

令和3年10月27日

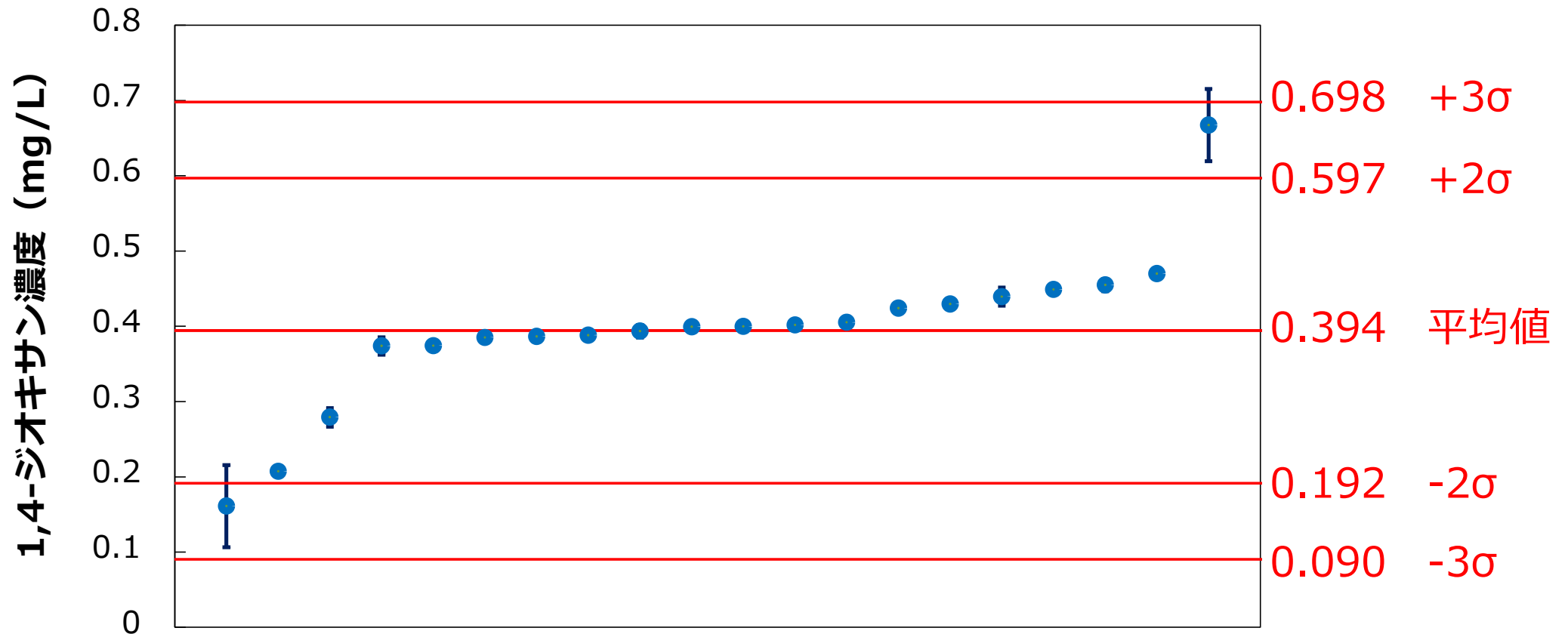
# 令和3年度 埼玉県水質分析精度管理調査 解析結果報告 (1,4-ジオキサン)

