸態窒素）における検査の実施状況

#### 3. 1. 前処理におけるろ過処理の実施状況

全参加機関における前処理のろ過処理の実施状況を図 3.1～3.4 に示す。イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法（以下 IC (Anion)）およびイオンクロマトグラフ法（以下 IC）ともに、前処理操作として検水を麵ブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約 10mL は捨て、次のろ液を試験溶液とするよう規定されているが、433 機関中 33 機関（7.6%）がろ過処理を実施していなかった（図 3.1）。この結果を統計分析結果別（図 3.2）でみると各群ほぼ同程度（7.1～10.3%）であり、検査機関別（図 3.3）でみると衛生研究所等に比べ水道事業者等と登録水質検査機関がほぼ同程度で高く、両者の内では水道事業者体等がやや高かった。検査方法別（図 3.4）でみると。イオンクロマトグラフ（陰イオン）による一斉分析法およびイオンクロマトグラフ法ともに未実施の割合は同程度であった。

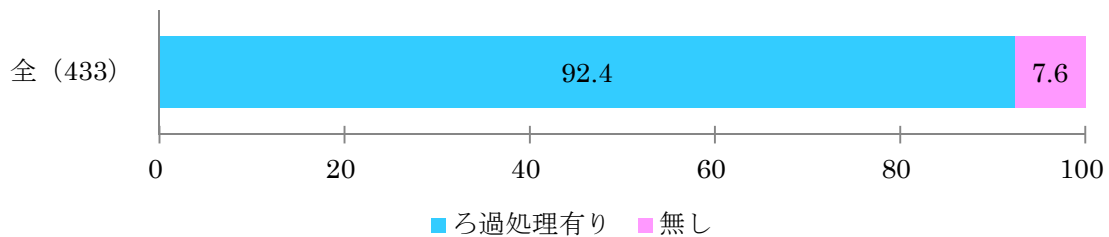


図 3.1 ろ過処理の実施状況（全体）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

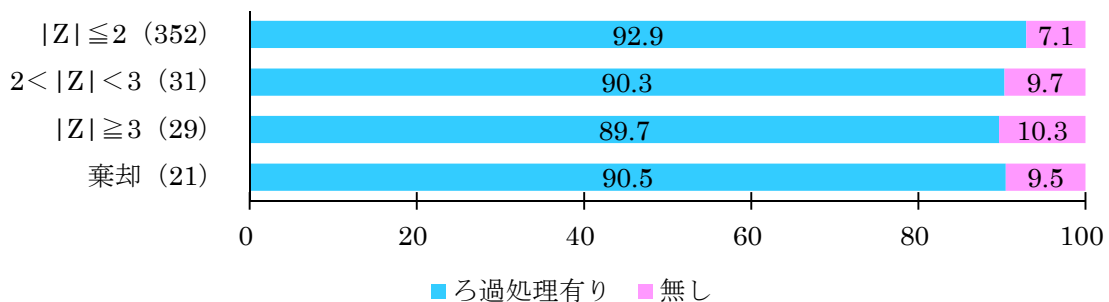


図 3.2 ろ過処理の実施状況（統計分析結果別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

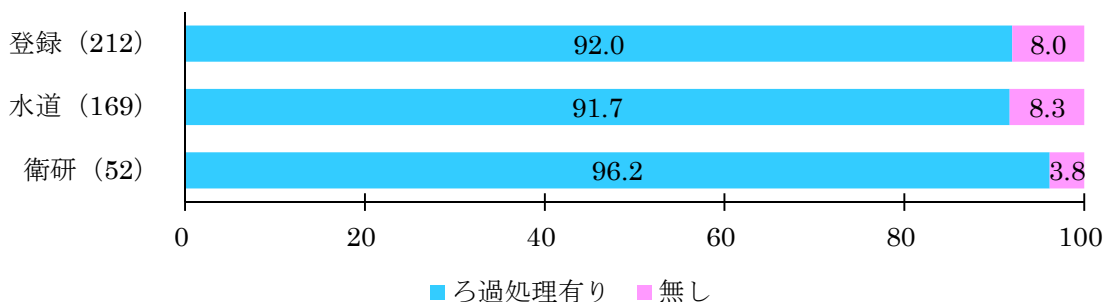


図 3.3 ろ過処理の実施状況（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

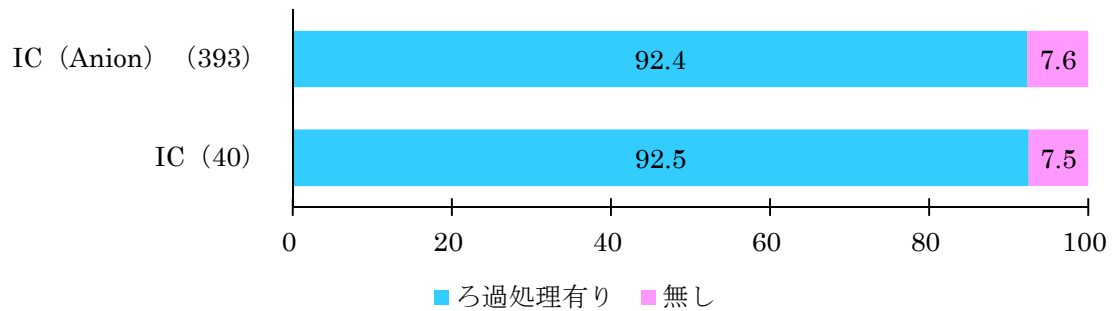


図 3.4 ろ過処理の実施状況（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

### 3. 2. 定量法

定量法は IC (Anion) および IC ともに絶対検量線法を用いることと告示法により規定されているが、全ての機関で絶対検量線法が用いられていた。

### 3. 3. 空試験

全参加機関における空試験の逸脱状況を表 3.1 および 3.2 に示す。告示法では、IC (Anion) および IC ともに空試験を行うことが規定されているが、433 機関中 2 機関（登録水質検査機関 1 機関および衛生研究所等 1 機関）(0.5%) で空試験を実施していなかった（表 3.1）。この結果を、検査方法別（表 3.1）で見ると 2 機関とも IC (Anion) を用いており、統計分析結果別（表 3.2）で見ると、棄却機関と  $|Z| \leq 2$  でそれぞれ 1 機関該当があった。

表 3.1 空試験の逸脱状況（統計分析結果別）

| 項目  | 分析方法                            | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|-----|---------------------------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|     |                                 |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 空試験 | イオンクロマトグラフ(陰イオン)による一斉分析法(別表第13) | 393 | 1        | 0      | 1      | 0.5               |
|     | イオンクロマトグラフ法(別表第16の2)            | 40  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | 合計                              | 433 | 1        | 0      | 1      | 0.5               |

表 3.2 空試験の逸脱状況（検査方法別）

| 項目  | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|-----|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|     |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 空試験 | $ Z  \geq 3$  | 29  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | $2 <  Z  < 3$ | 31  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | $ Z  \leq 2$  | 352 | 1        | 0      | 0      | 0.3               |
|     | 棄却            | 21  | 0        | 0      | 1      | 0.0               |
|     | 合計            | 433 | 1        | 0      | 1      | 0.5               |

### 3. 4. 標準原液濃度

全参加機関における標準原液濃度について図 3.5～3.8 に示す。標準原液濃度については、1000 mg/L と告示法で規定されているが、433 機関中 188 機関（43.4%）で告示法どおりの濃度の標準原液を用いていなかった（図 3.5）。この結果を統計分析結果別（図 3.6）で見ると  $|Z| \leq 2$  の機関の逸脱率が最も高く、検査機関別（図 3.7）で見ると衛生研究所等が 51.9% と最も高い値であり、次いで、登録水質検査機関、水道事業者等の順で多かった。また、検査方法別（図 3.8）では IC（55.0%）で逸脱している機関の割合が高かった。

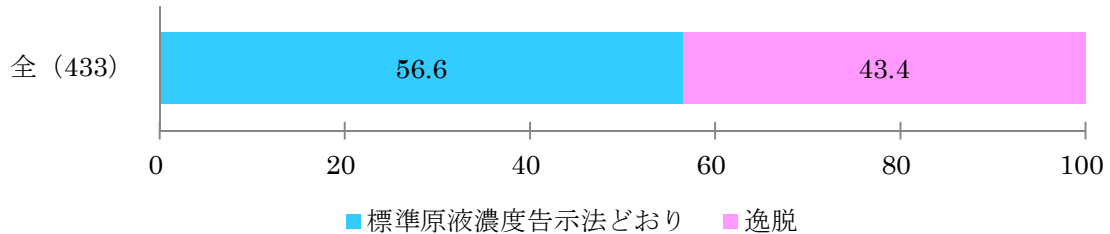


図 3.5 標準原液の濃度（全体）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

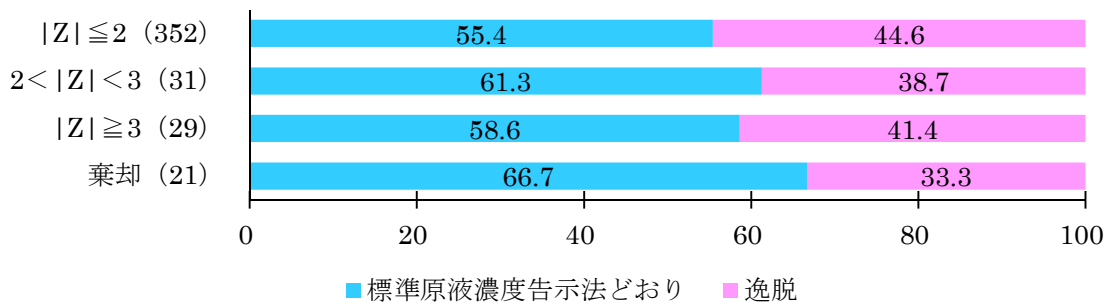


図 3.6 標準原液の濃度（統計分析結果別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

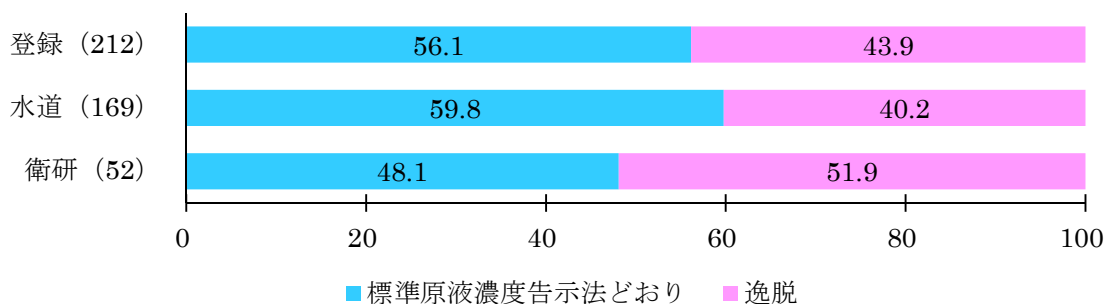


図 3.7 標準原液の濃度（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

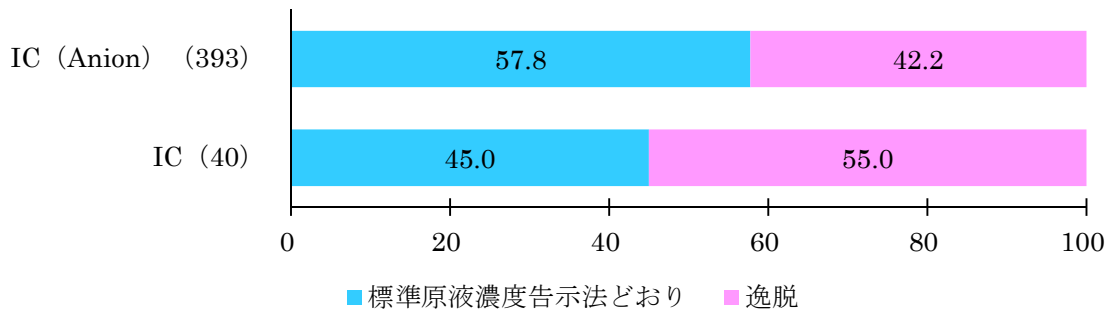


図 3.8 標準原液の濃度（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

### 3. 5. 標準液の用時調製

全参加機関における標準液の用時調製の実施状況を図 3.9～3.12 に示す。告示法において、標準液は使用の都度調製することと規定されているが、433 機関中 9 機関（2.1%）が標準液を用時調製せず一定期間保存していた（図 3.9）。この結果を統計分析結果別（図 3.10）で見ると  $|Z| \leq 2$  の機関と  $2 < |Z| < 3$  の機関のみが該当し逸脱率は同程度（2.3%および 3.2%）であり、検査機関別（図 3.11）で見ると衛生研究所等で用時調製していない機関が最も多く（7.7%）、登録水質検査機関および水道事業者等は同程度（1.4%および 1.2%）であった。また、検査方法別（図 3.12）では、逸脱機関は全てで IC(Anion)を用いていた。

