

平成20年度環境測定分析統一精度管理調査結果 説明会

下水汚泥試料
(重金属類の分析)

平成21年7月 7日	福岡
平成21年7月14日	仙台
平成21年7月22日	大阪
平成21年7月28日	東京
平成21年8月 4日	岡山

試料

- ・基本精度管理調査
3回の併行測定
- ・分析対象項目
クロム(Cr)
ほう素(B)
- ・共通試料2
廃棄物(下水汚泥) 試料

試料

- 下水処理施設において汚泥を採取

50℃において乾燥後、夾雑物を除去

100メッシュのふるいを通過した部分

混合・均質化

250mlのポリエチレン製の瓶に約50g入れる

- 参加機関へは瓶を1個送付

分析方法 (推奨方法)

クロム(Cr)、ほう素(B)

「底質調査方法」

(昭和 6 3 年又は平成 1 3 年) に定める方法

・クロム(Cr)

「底質調査方法」 (昭和 6 3 年及び平成 1 3 年) に規定されている

・ほう素(B)

「底質調査方法」 (平成 1 3 年) に規定されている

分析方法 (推奨方法)

分析方法	クロム	ほう素
吸光光度法	○	○
フレイム原子吸光法	○	
電気加熱原子吸光法	○	
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（昭和 6 3 年又は平成 1 3 年）に定める方法

回答数等

外れ値等により棄却した回答数

分析項目	回答数	棄却数				棄却率 %
		n ≠ 3	N D等	Grubbs	計	
クロム	313	0	0	7	7	2.2(2.2)
ほう素	218	0	0	33	33	15.1(15.1)

(注) 棄却率 = (棄却数 ÷ 回答数) × 100。

() 内は統計的外れ値 (Grubbsの検定による外れ値) の棄却率を示す。

棄却限界値と平均値

棄却限界値

分析項目	Grubbsの検定		(参考)
	下限値 (mg/kg)	上限値 (mg/kg)	外れ値棄却 後の平均値 (mg/kg)
クロム	10.4	70.6	40.5
ほう素	1.82	31.1	16.5

室間精度等

外れ値棄却前後の平均値及び精度等

(室間精度等)

分析 項目	棄 却	回答 数	平均値 (mg/kg)	室間精度		最小値 (mg/kg)	最大値 (mg/kg)	中央値 (mg/kg)
				S.D. (mg/kg)	CV %			
クロム	前	313	42.2	16.1	38.0	16.6	242	41.3
	後	306	40.5	8.08	19.9	16.6	61.6	41.2
ほう素	前	218	142	885	625	0.00189	8500	16.3
	後	185	16.5	4.10	24.9	2.43	29.8	15.9

室内精度等

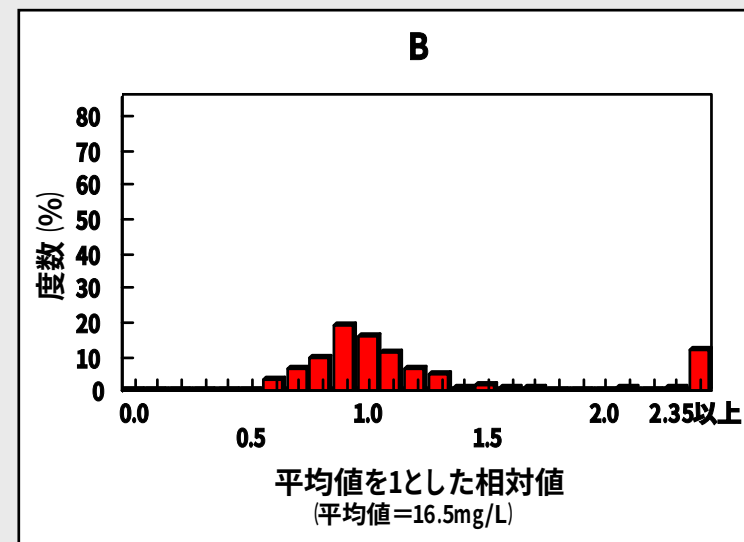
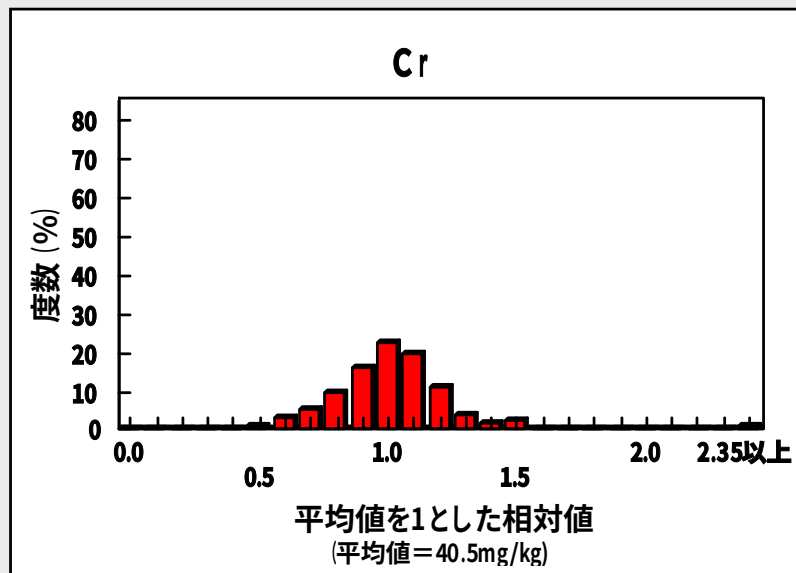
(室内精度)