埼玉県環境科学国際センター  
水環境担当

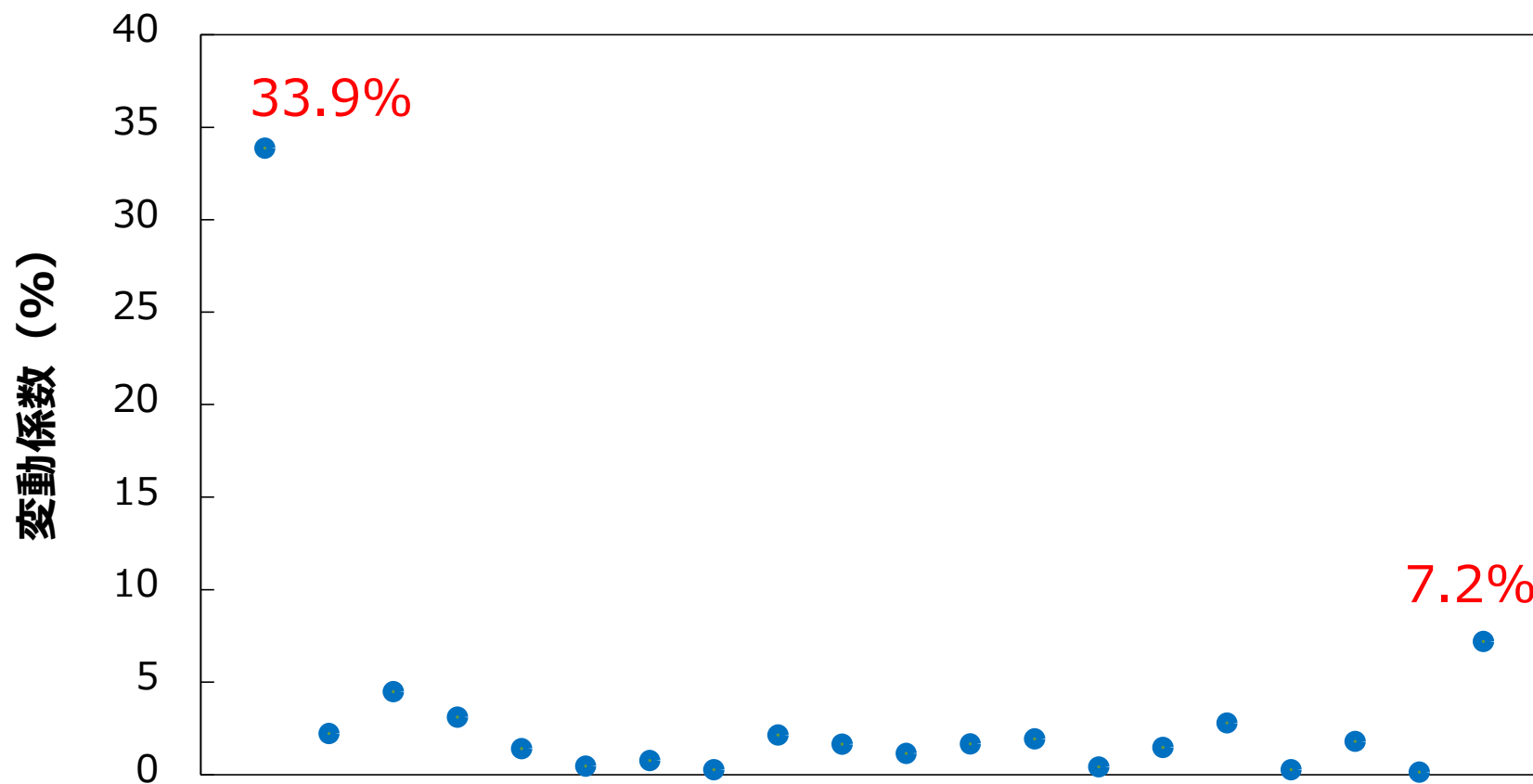


埼玉県マスコット  
「コバトン」「さいたまっち」

