

平成14年度環境測定分析統一精度 管理調査結果説明会

土壌試料 (金属類の分析)

平成15年7月18日 福岡

平成15年7月23日 東京

平成15年7月29日 大阪

土壌試料（金属類分析用）

- ・ 基本精度管理調査
3 回の併行測定
- ・ 分析対象項目
カドミウム（C d）
鉛（P b）
水銀（H g）
- ・ 共通試料 1
土壌（関東ローム黒土）
50 において乾燥、夾雑物を除去
100メッシュのふるいを通じた部分
混合・均質化
100mlのポリエチレン瓶に分注

分析方法（推奨方法）

・「底質調査方法」（昭和63年環境庁水質保全局水質管理課）

共通試料1（土壌試料）に関する分析方法の概要

分析方法	カドミウム、鉛	水銀
フレイム原子吸光法		
電気加熱原子吸光法		
還元気化原子吸光法		
I C P 発光分光分析法		
I C P 質量分析法		

注）：底質調査方法
：（排水の検定方法等に採用されている）

分析方法（推奨方法）

- ・カドミウム、鉛

塩酸・硝酸による加熱分解する含有量

- 1．フレイム原子吸光法（溶媒抽出法を含む）
- 2．電気加熱原子吸光法
- 3．ICP発光分光分析法（溶媒抽出法を含む）
- 4．ICP質量分析法

- ・水銀

加熱分解する含有量

- 1． $\text{HNO}_3 \cdot \text{KMnO}_4$ 還流分解 - 還元気化原子吸光法
- 2． $\text{HNO}_3 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot \text{KMnO}_4$ 分解 - 還元気化原子吸光法
- 3． $\text{HNO}_3 \cdot \text{NaCl}$ 分解 - 還元気化原子吸光法

回答数等

外れ値等により棄却した回答数（土壌試料）

分析項目	回答数	棄却数				棄却率 %
		n 3	ND等	Grubbs	計	
カドミウム	370	1	29	56	86	23.2(15.1)
鉛	422	1	0	16	17	4.0(3.8)
水銀	334	5	1	21	27	8.1(6.3)

注1) 棄却率 = (棄却数 ÷ 回答数) × 100。

注2) () 内は統計的外れ値 (Grubbsの方法による外れ値) の棄却率を示す。

棄却限界値と平均値

棄却限界値（土壌試料）

分析項目	Grubbsの方法		（参考） 外れ値棄却 後の平均値
	下限値	上限値	
カドミウム	0	0.416	0.183
鉛	52.4	179	116
水銀	0.0143	0.0823	0.0483

注）単位は「mg/kg」である。

室間精度等

外れ値棄却前後の平均値及び精度等（土壌試料）

分析項目	棄却 *	回答 数	平均値	室間精度		最小値 (mg/kg)	最大値 (mg/kg)	中央値 (mg/kg)
				S.D. (mg/kg)	CV %			
カドミウム	前	340	2.07	20.0	966.6	0.0271	364	0.189
	後	284	0.183	0.0629	34.4	0.0271	0.397	0.179
鉛	前	421	117	29.8	25.4	8.98	428	118
	後	405	116	16.6	14.4	53.5	176	118
水銀	前	328	0.618	5.90	954.8	0.0107	74.3	0.0483
	後	307	0.0483	0.0102	21.1	0.0172	0.0817	0.0478

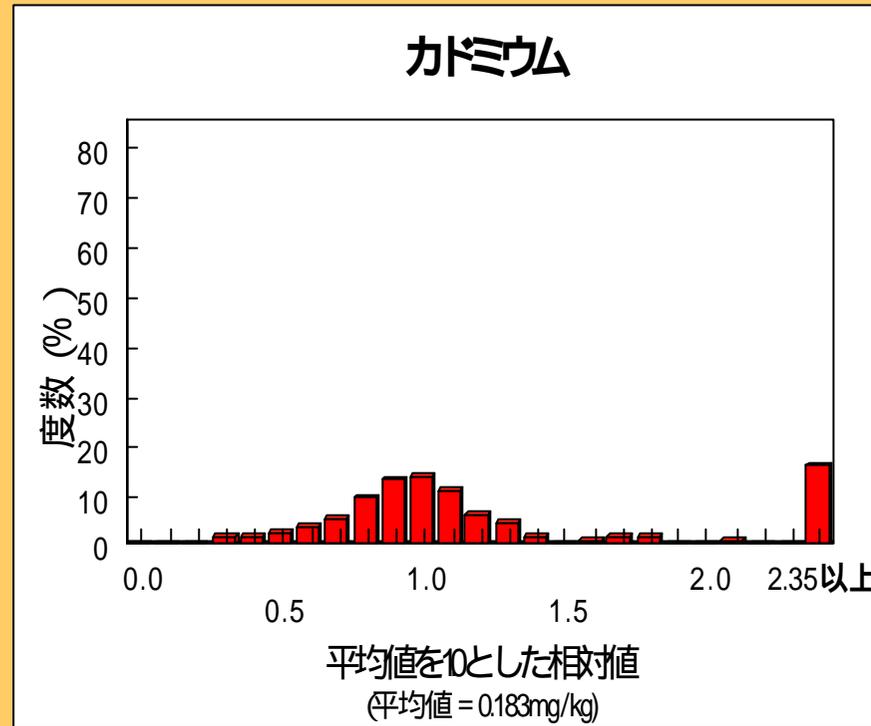
注) *: 「棄却前」には統計的外れ値は含むが、「n = 3」のもの及び分析結果が「ND等」であるものは含まない。

