

平成27年度精度管理結果報告書

(鉛、カドミウム)

平成28年2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27年11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	1	JIS K 0102 55.17レム原子吸光法	1
2	JIS K 0102 54.2電気加熱原子吸光法	2	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	13	JIS K 0102 55.3ICP発光分光分析法	11
4	JIS K 0102 54.4ICP質量分析法	10	JIS K 0102 55.4ICP質量分析法	10
5	その他	0	その他	0
	参加事業所数	26	参加事業所数	26

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	0	DDTC溶媒抽出	0
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)	2	キレート樹脂による分離濃縮(固相抽出)	2
4	APDC-HMA・HMDC溶媒抽出	1	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)	24
6	その他	0	その他	0
	参加事業所数	26	参加事業所数	26

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	26	26	26	26
最大値(mg/L)	0.010	0.010	0.0017	0.0022
最小値(mg/L)	0.0042	0.0050	0.0011	0.0014
変動係数(%)	8.6%	5.6%	3.7%	7.8%
中央値(mg/L)	0.0073	0.0089	0.0015	0.0019

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$	20	18	17	24
$2 < Z < 3$	3	2	2	2
$3 \leq Z $	3	6	7	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$	18	22	22	14
$2 < Z < 3$	8	3	1	0
$3 \leq Z $	0	1	3	12

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0.009mg/Lで調整した。試料Aは範囲0.0042～0.010mg/L、変動係数8.6%、試料Bは範囲0.0011～0.017mg/L、変動係数3.7%であった。中央値は試料Aが0.0073mg/L、試料Bが0.0089mg/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26社中20社、試料Bは26社中18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ではフレイム原子吸光法で1社、フレイム原子吸光法で1社、ICP発光分光分析法で4社、試料Bではフレイム原子吸光法で1社、フレイム原子吸光法で3社、ICP発光分光分析法で4社という結果であった。ICP質量分析法では全て満足であった。

(カドミウム)

濃度は試料Aが0.0015mg/L、試料Bが0.0020mg/Lで調整した。試料Aは範囲0.0011～0.0017mg/L、変動係数3.7%、試料Bは範囲0.0014～0.0022mg/L、変動係数7.8%であった。中央値は試料Aが0.0015mg/L、試料Bが0.0019mg/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26社中18社、試料Bは26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ではフレイム原子吸光法で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ではフレイム原子吸光法で1社、電気加熱原子吸光法で1社という結果であった。Zスコアが概ね1以内の結果が多かった。

