

第101回水質クロスチェック結果報告

クロスチェック研究委員会

第101回クロスチェックの結果を8月28日の当委員会で検討・研究しましたので、報告いたします。

分析項目は、従来同様化学的酸素要求量(COD)、生物化学的酸素要求量(BOD)、浮遊物質(SS)、水素イオン濃度(pH)、の4項目とし、7月1日当番委員において試料作製し、7月3日午前10時をスタートに、水質汚濁防止法の公定法に基づき分析して頂きました。

報告された分析結果は、第101回クロスチェック実施要領と、平成26年5月改定の「クロスチェック・データ棄却・要注意基準」とに従い集計しました。

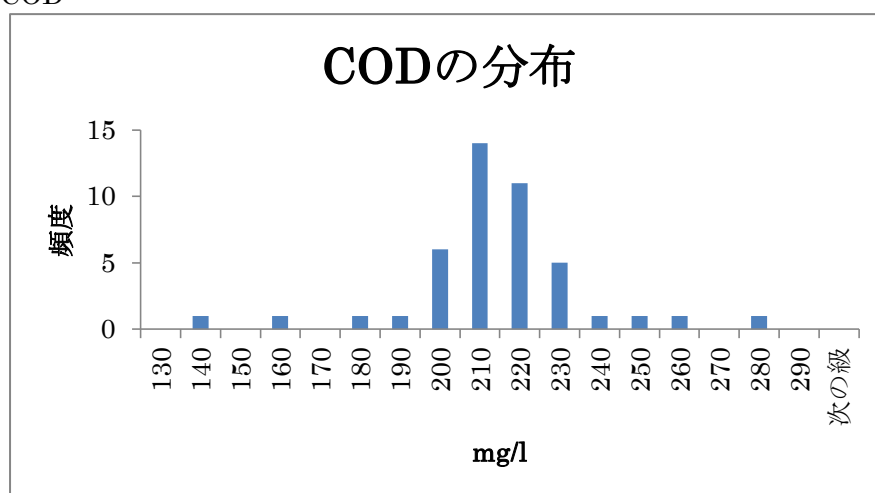
1. クロスチェック集計結果

会員より提出された報告数値を統計処理した結果は、次の通りです。

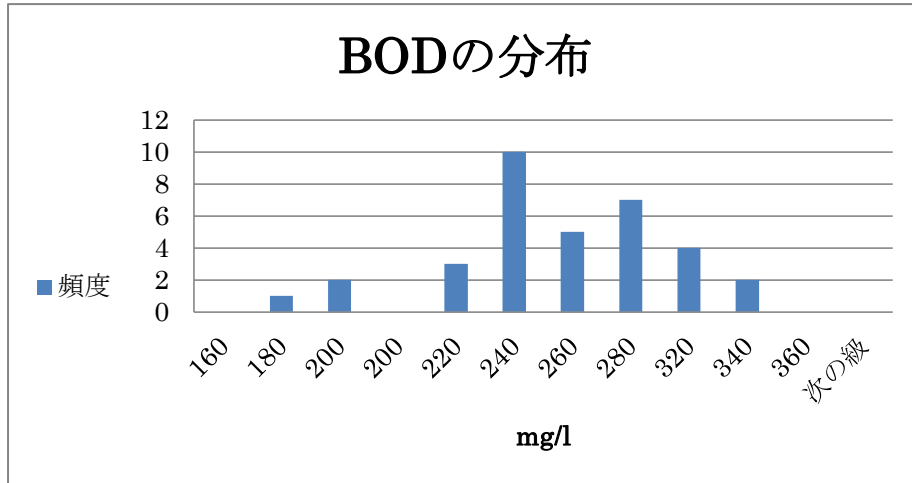
分析項目	報告データ数	棄却データ数	集計データ数	平均値	標準偏差	3σの範囲	変動係数
COD	44	0	44	209.9	21.89	275.6~144.3	10.4
BOD	34	0	34	248.9	37.65	361.9~136.0	15.1
SS	45	0	45	185.0	16.87	235.6~134.4	9.1
pH	46	0	46	8.7	0.46	10.1~7.3	5.3

