

平成30年9月「第9回外部精度管理」結果報告書

— 鉛 —

平成30年12月

一般社団法人神奈川県環境計量協議会
技術部会 精度管理グループ

1. はじめに

一般社団法人 神奈川県環境計量協議会（以下「神環協」）では、神奈川県計量検定所様および神奈川県環境科学センター様のご協力を頂き、今回で9回目の「外部精度管理」を行った。

試験実施要領は、神奈川県環境科学センター様主催の「平成30年度地下水質測定調査受託分析機関への精度管理調査について」と同じ内容とした。参加事業所には、統計処理・解析に必要な報告値及び測定条件等についてアンケート形式で報告して頂いた。

また、「外部精度管理」の試験結果については、無作為に番号を付け、参加事業所名を伏せたのち、神環協技術部会精度管理チームにおいて参加事業所間での統計処理・解析等を行い、本報告書を作成した。

統計処理については、 z スコアで評価とすることとした。試験結果の外れ値の取り扱いについては、データ数が少ないこともあり、官公庁で一般的に利用されているグラブズの検定を採用することとし、 z スコアは、外れ値棄却後データの平均値と標準偏差から求めた。

本報告書に先立って、「平成30年9月 神環協 「第9回外部精度管理」 暫定基本統計量のご報告」を電子メールにて参加事業所に配信した。なお、速報による平均値及び標準偏差で、 z スコアを計算すると、本報告書の z スコアと多少の違いがある。これは、速報では有効数字3桁で報告しており、本報告書の z スコアは誤差を避けるため計算途中の数値（平均値、標準偏差）は丸めないように処理したためである。速報は目安であり、「暫定値」として扱って頂きたい。

神環協では、今後も神奈川県環境科学センター様との技術的な交流、ご指導を戴きながら「外部精度管理」を継続的に実施する予定である。この外部精度管理は、官民一体で「技術力の神環協」をめざしていく一つ手段として考えており、今後も多くの会員の皆様に参加をしていただくことを希望している。

2. 実施要領

次の実施要領は、実施当時の内容である。

平成 30 年 9 月 神環協「第 9 回外部精度管理」 実施要領

1 参加機関

一般社団法人神奈川環境計量協議会会員の分析機関とします。

2 分析内容等

(1) 測定対象項目

鉛

(2) 測定方法

「神奈川県公共用水域及び地下水の水質測定計画」で定める方法(表)とします。

(3) 試料の調製と配付

環境水を採水して調製した 1 試料とし、配付試料量は 1 L とします。

※試料採取時には、保冷剤と移送用クーラーボックスをご持参下さい。

(4) 測定回数

5 回の並行測定を実施して下さい。

(5) 報告方法

5 回それぞれの測定について、試料 1 リットルあたりの量(単位:mg/L)を表の定量下限値を参考にして報告してください。桁数処理は、有効数値 2 桁とし、3 桁目以下を切り捨ててください。また、表の定量下限値の桁を下回る桁(小数点第 4 位の桁、ICP 質量分析法については小数点第 5 位の桁)については切り捨て処理をしてください。

報告値は、統計処理を行います。表の定量下限よりも高い値を設定した場合でも、計算値として小数点第 3 位、ICP 質量分析法については小数点第 4 位までの報告をお願いします。

(6) 分析結果の評価

Z 値及び変動係数等から評価します。

3 分析試料の配付日時及び場所

(1) 日時 平成 30 年 9 月 6 日(木) 10 時～12 時

(2) 場所 神奈川環境科学センター(神奈川県平塚市四之宮 1-3-39) 1F 環境活動室

4 提出書類

次の書類を、平成 30 年 9 月 20 日(木)までに、メールにて(一社)神奈川環境計量協議会事務局へ提出して下さい。

① 測定結果等報告書

② アンケートの回答(分析野帳の提出は不要ですが、検量線情報や分析条件などを記載して頂きます。アンケート用紙は参加機関へ後日メールでお送り致します。アンケート記入のご協力をお願いします。)

表 測定方法及び定量下限値(注)

測定方法	定 量 下 限 値 (mg/L)
JIS K0102 54.1 フレーム原子吸光法	0.005
JIS K0102 54.2 電気加熱原子吸光法	0.005
JIS K0102 54.3 ICP 発光分光分析法	0.005
JIS K0102 54.4 ICP 質量分析法	0.0005

(注) 試験方法及び定量下限値は、「神奈川県公共用水域及び地下水の水質測定計画」に定めるものです。分析を行う際の参考として下さい。

3. 配付試料

配付試料は環境科学センター様が調製した。調製方法は以下のとおりである。

『配付試料は、配付 3 日前に県内の河川で採水した水約 40 L に鉛標準溶液（100 mg/L）を 4mL 添加して混合し、1 L のポリ瓶に分注した。参考のため、配布 6 日後に配付試料中の濃度を当センターで測定したところ、鉛濃度は 0.0099 mg/L（JIS K0102 54.4 ICP 質量分析法による。）であった。

—平成 30 年度地下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 30 年 10 月）抜粋—』

4. 測定結果

提出書類の試験結果報告書の測定結果から表 4-1 にまとめた。

表 4-1 (1)

単位：mg/L

事業所番号		1	2	3	4	5	6	7	8
測定方法		ICP 質量分析法	ICP 質量分析法	ICP 質量分析法	ICP 質量分析法	ICP 発光分光分析法	ICP 質量分析法	ICP 発光分光分析法	フレイム原子吸光分析法
測定値	1	0.0097	0.0094	0.0091	0.0160	0.0097	0.010	0.010	0.010
	2	0.0100	0.0094	0.0092	0.0162	0.0099	0.0098	0.009	0.010
	3	0.0100	0.0094	0.0091	0.0169	0.0090	0.0097	0.009	0.015
	4	0.0102	0.0093	0.0091	0.0171	0.0097	0.010	0.009	0.010
	5	0.0104	0.0094	0.0092	0.0165	0.0095	0.010	0.009	0.0093
定量下限値		0.0005	0.0005	0.0003	0.005	0.004	0.0005	0.005	0.005
平均		0.01006	0.00938	0.00914	0.01654	0.00956	0.0099	0.0092	0.01086
標準偏差		0.000261	0.000045	0.000055	0.000462	0.000344	0.000141	0.000447	0.002334
変動係数		2.6 %	0.5 %	0.6 %	2.8 %	3.6 %	1.4 %	4.9 %	21.5 %

表 4-1 (2)

単位：mg/L

事業所番号		9	10	11	12	13	14	15	16
測定方法		ICP 発光分光分析法	ICP 質量分析法	フレイム原子吸光分析法	ICP 質量分析法	フレイム原子吸光分析法	電気加熱原子吸光分析法	ICP 質量分析法	ICP 質量分析法
測定値	1	0.014	0.0101	0.0095	0.0097	0.013	0.010	0.0094	0.0086
	2	0.014	0.0099	0.0091	0.0093	0.013	0.010	0.0094	0.0088
	3	0.013	0.0098	0.0092	0.0093	0.014	0.010	0.0093	0.0088
	4	0.013	0.0098	0.0094	0.0096	0.014	0.010	0.0094	0.0088
	5	0.014	0.0102	0.0096	0.0095	0.013	0.010	0.0094	0.0089
定量下限値		0.003		0.0020	0.0005	0.005	0.005	0.0005	0.0005
平均		0.0136	0.00996	0.00936	0.00948	0.0134	0.01	0.00938	0.00878
標準偏差		0.000548	0.000182	0.000207	0.000179	0.000548	0.000000	0.000045	0.000110
変動係数		4.0 %	1.8 %	2.2 %	1.9 %	4.1 %	0.0 %	0.5 %	1.2 %

