

<物 件>

高速液体クロマトグラフ質量分析装置 仕様書

1	物件名称	高速液体クロマトグラフ質量分析装置
2	品質・形状・寸法又は型式	特記仕様書のとおり
3	グリーン物品の指定	指定しない
4	数量 (単価契約の場合は予定数量)	高速液体クロマトグラフ質量分析装置 一式
5	納入期限	令和6年3月22日(金)
6	納入場所	横須賀市西逸見町2丁目10番地 逸見総合管理センター
7	特記事項	(1)納入場所までの輸送費、据付調整費等、当該製品が使用可能状態となるまでに必要な一切の費用を含むこと。 (2)装置納入後、別紙1「高速液体クロマトグラフ質量分析装置 特記仕様書」の「5. 分析条件等の設定」に示した内容で、機器の設定を行うこと。 (3)装置納入後、設置機器を用い操作説明会を実施すること。 (4)装置について、保証期間が納入後1年以上あること。 詳細は別紙1特記仕様書を参照のこと。
8	契約方法	総価契約
9	支払方法	一括払い
10	その他事項	この仕様書に定めのない事項及び疑義を生じた場合は、別途協議するものとする。
11	連絡先	横須賀市上下水道局技術部浄水課水質検査係 担当者 中嶋京介 電話046-822-7898 FAX046-822-7894

指示事項

グリーン物品	上記で指定がある場合は、横須賀市グリーン購入基本方針及び調達方針に基づく環境物品を選定し、納品すること。 方針については、本市のホームページ「よこすかのグリーン購入」参照してください。
--------	---

高速液体クロマトグラフ質量分析装置 特記仕様書

1. 数量

高速液体クロマトグラフ質量分析装置 1式

2. 構成

- ・液体クロマトグラフ
- ・質量分析計
- ・窒素発生装置

3. 納入場所

横須賀市西逸見町2丁目10番地

横須賀市上下水道局逸見総合管理センター 2階 機器分析室1

4. 納入期限

令和6年3月22日(金)

5. 分析条件等の設定

装置納入後に、(1)に示した対象物質について、(2)及び(3)に示した分析条件等の設定を行うこと。

(1) 対象物質

ア ハロ酢酸

水質基準に関する省令(平成15年5月30日厚生労働省令第101号)に定められているクロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸

イ 臭素酸

水質基準に関する省令(平成15年5月30日厚生労働省令第101号)に定められている臭素酸

ウ 農薬類

水質管理目標設定項目の検査方法(平成15年10月10日付健水発第1010001号)(最終改正 令和5年3月24日)の別添20の2で対象とされている農薬

エ 有機フッ素化合物

水質管理目標設定項目の検査方法(平成15年10月10日付健水発第1010001号)(最終改正 令和5年3月24日)に定められているペルフルオロオクタンスルホン酸(PFOS)、ペルフルオロオクタン酸(PFOA)及びペルフルオロヘキサンスルホン酸(PFHxS)

(2) 分析メソッドの作成

ア ハロ酢酸

水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法(平成 15 年厚生労働省告示第 261 号)の別表第 17 の 2 に基づく方法

イ 臭素酸

水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法(平成 15 年厚生労働省告示第 261 号)の別表第 18 の 2 に基づく方法

ウ 農薬

水質管理目標設定項目の検査方法(平成 15 年 10 月 10 日付健水発第 1010001 号)(最終改正 令和 5 年 3 月 24 日)の別添 20 の 2 に基づく方法

エ 有機フッ素化合物

水質管理目標設定項目の検査方法(平成 15 年 10 月 10 日付健水発第 1010001 号)(最終改正 令和 5 年 3 月 24 日)に基づく方法。ただし濃縮倍率は 50 倍以内とする。

