

分析値自己管理会〔SELF 通知表〕  
平成24年度：マンガン， 塩化物イオン， バナジウム，  
全硬度の分析結果  
(参加会員の分析値自己管理・診断・評価のために)

SELF 委員会

1. はじめに

SELF [セルフ]《分析値自己管理会 “Analytical Data Self Control Member”》は、参加された事業所が自ら「診断・評価」を行って頂く、当協会独自のシステムです。SELFは日常業務に支障にならないよう、実施の方法は、参加事業所の独自計画(人・時間・方法等)によります。

システムの目的は、配布された試料によって分析者の技量把握や技術の向上、他の事業所との分析レベルの把握と情報提供です。

SELFは、当委員会で分析項目を検討し、調製した試料を年4回配布します。その後、公開した調製濃度、液性、共存塩類等を基に、参加者自ら算出した分析値の『診断』をして頂きます。

年度末には『通知表』を参加事業所に送付し、分析値を報告して頂いております。報告は義務化しておりませんが、平成24年度は、多くの事業所から報告して頂きました。報告して頂いた事業所には「参加証」をお送りし、本誌にて参加された事業所を公表しております。

参加された事業所の自己診断のため、報告値を基に平成24年度の結果を以下にまとめました。各事業所での分析値の診断にご利用ください。

2. 報告結果の概要(第111回～第114回)

平成24年度は、マンガン(Mn)，塩化物イオン(Cl)，バナジウム(V)及び全硬度(THd)を実施しました。

表1に示すとおり、SELFは多くの事業所で『精度管理』に利用されています。分析者の技量の把握や技術向上のほか、「新人教育」を目的に活用されています。『SELF』は、「技能試験」や「外部精度管理調査」とは異なり、事業所の自由裁量で色々な目的に利用して頂

表1 SELFの利用法

利 用 法	事 業 所 数	報 告 事 業 所 の 回 答 数
精度管理	249	75.7%
新人教育	72	21.9%
その他	8	2.4%

くために考案した「システム」です。システムの目的に掲げるよう、分析値が予想外の値になったときこそ、『自己診断』を行ってください。

以下では、報告値を基に、各事業所で「分析値の自己評価」を行うために必要なデータを項目別にまとめました。

まずは、四項目の中央値(メジアン)に対して±10%の範囲にある報告値の割合(比率)を集計してみました。表2に示すように、MnとClが洞率で最も良く、続いてVとなり、THdが少しばらく結果になりました。明らかに計算間違い(桁違い)と思われるミスもありましたが、全体としては良好な結果ではないでしょうか。

中央値から外れる要因は、共存成分、調製濃度、測定の経験度に由来することが考えられますが、『事業所特有の原因』もあります。各事業所で診断してみてください。  
2.1. マンガン《Mn》(第111回)

Mnは、SELFで多く採用している項目です。1985(昭和60)年度に初めて採用した後、1987年、1989年、1991年、1996、2003(平成15)年度に配布し、今回で七回目です。配布試料は、以下の手順で調製しました。

- ・調製濃度；5 mg Mn/L
- ・共存成分；0.1g NaCl/L, 0.1g KCl/L, 約2 mg Fe/L
- ・液性；硝酸酸性(約0.09mol/L), 塩酸痕跡程度、約100mg Cl/L
- ・作成手順；下記の①～⑤を純水32Lに溶解し、良く

表2 中央値(メジアン)±10%の報告値の比率

項目	調製値	報告数	中央値	比率
マンガン(Mn)	5mgMn/L	254	4.98mgMn/L	97.2%
塩化物イオン(Cl)	530mgCl/L	252	529.6mgCl/L	97.2%
バナジウム(V)	1.7mgV/L	221	1.67mgV/L	87.8%
全硬度(THd)*	43mgCaCO <sub>3</sub> /L	247	42.6mgCaCO <sub>3</sub> /L	83.8%

\*印 ; 調製値は SELF 委員会の測定値

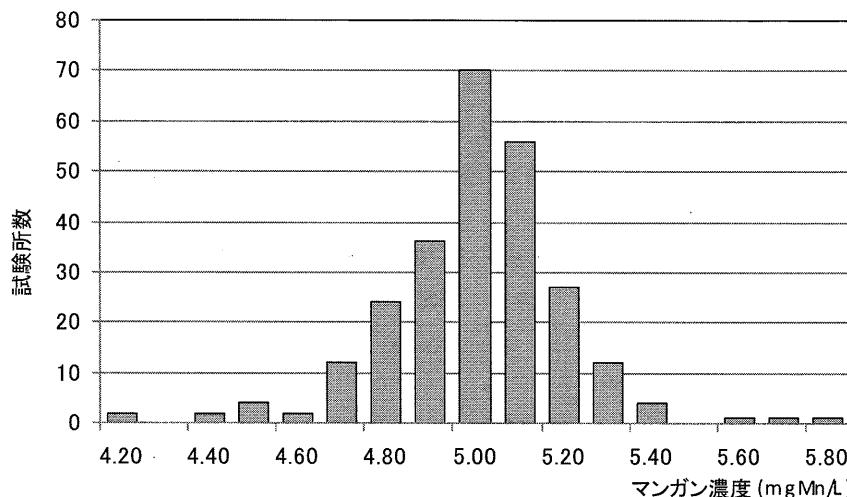


図1 マンガンの測定結果頻度分布

表3 測定方法(Mn)

方 法	報告数	比 率	最高値	最低値	平均値	$3 \leq  Z $
① ABS	1	0.4%	5.00	5.00	5.00	0
② F-AAS	62	24.4%	5.37	4.61	5.03	0
③ Et-AAS	4	1.6%	4.95	4.54	4.80	0
④ ICP-AES	144	56.7%	5.67	2.56	4.91	7
⑤ ICP-MS	43	16.9%	5.71	4.47	5.03	3

攪拌する。

- ① マンガン溶液(関東化学株)原子吸光分析用  
1000mg/L標準溶液)160mL
  - ② 鉄粉0.074gを微量HClと5mL硝酸で溶解
  - ③ NaCl(関東化学株)残留農薬試験用)3.2g
  - ④ KCl(和光純薬工業株試薬特級)3.2g
  - ⑤ 60%硝酸(関東化学株試薬特級)200mL
- 基本統計量は以下のとおりです。