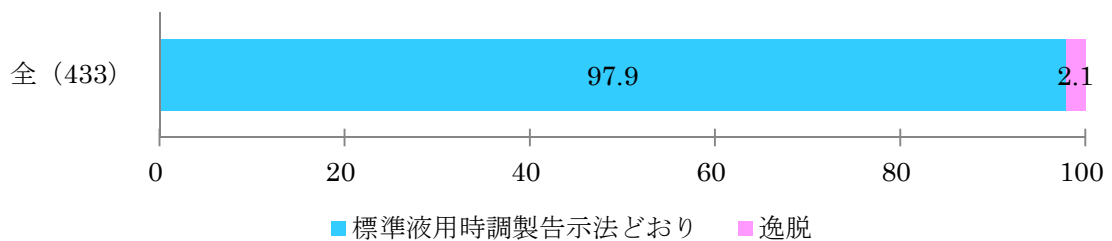


図 3.9 標準液の用時調製（全体）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

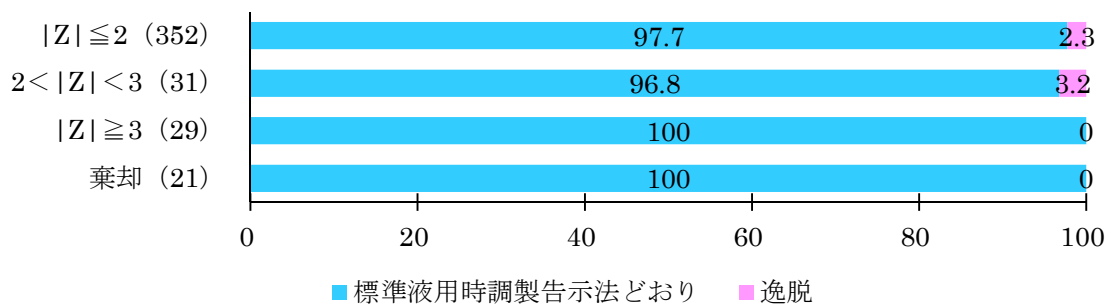


図 3.10 標準液の用時調製（統計分析結果別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

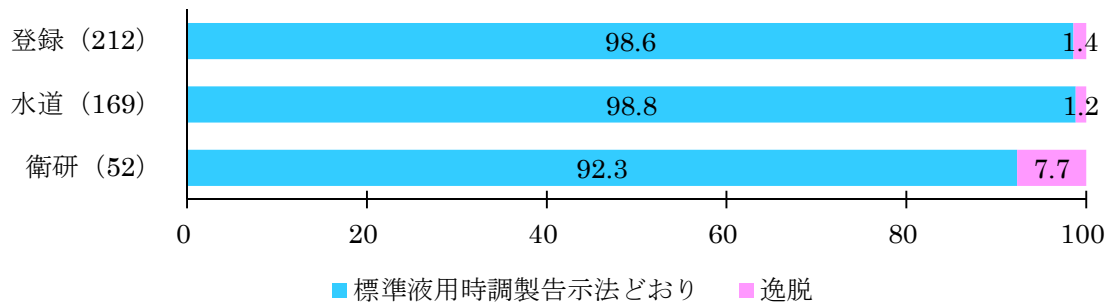


図 3.11 標準液の用時調製（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

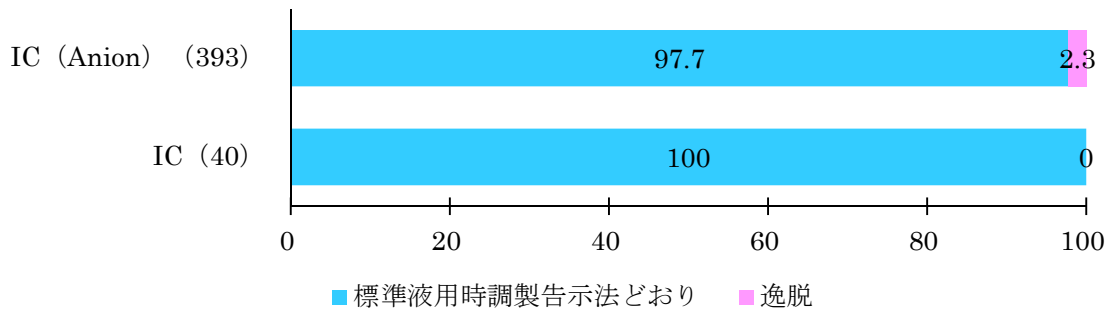


図 3.12 標準液の用時調製（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

### 3. 6. 標準原液の種類

全参加機関における用いた標準原液の種類について図 3.13～3.16 に示す。告示法において、標準原液は自己調製のみ示しているが、平成 25 年 4 月より、計量法第 136 条もしくは第 144 条の規定に基づく証明書又はこれらに相当する証明書が添付され、かつ、各号の別表に定める標準原液と同濃度の市販標準原液の使用が認められた。本調査は上記改正後の最初の調査となるが、例年、標準原液を自己調製とする機関が数機関であるのに対し、今年度調査では大幅に増加しており、433 機関中 65 機関（15.0%）が該当した（図 3.13）。この結果を統計分析結果別（図 3.14）で見ると棄却機関で自己調製している機関の割合が最も高く（23.8%）、検査機関別（図 3.15）で見ると登録水質検査機関＞衛生研究所等＞水道事業者等の順で自己調製している機関が多かった。また、検査方法別（図 3.16）では IC（Anion）で自己調製している機関の割合がやや多かった。

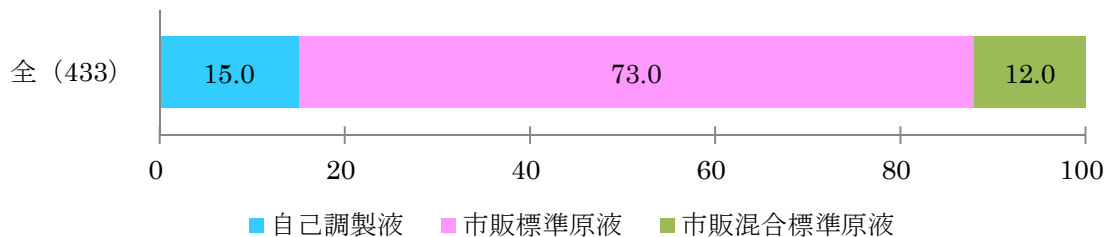


図 3.13 標準原液の種類（全体）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

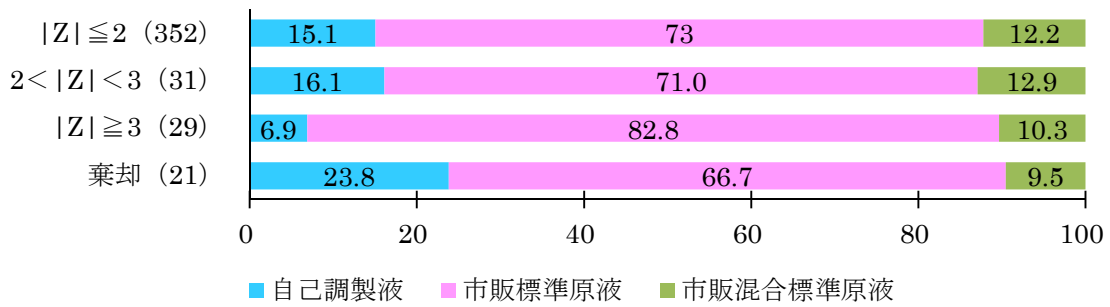


図 3.14 標準原液の種類（統計分析結果別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

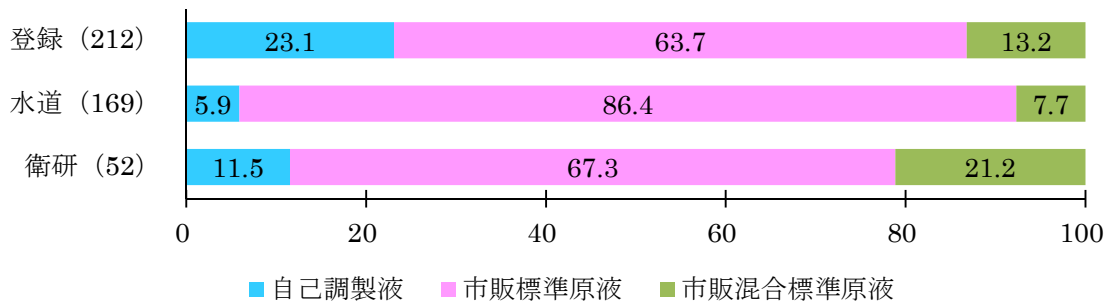


図 3.15 標準原液の種類（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

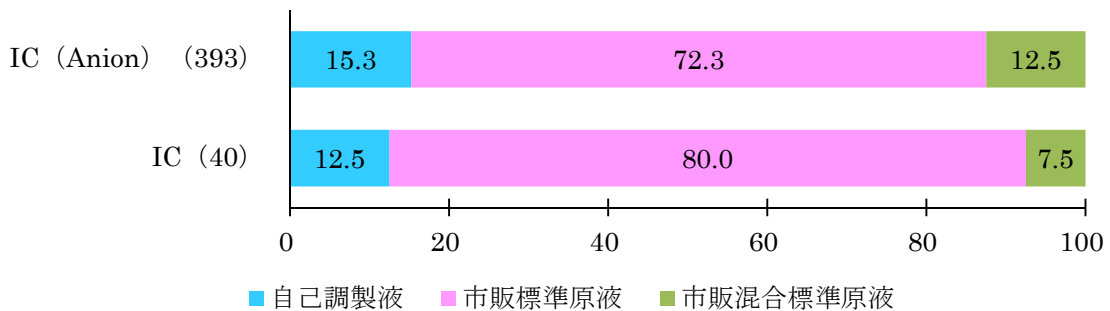


図 3.16 標準原液の種類（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

### 3. 7. 検量線の濃度範囲

全参加機関における検量線試料の濃度範囲の順守状況を図 3.17～3.20 に示す。告示法において、検量線試料の濃度の上限は各検査法ともに規定されているが、433 機関中 5 機関 (1.2%) が、告示法の検量線範囲の上限を超えていた。(図 3.17)。この結果を統計分析結果別 (図 3.18) でみると  $|Z| \geq 3$  で逸脱している機関数最も多く (13.8%)、検査機関別 (図 3.19) でみると登録水質機関と水道事業者等がほぼ同程度 (1.4%および 1.2%) で衛生研究所等では逸脱はなかった。また、検査方法別 (図 3.20) では、逸脱機関は全てで IC(Anion)を用いていた。