イ. また、COD、BOD、SS、pHの頻度分布は、次の図の通りです。

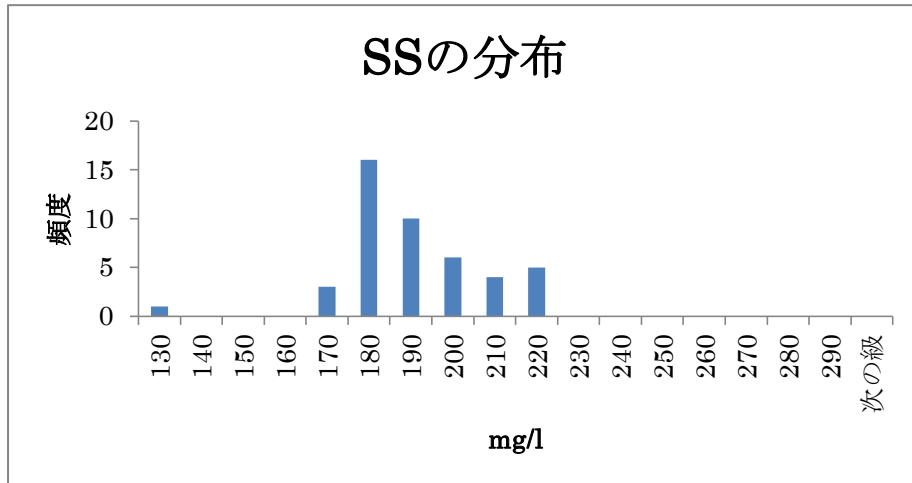
COD



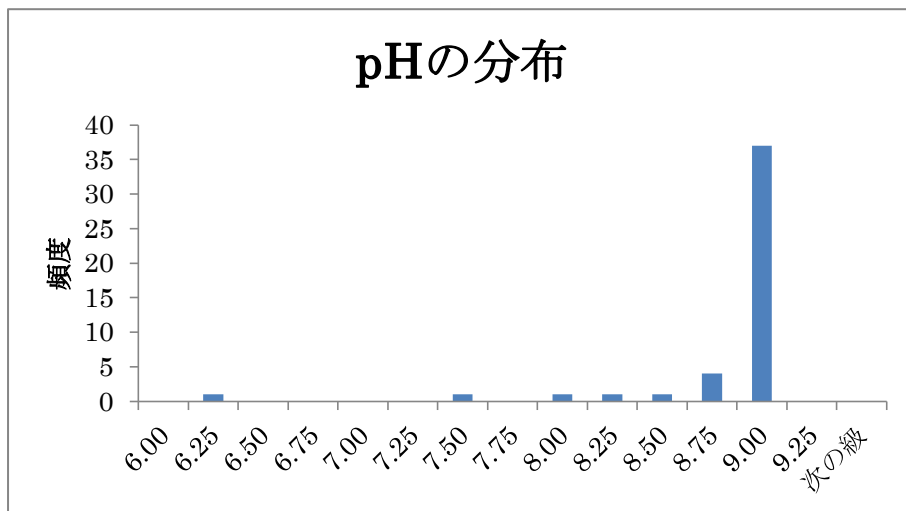
BOD