表 4-1 (3)

単位：mg/L

事業所番号		17	18	19
測定方法		ICP 質量分析法	ICP 質量分析法	ICP 発光分光分析法
測定値	1	0.0089	0.010	0.009
	2	0.0088	0.010	0.010
	3	0.0088	0.010	0.010
	4	0.0088	0.010	0.010
	5	0.0089	0.010	0.009
定量下限値		0.0005	0.00005	0.005
平均		0.00884	0.01006	0.0096
標準偏差		0.000055	0.000070	0.000548
変動係数		0.6 %	0.7 %	5.7 %

5. 外れ値の棄却及び正規性の解析

5. 1 解析方法の説明

5. 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。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」。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」。

正規性の検定は、ISO 5479 8 Omnibus tests 8.2 Shapiro-Wilk test に従った。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」。

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。

5. 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 5-0 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。

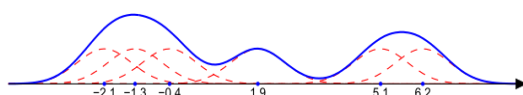


図 5-0 ガウス・カーネル密度推定のイメージ図

全データのヒストグラムは、 x 軸に濃度 (mg/L)、 y 軸に度数を設定し、ガウス・カーネル密度推定を基にヒストグラムを当てはめたが、データの全体を捉えるのみなので、ヒストグラムだけを掲載した。

棄却検定後のヒストグラムは、上図と下図に分けた。上図は、 x 軸に濃度 (mg/L) を当て、ガウス・カーネル密度推定 (細い曲線) を基にヒストグラムを改めて作成した図である。下図は、 x 軸に z スコア、 y 軸に確率密度を設定し、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) 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 グラップズの外れ値検定

グラップズの検定が終了するまでの結果を載せた。

G は、グラップズ検定の検定統計量を表し、添字の 1, 2, ..., 20, 21 は、データの順位を表し、高い数字ほどデータは高くなる。

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。具体的には、有意水準 0.05 (5%) で検定したので、 p 値が 0.05 以上で帰無仮説を棄却しないで、0.05 未満で棄却した。

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、グラッブズの検定と同様である。

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 "b₁" 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、 β_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。 β_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. 2 解析結果

5. 2. 1 鉛

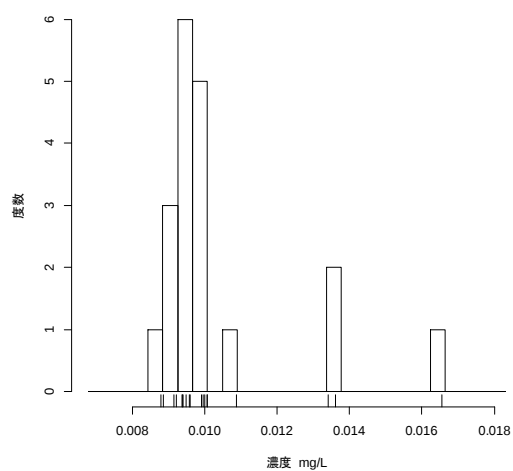


図 5-1 全データのヒストグラム

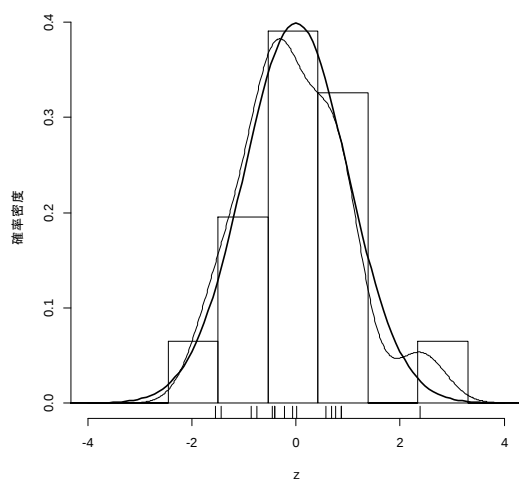
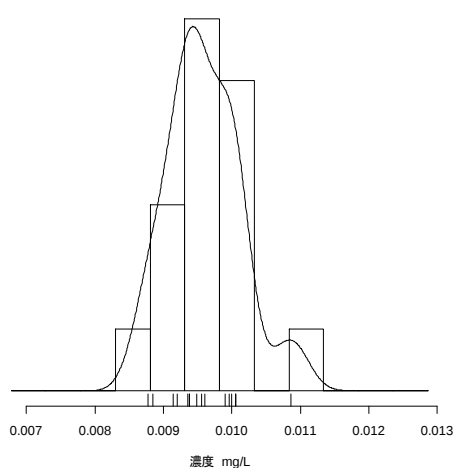


図 5-2 棄却検定後のヒストグラム

表 5-1 棄却検定後の統計量及び検定結果

平均値	0.00960 mg/L
標準偏差	0.0005280 mg/L
変動係数	5.50 %
最小値	0.00878 mg/L
最大値	0.0109 mg/L
グラッブズの 外れ値検定	$n = 19$ $G_{19} = 3.0958$ p 値 = 0.002085
	$n = 18$ $G_{18} = 2.6311$ p 値 = 0.02767
	$n = 17$ $G_{17} = 3.3939$ p 値 = 0.00003723
	$n = 16$ $G_{16} = 2.3909$ p 値 = 0.06307
シャピロ-ウィルクの 正規性検定	$W = 0.9506$ p 値 = 0.4988
歪度 b_1	0.50
棄却限界値 $1 - \alpha = 0.95$	$ b_1 = 0.83$
尖度 $b_2 - 3$	-0.16
棄却限界値 $\alpha = 0.05$	-1.26

6. z スコア及び昇順バーチャート

6. 1 z スコア及び z_i スコアによる評価

6. 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) = 検定棄却後のデータの平均値

s (ばらつきの規準値) = 検定棄却後のデータの標準偏差

である。

6. 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 6-1 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

〈参考〉

誤差率

$$e = \frac{(x - X)}{X} \times 100$$

e = 誤差率 (%)

x = 参加事業所の報告値

X (付与値) = 検定棄却後のデータの平均値

評価基準 ($3 \leq |z|$ に対して)

無機物 $\pm 10\%$ 以内 (検定棄却後のデータの平均値に対して、回収率 90~110%)

有機物 $\pm 20\%$ 以内 (検定棄却後のデータの平均値に対して、回収率 80~120%)

6. 2 z スコア及び昇順バーチャートの結果

6. 2. 1 鉛

表 6-2 z スコア計算結果

事業所 番 号	測定結果 (mg/L)	順位	z スコア	(参考) 誤差率%	事業所 番 号	測定結果 (mg/L)	順位	z スコア	(参考) 誤差率%
1	0.01006	14	0.88	4.8	11	0.00936	5	-0.45	-2.5
2	0.00938	6	-0.41	-2.3	12	0.00948	8	-0.22	-1.2
3	0.00914	3	-0.87	-4.8	13	0.0134	17	7.20	39.6
4	0.01654	19	13.15	72.3	14	0.010	13	0.76	4.2
5	0.00956	9	-0.07	-0.4	15	0.00938	6	-0.41	-2.3
6	0.0099	11	0.57	3.2	16	0.00878	1	-1.55	-8.5
7	0.0092	4	-0.75	-4.1	17	0.00884	2	-1.43	-7.9
8	0.01086	16	2.39	13.2	18	0.01006	14	0.88	4.8
9	0.0136	18	7.58	41.7	19	0.0096	10	0.00	0.0
10	0.00996	12	0.69	3.8					