(3) 検量線の作成

ア ハロ酢酸

検量線濃度範囲は、0.002～0.02 mg/L とする。各々のハロ酢酸における検量線の濃度及び点数については、装置納入時までに別途指示する。

イ 臭素酸

検量線濃度範囲は、0.001～0.01mg/L とする。

ウ 農薬

検量線濃度範囲は、0.002 µg/L～0.01 mg/L とする。各々の農薬における検量線の濃度及び点数等については、「9. 農薬類検量線濃度範囲」のとおり。

エ 有機フッ素化合物

検量線濃度範囲は、250～2500 ng/L とする。この検量線に 50 倍濃縮した検水を適用する(検水濃度範囲として 5～50 ng/L)。

6. 機器仕様

下記(1)～(5)の機器仕様を満たし、かつ 40 時間以内にハロ酢酸、臭素酸を連続で交互に 3 併行測定し、水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインの基準を満たす仕様であること。詳細は「7. 参考物品」を参照すること。

(1) オートサンプラー

- ・ニードルとニードルシールの洗浄が 3 種類以上の溶液で洗浄可能、もしくはクロスコンタミネーションが 0.0015% 以下であること
- ・1.5mL または 2.mL バイアルを 162 本以上セットできること
- ・注入量範囲は 1～50µL を含む範囲であること

- ・サンプル冷却が 4°Cまで設定が可能であること
 - ・リークセンサーを備えていること
- (2) 液体クロマトグラフ部
- ・4 液低圧混合グラジエント方式であること
 - ・7 種類以上の移動相が接続でき、移動相ボトルを液体クロマトグラフ部に設置できること
 - ・ディレイカラムを接続できること
 - ・脱気機能がついていること
 - ・リークセンサーを備えていること
 - ・30cm カラムを 4 本以上収納できること
 - ・高耐圧仕様 (70Mpa 以上) であること
 - ・6 本までカラムを選択できるバルブを有すること
- (3) 質量分析部
- ・質量範囲が m/z 5-1250 以上であること
 - ・極性切り替え時間が 25ms 以下であること
 - ・検出器がエレクトロンマルチプライヤーであること
 - ・質量スキャンスピードが 12000 Da/sec 以上であること
 - ・コリジョンセルが 90 度以上屈曲しており、クロストークが確認されないもの
 - ・イオン化法は ESI であること
 - ・コリジョンガスが窒素ガスであること
 - ・MS 部の汚染防止のため、ネブライザーとイオン導入口が直行型のイオンソースを有すること
- (4) 本体制御部
- ・操作、解析ソフトが日本語であること
 - ・Microsoft Office 2016 以上 (Word、Excel、PowerPoint) がインストールされていること
 - ・印刷速度が 1 分間に 30 枚以上の自動両面印刷対応の A4 カラーレーザープリンターであること (PC との接続ケーブルを有すること)
 - ・モニターは 23 インチ以上であること (PC との接続ケーブルを有すること)
- (5) 付属品
- 分析カラム類は装置に据え付けた状態で納品すること。
- ・有機フッ素化合物用カラム 1 本
 - ・ディレイカラム 1 本
 - ・農薬類測定カラム 1 本
 - ・ハロ酢酸測定用カラム 1 本
 - ・臭素酸測定用カラム 1 本

7. 参考物品

参考組み合わせ①

【高速液体クロマトグラフ部】：NexeraXR-4GE-SP(島津製作所)

【質量分析装置部】：Triple Quad 5500+System (エービー・サイエックス社)

参考組み合わせ②

【高速液体クロマトグラフ部】：1260 Infinity II (アジレント・テクノロジー社製)

【質量分析装置部】：6475 トリプル四重極 LC/MS (アジレント・テクノロジー社製)

参考物品として指定した機種もしくは上位機種以外の物品を納品しようとするときは、質問書送付マニュアルに沿って、下記の項目を明示した質問書を作成し、質問締切日時までに電子入札システムで送付して承認を得ること。承認されない場合は、参考物品もしくは上位機種以外での納品はできない。

- (1) 別紙2「参考物品もしくは上位機種以外の物品の納品を希望する場合に必要な分析データの提出について」の「6. 提出データについて」に記載のデータファイル式
- (2) 当該物品の製造（販売）元及び品番
- (3) 当該物品のカタログ等の写し（仕様が明記された箇所のみ）

8. 検収条件

対象物質が水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン（平成24年9月6日健水発0906第1～4号，最終改正：平成29年10月18日薬生水発1018第1～4号）の「4-1 検量線の作成」、「4-2 検量線の評価」に適合すること。