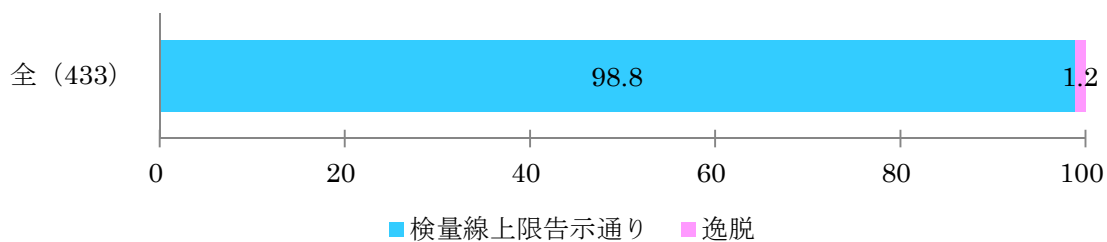


図 3.17 検量線の濃度範囲（全体）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

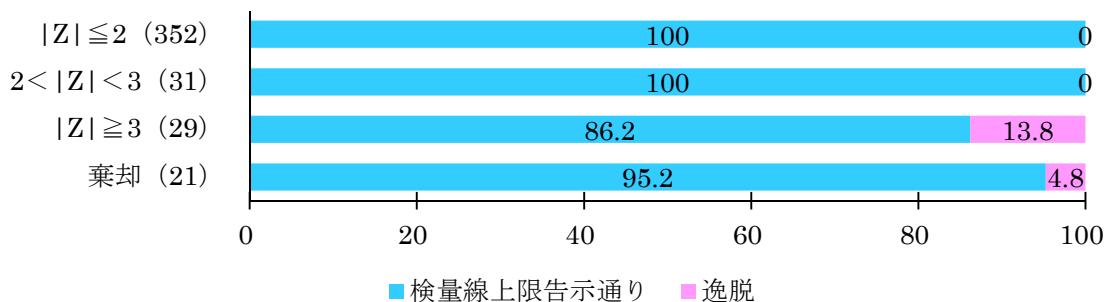


図 3.18 検量線の濃度範囲（統計分析結果別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

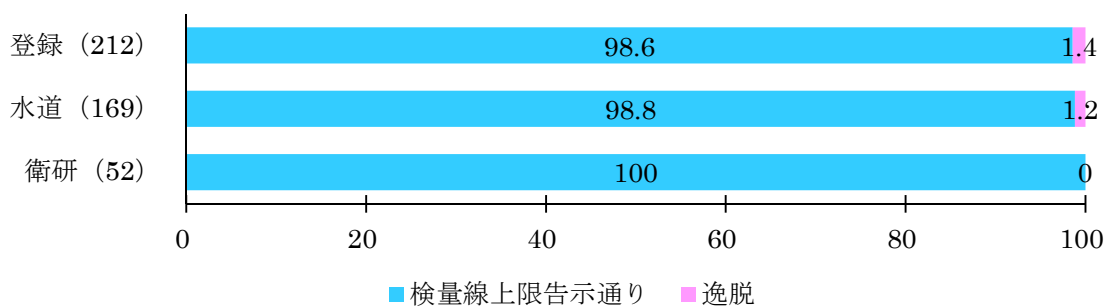


図 3.19 検量線の濃度範囲（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

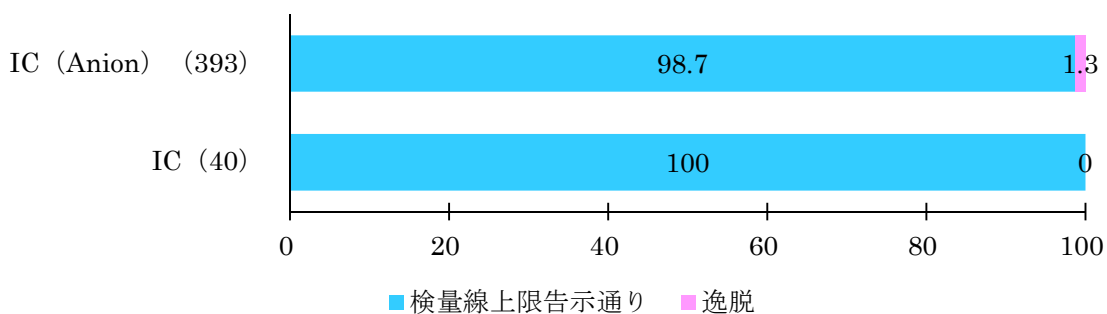


図 3.20 検量線の濃度範囲（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）



#### 4. 有機物項目（ジェオスミンおよび2-メチルイソボルネオール）における検査の実施状況

##### 4. 1. 塩析

HS-GC/MS および SPME-GC/MS を用いた機関における塩析の逸脱状況を表 4.1～4.3 に示す。告示法において、HS-GC/MS および SPME-GC/MS では塩析操作を行うことと規定されているが、82 機関中 1 機関(1.2%) が塩析操作を実施していなかった(表 4.1)。当該機関は検査法として SPME-GC/MS を用いており、水道事業者等に該当し、統計分析結果ではジェオスミンおよび 2-メチルイソボルネオールともに  $2 < |Z| < 3$  に分類された(表 4.2 および 4.3)。

表 4.1 塩析の逸脱状況（全体）

| 項目   | 分析方法                                   | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|------|--|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|      |  |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 塩析処理 | ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法(別表第26) | 51  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|      | 固相マイクロ抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法(別表第27の2)      | 31  | 0        | 1      | 0      | 3.2               |
|      | 合計                                     | 82  | 0        | 1      | 0      | 1.2               |

表 4.2 塩析の逸脱状況（統計分析結果別、ジェオスミン）

| 項目   | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|------|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|      |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 塩析処理 | $ Z  \geq 3$  | 0   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|      | $2 <  Z  < 3$ | 7   | 0        | 1      | 0      | 14.3              |
|      | $ Z  \leq 2$  | 73  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|      | 棄却            | 2   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|      | 合計            | 82  | 0        | 1      | 0      | 1.2               |

表 4.3 塩析の逸脱状況（統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール）

| 項目   | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|------|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|      |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 塩析処理 | $ Z  \geq 3$  | 4   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|      | $2 <  Z  < 3$ | 9   | 0        | 1      | 0      | 11.1              |
|      | $ Z  \leq 2$  | 68  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|      | 棄却            | 1   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|      | 合計            | 82  | 0        | 1      | 0      | 1.2               |

#### 4. 2. 塩析試薬添加量

HS-GC/MS および SPME-GC/MS を用いた機関における塩析試薬添加量の実施状況を図 4.1～4.5 に示す。HS-GC/MS および SPME-GC/MS では検水に NaCl が過飽和になるように添加することと規定されているが、82 機関中 7 機関 (8.5%) が規定どおり添加していなかった (図 4.1)。この結果を統計分析結果別でみると、ジェオスミンでは全ての機関が  $|Z| \leq 2$  に該当し (図 4.2)、2-メチルイソボルネオールでは  $|Z| \geq 3$  で多く、ついで  $|Z| \leq 2$  であった (図 4.3)。検査機関別 (図 4.4) でみると、水道事業者等 > 登録水質検査機関の順で、衛生研究所等では該当なしであり、検査方法別 (図 4.5) では SPME-GC/MS で 9.7% と HS-GC/MS (7.8%) に比べてやや多かった。

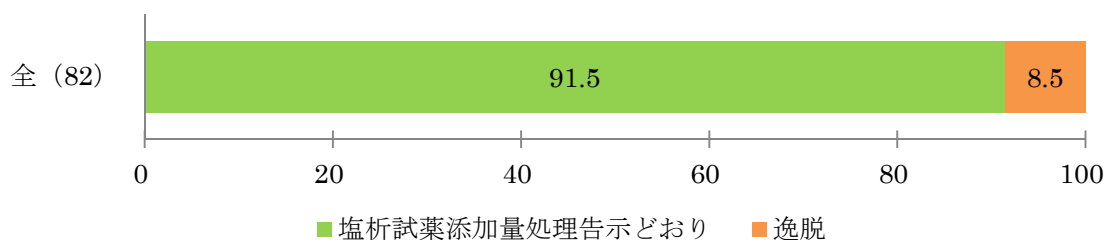


図 4.1 塩析試薬添加量 (全体) (カッコ内数値：機関数、単位：%)

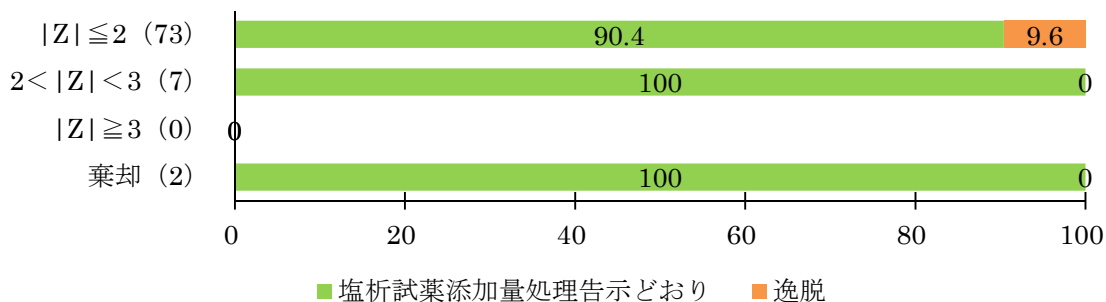


図 4.2 塩析試薬添加量 (統計分析結果別、ジェオスミン) (カッコ内数値：機関数、単位：%)

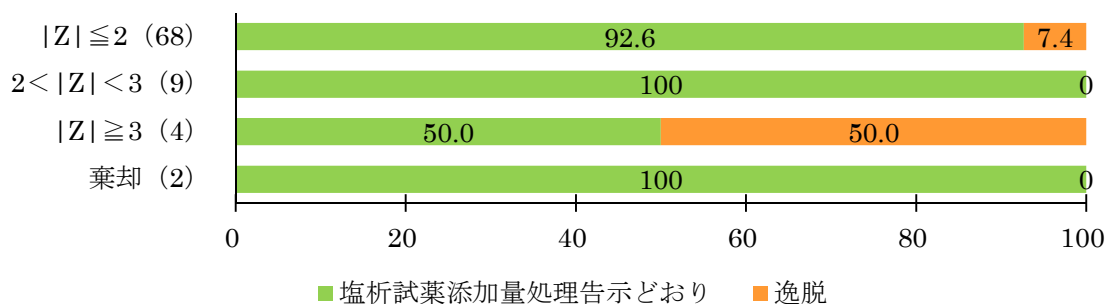


図 4.3 塩析試薬添加量 (統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール) (カッコ内数値：機関数、単位：%)

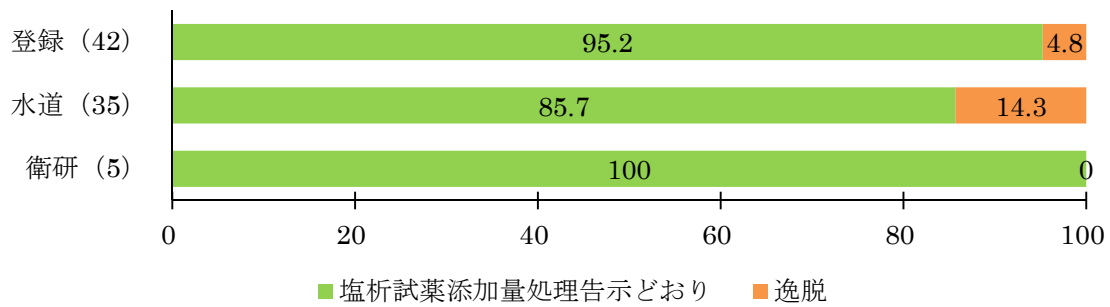


図 4.4 塩析試薬添加量（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

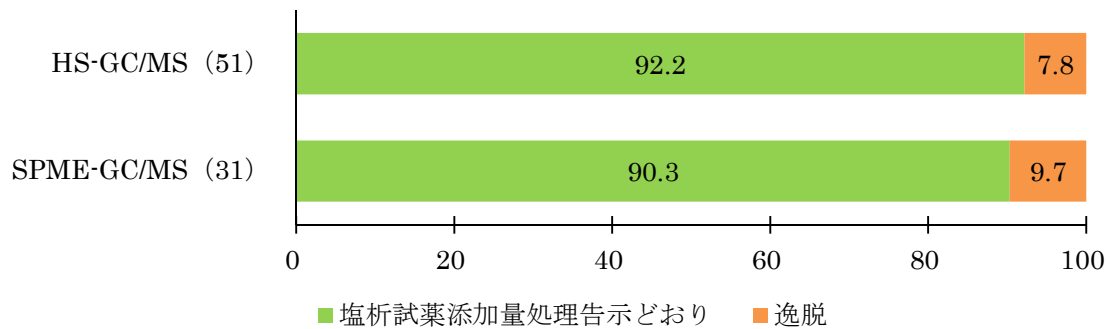


図 4.5 塩析試薬添加量（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

#### 4. 3. 固相カラムのコンディショニング溶液/用量

SPE-GC/MS を用いた機関における固相カラムのコンディショニング溶液/用量の逸脱状況を表 4.4～4.6 に示す。SPE-GC/MS において、固相カラムのコンディショニングに用いる溶媒やその用量は告示法で規定されているが、60 機関中 1 機関 (1.7%) で精製水を用いていなかった (未記入) (表 4.4)。この機関は、登録水質検査機関で、分析結果別 (表 4.5 および 4.6) でみるとジェオスミンおよび 2-メチルイソボルネオールともに  $|Z| \leq 2$  であった。

表 4.4 固相カラムのコンディショニング溶液/用量の逸脱状況 (全体)

| 項目             | 分析方法                            | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|----------------|---------------------------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|                |                                 |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| コンディショニング溶液・用量 | 固相マイクロ抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法(別表第27) | 60  | 1        | 0      | 0      | 1.7               |

表 4.5 固相カラムのコンディショニング溶液/用量の逸脱状況（統計分析結果別、ジェオスミン）

| 項目             | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|----------------|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|                |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| コンディショニング溶液・用量 | $ Z  \geq 3$  | 2   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|                | $2 <  Z  < 3$ | 5   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|                | $ Z  \leq 2$  | 48  | 1        | 0      | 0      | 2.1               |
|                | 棄却            | 5   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|                | 合計            | 60  | 1        | 0      | 0      | 1.7               |

表 4.6 固相カラムのコンディショニング溶液/用量の逸脱状況（統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール）

| 項目             | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|----------------|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|                |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| コンディショニング溶液・用量 | $ Z  \geq 3$  | 2   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|                | $2 <  Z  < 3$ | 4   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|                | $ Z  \leq 2$  | 49  | 1        | 0      | 0      | 2                 |
|                | 棄却            | 5   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|                | 合計            | 60  | 1        | 0      | 0      | 1.7               |

#### 4. 4. 通水流速

SPE-GC/MS において、固相カラムの通水流速は毎分 10～20 mL と告示法で規定されているが、1 機関で毎分 1mL が確認されたが、それ以外の機関は全て規定通りであった。

#### 4. 5. 固相カラムの脱水

SPE-GC/MS を用いた機関における固相カラムの脱水の逸脱状況を表 4.7～9 に示す。SPE-GC/MS において、固相カラムに通水した後、遠心分離によって脱水すると規定されているが、60 機関中 1 機関 (1.7%) で実施していなかった (未記入) (表 4.7)。この機関は、登録水質検査機関で、分析結果別 (表 4.8 および 4.9) でみるとジェオスミンおよび 2-メチルイソボルネオールともに  $|Z| \leq 2$  であった。

表 4.7 固相カラムの乾燥の逸脱状況（全体）

| 項目       | 分析方法                             | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|----------|----------------------------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|          |                                  |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 固相カラムの脱水 | 固相マイクロ抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法 (別表第27) | 60  | 1        | 0      | 0      | 1.7               |

表 4.8 固相カラムの乾燥の逸脱状況（統計分析結果別、ジェオスミン）

| 項目       | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|----------|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|          |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 固相カラムの脱水 | $ Z  \geq 3$  | 2   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|          | $2 <  Z  < 3$ | 5   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|          | $ Z  \leq 2$  | 48  | 1        | 0      | 0      | 2.1               |
|          | 棄却            | 5   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|          | 合計            | 60  | 1        | 0      | 0      | 1.7               |