- ・参加数(配布数)；385
- ・配布年月；2012年5月
- ・データ数(報告数)；254
- ・報告率(データ数/参加数)；65.9%
- ・調製値；5 mg Mn/L
- ・平均値；4.95mg Mn/L
- ・最大値；5.71mg Mn/L ・最小値；2.56mg Mn/L
- ・標準偏差[ $\sigma$ ]；0.256 ・変動係数[CV%]；5.2%
- ・第1四分位数[Q<sub>1</sub>]；4.86mg Mn/L

- ・中央値[メジアン][Q<sub>2</sub>]；4.98mg Mn/L
- ・第3四分位数[Q<sub>3</sub>]；5.08mg Mn/L
- ・四分位数範囲[IQR][Q<sub>3</sub>-Q<sub>1</sub>]；0.22mg Mn/L
- ・正規四分位数範囲[S](IQR×0.7413)；0.163mg Mn/L
- ・ロバストな変動係数[(IQR×0.7413/Q<sub>2</sub>)×100]；3.275

表1及び図1に示すとおり、多くの事業所が調製濃度付近の数値を報告し、変動係数も低値で良好な項目でした。ただ、若干気になる点が最大値と最小値にあります。中央値に対して254の事業所中「252」が15%以内の結果でした。最大値は、中央値の15%だけ高い値で満足できる結果と思いました。一方、最小値は中央値の二分の一です。偶然や系統的な誤差とは考え難い結果に思われます。金属の測定では、酸処理(分解)後、酸濃度を一定にしつつ定容し、分析します。従って、濃縮と希釈を伴います。その際、濃縮と希釈倍率による計算ミスを犯しやすい傾向があります。今回の報告値が計算ミスかは否かの確認はしていませんが、精度管理調査を行うと必ず起

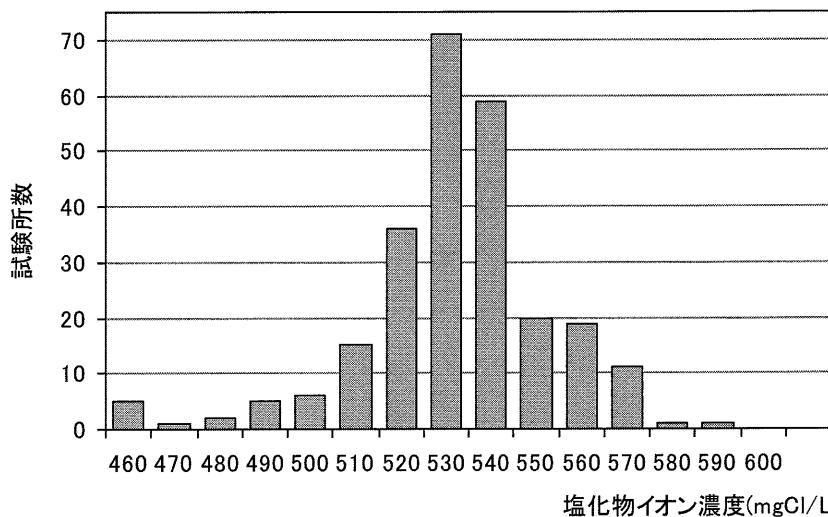


図2 塩化物イオンの測定結果頻度分布

表4 測定方法(Cl)

方 法	報告数	比 率	最高値	最低値	平均値	$3 \leq  Z $
① Tit	41	16.3%	570	414	535	7
② ISE	4	1.6%	540	520	529	0
③ ABS	3	1.2%	559	506	532	0
④ IC	202	80.2%	589	5.1	521	16
⑤ その他	2	0.8%	533	530	532	0

こるミスです。試料(検水)量、濃縮や希釈量を記録してください。特に、日常業務と違う濃縮と希釈する場合、その記録が品質管理者の確認(データ点検)に役に立ちます。

測定方法は、以下の五法を採用した結果となりました。

- ① 吸光度法(ABS)
- ② フレーム原子吸光法(F-AAS)
- ③ 電気加熱原子吸光法(Et-AAS)
- ④ 誘導結合プラズマ発光分光分析法(ICP-AES)
- ⑤ 誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)

表3に示すとおり、多くの事業所がICP-AES又はF-AASを採用しています。

多くの事業所が『調製値付近の値』を報告し、良好な結果です。良好な結果なので、調製値から外れた値が気になります。外れた値は、全データをZスコアで評価した場合の $3 \leq |Z|$ 、即ち「不満足」の値が表3に示すように、ICPのみで見受けられます。報告数の差異によって一概に比較できないとは思いますが、汎用機種となったICPで「外れ値」をご報告頂いた事業所では、「失敗から学ぶ」によって是正をお願いします。また、この傾向は、満足する結果をご報告して頂いた事業所も注目してください。

AASやICP分析が主流の時代、ABS法でご報告して頂いた機関が1機関あります。測定法は、JIS K 0102

以外の方法を用いた機関です。諸般のご事情もあると推察されますが、結果も良好で、『匠』の測定技術に感心しました。

## 2.2. 塩化物イオン(Cl)(第112回)

これまでにClは、第42回(1994年度)と第81回(2004年度)に実施しました。今回で3回目になります。SELFでは多くの配布試料に『共存物質』として添加し、数%の濃度で添加したこともある物質ですが、今回は測定対象です。以下の手順で調製し配布しました。

- ・調製濃度；530mg Cl/L
- ・共存成分；1300mg NO<sub>3</sub>/L, 2000mg SO<sub>4</sub>/L, 340mg Na/L, 850mg K/L, 500mg Mg/L
- ・作成手順；下記の①～③を純水で溶解後、混合し32Lに定容。それぞれの試薬は、加熱乾燥の操作は行わず、試薬瓶から直接採取したものを使用。
  - ① NaCl(関東化学(株)特級) 28.0g
  - ② KNO<sub>3</sub>(関東化学(株)鹿1級) 70.0g
  - ③ MgSO<sub>4</sub> [無水] (純正化学(株)特級) 80.0g
- ・基本統計量は、以下のとおりです。
- ・参加数(配布数)；383
- ・配布年月；2012年8月
- ・データ数(報告数)；252
- ・報告率(データ数/参加数)；65.8%
- ・調製値；530mg Cl/L