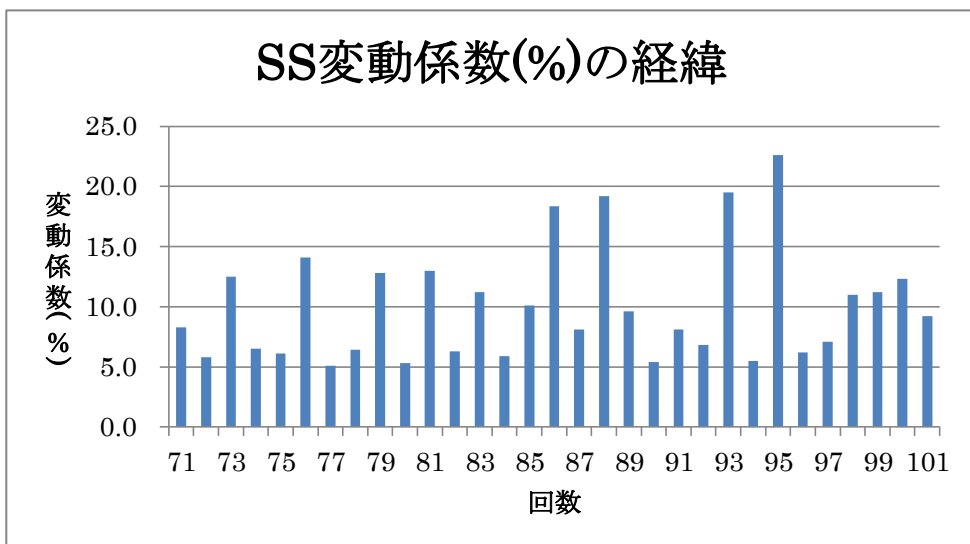
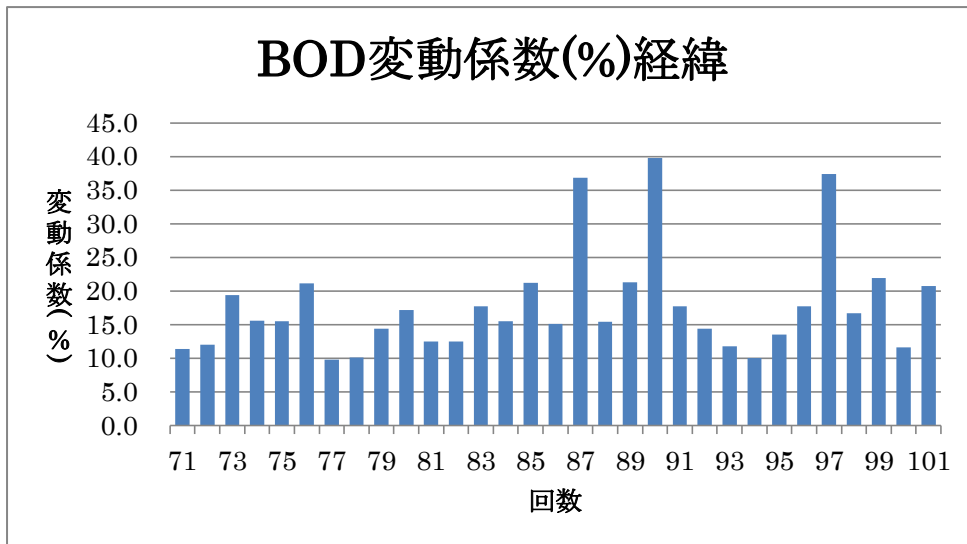
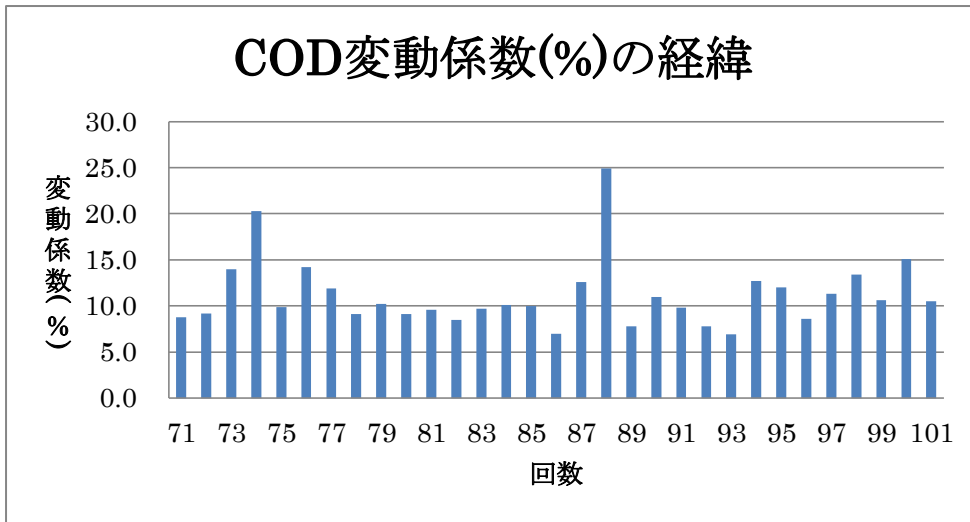
SS