(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レイム原子吸光法が厳しく、値が外れるところがあった。

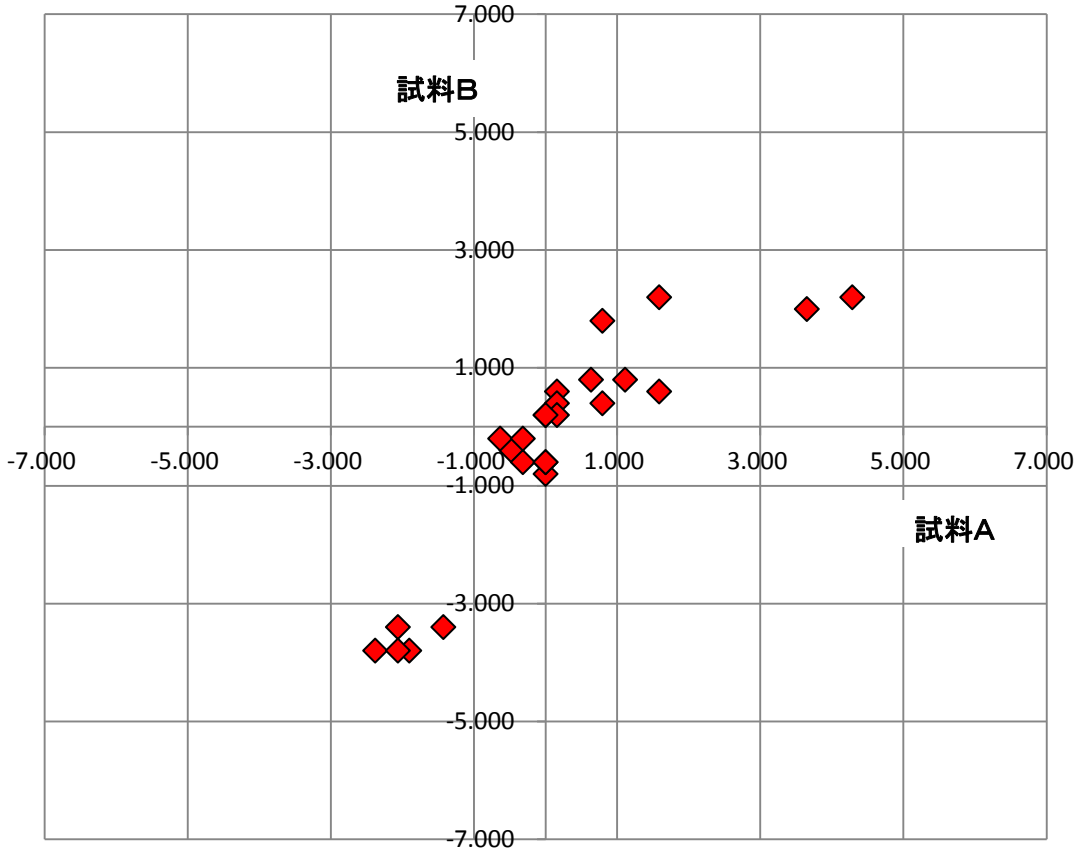
表1. 鉛の測定値とZスコア

試料 番号	試料A(低濃度)			試料B(高濃度)			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		
17	0.0058	2	-2.381	0.0070	2	-3.797	0.0128	2	-3.491	0.0012	9	-0.208	3	5
13	0.0070	8	-0.476	0.0087	11	-0.400	0.0157	7	-0.423	0.0017	18	0.830	4	5
12	0.0083	23	1.587	0.0100	25	2.198	0.0183	24	2.328	0.0017	21	0.830	2	5
14	0.0080	22	1.111	0.0093	21	0.799	0.0173	21	1.270	0.0013	11	0.000	3	5
28	0.0077	19	0.635	0.0093	21	0.799	0.0170	20	0.952	0.0016	16	0.623	3	4
1	0.0073	11	0.000	0.0085	7	-0.799	0.0158	10	-0.317	0.0012	9	-0.208	3	5
30	0.0060	3	-2.063	0.0072	5	-3.397	0.0132	5	-3.068	0.0012	8	-0.208	1	5
20	0.0061	5	-1.904	0.0070	2	-3.797	0.0131	4	-3.174	0.0009	5	-0.830	2	5
22	0.0064	6	-1.428	0.0072	5	-3.397	0.0136	6	-2.645	0.0008	3	-1.038	3	5
6	0.0100	26	4.285	0.0100	25	2.198	0.0200	26	4.126	0.0000	1	-2.698	3	5
2	0.0078	20	0.794	0.0091	17	0.400	0.0169	19	0.846	0.0013	14	0.000	4	5
21	0.0073	11	0.000	0.0090	14	0.200	0.0163	14	0.212	0.0017	18	0.830	4	5
7	0.0074	16	0.159	0.0092	19	0.600	0.0166	18	0.529	0.0018	24	1.038	4	5
10	0.0074	16	0.159	0.0091	17	0.400	0.0165	17	0.423	0.0017	21	0.830	4	5
25	0.0071	9	-0.317	0.0086	8	-0.600	0.0157	7	-0.423	0.0015	15	0.415	4	5
3	0.0073	11	0.000	0.0086	8	-0.600	0.0159	11	-0.212	0.0013	12	0.000	3	5
19	0.0083	23	1.587	0.0092	19	0.600	0.0175	22	1.481	0.0009	5	-0.830	3	3
29	0.0096	25	3.650	0.0099	24	1.998	0.0195	25	3.597	0.0003	2	-2.075	3	5
18	0.0074	16	0.159	0.0090	14	0.200	0.0164	16	0.317	0.0016	16	0.623	4	5
24	0.0073	11	0.000	0.0086	8	-0.600	0.0159	11	-0.212	0.0013	12	0.000	3	5
9	0.0078	20	0.794	0.0098	23	1.799	0.0176	23	1.587	0.0020	26	1.453	4	5
4	0.0069	7	-0.635	0.0088	12	-0.200	0.0157	7	-0.423	0.0019	25	1.245	3	5
27	0.0042	1	-4.920	0.0050	1	-7.794	0.0092	1	-7.300	0.0008	4	-1.038	2	5
5	0.0073	11	0.000	0.0090	14	0.200	0.0163	14	0.212	0.0017	18	0.830	4	5
23	0.0060	3	-2.063	0.0070	2	-3.797	0.0130	3	-3.280	0.0010	7	-0.623	3	3
15	0.0071	9	-0.317	0.0088	12	-0.200	0.0159	11	-0.212	0.0017	21	0.830	4	5
Q ₁	0.0069			0.0085			0.0157			0.0011				
Q ₂	0.0073			0.0089			0.0161			0.0013				
Q ₃	0.0078			0.0092			0.0170			0.0017				
IQR	0.0009			0.0007			0.0013			0.0006				
IQR × 0.7413	0.0006			0.0005			0.0009			0.0005				
変動係 数%	8.6			5.6			5.9			37.1				