室内精度等

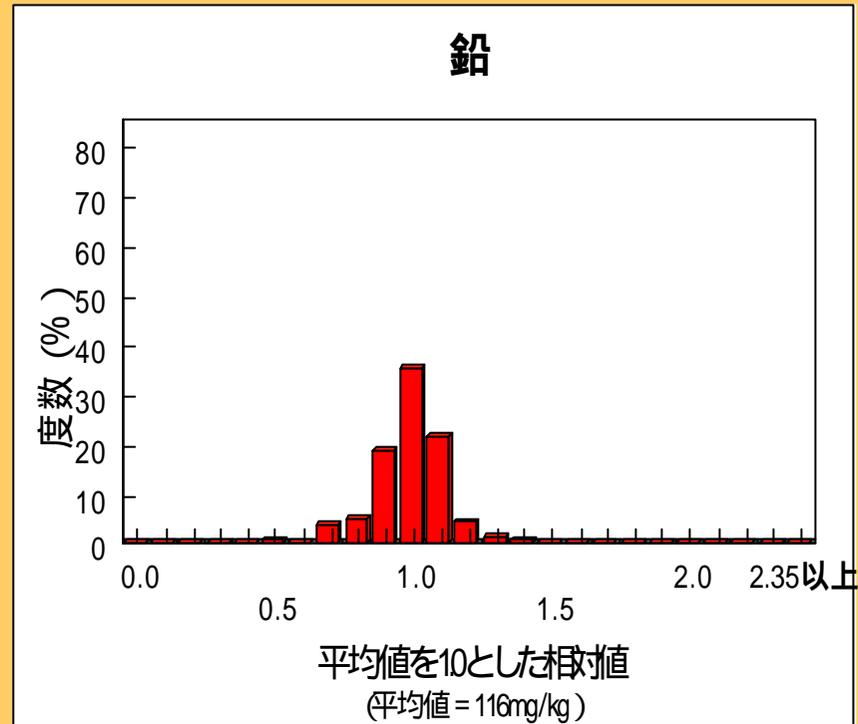
外れ値棄却後の精度等（土壌試料）

分析項目	棄却	室内測定回数 n	回答数	室内併行測定精度		室内併行測定精度		
				S.D. (mg/kg)	CV %	CV %		
						最小値	最大値	中央値
カドミウム	後	3	284	0.0148	8.1	0	42.9	3.7
鉛	後	3	405	3.83	3.3	0	13.4	2.0
水銀	後	3	307	0.00271	5.6	0	23.2	2.9

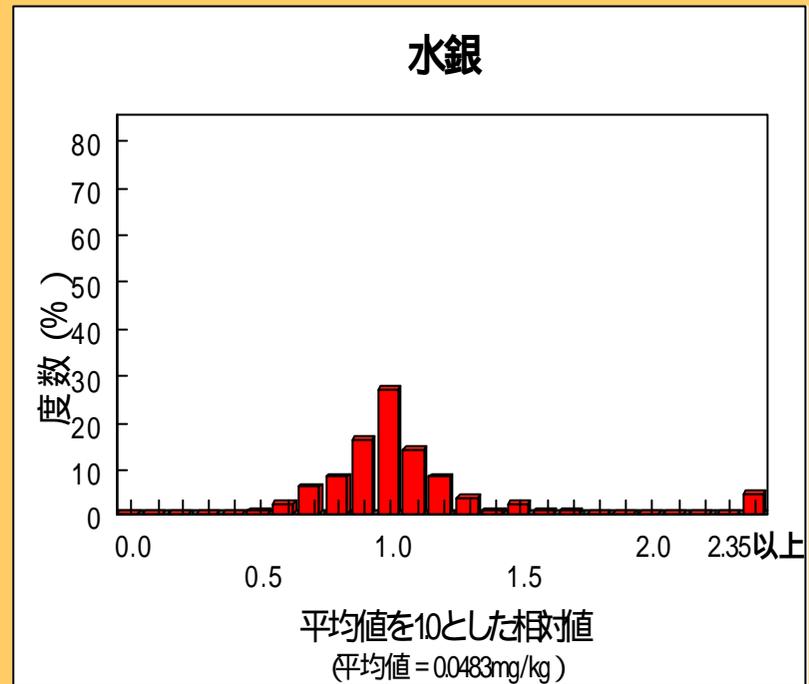
ヒストグラム (Cd)



ヒストグラム (Pb)



ヒストグラム (Hg)



分析方法別回答数（ C d ）

分析方法	回答数	棄却された回答数			
		n 3	N D等	Grubbs	計
1. フルム原子吸光法	128 (90)	0 (0)	21 (5)	11 (4)	32 (9)
2. 電気加熱原子吸光法	99	1	0	2	3
3. ICP発光分光分析法	93 (41)	0 (0)	6 (1)	41 (9)	47 (10)
4. ICP質量分析法	49	0	2	2	4
5. その他 - ふっ化水素酸を用いた分解	1	0	0	0	0
合計	370	1	29	56	86