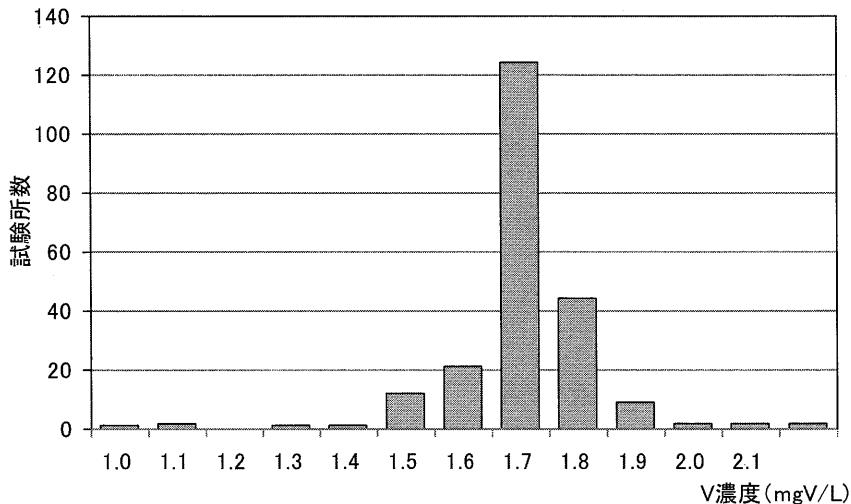


図3 バナジウムの測定結果頻度分布

- ・平均値；524mg Cl/L
  - ・最大値；589mg Cl/L 　・最小値；5.1mg Cl/L
  - ・標準偏差[ $\sigma$ ]；51.4 　・変動係数[CV%]；9.8%
  - ・第1四分位数[ $Q_1$ ]；520mg Cl/L
  - ・中央値(メジアン)[ $Q_2$ ]；530mg Cl/L
  - ・第3四分位数[ $Q_3$ ]；535mg Cl/L
  - ・四分位数範囲[IQR][ $Q_3-Q_1$ ]；15.1mg Cl/L
  - ・正規四分位数範囲[S](IQR  $\times 0.7413$ )；11.2mg Cl/L
  - ・ロバストな変動係数[(IQR  $\times 0.7413/Q_2$ )  $\times 100$ ]；2.114
- 報告値の濃度分布は図2のとおりです。桁違いと推測される報告値もありましたが、中央値の±10%の範囲(477~583mg Cl/L)の報告値が97%を占め、Mn(第111回)と同様に良好な結果をご報告頂きました。ただ、全データを用いたZスコアで $3 \leq |Z|$ 【不満足】となった結果は、低値側で15、高値側で1データとなり、低値側の結果にやや問題があるように思われます。測定結果(X)と上記基本統計量の“ $Q_2$ ”及び“S”の数値を次式に代入し、各事業所でZスコアを計算してみてください。

$$Z\text{スコア計算式} ; Z = (X - Q_2) / S$$

Zスコアに問題(疑わしい[ $2 < |Z| < 3$ ]又は不満足[ $3 \leq |Z|$ ])がある事業所は、自己診断し“カイゼン”が必要です。

塩化物イオンは、以下の方法で測定が行われました。

- ① 滴定法(Tit)
- ② イオン電極法(ISE)
- ③ 吸光光度法(ABS)
- ④ イオンクロマトグラフ法(IC)
- ⑤ その他(不明等)

測定法別にまとめると表4のようになりました。

80%の機関がIC法を活用しています。最近の傾向を如実に表した結果です。環境関連の公定法からISEや

表5 測定方法(V)

方 法	報告数	比 率
① ABS	3	1.4%
② F-AAS	7	3.2%
③ Et-AAS	11	5.0%
④ ICP-AES	164	74.2%
⑤ ICP-MS	36	16.3%

ABS法が削除されつつある昨今、Tit法も同様な運命を辿るのでしょうか。塩化物イオンのTit法による滴定終点の見極めは熟練を要すると言われます。今回報告して頂いた事業所の六分の一が本法を採用しました。今後、採用率が減少することに杞憂の念を抱きます。日常業務で通常値と異なる結果(異常値)が得られた場合、再分析が必要です。再測定では測定原理の異なる方法による検証が有効で、Tit法も大いに活用できる方法です。Zスコアの不満足( $3 \leq |Z|$ )の割合が他の方法に比べ高いのが気になりますが、Tit法を採用された事業所での測定技術の伝承を願っています。

### 2.3. バナジウム(V)(第113回)

Vは、2001年度(第70回)以来、2回目の採用です。初回は、平成6年の『金属等を含む産業廃棄物に係る判定基準を定める省令(昭和48年総理府令第5号)』の改正によってVが基準項目に追加されたことを考慮し、測定経験を積むことを目的に配布しました。その後日常業務として測定が行われ、多くの分析者が測定を経験した項目です。配布当時、金属の主な分析法は、まだF-AAS法が主流と記憶しています。ただ、原子化温度の高いCr(クロム)やAl(アルミニウム)などと同様、Vは、Et-AASやICP-AESによる測定法を採用した事業所も多くあったのではないかでしょうか。そして現在、金属測定で汎用機種となったと言っても過言ではないICP法の

結果を踏まえ、報告値の集計結果を自己診断に活用してください。配布試料の調製は以下の手順で行いました。

- ・調製濃度；V 1.7mg/L
- ・共存成分；Fe 1 mg/L, Ca 5 mg/L, NaCl110mg/L  
( $\approx$ C16 mg/L)
- ・液性；約 1 mol 硫酸酸性( $H_2SO_4$  (関東化学株特級) [添加量 160mL])
- ・作成手順；下記の①～③を調製後、④を加え、32L に純水で定容。