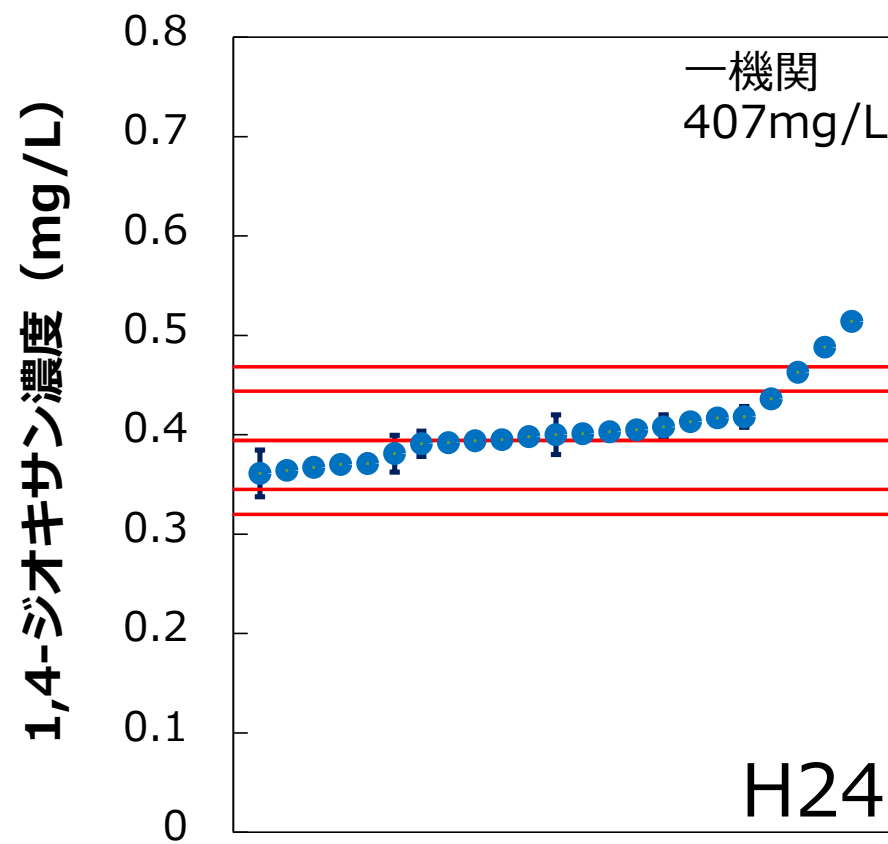
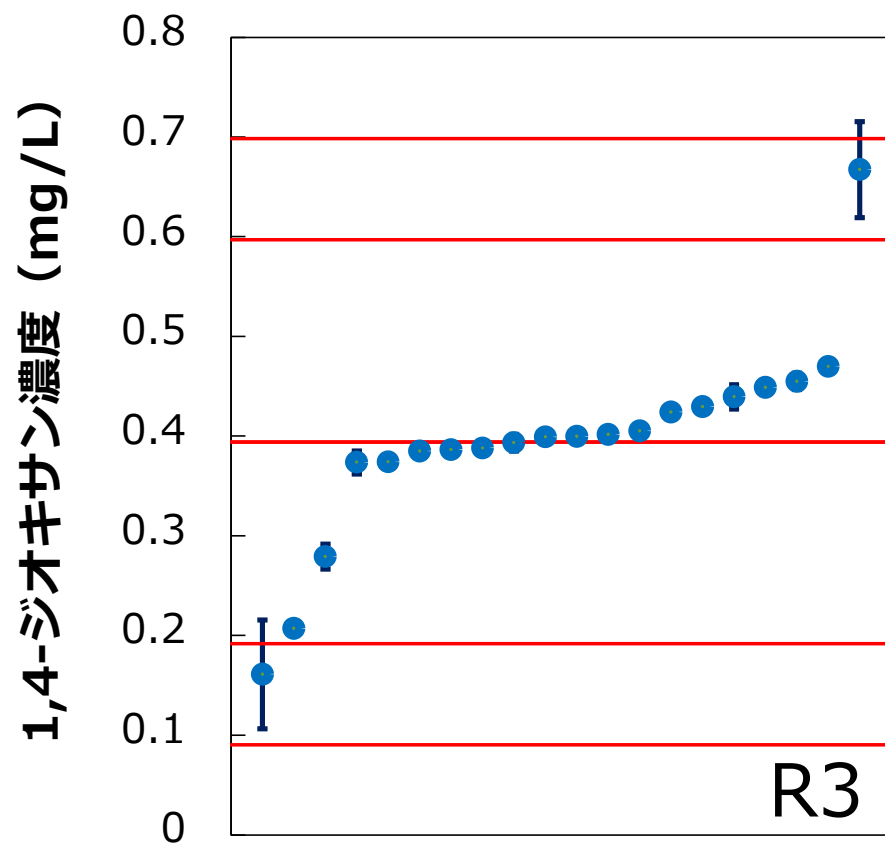
# 結果概要 (設定値0.40mg/L)