分析項目	棄却 *	室内 測定 回数	回答 数	室内併行測定精度**		室内併行測定精度 CV %		
				S.D. (mg/kg)	CV %	最小値	最大値	中央値
クロム	後	3	306	2.59	6.4	0	25.6	2.2
ほう素	後	3	185	1.46	8.8	0	44.5	3.0

(注1) *:「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。

(注2) **:分散分析の結果を示している。

ヒストグラム



推奨方法 (Cr)

推奨方法

測定方法	前処理方法	底質調査方法	
		S63	H13
ジフェニルカルバジド吸光光度法	炭酸ナトリウム融解	○	
	過酸化ナトリウム融解	○	
フレイム原子吸光法	炭酸ナトリウム融解	○	
	過酸化ナトリウム融解	○	
電気加熱原子吸光法	酸分解（湿式分解）		○
	酸分解（圧力容器）		○
ICP発光分光分析法	炭酸ナトリウム融解		○
	酸分解（湿式分解）		○
	酸分解（圧力容器）		○
ICP質量分析法	炭酸ナトリウム融解		○
	酸分解（湿式分解）		○
	酸分解（圧力容器）		○

分析方法別回答数 (Cr)

分析方法別回答数 (前処理方法)

分析方法	回答数	棄却された回答数				
		n ≠ 3	N D 等	Grubbs		計
				小さな値	大きな値	
1. 炭酸ナトリウム融解	79	0	0	0	5	5
2. 過酸化ナトリウム融解	24	0	0	0	1	1
3. 酸分解 (湿式分解)	128	0	0	0	1	1
4. 酸分解 (圧力容器)	76	0	0	0	0	0
5. その他 硝酸-過塩素酸分解	1	0	0	0	0	0
湿式分解 + アルカリ融解	1	0	0	0	0	0
圧力容器による硝酸分解	1	0	0	0	0	0
圧力容器 + アルカリ融解	1	0	0	0	0	0

分析方法別回答数 (Cr)

分析方法別回答数 (測定方法)

分析方法	回答数	棄却された回答数				
		n ≠ 3	ND 等	Grubbs		計
				小さな値	大きな値	
1.ジフェニルカルバジド吸光光度法	52	0	0	0	3	3
2.フレイム原子吸光法	28	0	0	0	2	2
3.電気加熱原子吸光法	15	0	0	0	0	0
4.ICP発光分光分析法	176	0	0	0	2	2
5.ICP質量分析法	42	0	0	0	0	0
6.その他	0	-	-	-	-	-
合計	313	0	0	0	7	7

分析方法別回答数 (Cr)

分析方法別回答数 (測定方法 & 前処理方法)