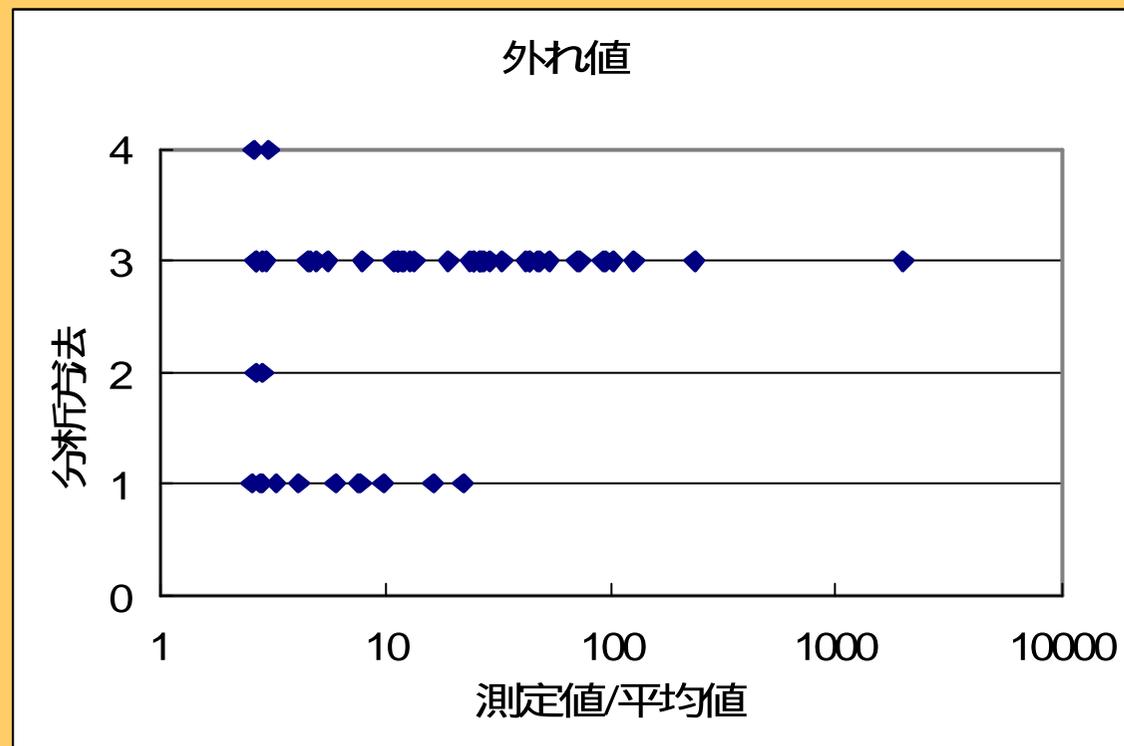
注) () 内は溶媒抽出法である。

外れ値 (Cd)

Grubbs方法による外れ値 (すべて大きい値)

外れ値の方法別の分布

1: フレーム原子吸光法、2: 電気加熱原子吸光法、3: ICP発光分光分析法、4: ICP質量分析法



外れ値の原因（Cd）

外れ値等の原因及びその対応・改善例（「ND等」）
 （フレイム原子吸光法：アンケート結果）

原因	回答数		対応・改善例
感度不足	2		低濃度分析の教育をする 他の分析方法（溶媒抽出、ICP発光等）で対応 他の分析方法を検討する 検出下限について検討する
フレイム原子吸光法で測定	2		
検出下限未満	5		
低濃度試料	2		
機器の能力	1		
試料量が少ない	1	15	試料量を増やす 硫酸白煙後、再度加熱して硝酸等を除去する。 検出下限について検討する
TOA抽出時の酸の影響	1		
試料量を増やすと発泡	1		
不明	2		
回答なし	4		
計	21		

外れ値の原因 (C d)

外れ値等の原因及びその対応・改善例 (Grubbs方法による外れ値 (すべて大きい値))
(フレーム原子吸光法 : アンケート結果)

原因	回答数		対応・改善例
分析結果の記載間違い	1	1	複数人でチェックする
感度不足のための誤差等	2	5	他の適切な分析方法の選択、試料量を増やす 溶媒抽出、バックグラウンド補正を実施する 統一的な管理、過去の結果とのチェックをする
塩類の干渉等	2		
標準液の濃度の間違い	1		
不明	1		
回答なし	4		
計	11		

外れ値の原因 (Cd)

外れ値等の原因及びその対応・改善例 (Grubbs方法による外れ値 (大きい値))

(フレイム原子吸光法：現地調査結果)

外れ値の内容等	原因等	対応・改善例
<p>・3回の値とも大きな値</p> <p>硝酸・塩酸分解後、 直接フレイム原子吸光法により測定 (重水素ランプによるバックグラウンド補正実施)</p>	<p>・カドミウム濃度は低い</p> <p>検量線作成の標準液の最小濃度未満で定量</p> <p>バックグラウンドを測定していたと想定</p> <p>重水素ランプによるバックグラウンド補正がほとんど無意味</p> <p>(共存物の影響を受けている可能性が大)</p>	<p>・フレイム原子吸光法を適用 溶媒抽出 (濃縮及び共存物の影響を抑制)</p> <p>・感度の良い方法に変更 (フレイム原子吸光法以外)</p>