# 機関内の変動係数



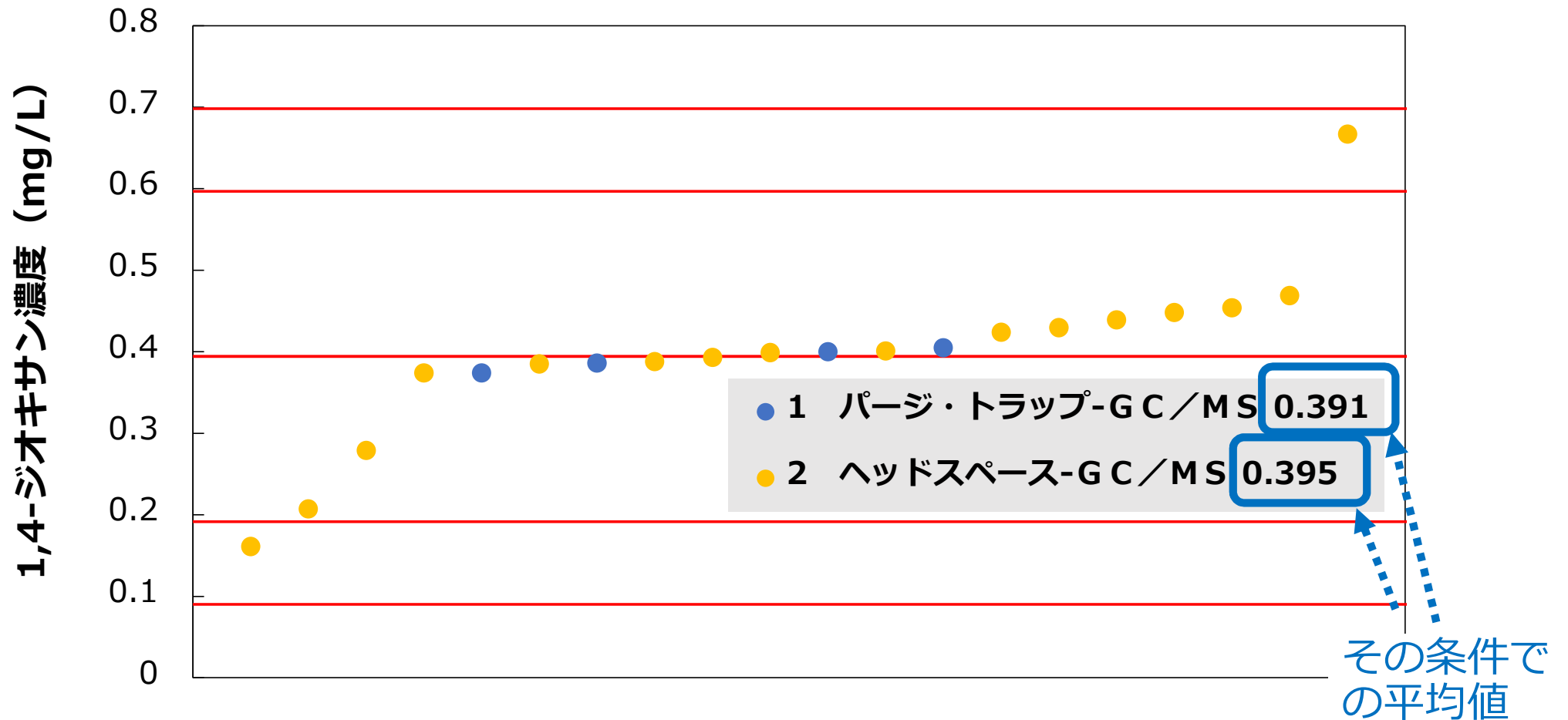
# R3とH24の比較



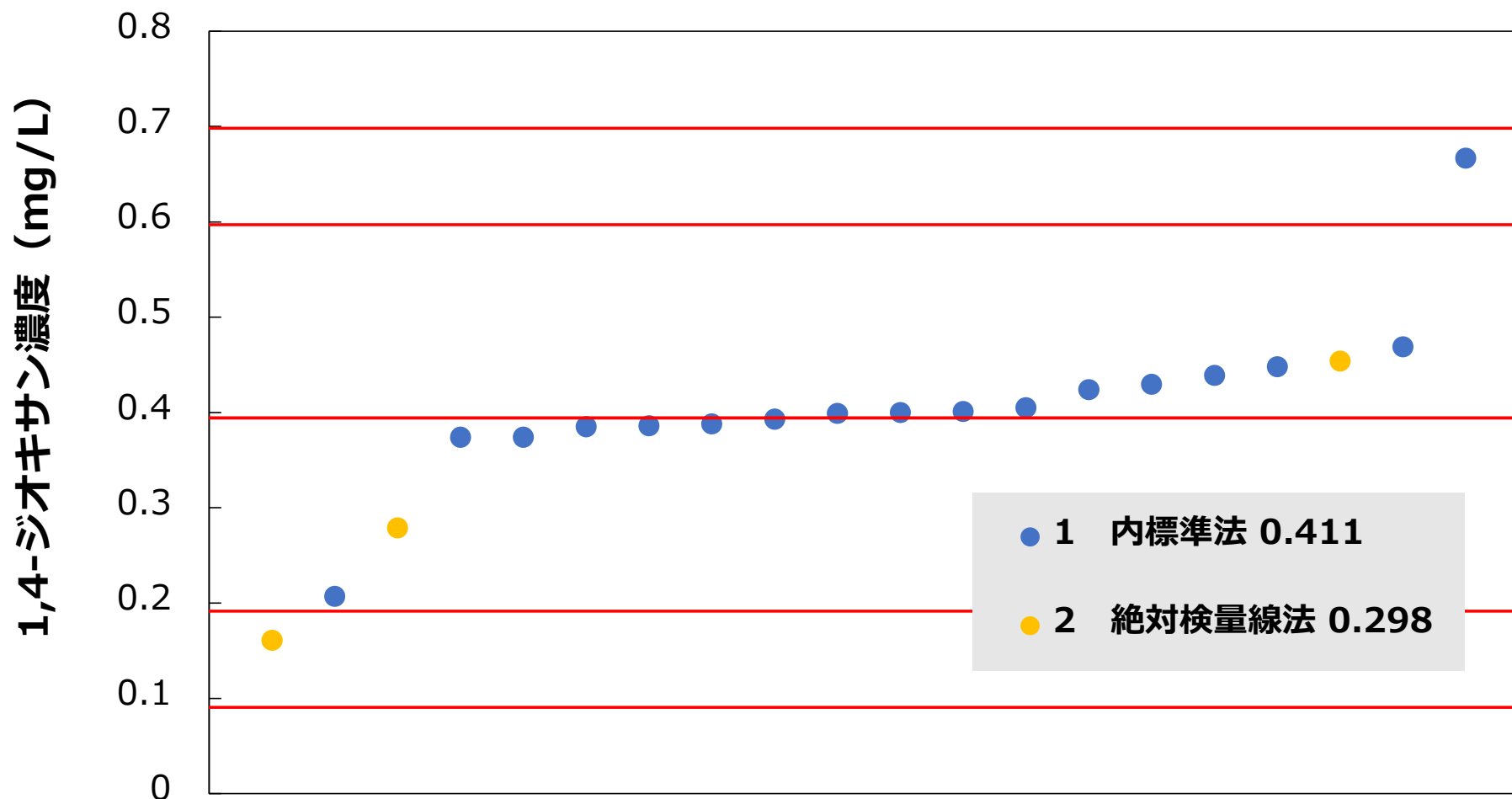
# 分析方法

分析方法		機関数(R3)	機関数(H24)
1 パージ・トラップ-GC/MS	スキャン	0	2
	SIM	4	3
2 ヘッドスペース-GC/MS	スキャン	3	1
	SIM	13	8
3 活性炭抽出-GC/MS	スキャン	0	0
	SIM	0	10