表 4.9 固相カラムの乾燥の逸脱状況（統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール）

| 項目       | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|----------|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|          |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 固相カラムの脱水 | $ Z  \geq 3$  | 2   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|          | $2 <  Z  < 3$ | 4   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|          | $ Z  \leq 2$  | 49  | 1        | 0      | 0      | 2                 |
|          | 棄却            | 5   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|          | 合計            | 60  | 1        | 0      | 0      | 1.7               |

#### 4. 6. 固相カラム溶出方向

SPE-GC/MS を用いた機関における固相カラムの溶出方向の逸脱状況を表 4.10～4.12 に示す。SPE-GC/MS において、固相カラムの溶出方向は通水方向からと告示法で規定されているが、60 機関中 1 機関（1.7 詳細不明（未記入）であった（表 4.10）。この機関は、登録水質検査機関で、分析結果別（表 4.2）で見るとジェオスミンおよび 2-メチルイソボルネオールともに  $|Z| \leq 2$  であった。一方、6 機関で通水方向とは逆からの溶出を実施していた。

表 4.10 固相カラムの溶出方向の逸脱状況（全体）

| 項目         | 分析方法                            | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|------------|---------------------------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|            |                                 |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 固相カラムの溶出方向 | 固相マイクロ抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法（別表第27） | 60  | 1        | 0      | 0      | 1.7               |

表 4.11 固相カラムの方向の逸脱状況（統計分析結果別、ジェオスミン）

| 項目         | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合(%) |
|------------|---------------|-----|----------|--------|--------|------------------|
|            |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                  |
| 固相カラムの溶出方向 | $ Z  \geq 3$  | 4   | 0        | 0      | 0      | 0                |
|            | $2 <  Z  < 3$ | 4   | 0        | 0      | 0      | 0                |
|            | $ Z  \leq 2$  | 100 | 1        | 1      | 0      | 2.0              |
|            | 棄却            | 2   | 0        | 0      | 0      | 0                |
|            | 合計            | 110 | 1        | 1      | 0      | 1.8              |

表 4.12 固相カラムの溶出方向の逸脱状況（統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール）

| 項目         | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合(%) |
|------------|---------------|-----|----------|--------|--------|------------------|
|            |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                  |
| 固相カラムの溶出方向 | $ Z  \geq 3$  | 2   | 0        | 0      | 0      | 0                |
|            | $2 <  Z  < 3$ | 4   | 0        | 0      | 0      | 0                |
|            | $ Z  \leq 2$  | 49  | 1        | 0      | 0      | 2                |
|            | 棄却            | 5   | 0        | 0      | 0      | 0                |
|            | 合計            | 60  | 1        | 0      | 0      | 1.7              |

#### 4. 7. 固相カラム溶出溶媒量

SPE-GC/MS において、固相カラムの溶出溶媒にはジクロロメタンを用い、その用量については、脱水用カラムを用いない場合は 2 mL、用いる場合は 4 mL で溶出することと規定されているが、全ての機関において告示法どおり実施されていた。

#### 4. 8. 濃縮操作

SPE-GC/MS において、2 mL もしくは 4 mL のジクロロメタンを窒素ガスで 0.5 mL 以下まで濃縮することと告示法で規定されているが、全ての機関において告示法どおり実施されていた。

#### 4. 9. 定容に用いる溶媒の種類および定容量

SPE-GC/MS を用いた機関における濃縮後の溶液量の逸脱状況を表 4.13～4.15 に示す。SPE-GC/MS において、ジクロロメタンの溶出液を窒素ガスで 0.5 mL 以下まで濃縮し、その後、ジクロロメタンを加えて 0.5 mL とすることと告示法で規定されているが、60 機関中 2 機関 (3.3%) で、用いた溶媒は告示法どおりであるが濃縮倍率（定容量：0.1 mL）が異なっていた、もしくは未記入（用いた溶媒の種類および溶媒量）であった（表 4.13）。これらの機関は登録水質検査機関であり、統計分析結果別ではジェオスミンでは  $2 < |Z| < 3$  および  $|Z| \leq 2$ （表 4.14）、2-メチルイソボルネオールでは 2 機関とも  $|Z| \leq 2$  であった（表 4.15）。

表 4.13 定容量の逸脱状況（全体）

| 項目  | 分析方法                            | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|-----|---------------------------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|     |                                 |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 定容量 | 固相マイクロ抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法(別表第27) | 60  | 2        | 0      | 0      | 3.3               |

表 4.14 定容量の逸脱状況（統計分析結果別、ジェオスミン）

| 項目  | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|-----|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|     |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 定容量 | $ Z  \geq 3$  | 2   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | $2 <  Z  < 3$ | 5   | 1        | 0      | 0      | 20                |
|     | $ Z  \leq 2$  | 48  | 1        | 0      | 0      | 2.1               |
|     | 棄却            | 5   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | 合計            | 60  | 2        | 0      | 0      | 3.3               |

表 4.15 定容量の逸脱状況（統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール）

| 項目  | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|-----|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|     |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 定容量 | $ Z  \geq 3$  | 2   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | $2 <  Z  < 3$ | 4   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | $ Z  \leq 2$  | 49  | 2        | 0      | 0      | 4                 |
|     | 棄却            | 5   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | 合計            | 60  | 2        | 0      | 0      | 3.3               |

#### 4. 10. 定量法

全機関における定量法の逸脱状況を表 4.16～4.18 に示す。PT-GC/MS、HS-GC/MS、SPE-GC/MS、および SPME-GC/MS では定量法は内標法によることと規定されているが、392 機関中 2 機関（0.5%）で定量法に絶対検量線法を用いていた（表 4.16）。これらの機関は登録水質検査機関および水道事業者等であり、統計分析結果別では、ジェオスミンでは 2 機関とも  $|Z| \leq 2$ （表 4.17）、2-メチルイソボルネオールでは  $2 < |Z| < 3$  および  $|Z| \leq 2$  であった（表 4.18）。

表 4.16 定量法の逸脱状況（全体）

| 項目  | 分析方法                                     | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|-----|--|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|     |  |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 定量法 | パーティトラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法 (別表第25) | 248 | 1        | 0      | 0      | 0.4               |
|     | ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法 (別表第26)  | 51  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | 固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法 (別表第27)             | 62  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | 固相マイクロ抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法 (別表第27の2)       | 31  | 0        | 1      | 0      | 3.2               |
|     | 合計                                       | 392 | 1        | 1      | 0      | 0.5               |

表 4.17 定量法の逸脱状況（統計分析結果別、ジェオスミン）

| 項目  | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|-----|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|     |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 定量法 | $ z  \geq 3$  | 3   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | $2 <  z  < 3$ | 26  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | $ z  \leq 2$  | 345 | 1        | 1      | 0      | 0.6               |
|     | 棄却            | 18  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | 合計            | 392 | 1        | 1      | 0      | 0.5               |

表 4.18 定量法の逸脱状況（統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール）

| 項目  | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|-----|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|     |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 定量法 | $ z  \geq 3$  | 8   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | $2 <  z  < 3$ | 22  | 1        | 0      | 0      | 4.5               |
|     | $ z  \leq 2$  | 342 | 0        | 1      | 0      | 0                 |
|     | 棄却            | 20  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | 合計            | 392 | 1        | 1      | 0      | 0.5               |

#### 4. 1. 1. 空試験

全機関における空試験の逸脱状況を表 4.19～4.21 に示す。PT-GC/MS、HS-GC/MS、SPE-GC/MS、および SPME-GC/MS では空試験を行うことと規定されているが、392 機関中 1 機関 (0.3%) で空試験が実施されていなかった (表 4.19)。この機関は水道事業者等であり、統計分析結果別ではジェオスミンおよび 2-メチルイソボルネオールともに  $|Z| \leq 2$  であった (表 4.20 および 4.21)



表 4.19 空試験の逸脱状況（全体）

| 項目  | 分析方法                                     | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|-----|--|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|     |  |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 空試験 | パーティトラップーガスクロマトグラフィー質量分析計による一斉分析法（別表第25） | 248 | 0        | 0      | 0      | 0.0               |
|     | ヘッドスペースーガスクロマトグラフィー質量分析計による一斉分析法（別表第26）  | 51  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | 固相抽出ーガスクロマトグラフィー質量分析法（別表第27）             | 62  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | 固相マイクロ抽出ーガスクロマトグラフィー質量分析法（別表第27の2）       | 31  | 0        | 1      | 0      | 3.2               |
|     | 合計                                       | 392 | 0        | 1      | 0      | 0.3               |

表 4.20 空試験の逸脱状況（統計分析結果別、ジェオスミン）

| 項目  | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|-----|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|     |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 空試験 | $ z  \geq 3$  | 3   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | $2 <  z  < 3$ | 26  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | $ z  \leq 2$  | 345 | 0        | 1      | 0      | 0.3               |
|     | 棄却            | 18  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | 合計            | 392 | 0        | 1      | 0      | 0.3               |

表 4.21 空試験の逸脱状況（統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール）

| 項目  | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|-----|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|     |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 空試験 | $ z  \geq 3$  | 8   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | $2 <  z  < 3$ | 22  | 0        | 0      | 0      | 0.0               |
|     | $ z  \leq 2$  | 342 | 0        | 1      | 0      | 0                 |
|     | 棄却            | 20  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|     | 合計            | 392 | 0        | 1      | 0      | 0.3               |

#### 4. 1 2. 内部標準物質

全機関における内部標準物質の逸脱状況を表 4.22～4.24 に示す。PT-GC/MS、HS-GC/MS、SPE-GC/MS、および SPME-GC/MS では内部標準物質をジェオスミン-d3 もしくは 2,4,6-トリクロロアニソール-d3 から選択するよう告示法で規定されているが、392 機関中 3 機関 (0.8%) で適切な内部標準物質が選択されておらず、詳細は、定量法で絶対検量線法を用いた 2 機関および未記入の 1 機関であった (表 4.22)。こ

これらの機関は登録水質検査機関 2 機関および水道事業者等 1 機関であり、ジェオスミンでは 3 機関とも  $|Z| \leq 2$  (表 4.23)、2-メチルイソボルネオールでは  $2 < |Z| < 3$  が 1 機関および  $|Z| \leq 2$  が 2 機関であった (表 4.24)。

表 4.22 内部標準物質の逸脱状況 (全体)

| 項目     | 分析方法                                      | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|--------|---|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|        |   |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 内部標準物質 | パーティトラップーガスクロマトグラフィー質量分析計による一斉分析法 (別表第25) | 248 | 2        | 0      | 0      | 0.8               |
|        | ヘッドスペースーガスクロマトグラフィー質量分析計による一斉分析法 (別表第26)  | 51  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|        | 固相抽出ーガスクロマトグラフィー質量分析法 (別表第27)             | 62  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|        | 固相マイクロ抽出ーガスクロマトグラフィー質量分析法 (別表第27の2)       | 31  | 0        | 1      | 0      | 3.2               |
|        | 合計  | 392 | 2        | 1      | 0      | 0.8               |

表 4.23 内部標準物質の逸脱状況 (統計分析結果別、ジェオスミン)

| 項目     | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|--------|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|        |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 内部標準物質 | $ Z  \geq 3$  | 3   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|        | $2 <  Z  < 3$ | 26  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|        | $ Z  \leq 2$  | 345 | 2        | 1      | 0      | 0.9               |
|        | 棄却            | 18  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|        | 合計            | 392 | 2        | 1      | 0      | 0.8               |

表 4.24 内部標準物質の逸脱状況 (統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール)

| 項目     | Zスコア分布等       | 機関数 | 告示法逸脱機関数 |        |        | 総数に対する逸脱機関の割合 (%) |
|--------|---------------|-----|----------|--------|--------|-------------------|
|        |               |     | 登録水質検査機関 | 水道事業者等 | 衛生研究所等 |                   |
| 内部標準物質 | $ Z  \geq 3$  | 8   | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|        | $2 <  Z  < 3$ | 22  | 1        | 0      | 0      | 4.5               |
|        | $ Z  \leq 2$  | 342 | 1        | 1      | 0      | 1                 |
|        | 棄却            | 20  | 0        | 0      | 0      | 0                 |
|        | 合計            | 392 | 2        | 1      | 0      | 0.8               |

#### 4. 1 3. 内標標準原液の濃度

全機関における内標標準原液の濃度の逸脱状況を図 4.6 から図 4.10 に示す。内標物質の標準原液濃度は、ジェオスミン-d3 および 2,4,6-トリクロロアニソール-d3 とともに 1000 mg/L と告示法で規定されている。本調査では分析化学的観点から 1000 mg/L 未満について逸脱として処理した。392 機関中 80 機関 (20.4%) で 1000 mg/L 未満の標準原液を用いていた (図 4.6)。統計分析結果別で見ると、ジェオスミンでは逸脱機関は  $|Z| \geq 3$  で該当率が最も高く (図 4.7)、2-メチルイソボルネオールでは  $2 < |Z| < 3$  で最も多かった (図 4.8)。検査機関別 (図 4.9) でみると、水道事業者等 > 衛生研究所等 > 登録水質検査機関の順で該当率が高かった。また、検査方法別 (図 4.10) では、HS-GC/MS、SPE-GC/MS、および SPME-GC/MS が同程度 (25.8~29.0%) で、PT-GC/MS (16.5%) で他の 3 検査法に比べて該当率がやや低かった。