分析方法	回答数	棄却された回答数				
		n ≠ 3	N D 等	Grubbs		計
				小さな値	大きな値	
1. ジフェニルカルバジド吸光光度法						
1. 炭酸ナトリウム融解	28	0	0	0	2	2
2. 過酸化ナトリウム融解	23	0	0	0	1	1
2. フレーム原子吸光法						
1. 炭酸ナトリウム融解	14	0	0	0	2	2
2. 過酸化ナトリウム融解	2	0	0	0	0	0
3. 酸分解 (湿式分解)	23	0	0	0	0	0
3. 電気加熱原子吸光法						
4. 酸分解 (圧力容器)	4	0	0	0	0	0
4. ICP発光分光分析法						
1. 炭酸ナトリウム融解	33	0	0	0	1	1
2. 過酸化ナトリウム融解	1	0	0	0	0	0
3. 酸分解 (湿式分解)	90	0	0	0	1	1
4. 酸分解 (圧力容器)	48	0	0	0	0	0
5. その他	4	0	0	0	0	0
5. ICP質量分析法						
1. 炭酸ナトリウム融解	4	0	0	0	0	0
3. 酸分解 (湿式分解)	13	0	0	0	0	0
4. 酸分解 (圧力容器)	24	0	0	0	0	0
5. その他	1	0	0	0	0	0
6. その他	0	-	-	-	-	-

分析フロー (Cr)

ジフェニルカルバジド吸光度法

定量

試料の適量
↓
試験溶液の調製
(前処理) 1. 炭酸ナトリウム融解
2. 過酸化ナトリウム融解
↓
定容とする(試験溶液)
↓
定量
(ジフェニルカルバジド吸光度法)

試験溶液の適量 ビーカー

↓←硫酸 (1+2) 硫酸が2~3mLとなるまで添加

煮沸 数分間

↓←水

50mLとする

↓

20mLを分取する

↓←過マンガン酸カリウム溶液 (3%) 液が赤紫色になるまで滴加

数分間煮沸 赤紫色を保つ

↓

冷却

↓←尿素溶液 (20%) 10mL

↓←亜硝酸ナトリウム溶液 (2%) 赤紫色が消えるまで滴加

↓←ジフェニルカルバジド溶液 (1%) 3mL

50mLとする

↓

放置 10分間

↓

吸光度測定 540nm

分析フロー (Cr)

フレイム原子吸光法

試料の適量



試験溶液の調製

- (前処理) 1. 炭酸ナトリウム融解
2. 過酸化ナトリウム融解



定容とする(試験溶液)



定量 (溶媒抽出して測定)
(トリオクチルアミン抽出)

定量 (溶媒抽出して測定)

試験溶液の適量 ビーカー

↓ ← 硫酸 (1+2) 2mL

煮沸 数分間

↓ ← 過マンガン酸カリウム溶液 (3%) 液が赤紫色になるまで滴加

数分間煮沸 赤紫色を保つ



冷却

↓ ← 水

100mLとする 分液漏斗

↓ ← トリオクチルアミン-酢酸ブチル溶液10mL

振り混ぜ 10分間



酢酸ブチル層



測定

分析フロー (Cr)

I C P 発光分光分析法

試料の適量



試験溶液の調製

(前処理) 1. 炭酸ナトリウム融解

2. 酸分解

(湿式分解法：硝酸・過塩素酸・ふっ化水素酸による分解)

3. 酸分解

(圧力容器法：硝酸・ふっ化水素酸による分解)



定容とする(試験溶液)



定量

(試験溶液を直接測定、試験溶液を希釈して測定)

(内標準法又は絶対検量線法)

分析フロー (Cr)

I C P質量分析法

試料の適量



試験溶液の調製

(前処理) 1. 炭酸ナトリウム融解

2. 酸分解

(湿式分解法：硝酸・過塩素酸・ふっ化水素酸による分解)

3. 酸分解

(圧力容器法：硝酸・ふっ化水素酸による分解)



定容とする(試験溶液)



定量

(試験溶液を直接測定、試験溶液を希釈して測定)

(内標準法又は絶対検量線法)

分析フロー (Cr)

電気加熱原子吸光法

試料の適量



試験溶液の調製

(前処理) 1. 酸分解

(湿式分解法：硝酸・過塩素酸・ふっ化水素酸による分解)

2. 酸分解

(圧力容器法：硝酸・ふっ化水素酸による分解)



