

# 平成26年度精度管理結果報告書

(鉛、カドミウム)

平成27年1月

一般社団法人 静岡県計量協会  
環境計量証明部会 技術グループ第1委員会

1. 実施年月

平成26年9月

2. 参加事業所数

28事業所

3. 配布試料

河川水を想定し、鉛、カドミウムともに0.01mg/L以下の薄い濃度で調整した。

4. 分析方法

分析方法は下記の分析方法から各事業所が選択して実施した。

	鉛	事業所数	カドミウム	事業所数
1	JIS K 0102 54.17レム原子吸光法	6	JIS K 0102 55.17レム原子吸光法	5
2	JIS K 0102 54.2電気加熱原子吸光法	4	JIS K 0102 55.2電気加熱原子吸光法	4
3	JIS K 0102 54.3ICP発光分光分析法	10	JIS K 0102 55.3ICP発光分光分析法	10
4	JIS K 0102 54.4ICP質量分析法	8	JIS K 0102 55.4ICP質量分析法	8
5	その他	0	その他	0
	参加事業所数	28	参加事業所数	27

準備操作は下記の方法から各事業所が選択して実施した。

	鉛	事業所数	カドミウム	事業所数
1	DDTC溶媒抽出	4	DDTC溶媒抽出	4
2	APDC溶媒抽出	0	APDC溶媒抽出	0
3	キレート樹脂による分離濃縮(固相抽出)	1	キレート樹脂による分離濃縮(固相抽出)	1
4	APDC-HMA・HMDC溶媒抽出	0	APDC-HMA・HMDC溶媒抽出	0
5	実施なし(JIS K 0102 5.5による前処理のみ)	23	実施なし(JIS K 0102 5.5による前処理のみ)	22
6	その他	1	その他	0
	参加事業所数	28	参加事業所数	27

5. 分析結果

	鉛		カドミウム	
	試料A	試料B	試料A	試料B
報告数	28	28	27	27
最大値(mg/L)	0.011	0.010	0.0018	0.0017
最小値(mg/L)	0.0051	0.0035	0.00089	0.00046
変動係数(%)	9.4%	13.2%	10.6%	9.3%
中央値(mg/L)	0.0071	0.0056	0.0014	0.0010

6. 評価結果

(1) 報告値の解析方法

各事業所の報告値からZスコアを算出した。この方法は、ISO/IEC17043付属書に記載されている統計手法である。Zスコアの算出にはメジアン及び正規四分位法(ロバスト法)を用いた。

(2) 判定基準

Zスコアの判定基準は、ISO/IEC17043に従い下記の通りとした。

$ Z  \leq 2$	満足
$2 <  Z  < 3$	疑わしい
$3 \leq  Z $	不満足

### (3) Zスコアによる評価結果の概要

#### ☆ 鉛

Zスコアの範囲	試料A	試料B	試験所間	試験所内
$ Z  \leq 2$	24	25	23	26
$2 <  Z  < 3$	2	1	2	2
$3 \leq  Z $	2	2	3	0

#### ☆ カドミウム

Zスコアの範囲	試料A	試料B	試験所間	試験所内
$ Z  \leq 2$	22	22	19	26
$2 <  Z  < 3$	4	3	3	1
$3 \leq  Z $	1	2	5	0

#### ① 試料、試験所間、または試験所内のZスコアについての単純評価

試料と試験所間のZスコアに関しては、

$3 \leq Z$  の場合は大きい方に偏っている。

$Z \leq -3$  の場合は小さい方に偏っている。

また、試験所内のZスコアに関しては、

$3 \leq |Z|$  の場合はばらつきが大きい。

#### (4) 各事業所報告値の統計解析結果について

##### (鉛)

濃度は試料Aが0.007mg/L、試料Bが0.005mg/Lで調整した。試料Aは範囲0.0051～0.011mg/L、変動係数9.4%、試料Bは範囲0.0035～0.010mg/L、変動係数13.2%でバラツキがみられた。中央値は試料Aが0.0071mg/L、試料Bが0.0056mg/Lで良好な結果であった。

Zスコアによる評価で「満足」であったのは、試料Aは28社中24社、試料Bは28社中25社であった。「疑わしい」及び「不満足」の内訳を分析方法別で見ると、試料Aではフーム原子吸光法で2社、ICP発光分光分析法で2社、試料Bではフーム原子吸光法で2社、ICP発光分光分析法で1社という結果であった。

