2024 年度 模擬排水中のノルマルヘキサン抽出物質

共同実験の結果について

埼環協技術委員会

1 はじめに

2024年度の共同実験では、任意項目として、「ノルマルヘキサン抽出物質」を実施した。

ノルマルヘキサン抽出物質は、水中の油分や有機物を示す指標として使われる物質である。 特に排水の水質管理において、基準が厳しく定められており、 その成分には、 動植物油脂、 脂肪酸、ワックス、界面活性剤などが含まれる。

ノルマルへキサン抽出物質は、基準値を超えると水質汚染の原因となり、河川や湖沼に流出した場合、水面に油膜を形成し、水中の酸素供給が妨げられるため、水生生物の生存環境が悪化、魚類の大量死や悪臭の発生に繋がり、また、食物連鎖にも影響を与える可能性がある。

また、農業用水に油分が混入すると、農作物の生育を阻害し、品質の低下を招くことがあり、下水道に流入すると、下水管の詰まりや処理施設での火災の発生、処理能力の低下の原因となり得る。 そのため工場や飲食店などの排水処理施設には油水分離装置を設置し、排出水中の油分を除去するなどの適切な排水管理を行い、水質汚濁防止法や下水道法の基準を守ることが重要である。

環境水あるいは事業所排水中に含まれる油分の分析は、環境庁告示第 64 号により、「ノルマルヘキサン抽出物質」として重量法が採用されている。しかし、この方法は判りやすい原理、操作にもかかわらず、特に分析所間の精度にばらつきがあることが指摘されている。

2 共同実験概要

2.1 実施概要

[工程]

試料配布:2024年10月23日(宅配クール便)

報告期限: 2024年11月29日

[方法]

分析方法: JIS K 0102(2019)、環境庁告示第64号 などによる

実施要領:調整濃度の異なる試料A及び試料Bについて、それぞれ全量を用いて分析、2 データを報告する。

報告事項: 試料A及び試料Bの濃度(mg/L:少数点以下1桁)、分析実施日、分析方法、 ヘキサンでの洗い込みの回数、抽出方法、濃縮方法、蒸発容器の種類、 加熱に用いた装置、最終秤量の絶対値(mg)、その他特記事項

2.2 参加事業所

参加事業所一覧を、表 2-1 に示した。

埼環協集計34事業所、神環境19事業所、合計53事業所が参加した。

表 2-1 参加事業所一覧

埼環協集計事業所名 (全34事業所)						
アルファー・ラボラトリー(株)	東邦化研㈱					
エヌエス環境㈱東京支社 東京分析センター	内藤環境管理㈱					
大阿蘇水質管理㈱	日本総合住生活㈱					
㈱環境管理センター 北関東技術センター	前澤工業㈱					
㈱環境技研 戸田テクニカルセンター	山根技研㈱					
㈱環境工学研究所	(一財)福岡県浄化槽協会 筑豊検査センター					
㈱環境総合研究所	(一財)福岡県浄化槽協会 筑後検査センター					
㈱環境テクノ	㈱ユーベック					
㈱関東環境科学	月島ホールディングス㈱					
協和化工㈱	菱冷環境エンジニアリング(株)					
㈱熊谷環境分析センター	JFEテクノリサーチ(株)					
㈱建設環境研究所	㈱日本環境分析センター					
(一社)埼玉県環境検査研究協会	(有)ティ・エヌケミスト					
埼玉ゴム工業㈱	アエスト環境(株)					
㈱高見沢分析化学研究所	㈱環境分析研究所					
中央開発㈱	(一社)茨城県環境管理協会					
㈱東京建設コンサルタント	(一財)茨城県薬剤師会検査センター					

神環協事業所名 (全19事業所)				
㈱アクアパルス	㈱タツタ環境分析センター			
㈱アサヒ産業環境	(株)タツノ			
(株)エスク横浜分析センター	東芝環境ソリューション(株)			
㈱オオスミ	(株)ニチュ・テクノ			
㈱神奈川環境研究所	富士産業㈱			
JFE東日本ジーエス(株)	三菱化工機アドバンス(株)			
㈱湘南分析センター	ムラタ計測器サービス(株)			
㈱総合環境分析	ユーロフィン日本環境㈱			
(㈱相新 日本環境調査センター	(株)横須賀環境技術センター			
(株)ダイワ				