定容とする(試験溶液)



定量

(試験溶液に硝酸パラジウムを添加して測定)

(標準添加法又は絶対検量線法)

外れ値の原因 (Cr)

外れ値（7 回答）すべて大きい値

アンケートでは

計算ミス（3 回答）

前処理過程での汚染（3 回答）

溶融過程での汚染

不明（1 回答）

要因別の解析 (Cr)

外れ値等を棄却後の解析 分析結果に影響のあった要因

- ・ 分析機関区分
- ・ 分析機関の国際的な認証等の取得
- ・ 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 (測定方法)
- ・ 分析方法 (前処理方法)
- ・ 試料量
- ・ 溶媒抽出の実施 (原子吸光法、I C P 発光分光分析法)
- ・ バックグラウンド補正 (I C P 発光分光分析法)
- ・ 超音波ネブライザーの使用 (I C P 発光分光分析法)
- ・ 空試験と試料の指示値の比
- ・ 試料と標準液の最高濃度の指示値の比
- ・ 定量方法
(ジフェニルカルバジド吸光光度法、フレイム原子吸光法、電気加熱原子吸光法、
I C P 発光分光分析法、I C P 質量分析法)
- ・ 使用した水の種類

室内測定精度に関する解析 (Cr)

C V (%)	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D. (mg/kg)	CV %
1. 2未満	137	41.8	7.72	18.5
2. 2以上 5未満	117	39.2	7.13	18.2
3. 5以上10未満	43	39.2	9.54	24.4
4. 10以上	9	44.3	13.6	30.6

注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは以下の水準間に認められる
(両側危険率 5%)。

平均値 : 1と2

精度 : 1と4、2と3、2と4

分析方法別の解析 (Cr)

分析方法に関する解析（前処理方法）

前処理方法	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D. (mg/kg)	CV %
1. 炭酸ナトリウム融解	74	44.9	6.95	15.5
2. 過酸化ナトリウム融解	23	43.8	7.14	16.3
3. 酸分解（湿式分解）	127	38.4	8.55	22.3
4. 酸分解（圧力容器）	76	38.7	6.15	15.9
5. その他 硝酸-過塩素酸分解	1	18.6	-	-
湿式分解＋アルカリ融解	1	43.1	-	-
圧力容器による硝酸分解	1	49.9	-	-
圧力容器＋アルカリ融解	1	48.7	-	-
不明	1	44.6	-	-

注）偏り（平均値の差）及び精度の違いは以下の水準間に認められる
（両側危険率 5 %）。

平均値：1と3、1と4、2と3、2と4

精度：3と4

分析方法別の解析 (Cr)

分析方法に関する解析 (測定方法)

分析方法	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D. (mg/kg)	CV %
1.ジフェニルカルバジト吸光光度法	49	44.7	6.07	13.6
2.フレイム原子吸光法	26	42.6	10.2	24.0
3.電気加熱原子吸光法	15	36.4	9.19	25.2
4.ICP発光分光分析法	174	39.7	7.70	19.4
5.ICP質量分析法	42	39.1	8.09	20.7
6.その他	0	-	-	-

注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは以下の水準間に認められる
(両側危険率 5%)。

平均値 : 1と3、1と4、1と5

精度 : 1と2、1と3、2と4

分析方法別の解析 (Cr)

分析方法に関する解析（測定方法 & 前処理方法）

分析方法	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D. (mg/kg)	CV %
1. シュフェニルカルバジド 吸光光度法				
1.1. 炭酸ナトリウム融解	26	45.7	5.00	10.9
1.2. 過酸化ナトリウム融解	22	43.4	7.18	16.5
2. フレーム原子吸光法				
2.1. 炭酸ナトリウム融解	12	42.2	4.84	11.5
2.2. 過酸化ナトリウム融解	2	42.1	-	-
2.3. 酸分解（湿式分解）	23	40.1	12.6	31.5
3. 電気加熱原子吸光法				
3.4. 酸分解（圧力容器）	4	35.1	6.24	17.8
4. ICP発光分光分析法				
4.1. 炭酸ナトリウム融解	32	45.2	6.88	19.6
4.2. 過酸化ナトリウム融解	1	44.3	-	-
4.3. 酸分解（湿式分解）	89	37.8	7.00	18.5
4.4. 酸分解（圧力容器）	48	39.7	5.85	14.7
4.5. その他	4	38.8	13.6	35.2
5. ICP質量分析法				
5.1. 炭酸ナトリウム融解	4	45.4	5.42	11.9
5.3. 酸分解（湿式分解）	13	39.3	10.3	26.2
5.4. 酸分解（圧力容器）	24	37.5	6.52	17.4
5.5. その他	1	49.9	-	-
6. その他	0	-	-	-

