

平成21年度環境測定分析統一精度管理調査結果 説明会

廃棄物（ばいじん）試料
（重金属類の分析）

平成22年7月 8日 岡山
平成22年7月14日 東京
平成22年7月21日 大阪
平成22年7月26日 仙台
平成22年8月 3日 福岡

試料

- ・基本精度管理調査
3回の併行測定

- ・分析対象項目
溶出試験:鉛(Pb)
銅(Cu)
カルシウム(Ca)

- ・共通試料2
廃棄物(ばいじん) 試料

試料

- 廃棄物焼却施設においてばいじんを採取
- 試料の調製
 - 50℃において乾燥
 - 夾雑物を除去
 - 100メッシュのふるいを通過した部分を集める
 - 混合・均質化
- 500mLのポリエチレン製の瓶に約160 g 入れる
- 参加機関へは瓶を各1個送付

分析方法 (推奨方法)

鉛(Pb)

「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」
(昭和48年環境庁告示第13号)に定める方法
(「**埋立処分を行おうとするばいじん**」に係る方法)

銅(Cu)、カルシウム(Ca)

鉛(Pb)と同様に「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」に従って検液(溶出液)を調製
JIS K 0102 に定める方法で分析
(「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」に規定されていない)

分析方法 (推奨方法)

検液（溶出液）の作成

1. 試料液の調製及び溶出操作

試料液	ばいじん試料（単位 g）と溶媒（純水に水酸化ナトリウム又は塩酸を加え、pHが5.8以上6.3以下となるようにしたもの）（単位mL）とを重量体積比10%の割合で混合し、かつ、その混合液が500mL以上となるようにしたものと する。
溶出	常温（おおむね20℃）、常圧（おおむね1気圧）で振とう機（あらかじめ振とう回数を約200回/分に、振とう幅を4cm以上5cm以下に調整したもの）を用いて、6時間連続振とうする。

2. ろ過

孔径1 μm のグラスファイバーフィルターペーパー（GFP）

（ろ過が著しく困難な場合は、試料液を3000回/分で30分間遠心分離）

3. ろ液から検定に必要な量を正確に計り取る（検液）

検液（溶出液）の分析・・・次のページ

分析方法 (推奨方法)

分析方法	鉛	銅	カルシウム
キレート滴定法			○1
吸光光度法		○1	
フレイム原子吸光法	○	○1	○1
電気加熱原子吸光法	○	○1	
I C P 発光分光分析法	○	○1	○1
I C P 質量分析法	○	○1	
イオンクロマトグラフ法			○1

(注) ○：産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法に定める方法

○及び○1：JIS K 0102 に定める方法

追跡調査

試料	項目	追跡調査の概要
廃棄物 (ばいじん)	溶出試験 ：重金属類	・昨年度は、溶出液試料（溶液の試料）として実施している。 ・今年度は、検液の作成（溶出操作等）も含めた調査とする。

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	
溶出試験：鉛	389	0	0	15	15	3.9(3.9)
溶出試験：銅	329	0	9	7	16	4.9(2.1)
溶出試験：カルシウム	334	0	0	10	10	3.0(3.0)

(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

分析項目	Grubbsの検定		(参考)
	下限値 (mg/L)	上限値 (mg/L)	外れ値棄却 後の平均値 (mg/L)
溶出試験：鉛	4.80	16.1	10.4
溶出試験：銅	0	0.121	0.0506
溶出試験：カルシウム	5130	8430	6780

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/L)	室間精度		最小値 (mg/L)	最大値 (mg/L)	中央値 (mg/L)
				S.D. (mg/L)	CV %			
溶出試験 ：鉛	前	389	10.2	2.26	22.2	0.0690	18.7	10.5
	後	374	10.4	1.49	14.3	4.90	15.6	10.5
溶出試験 ：銅	前	320	0.0544	0.0329	60.5	0.00221	0.330	0.0502
	後	313	0.0506	0.0188	37.1	0.00221	0.119	0.0498
溶出試験 ：カルシウム	前	334	6740	1120	16.6	0.00696	17300	6830
	後	324	6780	441	6.5	5250	8230	6840