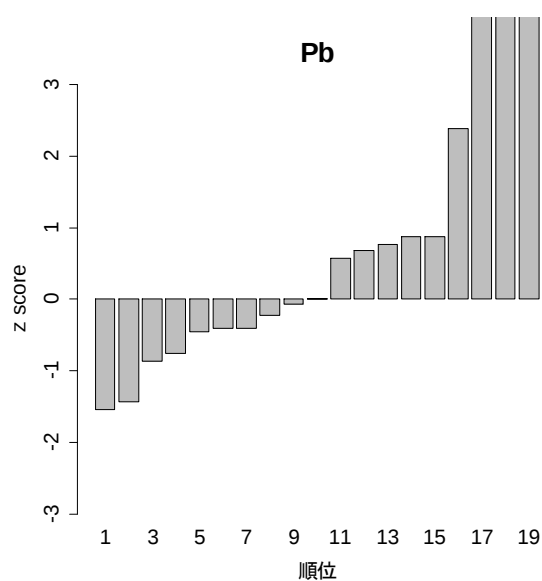


図 6-1 昇順バーチャート

7. アンケートの解析

7. 1 基本的事項、その他

7. 1. 1 基本的事項他

試料の保存は、冷蔵保存が 18/19 データ（以下「データ」は省略）、保存しない（直ぐに分析）が 1/19 であった。

分析開始日が最も遅いのは、9 月 19 日で 13 日後であった。

分析方法は、フレーム原子吸光分析法が 3/19、電気加熱原子吸光分析法 1/19、ICP 発光分光分析法が 4/19、ICP 質量分析法が 11/19 であった。

試験に使用した水は、超純水が 14/19、純水が 2/19、イオン交換水が 3/19、であった。

分析担当者の経験年数は～1 年が 5/19、1～5 年が 9/19、5 年以上が 5/19 であった。

他のアンケートに関しては、巻末の「参考資料 アンケート一覧表」を参考にして頂きたい。

7. 2 検量線

提出資料をもとに巻末に「別添 検量線情報・試験情報」としてまとめた。

検量線情報には、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。

試料の検量線内の位置は、基本的に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、試料の指示値が記入されていない場合、検量線からの試料の結果から位置を算出した。

各事業所において、 $3 > |z| > 2$ 、 $|z| \geq 3$ になったところは、それぞれの欄に“★”印を付けた。

8. 考察及びまとめ

外れ値の棄却及び正規性の解析において、検定棄却後の鉛の変動係数は5.50%であり、誤差率は最小で8.54%、最大値で13.5%であった。このことから、検定棄却後のデータでは変動係数では10%以下と良好であったが、最小値及び最大値の誤差率では10%を超えていた。

また、各事業所内の変動係数は1事業所を除き10%以内であったことから概ね良好な結果であった。神奈川県環境科学センター様で分析した結果は、0.0099 mg/L (ICP 質量分析法 (以下 ICP-MS 法) による。) であった。本報告の検定棄却後の平均値は、0.00960 mg/L であり、やや低い値となった。

今回、フレイム原子吸光分析法 3 事業所、電気加熱原子吸光分析法 1 事業所、ICP 発光分光分析法 (以下 ICP-AES 法) 4 事業所、ICP-MS 法 11 事業所が報告され、フレイム原子吸光法においては「疑わしい ($2 < |t| < 3$)」が 1 事業所であった。

試験方法ごとに統計量を比較し、表 8. に示した。

表 8. 測定方法毎の統計処理結果

	全試験方法	原子吸光分析法 (電気加熱式を含む)	ICP-AES 法	ICP-MS 法
平均値 (mg/L)	0.00960	0.01007	0.00945	0.00950
標準偏差 (mg/L)	0.0005280	0.0007527	0.0002203	0.0004844
変動係数 (%)	5.50	7.47	2.33	5.10
最大値 (mg/L)	0.0109	0.0109	0.00960	0.0101
最小値 (mg/L)	0.00878	0.00936	0.00920	0.00878

平均値を比較すると、原子吸光分析法が高く、ICP-AES 法と ICP-MS 法は全データ平均値よりとほぼ同等であった。

$$\text{ICP-AES 法} \approx \text{ICP-MS 法} < \text{原子吸光分析法}$$

また、変動係数では原子吸光分析法が最も高く、ICP-AES 法が最も低かった。ICP-MS 法は、全データの変動係数とほぼ同等であった。

$$\text{ICP-AES 法} < \text{ICP-MS 法} < \text{原子吸光分析法}$$

使用した水については、超純水が 14 事業所、純水が 2 事業所、イオン交換水が 3 事業所であり、測定に超純水を使用した事業所が大半を占めていた。使用した水の違いによる差は見られなかった。

使用する水について、JIS K 0102 (工場試験方法) では、重金属類の電気加熱原子吸光分析法及び ICP-MS 法は、A3 の水が指定されている。

前処理の酸濃度については、測定機器によっては、前処理における酸の濃度が重要となる場合がある。例えば、硝酸酸性にする場合、フレイム原子吸光分析法及び電気加熱原子吸光分析法の場合には、0.1～1mol/L、ICP-AES 法及び ICP-MS 法においては 0.1～0.5mol/L とする。

測定結果からは、分析方法による傾向はみられなかったが、 $|Z| > 2$ の事業所は、平均値 0.00960mg/L より高めの結果となった。

原子スペクトル分析には、化学干渉、物理干渉、イオン化干渉、分光干渉など、測定方法により、数種類の干渉がおこる。高めになる要因として、物理干渉（標準系列との液性の違い）や ICP-AES の分光干渉があげられる。このような干渉を抑制するには、「内部標準法」が有効である。内部標準物質の選択方法については、「第 5 回外部精度管理報告書」に記載してあるので参照していただきたい。フレイム原子吸光分析法では、前処理として溶媒抽出を行うことで、マトリックス除去する効果が期待できる。この場合、抽出時に最適 pH に設定することが重要なポイントとなる。電気加熱原子吸光分析法では、マトリックスモデファイヤーの添加、標準添加法により、化学干渉を抑制することができる。

環境基準値が低くなったことで、ICP-MS を採用する事業所も多くなっているが、原子スペクトル分析の各方法の利点を理解して、試料媒体やマトリックスによって、最適な方法を選択されると良い。

平成 30 年 9 月 神環協「第 9 回外部精度管理」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 株式会社
株式会社 神奈川環境研究所
三友プラントサービス 株式会社
JFE 東日本ジーエス 株式会社
株式会社 島津テクノリサーチ
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
東芝環境ソリューション 株式会社
株式会社 ニチユ・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)

