

外れ値等の原因究明（手順例）

1. 外れ値等の内容の確認
2. 外れ値等の原因と思われる操作の箇所の確認
 - 例 A. 前処理操作
 - B. 測定操作
 - C. 濃度の算出（計算間違い）
 - D. 結果の報告（記載間違い）
3. 単純な間違いがないかの確認（上記2の例C及び例Dによる確認）
 - (1) 記載間違い（転記間違い）の確認（上記2の例D）
 - 例 a: 分析結果の記載を間違っていないか。
 - b: 指示値の記載等を間違っていないか。
 - (2) 計算間違いの確認（上記2の例C）
 - 例 a: 単位が間違っていないか。
 - b: 計算が間違っていないか。
 - ・計算結果に桁数の間違いはないか。
 - ・掛け算と割り算の間違い、足し算と引き算の間違いはないか。
 - ・試料量、定容量、希釈倍率、濃縮倍率等が間違っていないか。
 - ・間違った検量線を使用して計算していないか。
 - ・指定された濃度表示となっているか。
4. 分析手法上の問題がないかの確認（上記2の例A及び例Bによる確認）
 - (1) 分析方法が不相当でないかの確認
 - 例 a: 感度の良くない方法を選択し、「不検出」となっていないか。
 - b: 分析対象の損失のある操作（抽出、クリーンアップ等）を行っていないか。
 - c: 適切でない分析カラムを使用していないか。
 - (2) 分析機器の調整不足でないかの確認（上記2の例B）
 - 例 a: 機器の安定性の良くない状態で測定していないか。
 - b: 通常感度程度となっていない状態で測定していないか。
 - c: 感度の変動の大きい状態で測定していないか。
 - (3) 汚染があり（空試験値が大きい）、分析結果に影響していないかの確認（上記2の例A及び例B）
 - 例 a: 適切な器具の使用、器具の洗浄は十分であったか。
 - b: 適切な試薬を使用していたか。
 - (4) 標準液の濃度に間違いはないかの確認（上記2の例A及び例B）
 - 例 a: 検量線用の標準液の調製方法から濃度の計算に間違いはないか。
 - b: 内標準液の調製方法から濃度の計算に間違いはないか。
 - c: 内標準物質（スパイク）の添加量は正しいか。
 - (5) 同定（チャート（クロマトグラム）等の読み）間違いはないかの確認（上記2の例B）
 - 例 a: 間違った波長のピークを読んでいるか。
 - b: 間違ったピークを読んでいるか（ピークのアサイン間違いでないか）。
 - c: ピークの順番を間違えて読んでいるか。
 - (6) 感度不足のため、分析結果に影響していないかの確認（上記2の例A及び例B）
ピークが小さすぎるため、分析結果に影響していないかの確認
 - 例 a: 希釈しすぎて感度不足となっていないか。
 - (7) 共存物質の影響はないかの確認
分離の良くないピークを読み、分析結果に影響していないかの確認（上記2の例A及び例B）
 - 例 a: 前処理が不十分でないか。
 - b: クリーンアップが不適切でなかったか。
 - c: 分析条件（カラムの種類等）が不適切でなかったか。
 - (8) 不適切な検量線となっていないかの確認（上記2の例B）
 - 例 a: 検量線の範囲内での定量となっているか。
 - b: 検量線の直線性は適切となっているか。
 - c: 検量線の点数は範囲内で適切となっているか。
 - (9) その他

外れ値等に関するアンケート (土壌試料：金属)

・該当する番号 (1、2、・・・) を必ず○で囲んでください。Aの一部、B、Cについては予め記載しております。() 内等は必要事項等をわかる範囲で記入してください。

A. 機関コードと機関名

機関コード ()
機関名 ()
氏名 () 電話番号 ()

B. 対象試料、項目

土壌試料 (金属等)： 1. 鉛及びその化合物 2. 砒素及びその化合物

C. 外れ値等の内容

内容： 1. Grubbs の方法による外れ値 (小さい値)
2. Grubbs の方法による外れ値 (大きい値)
3. 不検出
4. 平均値の 0.113 倍以下の値 (小さい値)
5. 室内併行測定精度 (室内変動) による外れ値 (室間精度 CV% より大きい CV%)

D. 外れ値等の原因 (D 3 及び D 4 については、原因がわかる場合に回答してください)

D 1 外れ値等の原因と思われる操作の箇所
1. 前処理 (希釈、試料の分解、機器の校正等)
2. 測定 (滴定、吸光度測定等)
3. 濃度の算出 (計算間違い)
4. 結果の報告 (記載間違い)
5. その他 ()
6. 不明

D 2 原因 (D 1 で 1~2 の場合に回答してください)
1. 分析方法が不相当 2. 分析機器の調整不足
3. 汚染 (空試験値が大きい) 4. 標準液濃度の差異
5. チャート等の読み間違い 6. 感度不足
7. 共存物質の影響 8. 不適切な検量線
9. その他 ()

D 3 上記の具体的な原因は (D 1 で 1~5 を選択した場合に回答してください)

--

D 4 その原因は、1. 明確である 2. 推測に基づくものである

E. 外れ値等に関する対応・改善

E 1 上記の外れ値及びその原因は、
1. 調査結果 (中間報告) を見る前にわかっていた。
2. 調査結果 (中間報告) 又はこの調査用紙でわかった。
3. 調査結果 (中間報告) 又はこの調査用紙が来ても原因はわからなかった。
E 2 わかった後に行う (予定を含む) 対応・改善を具体的に記入してください。

--

F. 品質管理システム

- F 1 分析結果の確認は何人でしたか（分析者本人を含めない）。
：1. 他の確認なし 2. 1人 3. 2人 4. 3人 5. 4人以上
- F 2 F 1の確認は、どのような項目を行っていますか？
：1. 本測定の実験の検量線、チャート類から確認した。
2. 本調査分析結果報告書の記載のみから確認した。
3. 分析室、試薬、機器の管理状況から確認した。
(1人でも確認した場合には、「含む」とする)
4. 1. ~3. 以外の確認事項

--

- F 3 土壌試料中の金属の分析操作に関するSOP（標準作業手順書）を作成していますか。また、SOPとおりに分析しましたか。
：1. 作成しており、SOPとおりに分析した
2. 作成しているが、SOPとおりに分析しなかった
3. 作成していない
- F 4 分析結果には、不確かさを考慮していますか。
：1. 考慮している 2. 考慮していない
- F 5 F 4で「考慮している」の場合は、不確かさは分析結果の何%に相当しますか。
() %

ご協力ありがとうございました。