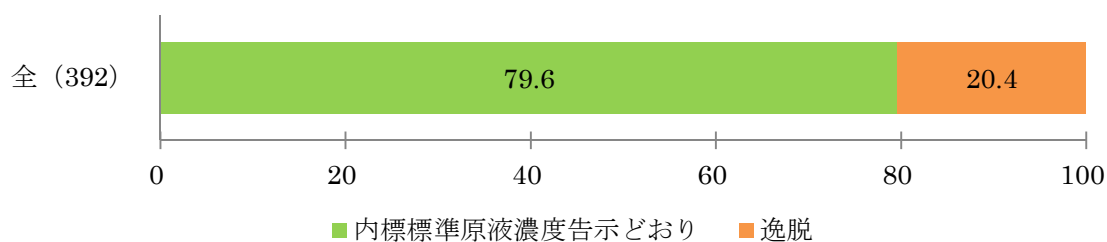


図 4.6 内標標準原液の濃度 (全体) (カッコ内数値：機関数、単位：%)

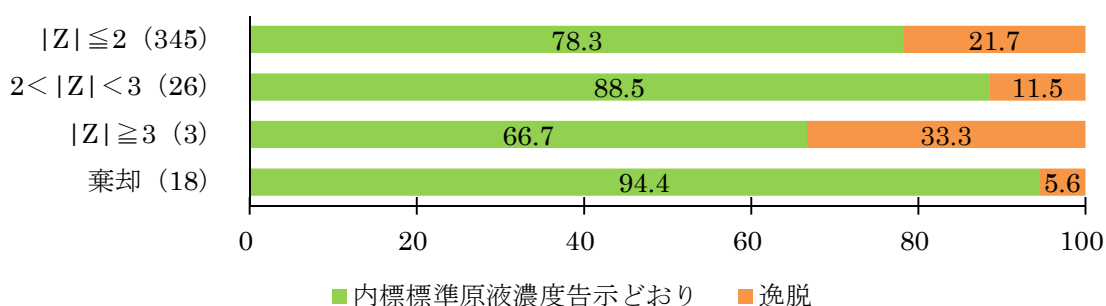


図 4.7 内標標準原液の濃度 (統計分析結果別、ジェオスミン) (カッコ内数値：機関数、単位：%)

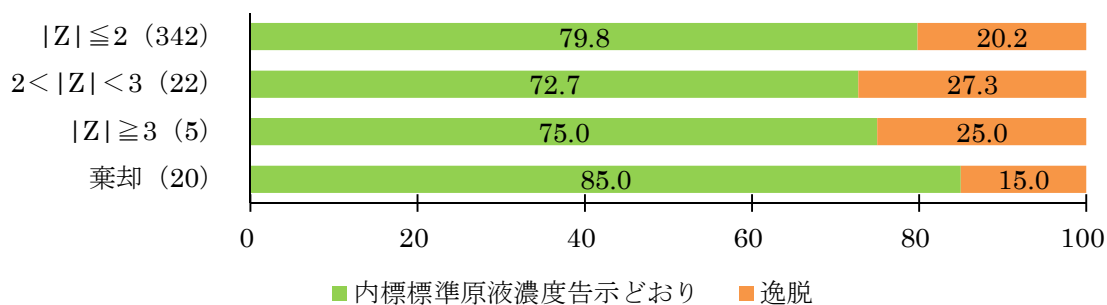


図 4.8 内標標準原液の濃度 (統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール) (カッコ内数値：機関数、単位：%)

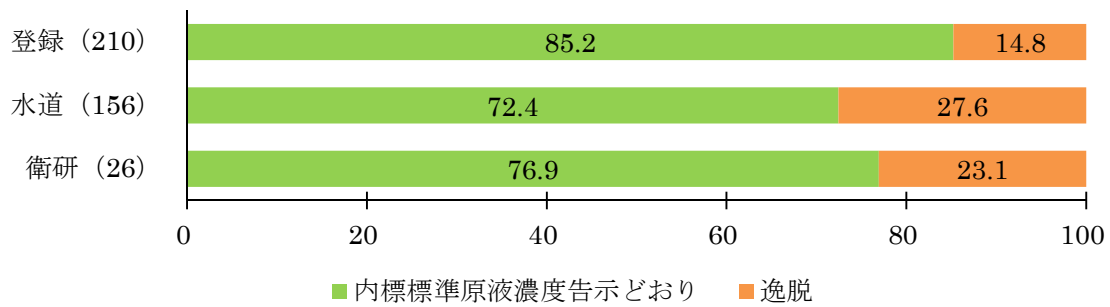


図 4.9 内標標準原液の濃度（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

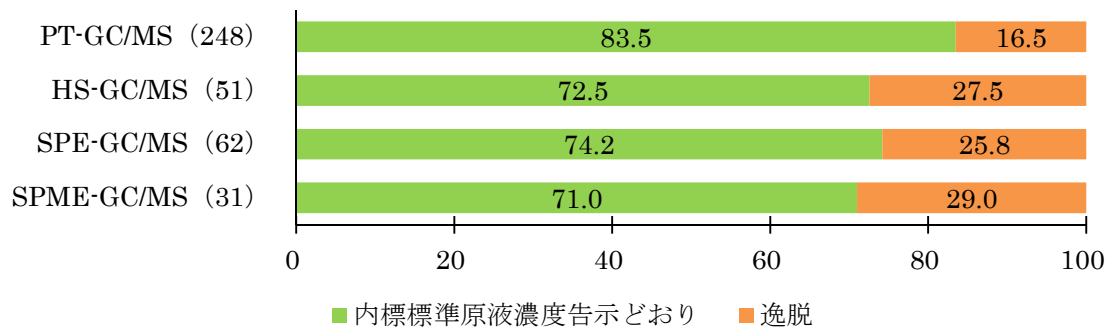


図 4.10 内標標準原液の濃度（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

#### 4. 1 4. 内標標準液の濃度

全機関における内標標準液の濃度の逸脱状況を図 4. 10～4. 14 に示す。内標物質の標準液濃度については、PT-GC/MS、HS-GC/MS および SPME-GC/MS ではジェオスミン-d3 は 0. 01 μg/mL、2, 4, 6-トリクロロアニソール-d3 は 0. 04 μg/mL であり、SPE-GC/MS ではジェオスミン-d3 は 0. 5 μg/mL、2, 4, 6-トリクロロアニソール-d3 は 2 μg/mL と告示法で規定されているが、392 機関中 137 機関（34. 9％）で告示法とは異なる濃度の標準液を用いていた（図 4. 10）。統計分析結果別で見ると、ジェオスミンでは逸脱機関は $|Z| \geq 3$ で該当率が最も高く（図 4. 11）、2-メチルイソボルネオールでは $2 < |Z| < 3$ で最も多かった（図 4. 12）。検査機関別（図 4. 13）でみると、水道事業者等で最も高く（47. 4％）、衛生研究所等と登録水質検査機関が同程度であった（26. 9 および 26. 7％）。また、検査方法別（図 4. 14）では、PT-GC/MS（47. 6％）で該当率が最も高かった。

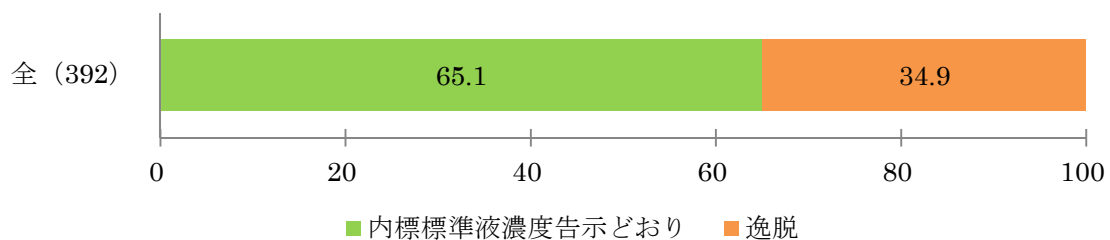


図 4. 10 内標標準液の濃度（全体）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

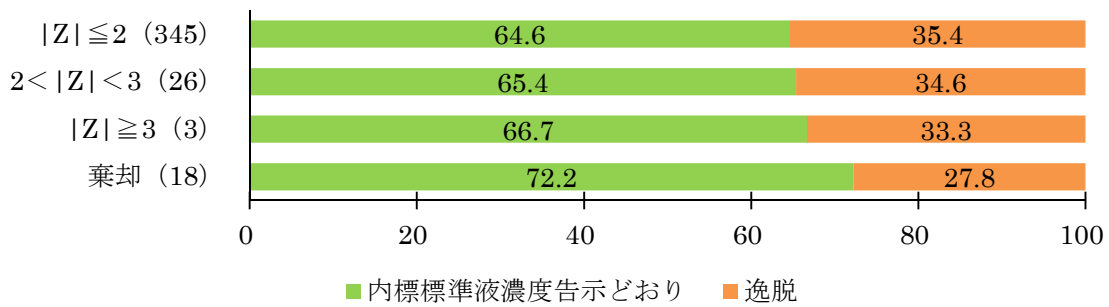


図 4.11 内標標準液の濃度（統計分析結果別、ジェオスミン）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

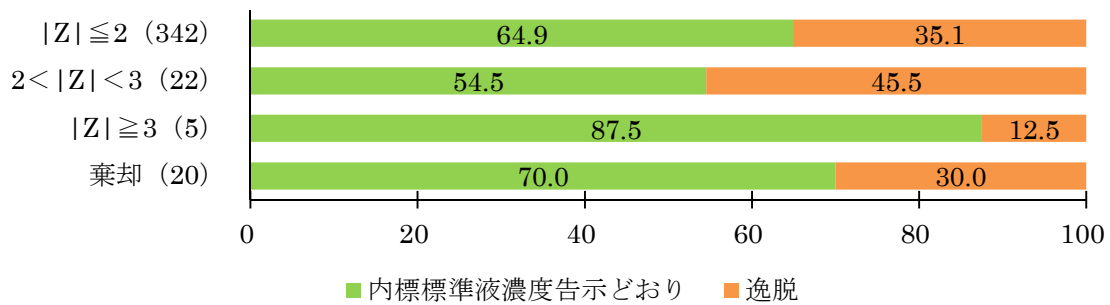


図 4.12 内標標準液の濃度（統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

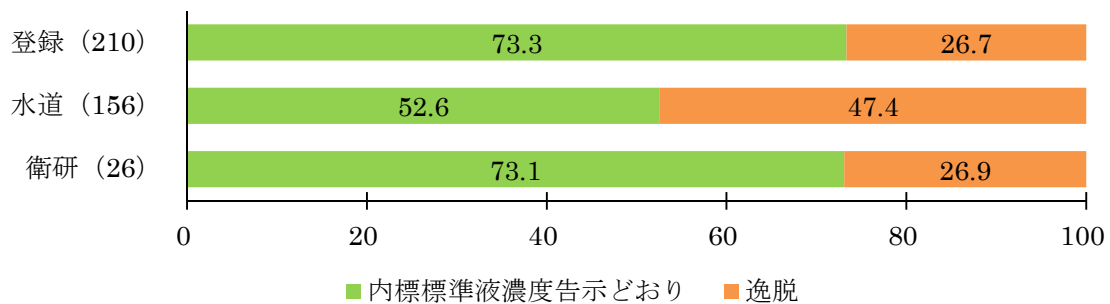


図 4.13 内標標準液の濃度（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

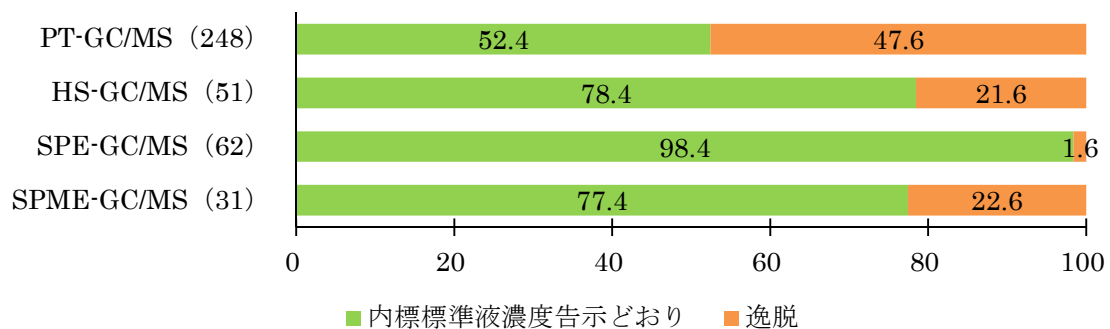


図 4.14 内標標準液の濃度（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

#### 4. 15. 内標標準液の添加量

全機関における内標標準液の添加量の逸脱状況を図 4.15～4.19 に示す。内標標準液の添加量については、PT-GC/MS、HS-GC/MS および SPME-GC/MS では検水 10 mL に対して 5  $\mu$ L の割合、SPE-GC/MS では検水 500 mL に対し 5  $\mu$ L 加えるよう告示法で規定されているが、392 機関中 116 機関 (29.6%) で告示法どおりの内標標準液の添加量ではなかった (図 4.15)。統計分析結果別で見ると、ジェオスミンでは逸脱機関は  $|Z| \geq 3$  と棄却機関で該当率が最も高く (図 4.16)、2-メチルイソボルネオールでは棄却機関で最も多かった (図 4.17)。検査機関別 (図 4.18) でみると、水道事業者等で最も高く (42.3%)、次いで衛生研究所等、登録水質検査機関の順であった。また、検査方法別 (図 4.19) では、PT-GC/MS (44.4%) で逸脱機関の割合が最も高かった。