別添 検量線情報・試験情報（1）

事業所番号			1	2	3	4
■検量線情報			記入欄	記入欄	記入欄	記入欄
標準液	調整方法	1. メーカー製 2. 自社調製 1. の場合はメーカーを記入	メーカー製 XSTC622 西進商事	メーカー製 SPEX社	メーカー製 富士フイルム和光純薬	自社調製
	検量線の点数 (ゼロ点も含む)	数値を記入	8	6	7	5
	検量線の濃度単位	1. μ g 2. mg/L 3. その他の場合、直接入力	μ g/L	mg/L	mg/L	ppb
	検量線の濃度範囲 (ゼロ点を除く)	最低濃度：数値を入力	0.2	0.0001	0.0005	0.5
		最高濃度：数値を入力	50	0.01	0.05	10
	検量線の指示値 (吸光度・シグナル強度等) (ゼロ点を除く)	最低濃度の指示値（吸光度・シグナル強度等） ： 数値を記入	9772.74	1954.1	40316.99	5523
		最高濃度の指示値（吸光度・シグナル強度等） ： 数値を記入	2051327.75	184819.2	3664432.83	111300
	検量線の重みづけ	1. 使用している 2. 使用していない 使用している場合は種類を記入	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
	検量線の回帰式	回帰式を記入	y = 0.2074x+0.007320	y = 0.02083*x+6.4655-E05	y = 0.4243x + 0.0407	y = aX+b
相関係数 または 寄与率(決定係数)	1. 相関係数(R) 2. 寄与率(決定係数)(R ²) 数値を記入	相関係数(R)	相関係数(R)	相関係数(R)	相関係数(R)	
		0.9999	1	0.9999	0.9991	
検量線の評価	最高濃度-最低濃度	49.8	0.0099	0.0495	9.5	
	最高濃度/最低濃度	250	100	100	20	
	最高指示値-最低指示値	2041555.01	182865.1	3624115.84	105777	
	最高指示値/最低指示値	209.9030313	94.58021596	90.89053598	20.15209125	
	検量線比例評価値	0.84	0.95	0.91	1.01	
■試験情報						
実試料の指示値	対象物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等)	1回目：数値を入力	400221.38	35532.1	696277.17	1.334
		2回目：数値を入力	415354.67	35480.8	700476.08	1.348
		3回目：数値を入力	424922.9	33599.4	697009.19	1.414
		4回目：数値を入力	436843.27	33083.3	694993.89	1.434
		5回目：数値を入力	445005.84	33243.9	695290.89	1.479
		指示値(5回測定の平均)	424469.612	34187.9	696809.444	1.4018
		指示値位置	0.20	0.18	0.18	-0.05
	内標準物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等)	1回目：数値を入力（内標準法の場合記入）	195767.74	903855.4	185461.02	67289
		2回目：数値を入力（内標準法の場合記入）	196504.95	900269.2	184762.21	66887
		3回目：数値を入力（内標準法の場合記入）	201425.04	854916.5	186348.49	65648
		4回目：数値を入力（内標準法の場合記入）	203900.03	850031.4	186149.21	65623
		5回目：数値を入力（内標準法の場合記入）	203517.81	841812.4	183362.24	66405
		指示値(5回測定の平均値)	200223.114	870176.98	185216.634	66370.4
		空試験(操作ブランク)	測定	1. 測定している 2. 測定していない 検量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)	測定している	測定している
操作ブランクの濃度(mg/L)			0.0655	0.00003	0	
指示値	対象物質の指示値（吸光度・シグナル強度等） ： 数値を記入		4438.98	176.8	3560.74	
	内標準物質の指示値（吸光度・シグナル強度等） ： 数値を記入（内標準法の場合記入）		212432.1	888751.9	182949.27	
測定方法			ICP質量分析法	ICP質量分析法	ICP質量分析法	ICP質量分析法
3 > z > 2						
z ≥ 3						★

別添 検量線情報・試験情報（2）

事業所番号			5	6	7	8	
■検量線情報			記入欄	記入欄	記入欄	記入欄	
標準液	調整方法	1. メーカー製 2. 自社調製 1. の場合はメーカーを記入	メーカー製 関東化学	メーカー製 SPEX	メーカー製 メルク株式会社	メーカー製 関東化学	
	検量線の点数 (ゼロ点も含む)	数値を記入	4	7	8	4	
	検量線の濃度単位	1. μg 2. mg/L 3. その他の場合、直接入力	mg/L	mg/L	mg/L	μg	
	検量線の濃度範囲 (ゼロ点を除く)	最低濃度：数値を入力	0.05	0.0005	0.005	4	
		最高濃度：数値を入力	0.15	0.02	0.5	20	
	検量線の指示値 (吸光度・シグナル強度等) (ゼロ点を除く)	最低濃度の指示値（吸光度・シグナル強度等） ： 数値を記入	195.763	0.017621	31.129	0.0242	
		最高濃度の指示値（吸光度・シグナル強度等） ： 数値を記入	543.783	0.710443	2609.3	0.1143	
	検量線の重みづけ	1. 使用している 2. 使用していない 使用している場合は種類を記入	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	
検量線の回帰式	回帰式を記入	y = 3479.4 X + 22.2	y = 35.584x - 0.0014	y = 5208.706584x+7.109383	y = 0.0058x		
検量線の評価	相関係数 または 寄与率(決定係数)	1. 相関係数(R) 2. 寄与率(決定係数)(R ²) 数値を記入	相関係数(R) 0.999998	寄与率(決定係数)(R ²) 1.000	相関係数(R) 0.999992	寄与率(決定係数)(R ²) 0.9991	
	最高濃度-最低濃度		0.1	0.0195	0.495	16	
	最高濃度/最低濃度		3	40	100	5	
	最高指示値-最低指示値		348.02	0.692822	2578.171	0.0901	
	最高指示値/最低指示値		2.777761886	40.31797287	83.8221594	4.723140496	
	検量線比例評価値		0.93	1.01	0.84	0.94	
	■試験情報						
	実試料の指示値	対象物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等)	1回目：数値を入力	445.777	0.034405	0.05047	3.157
2回目：数値を入力			454.655	0.033856	0.04928	3.016	
3回目：数値を入力			437.015	0.033353	0.04971	4.617	
4回目：数値を入力			446.038	0.034505	0.04867	3.01	
5回目：数値を入力			436.674	0.034574	0.04930	2.802	
指示値(5回測定の平均)			444.0318	0.0341386	0.049486	3.3204	
指示値位置			0.71	0.02	-0.01	36.58	
内標準物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等)		1回目：数値を入力（内標準法の場合記入）	1824546	313087.51			
		2回目：数値を入力（内標準法の場合記入）	1804154	312062.07			
		3回目：数値を入力（内標準法の場合記入）	1802656	316574.97			
		4回目：数値を入力（内標準法の場合記入）	1809309	306918.61			
		5回目：数値を入力（内標準法の場合記入）	1828133	327299.34			
		指示値(5回測定の平均値)	1813759.6	315188.50			
空試験(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)	検量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)	0.0003352	0.00004353	-0.00034	
		指示値	対象物質の指示値（吸光度・シグナル強度等） ： 数値を記入	36.7585	0.000141	-0.00034	
			内標準物質の指示値（吸光度・シグナル強度等） ： 数値を記入（内標準法の場合記入）	1897188	315044.47		
測定方法			ICP発光分光分析法	ICP質量分析法	ICP発光分光分析法	フレイム原子吸光分析法	
3 > z > 2						★	
z ≥ 3							

別添 検量線情報・試験情報 (3)