注）偏り（平均値の差）及び精度の違いは以下の水準間に認められる

（両側危険率5%）。

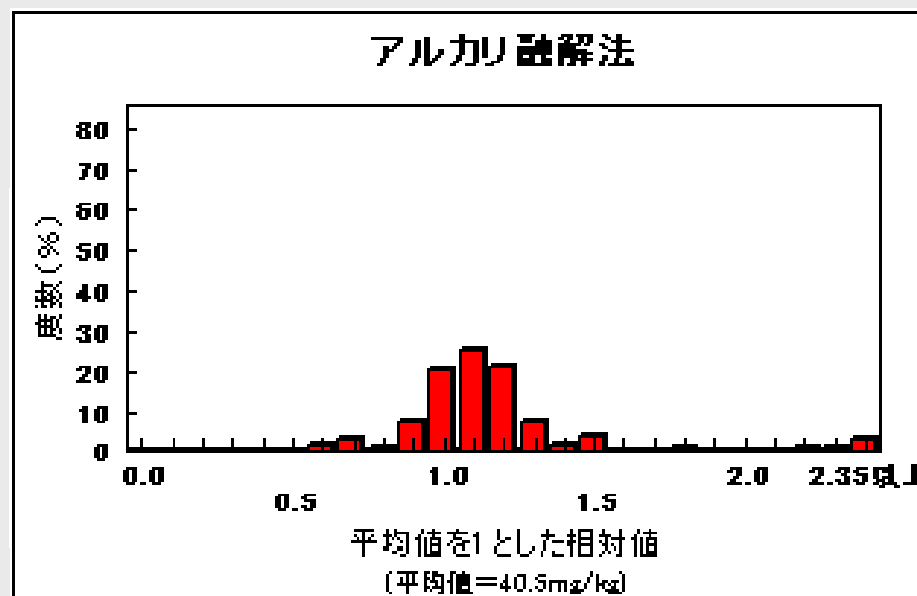
平均値：1.1と2.1、1.1と2.3、1.1と3.4、1.1と4.3、1.1と4.4、1.1と5.3、1.1と5.4、
1.2と3.4、1.2と4.3、1.2と4.4、1.2と5.4、2.1と3.4、2.1と4.3、2.1と5.4、
3.4と4.1、3.4と5.1、4.1と4.3、4.1と4.4、4.1と5.4、4.3と5.1、5.1と5.4

精度：1.1と2.3、1.1と4.1、1.1と4.5、1.1と5.3、1.2と2.3、2.1と2.3、2.1と4.1、
2.1と4.5、2.1と5.3、2.3と4.3、2.3と4.4、2.3と5.4、4.1と4.4、4.3と4.5、
4.3と5.3、4.4と4.5、4.4と5.3、4.5と5.4

分析方法別の解析 (Cr)