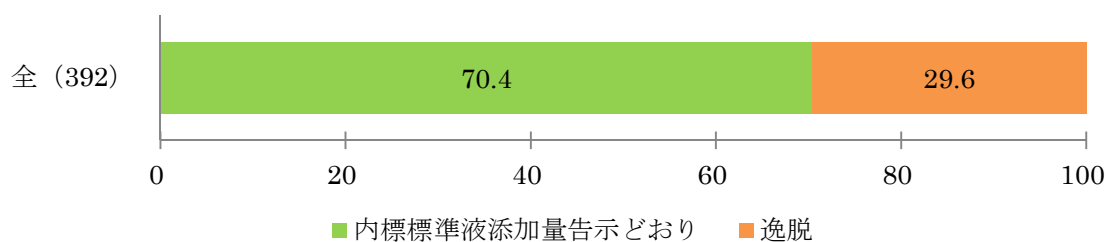


図 4.15 内標標準液の添加量 (全体) (カッコ内数値：機関数、単位：%)

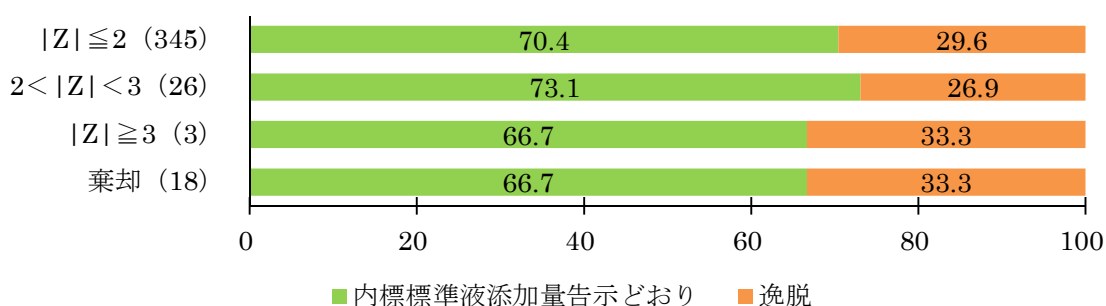


図 4.16 内標標準液の添加量 (統計分析結果別、ジェオスミン) (カッコ内数値：機関数、単位：%)

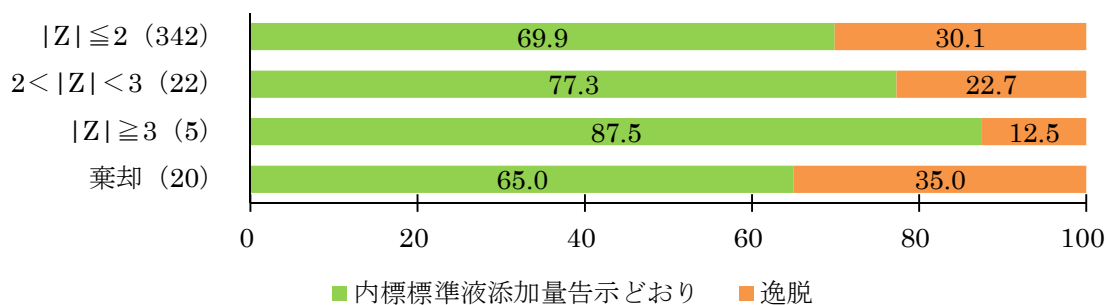


図 4.17 内標標準液の添加量 (統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール) (カッコ内数値：機関数、単位：%)

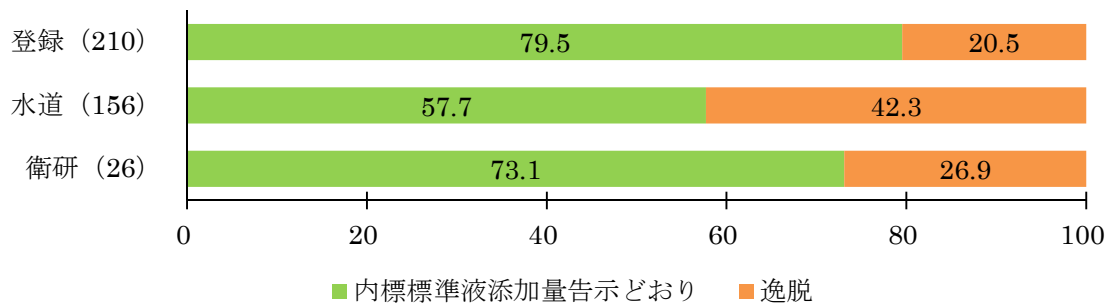


図 4.18 内標標準液の添加量（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

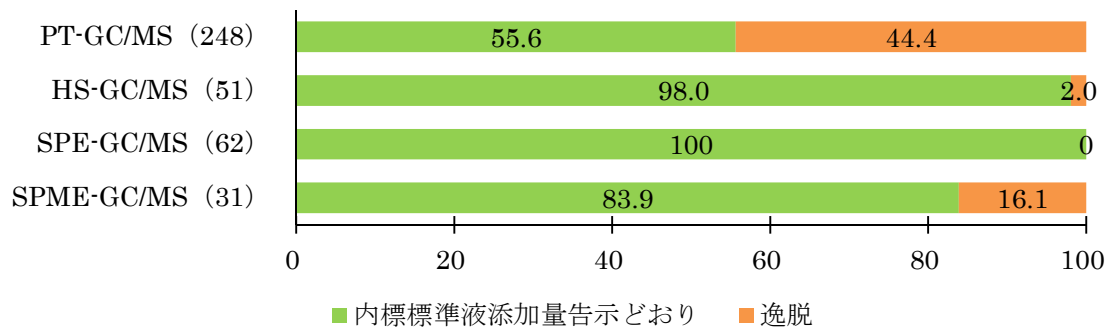


図 4.19 内標標準液の添加量（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

#### 4. 1 6. 内標標準液の用時調製

全機関における内標標準液の用時調製の逸脱状況を図 4.20～4.24 に示す。告示法どおり内標標準液の用時調製を実施していない機関は 392 機関中 20 機関 (5.1%) であった (図 4.20)。統計分析結果別で見ると、ジェオスミンでは逸脱機関は $|Z| \leq 2$  のみで観察され (図 4.21)、2-メチルイソボルネオールでは逸脱機関は  $2 < |Z| < 3$ 、 $|Z| \geq 3$  の順で逸脱機関の割合が高かった (図 4.22)。検査機関別 (図 4.23) でみると、水道事業者等で最も高く (7.7%)、衛生研究所等および登録水質検査機関は同程度で低かった (3.8 および 3.3%)。また、検査方法別 (図 4.24) では、SPME-GC/MS (9.7%) で逸脱機関の割合が最も高く、次いで、HS-GC/MS (7.8%) の順であった。

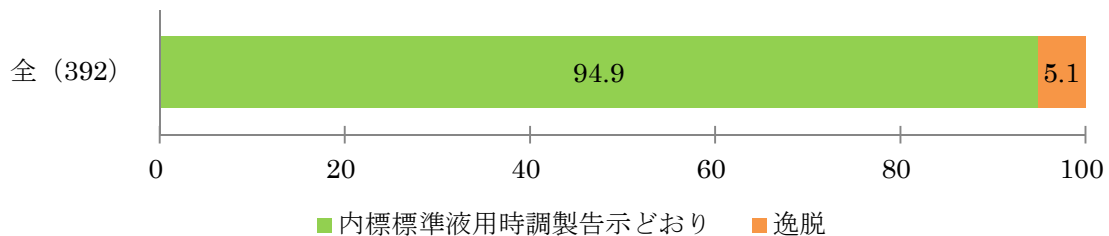


図 4.20 内標標準液の用時調製（全体）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

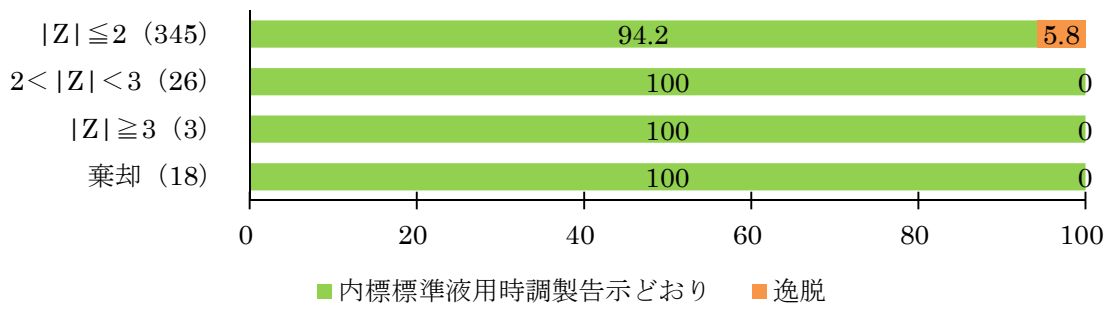


図 4.21 内標標準液の用時調製（統計分析結果別、ジェオスミン）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

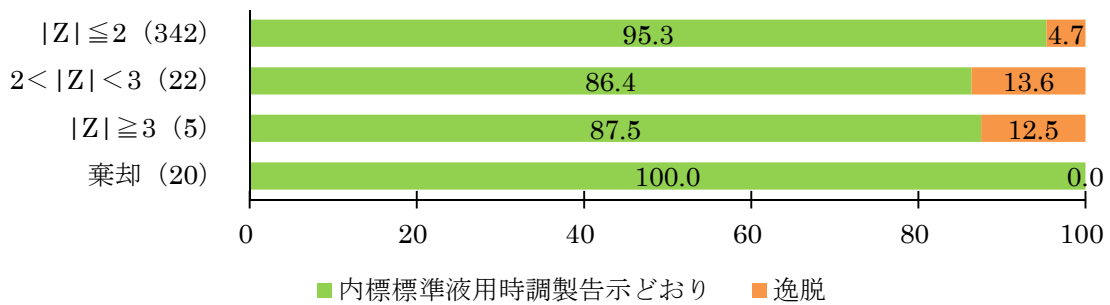


図 4.22 内標標準液の用時調製（統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

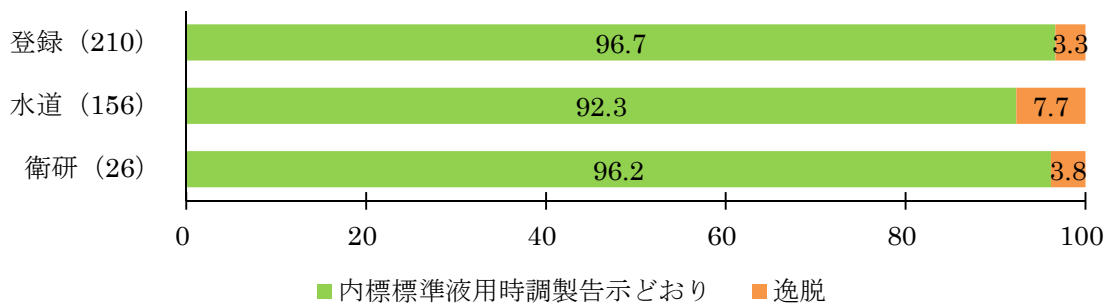


図 4.23 内標標準液の用時調製（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

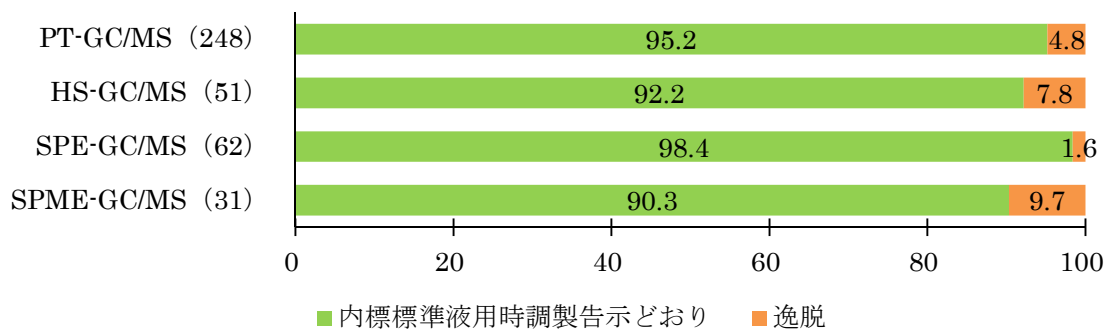


図 4.24 内標標準液の用時調製（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）



#### 4. 17. 標準原液濃度

全参加機関における標準原液濃度の逸脱状況について図 4. 25～4. 29 に示す。標準原液濃度については、4 検査法とも 100 mg/L と告示法で規定されている。本調査では分析化学的観点から 100 mg/L 未満について逸脱として処理した。392 機関中 20 機関 (5.1%) で逸脱が認められた (図 4. 25)。この結果を統計分析結果別 (図 4. 26 および 4. 27) でみるとジェオスミン、2-メチルイソボルネオールともに棄却機関で最も多く (16.7 および 15.0%) で次いで  $|Z| \leq 2$  のみで逸脱機関があり、検査機関別 (図 4. 28) でみると衛生研究所等 > 登録水質検査機関 > 水道事業者等の順で逸脱機関が多かった。また、検査方法別 (図 4. 29) では PT-GC/MS > SPE-GC/MS > HS-GC/MS の順で多く SPME-GC/MS では逸脱は観察されなかった。

