

平成 30 年度  
共同実験結果報告書  
ー水中の全シアナー

平成 30 年 3 月

神奈川県環境計量協議会 技術部会  
精度管理グループ

## 目次

|                                           |    |
|-------------------------------------------|----|
| 1. 共同実験の実施要領                              | 3  |
| 2. 試料の設定目標濃度及び調製方法                        | 3  |
| 3. 安定性試験及び均質性試験                           | 4  |
| 3.1 全シアン                                  | 4  |
| 4. 外れ値の棄却及び正規性の解析                         | 4  |
| 4.1 解析方法の説明                               | 4  |
| 4.2 解析結果                                  | 7  |
| 5. $z$ スコア、昇順バーチャート及びユーデンプロット             | 11 |
| 5.1 $z$ スコアによる評価                          | 11 |
| 5.2 $z$ スコア、昇順バーチャート及びユーデンプロットの結果         | 12 |
| 5.3 試験所間 ( $S_i$ ) 及び試験所内 ( $D_i$ ) の算出方法 | 16 |
| 5.4 単純評価                                  | 16 |
| 5.5 複合評価                                  | 17 |
| 5.6 信頼域だ円                                 | 18 |
| 6. アンケートの集計及び解析                           | 19 |
| 6.1 試験日                                   | 19 |
| 6.2 試験者の経験年数                              | 20 |
| 6.3 試験方法                                  | 21 |
| 6.4 試料の希釈に使用した水                           | 21 |
| 6.5 標準原液の調製                               | 21 |
| 6.6 検量線                                   | 21 |
| 7. 考察                                     | 23 |
| 8. 気づいた点及び共同実験に対してのご意見                    | 24 |
| 平成 30 年度 共同実験 参加事業所                       | 25 |
| アンケート資料                                   | 26 |

## 1. 共同実験の実施要領

- 1) 分析項目 水中の全シアン
- 2) 送付試料 水溶液 A,B の2 試料（試料約 500 mL）  
（配付試料をそのままの試料とする）
- 3) 調製濃度 全シアンとして：0.1 ～ 5 mg/L
- 4) 実施方法 A,B 両試料について、日を変えて2 回測定する  
それぞれ個別に蒸留・分析し、合計4 データを報告

## 2. 試料の設定目標濃度及び添加試薬調製濃度

埼玉県環境計量協議会技術委員会より試料を調製して頂いた。

### 1) 試料 A

設定目標濃度 全シアンとして 0.7 mg/L

（フェロシアン化ナトリウム十水和物：2.17 mg/L 水酸化ナトリウム：200 mg/L）

### 2) 試料 B

設定目標濃度 全シアンとして 0.9 mg/L

（フェロシアン化ナトリウム十水和物：2.79 mg/L 水酸化ナトリウム：200 mg/L）

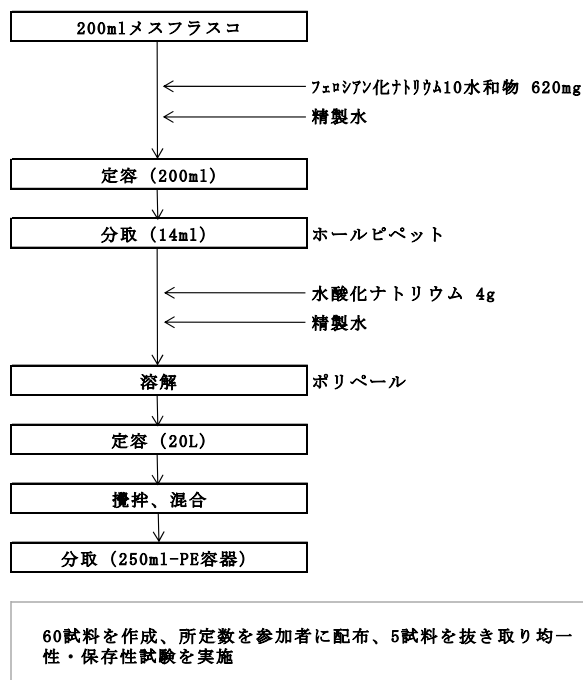


図 2-1 試料 A の調製方法

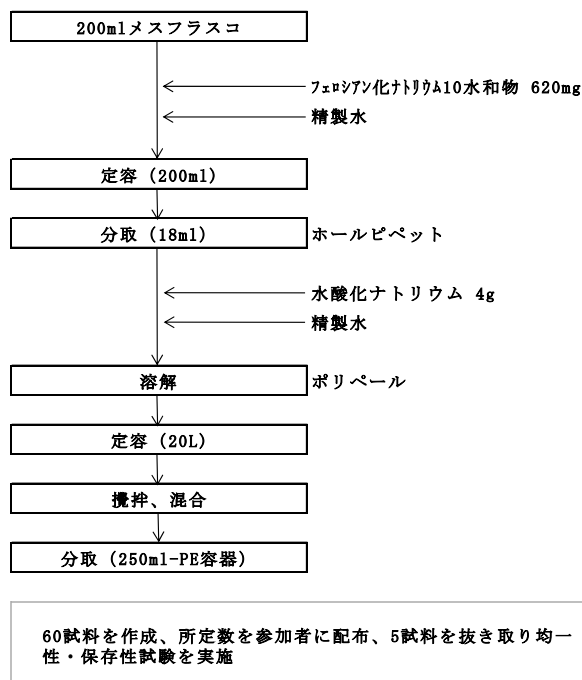


図 2-2 試料 B の調製方法

### 3. 安定性試験及び均質性試験

安定性試験及び均質性試験のデータを埼玉県環境計量協議会技術委員会より頂いた。これらのデータをもとに JIS Z 8405 (ISO 13528) 附属書 B (規定) “試料の均質性試験及び安定性試験” に準拠して、まとめた。その結果、試料は均質であり、安定であると考えられた。

$0.3\hat{\sigma}$  は、1 回目、2 回目の平均値で計算した。 $\hat{\sigma}$  は、外れ値を除いたデータによる標準偏差である。

#### 3. 1 全シアン

##### 1) 試料 A

###### ① 均質性試験

表 3-1 開始時

|                        |         |
|------------------------|---------|
| $\bar{x}_{\cdot\cdot}$ | 0.628   |
| $s_s$                  | 0.00614 |
| $0.3\hat{\sigma}$      | 0.00923 |

$s_s \leq 0.3\hat{\sigma}$  であり、  
均質であるとみなされる。

###### ② 安定性試験

表 3-2 2 週間後

|                                                 |         |
|-------------------------------------------------|---------|
| $\bar{y}_{\cdot\cdot}$                          | 0.635   |
| $ \bar{x}_{\cdot\cdot} - \bar{y}_{\cdot\cdot} $ | 0.00766 |
| $0.3\hat{\sigma}$                               | 0.00923 |

$|\bar{x}_{\cdot\cdot} - \bar{y}_{\cdot\cdot}| \leq 0.3\hat{\sigma}$  であり、  
安定であると考えられる。

##### 2) 試料 B

###### ① 均質性試験

表 3-3 開始時

|                        |         |
|------------------------|---------|
| $\bar{x}_{\cdot\cdot}$ | 0.808   |
| $s_s$                  | 0.00569 |
| $0.3\hat{\sigma}$      | 0.0135  |

$s_s \leq 0.3\hat{\sigma}$  であり、  
均質であるとみなされる。

###### ② 安定性試験

表 3-4 2 週間後

|                                                 |         |
|-------------------------------------------------|---------|
| $\bar{y}_{\cdot\cdot}$                          | 0.813   |
| $ \bar{x}_{\cdot\cdot} - \bar{y}_{\cdot\cdot} $ | 0.00436 |
| $0.3\hat{\sigma}$                               | 0.0135  |

$|\bar{x}_{\cdot\cdot} - \bar{y}_{\cdot\cdot}| \leq 0.3\hat{\sigma}$  であり、  
安定であると考えられる。

### 4. 外れ値の棄却及び正規性の解析

#### 4. 1 解析方法の説明

##### 4. 1. 1 外れ値の検定及び正規性の検定

外れ値の検定は、JIS Z 8402-2 (ISO 5725-2) 7.3.4 “グラッブズ (Grubbs) の検定” 7.3.4.1 “外れ値が一つの場合” に従った。また、最初のグラッブズの検定が最大値と最小値をともに外れ値と見なさないときには、7.3.4.2 “外れ値が二つの場合の検定” を適用し、その後、7.3.4.1 “外れ値が一つの場合” に従った。ここでの帰無仮説は、“すべてのデータは同じ母集団からのものである” ことを示す。一方、対立仮説は、“データのうち、最小のものは外れ値である” 又は “データのうち、最大のものは外れ値である” ことを示す。

正規性の検定は、ISO 5479 8 Omnibus test 8.2 Shapiro-Wilk test に従った。ここでの帰無仮説は、“分布は正規分布である”。対立仮説は、“分布は正規分布ではない” ことを示す。

グラッブズの検定から最小値又は最大値の統計量を比較し、大きい統計量のデータを有意水準 5% で棄却した。そして、帰無仮説が有意水準 5% で棄却されないまで繰り返した。

シャピロ-ウィルク検定で正規性の確認を行った。

#### 4. 1. 2 ヒストグラム及び表の見方

##### 1) ヒストグラムとガウス・カーネル密度推定

ヒストグラムは、ビン（ヒストグラム中のひとつの柱状のもの）の採用する位置、範囲により、形が大きく変わる場合が多い。いろいろなビン幅を決める計算方法があるが、決定的な方法はまだ開発されていない。

本報告では、ガウス・カーネル密度推定を用いて、その形状にヒストグラムを当てはめ、作成した。ガウス・カーネル密度推定だけでも良いが、視覚的に分かりやすいためヒストグラムを適用した。

ガウス・カーネル密度推定とは、数直線上にデータを当てて、各データに適当なガウス分布（正規分布）を当てはめ、それらの分布を合成することにより、確率密度関数を推定する方法である。ガウス・カーネル密度推定は、次式によって求められる。

$$\hat{f}_h(x) = \frac{1}{nh} \sum_{i=1}^n K\left(\frac{x - x_i}{h}\right)$$

$\hat{f}_h(x)$  : 確率密度関数の推定値

$K$  : カーネル関数

$h$  : バンド幅（平滑化パラメータ）

$$K(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}x^2} \quad (\text{平均が0で分散が1}) \quad h = \frac{0.9\sigma}{n^{\frac{1}{5}}}$$

ガウス・カーネル密度推定のイメージは、図 4-0 である。データの密度は濃いところはピークが大きくなり、密度推定の形状は、バンド幅の違いによりピークの刻みに変化するが、全体的には大きく変わることはない。この性質を利用して、ヒストグラムを作成した。

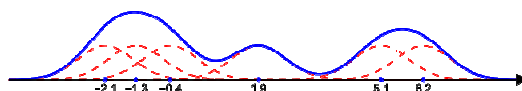


図 4-0 ガウス・カーネル密度推定のイメージ図

ヒストグラムは、検定棄却（検定を繰り返し終了した時点でのデータ棄却）を施した後のヒストグラムを表示してある。

外れ値棄却後のヒストグラムは、ガウス・カーネル密度推定（細い曲線）、ヒストグラム、正規分布（太い曲線）及び設定値（点線）を当てはめた。また、図に“ラグプロット”を付けた。これは、濃度又は z スコアの数直線とグラフの間にあるバーコードみたいなもので、それぞれの縦線が各データの数直線上の位置を示す。この表示により、どこにデータが集中していて、カーネル密度推定の分布及びヒストグラムに影響を与えているかがわかる。

## 2) 統計量及び検定結果の主な見方

### ① 基本統計量

外れ値の棄却後のデータ数、平均値、標準偏差、変動係数、最小値及び最大値を載せた。

試験所内 ( $D_i$ ) の変動係数は、平均値が 0 付近又は 0 になる可能性があるので、計算を行わなかった。

### ② シャピロ-ウィルクの正規性検定

正規性の確認のため、シャピロ-ウィルクの検定の結果を載せた。

W は、シャピロ-ウィルク検定の検定統計量を表わす。

$p$  値は有意確率または、限界水準ともいい、検定結果を解釈しやすくするために、検定統計量の値を 0~1 の数値に変換したものである。

### ③ 歪度

歪度の計算は、ISO 5479 6 Directional tests 6.1 General に従った。 $\sqrt{\beta_1} = 0$  は、母平均について左右対称である。 $\sqrt{\beta_1} > 0$  は、分布が右にすそを引いている。 $\sqrt{\beta_1} < 0$  は、分布が左にすそを引いている。 $\sqrt{\beta_1}$  の推定量は、 $\sqrt{b_1}$  である。

歪度の検定は、ISO 5479 6 Directional tests 6.2 Directional test for skewness using  $\sqrt{b_1}$  に従った。 $\sqrt{b_1} = b_1$  であり、 $\sqrt{b_1}$  は記号である。 $\sqrt{\quad}$  には意味があまりないので、本報告書の表中では " $b_1$ " という表示にした。帰無仮説は  $\sqrt{\beta_1} = 0$  である。対立仮説は、正のときは  $\sqrt{\beta_1} > 0$  であり、歪度が負のときは  $\sqrt{\beta_1} < 0$  である。検定統計量は、 $|b_1|$  であり、棄却限界値  $1-\alpha=0.95$  を超えた場合、帰無仮説を棄却する。

### ④ 尖度

尖度の計算は、ISO 5479 6 Directional tests 6.1 General に従った。ただし、 $\beta_2-3$  を採用した。 $\beta_2-3=0$  は、正規分布のとがりとなる。 $\beta_2-3>0$  は、正規分布よりとがりが急尖で、すそが長い。 $\beta_2-3<0$  は、緩尖で、すそが短い。 $\beta_2$  の推定量は、 $b_2$  である。

尖度の検定は、ISO 5479 6 Directional tests 6.3 Directional test for kurtosis using  $b_2$  に従った。検定統計量は、 $b_2-3$  である。帰無仮説は、 $\beta_2-3=0$  である。 $b_2-3>0$  のときの対立仮説は、 $\beta_2-3>0$  であり、棄却限界値  $1-\alpha=0.95$  を超えた場合、帰無仮説を棄却する。 $b_2-3<0$  のときの対立仮説は、 $\beta_2-3<0$  であり、棄却限界値  $\alpha=0.05$  より小さい場合、帰無仮説を棄却する。

### ⑤ $\theta$

金藤他 (2011)<sup>1)</sup> の方法 (5.3 参照) による角度を示す。単位はラジアンである。

1) 金藤 浩司, 津越 敬寿, 岩瀬 晃盛: 分析化学, Vol.60, No.7 (2011)

## 4. 2 解析結果

### 4. 2. 1 全シアン 試料 A 1 回目

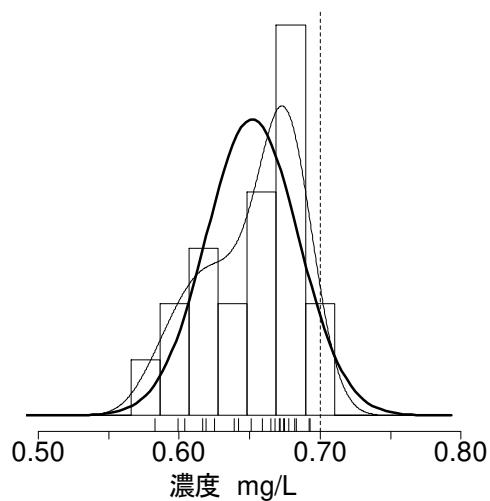


図 4-1 外れ値棄却後のヒストグラム

表 4-1 外れ値棄却後の統計量及び検定結果

|                           |                                 |
|---------------------------|---------------------------------|
| データ数                      | 21                              |
| 平均値                       | 0.652 mg/L                      |
| 標準偏差                      | 0.0326 mg/L                     |
| 変動係数                      | 5.00 %                          |
| 最小値                       | 0.583 mg/L                      |
| 最大値                       | 0.693 mg/L                      |
| シャピロ-ウィルクの<br>正規性検定       | $W = 0.9158$<br>$p$ 値 = 0.07152 |
| 歪度 $b_1$                  | -0.60                           |
| 棄却限界値 $1 - \alpha = 0.95$ | $ b_1  = 0.76$                  |
| 尖度 $b_2 - 3$              | -1.00                           |
| 棄却限界値 $\alpha = 0.05$     | -1.11                           |

### 4. 2. 2 全シアン 試料 B 1 回目

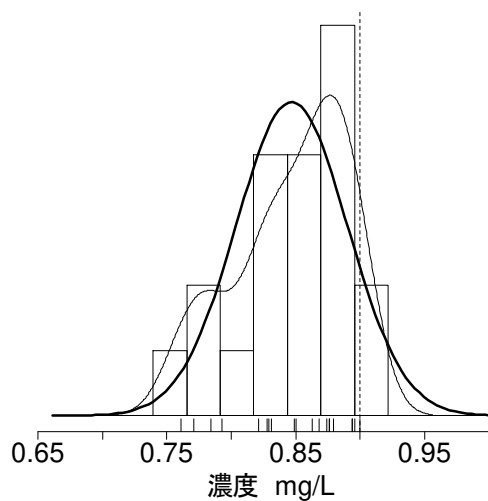


図 4-2 外れ値棄却後のヒストグラム

表 4-2 外れ値棄却後の統計量及び検定結果

|                           |                                |
|---------------------------|--------------------------------|
| データ数                      | 20                             |
| 平均値                       | 0.847 mg/L                     |
| 標準偏差                      | 0.0432 mg/L                    |
| 変動係数                      | 5.10 %                         |
| 最小値                       | 0.761 mg/L                     |
| 最大値                       | 0.900 mg/L                     |
| シャピロ-ウィルクの<br>正規性検定       | $W = 0.916$<br>$p$ 値 = 0.08301 |
| 歪度 $b_1$                  | -0.57                          |
| 棄却限界値 $1 - \alpha = 0.95$ | $ b_1  = 0.77$                 |
| 尖度 $b_2 - 3$              | -1.00                          |
| 棄却限界値 $\alpha = 0.05$     | -1.18                          |

4. 2. 3 全シアン 試験所間 ( $S_i$ )  $B_i \cos \theta + A_i \sin \theta$  1 回目

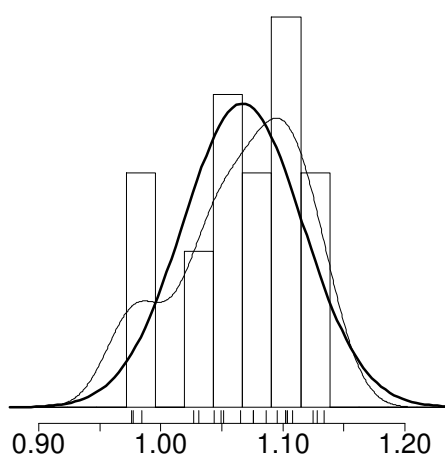


図 4-3 外れ値棄却後のヒストグラム

表 4-3 外れ値棄却後の統計量及び検定結果

|                           |                                        |
|---------------------------|----------------------------------------|
| $\theta$                  | $0.191 \pi$                            |
| データ数                      | 20                                     |
| 平均値                       | 1.067                                  |
| 標準偏差                      | 0.0489                                 |
| 変動係数                      | 4.58 %                                 |
| 最小値                       | 0.976                                  |
| 最大値                       | 1.134                                  |
| シャピロ-ウィルクの<br>正規性検定       | $W = 0.9276$<br>$p \text{ 値} = 0.1389$ |
| 歪度 $b_1$                  | -0.52                                  |
| 棄却限界値 $1 - \alpha = 0.95$ | $ b_1  = 0.77$                         |
| 尖度 $b_2 - 3$              | -0.92                                  |
| 棄却限界値 $\alpha = 0.05$     | -1.18                                  |