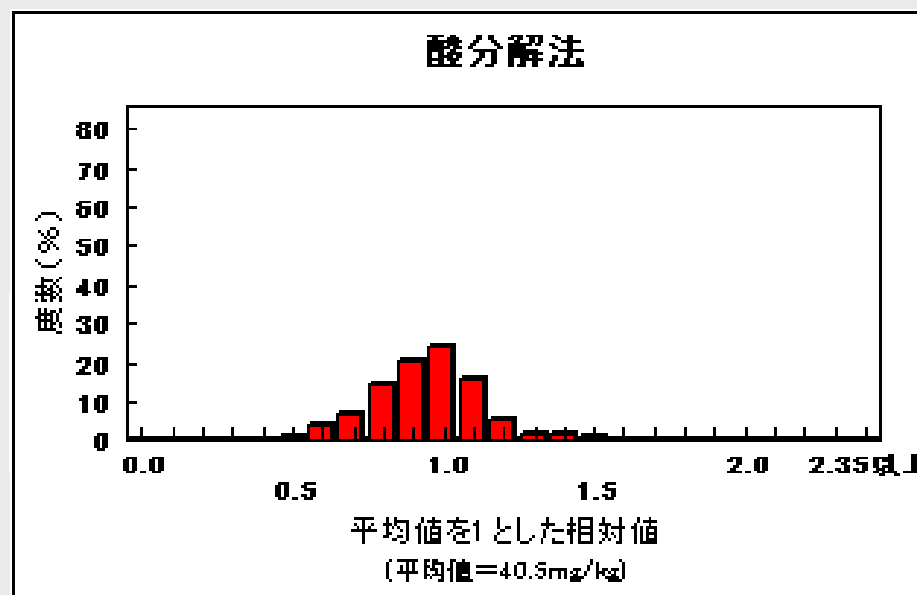
アルカリ融解法

- ・炭酸ナトリウム融解
- ・過酸化ナトリウム融解



酸分解法

- ・湿式分解
- ・压力容器



溶媒抽出 (Cr)

溶媒抽出	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D. (mg/kg)	CV %
原子吸光法				
1 実施する	7	43.3	5.01	11.6
2 実施しない	19	42.3	11.7	27.6
ICP発光分光分析法				
1 実施する	0	-	-	-
2 実施しない	174	39.7	7.70	19.4

注1) 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：原子吸光法の1と2

注2) 検定は同じ方法間で行っている。

試料量 (Cr)

試料量 (g)	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D. (mg/kg)	CV %
1. 0.1未満	2	45.0	-	-
2. 0.1～0.2	15	38.3	6.54	17.0
3. 0.2～0.5	51	39.9	7.78	19.5
4. 0.5～1.0	89	41.6	7.77	18.7
5. 1.0～2.0	143	40.4	8.27	20.5
6. 2以上	5	34.7	14.5	41.9

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 : 2と6、3と6、4と6、5と6

推奨方法 (B)

推奨方法

前処理方法	測定方法	底質調査方法	
		S63	H13
メチレンブルー吸光光度法	炭酸ナトリウム融解		○
ICP発光分光分析法	炭酸ナトリウム融解		○
	酸分解（湿式分解）		○
	酸分解（圧力容器）		○
ICP質量分析法	酸分解（湿式分解）		○
	酸分解（圧力容器）		○

分析方法別回答数 (B)

分析方法別回答数（前処理方法）

分析方法	回答数	棄却された回答数				
		n ≠ 3	N D 等	Grubbs		計
				小さな値	大きな値	
1. 炭酸ナトリウム融解	54	0	0	1	8	9
2. 過酸化ナトリウム融解	1	0	0	0	0	0
3. 酸分解（湿式分解）	87	0	0	0	17	17
4. 酸分解（圧力容器）	71	0	0	0	7	7
5. その他 湿式分解＋アルカリ融解	1	0	0	0	0	0
硝酸-ふっ化水素酸分解	1	0	0	0	0	0
圧力容器による硝酸分解	1	0	0	0	0	0

分析方法別回答数 (B)

分析方法別回答数（測定方法）

分析方法	回答数	棄却された回答数				
		n ≠ 3	N D 等	Grubbs		計
				小さな値	大きな値	
1. メチレンブルー-吸光光度法	6	0	0	0	4	4
2. ICP発光分光分析法	173	0	0	1	25	26
3. ICP質量分析法	37	0	0	0	3	3
4. その他 アゾメチンH吸光光度法	1	0	0	0	0	0
5. クルクミン吸光光度法	1	0	0	0	0	0
合計	218	0	0	1	32	33

分析方法別回答数 (B)