※結果表に示した事業所 No.との関連はありません。

2.3 試料の調製

試料の調製・配布は、株式会社東京久栄に委託した。また、配布試料の均一性確認試験は、技術委員会共同実験 WG が実施した。

[使用試薬等]

使用試薬等一覧を表 2-2 に示した。

表 2-2. 使用試薬一覧

試料A

	使用試薬類	グレード等	前処理等
1	ポンプオイル		無処理
2	n-ヘキサン	関東化学㈱試薬特級	無処理
3	塩化ナトリウム	関東化学㈱試薬特級	無処理
4	蒸留水	共栄製薬㈱	-

試料B

	使用試薬類	グレード等	前処理等
1	ポンプオイル		無処理
2	n-ヘキサン	関東化学㈱試薬特級	無処理
3	水道水	川口市市水	-

[配布容器及び配布量]

450mL 細口ガラス瓶、試料A、B 容量 各 400mL

[調整方法]

具体的には、表 2-3 に示した手順にてオイル標準液を作成、これを試料 A、試料 B にて比率を変え、試料 A では蒸留水 400 mL、試料 B では水道水 400 mL に添加し、56 試料分を調整した。

各試薬の配布溶液調整濃度を表 2-4 に、調整フローを図 2-1、図 2-2 に示した。

表 2-3.オイル標準液の作成

	オイル標準液の作成				
1	ポンプオイル2.5g				
② ヘキサンに溶解					
③ 500mLに定容					
	5mg/mL				

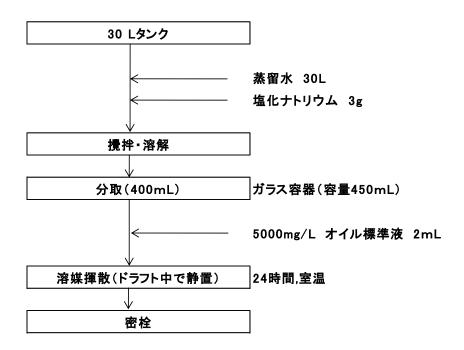


図 2-1.試料調整フロー(試料 A)

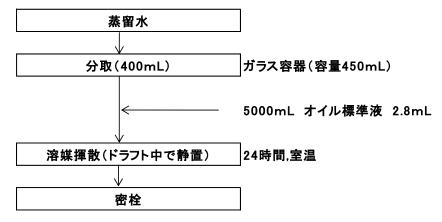


図 2-2.試料調整フロー(試料 B)

表 2-4.各試料の調整濃度

試料A

項目	単位	配布試料調整濃度
n-ヘキサン抽出物質	/1	25.0
塩化ナトリウム	mg/L	100

試料B

項目	単位	配布試料調整濃度
n-ヘキサン抽出物質	mg/L	35.0

3 均一性の確認

3.1 均一性の確認

均一性試験の結果を表 3-1 に示した。

調整した56試料の内の3試料をランダムに抜き出し、各試料の均一性を評価した。

表 3-1. 均一性試験の結果

サンプル名	試験前 アルミカップ重量 (g)	試験後 アルミカップ重量 (g)	試験前後の 重量差 (g)	サンプル 分取量 (L)	n-ヘキサン 抽出物質濃度 (mg/L)
試料A-1	1.0975	1.1071	0.0096	0.400	24.0
試料A-2	1.1040	1.1135	0.0095	0.400	23.7
試料A-3	1.0988	1.1081	0.0093	0.400	23.3
試料B-1	1.1054	1.1180	0.0126	0.400	31.5
試料B-2	1.1034	1.1157	0.0123	0.400	30.7
試料B-3	1.1037	1.1161	0.0124	0.400	31.0

サンプル名	平均値 (mg/L)	標準偏差	CV%	調製濃度 (mg/L)	回収率 (%)
試料A	23.7	0.382	1.6	25	94.7
試料B	31.1	0.382	1.2	35	88.8

これらの結果を、一般社団法人 日本環境測定分析協会の「均一性・安定性試験実施要領」にしたがって、均一性の評価を行った。この結果を表 3-2 に示した。

試料 A、試料 B とも均一性の判定基準を満たし、問題ないと判断された。

表 3-2. 均一性試験評価結果

	Ss	$0.3 \times \sigma_R$	Ss \leq 0.3 × σ_{R}	
試料A	0.3820	0.6449	適合	
試料B	0.3820	0.6672	適合	