9. その他

- (1) 装置納入後、設置装置を用いた操作説明会を実施すること。
- (2) 装置について、保証期間が納入後1年以上あること。
- (3) 既存装置が設置してある実験台を敷地内の指定場所に移動させ、新規設置装置に対応する実験台を新たに設置すること
- (4) 既存のLC/MS（日本 Waters 社製）一式は設置前に撤去し、指定場所に移動させること
- (5) 新規装置の排気システムを隣室の機器分析室2にある局所排気装置に接続すること
- (6) 納入後1年以内に操作説明会とは別に2日間のハウストレーニングもしくはオンサイトトレーニングを実施すること

10. 農薬類検量線濃度範囲

測定農薬類及び検量線範囲は表1、表2のとおり。アシュラム、インダノファン、MCPA、ピラゾリネート（ピラゾレート）、トリクロピルの5成分については、表1、表2の条件で測定を実施する。しかしながら、目標値の100分1の定量下限を満たさない可能性の

ある農薬（水質管理目標設定項目検査方法の15ページに記載）であるため「8. 検収条件」の基準を適用しない（表1の備考欄に※注1と記載した）。

表1. 測定農薬および定量下限値

	農薬名	定量下限値[μg/L]	備考
A	カルボフラン	0.002	
B	シアナジン	0.01	
	イプフェンカルバゾン	0.01	
	フィプロニル	0.01	グループ A に移行希望
C	アシュラム	0.02	※注 1
	DMTP オキシソン	0.02	
D	インダノファン	0.04	※注 1
	MCPA	0.04	※注 1
	ベンゾフェナップ	0.04	
E	フェントラザミド	0.1	
F	2,4-D	0.2	
	カルバリル	0.2	
	クロメプロップ	0.2	
	クミルロン	0.2	
	ジウロン	0.2	
	メソミル	0.2	
	メトリブジン	0.2	
	オキサジクロメホン	0.2	
	テフリルトリオン	0.2	グループ C に移行希望
	ピラゾリネート (ピラゾレート)	0.2	※注 1
G	メコプロップ	0.4	
	メトミノストロビン	0.4	
	チオジカルブ	0.4	
H	ベンタゾン	1	
	ダイムロン	1	
	フルアジナム	1	グループ F に移行希望
	プロベナゾール	1	グループ F に移行希望
	トリクロピル	1	グループ D に移行希望 ※注 1

参考物品もしくは上位機種以外の物品の納品を希望する場合に必要な分析データの提出について

参考物品もしくは上位機種以外の物品の納品を希望する場合、下記の手順に基づいて測定を行い、そのデータを事前に提出すること。

1. 測定項目

水質基準項目について実施する。

- ・ハロ酢酸類
 - モノクロロ酢酸 (MCAA)、ジクロロ酢酸 (DCAA)、トリクロロ酢酸 (TCAA)
- ・臭素酸

2. 測定条件概要

カラムチェンジャーを用いてハロ酢酸、臭素酸の連続分析を交互に 3 併行実施する。分析機器の能力を把握するため、検量線、未知試料サンプルは本市で当日調製したものを使用する。

サンプルは溶媒 (表 1) が揮発して濃度変化が起きないように、バイアルに密閉封入してから受け渡す。分析はプレスリットのフタに交換してから実施する。また、この連続分析は液体クロマトグラフ (LC) を一定時間停止させた後、移動相をカラムに流し始めて、40 時間以内に終了させることとする (表 2)。そのため、前日からカラムに移動相を流し、装置、カラムを安定化させることは今回の依頼分析では禁止とする。なお、カラム平衡化の安定性を評価するのが目的であるため、質量分析装置 (MS) の真空系は立ち上げたままで良い。

表 1 サンプル溶媒

	溶媒
ハロ酢酸	水
臭素酸	水

表 2 装置稼働条件 (LC)

1. 稼働前停止時間	16 時間以上
2. 装置安定化時間	4 時間以内
3. 分析時間	40 時間以内

分析例)