表2. カドミウムの測定値とZスコア

試料 番号	試料A(低濃度)			試料B(高濃度)			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		
17	0.0017	22	3.597	0.0020	18	0.674	0.0037	22	1.472	0.00030	5	-4.497	3	5
13	0.0014	4	-1.799	0.0018	4	-0.674	0.0032	4	-0.981	0.00040	7	0.000	4	5
12	0.0017	22	3.597	0.0021	24	1.349	0.0038	24	1.962	0.00040	7	0.000	2	5
14	0.0015	8	0.000	0.0019	11	0.000	0.0034	10	0.000	0.00040	7	0.000	3	5
28	0.0015	8	0.000	0.0020	18	0.674	0.0035	18	0.491	0.00050	21	4.497	2	5
1	0.0015	8	0.000	0.0018	4	-0.674	0.0033	8	-0.491	0.00030	2	-4.497	3	5
30	0.0016	21	1.799	0.0018	4	-0.674	0.0034	10	0.000	0.00020	1	-8.993	1	5
20	0.0017	22	3.597	0.0022	26	2.023	0.0039	26	2.453	0.00050	26	4.497	2	5
22	0.0011	1	-7.195	0.0015	2	-2.698	0.0026	2	-3.924	0.00044	20	1.799	3	5
6	0.0015	8	0.000	0.0019	11	0.000	0.0034	10	0.000	0.00040	7	0.000	3	5
2	0.0015	8	0.000	0.0019	11	0.000	0.0034	10	0.000	0.00040	7	0.000	4	5
21	0.0014	4	-1.799	0.0018	4	-0.674	0.0032	4	-0.981	0.00040	7	0.000	4	5
7	0.0015	8	0.000	0.0020	18	0.674	0.0035	18	0.491	0.00050	21	4.497	4	5
10	0.0015	8	0.000	0.0019	11	0.000	0.0034	10	0.000	0.00040	7	0.000	4	5
25	0.0014	4	-1.799	0.0018	4	-0.674	0.0032	4	-0.981	0.00040	7	0.000	4	5
3	0.0015	8	0.000	0.0018	4	-0.674	0.0033	8	-0.491	0.00030	2	-4.497	3	5
19	0.0015	8	0.000	0.0019	11	0.000	0.0034	10	0.000	0.00040	7	0.000	3	3
29	0.0017	22	3.597	0.0020	18	0.674	0.0037	22	1.472	0.00030	5	-4.497	3	5
18	0.0015	8	0.000	0.0019	11	0.000	0.0034	10	0.000	0.00040	7	0.000	4	5
24	0.0015	8	0.000	0.0020	18	0.674	0.0035	18	0.491	0.00050	21	4.497	3	5
9	0.0015	8	0.000	0.0020	18	0.674	0.0035	18	0.491	0.00050	21	4.497	4	5
4	0.0014	4	-1.799	0.0018	4	-0.674	0.0032	4	-0.981	0.00040	7	0.000	3	5
27	0.0011	1	-7.195	0.0016	3	-2.023	0.0027	3	-3.434	0.00050	21	4.497	2	5
5	0.0017	22	3.597	0.0021	24	1.349	0.0038	24	1.962	0.00040	7	0.000	4	5
23	0.0011	1	-7.195	0.0014	1	-3.372	0.0025	1	-4.415	0.00030	2	-4.497	3	3
15	0.0015	8	0.000	0.0019	11	0.000	0.0034	10	0.000	0.00040	7	0.000	4	5
Q ₁	0.00143			0.0018			0.0032			0.00040				
Q ₂	0.00150			0.0019			0.0034			0.00040				
Q ₃	0.00150			0.0020			0.0035			0.00043				
IQR	0.00008			0.00020			0.00028			0.00003				
IQR × 0.7413	0.00006			0.00015			0.00020			0.00002				
変動係 数%	3.7			7.8			6.0			5.56				

鉛Zスコア散布図



カドミウムZスコア散布図