Ss:容器間標準偏差(試料間精度)

0.3 σ_R:技能試験標準偏差(正規四分位数範囲)=各位試料のIQR×0.7413 の 0.3 倍

(IQR:四分位数範囲(第3四分位数-第1四分位数))

4 共同実験結果

4.1 共同試験結果と統計解析結果

共同実験の結果を表 4-1、基本統計量を表 4-2、標準化係数を表 4-3、zスコアを表 4-4 に示した。また、頻度分布図(ヒストグラム)を試料 A は図 4-1、試料 B は図 4-2 に示した。

今回の共同試験は、試料 A が $16.50\sim30.60$ mg/L、試料 B が $22.50\sim39.20$ mg/L の範囲で、平均値は試料 A で 23.80mg/L、試料 B で 33.26mg/L、中央値は試料 A で 23.80mg/L、試料 B で 33.80mg/L であり、濃度期待値(試料 A:25mg/L、試料 B:35mg/L)と同程度の結果が得られた。ヒストグラムを見ると、中央値付近にピークが集まり、ロバストな変動係数で、試料 A が 9.0%、試料 B が 6.6%と良好な結果が得られた。また試験所間と試験所内での評価は、ロバストな変動係数で、試験所間で 6.5%、試験所内で 18.2%と試験所内でのばらつきの方が大きい結果となった。

次に、Grubbs の棄却検定を行った結果、危険率 5%で棄却された報告値は、試料 A で 0 データ、試料 B で 1 データあった。

また、zスコアによる評価では、「疑わしい」($2 < |z| \le 3$)と判定された報告値は、試料Aで 4 データ、試料Bで 5 データ、「不満足」と判定された報告値は、試料Aで 3 データ、試料Bで 4 データあった。

表 4-1. 共同試験結果

事業所 No.	試料A (mg/L)	試料B (mg/L)	事業所 No.	試料A (mg/L)	試料B (mg/L)	事業所 No.	試料A (mg/L)	試料B (mg/L)
1	25.40	33.70	19	24.30	33.90	37	20.00	33.00
2	22.30	31.10	20	23.50	32.50	38	23.50	34.50
3	22.70	36.00	21	22.30	35.90	39	25.00	35.50
4	28.10	33.20	22	22.00	29.10	40	24.00	34.00
5	27.30	37.00	23	24.20	34.70	41	23.70	36.20
6	23.50	35.00	24	22.10	32.80	42	21.70	29.00
7	21.30	26.60	25	28.50	36.50	43	24.00	38.00
8	23.50	34.20	26	22.50	32.40	44	20.30	23.90
9	19.50	31.50	27	23.90	33.20	45	26.70	34.40
10	29.00	36.00	28	23.00	34.80	46	24.90	32.40
11	25.20	29.20	29	23.00	33.70	47	30.60	37.70
12	24.70	33.50	30	23.80	33.80	48	25.60	33.80
13	29.10	39.20	31	26.80	36.50	49	16.50	22.50
14	24.90	33.60	32	24.50	36.00	50	26.70	35.50
15	23.60	33.70	33	22.80	33.30	51	26.70	37.10
16	23.80	33.90	34	16.50	25.00	52	25.10	34.30
17	23.00	33.00	35	21.50	32.70	53	25.20	34.80
18	21.20	31.00	36	18.00	27.80			

表 4-2. 基本統計量(全データ)

基本統計量表(全データ)		A試料	B試料		試験所間	試験所内
データ数	n	53	53	中央値(メジアン)	41.01	6.93
平均值	X	23.80	33.26	第1四分位数	38.82	5.87
最大値	max	30.60	39.20	第3四分位数	42.43	7.57
最小値	min	16.50	22.50	IQR	3.61	1.70
範囲	R	14.10	16.70	IQR×0.7413	2.67	1.26
標準偏差	s	2.88	3.41	ロバストな変動係数	6.5	18.2
変動係数	RSD%	12.1	10.3			
中央値(メジアン)	X	23.80	33.80			
第1四分位数	Q1	22.30	32.50			
第3四分位数	Q3	25.20	35.50			
四分位数範囲	IQR	2.90	3.00			
正規四分位数範囲	IQR×0.7413	2.15	2.22	_		
ロバストな変動係数		9.0	6.6			
平方和	S	430.5	606.0			
分散	V	8.28	11.65			