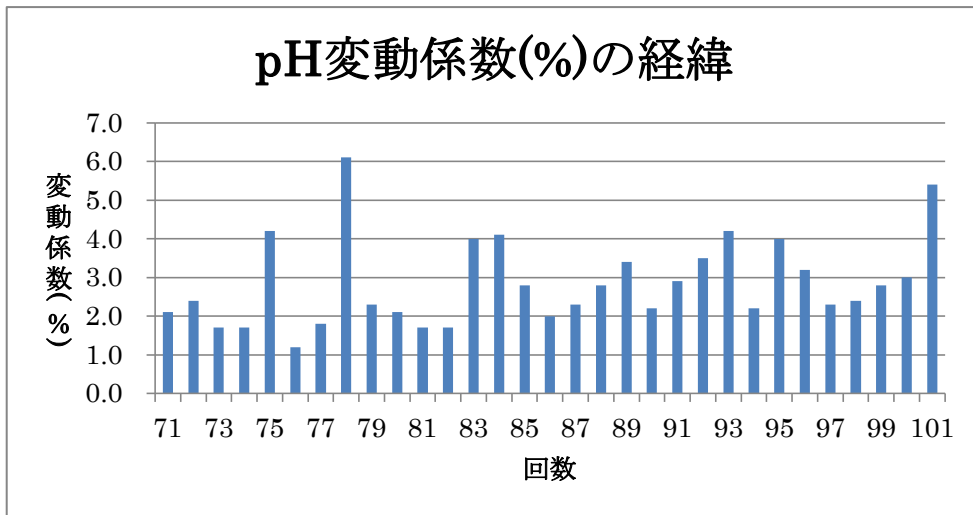


pH



ロ. 次に、各項目について70回より今回101回までの変動係数の経過を図示しました。





2. 検討結果

1). COD (報告データー44 棄却データー0 集計データー44)

棄却			なし	なし
要注意	(1)	平均値が±3σを超えている	2	計
	(4)	明らかに計算間違いと思われるもの	2	11
	(7)ア	KMnO ₄ のファクターは、少数点以下3桁まで記入する	1	件
	(7)イ	報告値は3桁目を切り捨て、2桁で報告する	1	(7
	(7)ウ	各分析値は、少数点以下3桁目を切り捨て、少数点以下2桁で報告	3	事
	(8)イ	JIS Z 8401の数値の丸め方を採用する	1	業
	(10)	使用水の管理測定値が、0.2mlを超え0.25ml以下のもの	1	所)

尚、変動係数は、前回より5%改善されて10%であった。

2). BOD (報告データー34 棄却データー0 集計データー34)

棄却			なし	なし
要注意	(1)	平均値が±3σを超えている	1	計
	(4)	明らかに計算間違いと思われるもの	1	11
	(5)	明らかに入力ミスのもの	1	件
	(7)エ	各D0値は、少数点以下3桁目を切り捨て、少数点以下2桁で報告	3	(7
	(7)カ	D0の消費率は、少数以下2桁目を切り捨て、少数以下1桁で報告	3	事
	(8)ア	JIS Z 8401の数値の丸め方を採用する	1	所)
	(12)	希釈水の5日間の酸素消費量が、0.2mg/lを超えるもの	1	