分析方法別回答数（前処理方法、測定方法）

分析方法	回 答 数	棄却された回答数				
		n ≠ 3	ND 等	Grubbs		計
				小さな値	大きな値	
1. メチンブルー吸光光度法						
1. 炭酸ナトリウム融解	5	0	0	0	3	3
3. 酸分解（湿式分解）	1	0	0	0	1	1
2. ICP発光分光分析法						
1. 炭酸ナトリウム融解	45	0	0	1	4	5
2. 過酸化ナトリウム融解	1	0	0	0	0	0
3. 酸分解（湿式分解）	76	0	0	0	16	16
4. 酸分解（圧力容器）	47	0	0	0	5	5
5. その他	2	0	0	0	0	0
3. ICP質量分析法						
1. 炭酸ナトリウム融解	2	0	0	0	1	1
3. 酸分解（湿式分解）	10	0	0	0	0	0
4. 酸分解（圧力容器）	24	0	0	0	2	2
5. その他	1	0	0	0	0	0
4. その他 アゾメチンH吸光光度法						
1. 炭酸ナトリウム融解	1	0	0	0	0	0
5. その他 クルクミン吸光光度法						
1. 炭酸ナトリウム融解	1	0	0	0	0	0

分析フロー (B)

メチレンブルー吸光度法

試料の適量
↓
試験溶液の調製
(前処理) 1. 炭酸ナトリウム融解
↓
定容とする(試験溶液)
↓
定量
(メチレンブルー吸光度法)

定量

試験溶液の適量 分液漏斗

↓ ← 水

15mLとする

↓ ← 硫酸 (3+97) 3mL

↓ ← ふっ化水素酸(1+9) 3mL

放置 1時間

↓ ← メチレンブルー溶液(0.4g/l) 3mL

↓ ← 1,2-ジクロロエタン 10mL

振り混ぜ 1分間

↓

1,2-ジクロロエタン層

↓ ← 硫酸銀溶液(0.3g/l) 5mL

振り混ぜ

↓

1,2-ジクロロエタン層

↓

吸光度測定 660nm

分析フロー (B)

I C P 発光分光分析法

試料の適量



試験溶液の調製

(前処理) 1. 炭酸ナトリウム融解

2. 酸分解

(湿式分解法：硝酸・塩酸・ふっ化水素酸による分解)

3. 酸分解

(圧力容器法：硝酸・塩酸・ふっ化水素酸による分解)



定容とする(試験溶液)



定量

(試験溶液を直接測定、試験溶液を希釈して測定)

(内標準法又は絶対検量線法)

分析フロー (B)

I C P質量分析法

試料の適量



試験溶液の調製

(前処理) 1. 酸分解

(湿式分解法：硝酸・塩酸・ふっ化水素酸による分解)

2. 酸分解

(圧力容器法：硝酸・塩酸・ふっ化水素酸による分解)



定容とする(試験溶液)



定量

(試験溶液を直接測定、試験溶液を希釈して測定)

(内標準法又は絶対検量線法)

外れ値の原因 (B)

外れ値 (3 3 回答)

小さい値 1

大きい値 3 2

アンケートでは

汚染が多い

そのうち12回答がガラス製品を使用

ただし、具体的に汚染原因が特定できていない例多い

次に、不明が多い

他は、計算間違い、試料の取り違い、酸分解不足、各 1 回答

しかし、ICP発光分光分析法の棄却原因として、「分光干渉」と推定される結果が多くみられた (次ページ)

外れ値の原因 (B)

ICP発光分光分析法における測定波長と前処理法ごとの棄却数*

<u>測定波長 249.678 nm</u>			
	融解	酸分解	計
外れ値	1	4	5 (5/39=13%)
外れ値でない	7	27	34
<u>測定波長 249.773 nm</u>			
	融解	酸分解	計
外れ値	2	13	15 (15/58=26%)
外れ値でない	22	21	43
<u>測定波長 208.959 nm</u>			
	融解	酸分解	計
外れ値	0	3	3 (3/62=4.8%)
外れ値でない	9	50	59

* 小さい値で棄却された1例を含まない

要因別の解析 (B)

外れ値等を棄却後の解析 分析結果に影響のあった要因

- ・ 分析機関区分
- ・ 分析機関の国際的な認証等の取得
- ・ 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 (測定方法)
- ・ 分析方法 (前処理方法)
- ・ 試料量
- ・ 溶媒抽出の実施 (原子吸光法、I C P 発光分光分析法)
- ・ バックグラウンド補正 (I C P 発光分光分析法)
- ・ 超音波ネブライザーの使用 (I C P 発光分光分析法)
- ・ 空試験と試料の指示値の比
- ・ 試料と標準液の最高濃度の指示値の比
- ・ 定量方法
(ジフェニルカルバジド吸光光度法、フレイム原子吸光法、電気加熱原子吸光法、
I C P 発光分光分析法、I C P 質量分析法)
- ・ 使用した水の種類

