

# 平成28年度精度管理結果報告書

(鉛、カドミウム)

平成29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28年11月

2. 参加事業所数

23事業所

3. 配布試料

工場排水を想定し、鉛、カドミウムともに0.1mg/L以下の濃度で調整した。

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レーム原子吸光法	3	JIS K 0102 55.17レーム原子吸光法	3
2	JIS K 0102 54.2電気加熱原子吸光法	1	JIS K 0102 55.2電気加熱原子吸光法	1
3	JIS K 0102 54.3ICP発光分光分析法	9	JIS K 0102 55.3ICP発光分光分析法	9
4	JIS K 0102 54.4ICP質量分析法	9	JIS K 0102 55.4ICP質量分析法	9
5	その他	1	その他	1
	参加事業所数	23	参加事業所数	23

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	2	DDTC溶媒抽出	2
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)	0	キレート樹脂による分離濃縮(固相抽出)	0
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)	20	実施なし(JIS K 0102 5.5による前)	20
6	その他	1	その他	1
	参加事業所数	23	参加事業所数	23

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	23	23	23	23
最大値(mg/L)	0.0478	0.0690	0.0230	0.0339
最小値(mg/L)	0.0350	0.0506	0.0167	0.0234
ロバストな変動係数	6.4%	5.0%	6.9%	3.8%
中央値(mg/L)	0.0420	0.0601	0.0205	0.0300

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	20	21	20
$2 <  Z  < 3$	3	2	2	1
$3 \leq  Z $	0	1	0	2

#### ☆ 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$	19	16	20	21
$2 <  Z  < 3$	4	2	1	2
$3 \leq  Z $	0	5	0	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0.04mg/L、試料Bが0.06mg/Lで調整した。試料Aは範囲0.0350～0.0478mg/L、変動係数6.4%、試料Bは範囲0.0506～0.0690mg/L、変動係数5.0%であった。中央値は試料Aが0.0420mg/L、試料Bが0.0601mg/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23社中20社、試料Bは26社中20社であった。「疑わしい」及び「不満足」の内訳を分析方法別でみると、試料Aではフリューム原子吸光法で1社、ICP発光分光分析法で2社、試料Bではフリューム原子吸光法で2社、ICP発光分光分析法で1社という結果であった。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0.02mg/L、試料Bが0.03mg/Lで調整した。試料Aは範囲0.0167～0.0230mg/L、変動係数6.9%、試料Bは範囲0.0234～0.0339mg/L、変動係数3.8%であった。中央値は試料Aが0.0205mg/L、試料Bが0.0300mg/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23社中19社、試料Bは23社中16社であった。「疑わしい」及び「不満足」の内訳を分析方法別でみると、試料Aではフリューム原子吸光法で1社、電気加熱原子吸光法で1社、ICP発光分光分析法で1社、ICP質量分析法で1社、試料Bではフリューム原子吸光法で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3社という結果であった。

##### (全体を通して)

今回の試料は前回2回の環境水想定に対し排水想定を試料であったが、まずまずの結果であったと思われる。鉛、カドミウム等の重金属については普段あまり分析をしていない事業所もあり、参加事業所数としては低調であった。

また、「疑わしい」及び「不満足」があった事業所については情報収集を行い、協会内で情報交換をし、精度向上をしていきたいと考える。

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		
1	0.0400	7	-0.739	0.0690	23	2.964	0.1090	24	1.293	0.0290	25	5.746	1	1
27	0.0434	18	0.517	0.0628	20	0.899	0.1062	22	0.768	0.0194	21	0.949	4	5
35	0.0436	20	0.591	0.0568	4	-1.099	0.1004	11	-0.319	0.0132	3	-2.148	3	5
14	0.0407	8	-0.480	0.0569	5	-1.066	0.0976	8	-0.843	0.0162	7	-0.650	3	5
16	0.0422	13	0.074	0.0602	13	0.033	0.1024	15	0.056	0.0180	14	0.250	4	5
20	0.0424	14	0.148	0.0604	14	0.100	0.1028	16	0.131	0.0180	15	0.250	4	5
8	0.0420	12	0.000	0.0601	12	0.000	0.1021	13	0.000	0.0181	16	0.300	5	6
32	0.0432	16	0.444	0.0589	9	-0.400	0.1021	13	0.000	0.0157	6	-0.899	4	5
5	0.0435	19	0.554	0.0640	21	1.299	0.1075	23	1.012	0.0205	22	1.499	4	5
2	0.0407	8	-0.480	0.0590	10	-0.366	0.0997	10	-0.450	0.0183	18	0.400	3	5
31	0.0409	10	-0.407	0.0583	7	-0.600	0.0992	9	-0.543	0.0174	12	-0.050	4	5
10	0.0443	21	0.850	0.0618	18	0.566	0.1061	21	0.749	0.0175	13	0.000	1	1
15	0.0350	1	-2.587	0.0515	2	-2.865	0.0865	4	-2.923	0.0165	8	-0.500	1	5
28	0.0444	22	0.887	0.0614	16	0.433	0.1058	20	0.693	0.0170	9	-0.250	3	5
21	0.0427	15	0.259	0.0617	17	0.533	0.1044	18	0.431	0.0190	20	0.749	4	5
11	0.0392	5	-1.035	0.0646	22	1.499	0.1038	17	0.319	0.0254	24	3.947	3	5
17	0.0478	23	2.144	0.0621	19	0.666	0.1099	25	1.461	0.0143	4	-1.599	3	5
13	0.0417	11	-0.111	0.0587	8	-0.466	0.1004	11	-0.319	0.0170	9	-0.250	4	5
25	0.0432	16	0.444	0.0613	15	0.400	0.1045	19	0.450	0.0181	16	0.300	4	5
9	0.0356	2	-2.365	0.0506	1	-3.164	0.0862	3	-2.979	0.0150	5	-1.249	3	5
3	0.0383	4	-1.367	0.0590	10	-0.366	0.0973	7	-0.899	0.0207	23	1.599	3	5
29	0.0393	6	-0.998	0.0565	3	-1.199	0.0958	6	-1.180	0.0172	11	-0.150	3	5
22	0.0382	3	-1.404	0.0571	6	-0.999	0.0953	5	-1.274	0.0189	19	0.699	2	5
Q1	0.0397			0.0577			0.0973			0.0162			2	
Q2	0.0420			0.0601			0.1021			0.0175				
Q3	0.0433			0.0618			0.1045			0.0189				
IQR	0.0037			0.0041			0.0072			0.0027				
IQR × 0.7413	0.0027			0.0030			0.0053			0.0020				
変動係 数%	0.064			0.050			0.052			0.114				