(注) *:「棄却前」には統計的外れ値は含むが、結果が「ND等」で示されているものは含まない。

室内精度等

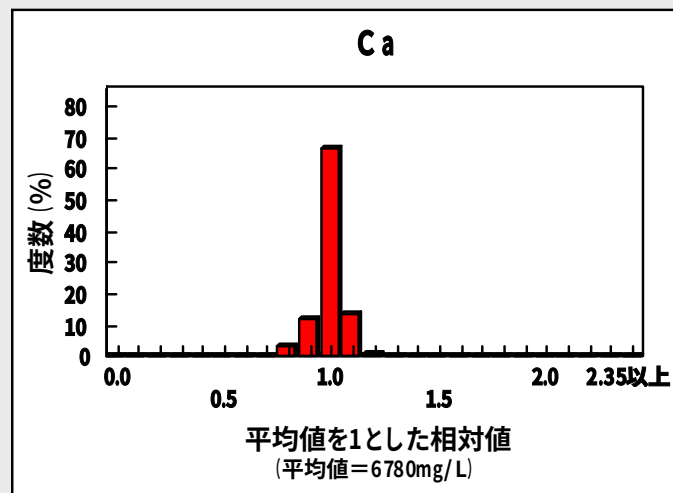
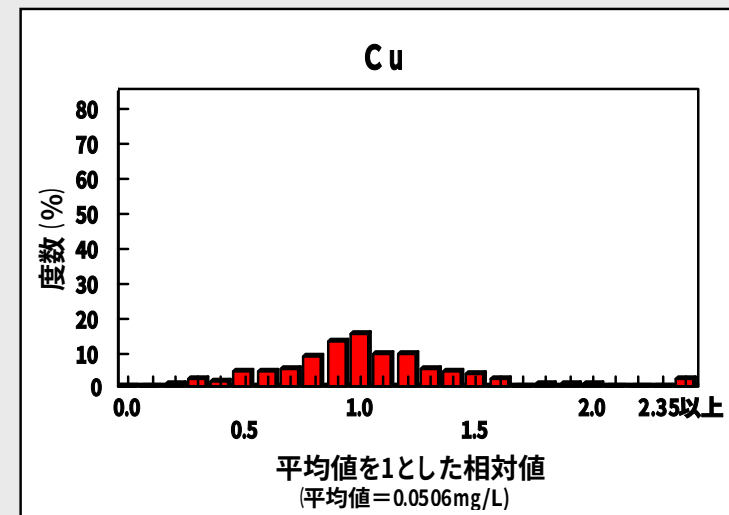
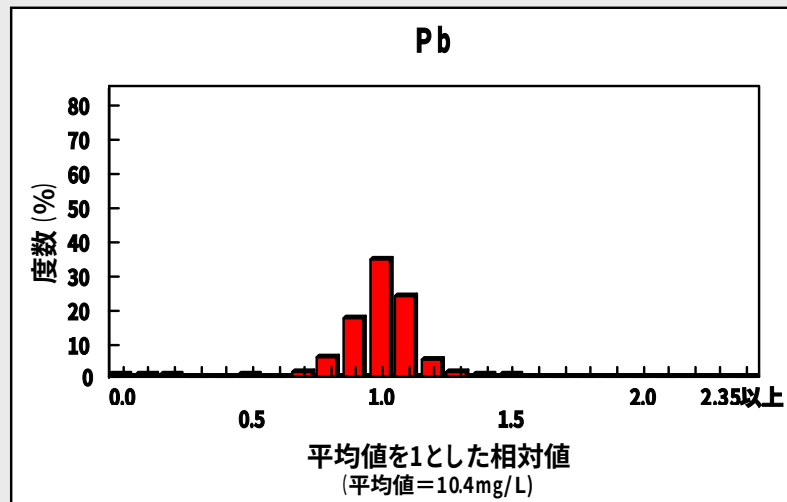
(室内精度)

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/L)	CV %	最小値	最大値	中央値
溶出試験 ：鉛	後	3	374	0.463	4.4	0	23.7	3.2
溶出試験 ：銅	後	3	313	0.00645	12.7	0	71.3	3.6
溶出試験 ：カルシウム	後	3	324	246	3.6	0	30.5	0.9

(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



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
				小さな値	大きな値	
1.ﾌﾙｰﾑ原子吸光法	126	0	0	1	0	1
2.電気加熱原子吸光法	19	0	0	2	1	3
3.ICP発光分光分析法	178	0	0	9	0	9
4.ICP質量分析法	66	0	0	1	1	2
5.その他	0	-	-	-	-	-
合計	389	0	0	13	2	15