外れ値の原因（C d）

外れ値等の原因及びその対応・改善例（Grubbs方法による外れ値（すべて大きい値））
（ICP発光分析法：アンケート結果）

原因	回答数		対応・改善例
計算の間違い	2	2	試料の識別、再計算をする
分光干渉 鉄・塩類等の妨害・影響 波長214.438nmが不適 妨害物のピークを読む	13		他の適切な分析方法、他の波長を選択する 除鉄、鉄を加えた検量線の作成する 他の波長の結果と複合的にチェックする
バックグラウンドの補正が不十分	3		溶媒抽出、バックグラウンド補正を実施する 経験を積む
機器のドリフト	1		
汚染・低濃度のために汚染	2		前処理時に時計皿をする 汚染源を調べる
強度が小さい	1		適切な試料量とする
検量線範囲が不適	1		適切な試料量とする
古い標準液を使用			使用期限に注意する
標準液の濃度の間違い	3		再分析をする 濃度調製の手順を記録する
前処理方法が不適	1	23	適切な前処理方法とする
不明		4	
回答なし		12	
計		41	

外れ値の原因（Cd）

外れ値等の原因及びその対応・改善例（Grubbs方法による外れ値（大きい値））
 （ICP発光分光分析法：現地調査結果）

外れ値の内容等	原因等	対応・改善例
<ul style="list-style-type: none"> ・ 3回の値がばらつく 平均値は大きな値 ・ 硝酸による分解時に発泡するため、試料量を少なくする(0.4 g 程度) 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 硝酸と塩酸を加え、直ちに加熱しているために発泡が大きい ・ カドミウム濃度は低い 検出限界値程度で測定 鉄、カルシウム等の影響を受け、過大な値と想定 (鉄の影響の大きい 226.502nmで測定) ・ 超音波ブライザーの使用 共存物の多い試料には不向き ・ 試料量が少ないことによるばらつき 2 g 程度以上が適当 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 酸を少量ずつ加えて発泡を抑えて、飛散等を防ぐ ・ 濃縮及び共存物の影響を抑制 溶媒抽出 波長の変更 (228.802nmに変更 鉄の影響は少) ・ 試料量を増やし、分解をうまく行えば、3回のばらつきも小さくなると考えられる

要因別の解析（C d）

外れ値等を棄却後の解析

- ・ 分析機関区分
- ・ 分析機関の国際的な認証の取得
- ・ 分析者の経験度：昨年度分析を行った試料数
分析業務経験年数
- ・ 分析に要した日数
- ・ 室内測定精度（CV%）
- ・ **分析方法**
- ・ 試験溶液の調製方法
- ・ 電気加熱原子吸光法における試料の注入方法
- ・ 電気加熱原子吸光法におけるモディファイアーの使用
- ・ 空試験と試料の指示値の比
- ・ 分析方法別の定量方法

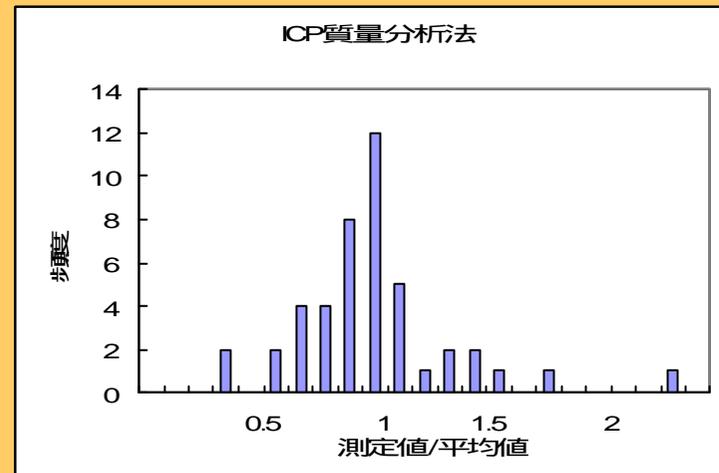
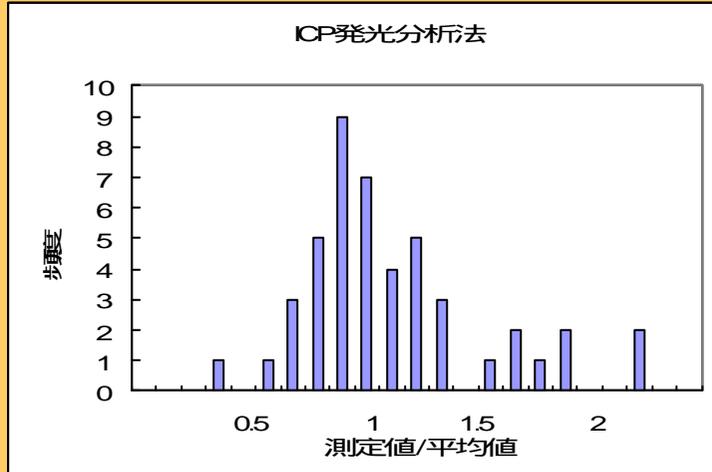
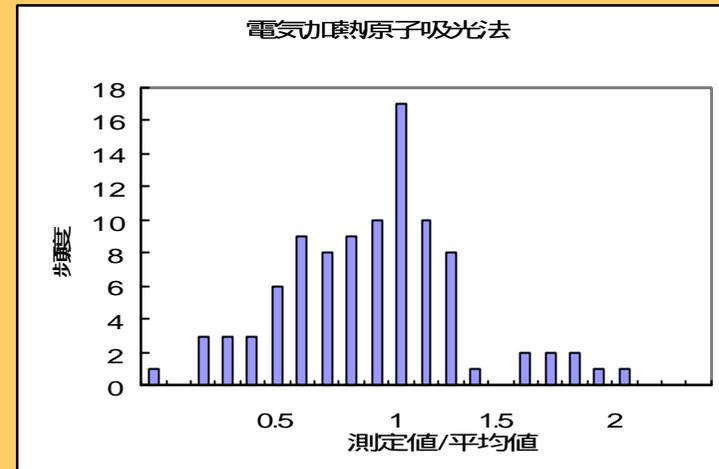
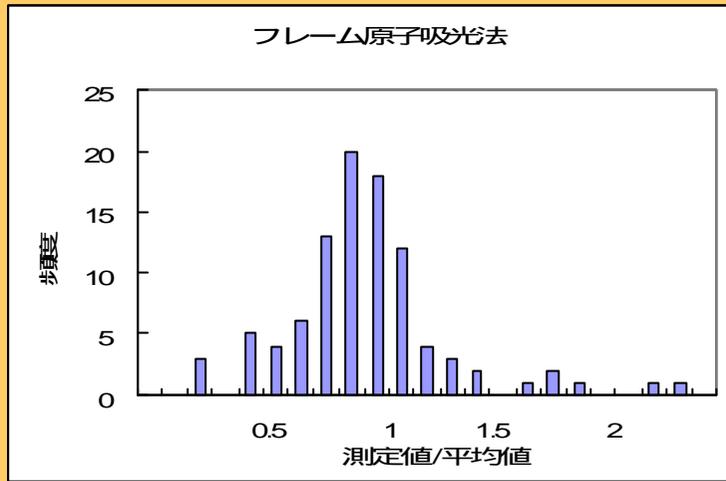
分析方法別の解析（C d）