##### (カドミウム)

濃度は試料Aが0.0015mg/L、試料Bが0.0010mg/Lであった。試料Aは範囲0.00089～0.0018mg/L、変動係数10.6%、試料Bは範囲0.00046～0.0017mg/L、変動係数9.3%であった。中央値は試料Aが0.0014mg/L、試料Bが0.0010mg/Lで良好な結果であった。

Zスコアによる評価で「満足」であったのは、試料Aは27社中22社、試料Bは27社中22社であった。「疑わしい」及び「不満足」の内訳を分析方法別で見ると、試料Aではフーム原子吸光法で1社、電気加熱原子吸光法で1社、ICP発光分光分析法で2社、ICP質量分析法で1社、試料Bではフーム原子吸光法で1社、電気加熱原子吸光法で1社、ICP発光分光分析法で2社、ICP質量分析法で1社、という結果であった。

##### (全体を通して)

今回の試料は低濃度であり、値のバラツキが大きくでることが想定された。結果としては範囲、変動係数の結果よりバラツキが認められたものの、中央値は調整濃度に近似しており、まずまずの結果であったと思われる。

分析方法別の評価においては、低濃度であるためフーム原子吸光法が厳しく、値が外れるところがあった。

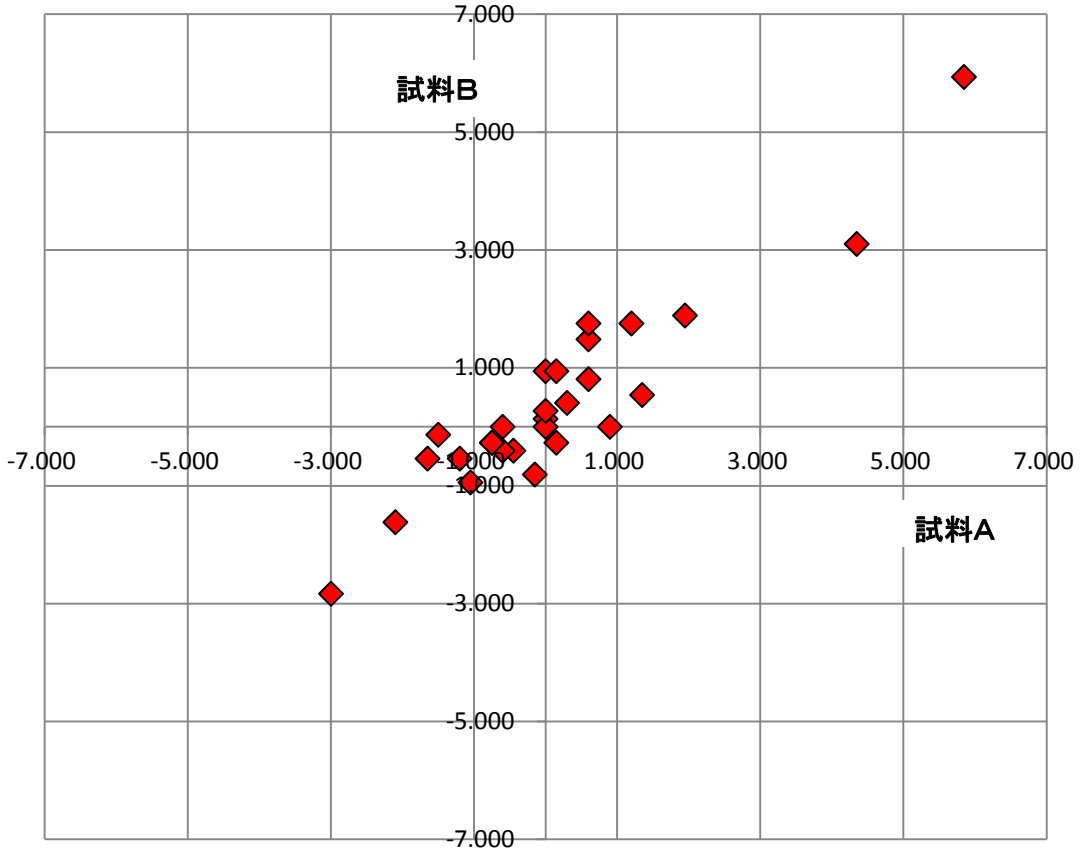
表1. 鉛の測定値とZスコア

試料 番号	試料A(高濃度)			試料B(低濃度)			試験所間			試験所内			分析 方法	準備 操作
	報告値1	昇順	Zスコア	報告値2	昇順	Zスコア	報告値(1+2)	昇順	Zスコア	報告値(2-1)	昇順	Zスコア		
6	0.0051	1	-2.998	0.0035	1	-2.833	0.0086	1	-3.154	-0.0016	6	-0.809	3	5,6
36	0.0061	4	-1.499	0.0055	12	-0.135	0.0116	6	-0.874	-0.0006	27	1.889	4	5
31	0.0071	13	0.000	0.0057	16	0.135	0.0128	15	0.038	-0.0014	10	-0.270	2	5
29	0.0068	11	-0.450	0.0053	7	-0.405	0.0121	11	-0.494	-0.0015	9	-0.540	3	5
27	0.0063	5	-1.199	0.0052	5	-0.540	0.0115	5	-0.950	-0.0011	19	0.540	3	5
35	0.0072	17	0.150	0.0054	9	-0.270	0.0126	13	-0.114	-0.0018	5	-1.349	3	5
5	0.010	27	4.347	0.0079	27	3.103	0.0179	27	3.914	-0.0021	2	-2.158	1	5
20	0.0071	13	0.000	0.0056	13	0.000	0.0127	14	-0.038	-0.0015	7	-0.540	4	5
11	0.0057	2	-2.098	0.0044	2	-1.619	0.0101	2	-2.014	-0.0013	15	0.000	3	5
37	0.0071	13	0.000	0.0063	21	0.944	0.0134	19	0.494	-0.0008	24	1.349	1	1
3	0.011	28	5.846	0.010	28	5.936	0.0210	28	6.270	-0.0010	22	0.809	1	1