①  $NH_4VO_3$  (和光純薬工業(株)特級) 0.125g を希硫酸で溶解

② 鉄粉 0.032g を塩酸(1+1)で溶解

③  $CaCO_3$  (純正化学(株)特級) 0.40g を塩酸(1+1)で溶解

④ NaCl(関東化学株特級) 0.32g

基本統計量は、以下のとおりです。

- ・参加数(配布数)；382
- ・配布年月；2012年11月
- ・データ数(報告数)；221
- ・報告率(データ数/参加数)；57.9%
- ・調製値；1.7mg V/L
- ・平均値；1.66mg V/L
- ・最大値；2.13mg V/L ・最小値；0.13mg V/L
- ・標準偏差[ $\sigma$ ]；0.016 ・変動係数[CV%]；9.8%
- ・第1四分位数[ $Q_1$ ]；1.63mg V/L
- ・中央値[メジアン][ $Q_2$ ]；1.67mg V/L
- ・第3四分位数[ $Q_3$ ]；1.71mg V/L
- ・四分位数範囲[IQR][ $Q_3 - Q_1$ ]；0.08mg V/L
- ・正規四分位数範囲[S](IQR  $\times 0.7413$ )；0.0593mg V/L
- ・ロバストな変動係数[(IQR  $\times 0.7413/Q_2$ )  $\times 100$ ]；3.551

V の報告値の濃度分布は、図3のようになりました。Mn と Cl に比べ分布図が異なります。報告値に極端な低値もありましたが、四分位数範囲も小さく、53%の事業所が四分位数範囲となり、良好な結果をご報告頂いた事業所が多くありました。中央値付近の結果が多くあつたことは、中央値に対して  $\pm 7\%$  の結果となつても、Zスコアで評価すると、疑わしい [ $2 < |Z| < 3$ ] 又は不満足 [ $3 \leq |Z|$ ] の結果 (1.55mg V/L 以下, 1.79mg V/L 以上)になります。事業所の技術力の良し悪しが出てしまう項目でしょうか。各事業所でも、この傾向を日常の測定の課題にして診断してみてください。

V は以下の方法で測定が行われ、採用した方法は表5に示すとおりです。

- ① 吸光光度法(ABS)
- ② フレーム原子吸光法(F-AAS)

③ 電気加熱原子吸光法(Et-AAS)

④ 誘導結合プラズマ発光分光分析法(ICP-AES)

⑤ 誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)

90%の事業所が ICP 法を採用した結果になりました。原子化が容易でない元素であるが故に、ICP 法を採用した事業所が多いのでしょうか。ICP 法は、Mn 同様、一斉分析のメリットもあり、また機器の改良も相俟って今後採用率の高くなる分析機器と思います。初回の第70回(平成13年度)SELFで採用された方法は、採用率の高い順に、ICP-AES 法(63.1%), Et-AAS 法(14.8%), F-AAS 法(11.7%), ABS 法(6.9%), ICP-MS 法(3.5%)でした。今回と比較すると、ICP 法が更に多くなり、ABS 法と AAS 法の採用を控える、最近の傾向を表した結果です。当時の JIS K 0102(1998)[工場排水試験方法]に規定されていない ICP-MS を採用した事業所がありました。ただ、初回であったため、測定に苦労した事業所もあったと聞いています。当時の結果は、今回ほど良好な結果ではなかったようです。満足のいかない報告値の中で、ABS 法と Et-AAS 法はまずまずの結果が報告されたようです。『測定経験を積むことを目的』に配布した成果が得られたように思われます。これも参加された事業所の「自己診断」の賜物でしょう。過去の集計結果を本誌(vol.31 No.5 2004)でご確認ください。

#### 2.4. 全硬度(THd)(第114回)

THd は、第65回[2000年度]に1回実施した項目で、V 同様、今回2回目になります。JIS K 0102などの排水に関わる試験法には規定されていません。「水」の品質を見極めるために分析されるため、環境測定分野では馴染みの薄い項目でした。用水や水道検査で実施される項目です。その水道検査は、平成14年「公益法人改革」が閣議決定され、水道検査機関を「指定制」から「登録制」に改正し(施行日；平成16年3月31日)，一定の要件を満たすことによって公益法人以外の法人が検査できるようになりました。その後、多くの環境測定分析機関もこの制度を活用し、水道検査を実施するようになり、硬度も日常業務の一つになつてゐるのではないかでしょうか。有害物質とは異なり、緊迫感のない項目ですが、日常業務での品質管理に活用し、今回の集計結果を技術の向上に役立ててください。

前回は、 $CaCO_3$  と  $MgO$  を少量の塩酸で溶解し、13.2 mg  $CaCO_3$ /L の濃度に調製した試料を配布しました。今回は、環境水(井戸水)に硝酸を添加した試料を配布し、SELF 委員会が分析した結果を目標調製濃度にしました。濃度は以下のとおりです。

配布試料

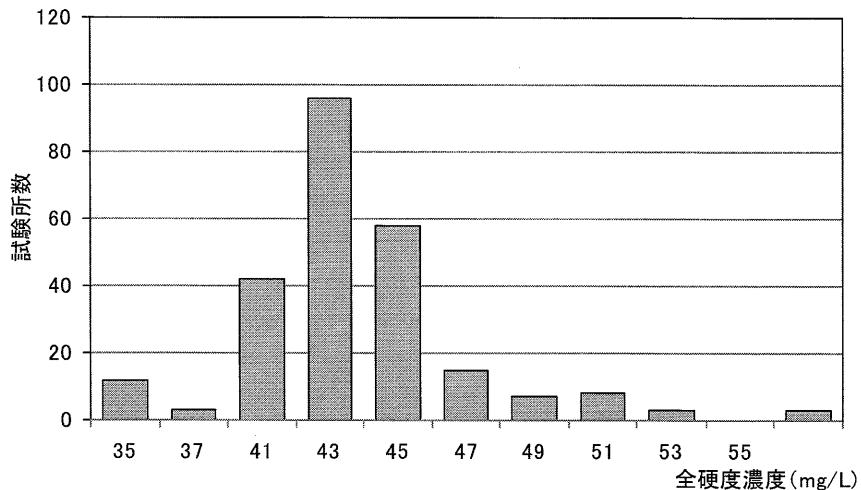


図4 全硬度の測定結果頻度分布

表6 測定方法(THd)

方法	報告数	比率	$2 <  Z  < 3$	$3 \leq  Z $
① Tit	72	28.9%	6	17
② F-AAS	44	17.7%	4	7
③ ICP-AES	89	35.7%	2	4
④ ICP-MS	11	4.4%	0	0
⑤ IC	33	13.3%	0	3