- ・ 1 日目 (月) 17 時カラム送液等停止 (16 時間)
- ・ 2 日目 (火) 9 時カラム送液開始 (4 時間)、13 時分析開始)
- ・ 3 日目 (水) 13 時分析途中 (24 時間経過)
- ・ 4 日目 (木) 3 時分析終了 (38 時間経過、LC 稼働時間 : 合計 42 時間)

3. 測定条件詳細

水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法 (平成 15 年厚生労働省告示第 261 号)、別表第 17 の 2 (ハロ酢酸)、別表第 18 の 2 (臭素酸) に則して行うことと

する。モノクロロ酢酸のピーク形状改善のためのギ酸サンプルアディクションは認めるが、バイアルを大量に使うような方法は原則禁止とする。

検量線濃度は表 3 に示した濃度で実施する。モニターイオン例と測定モードは表 4 に示す。モニターイオンは例なので、測定感度が最適になるように変更しても構わない。移動相例を表 5 に示す。対象物質の最適分離条件であれば変更しても構わない。

表 3 検量線濃度

	ハロ酢酸	臭素酸
	濃度 (ppb)	濃度 (ppb)
ST1	2	1
ST2	5	3
ST3	10	5
ST4	20	10

表 4 モニターイオン例と測定モード

ハロ酢酸	プリカーサー	プロダクト	ESI	定量下限濃度 (ppb)
MCAA	92.7	34.7	ES (-)	2
DCAA	127	82.8	ES (-)	2
TCAA	117	34.7	ES (-)	2
臭素酸	128.8	112.8	ES (-)	1

表 5 移動相例

移動相	A	0.05%ギ酸水溶液
	B	アセトニトリル
	C	50mM ギ酸アンモニウム
	D	水

連続分析は表 6 に示すサンプルテーブル (No.1~32) を 3 回連続で実施する。以下の 3 点に留意すること。

1) 安定化時間

検量線の最大濃度を 3~5 サンプル打ち、装置を安定させる時間のこと。1 時間程度で安定することが望ましい。

2) カラム洗浄

水、アセトニトリルを用いて適切な条件でカラムを洗浄する。分析終了後にカラムを取り外して保存できる条件で洗浄を実施すること。

3) 未知試料

水道水に標準品を添加したものを未知試料とする。添加濃度は定量下限値以上、定量上限

以下であり、希釈操作の必要はない。

表 6 サンプルテーブル

測定項目	No	サンプル	移動相			
			A	B	C	D
ハロ酢酸	1	安定化時間	○	○		
	2	BL	○	○		
	3	ST1(2ppb)	○	○		
	4	ST2(5ppb)	○	○		
	5	ST3(10ppb)	○	○		
	6	ST4(20ppb)	○	○		
	7	BL	○	○		
	8	水道水 BL	○	○		
	9	未知試料_ハロ酢酸 1	○	○		
	10	未知試料_ハロ酢酸 2	○	○		
	11	未知試料_ハロ酢酸 3	○	○		
	12	未知試料_ハロ酢酸 4	○	○		
	13	未知試料_ハロ酢酸 5	○	○		
	14	ST2(4ppb)※感度確認	○	○		
	15	BL	○	○		
	16	カラム 1 洗浄後、100%アセトニトリル置換	○	○		
臭素酸	17	安定化時間		○	○	
	18	BL		○	○	
	19	ST1(1ppb)		○	○	
	20	ST2(3ppb)		○	○	
	21	ST3(5ppb)		○	○	
	22	ST4(10ppb)		○	○	
	23	BL		○	○	
	24	水道水 BL		○	○	
	25	未知試料_臭素酸 1		○	○	
	26	未知試料_臭素酸 2		○	○	
	27	未知試料_臭素酸 3		○	○	
	28	未知試料_臭素酸 4		○	○	
	29	未知試料_臭素酸 5		○	○	
	30	ST2(2ppb) ※感度確認		○	○	
	31	BL		○	○	
	32	カラム 2 洗浄後、100%アセトニトリル置換		○		○