尚、変動係数は、前回11.6%で今回20.7%であった。

3). SS (報告データー45 棄却データー0 集計データー45)

棄却			なし	なし
要注意	(1)	平均値が±3σをはずれたもの	1	計
	(4)	明らかに計算間違いと思われるもの	1	12
	(5)	明らかに入力ミスのもの	4	件
	(7)イ	各分析値は、少数点以下3桁目を切り捨て、少数点以下2桁で報告	2	(7
	(8)ア	JIS Z 8401の数値の丸め方を採用する	1	事業
	(8)イ	有効数字3桁で少数点以下1桁で報告する	1	業
	(10)	試料ろ過乾燥後の浮遊物質質量が5mg未満のもの	2	所)

尚、変動係数は、前回12.3%で今回9.2%であった。

4). pH (報告データー46 棄却データー0 集計データー46)

棄却			なし	なし
要注意	(1)	平均値が±3σをはずれたもの	1	計
	(6)	報告事項が不十分なもの	12	18
	(7)イ	水温は、少数点以下1桁で報告する	1	件
	(8)イ	有効数字3桁で少数点以下1桁で報告する	3	(13
	(10)	pH計の校正日時が、試料のpH測定時に行われていないもの	1	事業
				所)

尚、変動係数は、前回3.0%で今回5.4%であった。

3. まとめ(気づいた点)

- 1). 今回、分析4項目を通じて棄却データーは0でした。但し、報告書では棄却(1)に等しい内容のものがありましたが、パソコン入力のミスと判断して要注意といたしました。
- 2). 要注意件数は減少傾向ではなく横ばいで推移し、その内容は単純ミスが多くを占めております。分析者及び報告書作成者は、作業を開始する前後及び報告書の作成前後において、あらかじめ実施要領・「棄却・要注意基準」等を読み、作業に取り掛かっていただければ幸いです。

3). 報告値が平均値±3σを超えたものが、CODで3件、BOD、SS、pHで各1件ありました。

これらが平均値から大きく離れた原因は何かをしっかりと検証することが重要です。すなわち、分析の操作・方法に問題はないか、使用した試薬は適正だったか、分析に用いた機器・器具には問題はないかをしっかりと検証し、その結果を対策にまとめて実作業に活用して頂ければ幸いです。

蛇足ですが・・・このCODの分析は、機器分析の発達した現代において、化学分析(湿式分析)における逆滴定の典型で何十年も前から使用試薬等の名称変更はあるものの、分析の操作方法などに変更のない元祖逆滴定の基本です。

この逆滴定の原理を理解して、クロスチェック試料の分析に向かっていたいただければ幸いです。

4). 今回(101回クロスチェック)の注意事項の中で特異だったのが分析項目pHで、注意事項(6)の「報告事項が不十分」が、pHの注意事項合計18件中12件と特出してまいりました。

この報告項目は、第99回より追加された項目で、まだ不慣れな点もありますが、上記、第2)項で指摘している内容を再確認して頂きたいと思います。

5). 今回は、以前注意申し上げた事務局用ワークシートへの書き込み等はありませんでした。

今後も、宜しく願い申し上げます。

このクロスチェックは、報告値の統計数値やその分布状況などから自社の分析値に問題がないかを検証するためのものです。

特にまとめ3)項の、平均値が大きく外れているところは、何が問題だったか公定法の確認、測定の方法・条件のチェック、使用した機器・器具・試薬等を調査し、問題点に対して対策を立て、それを以後に活用し、測定技術の向上を図っていただければと思います。

頂いた報告書に間違等があった箇所には、赤字で修正し「クロスチェック委員会からのコメント」欄にその内容を記載しました。記載のある事業所はその内容を理解して頂き、対策を検討して、その結果を事業所で横展開し、次回以後のクロスチェックに生かして頂きたいようお願い申し上げます。

最後に、参加された会員の皆様、クロスチェック研究委員の皆様にご挨拶いたします。

(クロスチェック研究委員長 河西 玉司)

以上