室内測定精度に関する解析 (B)

C V (%)	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D. (mg/kg)	CV %
1. 2未満	64	15.9	3.14	19.7
2. 2以上 5未満	71	16.1	3.35	20.8
3. 5以上10未満	35	16.8	4.44	26.4
4. 10以上	15	19.5	7.73	39.6

注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは以下の水準間に認められる
(両側危険率 5%)。

平均値 : 1と4、2と4

精度 : 1と3、1と4、2と4、3と4

分析方法別の解析 (B)

分析方法に関する解析（前処理方法）

前処理方法	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D. (mg/kg)	CV %
1. 炭酸ナトリウム融解	45	16.6	3.69	22.3
2. 過酸化ナトリウム融解	1	13.9	-	-
3. 酸分解（湿式分解）	70	16.2	4.35	26.8
4. 酸分解（圧力容器）	64	16.8	4.28	25.5
5. その他 湿式分解＋アルカリ融解	1	17.1	-	-
硝酸-ふっ化水素酸分解	1	16.3	-	-
圧力容器による硝酸分解	1	15.2	-	-

注）偏り（平均値の差）及び精度の違いは水準間に認められない
（両側危険率 5 %）。

分析方法別の解析 (B)

分析方法に関する解析（測定方法）

分析方法	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D. (mg/kg)	CV %
1.メチレンブルー-吸光光度法	2	16.1	-	-
2.ICP発光分光分析法	147	17.0	3.96	23.3
3.ICP質量分析法	34	14.2	4.09	28.8
4.その他 アゾメチンH吸光光度法	1	17.0	-	-
5. クルクミン吸光光度法	1	19.5	-	-

注）精度の違いは水準間にみられないが、偏り（平均値の差）

は以下の水準間に認められる（両側危険率5％）。

平均値：2と3

分析方法別の解析 (B)

分析方法に関する解析（測定方法 & 前処理方法）

分析方法	回答数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D. (mg/kg)	CV %
1. メチレンブルー吸光光度法				
1.1. 炭酸ナトリウム融解	2	16.1	-	-
1.3. 酸分解（湿式分解）	0	-	-	-
2. ICP発光分光分析法				
2.1. 炭酸ナトリウム融解	40	16.5	3.80	23.0
2.2. 過酸化ナトリウム融解	1	13.9	-	-
2.3. 酸分解（湿式分解）	60	16.5	3.93	23.8
2.4. 酸分解（圧力容器）	42	18.3	4.13	22.5
2.5. その他	2	16.7	-	-
3. ICP質量分析法				
3.1. 炭酸ナトリウム融解	1	14.7	-	-
3.3. 酸分解（湿式分解）	10	14.6	6.37	43.6
3.4. 酸分解（圧力容器）	22	13.9	2.95	21.1
3.5. その他	1	15.2	-	-
4. その他 アゾメチンH吸光光度法				
4.1. 炭酸ナトリウム融解	1	17.0	-	-
5. その他 カルクミン吸光光度法				
5.1. 炭酸ナトリウム融解	1	19.5	-	-

注）偏り（平均値の差）及び精度の違いは以下の水準間に認められる
（両側危険率5％）。

平均値：2.1と2.4、2.1と3.4、2.3と2.4、2.3と3.4、2.4と3.3、2.4と3.4

精度：2.1と3.3、2.3と3.3、3.3と3.4

試料量 (B)

試料量 (g)	回答 数	平均値 (mg/kg)	室間精度	
			S.D. (mg/kg)	CV %
1. 0.1未満	0	-	-	-
2. 0.1～0.2	14	15.4	2.72	17.7
3. 0.2～0.5	27	16.6	3.85	23.2
4. 0.5～1.0	49	17.7	4.95	27.9
5. 1.0～2.0	89	16.0	3.74	23.4
6. 2以上	5	15.1	4.36	28.9

注) 偏り (平均値の差) 及び精度の違いは以下の水準間に認められる
(両側危険率 5 %)。

平均値 : 4と5

精度 : 2と4、4と5