- ・濃度；43mg CaCO<sub>3</sub>/L (SELF 委員会分析値)
- ・マトリックス(母材)；埼玉県さいたま市内の井戸水(自己水源)
- ・液性；約13mmol/L 硝酸酸性(HNO<sub>3</sub>を1mL/Lの割合で添加)
- 調製した物質濃度から計算した理論濃度ではなく、実際の分析値を調製濃度にしたのは、SELFで初めての試みです。その試料の基本統計量は、以下のとおりになりました。
- ・参加数(配布数)；385
- ・配布年月；2013年2月
- ・データ数(報告数)；247
- ・報告率(データ数/参加数)；64.2%
- ・調製値；43mg CaCO<sub>3</sub>/L
- ・平均値；42.6mg CaCO<sub>3</sub>/L
- ・最大値；96.8mg CaCO<sub>3</sub>/L
- ・最小値；7.6mg CaCO<sub>3</sub>/L
- ・標準偏差[ $\sigma$ ]；6.82 ・変動係数[CV%]；16.1%
- ・第1四分位数[Q<sub>1</sub>]；41.2mg CaCO<sub>3</sub>/L
- ・中央値[メジアン][Q<sub>2</sub>]；42.6mg CaCO<sub>3</sub>/L
- ・第3四分位数[Q<sub>3</sub>]；44.0mg CaCO<sub>3</sub>/L
- ・四分位数範囲[IQR][Q<sub>3</sub>−Q<sub>1</sub>]；2.8mg CaCO<sub>3</sub>/L
- ・正規四分位数範囲[S](IQR×0.7413)；2.08mg CaCO<sub>3</sub>/L

・ロバストな変動係数[(IQR×0.7413/Q<sub>2</sub>)×100]；4.872  
THdの報告値の濃度分布は、図4のようになります。  
分布図に示すように、『散発的』ですが、低濃度と高濃度側で「ばらつく」結果となり、四項目中、Zスコア評価で不満足[ $3 \leq |Z|$ ]が多く出現(12.6%)した項目です。因みに、Mnが3.9%，Clは9.5%，Vで10.4%に「不満足」な結果がありました。ただ、疑わしい[ $2 < |Z| < 3$ ]が四項目の中で最少の4.9%です。統計上のマジックも否めませんが、THdは散発的に異常値が発生し易い項目と言えるのではないでしょうか。即ち、THdは、CaとMgの炭酸塩で表記するため、換算係数が大きく、僅かな測定値の差が「大きな差」になります。稚拙なミスを起こさないように、誤計算、希釈や濃縮倍率の補正確認は怠らないでください。

表6に示すようにTHdは以下の方法で測定が行われました。金属測定で活用されている電気加熱原子吸光法(Et-AAS)を採用した事業所がないこと、前回に比べICの採用が大幅に増加したこと特徴です。過去との比較は、本誌(vol.29 No.5 2002)をご参照ください。

- ① 滴定法(Tit)
- ② フレーム原子吸光法(F-AAS)
- ③ 誘導結合プラズマ発光分光分析法(ICP-AES)
- ④ 誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)
- ⑤ イオンクロマトグラフ法(IC)

表7 保有する分析機器名

保有する分析機器名	事業所数	保有率(%)
分光光度計(紫外又は可視)	244	96.8%
赤外線分光光度計(分散型)	19	7.5%
フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)	65	25.8%
フレーム原子吸光光度計	218	86.5%
電気加熱原子吸光光度計	162	64.3%
冷蒸気原子吸光分析装置(水銀分析計)	192	76.2%
誘導結合プラズマ発光分光分析装置(ICP-AES)	195	77.4%
誘導結合プラズマ質量分析装置(ICP-MS)	125	49.6%
ガスクロマトグラフ(GC[ECD,FID,TCD又はNPD])	240	95.2%
ガスクロマトグラフ質量分析装置《四重極型(Q-MS)》	210	83.3%
ガスクロマトグラフ質量分析装置《磁場偏向型[二重収束型を含む](M-MS)》	47	18.7%
ガスクロマトグラフ質量分析装置《イオントラップ型(IT-MS)》	28	11.1%
ガスクロマトグラフ質量分析装置《飛行時間型(TOF-MS)》	7	2.8%
ガスクロマトグラフ質量分析装置《タンデム型(MS/MS)》	20	7.9%
イオンクロマトグラフ(IC)	241	95.6%
流れ分析装置(FIA又はCFA)	88	34.9%
高速液体クロマトグラフ質量分析装置《四重極型(Q-MS)》	39	15.5%
高速液体クロマトグラフ質量分析装置《磁場偏向型[二重収束型を含む](M-MS)》	3	1.2%
高速液体クロマトグラフ質量分析装置《イオントラップ型(IT-MS)》	5	2.0%
高速液体クロマトグラフ質量分析装置《飛行時間型(TOF-MS)》	3	1.2%
高速液体クロマトグラフ質量分析装置《タンデム型(MS/MS)》	37	14.7%
X線回析分析装置	84	33.3%
電子線マイクロアナライザー	23	9.1%
位相差・分散顕微鏡	127	50.4%
透過型電子顕微鏡(TEM)	6	2.4%
走査型電子顕微鏡(SEM)	54	21.4%
Ge半導体放射線検出装置	45	17.9%

表6には疑わしい[ $2 < |Z| < 3$ ]及び不満足[ $3 \leq |Z|$ ]の報告数も列記しました。Tit法の不満足数と中央値に對して高い結果が多かったのが気になります。配布した試料の液性は、硝酸酸性です。水道検査で用いられている公定法の平成15年厚生労働省告示第261号(水道検査告示法)では、速やかに試験することが原則ですが、AAS法及びICP法は試料1Lに硝酸10mLを添加し、2週間以内に試験することができます。一方、Tit法とIC法は採取試料を無処理の状態で72時間以内に試験しなければなりません。即ち、水道検査告示法のTit法は、ほぼ中性の試料を滴定します。今回のように硝酸酸性でTit法を用いた場合、滴定の終点の見極めの問題も発生するのではないかでしょうか。Tit法を採用した事業所は、自己診断が必要かもしれません。測定では、試料採取後の保存方法にも注意が必要です。