外れ値等を棄却後の解析

分析方法	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D.	CV %
1. フルム原子吸光法	96	0.176	0.0584	33.1
2. 電気加熱原子吸光法	96	0.181	0.0669	36.9
3. ICP発光分光分析法	46	0.202	0.0680	33.6
4. ICP質量分析法	45	0.182	0.0568	31.2
5. その他 - ふっ化水素酸を用いた分解	1	0.169	-	-

注) 偏り (平均値の差): 1と3

分析方法別のヒストグラム (Cd)

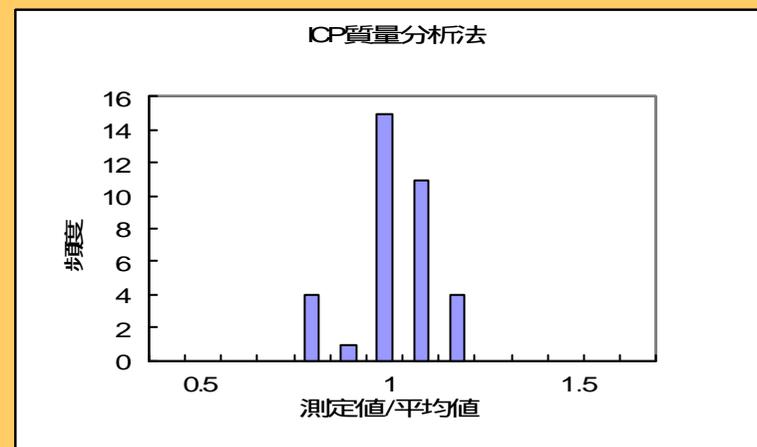
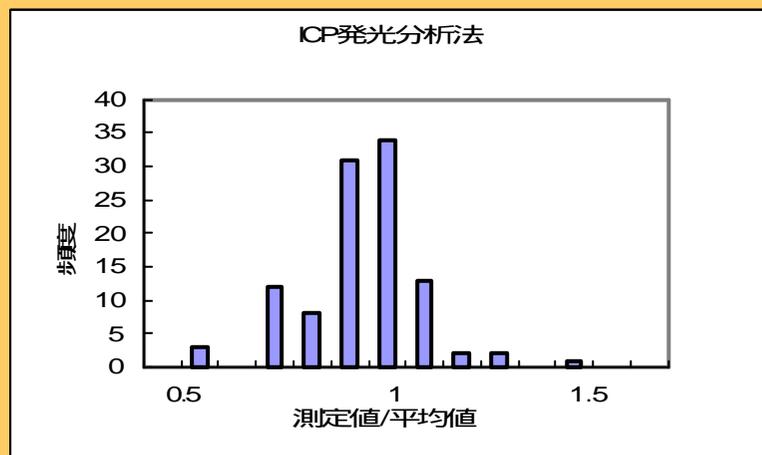
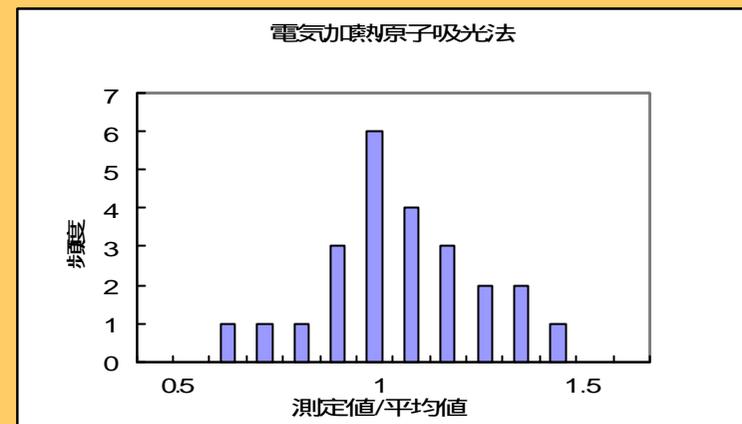
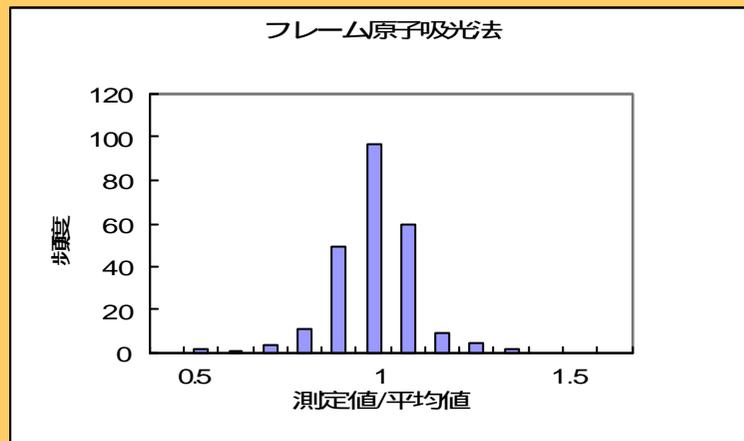