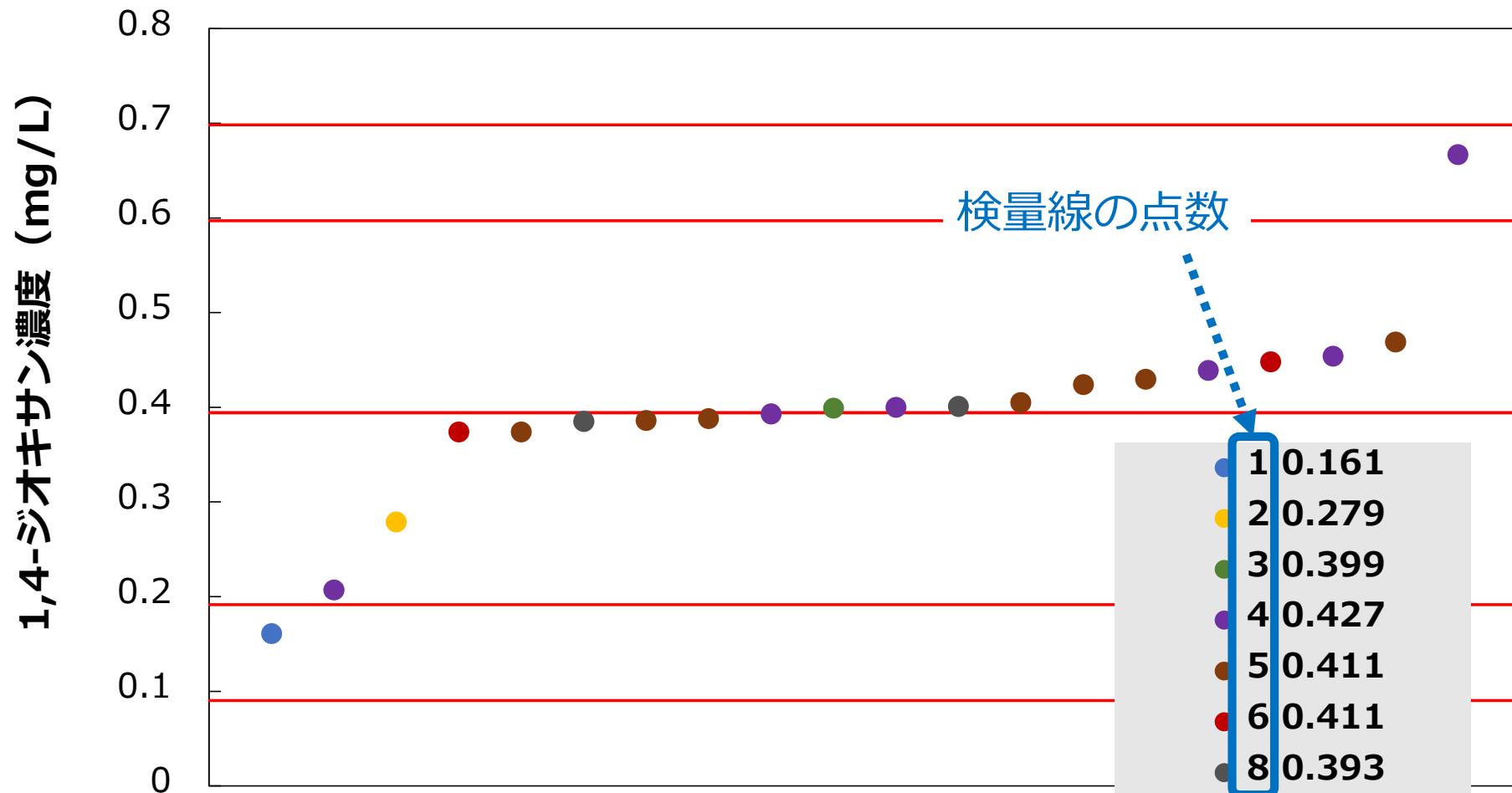
# 分析方法による測定結果の比較



# 検量線の作成方法による測定結果の比較



# 検量線の点数による測定結果の比較





# 最大値および最小値について

(測定結果が設定値から離れた考えられる要因)