### 3. アンケート結果

今回報告して頂く際、アンケートを実施しました。こ

の場をお借りしてお礼を申し上げます。その結果をご紹介します。まずは各項目で採用した試験方法名です。JIS K 0102、他のJIS、上水試験方法又は厚労省告示第261号(水道検査法)、下水試験方法、衛生試験法・注解、その他を選択肢にして回答して頂きました。その結果、多くの事業所がJIS法を採用しています。「衛生試験法・注解」と回答した事業所は皆無、下水試験方法をClで5事業所、THdで1事業所が採用した結果でした。一方、ClとTHdは、水道検査法を採用した機関が多く、特にTHdはJISの採用率よりも高い結果でした。採用されなかった「衛生試験法・注解」と「下水試験方法」は、測定の原理や注意点が詳述されています。採用していないても参考本として活用し、技術向上に役立ててください。

分析機器も日進月歩で、環境測定にも新たな機器を導入することが多くなったように感じられます。直鎖アルキルベンゼンスルホン酸及びその塩(LAS)で採用され

た“高速液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計(LC/MS/MS)”も典型的な例ではないでしょうか。農薬分析で活用されている機種ですが、環境基準として常時監視する項目として、常備しなければならない機器です。このような状況のもと、今回、各事業所ではどのような機器を保有しているかをお聞きしました。結果は表7のとおりです。各機器の保有率も今後増加していくと思われます。現状の機器整備状況との比較にご活用ください。

アンケートでは、SELFに対するご意見も頂戴しました。頂いたご意見は、①調製濃度の早期公開、②試料の增量、③対象項目の増加、④複数の濃度の試料配布などです。

調製濃度の早期公開や解説文の遅れなど、ご意見にお詫びする事が多くあります。真摯に取り組まなければならぬご意見と感じます。「今後も利用したい」とのご意見も頂いており、迅速な報告を心掛けてまいります。これからもSELFご支援のほどよろしくお願い申し上げます。

#### 4. おわりに

多くの技能試験が実施され、評価値の“Zスコア”を気にする事業所が多くなっています。今回も報告値を統計処理し、統計量から各事業所でZスコアを算出できるように「四分位数」及び「範囲」を記載しました。各事業所で算出し、自己評価してください。

$2 < |Z|$  の結果であれば、分析値に問題があることを前提に測定操作の確認(診断)してください。

Zスコアは、上記2.2.塩化物イオン《Cl》で記述したように  $IQR = Q_3 - Q_1$  を求め、 $S = IQR \times 0.7413$  を計算し、以下の(1)式により求められます。

$$Z = (X - Q_2) / S \quad \dots(1)$$

ここで、X；分析値、 $Q_1$ ；第1四分位数、 $Q_2$ ；第2四分位数(中央値)、 $Q_3$ ；第3四分位数、IQR；四分位数範囲、S；正規四分位数範囲

各項目の基本統計量に“S”的値を記載しております。各事業所の分析値(X)と基本統計量の $Q_2$ 値を用いて $|Z|$ を算出し、評価してみてください。なお、報告されていない事業所も、一つの目安として活用できます。Zスコアの理解には、JEMCAのホームページ(HP)の『技能試験結果の解説』[https://prc.jemca.or.jp/jis\\_q\\_17043.php](https://prc.jemca.or.jp/jis_q_17043.php)が参考になります。是非ご覧ください。

ISO/IEC17025に基づく認定試験所は、ISO/IECガイド43に従う技能試験に参加することが求められます。一方『SELF』は、技能試験とは“趣”が異なり、自由に参加でき、自ら評価して頂くことになっています。会員のみならず、非会員の事業所の方も奮ってご参加ください。「SELF」専用のHPは、<http://self.jemca.or.jp/index.html>です。

〔文責 小池 満〕

表 参加試験所一覧

No	都道府県	2012SELF-参加事業所
1	北海道	(株)環境科学研究所
2	北海道	(株)環境テクニカルサービス
3	北海道	(株)環境プロジェクト
4	北海道	(株)環境リサーチ
5	北海道	(株)ズコーシャ
6	北海道	日本データーサービス(株)
7	北海道	野村興産(株)イトムカ鉱業所 環境分析センター
8	北海道	(株)福田水文センター
9	北海道	(株)北炭ゼネラルサービス
10	北海道	(一財)北海道環境科学技術センター
11	北海道	北海道パワーエンジニアリング(株)苫東厚真火力センター 技術部 環境技術科
12	北海道	北海道三井化学(株)分析センター
13	北海道	野外科学(株)
14	青森県	エヌエス環境(株)青森支店青森分析センター
15	青森県	エムアールシーユニティック(株)
16	青森県	(株)県南環境
17	岩手県	エヌエス環境(株)盛岡支店
18	岩手県	(株)北日本環境保全
19	岩手県	(株)大東環境科学
20	宮城県	エヌエス環境(株) 東北支社
21	宮城県	北日本環境整備(株)
22	秋田県	(公財)秋田県総合保健事業団
23	秋田県	(株)秋田分析コンサルタント
24	秋田県	エヌエス環境(株) 秋田分析センター
25	山形県	(株)テトラス
26	山形県	テルス(株)
27	山形県	東北環境開発(株)
28	山形県	一般財団法人山形県理化学分析センター
29	山形県	(株)理研分析センター
30	福島県	(株)環境分析研究所
31	福島県	(株)クレハ環境
32	福島県	(株)新環境分析センター
33	福島県	日本エコテック(株)
34	福島県	(株)日本化学環境センター
35	福島県	福島県環境検査センター(株)
36	福島県	(株)福島理化学研究所
37	茨城県	アクアス(株)
38	茨城県	ヴェオリア・ウォーター・インダストリーズ・ジャパン(株)
39	茨城県	(株)化研
40	茨城県	(株)片山化学工業研究所 鹿嶋分析センター
41	茨城県	(株)環境研究センター
42	茨城県	クリタ分析センター(株)
43	茨城県	日本工営(株)中央研究所
44	茨城県	(株)日立パワーソリューションズ 分析・計測技術部
45	栃木県	(株)環境ラボ
46	群馬県	(株)エコセンター
47	群馬県	(株)環境アシスト
48	群馬県	(株)環境科学コーポレーション 関東事業所
49	群馬県	関東電化産業(株)
50	群馬県	公益財団法人群馬県健康づくり財団