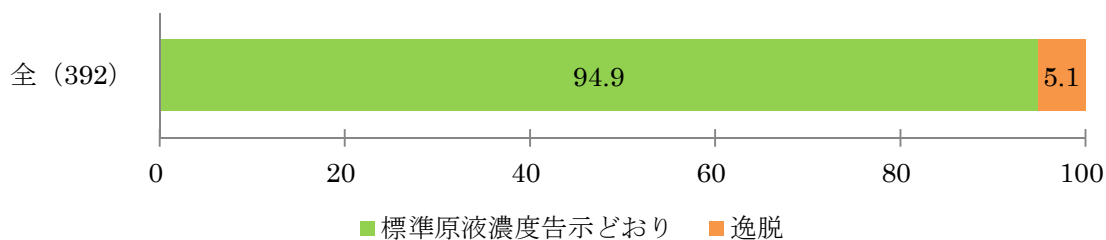


図 4. 25 標準原液濃度 (全体) (カッコ内数値：機関数、単位：%)

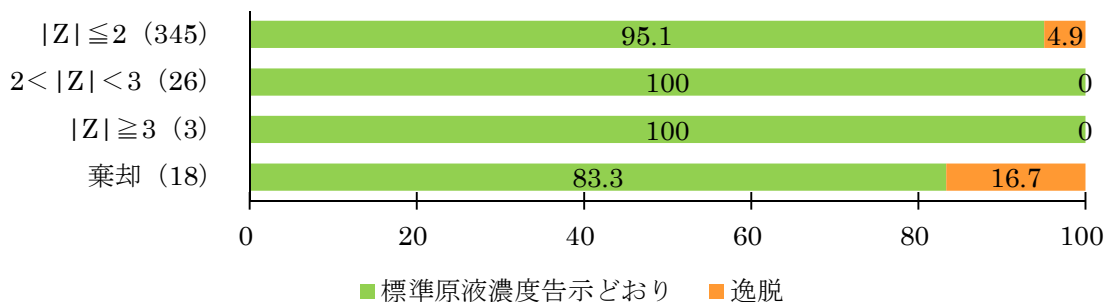


図 4. 26 標準原液濃度 (統計分析結果別、ジェオスミン) (カッコ内数値：機関数、単位：%)

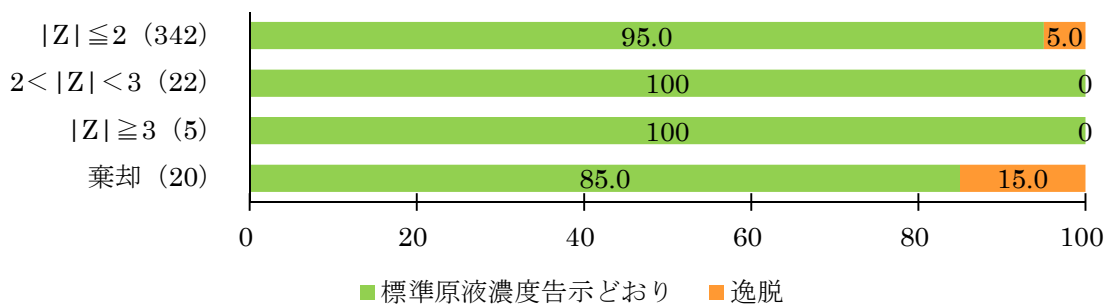


図 4. 27 標準原液濃度 (統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール) (カッコ内数値：機関数、単位：%)

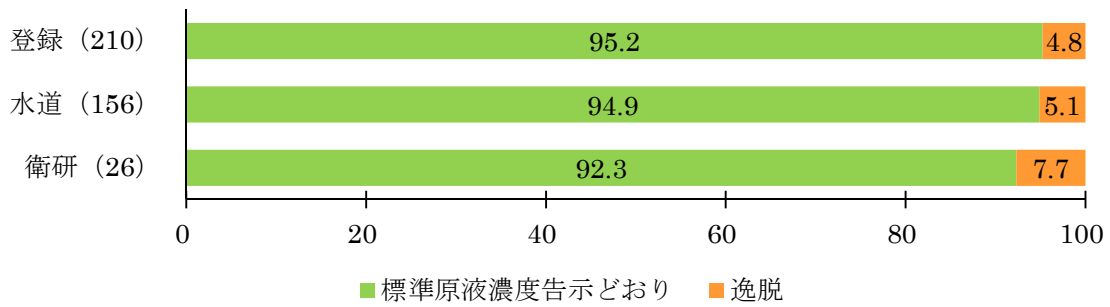


図 4.28 標準原液濃度（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

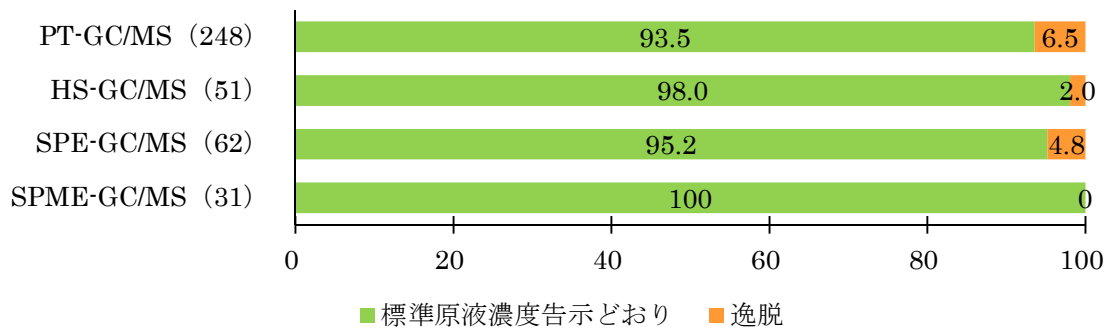


図 4.29 標準原液濃度（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

#### 4. 1 8. 標準液の用時調製

全参加機関における標準液の用時調製の逸脱状況を図 4.30～4.34 に示す。告示法において、標準液は使用の都度調製することと規定されているが、392 機関中 6 機関（1.5%）が標準液を用時調製せず一定期間保存するとしていた（図 4.30）。この結果を統計分析結果別でみると、ジェオスミンについては  $|Z| \leq 2$  のみで該当が有り（図 4.31）、2-メチルイソボルネオールについては、棄却機関では該当がないもの、 $|Z| \geq 3$ 、 $2 < |Z| < 3$ 、 $|Z| \leq 2$  の順で逸脱機関の割合が高かった（図 4.32）。検査機関別（図 4.33）でみると衛生研究所等で該当はなかったが、水道事業体等 > 登録水質検査機関の順で逸脱の割合が高かった。また、検査方法別（図 4.34）では HS-GC/MS が最も高く、次いで SPME-GC/MS、SPE-GC/MS、PT-GC/MS の順で逸脱機関の割合が高かった。

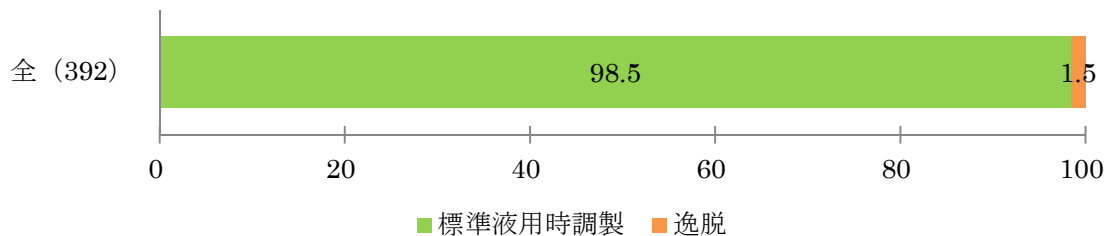


図 4.30 標準液の用時調製（全体）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

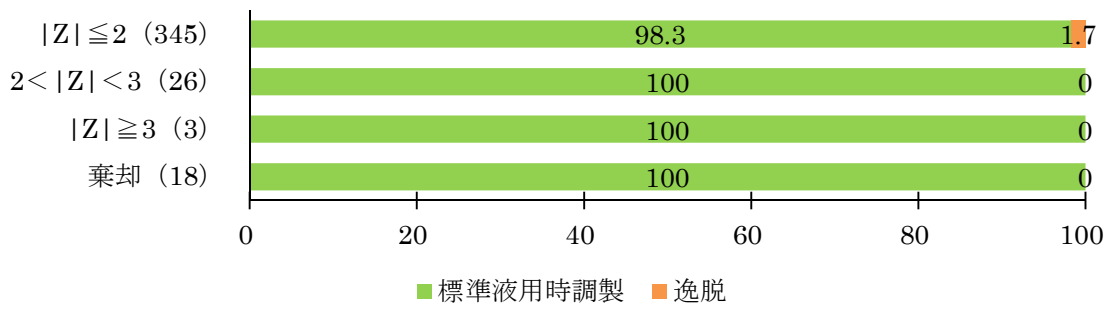


図 4.31 標準液の用時調製（統計分析結果別、ジェオスミン）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

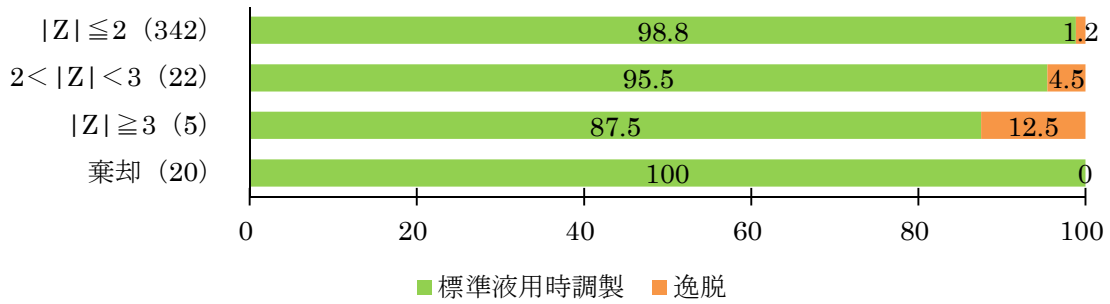


図 4.32 標準液の用時調製（統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

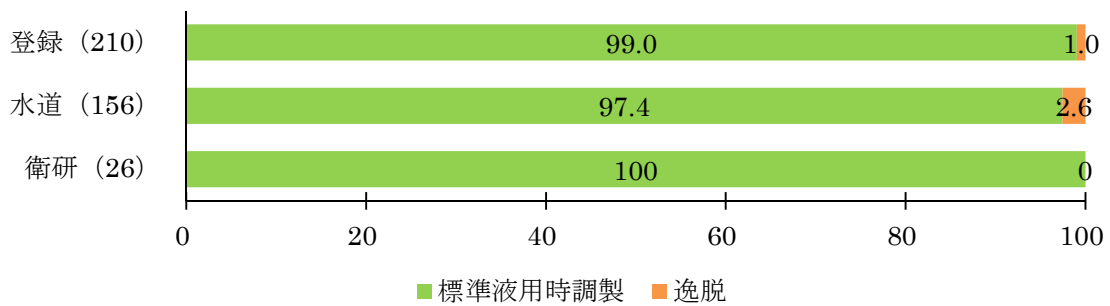


図 4.33 標準液の用時調製（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

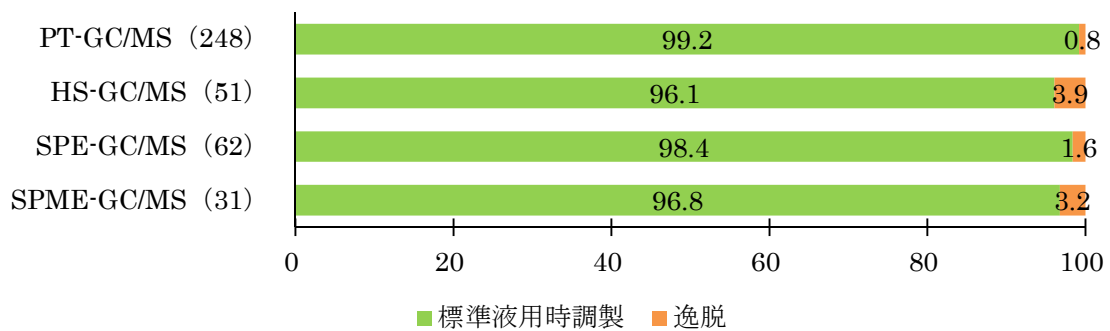


図 4.34 標準液の用時調製（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

#### 4. 19. 標準原液の種類

全参加機関における用いた標準原液の種類について図 4.35～4.39 に示す。告示法において、標準原液は自己調製のみ示しているが、平成 25 年 4 月より、計量法第 136 条もしくは第 144 条の規定に基づく証明書又はこれらに相当する証明書が添付され、かつ、各号の別表に定める標準原液と同濃度の市販標準原液の使用が認められた。本調査は上記改正後の最初の調査となるが、例年、標準原液を自己調製とする機関が数機関であるのに対し、今年度調査では大幅に増加しており、392 機関中 46 機関（11.7%）が該当した（図 4.35）。この結果を統計分析結果別でみると、ジェオスミンでは $|Z| \geq 3$  では該当しないものそれ以外の群ではほぼ同程度（11.1～12.5%）であり（図 4.36）、2-メチルイソボルネオールでは棄却機関で自己調製している機関の割合がやや高く（15.0%）その他の群では同程度（11.4～13.6%）であった（図 4.37）。検査機関別（図 4.38）でみると登録水質検査機関＞衛生研究所等＞水道事業者等の順で自己調製している機関が多かった。また、検査方法別（図 3.39）では HS-GC/MS（21.6%）で自己調製している機関の割合がやや多かった。