事業所番号			9	10	11	12
■検量線情報			記入欄	記入欄	記入欄	記入欄
標準液	調整方法	1. メーカー製 2. 自社調製 1. の場合はメーカーを記入	メーカー製 関東化学	自社調製	メーカー製 関東化学	メーカー製 関東化学
	検量線の点数 (ゼロ点も含む)	数値を記入	5	11	4	9
	検量線の濃度単位	1. μ g 2. mg/L 3. その他の場合、直接入力	μ g/L	μ g/L	mg/L	mg/L
	検量線の濃度範囲 (ゼロ点を除く)	最低濃度：数値を入力	20	0.1	0.2	0.0005
		最高濃度：数値を入力	200	100	1.0	1
	検量線の指示値 (吸光度・シグナル強度等) (ゼロ点を除く)	最低濃度の指示値 (吸光度・シグナル強度等) ： 数値を記入	17.39159	4323.85	0.0082	111186
		最高濃度の指示値 (吸光度・シグナル強度等) ： 数値を記入	136.5579	2986623.83	0.0337	165692573
	検量線の重みづけ	1. 使用している 2. 使用していない 使用している場合は種類を記入	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
	検量線の回帰式	回帰式を記入	y = (x+4.675655)/1.495592	y = 0.0055x+2.34 × 10 ⁻³	y = 0.0319 x + 0.0017	y = 165420089.5890 × x+18420.0515
検量線の評価	相関係数 または 寄与率(決定係数)	1. 相関係数(R) 2. 寄与率(決定係数)(R ²) 数値を記入	相関係数(R) 0.99941	相関係数(R) 0.9999	相関係数(R) 1.000	寄与率(決定係数)(R2) 0.9999
	最高濃度-最低濃度		180	99.9	0.8	0.9995
	最高濃度/最低濃度		10	1000	5	2000
	最高指示値-最低指示値		119.16631	2982299.98	0.0255	165581387
	最高指示値/最低指示値		7.851950282	690.7325254	4.109756098	1490.228743
	検量線比例評価値		0.79	0.69	0.82	0.75
■試験情報						
実試料の指示値	対象物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等)	1回目：数値を入力	97.35338	150634.14	0.0077	1551121
		2回目：数値を入力	103.0301	147946.65	0.0074	1491167
		3回目：数値を入力	95.18508	136488.88	0.0075	1528075
		4回目：数値を入力	95.65652	148040.23	0.0075	1563212
		5回目：数値を入力	98.49078	144847.94	0.0078	1596885
		指示値(5回測定の平均)	97.943172	145591.568	0.00758	1546092
		指示値位置	0.68	0.05	-0.02	0.01
	内標準物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等)	1回目：数値を入力(内標準法の場合記入)		5368956.23		375997
		2回目：数値を入力(内標準法の場合記入)		5352663.04		376236
		3回目：数値を入力(内標準法の場合記入)		4975929.35		387570
		4回目：数値を入力(内標準法の場合記入)		5442295.66		383869
		5回目：数値を入力(内標準法の場合記入)		5103758.47		395205
		指示値(5回測定の平均値)		5248720.55		383775.4
		空試験(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	測定している
操作ブランクの濃度(mg/L)	検量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)		0.0000539	0.000012		
指示値	対象物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等) ： 数値を記入		3.486894	1582.59		
	内標準物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等) ： 数値を記入(内標準法の場合記入)			5532688.25		
測定方法			ICP発光分光分析法	ICP質量分析法	フレイム原子吸光分析法	ICP質量分析法
3 > z > 2						
z ≥ 3			★			

別添 検量線情報・試験情報（4）

事業所番号			13	14	15	16
■検量線情報			記入欄	記入欄	記入欄	記入欄
標準液	調整方法	1. メーカー製 2. 自社調製 1. の場合はメーカーを記入	自社調製	メーカー製 関東化学	自社調製	メーカー製 和光純薬工業株式会社
	検量線の点数 (ゼロ点も含む)	数値を記入	5	4	6	7
	検量線の濃度単位	1. μg 2. mg/L 3. その他の場合、直接入力	mg/L	μg/L	μg/l	mg/L
	検量線の濃度範囲 (ゼロ点を除く)	最低濃度：数値を入力	0.2	5	0.5	0.0002
		最高濃度：数値を入力	1.6	20	10	0.02
	検量線の指示値 (吸光度・シグナル強度等) (ゼロ点を除く)	最低濃度の指示値（吸光度・シグナル強度等） ： 数値を記入	0.0073	0.0107	17994	6507.39
		最高濃度の指示値（吸光度・シグナル強度等） ： 数値を記入	0.0692	0.0411	345499	600563.66
	検量線の重みづけ	1. 使用している 2. 使用していない 使用している場合は種類を記入	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
	検量線の回帰式	回帰式を記入	y = 0.004076x*x+0.03731x-0.0009	y = 2.0771x	y = 0.1736x+0.0034	y = 200.187183x-0.003744
検量線の評価	相関係数 または 寄与率(決定係数)	1. 相関係数(R) 2. 寄与率(決定係数)(R ²) 数値を記入	相関係数(R)	寄与率(決定係数)(R2)	相関係数(R)	相関係数(R)
			0.9999	0.9991	1	1
	最高濃度-最低濃度		1.4	15	9.5	0.0198
	最高濃度/最低濃度		8	4	20	100
	最高指示値-最低指示値		0.0619	0.0304	327505	594056.27
	最高指示値/最低指示値		9.479452055	3.841121495	19.20078915	92.28948319
検量線比例評価値			1.18	0.96	0.96	0.92
■試験情報						
実試料の指示値	対象物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等)	1回目：数値を入力	0.0203	0.0224	65369	264344.84
		2回目：数値を入力	0.021	0.0224	64798	264966.3
		3回目：数値を入力	0.0219	0.022	65595	262866.03
		4回目：数値を入力	0.0218	0.0215	65471	264376.99
		5回目：数値を入力	0.0206	0.0219	66241	264020.75
		指示値(5回測定の平均)	0.02112	0.02204	65494.8	264114.982
		指示値位置	0.22	0.37	0.15	0.43
	内標準物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等)	1回目：数値を入力（内標準法の場合記入）			195609	152371.28
		2回目：数値を入力（内標準法の場合記入）			197357	149952.42
		3回目：数値を入力（内標準法の場合記入）			199851	148969.81
		4回目：数値を入力（内標準法の場合記入）			197269	150065.9
		5回目：数値を入力（内標準法の場合記入）			199223	148581.6
		指示値(5回測定の平均値)			197861.8	149988.202
	空試験(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	測定している	測定している
操作ブランクの濃度(mg/L)		検量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)	-0.0046	0.00013	0.0000261	0.00002
指示値		対象物質の指示値（吸光度・シグナル強度等） ： 数値を記入	-0.0011	0.0003	840	160
		内標準物質の指示値（吸光度・シグナル強度等） ： 数値を記入（内標準法の場合記入）			193734	157628.25
測定方法			フレイム原子吸光分析法	電気加熱原子吸光分析法	ICP質量分析法	ICP質量分析法
3 > z > 2						
z ≥ 3			★			

別添 検量線情報・試験情報 (5)