24	0.0066	7	-0.749	0.0054	9	-0.270	0.0120	7	-0.570	-0.0012	17	0.270	4	5
30	0.0075	20	0.600	0.0062	20	0.809	0.0137	21	0.722	-0.0013	15	0.000	4	5
34	0.0067	9	-0.600	0.0053	7	-0.405	0.0120	7	-0.570	-0.0014	10	-0.270	4	5
33	0.0075	20	0.600	0.0067	23	1.484	0.0142	23	1.102	-0.0008	26	1.349	1	5
7	0.0084	26	1.949	0.0070	26	1.889	0.0154	26	2.014	-0.0014	13	-0.270	3	5
22	0.0077	23	0.899	0.0056	13	0.000	0.0133	18	0.418	-0.0021	1	-2.158	3	5
8	0.0060	3	-1.649	0.0052	5	-0.540	0.0112	3	-1.178	-0.0008	24	1.349	2	5
4	0.0079	24	1.199	0.0069	24	1.754	0.0148	25	1.558	-0.0010	21	0.809	3	5
28	0.0066	7	-0.749	0.0054	9	-0.270	0.0120	7	-0.570	-0.0012	17	0.270	4	5
12	0.0075	20	0.600	0.0069	24	1.754	0.0144	24	1.254	-0.0006	28	1.889	1	1
9	0.0071	13	0.000	0.0058	17	0.270	0.0129	16	0.114	-0.0013	14	0.000	4	5
26	0.0064	6	-1.049	0.0049	3	-0.944	0.0113	4	-1.102	-0.0015	7	-0.540	3	5
15	0.0080	25	1.349	0.0060	19	0.540	0.0140	22	0.950	-0.0020	3	-1.889	2	5
23	0.0073	19	0.300	0.0059	18	0.405	0.0132	17	0.342	-0.0014	10	-0.270	2	5
13	0.0072	17	0.150	0.0063	21	0.944	0.0135	20	0.570	-0.0009	23	1.079	3	3
21	0.0067	9	-0.600	0.0056	13	0.000	0.0123	12	-0.342	-0.0011	19	0.540	4	5
25	0.0070	12	-0.150	0.0050	4	-0.809	0.0120	7	-0.570	-0.0020	3	-1.889	1	1
Q <sub>1</sub>	0.0066			0.0053			0.0120			-0.0015				
Q <sub>2</sub>	0.0071			0.0056			0.0128			-0.0013				
Q <sub>3</sub>	0.0075			0.0063			0.0138			-0.0010				
IQR	0.0009			0.0010			0.0018			0.0005				
IQR × 0.7413	0.0007			0.0007			0.0013			0.0004				
変動係 数 %	9.4			13.2			10.3			-28.5				