データ区間	頻度	相対度数(%)
17未満	2	3.8
17以上~19.5未満	1	1.9
19.5以上~22未満	7	13.2
22以上~24.5未満	23	43.4
24.5以上~27未満	14	26.4
27以上~29.5未満	5	9.4
29.5以上~32未満	1	1.9
32以上~34.5未満	0	0.0
34.5以上	0	0.0
	53	

中央値	23.800
Z= 3	30.249
Z=-3	17.351

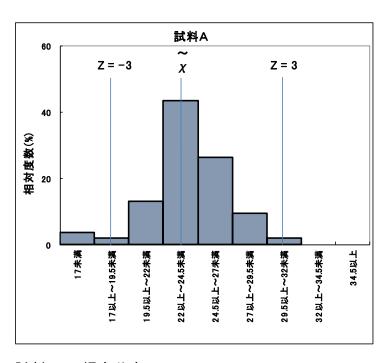


図 4-1. 試料 A の頻度分布

データ区間	頻度	相対度数(%)
24未満	2	3.8
24以上~26.5未満	1	1.9
26.5以上~29未満	2	3.8
29以上~31.5未満	5	9.4
31.5以上~34未満	20	37.7
34以上~36.5未満	16	30.2
36.5以上~39未満	6	11.3
39以上~41.5未満	1	1.9
41.5以上	0	0.0
	53	

中央値	33.800
Z= 3	40.472
Z=-3	27.128

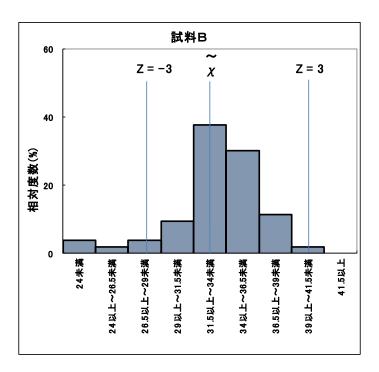


図 4-2. 試料 B の頻度分布

表 4-3. 標準化係数(Grubbs の棄却検定)

Ni-	標準化	標準化係数		標準	比係数	N.	標準作	比係数	== /m	
No.	試料A	試料B	No.	試料A	試料B	No.	試料A	試料B	評価	
1	0.555	0.130	19	0.173	0.188	37	-1.321	-0.075	危険率1%	
2	-0.522	-0.632	20	-0.105	-0.222	38	-0.105	0.364	n=53 ±3.361	
3	-0.383	0.804	21	-0.522	0.774	39	0.416	0.657		
4	1.494	-0.017	22	-0.626	-1.218	40	0.069	0.218	危険率5%	
5	1.216	1.097	23	0.138	0.423	41	-0.035	0.862	n=53 ±2.980	
6	-0.105	0.511	24	-0.592	-0.134	42	-0.731	-1.247		
7	-0.870	-1.950	25	1.633	0.950	43	0.069	1.389		
8	-0.105	0.276	26	-0.452	-0.251	44	-1.217	-2.741	☆危険率5%で	
9	-1.495	-0.515	27	0.034	-0.017	45	1.007	0.335	棄却されたデータ	
10	1.807	0.804	28	-0.279	0.452	46	0.382	-0.251	A試料: 0データ	
11	0.486	-1.188	29	-0.279	0.130	47	2.363	1.302	B試料: 1データ	
12	0.312	0.071	30	-0.001	0.159	48	0.625	0.159		
13	1.841	1.741	31	1.042	0.950	49	-2.538	-3.151		
14	0.382	0.101	32	0.243	0.804	50	1.007	0.657		
15	-0.070	0.130	33	-0.348	0.013	51	1.007	1.126		
16	-0.001	0.188	34	-2.538	-2.419	52	0.451	0.306		
17	-0.279	-0.075	35	-0.800	-0.163	53	0.486	0.452		
18	-0.904	-0.661	36	-2.017	-1.598					

表 4-4. 各事業所のzスコア(全データ)