4. 2. 4 全シアン 試験所内 ( $D_i$ )  $-B_i \sin \theta + A_i \cos \theta$  1 回目

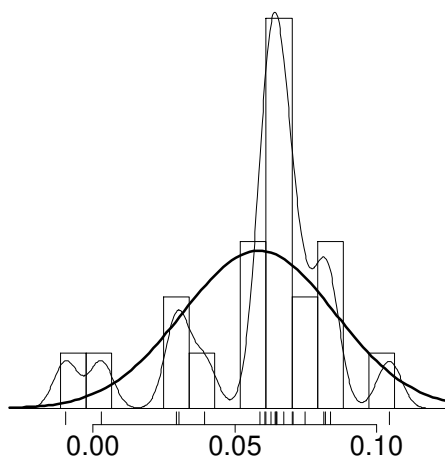


図 4-4 外れ値棄却後のヒストグラム

表 4-4 外れ値棄却後の統計量及び検定結果

|                           |                                       |
|---------------------------|---------------------------------------|
| $\theta$                  | $0.191 \pi$                           |
| データ数                      | 21                                    |
| 平均値                       | 0.0585                                |
| 標準偏差                      | 0.02678                               |
| 最小値                       | -0.0095                               |
| 最大値                       | 0.1045                                |
| シャピロ-ウィルクの<br>正規性検定       | $W = 0.8835$<br>$p \text{ 値} = 0.017$ |
| 歪度 $b_1$                  | -0.97                                 |
| 棄却限界値 $1 - \alpha = 0.95$ | $ b_1  = 0.76$                        |
| 尖度 $b_2 - 3$              | 0.51                                  |
| 棄却限界値 $1 - \alpha = 0.95$ | 1.17                                  |



#### 4. 2. 5 全シアン 試料 A 2 回目

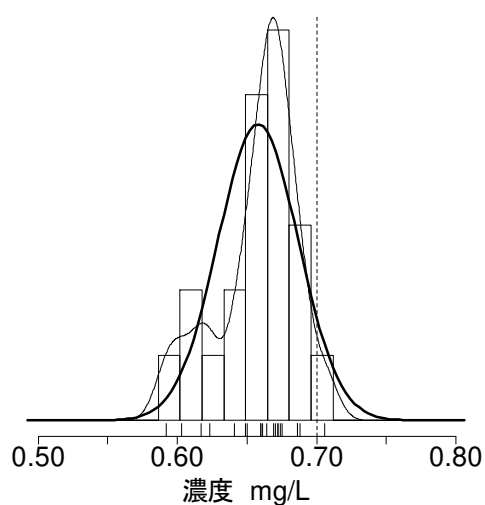


図 4-5 外れ値棄却後のヒストグラム

表 4-5 外れ値棄却後の統計量及び検定結果

|                       |                                        |
|-----------------------|----------------------------------------|
| データ数                  | 21                                     |
| 平均値                   | 0.658 mg/L                             |
| 標準偏差                  | 0.0289 mg/L                            |
| 変動係数                  | 4.40 %                                 |
| 最小値                   | 0.592 mg/L                             |
| 最大値                   | 0.706 mg/L                             |
| シャピロ-ウィルクの<br>正規性検定   | $W = 0.9278$<br>$p \text{ 値} = 0.1244$ |
| 歪度 $b_1$              | -0.73                                  |
| 棄却限界値 $1-\alpha=0.95$ | $ b_1  = 0.76$                         |
| 尖度 $b_2-3$            | -0.27                                  |
| 棄却限界値 $\alpha=0.05$   | -1.11                                  |

#### 4. 2. 6 全シアン 試料 B 2 回目

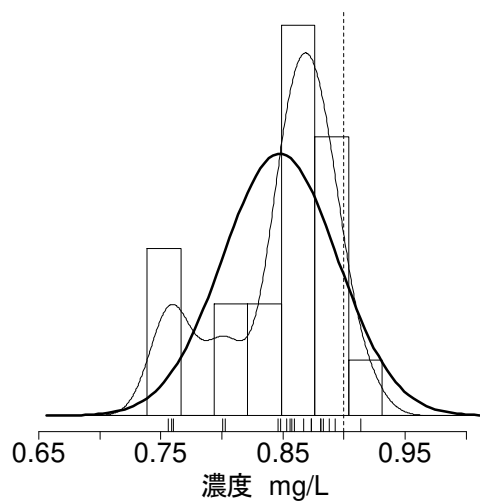


図 4-6 外れ値棄却後のヒストグラム

表 4-6 外れ値棄却後の統計量及び検定結果

|                       |                                        |
|-----------------------|----------------------------------------|
| データ数                  | 20                                     |
| 平均値                   | 0.848 mg/L                             |
| 標準偏差                  | 0.0468 mg/L                            |
| 変動係数                  | 5.52 %                                 |
| 最小値                   | 0.756 mg/L                             |
| 最大値                   | 0.914 mg/L                             |
| シャピロ-ウィルクの<br>正規性検定   | $W = 0.8667$<br>$p \text{ 値} = 0.0103$ |
| 歪度 $b_1$              | -0.83                                  |
| 棄却限界値 $1-\alpha=0.95$ | $ b_1  = 0.77$                         |
| 尖度 $b_2-3$            | -0.60                                  |
| 棄却限界値 $\alpha=0.05$   | -1.18                                  |

4. 2. 7 全シアン 試験所間 ( $S_i$ )  $B_i \cos \theta + A_i \sin \theta$  2 回目

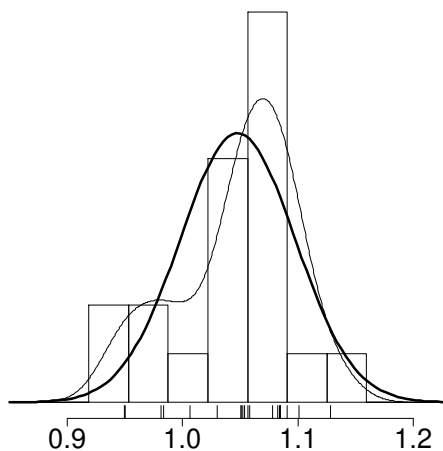


図 4-7 外れ値棄却後のヒストグラム

表 4-7 外れ値棄却後の統計量及び検定結果

|                           |                                         |
|---------------------------|-----------------------------------------|
| $\theta$                  | $0.141 \pi$                             |
| データ数                      | 20                                      |
| 平均値                       | 1.048                                   |
| 標準偏差                      | 0.0498                                  |
| 変動係数                      | 4.75 %                                  |
| 最小値                       | 0.950                                   |
| 最大値                       | 1.128                                   |
| シャピロ-ウィルクの<br>正規性検定       | $W = 0.9143$<br>$p \text{ 値} = 0.07706$ |
| 歪度 $b_1$                  | -0.62                                   |
| 棄却限界値 $1 - \alpha = 0.95$ | $ b_1  = 0.77$                          |
| 尖度 $b_2 - 3$              | -0.70                                   |
| 棄却限界値 $\alpha = 0.05$     | -1.18                                   |

4. 2. 8 全シアン 試験所内 ( $D_i$ )  $-B_i \sin \theta + A_i \cos \theta$  2 回目

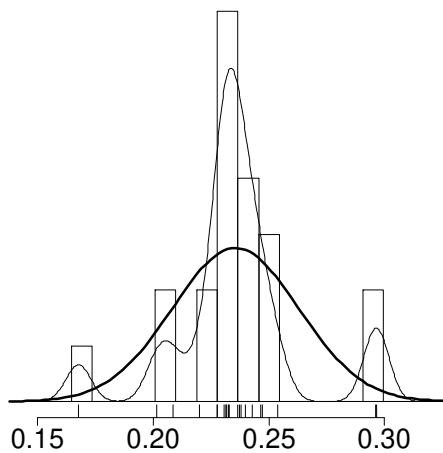


図 4-8 外れ値棄却後のヒストグラム

表 4-8 外れ値棄却後の統計量及び検定結果

|                           |                                         |
|---------------------------|-----------------------------------------|
| $\theta$                  | $0.141 \pi$                             |
| データ数                      | 21                                      |
| 平均値                       | 0.2356                                  |
| 標準偏差                      | 0.02744                                 |
| 最小値                       | 0.1676                                  |
| 最大値                       | 0.2967                                  |
| シャピロ-ウィルクの<br>正規性検定       | $W = 0.8808$<br>$p \text{ 値} = 0.01508$ |
| 歪度 $b_1$                  | 0.19                                    |
| 棄却限界値 $1 - \alpha = 0.95$ | $ b_1  = 0.76$                          |
| 尖度 $b_2 - 3$              | 1.29                                    |
| 棄却限界値 $1 - \alpha = 0.95$ | 1.17                                    |

## 5. zスコア、昇順バーチャート及びユーデンプロット

### 5. 1 zスコアによる評価

#### 5. 1. 1 zスコアの計算

zスコアは次の計算式により求めた。

$$z = \frac{(x - X)}{s}$$

ここで

$x$  = 参加事業所の報告値

$X$  (付与値) = 外れ値棄却後のデータの平均値

$s$  (ばらつきの規準値) = 外れ値棄却後のデータの標準偏差

である。

#### 5. 1. 2 zスコアによる評価の基準

zスコアの評価は次の基準によって行う。

表 5-1 zスコアの評価基準

|               |      |
|---------------|------|
| $ z  \leq 2$  | 満足   |
| $2 <  z  < 3$ | 疑わしい |
| $3 \leq  z $  | 不満足  |

## 5. 2 zスコア、昇順バーチャート及びユードンプロットの結果

### 5. 2. 1 全シアン 1 回目

表5-2 全シアン1回目のzスコア計算結果

| 事業所番号 | 試料 A                     |    |              | 試料 B                     |    |              | 試験所間                                        |    |                            | 試験所内                                         |    |                            |
|-------|--------------------------|----|--------------|--------------------------|----|--------------|---------------------------------------------|----|----------------------------|----------------------------------------------|----|----------------------------|
|       | A <sub>i</sub><br>(mg/L) | 順位 | z スコア        | B <sub>i</sub><br>(mg/L) | 順位 | z スコア        | B <sub>i</sub> cosθ+<br>A <sub>i</sub> sinθ | 順位 | z スコア<br>(z <sub>B</sub> ) | -B <sub>i</sub> sinθ+<br>A <sub>i</sub> cosθ | 順位 | z スコア<br>(z <sub>W</sub> ) |
| 1     | 0.599                    | 2  | <b>-1.62</b> | 0.894                    | 18 | <b>1.09</b>  | 1.076                                       | 11 | <b>0.18</b>                | -0.0095                                      | 1  | <b>-2.54</b>               |
| 2(1)  | 0.659                    | 10 | <b>0.22</b>  | 0.821                    | 6  | <b>-0.60</b> | 1.050                                       | 8  | <b>-0.36</b>               | 0.0812                                       | 18 | <b>0.85</b>                |
| 2(2)  | 0.683                    | 19 | <b>0.95</b>  | 0.896                    | 20 | <b>1.14</b>  | 1.125                                       | 19 | <b>1.18</b>                | 0.0588                                       | 6  | <b>0.01</b>                |
| 3     | 0.619                    | 5  | <b>-1.01</b> | 0.761                    | 2  | <b>-1.99</b> | 0.978                                       | 3  | <b>-1.83</b>               | 0.0820                                       | 19 | <b>0.88</b>                |
| 4     | 0.604                    | 3  | <b>-1.47</b> | 0.831                    | 9  | <b>-0.37</b> | 1.027                                       | 5  | <b>-0.83</b>               | 0.0302                                       | 4  | <b>-1.06</b>               |
| 5     | 0.692                    | 20 | <b>1.23</b>  | 0.894                    | 18 | <b>1.09</b>  | 1.129                                       | 20 | <b>1.25</b>                | 0.0673                                       | 14 | <b>0.33</b>                |
| 6     | 0.693                    | 21 | <b>1.26</b>  | 0.900                    | 21 | <b>1.23</b>  | 1.134                                       | 21 | <b>1.36</b>                | 0.0648                                       | 13 | <b>0.23</b>                |
| 7(1)  | 0.583                    | 1  | <b>-2.12</b> | 0.784                    | 4  | <b>-1.46</b> | 0.976                                       | 2  | <b>-1.86</b>               | 0.0393                                       | 5  | <b>-0.71</b>               |
| 7(2)  | 0.639                    | 7  | <b>-0.40</b> | 0.828                    | 7  | <b>-0.44</b> | 1.044                                       | 7  | <b>-0.47</b>               | 0.0608                                       | 7  | <b>0.09</b>                |
| 8     | 0.675                    | 16 | <b>0.71</b>  | 0.874                    | 14 | <b>0.63</b>  | 1.102                                       | 16 | <b>0.72</b>                | 0.0646                                       | 11 | <b>0.23</b>                |
| 9     | 0.678                    | 17 | <b>0.80</b>  | 0.879                    | 17 | <b>0.74</b>  | 1.108                                       | 18 | <b>0.84</b>                | 0.0642                                       | 10 | <b>0.21</b>                |
| 10    | 0.617                    | 4  | <b>-1.07</b> | 0.771                    | 3  | <b>-1.76</b> | 0.985                                       | 4  | <b>-1.69</b>               | 0.0747                                       | 17 | <b>0.61</b>                |
| 11    | 0.668                    | 12 | <b>0.49</b>  | 0.793                    | 5  | <b>-1.25</b> | 1.032                                       | 6  | <b>-0.73</b>               | 0.1045                                       | 21 | <b>1.72</b>                |
| 12    | 0.651                    | 9  | <b>-0.03</b> | 0.829                    | 8  | <b>-0.41</b> | 1.052                                       | 9  | <b>-0.32</b>               | 0.0701                                       | 15 | <b>0.43</b>                |
| 13    | 0.674                    | 15 | <b>0.68</b>  | 0.876                    | 15 | <b>0.67</b>  | 1.104                                       | 17 | <b>0.74</b>                | 0.0626                                       | 9  | <b>0.15</b>                |
| 14    | 0.642                    | 8  | <b>-0.31</b> | 0.627                    | 1  | <b>-5.09</b> | 0.880                                       | 1  | <b>-3.83</b>               | 0.1766                                       | 22 | <b>4.41</b>                |
| 15    | 0.625                    | 6  | <b>-0.83</b> | 0.863                    | 12 | <b>0.37</b>  | 1.065                                       | 10 | <b>-0.04</b>               | 0.0295                                       | 3  | <b>-1.08</b>               |
| 16    | 0.682                    | 18 | <b>0.92</b>  | 0.850                    | 11 | <b>0.07</b>  | 1.087                                       | 13 | <b>0.39</b>                | 0.0839                                       | 20 | <b>0.95</b>                |
| 17    | 0.671                    | 13 | <b>0.58</b>  | 0.868                    | 13 | <b>0.49</b>  | 1.095                                       | 14 | <b>0.57</b>                | 0.0646                                       | 12 | <b>0.23</b>                |
| 18    | 0.782                    | 22 | <b>3.98</b>  | 1.140                    | 22 | <b>6.79</b>  | 1.382                                       | 22 | <b>6.44</b>                | 0.0029                                       | 2  | <b>-2.07</b>               |
| 19    | 0.665                    | 11 | <b>0.40</b>  | 0.849                    | 10 | <b>0.05</b>  | 1.076                                       | 12 | <b>0.18</b>                | 0.0704                                       | 16 | <b>0.45</b>                |
| 20    | 0.672                    | 14 | <b>0.61</b>  | 0.876                    | 16 | <b>0.67</b>  | 1.102                                       | 15 | <b>0.72</b>                | 0.0609                                       | 8  | <b>0.09</b>                |