検液の分析フロー (Pb & Cu)

フレイム原子吸光法

検液（溶出液）の適量



準備操作（前処理） 1. 塩酸酸性で煮沸 2. 硝酸酸性で煮沸

3. 塩酸による分解 4. 硝酸による分解

5. 塩酸と硝酸による分解 6. 硝酸と過塩素酸による分解

7. 硝酸と硫酸による分解 8. 前処理を行わない



（溶媒抽出等） 1. 溶媒抽出

2. イオン交換樹脂カラムによる分離

3. 行わない



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）

検液の分析フロー (Pb & Cu)

電気加熱原子吸光法

検液（溶出液）の適量



準備操作

（前処理） （フレイム原子吸光法と同じ）



定容とする（試験溶液）



分取

↓ （←硝酸パラジウム溶液）

定量

（標準添加法又は絶対検量線法）

検液の分析フロー (Pb & Cu)

ICP発光分光分析法

検液（溶出液）の適量



準備操作

(前処理) (フレイム原子吸光法と同じ)

(溶媒抽出等) (フレイム原子吸光法と同じ)



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)

(絶対検量線法又は内標準法)

検液の分析フロー (Pb & Cu)

I C P質量分析法

検液（溶出液）の適量



準備操作

(前処理) (フレイム原子吸光法と同じ)



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）

（絶対検量線法又は内標準法）

外れ値の原因 (P b)

溶出液の作成

セルロースろ紙の使用 6機関

分析

マトリックスの影響を取り除く操作が行われなかったことによるもの 6機関

その他

容器の汚染（溶出操作含む） 1機関

計算違い 1機関

など

要因別の解析 (P 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

○分析全般

- ・分析機関区分
- ・分析機関の国際的な認証等の取得
- ・室内測定精度 (CV %)

○検液 (溶出液) の作成

- ・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
- ・試料液の調製 : 容器の種類、試料量、溶媒 (水) の種類、溶媒のpH
溶媒と容器の容量の比
- ・試料液調製後の放置時間
- ・溶出操作 : 容器の置き方／振とう方法
- ・振とう後の放置時間
- ・ろ過等 : 方法 (ろ過と遠心分離)
 - ろ過 ろ紙の種類・材質
 - ろ紙の種類: メーカー
 - ろ紙の種類: 型式
 - ろ過の方法
 - 作成したろ液と溶媒の比
- ・溶出液の作成から検定までの時間
- ・溶出液の保存 保存処理 保存方法

要因別の解析 (P 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

○検定の方法 (検液中の鉛の分析方法)

- ・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
- ・分析方法
- ・試料量 (溶出液の量)
- ・前処理方法
- ・準備操作 (溶媒抽出等の方法)
- ・溶媒抽出の実施
(フレイム原子吸光法、電気加熱原子吸光法、ICP発光分光分析法、
ICP質量分析法)
- ・試料の注入方法 (電気加熱原子吸光法)
- ・モディファイアーの使用 (電気加熱原子吸光法)
- ・バックグラウンド補正
(フレイム原子吸光法、電気加熱原子吸光法、ICP発光分光分析法)
- ・超音波ネブライザーの使用 (ICP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
(フレイム原子吸光法、電気加熱原子吸光法、ICP発光分光分析法、
ICP質量分析法)
- ・使用した水の種類

全般 (室内測定精度) に関する 解析 (P b)

(鉛：分析全般)

C V (%)	回答 数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			S.D. (mg/L)	CV %
1. 2未満	203	10.5	1.34	12.7
2. 2以上 5未満	140	10.5	1.48	14.1
3. 5以上10未満	28	10.2	2.26	22.3
4. 10以上	3	9.69	3.69	38.0

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3、1と4 2と3、2と4

溶出操作 (容器の置き方／振とう方法) に関する解析 (Pb)

(鉛：溶出液の作成)

溶媒と容器の容量の比	回答数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			S.D. (mg/L)	CV %
1.横置き／横振り	102	10.4	1.02	9.9
2.横置き／縦振り	28	10.3	2.35	22.7
3.縦置き／横振り	163	10.3	1.28	12.4
4.縦置き／縦振り	79	10.9	1.95	17.9
5.その他 (斜め置き等)	2	9.84	-	-