分析方法別回答数（ P b ）

分析方法	回答数	棄却された回答数			
		n 3	N D等	Grubbs	計
1. フルム原子吸光法	243 (97)	1 (0)	0 (0)	3 (3)	4 (3)
2. 電気加熱原子吸光法	29	0	0	5	5
3. ICP発光分光分析法	114 (48)	0 (0)	0 (0)	8 (1)	8 (1)
4. ICP質量分析法	35	0	0	0	0
5. その他 - ふっ化水素酸を用いた分解	1	0	0	0	0
合計	422	1	0	16	17

注) () 内は溶媒抽出法である。

分析方法別のヒストグラム (P b)



要因別の解析（ P b ）

外れ値等を棄却後の解析

- ・分析機関区分
- ・分析機関の国際的な認証の取得
- ・分析者の経験度：昨年度分析を行った試料数
分析業務経験年数
- ・分析に要した日数
- ・室内測定精度（CV%）
- ・分析方法
- ・試験溶液の調製方法
- ・電気加熱原子吸光法における試料の注入方法
- ・電気加熱原子吸光法におけるモディファイアーの使用
- ・空試験と試料の指示値の比
- ・分析方法別の定量方法

分析方法別の解析 (P b)

外れ値等を棄却後の解析

分析方法	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D.	CV %
1. フルム原子吸光法	239	117	14.3	12.2
2. 電気加熱原子吸光法	24	125	25.4	20.4
3. ICP発光分光分析法	106	109	18.2	16.7
4. ICP質量分析法	35	120	12.3	10.2
5. その他 - ふっ化水素酸を用いた分解	1	115		-

注) 偏り (平均値の差): 1と3、2と3、3と4

精度の違い : 1と2、1と3、2と3、2と4、3と4

高度解析 (P b)

ICP発光分光分析法に適用

1) 極端な分析結果 (外れ値等) の原因解析

説明のつく要因なし

2) システムティックな誤差要因解析

説明のつく要因なし

3) ばらつきの発生原因解析

拡張アソシエーションの結果

(有意確率 (危険率) の低い順に並べ替えた結果の上位25ルール (要因の組み合わせ))