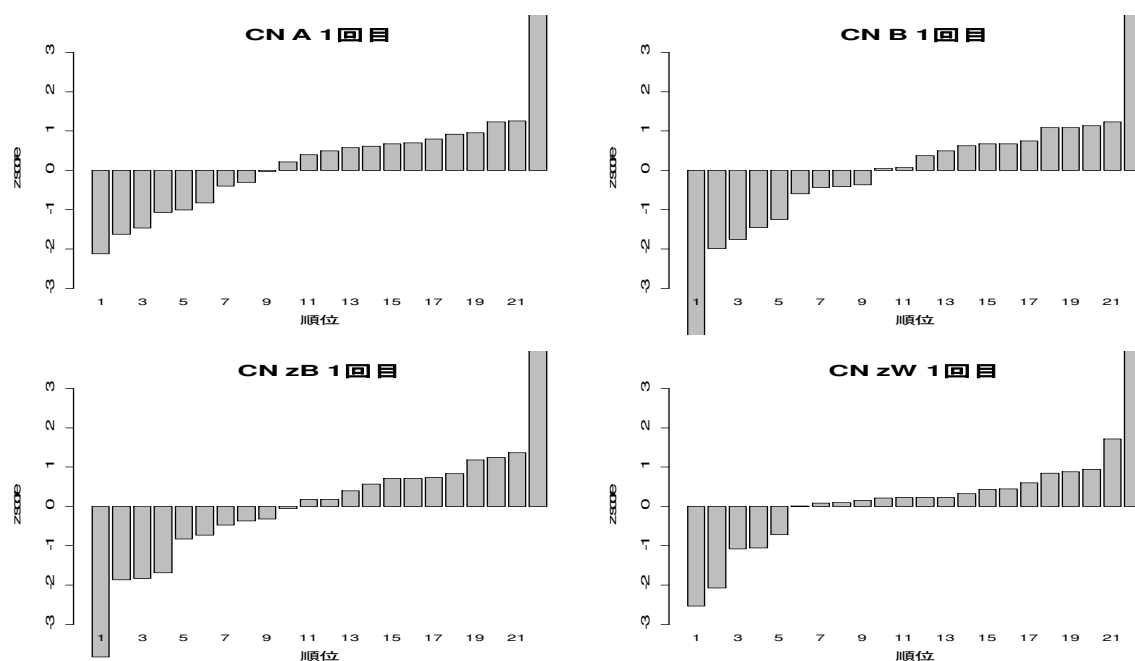


図 5-1 全シアン 1 回目の昇順バーチャート



# 5. 2. 2 全シアン 2 回目

表 5-4 全シアン 2 回目の  $z$  スコア計算結果

| 事業所番号 | 試料 A  |    |              | 試料 B  |    |              | 試験所間                                |    |                  | 試験所内                                 |    |                  |
|-------|-------|----|--------------|-------|----|--------------|-------------------------------------|----|------------------|--------------------------------------|----|------------------|
|       | $A_i$ | 順位 | $z$ スコア      | $B_i$ | 順位 | $z$ スコア      | $B_i \cos \theta + A_i \sin \theta$ | 順位 | $z$ スコア ( $zB$ ) | $-B_i \sin \theta + A_i \cos \theta$ | 順位 | $z$ スコア ( $zW$ ) |
| 1     | 0.592 | 1  | <b>-2.28</b> | 0.859 | 12 | <b>0.24</b>  | 1.030                               | 7  | <b>-0.36</b>     | 0.1676                               | 1  | <b>-2.48</b>     |
| 2(1)  | 0.664 | 11 | <b>0.21</b>  | 0.848 | 8  | <b>0.01</b>  | 1.051                               | 8  | <b>0.06</b>      | 0.2374                               | 13 | <b>0.07</b>      |
| 2(2)  | 0.672 | 14 | <b>0.48</b>  | 0.888 | 19 | <b>0.86</b>  | 1.090                               | 19 | <b>0.85</b>      | 0.2275                               | 5  | <b>-0.29</b>     |
| 3     | 0.623 | 4  | <b>-1.21</b> | 0.756 | 2  | <b>-1.96</b> | 0.950                               | 2  | <b>-1.97</b>     | 0.2397                               | 15 | <b>0.15</b>      |
| 4     | 0.660 | 8  | <b>0.07</b>  | 0.801 | 5  | <b>-0.99</b> | 1.006                               | 6  | <b>-0.83</b>     | 0.2539                               | 19 | <b>0.67</b>      |
| 5     | 0.686 | 18 | <b>0.97</b>  | 0.893 | 20 | <b>0.97</b>  | 1.101                               | 20 | <b>1.06</b>      | 0.2380                               | 14 | <b>0.09</b>      |
| 6     | 0.706 | 21 | <b>1.66</b>  | 0.914 | 21 | <b>1.42</b>  | 1.128                               | 21 | <b>1.61</b>      | 0.2471                               | 18 | <b>0.42</b>      |
| 7(1)  | 0.603 | 2  | <b>-1.90</b> | 0.803 | 6  | <b>-0.95</b> | 0.984                               | 5  | <b>-1.28</b>     | 0.2015                               | 2  | <b>-1.24</b>     |
| 7(2)  | 0.674 | 16 | <b>0.55</b>  | 0.881 | 16 | <b>0.71</b>  | 1.085                               | 17 | <b>0.74</b>      | 0.2323                               | 10 | <b>-0.12</b>     |
| 8     | 0.675 | 17 | <b>0.59</b>  | 0.873 | 14 | <b>0.54</b>  | 1.078                               | 14 | <b>0.60</b>      | 0.2366                               | 12 | <b>0.04</b>      |
| 9     | 0.686 | 18 | <b>0.97</b>  | 0.873 | 14 | <b>0.54</b>  | 1.083                               | 15 | <b>0.70</b>      | 0.2466                               | 17 | <b>0.40</b>      |
| 10    | 0.617 | 3  | <b>-1.42</b> | 0.759 | 3  | <b>-1.89</b> | 0.950                               | 3  | <b>-1.96</b>     | 0.2330                               | 11 | <b>-0.09</b>     |
| 11    | 0.688 | 20 | <b>1.04</b>  | 0.760 | 4  | <b>-1.87</b> | 0.981                               | 4  | <b>-1.33</b>     | 0.2967                               | 21 | <b>2.23</b>      |
| 12    | 0.669 | 12 | <b>0.38</b>  | 0.846 | 7  | <b>-0.03</b> | 1.051                               | 9  | <b>0.06</b>      | 0.2428                               | 16 | <b>0.26</b>      |
| 13    | 0.661 | 10 | <b>0.10</b>  | 0.856 | 10 | <b>0.18</b>  | 1.056                               | 12 | <b>0.18</b>      | 0.2313                               | 8  | <b>-0.16</b>     |
| 14    | 0.650 | 7  | <b>-0.28</b> | 0.602 | 1  | <b>-5.24</b> | 0.822                               | 1  | <b>-4.53</b>     | 0.3300                               | 22 | <b>3.44</b>      |
| 15    | 0.649 | 6  | <b>-0.31</b> | 0.857 | 11 | <b>0.20</b>  | 1.052                               | 10 | <b>0.09</b>      | 0.2200                               | 4  | <b>-0.57</b>     |
| 16    | 0.660 | 8  | <b>0.07</b>  | 0.853 | 9  | <b>0.12</b>  | 1.053                               | 11 | <b>0.11</b>      | 0.2316                               | 9  | <b>-0.14</b>     |
| 17    | 0.670 | 13 | <b>0.41</b>  | 0.883 | 18 | <b>0.76</b>  | 1.085                               | 18 | <b>0.74</b>      | 0.2278                               | 6  | <b>-0.28</b>     |
| 18    | 0.839 | 22 | <b>6.25</b>  | 1.080 | 22 | <b>4.96</b>  | 1.335                               | 22 | <b>5.77</b>      | 0.2963                               | 20 | <b>2.21</b>      |
| 19    | 0.641 | 5  | <b>-0.59</b> | 0.867 | 13 | <b>0.42</b>  | 1.058                               | 13 | <b>0.20</b>      | 0.2085                               | 3  | <b>-0.99</b>     |
| 20    | 0.672 | 14 | <b>0.48</b>  | 0.881 | 16 | <b>0.71</b>  | 1.084                               | 16 | <b>0.72</b>      | 0.2305                               | 7  | <b>-0.18</b>     |

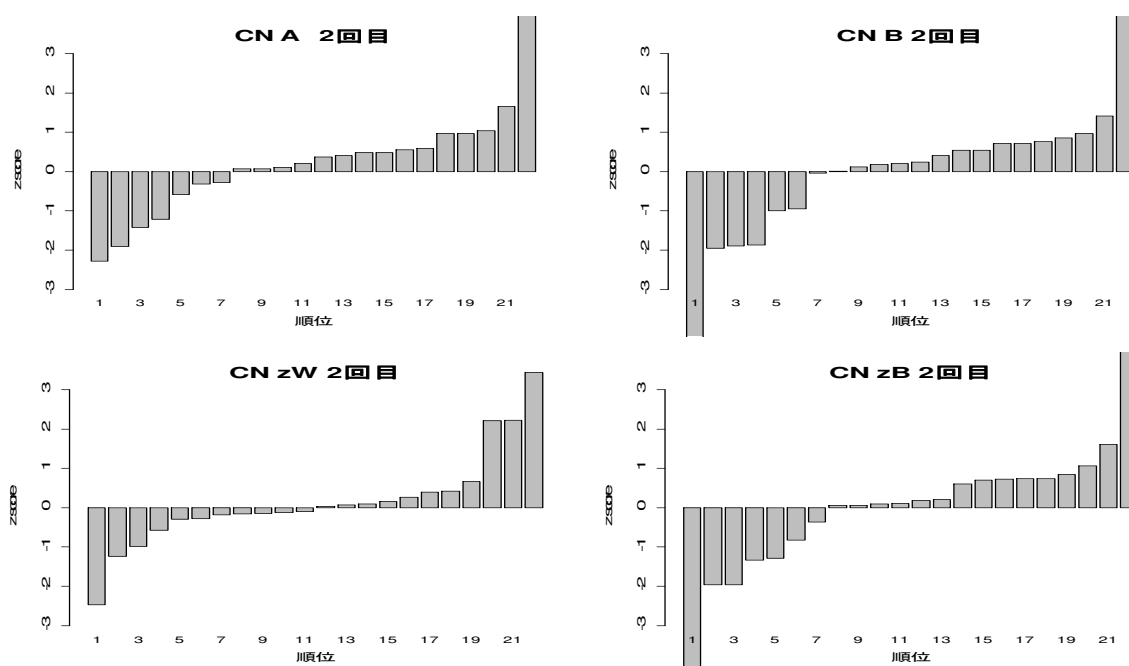


図 5-3 浮遊性物質 2 回目の昇順バーチャート

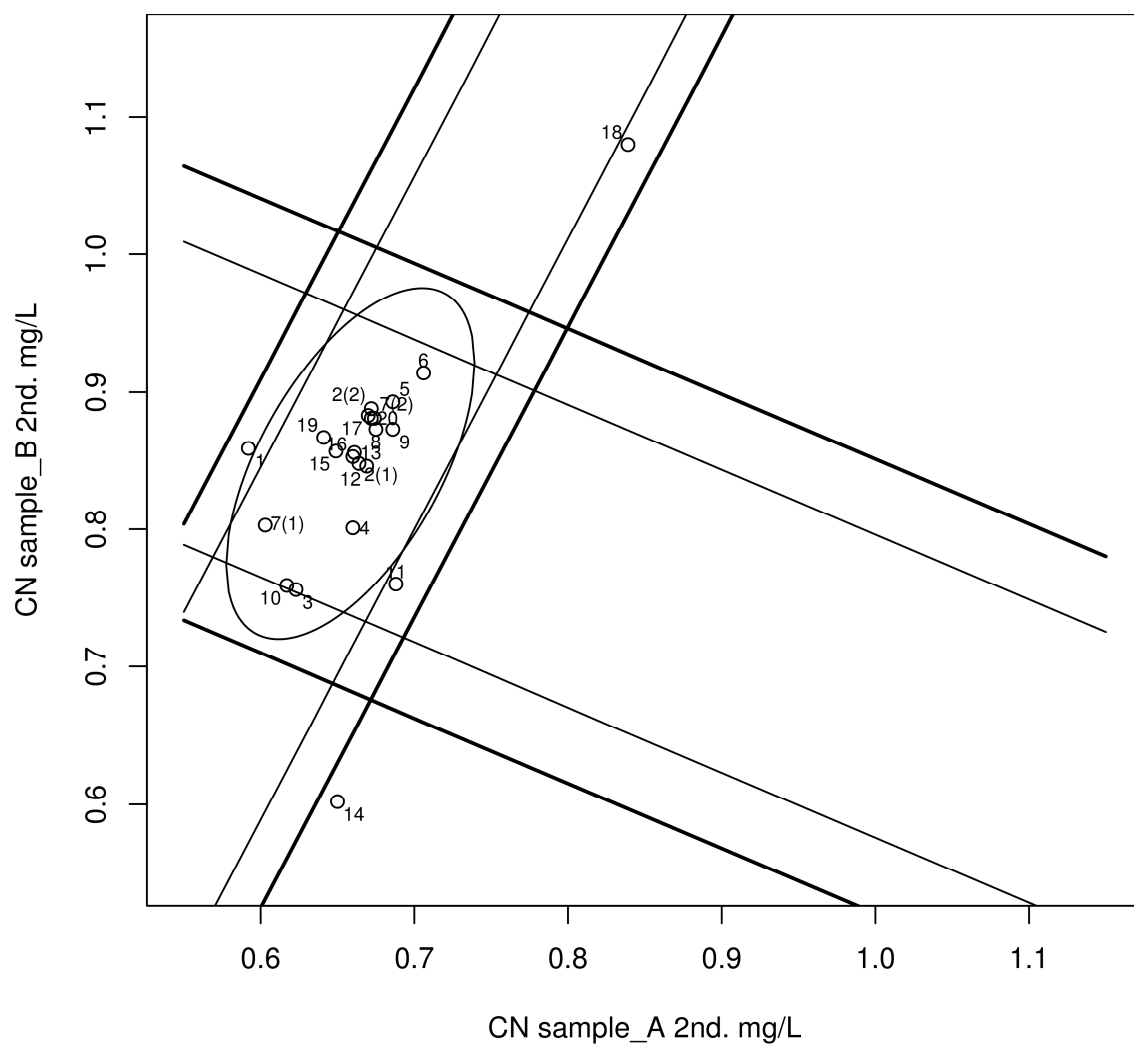


図5-4 全シアン2回目の信頼域だ円及び複合評価図入りユーデンプロット

表5-5 順位相関検定

| スピアマンの相関係数       | データ点数            |
|------------------|------------------|
| 0.577778         | 20               |
| 棄却限界値<br>有意水準 5% | 棄却限界値<br>有意水準 1% |
| 0.450            | 0.591            |

### 5. 3 試験所間 ( $S_i$ ) 及び試験所内 ( $D_i$ ) の算出方法

各事業所の試料 A 及び試料 B のデータを利用して、試験所間 ( $S_i$ ) 及び試験所内 ( $D_i$ ) を算出する。  
その計算式は、次式によって計算される。

$$\begin{aligned} S_i &= x_i \cos \theta - y_i \sin \theta \\ D_i &= x_i \sin \theta + y_i \cos \theta \end{aligned} \quad \dots (1)$$

$x_i$  :  $x$  軸に対応するデータ       $y_i$  :  $y$  軸に対応するデータ

従来の方法は、負の方向に  $45^\circ$  回転させて計算されるので、次式のように計算されている。

$$\begin{aligned} \theta &= -\frac{\pi}{4} \quad \dots (2) \\ S_i &= x_i \cos \frac{\pi}{4} + y_i \sin \frac{\pi}{4} = \frac{x_i + y_i}{\sqrt{2}} \\ D_i &= -x_i \sin \frac{\pi}{4} + y_i \cos \frac{\pi}{4} = \frac{-x_i + y_i}{\sqrt{2}} \end{aligned} \quad \dots (3)$$

この  $-45^\circ$  というのは、“二つの試験試料の濃度にあまり相違がないことを前提としてのこと” で定めている。しかし、実際は試料 A と試料 B は同じ濃度ではなく、若干の差があるため、(3) の式では複合評価図と信頼域だ円の角度にずれが生じる。

そこで、この報告書では、金藤他の文献 \* から (1) 式を (4) 式のように、負の回転方向に変換し、(5) 式により  $\theta$  を推定した。

$$\begin{aligned} S_i &= x_i \cos \hat{\theta} + y_i \sin \hat{\theta} \\ D_i &= -x_i \sin \hat{\theta} + y_i \cos \hat{\theta} \end{aligned} \quad \dots (4)$$

$$\hat{\theta} = \frac{1}{2} \tan^{-1} \frac{2\hat{\rho}}{\frac{\hat{\sigma}_x}{\hat{\sigma}_y} - \frac{\hat{\sigma}_y}{\hat{\sigma}_x}} \quad \dots (5)$$

$$\hat{\sigma}_x > \hat{\sigma}_y$$

$\hat{\rho}$  : 標本相関係数       $\hat{\sigma}_x, \hat{\sigma}_y$  :  $x, y$  の標本標準偏差

標本相関係数の計算に採用したデータは、試料 A 及び試料 B で  $3 \leq |z|$  のデータを除き、JIS Z 8405 (ISO 13528) 8.5.2 信頼域だ円 (ジャクソンの方法に基づく) における結合  $z$  スコアで  $3 \leq |z|$  の除いたデータである。

\* 金藤 浩司, 津越 敬寿, 岩瀬 晃盛 : 分析化学, Vol.60, No.7 (2011)

### 5. 4 単純評価

$z$  スコアを 4. 1. 2 の評価基準に照合して当該項目についての技術レベルを評価することができる。

ここで、試料 A, 試料 B 及び試験所間 ( $z_B$ ) の  $z$  スコアに関しては、

- 1)  $3 \leq z$  の場合には大きい方に偏っている
- 2)  $z \leq -3$  の場合には小さい方に偏っている

ことを示している。



また、試験所内 ( $z_W$ ) の  $z$  スコアが  $3 \leq |z|$  の場合は、ばらつきが大きいことを示しているので、該当事業所は自己の技術レベルについてそのような評価が与えられた原因を追究して頂きたい。

## 5. 5 複合評価

試料 A と試料 B の散布図上に  $|z_B|=3$  又は 2、及び  $|z_W|=3$  又は 2 の線を描いた複合評価図に基づいて評価が出来る。複合評価の算出方法は、前述の 5. 3 試験所間 ( $S_i$ ) 及び試験所内 ( $D_i$ ) の算出方法で述べたとおりである。

図 5-10 に示すモデル複合評価図に基づいて、各区画の評価方法を表 5-10 に示す。偏りやばらつきが生じる原因を表 5-11 に示したので、各事業所では自社の位置を確認し、自社の技術レベルを評価して頂きたい。

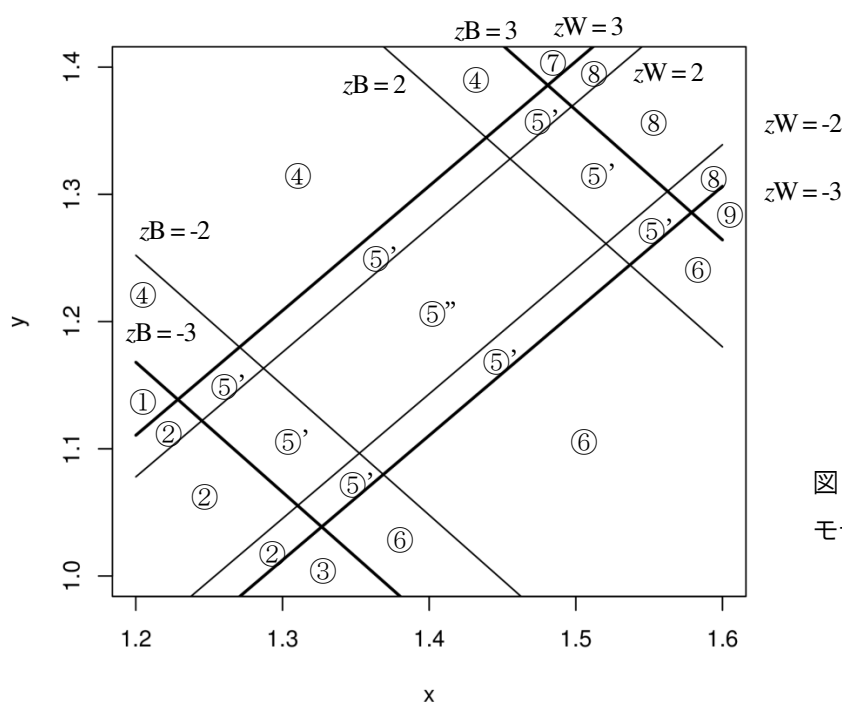


図 5-5  
モデル複合評価図

表 5-6 複合評価図の 10 個の区画とその評価

| 区画 |     | 所間変動           | 所内変動           | 評 価                                            |
|----|-----|----------------|----------------|------------------------------------------------|
| ①  |     | $zB \leq -3$   | $zW \leq -3$   | 小さい方に偏りがあり、ばらつきも大きい (A, B いずれかに引きずられている場合もある)。 |
| ③  |     | $zB \leq -3$   | $zW \geq 3$    |                                                |
| ⑦  |     | $zB \geq 3$    | $zW \leq -3$   | 大きい方に偏りがあり、ばらつきも大きい (A, B いずれかに引きずられている場合もある)。 |
| ⑨  |     | $zB \geq 3$    | $zW \geq 3$    |                                                |
| ②  |     | $zB \leq -3$   | $-3 < zW < 3$  | 小さい方に偏りがあるが、ばらつきは小さい。                          |
| ⑧  |     | $zB \geq 3$    | $-3 < zW < 3$  | 大きい方に偏りがあるが、ばらつきは小さい。                          |
| ④  |     | $-3 < zB < 3$  | $zW \leq -3$   | 偏りは少ないが、ばらつきが大きい (A, B いずれかが大きく離れている場合がある)。    |
| ⑥  |     | $-3 < zB < 3$  | $zW \geq 3$    |                                                |
| ⑤  | ⑤'  | $2 <  zB  < 3$ | $2 <  zW  < 3$ | 偏りか、ばらつきのいずれか、あるいは両方に疑わしい点がある。                 |
|    | ⑤'' | $ zB  \leq 2$  | $ zW  \leq 2$  | 偏りもなく、ばらつきも小さい。                                |

表 5-7 偏り及びばらつきの原因となる事項（通常の測定方法の場合）

|       | 該当事業所         | 注意する点                                                                            |
|-------|---------------|----------------------------------------------------------------------------------|
| (i)   | ②, ⑧の区画       | 標準溶液の濃度の変化<br>使用する水、試薬の汚染<br>試料の準備操作<br>計算式の誤り 等                                 |
| (ii)  | ④, ⑥の区画       | 個々の容器等の汚染<br>環境からの汚染<br>前処理及び準備操作<br>測定装置の安定性（維持管理の不足） 等                         |
| (iii) | ①, ③, ⑦, ⑨の区画 | 偏りもばらつきも大きいので、その原因を十分に究明する必要がある。（場合によっては A, B 何れかの値が大きくずれているために、このようになった可能性がある。） |
| (iv)  | ⑤' の区画        | 偏りかばらつきの何れか、あるいは両方に疑わしい点があるので上記の(i),(ii)の諸点に留意する必要がある。                           |
| (v)   | ⑤'' の区画       | 偏りもばらつきも小さく、技術的に満足している。                                                          |

## 5. 6 信頼域橢円

JIS K 8405 (ISO 13528) 8.5.2 信頼域橢円（ジャクソンの方法に基づく）により 95%信頼域橢円を加えた。採用したデータは、試料 A 及び試料 B で  $3 \leq |z|$  のデータを除き、JIS Z 8405 (ISO 13528) 8.5.2 信頼域だ円（ジャクソンの方法に基づく）における結合  $z$  スコアで  $3 \leq |z|$  の除いたデータである。