No.	Zス	コア	No.	Zス	Zスコア No.		Zス	コア	₹ 7.
NO.	試料A	試料B	NO.	試料A	試料B	NO.	試料A	試料B	評価
1	0.744	-0.044	19	0.232	0.044	37	-1.767	-0.359	2< z ≦3
2	-0.697	-1.214	20	-0.139	-0.584	38	-0.139	0.314	試料A:4データ
3	-0.511	0.989	21	-0.697	0.944	39	0.558	0.764	試料B:5データ
4	2.000	-0.269	22	-0.837	-2.113	40	0.093	0.089	z >3
5	1.628	1.438	23	0.186	0.404	41	-0.046	1.079	試料A:3データ
6	-0.139	0.539	24	-0.790	-0.449	42	-0.976	-2.158	試料B:4データ
7	-1.162	-3.237	25	2.186	1.214	43	0.093	1.888	
8	-0.139	0.179	26	-0.604	-0.629	44	-1.628	-4.451	
9	-2.000	-1.034	27	0.046	-0.269	45	1.348	0.269	
10	2.418	0.989	28	-0.372	0.449	46	0.511	-0.629	
11	0.651	-2.068	29	-0.372	-0.044	47	3.163	1.753	
12	0.418	-0.134	30	0.000	0.000	48	0.837	0.000	
13	2.465	2.428	31	1.395	1.214	49	-3.395	-5.081	
14	0.511	-0.089	32	0.325	0.989	50	1.348	0.764	
15	-0.093	-0.044	33	-0.465	-0.224	51	1.348	1.483	
16	0.000	0.044	34	-3.395	-3.957	52	0.604	0.224	
17	-0.372	-0.359	35	-1.069	-0.494	53	0.651	0.449	
18	-1.209	-1.259	36	-2.697	-2.697]

今回の結果の複合評価図を図 4-3 に示す。また、参考として複合評価図の各区間の意味 を、一般社団法人 日本環境測定分析協会の技能試験解説より引用した。

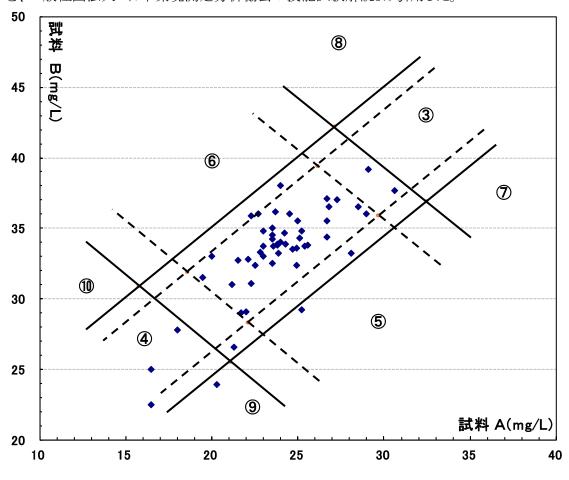


図 4-3. 複合評価図

区画	試験所間 zスコア	試験所内 zスコア	評価
1	z _B ≦2	z _w ≦2	かたよりもなく、ばらつきもない
2	2< z _B <3		かたよりか、ばらつきのいずれか
	又は/及び 2<	$ z_w < 3$	又は両方に疑わしい点がある
3	$z_B \ge 3$	-3< z _w <3	大きい方にかたよりがあるが、ばらつきは小さい
4	$z_B \leq -3$	-3< z _w <3	小さい方にかたよりがあるが、ばらつきは小さい
5	-3< z _B <3	$z_w \leq -3$	かたよりはないが、ばらつきが大きい
6	-3< z _B <3	$z_w \ge 3$	(A、Bのいずれかが大きく離れている場合もある)
7	$z_B \ge 3$	$z_w \leq -3$	大きい方にかたよりがあり、ばらつきも大きい
8	$z_B \ge 3$	$z_w \ge 3$	(A、Bのいずれかが大きく離れている場合もある)
9	$z_B \leq -3$	$z_w \leq -3$	小さい方にかたよりがあり、ばらつきも大きい
10	$z_B \leq -3$	$z_w \ge 3$	(A、Bのいずれかが大きく離れている場合もある)