4. 定量条件詳細

1) 未知試料定量

未知試料については直前の検量線で定量を行うこと。

5. 評価項目及び評価方法

評価の詳細については「7. 評価方法一覧と得点例（表7）」に示す。

1) 検量線の評価項目

検量線についてはいずれも直線回帰（重み付けなし）で算出する。また、原点は含めない。以下の①～③について評価を行う。

① キャリーオーバー

最高濃度(ST4)の測定後に測定したブランク試料中の検査対象物の濃度のこと。検量線の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。検査対象物質と同じ保持時間（リテンションタイム）に現れたピークを必ず手動で積分し、面積値を算出すること。キャリーオーバー算出のために行った手動積分は減点対象としない。

② 濃度点の真度

標準試料を繰り返し測定し、各濃度の標準試料を検量線により定量した濃度の平均値を真度とする。

③ 精度

標準試料を繰り返し測定し、各濃度の標準試料を検量線により定量した濃度の相対標準偏差（RSD）を精度とする。

2) 標準添加試料（未知試料）の評価項目

未知試料については以下の①～③について評価を行う。

① 未知試料濃度

未知試料 5 サンプルの平均値を未知試料の濃度とする。水道水常在成分については未知試料の面積値から水道水ブランクの面積値を差し引き、濃度を算出する。

② 5 サンプル併行精度（1 併行について）

1 回の分析の 5 サンプルについての併行精度。

③ 15 サンプル併行精度

3 回の分析の 15 サンプルについての併行精度。

3) 積分の評価

① 原則として解析ソフトによる自動積分で面積値を算出する。手動積分で面積値を算出しても構わないが、減点対象とする（キャリーオーバーBLは対象外）。また、手動積分であることが判別できるように明示すること。明らかに不自然なクロマトグラムの切り方は認めず、場合によっては再定量を依頼する場合がある。

② 解析ソフトの波形解析能力を把握するためにスムージング処理をする前のクロマトグラムを提出すること。このクロマトグラムは評価に使わないが、参考資料として使う。

6. 提出データについて

次の①～⑤について提出すること。

① 提出データ入力シート (エクセルファイル)

提出データ入力シート (分析条件)・(分析結果) に必要事項を記入したものを提出する。

② クロマトグラム (スムージング処理後) 及び定量結果

解析した結果を PDF ファイルで提出する。

③ クロマトグラム (スムージング処理前)

解析した結果を PDF ファイルで提出する (評価には利用しない、参考資料として扱う)。

④ 生データ (分析条件)

グラジエント条件、質量分析条件が分かるもの。形式は問わないが、こちらで表示確認できる拡張子であること (pdf、csv、xlsx、txt 等)。

⑤ 生データ (濃度)

検量線、未知試料について濃度を算出後、解析ソフトからエクスポートしたもの。形式については (csv、xlsx、txt) のいずれかであること。

7. 評価方法一覧と得点例 (表 7)

項目		MCAA	DCAA	TCAA	臭素酸	評価方法	
検量線	キャリーオーバー1	0.00				検査対象物質と同じ保持時間 (リテンションタイム) に現れたピークを積分し、面積値を算出する。	
	キャリーオーバー2	0.00					
	キャリーオーバー3	0.00					定量下限値の面積に対しての比率を算出し、その絶対値を加算する。
	真度	ST1	0.29				濃度点に対しての誤差率を算出し、その絶対値を加算する。
		ST2	0.46				
		ST3	0.57				
		ST4	0.09				
	精度併行精度 (RSD)	ST1	2.88				併行精度 (RSD) の値を加算する。
		ST2	4.42				
		ST3	3.81				
ST4		0.58					
未知試料	真度	1 回目	12.43			設定濃度に対しての誤差率を算出し、その絶対値を加算する。	
		2 回目	6.59				
		3 回目	1.69				
	併行精度 (RSD)	1 回目	3.87			併行精度 (RSD) の値を加算する。	
		2 回目	10.39				
		3 回目	9.32				
	15 サンプル (RSD)		14.62				3 併行の未知試料 15 サンプルの併行精度 (RSD) の値を加算する。
小計 (真度、RSD 等)		72.01				点数が低い方が高評価となる。	
手動積分 (回数×10 点)		0				手動積分 1 回につき 10 点を加算する (キャリーオーバー-BL は対象外)。 明らかに不自然な積分の場合は再定量を依頼する場合がある。	
合計		72.01				点数が低い方が高評価となる。	