順位相関検定は、同規格の 8.5.3 順位相関検定に従った。スピアマンの相関係数が、棄却限界値（有意水準 1%又は 5%）より大きければ、二つの変数の関係を統計的に有意であるとする。

## 6. アンケートの集計及び解析

### 6. 1 試験日

配布日から1回目の測定にかかる日数によるデータの影響、また、1回目の測定から2回目の測定にかかる日数によるデータの影響を散布図と相関係数で解析をした。なお、試料A又は試料Bの $z$ スコアが $|z| \geq 3$ になる報告値は解析の対象から除いた。番号は、事業所番号であり、プロット点のない番号は、 $|z| \geq 3$ の事業所番号である。

#### 6. 1. 1 全シアン

試料Aは図6-1及び6-2に示し、試料Bは図6-3及び6-4に散布図及び相関係数を示した。

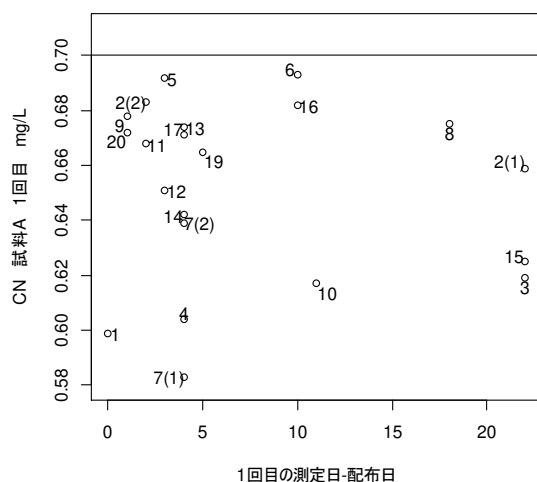


図6-1 1回目の測定日-配布日、  
試料A 1回目のデータとの散布図  
相関係数：-0.1026827

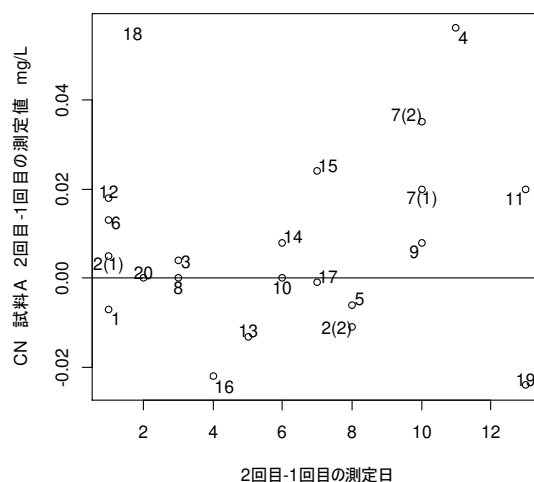


図6-2 2回目-1回目の測定日、  
試料A 2回目-1回目のデータとの散布図  
相関係数：0.2455436

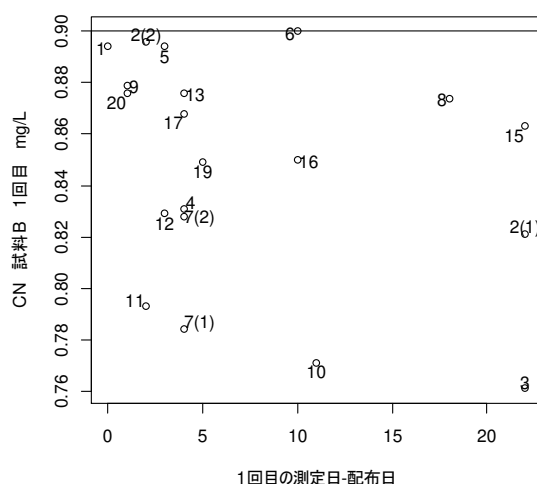


図6-3 1回目の測定日-配布日、  
試料B 1回目のデータとの散布図  
相関係数：-0.3115829

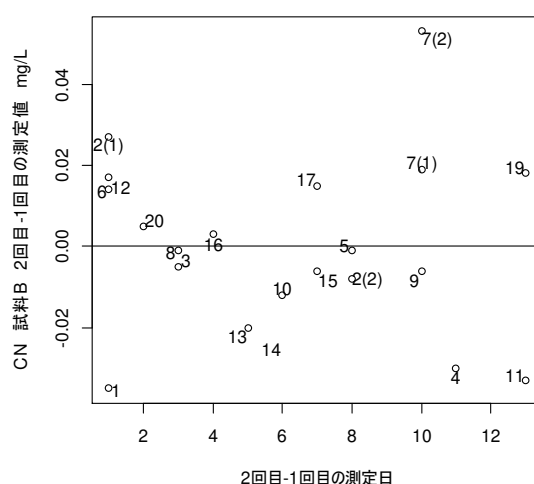


図6-4 2回目-1回目の測定日、  
試料B 2回目-1回目のデータとの散布図  
相関係数：-0.06284804

## 6. 2 試験者の経験年数

試験者の経験年数によるデータの影響を散布図で解析をした。なお、試料A又は試料Bのzスコアが $|z| \geq 3$ になる報告値は解析の対象から除いた。番号は、事業所番号であり、プロット点のない番号は、 $|z| \geq 3$ の事業所番号である。

### 6. 2. 1 全シアン

試験者の経験年数の集計等を表6-1に示した。また、経験年数と測定値の散布図を図6-13～6-16に示し、設定値の値を直線で示した。

表6-1

| 経験年数 | 1年以下 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11年以上 |
|------|------|---|---|---|---|---|---|---|---|----|-------|
| 試験者数 | 3    | 1 | 2 | 2 | 3 | 1 | 1 | 1 | 0 | 0  | 8     |

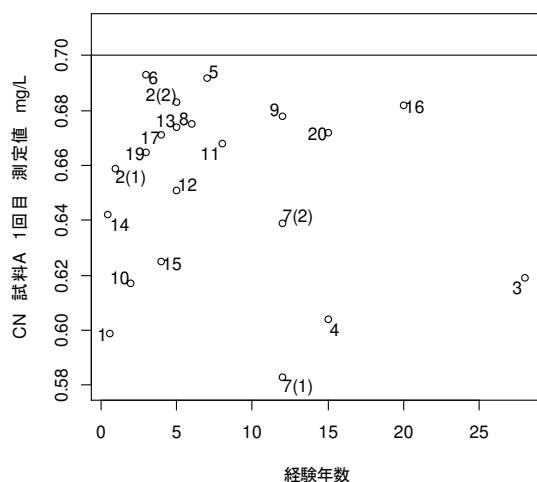


図6-5 1回目 試料A

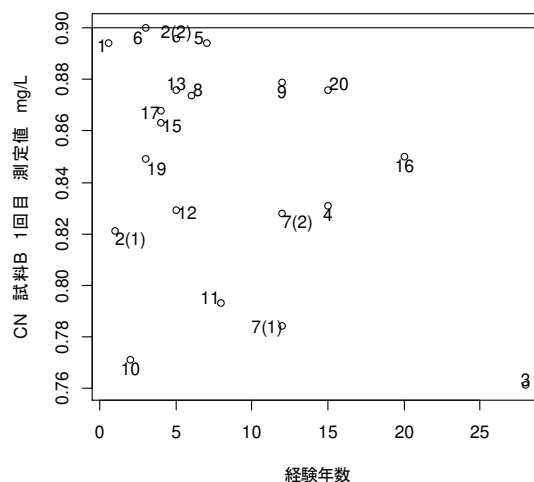


図6-6 1回目 試料B

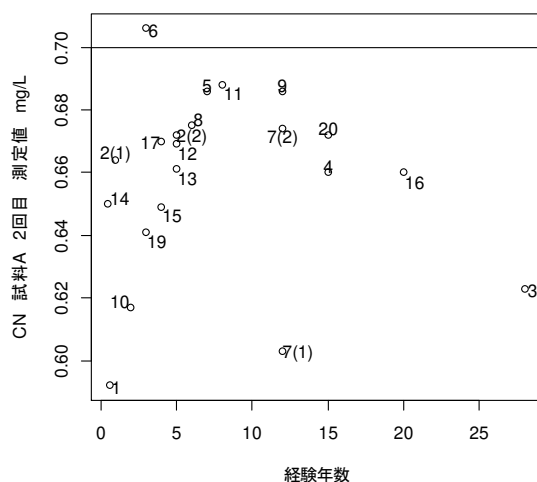


図6-7 2回目 試料A

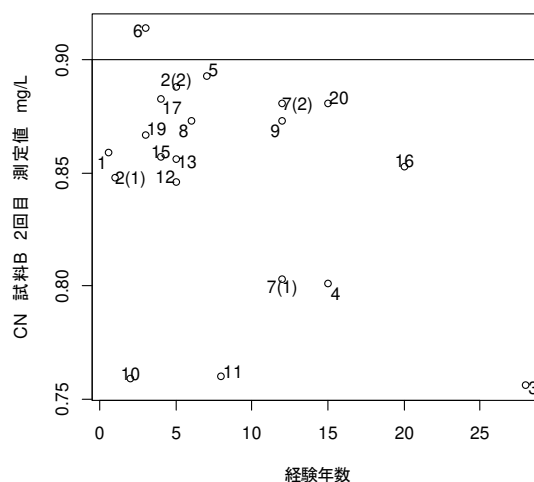


図6-8 2回目 試料B

### 6. 3 試験方法

#### 6. 3. 1 全シアン

表 6-4

| 試験方法 | 吸光光度法<br>(4-ピリジンカルボン酸 -<br>ピラゾロン吸光光度法) | 流れ分析法<br>(FIA) | 流れ分析法<br>(CFA) | その他 |
|------|----------------------------------------|----------------|----------------|-----|
| 事業所数 | 14                                     | 1              | 7              | 0   |

### 6. 4 試料の希釈等に使用した水

#### 6. 4. 1 全シアン

表 6-7

| 使用水  | 蒸留水 | イオン交換水 | 純水 | 精製水（市販水） | 超純水 | その他 |
|------|-----|--------|----|----------|-----|-----|
| 事業所数 | 3   | 4      | 8  | 0        | 7   | 0   |

### 6. 5 標準原液の調製

#### 6. 5. 1 全シアン

表 6-10

| 使用水  | メーカー製標準液 | 自社調製 |
|------|----------|------|
| 事業所数 | 13       | 9    |

### 6. 6 検量線

アンケートの回答をもとに硝酸性窒素は表 6-5 に検量線情報としてまとめた。

検量線情報には、最高濃度と最低濃度の比を記載した。指示値（機器による目的物質による反応指示値）も同じように最高指示値と最低指示値の比を記載した。

ここで、検量線の濃度と指示値の比例関係を調べるために、検量線比例評価値（ $P$ ）というのを考え、次式により計算した。

$$P = \frac{y_{\max} / y_{\min}}{x_{\max} / x_{\min}}$$

$P$ ：検量線比例評価値

$y_{\max}$ ：最高指示値       $y_{\min}$ ：最低指示値

$x_{\max}$ ：最高濃度       $x_{\min}$ ：最低濃度

すなわち、“最高濃度（ $x_{\max}$ ）と最低濃度（ $x_{\min}$ ）の比”の値と“最高指示値（ $y_{\max}$ ）と最低指示値（ $y_{\min}$ ）の比”の値が一致するとき、濃度と指示値は完全な比例関係を示し、最も理想的な直線検量線となる。このとき、検量線比例評価値（ $P$ ）は 1 を示す。

但し、 $P=1$  が最良の検量線という意味ではない。また、 $P=1$  からずれた場合でも、この検量線で定量できないということではない。 $P=1$  から大きなずれが生じたときに、問題がある可能性があるため、確認が必要であることを示唆するものである。

$P$  が 1 より大きい検量線は  $y$  切片が負になる傾向がある。例えば、下に凸の二次曲線、ばらつき（特に検量線の最低濃度の最低指示値が低いと影響する）がある等が考えられる。

これに対し、 $P$  が 1 より小さい検量線は  $y$  切片が正になる傾向にある。例えば、上に凸の二次曲線、ブランクで目的物質が大きく検出されて指示値に上乘せになっている、ばらつき（特に検量線の最低濃度の最低指示値が高いと影響する）がある等が考えられる。

指示値位置は、各試料の指示値をもとに検量線の中での位置（ $y_{\min} = 0 \sim y_{\max} = 1$ ）を示した。

各事業所のデータは、末巻のアンケート資料を参照。

## 7. 考察

報告された結果は、吸光光度法（4ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法）14事業所、流れ分析法（FIA）1事業所、流れ分析法（CFA）7事業所であり、そのうち吸光光度法の2事業所（事業所番号14、事業所番号18）の結果が棄却された。

試料 A、B ともに、設定値付近が平均値となったが、全体的にみると低めの値を示している事業所が多くみられた。また、吸光光度法と CFA 法では、CFA 法の結果がより安定した結果を示していた。

棄却後の結果では、流れ分析法の方が吸光光度法よりやや高値の傾向がみられた。

シアンは試料中に、亜硝酸、残留塩素のような酸化性物質、硫化物などの還元性物質を含む場合、正確な測定値が得られない場合もある。事前に、試料の特性を調べ、適切な前処理を行うことを心掛ける必要がある。蒸留操作の有無が無記載の事業所（2事業所）もあった。

4ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法では、発色試薬である 4ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液の濃度が高いと発色速度が速くなり、退色も早くなるなど、発色の速さ、安定性に影響するため、試薬濃度を正しく調整する必要がある<sup>1)</sup>。

棄却された報告値はいずれも発色温度が JIS で規定された温度よりやや低い温度で発色操作がなされていた。

25℃で発色させれば、発色後1時間は安定している<sup>1)</sup>が、温度の変化によって極大吸収波長がずれることがあるので温度の影響にも注意が必要である。

シアンは変質しやすく、試料採取後ただちに試験を行うか、あるいは、水酸化ナトリウムで固定し、できるだけ早く試験する事が勧められている。今回、A,B 両試料について、日を変えて2回測定を行った。測定日の差は、最大で13日間の事業所が2社あったが、これら2社を含めて、1日目と2日目の各事業所の測定結果に大きな差は見られなかった。

事業場番号 18 は、検量線の比例評価値および相関係数は良好であったが、検量線の高濃度側で定量されていた（検量線最高濃度指示値：0.264、試料 A：0.203、0.178、試料 B：0.296、0.23）。

最小二乗法による検量線では、測定値が濃度範囲の平均値付近にあるほど誤差が小さく、外側になるほど誤差が大きくなる傾向にあるため、検量線の平均値付近での定量が望ましい。

第6回外部精度管理でもシアンを取り上げており、その際にも平均値に対して低めの値がみられ、要因として蒸留時の留出速度の影響について述べた。今回 CFA 法で安定した結果が得られていることから、バッチ法よりも蒸留時のばらつきが少ないのではないかと考えられる。

また、神奈川県の手配 29 年度公共用水域水質測定調査受託分析機関への精度管理調査結果報告書（平成 29 年 5 月）よりシアンについては「pH12 以上のアルカリ性で保存しても急激に減少する可能性があることから早めに着手する体制を作ってもらいたい」との指導もあり、参考文献 1) にも同様の記載があるので留意していただきたい。同様に標準溶液の劣化（濃度減少）についても注意が必要である。

なお、CFA 法についても便利な反面、流路の汚れや詰まり、加熱槽の汚れなど、測定結果から判断しにくい部分があるので、メンテナンスが重要である。

### 参考文献

- 1) 詳解 工場排水試験法 改訂3版（JIS 使い方シリーズ）：並木博 編

## 8. 気づいた点及び共同実験に対してのご意見

### 【ご質問とご感想】

異なる蒸留方法を採用することはできませんでした。ご希望に沿うことが出来ず申し訳ありません。もし全シアンの前処理で他の方法がありましたらご教示いただけると幸いです（例えばアメリカでは異なる前処理方法を行っているなど聞いたことはありますが）。2 日目は EDTA なしで蒸留を行ってみました（ICP-MS により重金属類がほとんど存在しないことを確認）。

参加させていただき、ありがとうございました。

### 【回答】

シアン分析における前処理（蒸留操作）は、シアン化物イオンの分離および妨害物の除去のために行われるが、JIS K0102 では、通気法および加熱蒸留法が規定されている。

JIS K 0170-9 付属書 JA には、JIS と対応国際規格との対比表が掲載されており、その表の技術的差異の内容に、くえん酸酸性の pH3.8 において紫外線による分解または 125℃における蒸留処理および紫外線による前処理をせず、くえん酸酸性の pH3.8 において、125℃における蒸留処理又はガス拡散処理が挙げられている。

JIS と国際規格との対応過程の全体評価は、ISO 14403(2002)にあるので、参照されたい。

また、参考資料として、王 寧ら（土壤環境センター）による「シアンの環境特性及び各種分析法に関する ISO/TC190 規格制定の現状」という文献がある。

### 【ご感想】

➤ 普段は大気のシアン分析が多いため、蒸留を含めた操作の再試験が出来たので良かったと思います。



平成 30 年度 共同実験 参加事業所

株式会社 アクアパルス  
株式会社 アサヒ産業環境  
株式会社 エスク横浜分析センター  
株式会社 オオスミ  
化工機プラント環境エンジニアリング株式会社  
株式会社 神奈川環境研究所  
株式会社 酒井化学研究所  
三友プラントサービス株式会社 横浜工場  
株式会社 島津テクノリサーチ 秦野事業所  
JFE 東日本ジーエス株式会社  
株式会社 湘南分析センター  
株式会社 総合環境分析  
株式会社 相新 日本環境調査センター  
株式会社 ダイワ  
株式会社 タツタ環境分析センター 神奈川事業部  
東芝環境ソリューション株式会社  
株式会社 ニチュ・テクノ  
富士産業株式会社  
ムラタ計測器サービス株式会社  
株式会社 横須賀環境技術センター