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
	No	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		
1	0.0180	5	-1.775	0.0300	11	0.000	0.0480	8	-0.549	0.0120	25	2.594	1	1
27	0.0207	14	0.142	0.0302	13	0.174	0.0509	16	0.114	0.0095	13	0.000	4	5
35	0.0198	8	-0.497	0.0290	6	-0.870	0.0488	10	-0.366	0.0092	9	-0.311	3	5
14	0.0210	19	0.355	0.0303	14	0.261	0.0513	19	0.206	0.0093	12	-0.208	3	5
16	0.0199	9	-0.426	0.0300	11	0.000	0.0499	12	-0.114	0.0101	19	0.623	4	5
20	0.0230	23	1.775	0.0339	23	3.394	0.0569	25	1.486	0.0109	23	1.453	4	5
8	0.0203	10	-0.142	0.0305	17	0.435	0.0508	15	0.091	0.0102	20	0.726	5	6
32	0.0203	10	-0.142	0.0295	8	-0.435	0.0498	11	-0.137	0.0092	9	-0.311	4	5
5	0.0212	20	0.497	0.0323	22	2.002	0.0535	24	0.709	0.0111	24	1.660	4	5
2	0.0215	22	0.710	0.0319	21	1.654	0.0534	23	0.686	0.0104	22	0.934	3	5
31	0.0173	3	-2.272	0.0256	3	-3.829	0.0429	5	-1.715	0.0083	5	-1.245	4	5
10	0.0205	12	0.000	0.0304	15	0.348	0.0509	16	0.114	0.0099	16	0.415	1	5
15	0.0167	1	-2.698	0.0234	1	-5.744	0.0401	3	-2.355	0.0067	3	-2.905	1	1
28	0.0206	13	0.071	0.0298	10	-0.174	0.0504	13	0.000	0.0092	9	-0.311	3	5
21	0.0208	16	0.213	0.0308	18	0.696	0.0516	20	0.274	0.0100	17	0.519	4	5
11	0.0208	16	0.213	0.0308	18	0.696	0.0516	20	0.274	0.0100	17	0.519	3	5
17	0.0209	18	0.284	0.0296	9	-0.348	0.0505	14	0.023	0.0087	6	-0.830	3	5
13	0.0207	14	0.142	0.0304	15	0.348	0.0511	18	0.160	0.0097	15	0.208	4	5
25	0.0213	21	0.568	0.0316	20	1.392	0.0529	22	0.572	0.0103	21	0.830	4	5
9	0.0169	2	-2.556	0.0250	2	-4.352	0.0419	4	-1.943	0.0081	4	-1.453	3	5
3	0.0196	7	-0.639	0.0292	7	-0.696	0.0488	9	-0.366	0.0096	14	0.104	3	5
29	0.0183	6	-1.562	0.0271	5	-2.524	0.0454	7	-1.143	0.0088	7	-0.726	3	5
22	0.0173	3	-2.272	0.0264	4	-3.133	0.0437	6	-1.532	0.0091	8	-0.415	2	5
Q1	0.01895			0.0291			0.0454			0.00880				
Q2	0.02050			0.0300			0.0504			0.00950				
Q3	0.02085			0.0307			0.0513			0.01010				
IQR	0.00190			0.00155			0.00590			0.00130				
IQR× 0.7413	0.00141			0.00115			0.00437			0.00096				
変動 係数%	0.069			0.038			0.087			0.101				