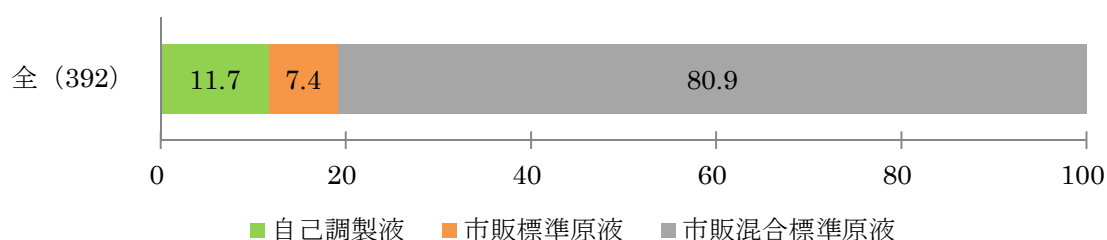


図 4.35 標準原液の種類（全体）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

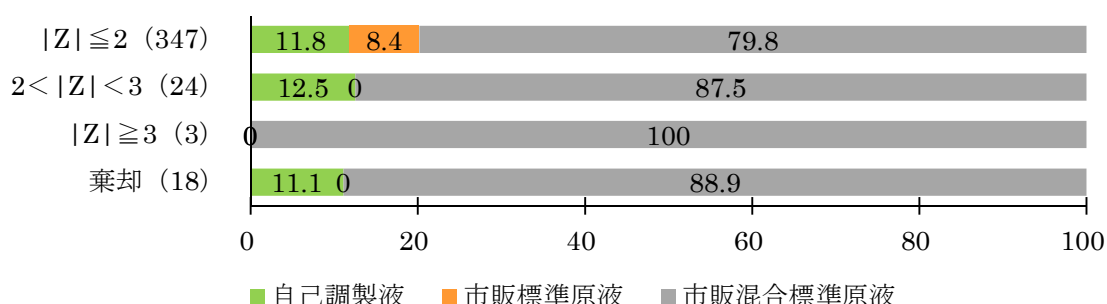


図 4.36 標準原液の種類（統計分析結果別、ジェオスミン）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

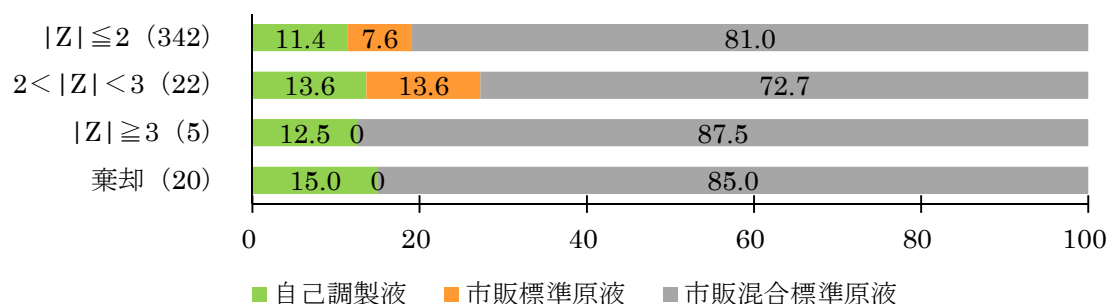


図 4.37 標準原液の種類（統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

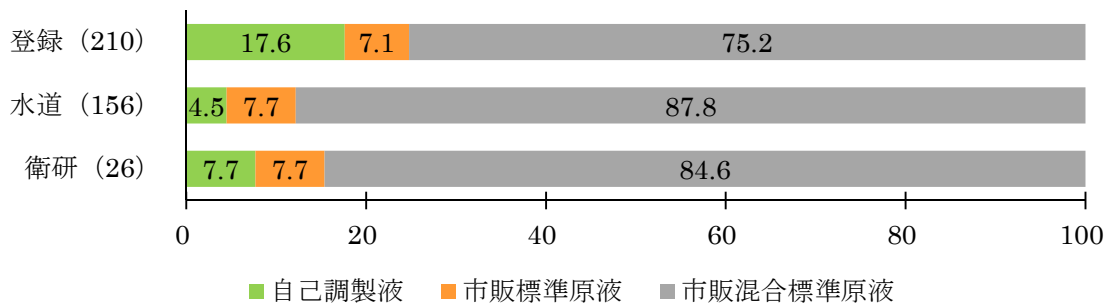


図 4.38 標準原液の種類（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

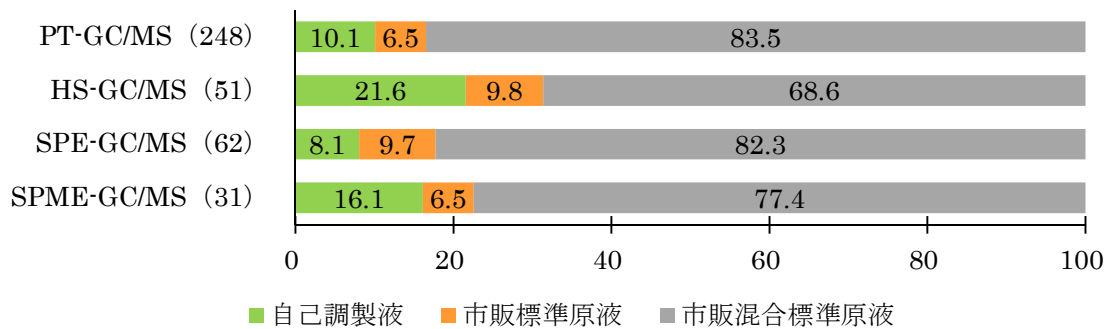


図 4.39 標準原液の種類（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

#### 4. 20. 検量線の濃度範囲

全参加機関における検量線試料の濃度範囲の逸脱状況を図 4.40～4.44 に示す。告示法において、検量線試料の濃度の上限は各検査法ともに規定されているが、392 機関中 28 機関（7.1%）が、告示法の検量線範囲の上限を超えていた。（図 4.40）。この結果を統計分析結果別でみると、ジェオスミンおよび 2-メチルイソボルネオールともに棄却機関で最も逸脱機関の割合が高く（図 4.41 および 4.42）、検査機関別（図 4.43）でみると登録水質検査機関＞衛生研究所等＞水道事業者等の順で逸脱している機関が多かった。また、検査方法別（図 4.38）では SPE-GC/MS で最も逸脱機関の割合が高く、次いで、HS-GC/MS＞PT-GC/MS の順で逸脱している機関が多く、一方、SPME-GC/MS では逸脱している機関はなかった。

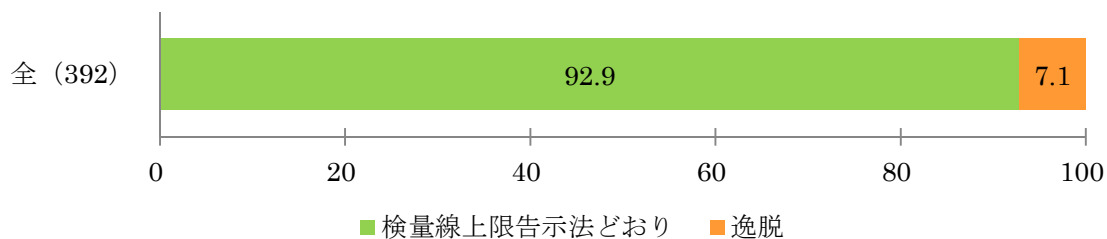


図 4.40 検量線の濃度範囲（全体）（カッコ内数値：機関数、単位：％）

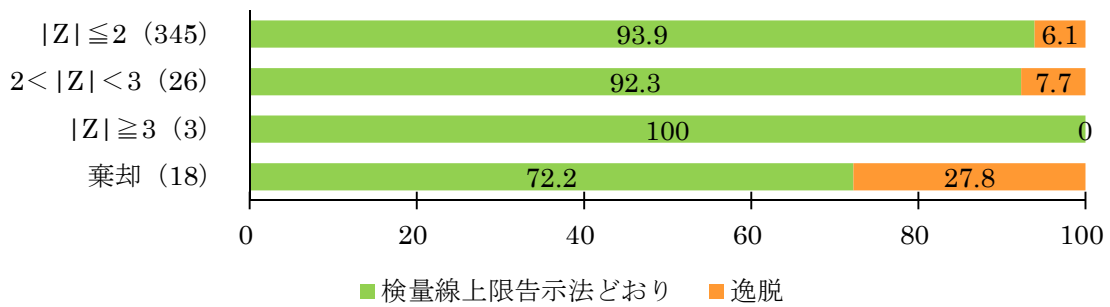


図 4.41 検量線の濃度範囲（統計分析結果別、ジェオスミン）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

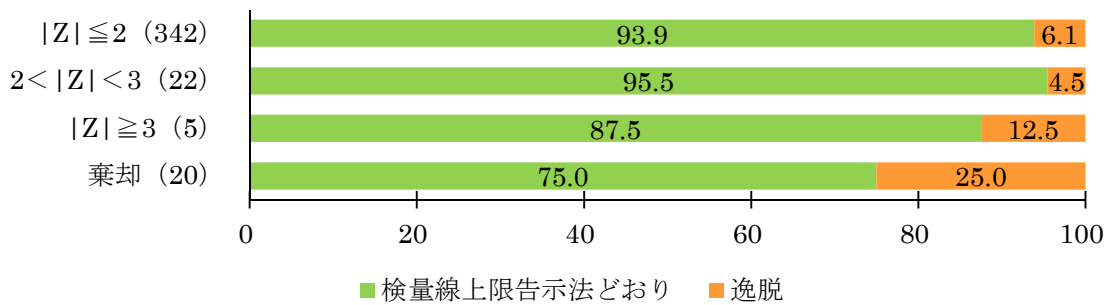


図 4.42 検量線の濃度範囲（統計分析結果別、2-メチルイソボルネオール）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

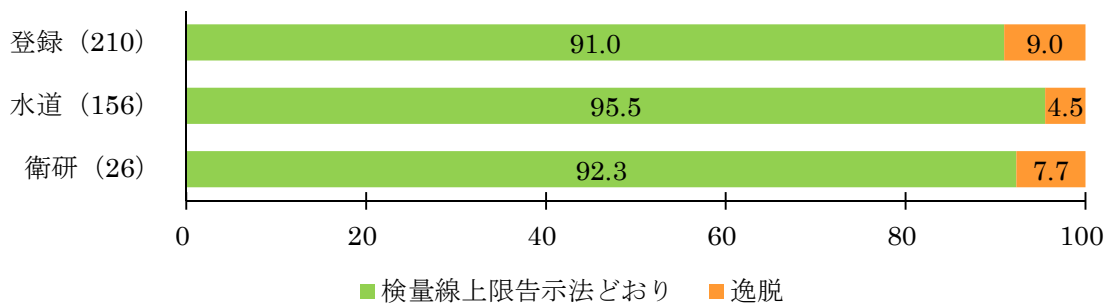


図 4.43 検量線の濃度範囲（検査方法別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）

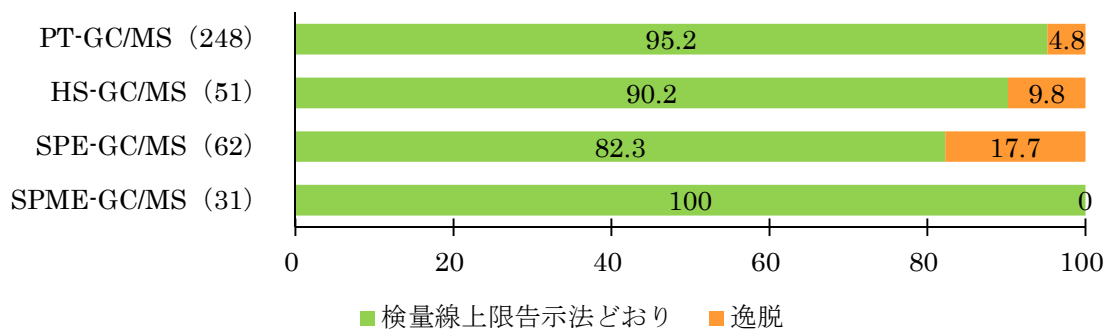


図 4.44 検量線の濃度範囲（検査機関別）（カッコ内数値：機関数、単位：%）