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、3と4

精度：1と2、1と3、1と4、2と3、3と4

溶出操作 (ろ紙の種類) に関する 解析 (P b)

(鉛：溶出液の作成)

ろ紙の材質	回答 数	平均値 (mg/L)	室内精度		備考
			S.D.(mg/L)	CV %	
1. GFP	345	10.5	1.48	14.1	(不明を含む)
2. MF	12	10.8	0.909	8.4	
3. セロース	1	4.90	-	-	
4. その他	14	10.4	1.77	17.0	

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

精度：2と4

検定の方法 (分析方法) に関する 解析 (P b)

(鉛：検定の方法)

分析方法	回答 数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			S.D. (mg/L)	CV %
1. フルム原子吸光法	125	10.3	1.52	14.8
2. 電気加熱原子吸光法	16	11.7	1.56	13.3
3. ICP発光分光分析法	169	10.4	1.46	14.1
4. ICP質量分析法	64	10.7	1.35	12.7
5. その他	0	-	-	-

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：1と2、2と3、2と4

検定の方法（溶媒抽出）に関する 解析（P b）

（鉛：検定の方法）

溶媒抽出等の方法	＊	回答 数	平均値 (mg/L)	室間精度	
				S.D.(mg/L)	CV %
1.溶媒抽出		104	10.6	1.53	14.5
2.イオン交換樹脂カラムによる分離		0	-	-	-
3.その他		1	10.7	-	-
4.実施しない		269	10.4	1.48	14.3

注1）偏り（平均値の差）及び精度の違いは水準間にみられない
（両側危険率5％）。

注2）＊：不明の場合には、「実施しない」に区分している。

検定の方法（溶媒抽出）に関する 解析（Pb）

（鉛：検定の方法）

溶媒抽出 ＊	回答 数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			S.D. (mg/L)	CV %
フーラム原子吸光法				
1 実施する	49	10.7	1.71	16.0
2 実施しない	76	10.0	1.32	13.2
電気加熱原子吸光法				
1 実施する	2	12.1	-	-
2 実施しない	14	11.7	1.66	14.2
ICP発光分光分析法				
1 実施する	49	10.4	1.37	13.2
2 実施しない	120	10.4	1.51	14.6
ICP質量分析法				
1 実施する	5	10.4	0.677	6.5
2 実施しない	59	10.7	1.40	13.0

注 1） 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：フーラム原子吸光法 1 と 2

精度：フーラム原子吸光法 1 と 2

注 2） 検定は同じ方法間で行っている。

検定の方法 (定量方法) に関する 解析 (P b)

(鉛：検定の方法)

定量方法	回答数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			S.D. (mg/L)	CV %
フーラム原子吸光法				
1. 絶対検量線	115	10.3	1.48	14.5
2. 標準添加	7	11.1	1.19	10.7
3. 内標準	0	-	-	-
電気加熱原子吸光法				
1. 絶対検量線	7	11.1	1.32	11.8
2. 標準添加	9	12.2	1.66	13.6
3. 内標準	0	-	-	-
ICP発光分光分析法				
1. 絶対検量線	67	10.0	1.67	16.7
2. 標準添加	13	10.7	0.825	7.7
3. 内標準	86	10.6	1.35	12.8
ICP質量分析法				
1. 絶対検量線	2	10.8	-	-
2. 標準添加	1	9.70	-	-
3. 内標準	61	10.7	1.38	12.9

注1) 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：ICP発光分光分析法1と3

精度：ICP発光分光分析法1と2

注2) 検定については、同じ分析方法中の定量方法間で行っている。

分析方法別回答数 (Cu)

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. フーラム原子吸光法	63	0	6	0	0	6
2. 電気加熱原子吸光法	49	0	0	0	2	2
3. ICP発光分光分析法	162	0	3	0	5	8
4. ICP質量分析法	55	0	0	0	0	0
5. ジェチルジチカルバミド酸吸光光度法	0	-	-	-	-	-
6. その他	0	-	-	-	-	-
合計	329	0	9	0	7	16

分析フロー (Cu)

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
5. ジエチルジチオカルバミド酸吸光光度法

1～4の方法はPbと概略同じ

5の方法は回答なし

外れ値の原因 (Cu)