## ■ 最大値 (0.667mg/L)

- ✓ HSの平衡時間が2分と最小。
- ✓ 保持時間が0.4分程度と他の機関に比べ短い。

## ■ 最小値 (0.161mg/L)

- ✓ 結果記入表では不検出での報告。
- ✓ 絶対検量線法を採用。
- ✓ 検量線の作成点数が1点。1000mg/L。
- ✓ 保持時間が0.4分程度と他の機関に比べ短い。
- ✓ HSの平衡温度、平衡時間が未記入。

## その他の条件など

- ✓ スプリット有はP&Tで2機関、HSで5機関。
- ✓ 窒素ガス使用は2機関。ただし、ガスの種類は未記入の機関が多い。
- ✓ 内標はフルオロベンゼン1機関、トルエン-d8 1機関、1,4-ジオキサン-d8 11機関、未記入4機関。
- ✓ 計測方法として、全機関がピーク面積。ピーク高さは0機関。

# ページ・トラップ

- ✓ TELEDYNE TEKMAR Atomx
- ✓ TEKMAR AQUA PT 5000J
- ✓ 島津製作所 PT7000
- ✓ ジーエルサイエンス PT7000

ここから、6枚は  
使用機材などの紹介になります

# ヘッドスペース

- ✓ 日本電子(株) STRAP
- ✓ 日本電子 Strap-HS
- ✓ 日本電子 S-trap HS
- ✓ JEOL MS62070 STRAP HSサンプラー
- ✓ 日本電子 EQ-12031HSA
- ✓ 日本電子 12031 HAS
- ✓ パーキンエルマー TurboMatrixHS40
- ✓ パーキンエルマー HS40
- ✓ パーキンエルマー製 TurboMatrix HS40
- ✓ 島津製作所 HS-20
- ✓ SHIMADZU GCMS-QP2010 Plus
- ✓ Agilent 7697A
- ✓ Agilent G1888
- ✓ Agilent Technologies G1888

# トラップ管

- ✓ GLサイエンス GL trap1
- ✓ GLサイエンス AQUA-Trap1
- ✓ ジーエルサイエンス GL TRAP1
- ✓ ジーエルサイエンス AQUA TRAP 1
- ✓ ジーエルサイエンス AQUA TRAP 1
- ✓ AQUATRAP 1
- ✓ AQUA Trap-1
- ✓ JEOL AQUA TRAP-1
- ✓ 日本電子(株) 1,4-ジオキサン用焼き出し済 トラップ管
- ✓ TELEDYNE TEKMAR Purge Trap"9"
- ✓ Air Monitoring Trap

# GC

- ✓ Agilent 6850
- ✓ アジレントテクノロジー製 6890N
- ✓ Agilent 7890A
- ✓ アジレント・テクノロジー 7890A
- ✓ Agilent Technologies 7890A
- ✓ アジレント社 GC7890A
- ✓ アジレント7890AGC
- ✓ アジレント 7890B
- ✓ Agilent Technologies 7890B
- ✓ アジレント・テクノロジー 7890B
- ✓ アジレントテクノロジー 8890
- ✓ Agilent 7890B
- ✓ SHIMAZU GC-2010
- ✓ SHIMAZU G C 2010
- ✓ SHIMADZU GC2010
- ✓ 島津 G C 2 0 1 0 Plus
- ✓ 島津製作所 GCMS-QP2010 Ultra
- ✓ 島津製作所 GC-MS QP2020
- ✓ 島津製作所 G C -2030
- ✓ 島津製作所 GC-2030