(五十音順・この順番は事業所番号順ではありません)

| 事業所番号      |               |                                                                                                 | 1                                              | 2-1                            | 2-2                           | 3                             | 4                             |
|------------|---------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| ■基本的事項     |               |                                                                                                 |                                                |                                |                               |                               |                               |
| 試料の保存      |               | 1. 冷蔵保存 2. 室温保存 3. 保存しない(直ちに分析)                                                                 | 保存しない(直ちに分析)                                   | 冷蔵保存                           | 冷蔵保存                          | 冷蔵保存                          | 冷蔵保存                          |
| 分析日(1回目)   |               | 月日 を記入                                                                                          | 10月1日                                          | 10月23日                         | 10月3日                         | 10月23日                        | 10月5日                         |
| 分析日(2回目)   |               | 月日 を記入                                                                                          | 10月2日                                          | 10月24日                         | 10月11日                        | 10月26日                        | 10月16日                        |
| 分析担当者      |               | 1. 1名 2. 複数<br>複数の場合は、分担を記入                                                                     |                                                | 1名                             | 1名                            | 1名                            | 1名                            |
| 分析担当者の経験年数 |               | 経験年数(数値)を記入                                                                                     | 0.6                                            | 1                              | 5                             | 28                            | 15                            |
| 分析方法       |               | 1. 吸光光度法(方法の種類) 2. イオン電極法<br>3. 流れ分析法(方法の種類) 4. その他<br>その他を選択した場合、具体的な方法を記入                     | 吸光光度法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法)                  | 流れ分析法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン発色CFA法) | 吸光光度法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法) | 吸光光度法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法) | 吸光光度法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法) |
| 装置         | 種類            | 1. 分光光度計 2. 光電光度計 3. 電位差計<br>4. 連続流れ分析装置(CFA)<br>5. フローインジェクション分析装置(FIA) 6. その他<br>その他の場合、内容を記入 | 分光光度計                                          | 連続流れ分析装置(CFA)                  | 分光光度計                         | 分光光度計                         | 分光光度計                         |
|            | メーカー          | メーカー名を記入                                                                                        | 日立ハイテク/ロジー                                     | ビーエルテック                        | 日本分光                          | 日立ハイテク                        | 島津製作所                         |
|            | 型式            | 型式を記入                                                                                           | U-2800                                         | SYNCA                          | JASCO V-530                   | U-2900                        | UV-1200                       |
| 使用した水      |               | 1. 蒸留水 2. イオン交換水 3. 純水<br>4. 精製水(市販品) 5. 超純水 6. その他<br>その他の場合は内容を記入                             | 純水                                             | 蒸留水                            | 純水                            | 超純水                           | 純水                            |
| ■分析操作      |               |                                                                                                 |                                                |                                |                               |                               |                               |
| 前処理        | 前処理操作         | 1. 操作あり 2. 操作なし                                                                                 | 操作あり                                           | 操作なし                           | 操作あり                          | 操作あり                          | 操作あり                          |
|            | 試料量           | 数値を入力(単位:mL)                                                                                    | 50                                             |                                | A: 40ml B: 30ml               | 100                           | 50                            |
|            | 定容量           | 数値を入力(単位:mL)                                                                                    | 100                                            |                                | 100                           | 100                           | 100                           |
|            | 前処理方法         | 1. 通気法 2. 加熱蒸留法 3. 紫外線照射蒸留法<br>4. ガス拡散法 5. その他<br>その他を選択した場合、具体的な方法を記入                          | 加熱蒸留法                                          |                                | 加熱蒸留法                         | 加熱蒸留法                         | 加熱蒸留法                         |
| 吸光光度法      | 試料量又は前処理検液分取量 | 数値を入力(単位:mL)                                                                                    | 試料A:2S 試料B:10                                  |                                | 20                            | 10                            | 10                            |
|            | 発色操作          | 放置時間: 数値を記入(単位:分)                                                                               | 60                                             |                                | 30                            |                               |                               |
|            |               | 放置温度: 数値を記入(単位:℃)                                                                               | 22                                             |                                | 25                            | 25                            | 25                            |
|            | 波長            | 数値を入力(単位:nm)                                                                                    | 638                                            |                                | 638                           | 30                            | 638                           |
|            | 吸収セルの光路長      | 数値を入力(単位:mm)                                                                                    | 10.0                                           |                                | 10                            | 10                            | 10                            |
|            | 吸収セルの材質       | 1. ガラス 2. 石英 3. プラスチック                                                                          | 石英製                                            |                                | 石英製                           | ガラス製                          | ガラス製                          |
|            | 光束            | 1. シングル 2. ダブル                                                                                  | ダブルビーム(複光束)                                    |                                | ダブルビーム(複光束)                   | ダブルビーム(複光束)                   | ダブルビーム(複光束)                   |
|            | 分光器           | 1. シングル 2. ダブル                                                                                  | シングルモノクロ方式                                     |                                | シングルモノクロ方式                    | ダブルモノクロ方式                     | シングルモノクロ方式                    |
| イオン電極法     | イオン電極の種類      | 1. ガラス膜電極 2. 固体膜電極 3. 液体膜電極<br>4. 隔膜形電極 5. その他<br>その他を選択した場合、具体的な方法を記入                          |                                                |                                |                               |                               |                               |
| 流れ分析法      | 流れ分析装置で行った操作  |                                                                                                 | 1. 全操作 2. 発色・測定操作のみ 3. その他<br>その他を選択した場合、内容を記入 | 全操作                            |                               |                               |                               |
|            | 試薬の流量         | 試薬1: 試薬名                                                                                        |                                                | シアン蒸留試薬                        |                               |                               |                               |
|            |               | 試薬1: 数値を記入(単位:mL/min)                                                                           |                                                | 0.635                          |                               |                               |                               |
|            |               | 試薬2: 試薬名                                                                                        |                                                | 緩衝液                            |                               |                               |                               |
|            |               | 試薬2: 数値を記入(単位:mL/min)                                                                           |                                                | 0.323                          |                               |                               |                               |
|            |               | 試薬3: 試薬名                                                                                        |                                                | クロラミト                          |                               |                               |                               |
|            |               | 試薬3: 数値を記入(単位:mL/min)                                                                           |                                                | 0.151                          |                               |                               |                               |
|            |               | 試薬4: 試薬名                                                                                        |                                                | 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン              |                               |                               |                               |
|            |               | 試薬4: 数値を記入(単位:mL/min)                                                                           |                                                | 0.192                          |                               |                               |                               |
|            |               | 試薬5: 試薬名                                                                                        |                                                |                                |                               |                               |                               |
|            |               | 試薬5: 数値を記入(単位:mL/min)                                                                           |                                                |                                |                               |                               |                               |
|            | 注入量           | 数値を記入(単位:μL)                                                                                    |                                                | 323                            |                               |                               |                               |
|            | 蒸留部           | 加熱温度(加熱器及び蒸留ユニットなど)<br>: 数値を記入(単位:℃)                                                            |                                                | 145                            |                               |                               |                               |
|            | 反応部           | 恒温槽の温度: 数値を記入(単位:℃)                                                                             |                                                | 60                             |                               |                               |                               |
|            | 反応コイル         | サイズ [内径(mm) × 長さ(m)]を記入                                                                         |                                                | 1.6mm × 3m                     |                               |                               |                               |
|            | 波長            | 数値を記入(単位:nm)                                                                                    |                                                | 630                            |                               |                               |                               |
|            | 光路長           | 数値を記入(単位:mm)                                                                                    |                                                | 10                             |                               |                               |                               |

参考資料 アンケート一覧表 事業所番号 1～4 (2)

| 事業所番号             |                                           |                                                   | 1                                                                                                                                                                                                    | 2-1                                                              | 2-2                                                                                                                                                                                                                                | 3                                                           | 4                                                                                                                                       |
|-------------------|-------------------------------------------|---------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ■検査情報             |                                           |                                                   |                                                                                                                                                                                                      |                                                                  |                                                                                                                                                                                                                                    |                                                             |                                                                                                                                         |
| 標準液               | 調製方法                                      | 1. メーカー製標準液 2. 自社調製                               | 自社調製                                                                                                                                                                                                 | メーカー製標準液                                                         | メーカー製標準液                                                                                                                                                                                                                           | メーカー製標準液                                                    | 自社調製                                                                                                                                    |
|                   |                                           | その他を選択した場合、内容を記入                                  |                                                                                                                                                                                                      |                                                                  |                                                                                                                                                                                                                                    |                                                             |                                                                                                                                         |
|                   | 等級、濃度など                                   | 内容(等級、濃度など)を記入                                    |                                                                                                                                                                                                      | 化学分析用 1000mg/L                                                   | 化学分析用 1000mg/L                                                                                                                                                                                                                     |                                                             | 粉末(試薬特級)から1000mg/Lを調整                                                                                                                   |
|                   | 標準液の標定                                    | 1. 実施 2. 実施しない 3. その他                             | 実施                                                                                                                                                                                                   | 実施しない                                                            | 実施しない                                                                                                                                                                                                                              | 実施しない                                                       | 実施                                                                                                                                      |
|                   |                                           | その他を選択した場合、内容を記入                                  |                                                                                                                                                                                                      |                                                                  |                                                                                                                                                                                                                                    |                                                             |                                                                                                                                         |
| 検査線               | 検査線の点数(ゼロ点も含む)                            | 数値を記入                                             | 4                                                                                                                                                                                                    | 7                                                                | 6                                                                                                                                                                                                                                  | 4                                                           | 6                                                                                                                                       |
|                   | 検査線の濃度単位                                  | 1. $\mu\text{g}$ 2. $\text{mg/L}$ 3. その他の場合、直接入力  | $\mu\text{g}$                                                                                                                                                                                        | $\text{mg/L}$                                                    | $\mu\text{g}$                                                                                                                                                                                                                      | $\mu\text{g}$                                               | $\text{mg/L}$                                                                                                                           |
|                   | 検査線の範囲(ゼロ点を除く)                            | 最低濃度 : 数値を記入                                      | 0.510                                                                                                                                                                                                | 0.01                                                             | 0.5                                                                                                                                                                                                                                | 0.501                                                       | 0.01                                                                                                                                    |
|                   |                                           | 最高濃度 : 数値を記入                                      | 9.184                                                                                                                                                                                                | 0.5                                                              | 9                                                                                                                                                                                                                                  | 9.027                                                       | 0.18                                                                                                                                    |
|                   | 検査線の重みづけ                                  | 1. 使用している 2. 使用していない                              | 使用していない                                                                                                                                                                                              | 使用していない                                                          | 使用していない                                                                                                                                                                                                                            | 使用していない                                                     | 使用していない                                                                                                                                 |
|                   |                                           | 使用している場合は種類を記入                                    |                                                                                                                                                                                                      |                                                                  |                                                                                                                                                                                                                                    |                                                             |                                                                                                                                         |
|                   | 検査線の指示値(ゼロ点を除く)<br>(吸光度・シングル強度等)          | 最低濃度の指示値 (吸光度・シングル強度等)<br>: 数値を記入                 | 1日目0.0421 2日目0.0358                                                                                                                                                                                  | 9.22%                                                            | 0.0396                                                                                                                                                                                                                             | 0.042                                                       | 0.041                                                                                                                                   |
|                   |                                           | 最高濃度の指示値 (吸光度・シングル強度等)<br>: 数値を記入                 | 1日目0.7293 2日目0.7275                                                                                                                                                                                  | 85.27%                                                           | 0.7275                                                                                                                                                                                                                             | 0.743                                                       | 0.721                                                                                                                                   |
|                   | 検査線の回帰式                                   | 回帰式を記入                                            | 1日目 $y(\mu\text{g})=12.625x(\text{Abs})$ 2日目 $y=12.782x$                                                                                                                                             | $y=0.065235x-0.0021014$                                          | $y=0.0809x-0.0006$                                                                                                                                                                                                                 | $y=12.14x+0.014$                                            | $y=4.0189x+0.0012$                                                                                                                      |
|                   | 相関係数 又は<br>寄与率(決定係数)                      | 1. 相関係数 (R)<br>2. 寄与率(決定係数) ( $R^2$ )             | 寄与率(決定係数) $R^2$                                                                                                                                                                                      | 寄与率(決定係数) $R^2$                                                  | 相関係数 R                                                                                                                                                                                                                             | 相関係数 R                                                      | 寄与率(決定係数) $R^2$                                                                                                                         |
| 数値を記入             |                                           | 1日目0.9999 2日目0.9990                               | 0.99986                                                                                                                                                                                              | 0.99998                                                          | 1                                                                                                                                                                                                                                  | 0.9998                                                      |                                                                                                                                         |
| 検査線の評価            | 最高濃度-最低濃度                                 |                                                   | 8.674                                                                                                                                                                                                | 0.49                                                             | 8.5                                                                                                                                                                                                                                | 8.528                                                       | 0.17                                                                                                                                    |
|                   | 最高濃度/最低濃度                                 |                                                   | 18.00784314                                                                                                                                                                                          | 50                                                               | 18                                                                                                                                                                                                                                 | 18.01796407                                                 | 18                                                                                                                                      |
|                   | 最高指示値-最低指示値                               |                                                   | 1日目0.6872 2日目0.6917                                                                                                                                                                                  | 76.05%                                                           | 0.6879                                                                                                                                                                                                                             | 0.701                                                       | 0.68                                                                                                                                    |
|                   | 最高指示値/最低指示値                               |                                                   | 1日目:17.3230403800475<br>2日目:20.3212290502793                                                                                                                                                         | 9.248373102                                                      | 18.37121212                                                                                                                                                                                                                        | 17.69047619                                                 | 17.58536585                                                                                                                             |
|                   | 検査線比例評価値                                  |                                                   | <b>1日目:-0.961971972324067</b><br><b>2日目:1.1284654633757</b>                                                                                                                                          | <b>0.18</b>                                                      | <b>1.02</b>                                                                                                                                                                                                                        | <b>0.98</b>                                                 | <b>0.98</b>                                                                                                                             |
|                   |                                           |                                                   |                                                                                                                                                                                                      |                                                                  |                                                                                                                                                                                                                                    |                                                             |                                                                                                                                         |
| ■試験情報             |                                           |                                                   |                                                                                                                                                                                                      |                                                                  |                                                                                                                                                                                                                                    |                                                             |                                                                                                                                         |
| 実試料の指示値           | 試料A 1回目 指示値                               |                                                   | 0.5931                                                                                                                                                                                               | 59.08%                                                           | 0.4429                                                                                                                                                                                                                             | 0.519                                                       | 0.246                                                                                                                                   |
|                   |                                           | 指示値位置                                             | <b>0.76</b>                                                                                                                                                                                          | <b>0.58</b>                                                      | <b>0.55</b>                                                                                                                                                                                                                        | <b>0.64</b>                                                 | <b>0.28</b>                                                                                                                             |
|                   | 試料A 2回目 指示値                               |                                                   | 0.5860                                                                                                                                                                                               | 39.94%                                                           | 0.4306                                                                                                                                                                                                                             | 0.522                                                       | 0.260                                                                                                                                   |
|                   |                                           | 指示値位置                                             | <b>0.75</b>                                                                                                                                                                                          | <b>0.36</b>                                                      | <b>0.54</b>                                                                                                                                                                                                                        | <b>0.65</b>                                                 | <b>0.30</b>                                                                                                                             |
|                   | 試料B 1回目 指示値                               |                                                   | 0.3496                                                                                                                                                                                               | 60.50%                                                           | 0.4358                                                                                                                                                                                                                             | 0.638                                                       | 0.337                                                                                                                                   |
|                   |                                           | 指示値位置                                             | <b>0.43</b>                                                                                                                                                                                          | <b>0.60</b>                                                      | <b>0.54</b>                                                                                                                                                                                                                        | <b>0.80</b>                                                 | <b>0.41</b>                                                                                                                             |
|                   | 試料B 2回目 指示値                               |                                                   | 0.3359                                                                                                                                                                                               | 41.27%                                                           | 0.4270                                                                                                                                                                                                                             | 0.633                                                       | 0.332                                                                                                                                   |
|                   |                                           | 指示値位置                                             | <b>0.41</b>                                                                                                                                                                                          | <b>0.38</b>                                                      | <b>0.53</b>                                                                                                                                                                                                                        | <b>0.80</b>                                                 | <b>0.40</b>                                                                                                                             |
| 空試験<br>(操作ブランク)   | 測定                                        | 1. 測定している 2. 測定していない                              | 測定していない                                                                                                                                                                                              | 測定している                                                           | 測定している                                                                                                                                                                                                                             | 測定していない                                                     | 測定している                                                                                                                                  |
|                   | 操作ブランクの濃度(mg/L)                           | 検査線から読み取った検出量(濃度)から、1Lあたりの濃度を算出 : 数値を入力 (単位:mg/L) |                                                                                                                                                                                                      | 0.0165                                                           | 0.00031                                                                                                                                                                                                                            |                                                             | 0                                                                                                                                       |
|                   | 指示値                                       | 指示値 (吸光度・シングル強度等) : 数値を記入                         |                                                                                                                                                                                                      | 8.03%                                                            | 0.0007                                                                                                                                                                                                                             | 0.001                                                       | 0.002                                                                                                                                   |
| ★計算式              | 試料Aの1回目について、「出力濃度」「指示値」などを用い、具体的に記載してください |                                                   | 全シアン(0.599mg/L) = [(吸光度(0.5931) * 回帰式係数(12.625)) / ( $\mu\text{g}$ ) / 留出液の発色操作分取量(25mL)] * 留出液の定容量(100mL) / 試料液の蒸留フラスコ分取量(50mL)                                                                     | 全シアン(mg/L) = 出力濃度(mg/L) * 希釈率<br>0.6588(mg/L) = 0.3294(mg/L) * 2 | 全シアン(mg/L) = (指示値( $\mu\text{g}$ ) - ブランク値( $\mu\text{g}$ )) / 1000 * 定容量(mL) / 検液分取量(mL) / 試料量(mL) * 1000<br>0.683(mg/L) = (5.4788( $\mu\text{g}$ ) - 0.0155( $\mu\text{g}$ )) / 1000 * 100(mL) / 20(mL) / 40(mL) * 1000 = 0.6829 | 全シアン(mg/L) = 6.233[出力濃度] * 100[蒸留後全量] / 10[発色分量] / 100[採水量] | 全シアン(mg/L) = ((「試料A指示値」0.246 - 「ブランク指示値」0.002) - 0.0012 / 4.0189 * 「蒸留定容量」100 / 「蒸留試料量」50 * 「発色時定容量」50 / 「発色時試料分取量」10 * 「STDファクター」1.000 |
| ★その他(気付いた点、ご意見など) |                                           |                                                   | 異なる蒸留方法を採用することはできませんでしたが、ご希望に沿うことが出来ず申し訳ありません。もし全シアンの前処理で他の方法がありましたらご教示いただけると幸いです(例えばアメリカでは異なる前処理方法を行っているなど聞いたことはありますが)。2日目はEDTAなしで蒸留を行ってみました(IOP-MSにより重金属類がほとんど存在しないことを確認)。参加させていただきました、ありがとうございます。 |                                                                  | このアンケートの分析操作の前処理における試料量は、試料Aの分析時の試料量を記載しました。<br>試料Bの試料量は30mlです。                                                                                                                                                                    |                                                             |                                                                                                                                         |