No	都道府県	2012SELF-参加事業所
51	群馬県	(一社)群馬県薬剤師会環境衛生試験センター
52	埼玉県	エヌエス環境㈱東京分析センター
53	埼玉県	応用地質㈱コアラボ試験センター 化学分析G
54	埼玉県	一般財団法人化学物質評価研究機構
55	埼玉県	㈱環境技研
56	埼玉県	㈱環境管理センター北関東支社
57	埼玉県	㈱環境テクノ
58	埼玉県	㈱熊谷環境分析センター
59	埼玉県	㈱産業分析センター
60	埼玉県	㈱高見沢分析化学研究所
61	埼玉県	東邦化研㈱
62	埼玉県	㈱豊島製作所
63	埼玉県	日本総合住生活㈱
64	埼玉県	㈱ビー・エム・エル
65	埼玉県	松田産業㈱ 開発センター
66	埼玉県	三菱マテリアル㈱中央研究所
67	千葉県	北千葉広域水道企業団技術部水質管理室
68	千葉県	キッコーマン㈱
69	千葉県	JFEテクノリサーチ㈱
70	千葉県	セイコーライ・テクノリサーチ㈱
71	千葉県	㈱セレス
72	千葉県	㈱太平洋コンサルタント
73	千葉県	一般財団法人 千葉県環境財団
74	千葉県	㈱千葉分析センター
75	千葉県	(一財)千葉県薬剤師会検査センター
76	千葉県	㈱東京化学分析センター
77	千葉県	東電環境エンジニアリング㈱
78	千葉県	ニッカウヰスキー㈱環境分析センター
79	千葉県	日鉄住金環境㈱環境テクノ事業本部君津センター環境分析Gr
80	千葉県	㈱古河電工アドバンストエンジニアリング
81	千葉県	丸善石油化学㈱
82	東京都	オーヤラックスクリーンサービス㈱
83	東京都	㈱化学分析コンサルタント
84	東京都	㈱環境技術センター
85	東京都	㈱サンコー環境調査センター
86	東京都	㈱東京環境測定センター
87	東京都	一般社団法人 東京都食品衛生協会 東京食品技術研究所
88	東京都	㈱ナック クリクラ中央研究所
89	東京都	㈱ヤクルト本社中央研究所分析センター環境分析研究室
90	東京都	ユーロフィン日本環境㈱
91	神奈川県	㈱アクアパルス
92	神奈川県	ヴェオリア・ウォーター・インダストリーズ・ジャパン(㈱)
93	神奈川県	㈱エスク横浜分析センター
94	神奈川県	荏原実業㈱中央研究所
95	神奈川県	㈱オオスミ
96	神奈川県	オルガノ㈱開発センター分析グループ
97	神奈川県	化工機プラント環境エンジ(㈱)
98	神奈川県	(一財)北里環境科学センター
99	神奈川県	在日米陸軍、日本駐屯部隊、キャンプ座間、DPW、環境課、分析室
100	神奈川県	JFEテクノリサーチ㈱京浜事業部

No	都道府県	2012SELF-参加事業所
101	神奈川県	(株)相新日本環境調査センター
102	神奈川県	(株)ニチニ・テクノ
103	神奈川県	(株)日本水処理技研
104	神奈川県	富士通ファシリティーズ(株)
105	神奈川県	ムラタ計測器サービス(株)
106	新潟県	(一財)下越総合健康開発センター
107	新潟県	一般財団法人 上越環境科学センター
108	新潟県	(株)新環境分析センター 新潟県分析センター
109	新潟県	東北緑化環境保全(株) 新潟支社
110	新潟県	一般財団法人 新潟県環境衛生研究所
111	新潟県	一般財団法人新潟県環境分析センター
112	新潟県	水澤化学工業(株)
113	富山県	アースコンサル(株)
114	富山県	(株)アイザック 環境事業本部
115	富山県	(株)環境理研
116	富山県	日重環境(株)
117	富山県	日本海環境サービス(株)
118	富山県	(株)北陸化成工業所
119	石川県	公益社団法人石川県薬剤師会検査センター
120	石川県	(株)大和環境分析センター
121	福井県	(株)福井環境分析センター
122	福井県	(株)北陸環境科学研究所
123	山梨県	甲府タカヤマ環境計量(株)
124	山梨県	(株)メイキヨー
125	山梨県	(株)山梨県環境科学検査センター
126	長野県	(一社)上伊那薬剤師会
127	長野県	(株)環境技術センター
128	長野県	(株)公害技術センター
129	長野県	(一社)長野県労働基準協会連合会
130	岐阜県	(株)環境測定センター
131	岐阜県	ショーワ(株)養老工場
132	岐阜県	(株)総合保健センター
133	静岡県	(株)エコプロ・リサーチ
134	静岡県	(一社)静岡県産業環境センター
135	静岡県	静岡メンテ(株)
136	静岡県	芝浦セムテック(株)
137	愛知県	(株)エイダブリューサービス
138	愛知県	(株)エステム
139	愛知県	(株)環境科学研究所
140	愛知県	壽化工機(株)
141	愛知県	サンエイ(株)環境事業部
142	愛知県	(株)大同分析リサーチ
143	愛知県	東亜環境サービス(株)
144	愛知県	(一財)東海技術センター
145	愛知県	ノザキ(株)
146	愛知県	(株)矢作分析センター
147	三重県	(株)東海テクノ
148	三重県	(一財)三重県環境保全事業団
149	三重県	(株)三菱化学アリテック
150	滋賀県	夏原工業(株)