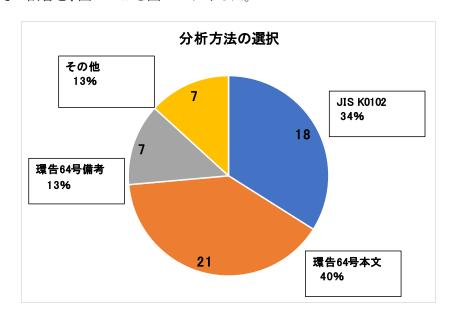
- (1)③、④の区画に該当する試験所は次の点に注意する必要がある。
 - ・標準液の濃度の変化
 - ・使用する水、試薬等の汚染
 - ・試料の準備操作
 - ・計算式の誤り
- (2) ⑤、⑥の区画に該当する試験所は次の点に注意する必要がある。(場合により、A、B いずれかの値が大きくずれているために、このような結果となった可能性がある。)
 - ・個々の容器等の汚染
 - ・環境からの汚染
 - •前処理及び準備操作
 - ・測定装置の安定性(維持管理の不備)
- (3)⑦、⑧、⑨、⑩の区画に該当する試験所は、かたよりもばらつきも大きいので、その原因を十分に究明する必要がある。(場合により、A、B いずれかの値が大きくずれているために、このような結果となった可能性がある。)
- (4)②の区画に該当する試験所は、かたより、または/およびばらつきに疑わしい点があるので、(1)、(2)について留意すること。
- (5)①の区画に該当する試験所は、かたよりもばらつきも小さく、技術的に満足しているといえる

(出典:一般社団法人 日本環境測定分析協会 技能試験結果の解説)

5 その他の報告結果

5.1 実験内容の調査

今回、試料A及び試料Bの濃度の他に、分析方法、濃縮方法、蒸発容器の種類を報告いただいた。その割合を、図 5-1 から図 5-3 に示した。



※その他(JIS K0102と環告 64 号など、複数の測定方法を報告した機関数)図 5-1. 分析方法の選択

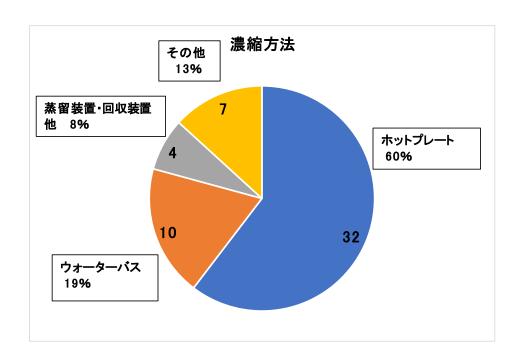


図 5-2. 濃縮方法

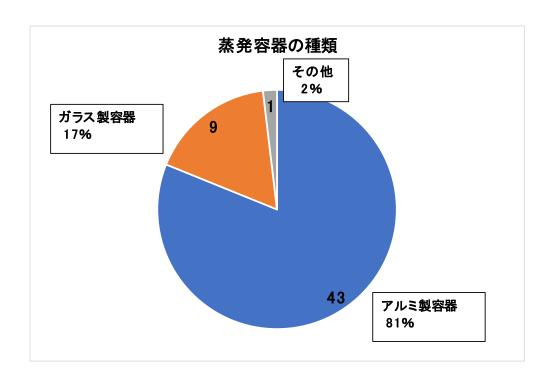
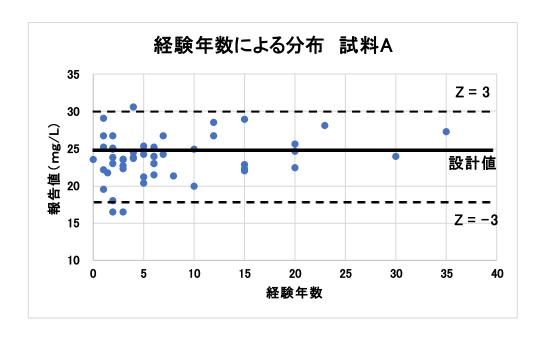


図 5-3. 蒸発容器の種類

5.2 報告結果との比較

報告結果と経験年数の比較を図 5-4、測定回数と容器等の洗い込み回数の比較を図 5-5、図 5-6 に示した。



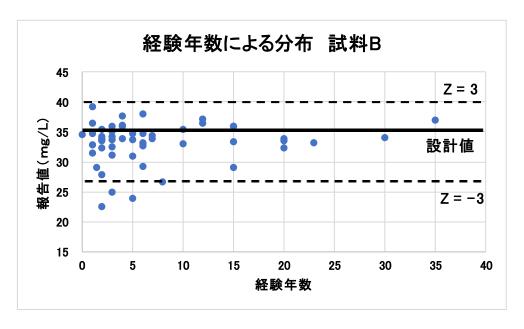
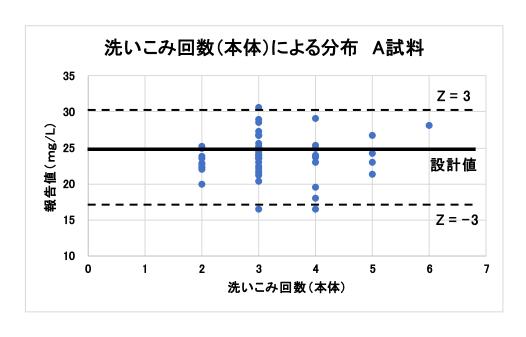