参考資料 アンケート一覧表 事業所番号 5～9 (1)

| 事業所番号      |                |                                                                                 | 5                                                                       | 6                              | 7                             | 8                              | 9                             |
|------------|----------------|---------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|
| ■基本的事項     |                |                                                                                 |                                                                         |                                |                               |                                |                               |
| 試料の保存      |                | 1. 冷蔵保存 2. 室温保存 3. 保存しない(直ちに分析)                                                 | 冷蔵保存                                                                    | 冷蔵保存                           | 冷蔵保存                          | 冷蔵保存                           | 冷蔵保存                          |
| 分析日(1回目)   |                | 月日 を記入                                                                          | 10月4日                                                                   | 10月11日                         | 10月5日                         | 10月19日                         | 10月2日                         |
| 分析日(2回目)   |                | 月日 を記入                                                                          | 10月12日                                                                  | 10月12日                         | 10月15日                        | 10月22日                         | 10月12日                        |
| 分析担当者      |                | 1. 1名 2. 複数                                                                     | 1名                                                                      | 1名                             | 1名                            | 1名                             | 1名                            |
|            |                | 複数の場合は、分担を記入                                                                    |                                                                         |                                |                               |                                |                               |
| 分析担当者の経験年数 |                | 経験年数(数値)を記入                                                                     | 7                                                                       | 3                              | 12                            | 6                              | 12                            |
| 分析方法       |                | 1. 吸光光度法(方法の種類) 2. イオン電極法<br>3. 流れ分析法(方法の種類) 4. その他                             | 流れ分析法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン発色CFA法)                                          | 流れ分析法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン発色CFA法) | 吸光光度法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法) | 流れ分析法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン発色CFA法) | 吸光光度法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法) |
|            |                | その他の選択した場合、具体的な方法を記入                                                            |                                                                         |                                | 3                             |                                |                               |
| 装置         | 種類             | 1. 分光光度計 2. 電光光度計 3. 電位差計<br>4. 連続流れ分析装置(CFA)<br>5. フローインジェクション分析装置(FIA) 6. その他 | 連続流れ分析装置(CFA)                                                           | 連続流れ分析装置(CFA)                  | 分光光度計                         | 連続流れ分析装置(CFA)                  | 分光光度計                         |
|            |                | その他の場合、内容を記入                                                                    |                                                                         |                                | 4                             |                                |                               |
|            | メーカー           | メーカー名を記入                                                                        | ビーエルテック社                                                                | ビーエルテック                        | 島津製作所(UV)、ビーエルテック(CFA)        | BLTEC                          | SHIMAZU                       |
|            | 型式             | 型式を記入                                                                           | STAT-2000                                                               | AAⅢ                            | UV-1800、SWATT                 | SWAAT                          | UV-1280                       |
| 使用した水      |                | 1. 蒸留水 2. イオン交換水 3. 純水<br>4. 精製水(市販品) 5. 超純水 6. その他                             | 純水                                                                      | 蒸留水                            | 超純水                           | 超純水                            | 超純水                           |
|            |                | その他の場合は内容を記入                                                                    |                                                                         |                                |                               |                                |                               |
| ■分析操作      |                |                                                                                 |                                                                         |                                |                               |                                |                               |
| 前処理        | 前処理操作          | 1. 操作あり 2. 操作なし                                                                 | 操作あり                                                                    | 操作なし                           | 操作あり                          |                                | 操作あり                          |
|            | 試料量            | 数値を入力(単位:mL)                                                                    | 50                                                                      |                                | 50                            |                                | 25                            |
|            | 定容量            | 数値を入力(単位:mL)                                                                    | 50                                                                      |                                | 100                           |                                | 100                           |
|            | 前処理方法          | 1. 透気法 2. 加熱蒸留法 3. 紫外線照射蒸留法<br>4. ガス拡散法 5. その他                                  | 加熱蒸留法                                                                   |                                | 加熱蒸留法                         |                                | 加熱蒸留法                         |
|            |                | その他の選択した場合、具体的な方法を記入                                                            |                                                                         |                                |                               |                                |                               |
| 吸光光度法      | 試料量又は前処理検液分取量  | 数値を入力(単位:mL)                                                                    |                                                                         |                                | 10                            |                                | 10                            |
|            | 発色操作           | 放置時間: 数値を記入(単位:分)                                                               |                                                                         |                                | 30                            |                                | 30                            |
|            |                | 放置温度: 数値を記入(単位:℃)                                                               |                                                                         |                                | 25                            |                                | 25                            |
|            | 波長             | 数値を入力(単位:nm)                                                                    |                                                                         |                                | 638                           |                                | 638                           |
|            | 吸収セルの光路長       | 数値を入力(単位:mm)                                                                    |                                                                         |                                | 10                            |                                | 10                            |
|            | 吸収セルの材質        | 1. ガラス 2. 石英 3. プラスチック                                                          |                                                                         |                                | ガラス製                          |                                | プラスチック製                       |
|            | 光素             | 1. シングル 2. ダブル                                                                  |                                                                         |                                | ダブルビーム(複光束)                   |                                | シングルビーム(単光束)                  |
| 分光器        | 1. シングル 2. ダブル |                                                                                 |                                                                         | シングルモノクロ方式                     |                               | シングルモノクロ方式                     |                               |
| イオン電極法     | イオン電極の種類       | 1. ガラス膜電極 2. 固体膜電極 3. 液体膜電極<br>4. 隔膜形電極 5. その他                                  |                                                                         |                                |                               |                                |                               |
|            |                | その他の選択した場合、具体的な方法を記入                                                            |                                                                         |                                |                               |                                |                               |
| 流れ分析法      | 流れ分析装置で行った操作   |                                                                                 | 1. 全操作 2. 発色・測定操作のみ 3. その他                                              | 発色・測定操作のみ                      | 全操作                           | 全操作                            | 全操作                           |
|            |                |                                                                                 | その他の選択した場合、内容を記入                                                        |                                |                               |                                |                               |
|            | 試薬の流量          | 試薬1: 試薬名                                                                        | 蒸留溶液(NaOH1.125mol/L、<br>リン酸(JIS K 9007)10%、グリセリン50%)                    | 蒸留試薬                           | 蒸留試薬                          | Buffer                         |                               |
|            |                | 試薬1: 数値を記入(単位:mL/min)                                                           | 0.8                                                                     | 1.0                            | 0.635                         | 0.323                          |                               |
|            |                | 試薬2: 試薬名                                                                        | 発色緩衝液(リン酸二水素カリウム46g、NaOH8gを水に溶かして<br>1000mlとし、ポリオキシエチレンドシルエーテル2mlを加えた物) | 吸収液                            | 吸収液                           | ピリジンカルボン酸溶液                    |                               |
|            |                | 試薬2: 数値を記入(単位:mL/min)                                                           | 0.6                                                                     | 0.1                            | 0.079                         | 0.192                          |                               |
|            |                | 試薬3: 試薬名                                                                        | 吸収溶液(NaOH0.01mol/Lにポリオキシエチレンド<br>シルエーテル溶液1mlを加えた物)                      | Buffer                         | Buffer                        | 蒸留試薬                           |                               |
|            |                | 試薬3: 数値を記入(単位:mL/min)                                                           | 0.32                                                                    | 0.6                            | 0.323                         | 0.323                          |                               |
|            |                | 試薬4: 試薬名                                                                        | クロラミンT溶液                                                                | クロラミンT                         | クロラミンT                        | クロラミンT溶液                       |                               |
|            |                | 試薬4: 数値を記入(単位:mL/min)                                                           | 0.1                                                                     | 0.1                            | 0.151                         | 0.151                          |                               |
|            |                | 試薬5: 試薬名                                                                        | 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液                                                     | ピリジンカルボン酸                      | ピリジンカルボン酸                     | 装置用吸収液                         |                               |
|            |                | 試薬5: 数値を記入(単位:mL/min)                                                           | 0.32                                                                    | 0.32                           | 0.192                         | 0.079                          |                               |
|            | 注入力            | 数値を記入(単位:μL)                                                                    | 2000                                                                    | 1500                           | -                             | 1089                           |                               |
|            | 蒸留部            | 加熱温度(加熱器及び蒸留ユニットなど)<br>:数値を記入(単位:℃)                                             | 145                                                                     | 145                            | 145                           | 145                            |                               |
|            | 反応部            | 恒温槽の温度:数値を記入(単位:℃)                                                              | 60                                                                      | 60                             | 60                            | 60                             |                               |
|            | 反応コイル          | サイズ [内径(mm)×長さ(m)]を記入                                                           | 2.0mm×0.5m                                                              | 内径:2mm 長さ:不明                   | -                             | 2mm×0.1m                       |                               |
| 波長         | 数値を記入(単位:mm)   | 638                                                                             | 630                                                                     | 630                            | 630                           |                                |                               |
| 光路長        | 数値を記入(単位:mm)   | 30                                                                              | 50                                                                      | 30                             | 30                            |                                |                               |

参考資料 アンケート一覧表 事業所番号 5～9 (2)

|                   |                                  |                                                    |                                                              |                                                                                                                                              |                                                                       |                                                                                                                                                                      |                                                                                                                                  |
|-------------------|----------------------------------|----------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 事業所番号             |                                  |                                                    | 5                                                            | 6                                                                                                                                            | 7                                                                     | 8                                                                                                                                                                    | 9                                                                                                                                |
| ■検査情報             |                                  |                                                    |                                                              |                                                                                                                                              |                                                                       |                                                                                                                                                                      |                                                                                                                                  |
| 標準液               | 調製方法                             | 1. メーカー製標準液 2. 自社調製                                | 自社調製                                                         | メーカー製標準液                                                                                                                                     | メーカー製標準液                                                              | 自社調製                                                                                                                                                                 | メーカー製標準液                                                                                                                         |
|                   |                                  | その他を選択した場合、内容を記入                                   |                                                              |                                                                                                                                              |                                                                       |                                                                                                                                                                      |                                                                                                                                  |
|                   | 等級、濃度など                          | 内容(等級、濃度など)を記入                                     | 試薬特級                                                         | 化学分析用 1000mg/L                                                                                                                               | 特級                                                                    |                                                                                                                                                                      | CN 1000                                                                                                                          |
|                   | 標準液の標定                           | 1. 実施 2. 実施しない 3. その他                              | 実施                                                           | 実施しない                                                                                                                                        | 実施しない                                                                 | 実施                                                                                                                                                                   | 実施しない                                                                                                                            |
|                   |                                  | その他を選択した場合、内容を記入                                   |                                                              |                                                                                                                                              |                                                                       |                                                                                                                                                                      |                                                                                                                                  |
| 検査線               | 検査線の点数(ゼロ点も含む)                   | 数値を記入                                              | 5                                                            | 6                                                                                                                                            | 6                                                                     | 4                                                                                                                                                                    | 5                                                                                                                                |
|                   | 検査線の濃度単位                         | 1. $\mu\text{g}$ 2. $\text{mg/L}$ 3. その他の場合、直接入力   | $\mu\text{g}$                                                | $\text{mg/L}$                                                                                                                                | $\mu\text{g}$                                                         | $\text{mg/L}$                                                                                                                                                        | $\mu\text{g}$                                                                                                                    |
|                   | 検査線の範囲(ゼロ点を除く)                   | 最低濃度 : 数値を記入                                       | 0.5                                                          | 0.008                                                                                                                                        | 0.5                                                                   | 0.01                                                                                                                                                                 | 0.25                                                                                                                             |
|                   |                                  | 最高濃度 : 数値を記入                                       | 10                                                           | 0.1                                                                                                                                          | 9                                                                     | 0.5                                                                                                                                                                  | 2.5                                                                                                                              |
|                   | 検査線の重みづけ                         | 1. 使用している 2. 使用していない                               | 使用していない                                                      | 使用していない                                                                                                                                      | 使用していない                                                               | 使用していない                                                                                                                                                              | 使用していない                                                                                                                          |
|                   |                                  | 使用している場合は種類を記入                                     |                                                              |                                                                                                                                              |                                                                       |                                                                                                                                                                      |                                                                                                                                  |
|                   | 検査線の指示値(ゼロ点を除く)<br>(吸光度・シングル強度等) | 最低濃度の指示値 (吸光度・シングル強度等)<br>: 数値を記入                  | 0.036                                                        | 0.0258                                                                                                                                       | 0.035                                                                 | 88.03                                                                                                                                                                | 0.036                                                                                                                            |
|                   |                                  | 最高濃度の指示値 (吸光度・シングル強度等)<br>: 数値を記入                  | 0.731                                                        | 0.3186                                                                                                                                       | 0.674                                                                 | 8.99                                                                                                                                                                 | 0.356                                                                                                                            |
|                   | 検査線の回帰式                          | 回帰式を記入                                             | $y = 0.0731x - 0.001$                                        | $y = ax + b$                                                                                                                                 | $y = 0.074656x$                                                       | $y = 0.006104594x - 0.001760051$                                                                                                                                     | $y = 0.14225x + 0.00083$                                                                                                         |
|                   | 相関係数 又は<br>寄与率(決定係数)             | 1. 相関係数 (R)<br>2. 寄与率(決定係数) ( $R^2$ )              | 寄与率(決定係数) $R^2$                                              | 相関係数 R                                                                                                                                       | 相関係数 R                                                                | 相関係数 R                                                                                                                                                               | 相関係数 R                                                                                                                           |
| 数値を記入             |                                  | 1                                                  | 1.00000                                                      | 0.9999                                                                                                                                       | 0.99993                                                               | 1                                                                                                                                                                    |                                                                                                                                  |
| 検査線の評価            | 最高濃度-最低濃度                        | 9.5                                                | 0.092                                                        | 8.5                                                                                                                                          | 0.49                                                                  | 2.25                                                                                                                                                                 |                                                                                                                                  |
|                   | 最高濃度/最低濃度                        | 20                                                 | 12.5                                                         | 18                                                                                                                                           | 50                                                                    | 10                                                                                                                                                                   |                                                                                                                                  |
|                   | 最高指示値-最低指示値                      | 0.695                                              | 0.2928                                                       | 0.639                                                                                                                                        | -79.04                                                                | 0.32                                                                                                                                                                 |                                                                                                                                  |
|                   | 最高指示値/最低指示値                      | 20.30555556                                        | 12.34883721                                                  | 19.25714286                                                                                                                                  | 0.102124276                                                           | 9.888888889                                                                                                                                                          |                                                                                                                                  |
|                   | 検査線比例評価値                         | 1.02                                               | 0.99                                                         | 1.07                                                                                                                                         | 0.00                                                                  | 0.99                                                                                                                                                                 |                                                                                                                                  |
| ■試験情報             |                                  |                                                    |                                                              |                                                                                                                                              |                                                                       |                                                                                                                                                                      |                                                                                                                                  |
| 実試料の指示値           | 試料A 1回目 指示値                      | 0.252                                              | 0.2210                                                       | ABS: 0.213、0.223 (n=2測定)                                                                                                                     | 63.05                                                                 | 0.242                                                                                                                                                                |                                                                                                                                  |
|                   |                                  | 指示値位置                                              | 0.295485636                                                  | 0.612680477                                                                                                                                  | 0.271513353                                                           | -2.778642937                                                                                                                                                         | 0.578651685                                                                                                                      |
|                   | 試料A 2回目 指示値                      | 0.256                                              | 0.2243                                                       | ABS: 0.231、0.219 (n=2測定)                                                                                                                     | 62.15                                                                 | 0.248                                                                                                                                                                |                                                                                                                                  |
|                   |                                  | 指示値位置                                              | 0.300957592                                                  | 0.623038293                                                                                                                                  | 0.271513353                                                           | -2.878754171                                                                                                                                                         | 0.595505618                                                                                                                      |
|                   | 試料B 1回目 指示値                      | 0.326                                              | 0.1437                                                       | ABS: 0.299、0.286 (n=2測定)                                                                                                                     | 78.90                                                                 | 0.313                                                                                                                                                                |                                                                                                                                  |
|                   |                                  | 指示値位置                                              | 0.396716826                                                  | 0.370056497                                                                                                                                  | 0.271513353                                                           | -1.015572859                                                                                                                                                         | 0.778089888                                                                                                                      |
|                   | 試料B 2回目 指示値                      | 0.332                                              | 0.1452                                                       | ABS: 0.289、0.311 (n=2測定)                                                                                                                     | 78.29                                                                 | 0.316                                                                                                                                                                |                                                                                                                                  |
|                   |                                  | 指示値位置                                              | 0.404924761                                                  | 0.374764595                                                                                                                                  | 0.271513353                                                           | -1.083426029                                                                                                                                                         | 0.786516854                                                                                                                      |
| 空試験<br>(操作ブランク)   | 測定                               | 1. 測定している 2. 測定していない                               | 測定している                                                       | 測定していない                                                                                                                                      | 測定している                                                                | 測定している                                                                                                                                                               |                                                                                                                                  |
|                   | 操作ブランクの濃度 (mg/L)                 | 検査線から読み取った検出量(濃度)から、1Lあたりの濃度を算出 : 数値を入力 (単位: mg/L) | 0.00004                                                      | 0.0000                                                                                                                                       | 0                                                                     | 0                                                                                                                                                                    |                                                                                                                                  |
|                   | 指示値                              | 指示値 (吸光度・シングル強度等) : 数値を記入                          | 0.002                                                        | 0.0000                                                                                                                                       | 7.42                                                                  | 0                                                                                                                                                                    |                                                                                                                                  |
| ★計算式              |                                  | 試料Aの1回目について、「出力濃度」「指示値」などを用い、具体的に記載してください          | 全シアン(mg/L) = $0.274 * (\text{ABS} - \text{空試験ABS}) + 0.0004$ | 全シアン(mg/L) = $a * [(\text{吸光度} * 100 / \text{フルスケール吸光度}) + b] * \text{希釈倍率}$<br>$a = 1.412706E-001$ 、 $b = -8.434334E-005$ 、フルスケール吸光度 = 0.45 | 全シアン(mg/L) = $(0.213 / 0.074656) / 10 * 100 / 50$ (試料A 1回目のn=1のABS使用) | 全シアン(mg/L) = $[(\text{濃度値} - \text{ブランク値}) * 0.006104594 - 0.001760051] * \text{希釈倍率}$<br>$= [(63.05 - 7.42) * 0.006104594 - 0.001760051] * 2 = 0.6756(\text{mg/L})$ | 全シアン(mg/L) = $[(\text{実試料の指示値} - \text{空試験の指示値}) - 0.00083] / 0.14225 / 1000 * \text{定容量} / \text{前処理検液分取量} * 1000 / \text{試料量}$ |
| ★その他(気付いた点、ご意見など) |                                  |                                                    |                                                              |                                                                                                                                              |                                                                       |                                                                                                                                                                      |                                                                                                                                  |

参考資料 アンケート一覧表 事業所番号 10～14 (1)