事業所番号			17	18	19
■検量線情報			記入欄	記入欄	記入欄
標準液	調整方法	1. メーカー製 2. 自社調製	メーカー製	メーカー製	メーカー製
		1. の場合はメーカーを記入	SPEX CertiPrep	関東化学	メルク社
	検量線の点数 (ゼロ点も含む)	数値を記入	8	6	5
	検量線の濃度単位	1. μg 2. mg/L 3. その他の場合、直接入力	μg/L	mg/L	mg/L
	検量線の濃度範囲 (ゼロ点を除く)	最低濃度：数値を入力	0.5	0.0005	0.02
		最高濃度：数値を入力	10	0.01	1
	検量線の指示値 (吸光度・シグナル強度等) (ゼロ点を除く)	最低濃度の指示値 (吸光度・シグナル強度等) ： 数値を記入	6619.99	6701	58.871
		最高濃度の指示値 (吸光度・シグナル強度等) ： 数値を記入	126565.52	132894.3	2798.3
	検量線の重みづけ	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
使用している場合は種類を記入					
検量線の回帰式	回帰式を記入	y = 0.249592 * x + 0.002676	y = 0.0345x+0.0003	y = 2797.6474X+7.5721	
相関係数 または 寄与率(決定係数)	1. 相関係数(R)	相関係数(R)	寄与率(決定係数)(R2)	相関係数(R)	
	2. 寄与率(決定係数)(R ²)				
	数値を記入	1.0000	0.99999	0.999966	
検量線の評価	最高濃度-最低濃度	9.5	0.0095	0.98	
	最高濃度/最低濃度	20	20	50	
	最高指示値-最低指示値	119945.53	126193.3	2739.429	
	最高指示値/最低指示値	19.11868749	19.83201015	47.53274108	
	検量線比例評価値	0.96	0.99	0.95	
■試験情報					
実試料の指示値	対象物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等)	1回目：数値を入力	114075.59	129928.3	114.43
		2回目：数値を入力	113718.00	132472.3	114.87
		3回目：数値を入力	113533.09	131309.0	121.57
		4回目：数値を入力	113337.34	131275.7	117.89
		5回目：数値を入力	113064.58	130285.7	111.37
		指示値(5回測定の平均)	113545.72	131054.2	116.026
		指示値位置	0.89	0.99	0.02
	内標準物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等)	1回目：数値を入力(内標準法の場合記入)	51231.97	375980.9	
		2回目：数値を入力(内標準法の場合記入)	51434.30	377785.5	
		3回目：数値を入力(内標準法の場合記入)	51265.25	380272.4	
		4回目：数値を入力(内標準法の場合記入)	51007.15	375419.8	
		5回目：数値を入力(内標準法の場合記入)	50673.01	373306.7	
		指示値(5回測定の平均値)	51122.33	376553.06	
空試験(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	測定している	測定していない
	操作ブランクの濃度(mg/L)	検量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)	0.0000	0.00003	
	指示値	対象物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等) ： 数値を記入	32.67	350.0	
		内標準物質の指示値 (吸光度・シグナル強度等) ： 数値を記入(内標準法の場合記入)	49432.64	388108.3	
測定方法			ICP質量分析法	ICP質量分析法	ICP発光分光分析法
3 > z > 2					
z ≥ 3					

参考資料 アンケート一覧表（原子吸光法）

事業所番号			8	11	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
保存処理		1. あり 2. なし	なし	なし	なし	なし
		ありの場合は、内容を記入				
分析開始月日		月日 を記入	9月10日	9月6日	9月19日	9月15日
分析終了月日		月日 を記入	9月12日	9月14日	9月20日	9月15日
分析担当者の経験年数		経験年数(数値)を記入	1	30	4	10
分析方法		1. フレーム原子吸光法 2. 電気加熱原子吸光法 3. ICP発光分光分析法 4. ICP質量分析法 5. その他 その他を選択した場合、具体的な方法を記入	フレーム原子吸光法	フレーム原子吸光法	フレーム原子吸光法	電気加熱原子吸光法
装置	種類	1. フレーム原子吸光分析装置 2. 電気加熱原子吸光分析装置 3. ICP発光分光分析装置 4. ICP質量分析装置 5. その他 その他を選択した場合、具体的な方法を記入	フレーム原子吸光分析装置	フレーム原子吸光分析装置	フレーム原子吸光分析装置	電気加熱原子吸光分析装置
	メーカー	メーカー名を記入	バリアン	島津製作所	ターモフィッシャーサイエンティフィック(株)	パーキンエルマージャパン
	型式	型式を記入	280FS AA	AA6650	ice-3500	PinAAcle900T
使用した水		1. 蒸留水 2. イオン交換水 3. 純水 4. 精製水(市販品) 5. 超純水 6. その他 その他の場合は内容を記入	純水	超純水	イオン交換水	超純水
■準備操作(前処理)						
試料量		数値を入力(単位: mL)	300	100	400	50
前処理方法		1. 前処理を行わない 2. 塩酸性で煮沸 3. 硝酸酸性で煮沸 4. 塩酸による分解 5. 硝酸による分解 6. 硝酸と過塩素酸とによる分解 7. 硝酸と硫酸とによる分解 8. その他 その他の場合は内容を記入	硝酸酸性で煮沸	硝酸酸性で煮沸	硝酸酸性で煮沸	硝酸酸性で煮沸
使用試薬		前処理操作に使用した試薬名を記入	硝酸	硝酸	硝酸	特級硝酸
試薬の使用量		数値を入力(単位: mL)	5	0.12	8	1
前処理後の定容量		数値を入力(単位: mL)	なし	5	10	50
■準備操作(溶媒抽出等)						
抽出操作		1. 抽出操作を行わない 2. 溶媒抽出 3. イオン交換樹脂カラムによる分離 4. キレート樹脂を用いた固相抽出 5. その他	溶媒抽出	抽出操作を行わない	溶媒抽出	抽出操作を行わない
溶媒抽出	溶媒の種類	1. 酢酸ブチル 2. メチルイソブチルケトン 3. キシレン 4. ジイソブチルケトン 5. その他 その他の場合は内容を記入	ジイソブチルケトン		酢酸ブチル	
	キレート剤	1. ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム(DDTC) 2. ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム(APDC) 3. トリオクチルアミン 4. その他 その他の場合は内容を記入	なし		ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム(DDTC)	
	抽出回数	数値を入力(単位: 回)	1		1	
	溶媒の使用量	数値を入力(単位: mL/回)	5		10	
■測定操作						
原子吸光法	原子化の方法	1. フレーム 2. 黒鉛炉 3. 耐熱金属炉 4. その他 その他の場合は内容を記入	フレーム	フレーム	フレーム	黒鉛炉
	測定波長	数値を入力(単位: nm)	283.3	283.3	217	283.3
	バックグラウンド補正	1. あり 2. なし ありの場合は内容を記入	あり	あり	あり	あり
			D2(重水素ランプ)補正法	D2	D2	ゼーマン補正
	マトリックス修飾剤の添加	1. あり 2. なし ありの場合は内容を記入	なし	なし	なし	あり
						硝酸パラジウム
★計算式			鉛 (mg/L) = 指示値(μ g) × 0.001 × 1000/試料量	鉛 (mg/L) = 0.20/0.0082 × 0.0077 × 5/100 = 0.0095	鉛 (mg/L) = 検量線からの濃度(mg/L) × 最終液量(mL)/試料分取量(mL) × 標準液のファクター × 希釈倍率	鉛 (mg/L) = 測定値 10.55μ g/L ÷ 1000
★その他(気付いた点、ご意見等)						