表2. カドミウムの測定値とZスコア

試料 番号	試料A(高濃度)			試料B(低濃度)			試験所間			試験所内			分析 方法	準備 操作
	報告値1	昇順	Zスコア	報告値2	昇順	Zスコア	報告値(1+2)	昇順	Zスコア	報告値(2-1)	昇順	Zスコア		
6	0.0013	5	-0.674	0.00090	5	-1.079	0.0022	5	-1.349	-0.0004	11	0.000	3	5
36	0.0013	5	-0.674	0.0010	9	0.000	0.0023	7	-0.674	-0.0003	19	0.674	4	5
31	0.0016	23	1.349	0.0010	9	0.000	0.0026	22	1.349	-0.0006	1	-1.349	2	5
29	0.0015	18	0.674	0.0010	9	0.000	0.0025	17	0.674	-0.0005	4	-0.674	3	5
27	0.0012	4	-1.349	0.00084	4	-1.727	0.0020	4	-2.428	-0.0004	16	0.270	3	5
35	0.0014	12	0.000	0.0010	9	0.000	0.0024	12	0.000	-0.0004	11	0.000	3	5
5	0.0018	26	2.698	0.0017	27	7.554	0.0035	27	7.419	-0.0001	27	2.023	1	5
20	0.0011	2	-2.023	0.00081	3	-2.050	0.0019	3	-3.305	-0.0003	25	0.742	4	5
11	0.0011	2	-2.023	0.00080	2	-2.158	0.0019	2	-3.372	-0.0003	18	0.674	3	5
37	0.0015	18	0.674	0.00090	5	-1.079	0.0024	12	0.000	-0.0006	1	-1.349	1	1
3	0.0013	5	-0.674	0.0010	9	0.000	0.0023	7	-0.674	-0.0003	19	0.674	1	1
24	0.0014	12	0.000	0.00099	8	-0.108	0.0024	11	-0.067	-0.0004	10	-0.067	4	5
30	0.0016	23	1.349	0.0011	20	1.079	0.0027	24	2.023	-0.0005	4	-0.674	4	5
34	0.0013	5	-0.674	0.0010	9	0.000	0.0023	7	-0.674	-0.0003	19	0.674	4	5
33	0.0013	5	-0.674	0.0010	9	0.000	0.0023	7	-0.674	-0.0003	19	0.674	1	1
7	0.0015	18	0.674	0.0011	20	1.079	0.0026	22	1.349	-0.0004	11	0.000	3	5
22	0.0018	26	2.698	0.0012	26	2.158	0.0030	26	4.047	-0.0006	1	-1.349	3	5
8	0.0013	5	-0.674	0.0011	20	1.079	0.0024	12	0.000	-0.0002	26	1.349	2	5
2	0.0015	18	0.674	0.0010	9	0.000	0.0025	17	0.674	-0.0005	4	-0.674	3	5
28	0.0014	12	0.000	0.0011	20	1.079	0.0025	17	0.674	-0.0003	19	0.674	4	5
12	0.0016	23	1.349	0.0011	20	1.079	0.0027	24	2.023	-0.0005	4	-0.674	1	1
9	0.0014	12	0.000	0.0011	20	1.079	0.0025	17	0.674	-0.0003	19	0.674	4	5
26	0.0013	5	-0.674	0.00096	7	-0.432	0.0023	6	-0.944	-0.0003	17	0.405	3	5
15	0.0014	12	0.000	0.0010	9	0.000	0.0024	12	0.000	-0.0004	11	0.000	2	5
23	0.00089	1	-3.440	0.00046	1	-5.828	0.0014	1	-7.082	-0.0004	9	-0.202	2	5
13	0.0015	18	0.674	0.0010	9	0.000	0.0025	17	0.674	-0.0005	4	-0.674	3	3
21	0.0014	12	0.000	0.0010	9	0.000	0.0024	12	0.000	-0.0004	11	0.000	4	5
Q <sub>1</sub>	0.0013			0.0010			0.0023			-0.0005				
Q <sub>2</sub>	0.0014			0.0010			0.0024			-0.0004				
Q <sub>3</sub>	0.0015			0.0011			0.0025			-0.0003				
IQR	0.0002			0.0001			0.0002			0.0002				
IQR × 0.7413	0.0001			0.0001			0.0001			0.0001				
変動係 数 %	10.6			9.3			6.2			-37.1				

鉛Zスコア散布図



カドミウムZスコア散布図