| 事業所番号      |                                                     | 10                                                                                              | 11                            | 12                            | 13                             | 14                            |
|------------|-----------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|
| ■基本的事項     |                                                     |                                                                                                 |                               |                               |                                |                               |
| 試料の保存      | 1. 冷蔵保存 2. 室温保存 3. 保存しない(直ちに分析)                     | 冷蔵保存                                                                                            | 冷蔵保存                          | 冷蔵保存                          | 冷蔵保存                           | 冷蔵保存                          |
| 分析日(1回目)   | 月日 を記入                                              | 10月12日                                                                                          | 10月3日                         | 10月4日                         | 10月5日                          | 10月5日                         |
| 分析日(2回目)   | 月日 を記入                                              | 10月18日                                                                                          | 10月16日                        | 10月5日                         | 10月10日                         | 10月11日                        |
| 分析担当者      | 1. 1名 2. 複数<br>複数の場合は、分担を記入                         | 1名                                                                                              | 1名                            | 1名                            | 1名                             | 1名                            |
| 分析担当者の経験年数 | 経験年数(数値)を記入                                         | 2                                                                                               | 8                             | 5                             | 5                              | 0.5                           |
| 分析方法       | 1. 吸光光度法(方法の種類) 2. イオン電極法<br>3. 流れ分析法(方法の種類) 4. その他 | 吸光光度法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法)                                                                   | 吸光光度法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法) | 吸光光度法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法) | 流れ分析法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン発色CFA法) | 吸光光度法(4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法) |
|            | その他を選択した場合、具体的な方法を記入                                |                                                                                                 |                               |                               |                                |                               |
| 装置         | 種類                                                  | 1. 分光光度計 2. 光電光度計 3. 電位差計<br>4. 連続流れ分析装置(CFA)<br>5. フローインジェクション分析装置(FIA) 6. その他<br>その他の場合、内容を記入 | 分光光度計                         | 分光光度計                         | 連続流れ分析装置(CFA)                  | 分光光度計                         |
|            | メーカー                                                | メーカー名を記入                                                                                        | 日立ハイテックサイエンス                  | 島津製作所                         | 日立                             | 島津                            |
|            | 型式                                                  | 型式を記入                                                                                           | UHS300                        | UV-1800                       | U-2810                         | SWAAT                         |
| 使用した水      |                                                     | 1. 蒸留水 2. イオン交換水 3. 純水<br>4. 精製水(市販品) 5. 超純水 6. その他<br>その他の場合は内容を記入                             | 純水                            | イオン交換水                        | 純水                             | 超純水                           |
| ■分析操作      |                                                     |                                                                                                 |                               |                               |                                |                               |
| 前処理        | 前処理操作                                               | 1. 操作あり 2. 操作なし                                                                                 | 操作あり                          | 操作あり                          | 操作なし                           | 操作あり                          |
|            | 試料量                                                 | 数値を入力(単位: mL)                                                                                   | 50                            | 50                            | 25                             | 25                            |
|            | 定容量                                                 | 数値を入力(単位: mL)                                                                                   | 100                           | 100                           | 100                            | 100                           |
|            | 前処理方法                                               | 1. 通気法 2. 加熱蒸留法 3. 紫外線照射蒸留法<br>4. ガス拡散法 5. その他<br>その他を選択した場合、具体的な方法を記入                          | 加熱蒸留法                         | 加熱蒸留法                         | 加熱蒸留法                          | 加熱蒸留法                         |
|            |                                                     |                                                                                                 |                               |                               |                                |                               |
| 吸光光度法      | 試料量又は前処理検液分散量                                       | 数値を入力(単位: mL)                                                                                   | 10                            | 10                            | 10                             | 20                            |
|            | 発色操作                                                | 放置時間: 数値を記入(単位: 分)                                                                              | 30                            | 30                            | 30                             | 30                            |
|            |                                                     | 放置温度: 数値を記入(単位: °C)                                                                             | 25                            | 25                            | 25                             | 20                            |
|            | 波長                                                  | 数値を入力(単位: nm)                                                                                   | 638                           | 638                           | 638                            | 638                           |
|            | 吸収セルの光路長                                            | 数値を入力(単位: mm)                                                                                   | 10                            | 10                            | 10                             | 10                            |
|            | 吸収セルの材質                                             | 1. ガラス 2. 石英 3. プラスチック                                                                          | ガラス製                          | ガラス製                          | ガラス製                           | 石英製                           |
|            | 光束                                                  | 1. シングル 2. ダブル                                                                                  | ダブルビーム(複光束)                   | ダブルビーム(複光束)                   | ダブルビーム(複光束)                    | ダブルビーム(複光束)                   |
|            | 分光器                                                 | 1. シングル 2. ダブル                                                                                  | ダブルモノクロ方式                     | ダブルモノクロ方式                     | シングルモノクロ方式                     | ダブルモノクロ方式                     |
| イオン電極法     | イオン電極の種類                                            | 1. ガラス膜電極 2. 固体膜電極 3. 液体膜電極<br>4. 隔膜形電極 5. その他<br>その他を選択した場合、具体的な方法を記入                          |                               |                               |                                |                               |
| 流れ分析法      | 流れ分析装置で行った操作                                        | 1. 全操作 2. 発色・測定操作のみ 3. その他<br>その他を選択した場合、内容を記入                                                  |                               |                               | 全操作                            |                               |
|            | 試薬の流量                                               | 試薬1: 試薬名                                                                                        |                               |                               | バフファーム                         |                               |
|            |                                                     | 試薬1: 数値を記入(単位: mL/min)                                                                          |                               |                               | 0.323                          |                               |
|            |                                                     | 試薬2: 試薬名                                                                                        |                               |                               | クロラミンT                         |                               |
|            |                                                     | 試薬2: 数値を記入(単位: mL/min)                                                                          |                               |                               | 0.151                          |                               |
|            |                                                     | 試薬3: 試薬名                                                                                        |                               |                               | 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液            |                               |
|            |                                                     | 試薬3: 数値を記入(単位: mL/min)                                                                          |                               |                               | 0.192                          |                               |
|            |                                                     | 試薬4: 試薬名                                                                                        |                               |                               | 蒸留試薬                           |                               |
|            |                                                     | 試薬4: 数値を記入(単位: mL/min)                                                                          |                               |                               | 0.323                          |                               |
|            |                                                     | 試薬5: 試薬名                                                                                        |                               |                               | 吸収液                            |                               |
|            |                                                     | 試薬5: 数値を記入(単位: mL/min)                                                                          |                               |                               | 0.079                          |                               |
|            | 注入量                                                 | 数値を記入(単位: μL)                                                                                   |                               |                               | 1089                           |                               |
|            | 蒸留部                                                 | 加熱温度(加熱器及び蒸留ユニットなど)<br>数値を記入(単位: °C)                                                            |                               |                               | 145                            |                               |
|            | 反応部                                                 | 恒温槽の温度、数値を記入(単位: °C)                                                                            |                               |                               | 60                             |                               |
|            | 反応コイル                                               | サイズ [内径(mm) × 長さ(m)] を記入                                                                        |                               |                               | 1mm × 1.65m                    |                               |
|            | 波長                                                  | 数値を記入(単位: nm)                                                                                   |                               |                               | 630                            |                               |
|            | 光路長                                                 | 数値を記入(単位: mm)                                                                                   |                               |                               | 30                             |                               |

参考資料 アンケート一覧表 事業所番号 10～14 (2)

| 事業所番号                |                                           |                                                      | 10                                                                        | 11                                                                                                                                                    | 12                                                    | 13                                                            | 14               |
|----------------------|-------------------------------------------|------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------|------------------|
| ■検査情報                |                                           |                                                      |                                                                           |                                                                                                                                                       |                                                       |                                                               |                  |
| 標準液                  | 調製方法                                      | 1. メーカー製標準液 2. 自社調製                                  | メーカー製標準液                                                                  | 自社調製                                                                                                                                                  | メーカー製標準液                                              | メーカー製標準液                                                      | 自社調製             |
|                      |                                           | その他を選択した場合、内容を記入                                     |                                                                           |                                                                                                                                                       |                                                       |                                                               |                  |
|                      | 等級、濃度など                                   | 内容(等級、濃度など)を記入                                       | JCSS 1000mg/L                                                             | 特級 シアン化カリウム                                                                                                                                           | 1000 mg/L                                             | 化学分析用                                                         | 特級               |
|                      | 標準液の標定                                    | 1. 実施 2. 実施しない 3. その他                                | 実施しない                                                                     | 実施                                                                                                                                                    | 実施しない                                                 | 実施しない                                                         | 実施               |
|                      |                                           | その他を選択した場合、内容を記入                                     |                                                                           |                                                                                                                                                       |                                                       |                                                               |                  |
| 検査線                  | 検査線の点数(ゼロ点も含む)                            | 数値を記入                                                | 5                                                                         | 7                                                                                                                                                     | 6                                                     | 6                                                             | 7                |
|                      | 検査線の濃度単位                                  | 1. $\mu\text{g}$ 2. mg/L 3. その他の場合、直接入力              | mg                                                                        | $\mu\text{g}$                                                                                                                                         | $\mu\text{g}$                                         | mg/L                                                          | $\mu\text{g}$    |
|                      | 検査線の範囲(ゼロ点を除く)                            | 最低濃度 : 数値を記入                                         | 0                                                                         | 0.5                                                                                                                                                   | 0.25                                                  | 0.0099                                                        | 0.5              |
|                      |                                           | 最高濃度 : 数値を記入                                         | 0.006                                                                     | 9                                                                                                                                                     | 5                                                     | 0.5013                                                        | 9                |
|                      | 検査線の重みづけ                                  | 1. 使用している 2. 使用していない                                 | 使用していない                                                                   | 使用していない                                                                                                                                               | 使用していない                                               | 使用していない                                                       | 使用していない          |
|                      |                                           | 使用している場合は種類を記入                                       |                                                                           |                                                                                                                                                       |                                                       |                                                               |                  |
|                      | 検査線の指示値(ゼロ点を除く)<br>(吸光度・シングル強度等)          | 最低濃度の指示値 (吸光度・シングル強度等)<br>: 数値を記入                    | 0.075 ABS                                                                 | 0.041                                                                                                                                                 | 0.0185                                                | 0.0110                                                        | 0.039            |
|                      |                                           | 最高濃度の指示値 (吸光度・シングル強度等)<br>: 数値を記入                    | 0.418 ABS                                                                 | 0.713                                                                                                                                                 | 0.3966                                                | 0.5538                                                        | 0.698            |
|                      | 検査線の回帰式                                   | 回帰式を記入                                               | $y = 71.105x$                                                             | $y = \text{吸光度} \times 12.623 - 0.0262$                                                                                                               | $y = 0.0794x - 0.0023$                                | $y = 6.631997\text{E}-3 \times$                               | $y = 0.0787979x$ |
| 相関係数 又は<br>寄与率(決定係数) | 1. 相関係数 (R)<br>2. 寄与率(決定係数) ( $R^2$ )     | 寄与率(決定係数) $R^2$                                      | 寄与率(決定係数) $R^2$                                                           | 寄与率(決定係数) $R^2$                                                                                                                                       | 相関係数 R                                                | 寄与率(決定係数) $R^2$                                               |                  |
|                      | 数値を記入                                     | 0.9964                                               | 1.000                                                                     | 0.9999                                                                                                                                                | 0.99998                                               | 0.9999845                                                     |                  |
| 検査線の評価               | 最高濃度-最低濃度                                 | 0.006                                                | 8.5                                                                       | 4.75                                                                                                                                                  | 0.4914                                                | 8.5                                                           |                  |
|                      | 最高濃度/最低濃度                                 | —                                                    | 18                                                                        | 20                                                                                                                                                    | 50.63636364                                           | 18                                                            |                  |
|                      | 最高指示値-最低指示値                               | —                                                    | 0.672                                                                     | 0.3781                                                                                                                                                | 0.5428                                                | 0.659                                                         |                  |
|                      | 最高指示値/最低指示値                               | —                                                    | 17.3902439                                                                | 21.43783784                                                                                                                                           | 50.34545455                                           | 17.8974359                                                    |                  |
|                      | 検査線比例評価値                                  | —                                                    | <b>0.97</b>                                                               | <b>1.07</b>                                                                                                                                           | <b>0.99</b>                                           | <b>0.99</b>                                                   |                  |
|                      |                                           |                                                      |                                                                           |                                                                                                                                                       |                                                       |                                                               |                  |
| ■試験情報                |                                           |                                                      |                                                                           |                                                                                                                                                       |                                                       |                                                               |                  |
| 実試料の指示値              | 試料A 1回目 指示値                               | 0.253 ABS                                            | 0.266                                                                     | 0.1261                                                                                                                                                | 0.248                                                 | 0.253                                                         |                  |
|                      |                                           | 指示値位置                                                | —                                                                         | <b>0.32</b>                                                                                                                                           | <b>0.27</b>                                           | <b>0.43</b>                                                   | <b>0.31</b>      |
|                      | 試料A 2回目 指示値                               | 0.253 ABS                                            | 0.267                                                                     | 0.1299                                                                                                                                                | 0.253                                                 | 0.256                                                         |                  |
|                      |                                           | 指示値位置                                                | —                                                                         | <b>0.32</b>                                                                                                                                           | <b>0.28</b>                                           | <b>0.44</b>                                                   | <b>0.31</b>      |
|                      | 試料B 1回目 指示値                               | 0.316 ABS                                            | 0.316                                                                     | 0.1612                                                                                                                                                | 0.322                                                 | 0.247                                                         |                  |
|                      |                                           | 指示値位置                                                | —                                                                         | <b>0.39</b>                                                                                                                                           | <b>0.36</b>                                           | <b>0.56</b>                                                   | <b>0.30</b>      |
|                      | 試料B 2回目 指示値                               | 0.311 ABS                                            | 0.303                                                                     | 0.1648                                                                                                                                                | 0.327                                                 | 0.237                                                         |                  |
|                      |                                           | 指示値位置                                                | —                                                                         | <b>0.37</b>                                                                                                                                           | <b>0.37</b>                                           | <b>0.57</b>                                                   | <b>0.28</b>      |
| 空試験<br>(操作ブランク)      | 測定                                        | 1. 測定している 2. 測定していない                                 | 測定していない                                                                   | 測定している                                                                                                                                                | 測定している                                                | 測定している                                                        | 測定していない          |
|                      | 操作ブランクの濃度 (mg/L)                          | 検査線から読み取った検出量(濃度)から、1Lあたりの濃度を算出 : 数値を入力 (単位: mg/L)   | 0                                                                         | 0.0114                                                                                                                                                | 0                                                     |                                                               |                  |
|                      | 指示値                                       | 指示値 (吸光度・シングル強度等) : 数値を記入                            | 0.001                                                                     | 0.0000                                                                                                                                                | 0                                                     |                                                               |                  |
| ★ 計算式                | 試料Aの1回目について、「出力濃度」「指示値」などを用い、具体的に記載してください | 全シアン(mg/L) = 指示値(ABS) × f (ファクタ) × 希釈倍数 × 1000 / 試料量 | 全シアン(mg/L) = (吸光度 × 12.623 - 0.0262) × $10^{-3}$ × 100 / $\nu$ × 1000 / V | 全シアン(mg/L) = ((試料指示値 - 検査線ゼロ点指示値) × 切片 / 傾き) / (試料量 × 定容量 / 前処理検液分取量 × ファクター) = ((0.1261 - 0.0000) + 0.0023 / 0.0794) / 25 × 100 / 10 × 1.007 ≈ 0.651 | 全シアン(mg/L) = 検出量(mg/L) × 希釈倍数 = 0.2246667 × 3 = 0.674 | 全シアン(mg/L) = 0.253 × 1 / 0.07879 × 1 / 20 × 100 / 25 = 0.6422 |                  |
| ★ その他(気付いた点、ご意見など)   |                                           | 普段は大気のシアン分析が多いため、蒸留を含めた操作の再試験が出来たので良かったと思います。        |                                                                           |                                                                                                                                                       |                                                       |                                                               |                  |

参考資料 アンケート一覧表 事業所番号 15～19 (1)

| 事業所番号      |                |                                                                                                 | 15                                                                          | 16                              | 17                             | 18                              | 19                             |                                 |
|------------|----------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|
| ■基本的事項     |                |                                                                                                 |                                                                             |                                 |                                |                                 |                                |                                 |
| 試料の保存      |                |                                                                                                 | 1. 冷蔵保存 2. 室温保存 3. 保存しない(直ちに分析)                                             | 冷蔵保存                            | 冷蔵保存                           | 冷蔵保存                            | 冷蔵保存                           |                                 |
| 分析日(1回目)   |                |                                                                                                 | 月日 を記入                                                                      | 10月23日                          | 10月11日                         | 10月5日                           | 10月6日                          |                                 |
| 分析日(2回目)   |                |                                                                                                 | 月日 を記入                                                                      | 10月30日                          | 10月15日                         | 10月12日                          | 10月19日                         |                                 |
| 分析担当者      |                |                                                                                                 | 1. 1名 2. 複数<br>複数の場合は、分担を記入                                                 | 1名                              | 1名                             | 1名                              | 1名                             |                                 |
| 分析担当者の経験年数 |                |                                                                                                 | 経験年数(数値)を記入                                                                 | 4                               | 20                             | 4                               | 3                              |                                 |
| 分析方法       |                |                                                                                                 | 1. 吸光光度法(方法の種類) 2. イオン電極法<br>3. 流れ分析法(方法の種類) 4. その他<br>その他を選択した場合、具体的な方法を記入 | 流れ分析法(4-ピリジncalボン酸・ピラゾロン発色CFA法) | 吸光光度法(4-ピリジncalボン酸・ピラゾロン吸光光度法) | 流れ分析法(4-ピリジncalボン酸・ピラゾロン発色FIA法) | 吸光光度法(4-ピリジncalボン酸・ピラゾロン吸光光度法) | 流れ分析法(4-ピリジncalボン酸・ピラゾロン発色CFA法) |
| 装置         | 種類             | 1. 分光光度計 2. 光電光度計 3. 電位差計<br>4. 連続流れ分析装置(CFA)<br>5. フローインジェクション分析装置(FIA) 6. その他<br>その他の場合、内容を記入 | 分光光度計                                                                       | フローインジェクション分析装置(FIA)            | 分光光度計                          | 連続流れ分析装置(CFA)                   |                                |                                 |
|            |                | メーカー                                                                                            | 島津製作所                                                                       | 三菱ケミカルアナリテック                    | 日立                             | ピーエルテック 株式会社                    |                                |                                 |
|            | 型式             | 型式を記入                                                                                           | UV-1800                                                                     | FIA-300                         | U-5100                         | STAT2000                        |                                |                                 |
|            | 使用した水          |                                                                                                 | 1. 蒸留水 2. イオン交換水 3. 純水<br>4. 精製水(市販品) 5. 超純水 6. その他<br>その他の場合は内容を記入         | イオン交換水                          | 蒸留水                            | イオン交換水                          | 超純水                            | イオン交換水                          |
| ■分析操作      |                |                                                                                                 |                                                                             |                                 |                                |                                 |                                |                                 |
| 前処理        | 前処理操作          | 1. 操作あり 2. 操作なし                                                                                 | 操作あり                                                                        | 操作あり                            | 操作あり                           | 操作あり                            | 操作あり                           |                                 |
|            | 試料量            | 数値を入力(単位: mL)                                                                                   | 50                                                                          | 50                              | 10                             | 25                              | 25                             |                                 |
|            | 定容量            | 数値を入力(単位: mL)                                                                                   | 100                                                                         | 100                             | 50                             | 100                             | 100                            |                                 |
|            | 前処理方法          | 1. 通気法 2. 加熱蒸留法 3. 紫外線照射蒸留法<br>4. ガス拡散法 5. その他<br>その他を選択した場合、具体的な方法を記入                          | 加熱蒸留法                                                                       | 加熱蒸留法                           | 加熱蒸留法                          | 加熱蒸留法                           | 加熱蒸留法                          |                                 |
| 吸光光度法      | 試料量又は前処理検液分取量  | 数値を入力(単位: mL)                                                                                   |                                                                             | 10                              |                                | 20                              |                                |                                 |
|            | 発色操作           | 放置時間: 数値を記入(単位: 分)                                                                              |                                                                             | 30                              |                                | 30                              |                                |                                 |
|            |                | 放置温度: 数値を記入(単位: °C)                                                                             |                                                                             | 25                              |                                | 23                              |                                |                                 |
|            | 波長             | 数値を入力(単位: nm)                                                                                   |                                                                             | 638                             |                                | 638                             |                                |                                 |
|            | 吸収セルの光路長       | 数値を入力(単位: mm)                                                                                   |                                                                             | 10                              |                                | 10                              |                                |                                 |
|            | 吸収セルの材質        | 1. ガラス 2. 石英 3. プラスチック                                                                          |                                                                             | 石英製                             |                                | ガラス製                            |                                |                                 |
|            | 光束             | 1. シングル 2. ダブル                                                                                  |                                                                             | ダブルビーム(複光束)                     |                                | ダブルビーム(複光束)                     |                                |                                 |
| 分光器        | 1. シングル 2. ダブル |                                                                                                 | シングルモノクロ方式                                                                  |                                 | ダブルモノクロ方式                      |                                 |                                |                                 |
| イオン電極法     | イオン電極の種類       | 1. ガラス膜電極 2. 固体膜電極 3. 液体膜電極<br>4. 隔膜形電極 5. その他<br>その他を選択した場合、具体的な方法を記入                          |                                                                             |                                 |                                |                                 |                                |                                 |
| 流れ分析法      | 流れ分析装置で行った操作   | 1. 全操作 2. 発色・測定操作のみ 3. その他<br>その他を選択した場合、内容を記入                                                  | 全操作                                                                         |                                 | 発色・測定操作のみ                      |                                 | 全操作                            |                                 |
|            | 試薬の流量          | 試薬1: 試薬名                                                                                        | 蒸留試薬                                                                        |                                 | 4-ピリジncalボン酸 - ピラゾロン混合溶液       |                                 | 蒸留試薬                           |                                 |
|            |                | 試薬1: 数値を記入(単位: mL/min)                                                                          | 0.635                                                                       |                                 | 不明                             |                                 | 0.635                          |                                 |
|            |                | 試薬2: 試薬名                                                                                        | Buffer                                                                      |                                 | クロラミンT溶液                       |                                 | バッファەر                         |                                 |
|            |                | 試薬2: 数値を記入(単位: mL/min)                                                                          | 0.323                                                                       |                                 | 不明                             |                                 | 0.323                          |                                 |
|            |                | 試薬3: 試薬名                                                                                        | 吸収液                                                                         |                                 | 水酸化ナトリウム溶液                     |                                 | クロラミンT                         |                                 |
|            |                | 試薬3: 数値を記入(単位: mL/min)                                                                          | 0.079                                                                       |                                 | 不明                             |                                 | 0.151                          |                                 |
|            |                | 試薬4: 試薬名                                                                                        | クロラミンT                                                                      |                                 |                                |                                 | 4-ピリジncalボン酸                   |                                 |
|            |                | 試薬4: 数値を記入(単位: mL/min)                                                                          | 0.151                                                                       |                                 |                                |                                 | 0.192                          |                                 |
|            |                | 試薬5: 試薬名                                                                                        | ピリジncalボン酸                                                                  |                                 |                                |                                 | 吸収液                            |                                 |
|            |                | 試薬5: 数値を記入(単位: mL/min)                                                                          | 0.192                                                                       |                                 |                                |                                 | 0.079                          |                                 |
|            | 注入量            | 数値を記入(単位: µ L)                                                                                  | 302                                                                         |                                 | 250                            |                                 | 635                            |                                 |
|            | 蒸留部            | 加熱温度(加熱器及び蒸留ユニットなど)<br>: 数値を記入(単位: °C)                                                          | 145                                                                         |                                 | 145                            |                                 | 145                            |                                 |
|            | 反応部            | 恒温槽の温度: 数値を記入(単位: °C)                                                                           | 60                                                                          |                                 | 65                             |                                 | 60                             |                                 |
|            | 反応コイル          | サイズ [内径(mm) × 長さ(m)]を記入                                                                         | 1.6mm × 3.048m                                                              |                                 | 内径 0.25mm × 長さ 0.45m           |                                 | -                              |                                 |
|            | 波長             | 数値を記入(単位: nm)                                                                                   | 630                                                                         |                                 | 636                            |                                 | 630                            |                                 |
|            | 光路長            | 数値を記入(単位: mm)                                                                                   | 30                                                                          |                                 | 10                             |                                 | 30                             |                                 |