参考資料 アンケート一覧表（ICP 発光分光分析法）

事業所番号			5	7	9	19
■基本的事項						
試料の保存		(選択) 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	保存しない(直ちに分析)
保存処理		(選択) 1. あり 2. なし	なし	なし	あり	なし
分析開始月日		ありの場合は、内容を記入 月日 を記入	9月13日	9月6日	9月7日	9月6日
分析終了月日		月日 を記入	9月18日	9月7日	9月12日	9月7日
分析担当者の経験年数		経験年数(数値)を記入	15	1	6	10
分析方法		(選択) 1. フレーム原子吸光法 2. 電気加熱原子吸光法 3. ICP発光分光分析法 4. ICP質量分析法 5. その他 その他の場合は内容を記入	ICP発光分光分析法	ICP発光分光分析法	ICP発光分光分析法	ICP発光分光分析法
装置	種類	(選択) 1. フレーム原子吸光分析装置 2. 電気加熱原子吸光分析装置 3. ICP発光分光分析装置 4. ICP質量分析装置 5. その他 その他の場合は内容を記入	ICP発光分光分析装置	ICP発光分光分析装置	ICP発光分光分析装置	ICP発光分光分析装置
		メーカー	メーカー名を記入	アジレント	サーモサイエンティフィック	島津製作所
	型式	型式を記入	ICP730-ES	iCAP 6300 DUO	ICPE-9000	iCAP6300
使用した水		(選択) 1. 蒸留水 2. イオン交換水 3. 純水 4. 精製水(市販品) 5. 超純水 6. その他 その他の場合は内容を記入	純水	超純水	超純水	超純水
■準備操作(前処理)						
試料量		数値を入力(単位:mL)	200	100	100	100
前処理方法		(選択) 1. 前処理を行わない 2. 塩酸性で煮沸 3. 硝酸酸性で煮沸 4. 塩酸による分解 5. 硝酸による分解 6. 硝酸と過塩素酸とによる分解 7. 硝酸と硫酸とによる分解 8. その他 その他の場合は内容を記入	硝酸酸性で煮沸	硝酸酸性で煮沸	硝酸による分解	硝酸による分解
使用試薬		前処理操作に使用した試薬名を記入	有害金属測定用 硝酸	硝酸	原子吸光用硝酸	硝酸(1.38) 有害金属分析用
試薬の使用量		数値を入力(単位:mL)	3	5	2	5
前処理後の定容量		数値を入力(単位:mL)	16	100	50	25
■準備操作(溶媒抽出等)						
抽出操作		(選択) 1. 抽出操作を行わない 2. 溶媒抽出 3. イオン交換樹脂カラムによる分離 4. キレート樹脂を用いた固相抽出 5. その他	抽出操作を行わない	キレート樹脂を用いた固相抽出	溶媒抽出	抽出操作を行わない
溶媒抽出	溶媒の種類	(選択) 1. 酢酸ブチル 2. メチルイソブチルケトン 3. キシレン 4. ジイソブチルケトン 5. その他 その他の場合は内容を記入			酢酸ブチル	
	キレート剤	(選択) 1. ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム(DDTC) 2. ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム(APDC) 3. トリオクチルアミン 4. その他 その他の場合は内容を記入			ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム(DDTC)	
	抽出回数	数値を入力(単位:回)			2	
	溶媒の使用量	数値を入力(単位:mL/回)			20	
イオン交換樹脂カラムによる分離 キレート樹脂を用いた固相抽出	種類					
	樹脂の種類	(選択) 1. イミノニ酢酸キレート樹脂 2. その他 その他の場合は内容を記入		イミノニ酢酸キレート樹脂		
	形状	(選択) 1. ディスク 2. カートリッジ 3. その他 その他の場合は内容を記入		カートリッジ		
	メーカー	メーカー名を記入		ジーエルサイエンス株式会社		
	型式	型式を記入		MetaSEP IC-ME		
	試料液のpH調整	調整pH(数値)を記入		5.5		
	試料液の流下方法	(選択) 1. 加圧 2. 吸引 3. その他 その他の場合は内容を記入		吸引		
	試料液の流下速度	数値を入力(単位:mL/分)		5~10		
	溶出液	(選択) 1. 硝酸 2. その他 その他の場合は内容を記入		硝酸		
	溶出回数	数値を入力(単位:回)		1		
最終の定容量		数値を入力(単位:mL)		20	10	
■測定操作						
ICP発光分光分析法	装置の型式	(選択) 1. 波長走査(シーケンシャル) 2. 波長固定(マルチ) 3. CCD検出器 4. CID検出器 5. その他 その他の場合は内容を記入	波長固定(マルチ)	CID検出器	波長固定(マルチ)	CCD検出器
	測定波長	数値を入力(単位:nm)	220.353	220.353	220.353	220.353
	バックグラウンド補正	(選択) 1. あり 2. なし	あり	あり	あり	あり
★計算式			鉛 (mg/L) = (「指示値:445.777」 - 22.2) / 3479.4 × (「定容量:16mL」 / 「分取量:200mL」)	鉛 (mg/L) = (試料測定結果mg/L - Blank測定結果mg/L) × (定容量mL) / (試料量mL)	鉛 (mg/L) = (測定値-ブランク値) [ng/mL] ÷ 1000 × 定容量[mL] ÷ 試料量 [mL] = (140.9-0.539) ÷ 1000 × 10 ÷ 100 = 0.0140	鉛0.009 (mg/L) = 指示値0.0394ppm × 定容量25mL/分取量100mL
★その他(気付いた点、ご意見等)						