マトリックスの影響によるもの 12機関

検出限界以下と報告されたもの9機関

セルロースろ紙の使用と思われる 1機関

溶媒抽出を行わない絶対検量線法 8機関

セルロースろ紙の使用 3機関

計算ミス 1機関

検出下限の設定違い 1機関

など

要因別の解析 (C u)

外れ値等を棄却後の解析 分析結果に影響のあった要因

○分析全般

- ・分析機関区分
- ・分析機関の国際的な認証等の取得
- ・**室内測定精度 (CV %)**

○検液 (溶出液) の作成

- ・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
- ・試料液の調製 : 容器の種類、試料量、溶媒 (水) の種類、溶媒のpH
溶媒と容器の容量の比
- ・試料液調製後の放置時間
- ・溶出操作 : 容器の置き方／振とう方法
- ・振とう後の放置時間
- ・ろ過等 : 方法 (ろ過と遠心分離)
ろ過 **ろ紙の種類:材質**
ろ紙の種類:メーカー
ろ紙の種類:型式
ろ過の方法
作成したろ液と溶媒の比
- ・溶出液の作成から検定までの時間
- ・溶出液の保存 保存処理 保存方法

要因別の解析 (Cu)

外れ値等を棄却後の解析 分析結果に影響のあった要因

○検定の方法 (検液中の銅の分析方法)

- ・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
- ・**分析方法**
- ・試料量 (溶出液の量)
- ・前処理方法
- ・準備操作 (溶媒抽出等の方法)
- ・**溶媒抽出の実施**
(フレイム原子吸光法、電気加熱原子吸光法、ICP発光分光分析法、
ICP質量分析法)
- ・試料の注入方法 (電気加熱原子吸光法)
- ・モディファイアーの使用 (電気加熱原子吸光法)
- ・バックグラウンド補正
(フレイム原子吸光法、電気加熱原子吸光法、ICP発光分光分析法)
- ・超音波ネブライザーの使用 (ICP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**
(フレイム原子吸光法、電気加熱原子吸光法、ICP発光分光分析法、
ICP質量分析法)
- ・使用した水の種類

全般 (室内測定精度) に関する 解析 (Cu)

(銅：分析全般)

C V (%)	回答 数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			S.D. (mg/L)	CV %
1. 2未満	83	0.0528	0.0178	33.6
2. 2以上 5未満	111	0.0523	0.0164	31.3
3. 5以上10未満	74	0.0503	0.0206	41.0
4. 10以上	45	0.0430	0.0218	50.6

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：2と3、2と4

溶出操作 (ろ紙の種類) に関する 解析 (Cu)

銅：溶出液の作成

ろ紙の材質	回答 数	平均値 (mg/L)	室間精度		備考
			S.D. (mg/L)	CV %	
1. GFP	283	0.0510	0.0189	37.0	(不明を含む)
2. MF	13	0.0485	0.0133	27.4	
3. セロース	4	0.0225	0.0275	122	
4. その他	13	0.0532	0.0139	26.0	

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

平均値: 1と3、2と3、3と4

検定の方法 (分析方法) に関する 解析 (Cu)

(銅：検定の方法)

分析方法	回答 数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			S.D. (mg/L)	CV %
1. フレーム原子吸光法	57	0.0497	0.0209	42.0
2. 電気加熱原子吸光法	47	0.0470	0.0192	40.9
3. ICP発光分光分析法	154	0.0519	0.0190	36.6
4. ICP質量分析法	55	0.0512	0.0156	30.4
5. ジェチルジチオカルバミド酸吸光光度法	0	-	-	-
6. その他	0	-	-	-

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4

検定の方法（溶媒抽出）に関する 解析（Cu）

（銅：検定の方法）

溶媒抽出等の方法 *	回答 数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			S.D. (mg/L)	CV %
1. 溶媒抽出	109	0.0466	0.0186	39.9
2. イオン交換樹脂カラムによる分離	1	0.0447	-	-
3. その他	1	0.0498	-	-
4. 実施しない	202	0.0528	0.0187	35.4

注1）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：1と4

注2）＊：不明の場合には、「実施しない」に区分している。

検定の方法（溶媒抽出）に関する 解析（Cu）

（銅：検定の方法）

溶媒抽出 ＊	回答 数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			S.D. (mg/L)	CV %
フレイム原子吸光法				
1 実施する	42	0.0474	0.0212	44.8
2 実施しない	15	0.0563	0.0191	33.9
電気加熱原子吸光法				
1 実施する	8	0.0413	0.0237	57.3
2 実施しない	39	0.0482	0.0183	38.0
ICP発光分光分析法				
1 実施する	52	0.0468	0.0168	35.8
2 実施しない	100	0.0546	0.0198	36.2
ICP質量分析法				
1 実施する	7	0.0470	0.00881	18.7
2 実施しない	48	0.0518	0.0163	31.5