No	都道府県	2012SELF-参加事業所
151	滋賀県	三菱樹脂㈱物性分析センター環境分析G
152	京都府	(株)環協技研
153	京都府	一般社団法人 近畿建設協会 水環境研究所
154	京都府	日本メンテナスエンジニアリング(株)
155	京都府	(株)ユニチカ環境技術センター
156	大阪府	(株)アトムコーポレーション
157	大阪府	(株)大阪環境技術センター
158	大阪府	(株)片山化学工業研究所
159	大阪府	(株)環境総合テクノス
160	大阪府	(株)かんでんエンジニアリング
161	大阪府	(株)シミズ
162	大阪府	(株)住化分析センター
163	大阪府	ダイケンエンジニアリング(株)
164	大阪府	(株)田岡化学分析センター
165	大阪府	(株)タツタ環境分析センター
166	大阪府	帝人エコ・サイエンス(株)
167	大阪府	(株)日環サービス
168	大阪府	日鉄住金テクノロジー(株) 堺事業所
169	大阪府	三菱マテリアルテクノ(株)大阪化学分析センター
170	兵庫県	(株)エヌテック
171	兵庫県	(株)MCエバテック
172	兵庫県	川重テクノロジー(株)
173	兵庫県	(株)環境ソルテック
174	兵庫県	(株)環境テクノス
175	兵庫県	キソー化学工業(株)
176	兵庫県	神戸市建設局下水道河川部計画課
177	兵庫県	(株)コベルコ科研 神鉄事業所 分析室
178	兵庫県	サイエンスマイクロ(株)
179	兵庫県	(株)神鋼環境ソリューション
180	兵庫県	ダイソーリー(株) 分析センター
181	兵庫県	ダイワエンジニアリング(株) 播磨分析センター
182	兵庫県	(株)田岡化学分析センター 兵庫事業所
183	兵庫県	中外テクノス(株)関西技術センター
184	兵庫県	日鉄住金テクノロジー(株)広畠事業所(旧(株)ニッテクリサーチ)
185	兵庫県	(一社)日本油料検定協会 総合分析センター
186	兵庫県	(株)兵庫分析センター
187	奈良県	野村興産(株)ヤマト環境センター
188	和歌山県	日鉄住金テクノロジー(株)和歌山事業所
189	和歌山県	和建技術(株)
190	島根県	(株)環境理化学研究所
191	島根県	(公財)島根県環境保健公社
192	島根県	有限会社 大一工業
193	島根県	(株)日立金属安来製作所
194	岡山県	(株)エクスラン・テクニカル・センター
195	岡山県	(協)岡山市環境整備協会
196	岡山県	(公財)岡山県環境保全事業団
197	岡山県	倉敷市環境保全協会
198	岡山県	東西化学産業(株)
199	岡山県	西日本環境測定(株)
200	岡山県	三菱化学(株)水島事業所品質保証部品質検査

No	都道府県	2012SELF-参加事業所
201	広島県	(株)アサヒテクノリサーチ
202	広島県	(株)中国環境分析センター
203	広島県	東和環境科学(株)
204	広島県	都市環境整備(株)
205	広島県	(一財)広島県環境保健協会
206	広島県	福山市保健所 試験検査課
207	広島県	富士企業(株)
208	広島県	(株)三井開発
209	広島県	(株)みどり環境分析センター
210	山口県	(有)アド水質分析センター
211	山口県	(有)宇部分析センター
212	山口県	(学)香川学園 宇部環境技術センター
213	山口県	下関三井化学(株)
214	山口県	(株)下関理化学分析センター
215	山口県	(株)太平洋コンサルタント 西日本技術部
216	山口県	中国水工(株)
217	山口県	中電環境テクノス(株) 柳井事業所
218	山口県	(株)東ソー分析センター 南陽事業部
219	山口県	(公財)山口県予防保健協会
220	徳島県	公益社団法人 徳島県環境技術センター
221	徳島県	(一社)徳島県薬剤師会検査センター
222	香川県	坂出コスマ興産(株)コスマ坂出分析センター
223	香川県	四国計測工業(株)
224	香川県	シコク分析センター(株)
225	香川県	(株)四電技術コンサルタント
226	愛媛県	(株)イージーエス
227	愛媛県	三浦工業(株)
228	福岡県	環境テクノス(株)
229	福岡県	(一財)九州環境管理協会
230	福岡県	(株)九州環境指導センター
231	福岡県	九電産業(株)
232	福岡県	(株)ジェイペック
233	福岡県	(株)新日本環境コンサルタント
234	福岡県	西日本環境リサーチ(株)
235	福岡県	日鉄住金テクノロジー(株)八幡事業所
236	佐賀県	(有)鳥栖環境開発総合センター
237	長崎県	(株)環境衛生科学研究所
238	長崎県	西部環境調査(株)
239	長崎県	(公社)長崎県食品衛生協会
240	長崎県	(株)微研テクノス
241	熊本県	(株)三計テクノス
242	熊本県	(株)同仁グローカル
243	熊本県	ニチゴー九州(株)
244	熊本県	(株)野田市電子 環境分析事業部
245	大分県	公益社団法人大分県薬剤師会 検査センター
246	宮崎県	(株)東洋検査センター 延岡事業所
247	宮崎県	(公財)宮崎県環境科学協会
248	鹿児島県	(一財)鹿児島県環境技術協会
249	鹿児島県	(株)鹿児島県環境測定センター
250	鹿児島県	(公社)鹿児島県薬剤師会 試験センター

No	都道府県	2012SELF-参加事業所
251	鹿児島県	(株)小溝技術サービス
252	鹿児島県	(有)親和熱水研
253	鹿児島県	(株) 南日本環境科学
254	沖縄県	一般財団法人 沖縄県環境科学センター
255	沖縄県	(株)沖縄環境分析センター

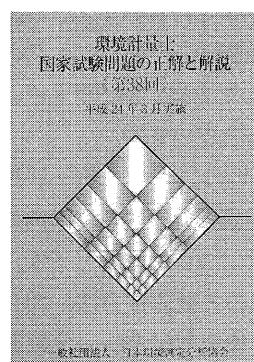
## 環境計量士国家試験問題の正解と解説 第38回

—平成24年3月実施—

一般社団法人 日本環境測定分析協会/A5判/228頁/定価3,465円(本体3,300円)

環境計量士国家試験もここに38回を重ね、その都度、(一社)日本環境測定分析協会は、上記の各分野に関して造詣の深い先生方の執筆による解説書を出版しており、本書はその最新版です。

- 環境計量士国家試験の全問題(濃度分野、騒音・振動分野、共通科目)を収録。
- 出題の主旨と正解の理由を分けて解説。
- 問題の内容だけでなく、その周辺知識も多彩。



■発売 丸善出版株式会社 〒101-0051 東京都千代田区神田神保町2-17 神田神保町ビル6F  
TEL 03-3512-3256 FAX 03-3512-3270

■発行 一般社団法人 日本環境測定分析協会 〒134-0084 東京都江戸川区東葛西2-3-4  
TEL 03-3878-2811 FAX 03-3878-2639