順位	回答数	分散 (該当サンプル)	分散 (非該当サンプル)	分散比	有意確率 (危険率)	要因1	要因2	要因3
1	15	9650.6241	484.1317612	19.933879	1.05125E-22	溶媒抽出の実施 (実施しない)	バックラウンド補正 (行う)	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)
2	17	8539.626	493.111593	17.317837	1.33987E-21	溶媒抽出の実施 (実施しない)	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)	
3	11	12074.62	545.7521721	22.124732	2.18915E-21	溶媒抽出の実施 (実施しない)	定量方法 (検量線法)	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)
4	12	10846.352	533.136917	20.344402	5.23777E-21	バックラウンド補正 (行う)	定量方法 (検量線法)	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)
5	35	4566.3415	361.9998254	12.614209	4.41811E-20	溶媒抽出の実施 (実施しない)	定量方法 (検量線法)	
6	21	6879.6186	486.8250034	14.131605	4.76447E-20	バックラウンド補正 (行う)	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)	
7	15	8840.4546	549.2088032	16.096764	1.38104E-19	定量方法 (検量線法)		
8	24	6050.7496	502.7305085	12.035772	1.65381E-18	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)		
9	5	24734.559	756.2741728	32.705804	7.48495E-18	溶媒抽出の実施 (実施しない)		
10	6	19669.325	714.7017899	27.521023	8.08291E-18	溶媒抽出の実施 (実施しない)	測定時間 (30秒以上)	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)
11	6	19669.325	714.7017899	27.521023	8.08291E-18	バックラウンド補正 (行う)	超音波ワイパーの使用 (使用する)	測定時間 (30秒以上)
12	6	19669.325	714.7017899	27.521023	8.08291E-18	溶媒抽出の実施 (実施しない)	測定時間 (30秒以上)	検量線の最高濃度 (1mg/l未満)
13	6	19669.325	714.7017899	27.521023	8.08291E-18	バックラウンド補正 (行う)	測定時間 (30秒以上)	検量線の最高濃度 (1mg/l未満)
14	6	19669.325	714.7017899	27.521023	8.08291E-18	超音波ワイパーの使用 (使用する)	測定時間 (30秒以上)	検量線の最高濃度 (1mg/l未満)
15	7	17130.076	717.4713307	23.875625	1.05137E-17	超音波ワイパーの使用 (使用する)	測定時間 (30秒以上)	
16	7	16901.777	721.0868238	23.439309	1.81199E-17	測定時間 (30秒以上)	検量線の最高濃度 (1mg/l未満)	
17	6	19651.014	748.5888367	26.250744	3.2037E-17	バックラウンド補正 (行う)	測定時間 (30秒以上)	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)
18	6	19903.262	762.7644078	25.962458	4.40048E-17	溶媒抽出の実施 (実施しない)	超音波ワイパーの使用 (使用する)	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)
19	9	22590.736	749.318536	30.148373	7.67435E-17	バックラウンド補正 (行う)	超音波ワイパーの使用 (使用する)	定量方法 (検量線法)
20	7	16736.967	755.791813	22.144943	9.41372E-17	測定時間 (30秒以上)	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)	
21	7	16764.41	770.3365435	21.762449	1.54686E-16	溶媒抽出の実施 (実施しない)	検量線の最高濃度 (1mg/l未満)	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)
22	7	16533.448	763.6755358	21.649834	1.79198E-16	超音波ワイパーの使用 (使用する)	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)	
23	7	16533.448	763.6755358	21.649834	1.79198E-16	バックラウンド補正 (行う)	超音波ワイパーの使用 (使用する)	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)
24	7	16533.448	763.6755358	21.649834	1.79198E-16	超音波ワイパーの使用 (使用する)	検量線の最高濃度 (1mg/l未満)	空試験と試料の指示値の比 (0.0548以上)
25	7	16205.894	758.4387241	21.367441	2.59589E-16	超音波ワイパーの使用 (使用する)	定量方法 (検量線法)	

ばらつきを大きくする主要因

「溶媒抽出の実施を実施しない」、「空試験と試料の指示値の比が0.05481以上」

今回の鉛は比較的高濃度であったが、低濃度試料と同様に「共存するマトリックスを除去するために溶媒抽出の実施」及び「雰囲気による汚染の低減」はばらつきを抑えることになっていったと考えられる。

代表的な分析実施上の留意点等 (C d & P b)

「試験溶液の調製について」

- ・ 前処理に多くの時間が必要
- ・ 熱板の温度、ふきこぼれ、突沸、乾固、試料からの揮散
- ・ 分解の終わる時点の見極め

「測定操作について」

- ・ 低濃度のための溶媒抽出
- ・ バックグラウンドの影響
- ・ 波長の選択
- ・ 測定時に鉄の影響があり、鉄除去操作 (塩酸酸性 - MIBK抽出)
- ・ 共存元素が多いため標準添加法

「分析全般について」

- ・ 使用器具の洗浄
- ・ 汚染
- ・ 低濃度、検出下限値 (C d)

分析方法別回答数（Hg）

分析方法	回答数	棄却された回答数			
		n 3	ND等	Grubbs	計
1. HNO ₃ KMnO ₄ 分解-還元気化原子吸光法	131	2	1	8	11
2. HNO ₃ ・H ₂ SO ₄ KMnO ₄ 分解-還元気化原子吸光法	184	3	0	11	14
3. HNO ₃ NaCl分解-還元気化原子吸光法	4	0	0	1	1
4. その他 - 2の変法	2	0	0	0	0
5. 平沼水銀計の使用	2	0	0	1	1
6. マイクロウェーブ分解	3	0	0	0	0
7. 加熱分解	4	0	0	0	0
8. 金アマルガム法	4	0	0	0	0
合計	334	5	1	21	27

外れ値の原因（H g）

外れ値の原因（Grubbsの方法の上限値を超えたもの）

C dのように適切な原因としたアンケート回答が少ない

A．原因が明確（アンケート及び分析条件等から明確）

アンケートの結果と分析条件等の書類の調査結果が一致

9 回答

B．原因がほぼ明確（分析条件等からほぼ明確）

アンケートの結果と分析条件等の書類の調査結果が一致しない。

分析条件等の書類から原因がほぼ明確である。

5 回答

C．原因を推定（分析条件等から推定）

アンケートの結果は不明又は回答なし。

分析条件等の書類から原因を推定する。

7 回答

外れ値の原因 (H g)

外れ値の原因 (Grubbsの方法の上限値を超えたもの)