注1) 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：ICP発光分光分析法1と2

注2) 検定は同じ方法間で行っている。

検定の方法 (定量方法) に関する 解析 (Cu)

(銅：検定の方法)

定量方法	回答 数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			S.D. (mg/L)	CV %
フーラム原子吸光法				
1. 絶対検量線	53	0.0508	0.00210	41.3
2. 標準添加	1	0.0312	-	-
3. 内標準	0	-	-	-
電気加熱原子吸光法				
1. 絶対検量線	42	0.0467	0.0201	43.1
2. 標準添加	5	0.0490	0.00895	18.3
3. 内標準	0	-	-	-
ICP発光分光分析法				
1. 絶対検量線	65	0.0456	0.0195	42.8
2. 標準添加	11	0.0650	0.0218	33.6
3. 内標準	74	0.0550	0.0164	29.9
ICP質量分析法				
1. 絶対検量線	1	0.0751	-	-
2. 標準添加	5	0.0559	0.0193	34.6
3. 内標準	48	0.0500	0.0151	30.2

注1) 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：ICP発光分光分析法1と2、1と3

注2) 検定については、同じ分析方法中の定量方法間で行っている。

分析方法別回答数 (C a)

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. トレット滴定法	19	0	0	0	0	0
2. フレーム原子吸光法	107	0	0	3	0	3
3. ICP発光分光分析法	176	0	0	3	2	5
4. イオンクロマトグラフィー法	30	0	0	1	1	2
5. その他 ICP質量分析法	2	0	0	0	0	0
合計	334	0	0	7	3	10

検液の分析フロー (Ca)

キレート滴定法

検液（溶出液）の適量

↓ ← 水

50mLとする

↓ ← 水酸化カリウム溶液4mL

放置 5分間

↓ ← シアン化カリウム溶液0.5mL

↓ ← 塩化ビトリルアンモニウム溶液0.5mL

↓ ← 指示薬（HSNN溶液）5、6滴

10mmol/L EDTA溶液で滴定 溶液の色が赤紫から青になるまで

検液の分析フロー (Ca)

フレイム原子吸光法

検液（溶出液）の適量

↓ ← 塩酸（1+1） 2mL

↓ ← 水

100mLとする

↓

10mLを分取

↓ ← ランタン（III）溶液 1mL

定量

検液の分析フロー (Ca)

I C P 発光分光分析法

検液 (溶出液) の適量

↓ ← 塩酸 (1+1) 約0.1mol/Lとなるように添加

↓ ← 水

100mLとする

↓

定量

(絶対検量線法又は内標準法)

検液の分析フロー (Ca)

イオンクロマトグラフ法

検液 (溶出液)



(水で希釈)



定容とする (試験溶液)



定量

外れ値の原因 (C a)

外れ値 10回答

単純な間違い 6回答

- ・希釈倍率を間違えて計算 4回答
- ・検量線から濃度を求めるときの計算間違い 1回答
- ・分析結果の転記間違い (「10の3乗」を「10の-3乗」とする) 1回答

溶出試験操作の不適

- ・溶液体積と容器容量が近く、振とうによる溶出が不十分) 1回答

希釈での誤差

- ・希釈を1段階で行ったために大きな誤差 1回答

溶出操作に不適 ?

- ・原因は不明 2回答

要因別の解析 (C a)

外れ値等を棄却後の解析 分析結果に影響のあった要因

○分析全般

- ・分析機関区分
- ・分析機関の国際的な認証等の取得
- ・室内測定精度 (CV %)

○検液 (溶出液) の作成

- ・分析者の経験度 ①昨年度分析を行った試料数
分析業務経験年数
- ・試料液の調製 ②容器の種類、試料量、溶媒（水）の種類、溶媒のpH
溶媒と容器の容量の比
- ・試料液調製後の放置時間
- ・溶出操作 ③容器の置き方／振とう方法
- ・振とう後の放置時間
- ・ろ過等 ④方法（ろ過と遠心分離）
 - ろ過 ⑤ろ紙の種類：材質
 - ろ紙の種類：メーカー
 - ろ紙の種類：型式
 - ろ過の方法
- 作成したろ液と溶媒の比
- ・溶出液の作成から検定までの時間
- ・溶出液の保存 ⑥保存処理 ⑦保存方法