参考資料 アンケート一覧表（ICP 質量分析法）（1）

事業所番号			1	2	3	4	6	10
■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
保存処理			1. あり 2. なし	なし	なし	なし	なし	なし
			ありの場合は、内容を記入					
分析開始月日			月日 を記入	9月10日	9月7日	9月11日	9月13日	9月10日
分析終了月日			月日 を記入	9月10日	9月13日	9月12日	9月15日	9月10日
分析担当者の経験年数			経験年数(数値)を記入	6	2.5	6	0.5	5
分析方法			1. フレーム原子吸光法 2. 電気加熱原子吸光法 3. ICP発光分光分析法 4. ICP質量分析法 5. その他 その他を選択した場合、具体的な方法を記入	ICP質量分析法	ICP質量分析法	ICP質量分析法	ICP質量分析法	ICP質量分析法
装置	種類	1. フレーム原子吸光分析装置 2. 電気加熱原子吸光分析装置 3. ICP発光分光分析装置 4. ICP質量分析装置 5. その他	ICP質量分析装置	ICP質量分析装置	ICP質量分析装置	ICP質量分析装置	ICP質量分析装置	ICP質量分析装置
		その他を選択した場合、具体的な方法を記入						
	メーカー	メーカー名を記入	アジレントテクノロジー	アジレントテクノロジー	アジレントテクノロジー	アジレント・テクノロジー	Perkin Elmer	アジレント
型式	型式を記入	7700e	7900	Agilent 7700x ICPMS	G3272B	Elan DRC-e	7700	
使用した水			1. 蒸留水 2. イオン交換水 3. 純水 4. 精製水(市販品) 5. 超純水 6. その他	超純水	超純水	イオン交換水	超純水	超純水
			その他の場合は内容を記入					
■準備操作(前処理)								
試料量			数値を入力(単位:mL)	50	50	10	100	5
前処理方法			1. 前処理を行わない 2. 塩酸性で煮沸 3. 硝酸酸性で煮沸 4. 塩酸による分解 5. 硝酸による分解 6. 硝酸と過塩素酸とによる分解 7. 硝酸と硫酸とによる分解 8. その他 その他の場合は内容を記入	硝酸酸性で煮沸	硝酸による分解	硝酸酸性で煮沸	硝酸酸性で煮沸	前処理を行わない
使用試薬			前処理操作に使用した試薬名を記入		関東化学 EL硝酸 1.38	硝酸	硝酸	硝酸
試薬の使用量			数値を入力(単位:mL)	2.5	2.5	0.5	5	1
前処理後の定容量			数値を入力(単位:mL)	50	50	10.5	200	50
■準備操作(溶媒抽出等)								
抽出操作			1. 抽出操作を行わない 2. 溶媒抽出 3. イオン交換樹脂カラムによる分離 4. キレート樹脂を用いた固相抽出 5. その他	抽出操作を行わない	抽出操作を行わない	抽出操作を行わない	抽出操作を行わない	抽出操作を行わない
■測定操作								
ICP質量分析法	質量分析部の種類	1. 四重極 2. 二重収束 3. その他	四重極	四重極	四重極	四重極	四重極	四重極
		その他の場合は内容を記入						
	スペクトル干渉の低減または補正	1. あり 2. なし	なし	あり	なし	なし	なし	なし
		ありの場合は内容を記入		コリジョンセル(Heガス)				
	測定質量数	数値を入力	208	208	208	208	208	208
内標準物質	1. イットリウム(Y) 2. インジウム(In) 3. ビスマス(Bi) 4. その他 その他の場合は内容を記入	イットリウム(Y)	ビスマス(Bi)	インジウム(In)	インジウム(In)	インジウム(In)	その他	
★計算式			鉛 (mg/L) = (測定濃度 - ブランク濃度) × 定容量 / 検水量 (×希釈) × 1 / 1000	鉛 (mg/L) = ((Pbカウント数 / Biカウント数) × 6.4655 - E05) / 0.02083 / 1000 × 5	鉛 (mg/L) = [(対象物質の指示値 / 内標準物質の指示値) - 0.0407] / 0.4243 × (試料量 + 硝酸添加量 / 試料量) / 1000 = [(696277.17 / 185461.02) - 0.0407] / 0.4243 × (10 + 0.5 / 10) / 1000 = 0.009190 小数点以下第5位を切り捨てて「0.0091 mg/L」とした	鉛 (mg/L) = 出力濃度 (μg/L) × Pb標準液ファクター (1.010) × 希釈倍率 (10倍) × 単位換算 (0.001)	鉛 (mg/L) = {(実試料の強度比指示値 - Blankの強度比指示値) - y切片} ÷ 検量線の傾き ÷ 試料分取量 (mL) × 定容量 (mL) × 標準原液のファクター	鉛 (mg/L) = (測定値 - ブランク) × 10 ⁻³ ÷ 定容量 / 分取量 = (5.069 - 0.012) × 10 ⁻³ ÷ 3 × 50 / 25 = 0.010114 (mg/L)
★その他(気付いた点、ご意見等)						経験になりました。ありがとうございました。		

参考資料 アンケート一覧表（ICP 質量分析法）（2）

事業所番号			12	15	16	17	18
■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
保存処理			1. あり 2. なし ありの場合は、内容を記入	なし	なし	あり	なし
分析開始月日			月日 を記入	9月7日	9月7日	9月11日	9月13日
分析終了月日			月日 を記入	9月7日	9月7日	9月11日	9月18日
分析担当者の経験年数			経験年数(数値)を記入	5	1	4	2
分析方法			1. フレーム原子吸光法 2. 電気加熱原子吸光法 3. ICP発光分光分析法 4. ICP質量分析法 5. その他 その他を選択した場合、具体的な方法を記入	ICP質量分析法	ICP質量分析法	ICP質量分析法	ICP質量分析法
装置	種類	1. フレーム原子吸光分析装置 2. 電気加熱原子吸光分析装置 3. ICP発光分光分析装置 4. ICP質量分析装置 5. その他 その他を選択した場合、具体的な方法を記入	ICP質量分析装置	ICP質量分析装置	ICP質量分析装置	ICP質量分析装置	ICP質量分析装置
		メーカー	メーカー名を記入	サーモフィsherサイエンティフィック	Agilent	アジレント・テクノロジー	アジレントテクノロジー株式会社
	型式	型式を記入	iCAP RQ	7700x	7700	7700x	SPQ9700
	使用した水	1. 蒸留水 2. イオン交換水 3. 純水 4. 精製水(市販品) 5. 超純水 6. その他 その他の場合は内容を記入	超純水	超純水	超純水	超純水	超純水
■準備操作(前処理)							
試料量			数値を入力(単位:mL)	10	50	50	10
前処理方法			1. 前処理を行わない 2. 塩酸酸性で煮沸 3. 硝酸酸性で煮沸 4. 塩酸による分解 5. 硝酸による分解 6. 硝酸と過塩素酸とによる分解 8. その他 その他の場合は内容を記入	前処理を行わない	硝酸酸性で煮沸	硝酸酸性で煮沸	硝酸による分解
使用試薬			前処理操作に使用した試薬名を記入	硝酸	硝酸	硝酸(EL) 電子工業用高純度試薬	硝酸 Ultrapur-100
試薬の使用量			数値を入力(単位:mL)	0.2	0.5	0.5	0.4
前処理後の定容量			数値を入力(単位:mL)	50	50	50	10
■準備操作(溶媒抽出等)							
抽出操作			1. 抽出操作を行わない 2. 溶媒抽出 3. イオン交換樹脂カラムによる分離 4. キレート樹脂を用いた固相抽出 5. その他	抽出操作を行わない	抽出操作を行わない	抽出操作を行わない	抽出操作を行わない
■測定操作							
ICP質量分析法	質量分析部の種類	1. 四重極 2. 二重収束 3. その他 その他の場合は内容を記入	四重極	四重極	四重極	四重極	四重極
	スペクトル干渉の低減または補正	1. あり 2. なし ありの場合は内容を記入	あり	あり	あり	あり	なし
	測定質量数	数値を入力	208	208	208	208	208
	内標準物質	1. イットリウム(Y) 2. インジウム(In) 3. ビスマス(Bi) 4. その他 その他の場合は内容を記入	その他	その他	その他	その他	インジウム(In)
★計算式			鉛 (mg/L) =(指示値-18420.0515) /165420089.5980	鉛 (mg/L) =(測定値(μ g/l)-空試験値) × 定容量(ml)/検水量(ml) × 希釈倍率 × 1/1000	鉛 (mg/L) =200.187183 × 264344.84(試料のCPS) ÷ 152371.28 (内部標準物質のCPS) - 0.003744	鉛(mg/L)=(鉛指示値/内標指示値一切片)/傾き/1000 =(114075.59/51231.97-0.002676)/0.249592/1000	鉛 (mg/L) =(対象物質の指示値/内標準物質の指示値一切片)/傾き× 試料量 /定容量 0.10mg/L= (129928.3/375980.9-0.0003) /0.03445 × 10ml/10ml
★その他(気付いた点、ご意見等)							