外れ値の原因 回答数のないものは1回答	
A. 原因が明確 (アンケート及び分析条件等から明確)	9 回答
計算間違い 単純な計算間違い (桁の間違い)	2 回答
土壤試料濃度への換算間違い	3 回答
定容量の間違い	
単位間違い	
データの取り違い	
空試験値が大きいことから汚染	
B. 原因がほぼ明確 (分析条件等からほぼ明確、括弧内はアンケートによる原因)	5 回答
計算間違い 土壤試料濃度への換算間違い (測定時の発泡)	
" "	(分析機器の調整不足)
" "	(空試験値の変動)
" "	(試料量が少ないためにばらつく)
" "	(汚染)
C. 原因を推定 (分析条件等から推定、アンケートは不明又は回答なし)	7 回答
検量線の感度不足 (分析装置の調整不足)	
検量線の感度不足、計算間違い	
空試験値が大きい (汚染)	
計算間違い (土壤試料濃度への換算間違い)	3 回答
分析感度が足りない (分解の不十分)	

外れ値の原因（Hg）

外れ値の原因（Grubbsの方法の上限値を超えたもの）

（現地調査）

外れ値の内容等	原因等	対応・改善例
<ul style="list-style-type: none">・ 3回の値がばらつく 平均値は大きな値・ 硝酸による分解時 発泡 試料量を少なくする (0.1 g 程度)	<ul style="list-style-type: none">・ 硝酸(1+1)を加え、直ちに 加熱しているために発泡が 大きい。・ 加熱時間：硝酸による分解 が短い(1時間程度) 分解が不十分 過マンガン酸カリウム溶液が多 く必要・ 分解が不十分 測定時の硝酸ガス等の影 響で)大きな値でばらつ いたと想定・ 試料量が少ないことによる ばらつきも考えられる (水銀濃度から考えると2 g 程度は必要)・ 汚染の影響も考えられる	<ul style="list-style-type: none">・ 硝酸(1+1)は室温で少量 づつ加え、静置し発泡 が少なくなってから加 熱する・ 硝酸による分解は、硝 酸ガス(褐色のガス)が少 なくなるまで行う その後過マンガン酸カリウ ムを加える。このように すれば、試料量を多く することが可能・ 分解をうまく行えば、3 回のばらつきも小さく なり、結果は良好にな ると考えられる・ ただし、分解時間が長 くなるため、更に汚染 に注意する

要因別の解析（Hg）

外れ値等を棄却後の解析

- ・ 分析機関区分
- ・ 分析機関の国際的な認証の取得
- ・ 分析者の経験度：昨年度分析を行った試料数
分析業務経験年数
- ・ 分析に要した日数
- ・ 室内測定精度（CV%）
- ・ 分析方法
- ・ 還元気化原子吸光装置の方式
- ・ 空試験と試料の指示値の比
- ・ 分析方法別の定量方法

分析方法別の解析（Hg）

外れ値等を棄却後の解析

分析方法	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D.	CV %
1. 硝酸・過マンガン酸カリウム還流分解-還元気化原子吸光法	120	0.0481	0.0102	21.3
2. 硝酸・硫酸・過マンガン酸カリウム分解-還元気化原子吸光法	170	0.0482	0.0102	21.1
3. 硝酸・塩化ナトリウム分解-還元気化原子吸光法	3	0.0482	0.0121	25.2
4. その他 - 2の変法	2	0.0636	-	-
5. 平沼水銀計の使用	1	0.0416	-	-
6. マイクロウェーブ分解	3	0.0495	0.00119	2.4
7. 加熱分解	4	0.0534	0.0128	23.9
8. 金アマルガム法	4	0.0437	0.00756	17.3

注) 偏り (平均値の差) は水準間にみられないが、精度の違いは以下の水準間に認められる (両側危険率 5%)。

精度: 1と6、2と6、3と6、6と7、6と8

室内測定精度に関する解析（Hg）

表 1 - 1 - 3 - 7 室内測定精度に関する解析（水銀）

CV (%)	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D.	CV %
1. 2未満	105	0.0473	0.00812	17.2
2. 2以上 5未満	117	0.0489	0.0101	20.7
3. 5以上10未満	65	0.0502	0.0108	21.4
4. 10以上	20	0.0436	0.0157	36.0

注) 精度の違い: 1と2、1と3、1と4、2と4、3と4

空試験値に関する解析 (H g)

空試験と試料の指示値の比に関する解析 (水銀)

指示値の比 (空試験 / 試料)	回答 数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D.	CV %
1. 0.1未満	248	0.0486	0.0103	21.1
2. 0.1以上0.3未満	42	0.0456	0.00960	21.1
3. 0.3以上 1 未満	3	0.0548	0.00871	15.9
4. 1 以上	1	0.0530	-	-

代表的な分析実施上の留意点等（Hg）

「試験溶液の調製について」

- ・有機物の分解
- ・過マンガン酸カリウムの添加量と着色の有無
- ・加熱分解、ろ過による水銀の損失
- ・分解時に突沸

「測定操作について」

- ・水銀損失の防止（迅速に測定）
- ・消泡剤を添加して泡立ちを防止
- ・塩化ヒドロキシルアミン溶液が過剰にならないように滴加

「分析全般について」

- ・使用器具の洗浄
- ・汚染
- ・検出下限値
- ・低濃度