要因別の解析 (Ca)

外れ値等を棄却後の解析 分析結果に影響のあった要因

○検定の方法 (検液中のカルシウムの分析方法)

- ・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
- ・分析方法
- ・前処理方法
(フレイム原子吸光法、ICP発光分光分析法、イオンクロマトグラフ法)
- ・バックグラウンド補正
(フレイム原子吸光法、ICP発光分光分析法)
- ・フレイムの種類 (フレイム原子吸光法)
- ・ランタン溶液の添加 (フレイム原子吸光法)
- ・装置の型式 (イオンクロマトグラフ法)
- ・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**
(フレイム原子吸光法、ICP発光分光分析法、イオンクロマトグラフ法)
- ・使用した水の種類

全般 (室内測定精度) に関する 解析 (C a)

(カルシウム：分析全般)

C V (%)	回答 数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			S.D. (mg/L)	CV %
1. 2未満	281	6810	389	5.7
2. 2以上 5未満	33	6530	607	9.3
3. 5以上10未満	8	6470	701	10.8
4. 10以上	2	6980	-	-

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、1と3

精度：1と2、1と3、2と3

検定の方法 (分析方法) に関する 解析 (Ca)

(カルシウム：検定の方法) 参考表 (有意差はみられていない)

分析方法	回答 数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			S.D. (mg/L)	CV %
1. トレ-ト滴定法	19	6700	399	6.0
2. フル-ム原子吸光法	104	6810	488	7.2
3. ICP発光分光分析法	171	6780	408	6.0
4. イオンクロマトグラフ法	28	6670	482	7.2
5. その他 ICP質量分析法	2	7130	-	-

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

検定の方法 (定量方法) に関する 解析 (Ca)

(カルシウム：検定の方法)

定量方法	回答 数	平均値 (mg/L)	室間精度	
			S.D. (mg/L)	CV %
フーラム原子吸光法				
1. 絶対検量線	101	6830	471	6.9
2. 標準添加	1	6570	-	-
3. 内標準	0	-	-	-
ICP発光分光分析法				
1. 絶対検量線	98	6700	448	6.7
2. 標準添加	6	6990	182	2.6
3. 内標準	63	6870	336	4.9
イオンクロマトグラフ法				
1. 絶対検量線	28	6670	482	7.2
2. 標準添加	0	-	-	-
3. 内標準	0	-	-	-

注1) 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：ICP発光分光分析法の1と3

精度：ICP発光分光分析法の1と3

注2) 検定については、同じ分析方法中の定量方法間で行っている。

昨年度結果との比較

年度	分析項目	棄却	回答数	平均値 (mg/L)	室間精度		最小値 (mg/L)	最大値 (mg/L)	中央値 (mg/L)
					S.D. (mg/L)	CV %			
20	鉛 (溶出液)	前	419	12.1	1.95	16.1	0.0305	22.3	12.5
		後	406	12.3	1.24	10.0	8.01	16.3	12.5
21	溶出試験 ：鉛	前	389	10.2	2.26	22.2	0.0690	18.7	10.5
		後	374	10.4	1.49	14.3	4.90	15.6	10.5
20	カドミウム (溶出液)	前	407	0.0653	0.567	868	0.00182	11.5	0.0373
		後	396	0.0364	0.00673	18.5	0.0109	0.0587	0.0374
21	溶出試験 ：銅	前	320	0.0544	0.0329	60.5	0.00221	0.330	0.0502
		後	313	0.0506	0.0188	37.1	0.00221	0.119	0.0498
20	カルシウム (溶出液)	前	336	5620	658	11.7	5.92	9210	5630
		後	322	5620	249	4.4	4700	6550	5620
21	溶出試験 ：カルシウム	前	334	6740	1120	16.6	0.00696	17300	6830
		後	324	6780	441	6.5	5250	8230	6840
20	砒素 (溶出液)	前	352	0.116	1.41	1220	0.00227	26.5	0.0399
		後	327	0.0392	0.00520	13.3	0.0200	0.0566	0.0399