参考資料 アンケート一覧表 事業所番号 15～19 (2)

|                                                 |                                  |                                                  |                                                          |                                                        |                                                                 |                                                                  |                                                            |
|-------------------------------------------------|----------------------------------|--------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------|
| 事業所番号                                           |                                  |                                                  | 15                                                       | 16                                                     | 17                                                              | 18                                                               | 19                                                         |
| ■検査線情報                                          |                                  |                                                  |                                                          |                                                        |                                                                 |                                                                  |                                                            |
| 標準液                                             | 調製方法                             | 1. メーカー製標準液 2. 自社調製                              | 自社調製                                                     | メーカー製標準液                                               | メーカー製標準液                                                        | 自社調製                                                             | メーカー製標準液                                                   |
|                                                 |                                  | その他を選択した場合、内容を記入                                 |                                                          |                                                        |                                                                 |                                                                  |                                                            |
|                                                 | 等級、濃度など                          | 内容(等級、濃度など)を記入                                   | 特級                                                       |                                                        | 関東化学株式会社製、JCSSトレーサブル、濃度:1005 mg/L                               | 0.5 mg/L                                                         | 1000mg/L                                                   |
|                                                 | 標準液の標定                           | 1. 実施 2. 実施しない 3. その他                            |                                                          | 実施しない                                                  | 実施しない                                                           | 実施しない                                                            | 実施しない                                                      |
|                                                 |                                  | その他を選択した場合、内容を記入                                 |                                                          |                                                        |                                                                 |                                                                  |                                                            |
| 検査線                                             | 検査線の点数(ゼロ点も含む)                   | 数値を記入                                            | 5                                                        | 6                                                      | 5                                                               | 4                                                                | 6                                                          |
|                                                 | 検査線の濃度単位                         | 1. $\mu$ g 2. mg/L 3. その他の場合、直接入力                | mg/L                                                     | mg/L                                                   | mg/L                                                            | mg/L                                                             | mg/L                                                       |
|                                                 | 検査線の範囲(ゼロ点を除く)                   | 最低濃度 : 数値を記入                                     | 0.05                                                     | 0.01                                                   | 0.01                                                            | 0.4                                                              | 0.02                                                       |
|                                                 |                                  | 最高濃度 : 数値を記入                                     | 1                                                        | 0.16                                                   | 0.4                                                             | 4                                                                | 1                                                          |
|                                                 | 検査線の重みづけ                         | 1. 使用している 2. 使用していない                             | 使用していない                                                  | 使用していない                                                | 使用していない                                                         | 使用していない                                                          | 使用していない                                                    |
|                                                 |                                  | 使用している場合は種類を記入                                   |                                                          |                                                        |                                                                 |                                                                  |                                                            |
|                                                 | 検査線の指示値(ゼロ点を除く)<br>(吸光度・シグナル強度等) | 最低濃度の指示値(吸光度・シグナル強度等)<br>: 数値を記入                 | 0.003                                                    | 0.035                                                  | 13.3851                                                         | 0.029                                                            | 0.018                                                      |
|                                                 |                                  | 最高濃度の指示値(吸光度・シグナル強度等)<br>: 数値を記入                 | 1.0028                                                   | 0.599                                                  | 265.5249                                                        | 0.264                                                            | 0.994                                                      |
|                                                 | 検査線の回帰式                          | 回帰式を記入                                           | y =                                                      | y =3.74636 x (-0.00323)                                | y =663.668540x + 0.282312                                       | y =0.0522 x + 0.0031                                             | y =(1.2287×10 <sup>-2</sup> )X(3.579565×10 <sup>-3</sup> ) |
|                                                 | 相関係数 又は<br>寄与率(決定係数)             | 1. 相関係数 (R)<br>2. 寄与率(決定係数) (R <sup>2</sup> )    | 相関係数 R                                                   | 寄与率(決定係数) R <sup>2</sup>                               | 相関係数 R                                                          | 相関係数 R                                                           | 相関係数 R                                                     |
| 数値を記入                                           |                                  | 0.9995                                           | 0.99982                                                  | 0.99999                                                | 1.000                                                           | 0.9991                                                           |                                                            |
| 検査線の評価                                          | 最高濃度-最低濃度                        | 0.95                                             | 0.15                                                     | 0.39                                                   | 3.6                                                             | 0.98                                                             |                                                            |
|                                                 | 最高濃度/最低濃度                        | 20                                               | 16                                                       | 40                                                     | 10                                                              | 50                                                               |                                                            |
|                                                 | 最高指示値-最低指示値                      | 0.9998                                           | 0.564                                                    | 252.1398                                               | 0.235                                                           | 0.976                                                            |                                                            |
|                                                 | 最高指示値/最低指示値                      | 334.2666667                                      | 17.11428571                                              | 19.83734675                                            | 9.103448276                                                     | 55.22222222                                                      |                                                            |
|                                                 | 検査線比例評価値                         | <b>16.71</b>                                     | <b>1.07</b>                                              | <b>0.50</b>                                            | <b>0.91</b>                                                     | <b>1.10</b>                                                      |                                                            |
| ■試験情報                                           |                                  |                                                  |                                                          |                                                        |                                                                 |                                                                  |                                                            |
| 実試料の指示値                                         | 試料A 1回目 指示値                      | 0.312                                            | 0.2521                                                   | 89.2878                                                | 0.203                                                           | 0.173                                                            |                                                            |
|                                                 |                                  | 指示値位置                                            | <b>0.31</b>                                              | <b>0.36</b>                                            | <b>0.29</b>                                                     | <b>0.66</b>                                                      | <b>0.16</b>                                                |
|                                                 | 試料A 2回目 指示値                      | 304                                              | 0.2442                                                   | 89.7409                                                | 0.178                                                           | 0.162                                                            |                                                            |
|                                                 |                                  | 指示値位置                                            | <b>303.15</b>                                            | <b>0.35</b>                                            | <b>0.29</b>                                                     | <b>0.56</b>                                                      | <b>0.14</b>                                                |
|                                                 | 試料B 1回目 指示値                      |                                                  | 0.3151                                                   | 114.7749                                               | 0.296                                                           | 0.215                                                            |                                                            |
|                                                 |                                  | 指示値位置                                            |                                                          | <b>0.47</b>                                            | <b>0.38</b>                                                     | <b>1.01</b>                                                      | <b>0.20</b>                                                |
|                                                 | 試料B 2回目 指示値                      |                                                  | 0.3162                                                   | 118.1797                                               | 0.23                                                            | 0.206                                                            |                                                            |
|                                                 |                                  | 指示値位置                                            |                                                          | <b>0.47</b>                                            | <b>0.39</b>                                                     | <b>0.76</b>                                                      | <b>0.19</b>                                                |
| 空試験<br>(操作ブランク)                                 | 測定                               | 1. 測定している 2. 測定していない                             | 測定していない                                                  | 測定していない                                                | 測定している                                                          | 測定している                                                           |                                                            |
|                                                 | 操作ブランクの濃度(mg/L)                  | 検査線から読み取った検出量(濃度)から、1Lあたりの濃度を算出 : 数値を入力(単位:mg/L) |                                                          | 0.00823                                                | 0                                                               | -0.004                                                           |                                                            |
|                                                 | 指示値                              | 指示値(吸光度・シグナル強度等) : 数値を記入                         |                                                          | 1.3748                                                 | 0.001                                                           | -0.004                                                           |                                                            |
| ★計算式 試料Aの1回目について、「出力濃度」「指示値」などをを用い、具体的に記載してください |                                  |                                                  | 全シアン(mg/L) ÷指示値(mg/L) × 定容量(mL) × 試料量(mL) × 希釈倍率 × ファクター | 全シアン(mg/L) ÷ 0.06815(測定値) × 50/1000 × 100/10 × 1000/50 | 全シアン(mg/L) ÷ [( 指示値 - 0.282312 ) / 663.668540 ] × ( 定容量 / 試料量 ) | 全シアン(mg/L) ÷ 5/0.259 × 0.203 × 1000/25 × 100/20 × 1/1000 = 0.783 | 全シアン(mg/L) ÷出力濃度 × 100(定容量)/25(試料量)                        |
| ★その他(気付いた点、ご意見など)                               |                                  |                                                  |                                                          |                                                        | 特になし                                                            |                                                                  |                                                            |

参考資料 アンケートー覧表 事業所番号 20 (1)

|            |                      |                                                                              |                               |       |
|------------|----------------------|------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|-------|
| 事業所番号      |                      |                                                                              | 20                            |       |
| ■基本的事項     |                      |                                                                              |                               |       |
| 試料の保存      |                      | 1. 冷蔵保存 2. 室温保存 3. 保存しない(直ちに分析)                                              | 冷蔵保存                          |       |
| 分析日(1回目)   |                      | 月日 を記入                                                                       | 10月2日                         |       |
| 分析日(2回目)   |                      | 月日 を記入                                                                       | 10月4日                         |       |
| 分析担当者      |                      | 1. 1名 2. 複数                                                                  | 1名                            |       |
|            |                      | 複数の場合は、分担当を記入                                                                |                               |       |
| 分析担当者の経験年数 |                      | 経験年数(数値)を記入                                                                  | 15                            |       |
| 分析方法       |                      | 1. 吸光光度法(方法の種類) 2. イオン電極法<br>3. 流れ分析法(方法の種類) 4. その他                          | 吸光光度法(4-ヒリジシカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法) |       |
|            |                      | その他を選択した場合、具体的な方法を記入                                                         |                               |       |
| 装置         | 種類                   | 1. 分光光度計 2. 光電光度計 3. 電位差計<br>4. 連続流れ分析装置(CFA) 5. フローインジェクション分析装置(FIA) 6. その他 | 分光光度計                         |       |
|            |                      | その他の場合、内容を記入                                                                 |                               |       |
|            | メーカー                 | メーカー名を記入                                                                     |                               | 日本分光  |
|            | 型式                   | 型式を記入                                                                        |                               | V-730 |
| 使用した水      |                      | 1. 蒸留水 2. イオン交換水 3. 純水<br>4. 精製水(市販品) 5. 超純水 6. その他                          | 純水                            |       |
|            |                      | その他の場合は内容を記入                                                                 |                               |       |
| ■分析操作      |                      |                                                                              |                               |       |
| 前処理        | 前処理操作                | 1. 操作あり 2. 操作なし                                                              | 操作あり                          |       |
|            | 試料量                  | 数値を入力(単位: mL)                                                                | 50                            |       |
|            | 定容量                  | 数値を入力(単位: mL)                                                                | 100                           |       |
|            | 前処理方法                | 1. 通気法 2. 加熱蒸留法 3. 紫外線照射蒸留法<br>4. ガス拡散法 5. その他                               | 加熱蒸留法                         |       |
|            | その他を選択した場合、具体的な方法を記入 |                                                                              |                               |       |
| 吸光光度法      | 試料量又は前処理検液分散量        | 数値を入力(単位: mL)                                                                | 10                            |       |
|            | 発色操作                 | 放置時間: 数値を記入(単位: 分)                                                           | 30                            |       |
|            |                      | 放置温度: 数値を記入(単位: °C)                                                          | 25                            |       |
|            | 波長                   | 数値を入力(単位: nm)                                                                | 638                           |       |
|            | 吸収セルの光路長             | 数値を入力(単位: mm)                                                                | 10                            |       |
|            | 吸収セルの材質              | 1. ガラス 2. 石英 3. プラスチック                                                       | ガラス製                          |       |
|            | 光束                   | 1. シングル 2. ダブル                                                               | ダブルビーム(複光束)                   |       |
|            | 分光器                  | 1. シングル 2. ダブル                                                               | シングルモノクロ方式                    |       |
| イオン電極法     | イオン電極の種類             | 1. ガラス膜電極 2. 固体膜電極 3. 液体膜電極<br>4. 隔膜形電極 5. その他                               |                               |       |
|            |                      | その他を選択した場合、具体的な方法を記入                                                         |                               |       |
| 流れ分析法      | 流れ分析装置で行った操作         |                                                                              | 1. 全操作 2. 発色・測定操作のみ 3. その他    |       |
|            |                      |                                                                              | その他を選択した場合、内容を記入              |       |
|            | 試薬の流量                | 試薬1: 試薬名                                                                     |                               |       |
|            |                      | 試薬1: 数値を記入(単位: mL/min)                                                       |                               |       |
|            |                      | 試薬2: 試薬名                                                                     |                               |       |
|            |                      | 試薬2: 数値を記入(単位: mL/min)                                                       |                               |       |
|            |                      | 試薬3: 試薬名                                                                     |                               |       |
|            |                      | 試薬3: 数値を記入(単位: mL/min)                                                       |                               |       |
|            |                      | 試薬4: 試薬名                                                                     |                               |       |
|            |                      | 試薬4: 数値を記入(単位: mL/min)                                                       |                               |       |
|            |                      | 試薬5: 試薬名                                                                     |                               |       |
|            |                      | 試薬5: 数値を記入(単位: mL/min)                                                       |                               |       |
|            | 注入力                  | 数値を記入(単位: μL)                                                                |                               |       |
|            | 蒸留部                  | 加熱温度(加熱器及び蒸留ユニットなど)<br>数値を記入(単位: °C)                                         |                               |       |
|            | 反応部                  | 恒温槽の温度 数値を記入(単位: °C)                                                         |                               |       |
|            | 反応コイル                | サイズ [内径(mm) × 長さ(m)]を記入                                                      |                               |       |
|            | 波長                   | 数値を記入(単位: nm)                                                                |                               |       |
| 光路長        | 数値を記入(単位: mm)        |                                                                              |                               |       |

|                      |                                            |                                                  |                                                                                                                    |         |
|----------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|
| 事業所番号                |                                            | 20                                               |                                                                                                                    |         |
| ■検査情報                |                                            |                                                  |                                                                                                                    |         |
| 標準液                  | 調製方法                                       | 1. メーカー製標準液 2. 自社調製                              | 自社調製                                                                                                               |         |
|                      |                                            | その他を選択した場合、内容を記入                                 |                                                                                                                    |         |
|                      | 等級、濃度など                                    | 内容(等級、濃度など)を記入                                   |                                                                                                                    | 特級      |
|                      | 標準液の標定                                     | 1. 実施 2. 実施しない 3. その他                            | 実施                                                                                                                 |         |
|                      |                                            | その他を選択した場合、内容を記入                                 |                                                                                                                    |         |
| 検査線                  | 検査線の点数(ゼロ点も含む)                             | 数値を記入                                            | 6                                                                                                                  |         |
|                      | 検査線の濃度単位                                   | 1. $\mu\text{g}$ 2. $\text{mg/L}$ 3. その他の場合、直接入力 | $\mu\text{g}$                                                                                                      |         |
|                      | 検査線の範囲(ゼロ点を除く)                             | 最低濃度 : 数値を記入                                     | 0.5                                                                                                                |         |
|                      |                                            | 最高濃度 : 数値を記入                                     | 10                                                                                                                 |         |
|                      | 検査線の重みづけ                                   | 1. 使用している 2. 使用していない                             | 使用していない                                                                                                            |         |
|                      |                                            | 使用している場合は種類を記入                                   |                                                                                                                    |         |
|                      | 検査線の指示値(ゼロ点を除く)<br>(吸光度・シグナル強度等)           | 最低濃度の指示値(吸光度・シグナル強度等)<br>: 数値を記入                 | 0.039                                                                                                              |         |
|                      |                                            | 最高濃度の指示値(吸光度・シグナル強度等)<br>: 数値を記入                 | 0.784                                                                                                              |         |
|                      | 検査線の回帰式                                    | 回帰式を記入                                           | $y = 0.0784x + 0.0005$                                                                                             |         |
| 相関係数 又は<br>寄与率(決定係数) | 1. 相関係数 (R)<br>2. 寄与率(決定係数) ( $R^2$ )      | 寄与率(決定係数) $R^2$                                  |                                                                                                                    |         |
|                      | 数値を記入                                      |                                                  | 1.000                                                                                                              |         |
| 検査線の評価               | 最高濃度-最低濃度                                  | 9.5                                              |                                                                                                                    |         |
|                      | 最高濃度/最低濃度                                  | 20                                               |                                                                                                                    |         |
|                      | 最高指示値-最低指示値                                | 0.745                                            |                                                                                                                    |         |
|                      | 最高指示値/最低指示値                                | 20.1025641                                       |                                                                                                                    |         |
|                      | 検査線比例評価値                                   | 1.01                                             |                                                                                                                    |         |
| ■試験情報                |                                            |                                                  |                                                                                                                    |         |
| 実試料の指示値              | 試料A 1回目 指示値                                | 0.264                                            |                                                                                                                    |         |
|                      |                                            | 指示値位置 <b>0.29</b>                                |                                                                                                                    |         |
|                      | 試料A 2回目 指示値                                | 0.264                                            |                                                                                                                    |         |
|                      |                                            | 指示値位置 <b>0.29</b>                                |                                                                                                                    |         |
|                      | 試料B 1回目 指示値                                | 0.344                                            |                                                                                                                    |         |
|                      |                                            | 指示値位置 <b>0.39</b>                                |                                                                                                                    |         |
|                      | 試料B 2回目 指示値                                | 0.346                                            |                                                                                                                    |         |
|                      |                                            | 指示値位置 <b>0.39</b>                                |                                                                                                                    |         |
| 空試験<br>(操作ブランク)      | 測定                                         | 1. 測定している 2. 測定していない 測定している                      |                                                                                                                    |         |
|                      | 操作ブランクの濃度(mg/L)                            | 検査線から読み取った検出量(濃度)から、1Lあたりの濃度を算出 : 数値を入力(単位:mg/L) |                                                                                                                    | 0.00126 |
|                      | 指示値                                        | 指示値(吸光度・シグナル強度等) : 数値を記入                         |                                                                                                                    | 0.001   |
| ★計算式                 | 試料Aの1回目について、「出力濃度」「指示値」などをを用い、具体的に記載してください |                                                  | 全シアン(mg/L) = (指示値 - y切片)/傾き × 定容量 / 前処理検液分取量 × 1 / 試料量<br>= (0.264 - 0.0005)/0.0784 × 100 / 10 × 1 / 50<br>= 0.672 |         |
| ★その他(気付いた点、ご意見など)    |                                            |                                                  |                                                                                                                    |         |