図 5-4.報告値と経験年数の比較

試料 A、試料 B とも、経験年数の短い(5 年未満)と、外れ値が多い傾向が見られた。 ノルマルヘキサン抽出物質の分析方法は「重量法」のため、試験操作が単純であり、どの工程の操作が数値に大きな影響を与えやすいかの判断、および長年の経験による熟練度が、結果のばらつきを左右していると考えられる。



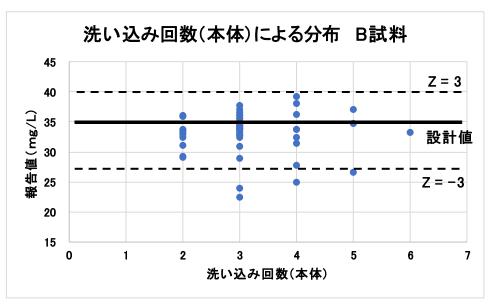
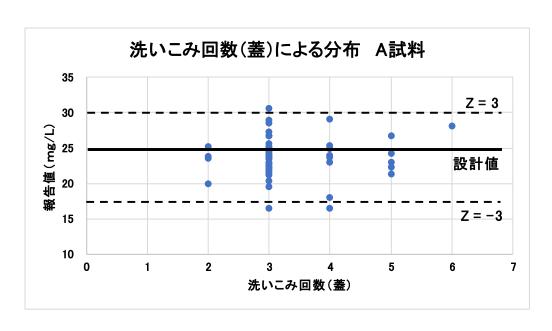


図 5-5.報告値と洗い込み回数(本体)との比較



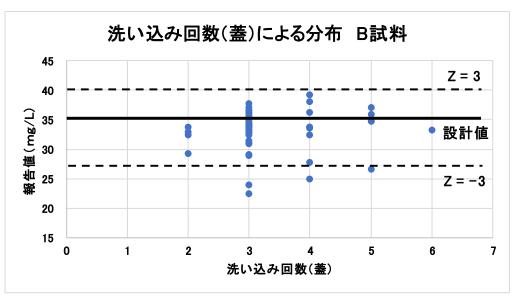


図 5-6.報告値と洗い込み回数(蓋)との比較

今回の結果では、測定結果の精度と洗い込み回数(本体および蓋)の洗い込み回数には関連性がないと考える。

5.3 過去に実施した共同実験の評価との比較

埼玉県環境計量協議会 技術委員会では、油分以外の共存物質の種類の状況は異なるが、 ノルマルヘキサン抽出物質の共同実験を過去 3 回実施しており、今回の共同実験の想定に 近い実験を平成 10 年度、平成 11 年度に実施しており、結果の要約を下記に示した。

(1) 平成 10 年度 「水試料中のノルマルヘキサン抽出物質試験方法高精度化の検討」

配布容器:250mL(褐色ねじ口びん)

設定値:オイル 30mg / イオン交換水 200mL=150mg/L

共存物質:塩化ナトリウム 20mg/L

参加事業所:28機関

評価:

機関数	Grubbs 棄却検定 (両側 5%)	中央値 (mg/L)	最大 (mg/L)	最小 (mg/L)	標準偏差	CV(%)
28	前	95.35	736.5	27.0	127.4	110.0
26	後	95.10	139.0	27.0	28.5	32.5

この時の結果より、ロバストな変動係数を求めると、 棄却前(28 機関) 20.8%、棄却後(26 機関) 19.5%という結果であり、設定値と比較して、回収率が低い結果であった。

ばらつきが大きい要因として、「内蓋の内側に油分がかなりの量へばりついていた」、「最初の容器内のヘキサン洗浄が3回は必要と考える」等の意見が寄せられていた。また、数値が低くなる要因のうち、ヘキサンを揮散させる際に油分のロスが生じることに関して行った追加試験の結果より、「油分の回収を高めるためには、加熱温度を低めに抑えながら、蒸発容器の高さ(14mm以上)を確保する必要がある」ことが確認された。