# MS

- ✓ Agilent Technologies 5877B MSD
- ✓ Agilent 5975C
- ✓ Agilent Technologies, 5975C
- ✓ Agilent 5977A
- ✓ 日本電子製 K9
- ✓ 日本電子 Q1000GC MK2
- ✓ 日本電子 JMS-Q1000GCMK II
- ✓ 日本電子 JMS-Q1050
- ✓ 日本電子 JMS-Q1500
- ✓ JMS Q1500GC
- ✓ 日本電子(株) MS-Q1500GC
- ✓ 日本電子 J M C - Q 1500
- ✓ SHIMADZU GCMS-QP2010 Plus
- ✓ SIMAZU G C M S - Q P 2010 P L u s
- ✓ SHIMAZU GCMS-QP2010plu
- ✓ 島津 G C Q P 2 0 1 0 Ultra
- ✓ 島津製作所 GC-MS QP2020
- ✓ 島津製作所 GCMS-QP2020 NX
- ✓ 島津製作所 G C M S - Q P 2020NX

# 使用した水

- ✓ ミネラルウォーター (ボルビック)
- ✓ ミネラルウォーター (ボルビック)
- ✓ ミネラルウォーター ボルビック
- ✓ ミネラルウォーター (Volvic)
- ✓ ミネラルウォーター (ボルビック)
- ✓ milliQ ミネラルウォーター (ボルビック)
- ✓ ミネラルウォーター (エビアン)
- ✓ エビアン
- ✓ ミネラルウォーター (サントリー天然水)
- ✓ ミネラルウォーター (自然の恵み 天然水)
- ✓ ミネラルウォーター (南アルプスの天然水)
- ✓ ミネラルウォーター (森の水だより)
- ✓ ミネラルウォーター (クリスタルガイザー)
- ✓ 純水
- ✓ ミリQ超純水
- ✓ ミリQ超純水
- ✓ ミリQ超純水
- ✓ ミリQ超純水
- ✓ 煮沸した超純水
- ✓ 蒸留水



# He不足時の対応（抜粋）

- ✓ 検討していません。
- ✓ 分析試料が無い時には、He流量を可能な限り下げる。現状では、キャリアガスの変更（Heより、窒素、水素へ）は検討していない。
- ✓ ボンベ内のヘリウムをぎりぎりまで使用し、不足にならないよう、予備のボンベを事前に用意する。それでも間に合わないときは、分析が滞りない程度にGC-MSを停止する。
- ✓ パージ・トラップ-GC/MSが遊休時にはヘリウムガスの使用量を抑えるメソッドに切り替えている。
- ✓ キャリアーガスをヘリウムから水素に切り替えて分析している。
- ✓ 測定時以外はHeガスの流量を半分にするメソッドにて待機させる。
- ✓ H<sub>2</sub>発生装置を購入し、H<sub>2</sub>でも分析が可能なようにキャリアーガスを切り替えられるようにしている。メソッドも作成済み。
- ✓ 待機時は窒素ガスで置換する。
- ✓ Heガスは常に2本のストックがあるよう購入しているので不足になったことがない。
- ✓ できる限り事前購入している。

# 内部精度管理（抜粋）

- ✓ 現状特になし
- ✓ 水道法に基づく内部精度管理を実施（1回/3年）
- ✓ 年に1回添加回収試験を行い、精度を確認する
- ✓ 年2回河川水での添加回収試験を実施している
- ✓ 操作ブランクによるコンタミネーションの確認、検量線分析後のブランクによるキャリーオーバーの確認、既知濃度による感度確認を行っている。
- ✓ 0.005mg/l標準濃度について繰り返し測定
- ✓ 調整した濃度を伏せた試料を用いて、検査実施標準作業書に定められた方法により検査する技能
- ✓ 試料約10測定ごとに既知濃度の標準溶液を測定し、回収率が設定濃度の±20%以内であることを確認している
- ✓ 平衡測定を実施、チェックサンプルを実施
- ✓ 濃度既知サンプルを分析する
- ✓ 既知濃度試料の測定
- ✓ 濃度既知の標準物質を測定ごとに入れて確認
- ✓ 6ヶ月に1回程度、標準液から任意の濃度に調製した試料を測定する