(2) 平成 11 年度 「水試料中のノルマルヘキサン抽出物質試験方法高精度化の検討(その2)」

配布容器:1000mL(褐色ねじ口びん、内容液の体積は800mL)

設定値:オイル 3.00mg / イオン交換水 800mL=37.5mg/L

共存物質:なし

参加事業所:28機関

評価:

機関数	Grubbs 棄却検定 (両側 5%)	中央値 (mg/L)	最大 (mg/L)	最小 (mg/L)	標準偏差	CV(%)
28	棄却機関なし	36.38	41.80	27.45	3.48	9.8

この時の結果より、ロバストな変動係数を求めると 6.5%、また、中央値が 36.38mg/L と調整目標値(37.5mg/L)に近く、ばらつき(標準偏差 3.48)も小さい結果であった。

平成 10 年度の共同実験より精度の良い結果が得られた要因は、「試料容器を大きくしたこと(250mL→1000mL)」、「試験の際に容器の内壁を十分洗浄することを周知したこと」と考えられた。

過去の経験を踏まえ実施した今回の結果は、ロバストな変動係数で、試料 A が 9.0%、試料 B が 6.6%と良好な結果が得られ、実験結果として精度の向上が確認できた。

ただし、今回の試料は油分の回収率を大きく下げる要因となり得る界面活性剤の添加を行っていない。埼玉県環境計量協議会 技術委員会では、平成14年度の共同実験にて、「界面活性剤を含む水試料のノルマルヘキサン抽出物質試験方法に関する共同実験」を実施しており、また、今回の試験への特記事項にて「エマルジョン層ができるようなサンプルで共同実験がしたい」と要望があり、こちらに関しても、技術委員会にて今後の実施を検討したい。

6 まとめ

ノルマルヘキサン抽出物質の結果は、ロバストな変動係数で、試料 A が 9.0%、試料 B が 6.6%と良好な結果が得られた。しかし、試験所間と試験所内での評価は、ロバストな変動係数で、試験所間で 6.5%、試験所内で 18.2%と試験所内のばらつきが大きい結果となった。

試料 A が $16.50\sim30.60$ mg/L、試料 B が $22.50\sim39.20$ mg/L の範囲、平均値は試料 A で 23.80mg/L、試料 B で 33.26mg/L、中央値は試料 A で 23.80mg/L、試料 B で 33.80mg/L で あり、濃度期待値(試料 A:25mg/L、試料 B:35mg/L)と同程度の結果が得られた。

Grubbs の棄却検定(危険率 5%)では、試料 A で 0 データ、試料 B で 1 データ棄却された。

今回、参考として分析方法、経験年数等を報告いただいた。

試料 A、試料 B とも、経験年数の短い(5 年未満)と、外れ値が多い傾向が見られた。

ノルマルヘキサン抽出物質の分析方法は「重量法」のため、試験操作が単純であり、どの工程の操作が数値に大きな影響を与えやすいかの判断、および長年の経験による熟練度が、結果のばらつきを左右していると考えられる。

解析にあたって、危険率 5%での Grubbs の棄却検定にて棄却される事業所は、試料 B で 1 データと少ない結果となったが、zスコアによる評価では、「疑わしい」($2 < |z| \le 3$)と判定された報告値は、試料Aで 4 データ、試料Bで 5 データ、「不満足」(|z| > 3)と判定された報告値は、試料Aで 3 データ、試料Bで 4 データあった。

数値が棄却されてしまう結果、あるいは、zスコアの評価にて「不満足」となった結果の要因が、実験操作によるものなのか、単なる計算間違いによるものなのかなど、共同実験の結果を参考に多角的な検討を行い、さらなる分析精度の向上に役立てて頂きたい。

【参考資料】

- 1) 一般社団法人 日本環境測定分析協会 技能試験の解説
- 2) 分析技術者のための統計的手法 第2版・改訂増補
 - 一般社団法人 日本環境測定分析協会
- 3) 埼玉県環境計量協議会 平成 10 年度 技術委員会 共同実験報告書 (水試料中のn-ヘキサン抽出物質試験方法高精度化の検討)
- 4) 埼玉県環境計量協議会 平成 11 年度 技術委員会 共同実験報告書 (水試料中のn-ヘキサン抽出物質試験方法高精度化の検討(その2))