

平成 29 (2017) 年度外部精度管理調査結果

試験検査機関で行う試験検査の検査精度の信頼性の確保及び試験検査技術の確認と向上を目的として、体系的な精度の管理を行う必要がある。

平成 28 (2016) 年 12 月 14 日に開催された栃木県精度管委員会において、平成 29 (2017) 年度試験検査精度管理調査の協議がなされて、細菌試験と水質試験を実施することとなった。実施に関する業務は保健環境センターが行うこととなった。

その結果を平成 29 (2017) 年 12 月 21 日に開催した試験検査精度管理委員会 (委員は表 1 のとおり) において協議した。

表 1 試験検査精度管理委員会委員 (平成 29 (2017) 年度)

氏名	所属・職名	氏名	所属・職名
切替 照雄	順天堂大学大学院医学研究科 教授 (同大学医学部微生物学講座 教授)	村上 幸男	保健福祉部健康増進課長
柳原 尚久	帝京大学理工学部 教授	高橋 正典	保健福祉部生活衛生課長
前田 勇	宇都宮大学農学部 准教授	金澤 秀行	保健福祉部薬務課長
大橋 俊子	参事兼県南健康福祉センター所長 (県南保健所長)	石岡 真緒	宇都宮市衛生環境試験所長
栗野 哲実	参事兼県北健康福祉センター所長 (県北保健所長)	五十君 保男	計量検定所長
津久井 哲夫	環境森林部環境保全課長	増田 崇	栃木県計量協会 環境計量証明部会長
久保 昌幸	環境森林部参事兼廃棄物対策課長	郡司 明夫	参事兼保健環境センター所長
武藤 仁志	環境森林部馬頭処分場整備室長		

細菌試験 (担当: 微生物部)

1 実施機関

試料の調製および配布は保健環境センター微生物部が実施した。

2 参加機関

当該精度管理には、次の 8 機関が参加した。参加機関には次のとおり番号が付与され、以降当該番号を用いて記述する。

- 1 : 県西健康福祉センター
- 2 : 県東健康福祉センター
- 3 : 県南健康福祉センター
- 4 : 県北健康福祉センター
- 5 : 安足健康福祉センター
- 6 : 県北食肉衛生検査所
- 7 : 宇都宮市衛生環境試験所
- 8 : 宇都宮市食肉衛生検査所

3 試験方法、実施項目及び配布機関

試験菌株は、表 1 のとおり参加機関に配布された。菌株の同定は、「栃木県における食品衛生検査施設に係る検査等の基本業務管理要領」に規定された検査実施標準作業書 (SOP)、またはこれに準ずる術式で実施された。

4 実施期間

被検菌株は保健環境センター微生物部に於いて平成 29 年 9 月 5 日 10:00~12:00 の間に配布した。

試験結果は入力表 (報告用様式) に記載し、電子メールで 9 月 29 日までに保健環境センター微生物部に報告することとした。

5 試料の調製及び配布

5.1 試料の調製

供試菌株 A, B, E は、Mueller Hinton Agar に接種 (9/1) : 35±1°C・24 時間好気培養した後、供試菌株 C は、Modified

CCDA-Preston Agar に接種(9/1) : 42°C・48 時間微好気培養した後、供試菌株 D は、カナマイシン不含 CW 卵黄寒天培地に接種(9/1) : 42°C・48 時間嫌気培養した後、供試菌株 F は、ビブリオ寒天培地に接種(9/1) : 35±1°C・24 時間好気培養した後、配布前日(9/4)で4°Cで冷蔵保存した。

板上に形成された集落は、10 μl ループ・ニードルで収集し PBS 中に懸濁され、2 回 Cell-Wash された後、PBS 中に再懸濁した。これら菌液は波長 630nm で吸光度が計測され、予め作成しておいた検量線から菌数を求め、供試菌数 (≥1.0×10⁶ CFU/ml) になるよう菌株母液を調整した。これら菌液は滅菌試験管に分注され配布試料として4°Cで冷蔵保管した。

5.2 試料の配布

参加機関には2種類の検査試料が配布され、搬送には漏出防止対策を講じた容器を用い、冷蔵状態で運搬すること。搬入後も冷蔵状態を維持し、速やかに供試すること等指示した。また、配布時に各菌株がヒトに引き起こす主たる臨床症状を次のとおり添付した。

- 菌株 A : 激しい腹痛と水様性下痢、発症後血便を呈する。
- 菌株 B : 虫垂炎様の疼痛・腹痛と嘔吐。
- 菌株 C : 発熱、悪寒、嘔吐、頭痛、腹痛、下痢、便中の鮮血を呈する。
- 菌株 D : 比較的軽度(一過性)の下痢。
- 菌株 E : 悪心、嘔吐、発熱、激しい腹痛と持続する下痢。
- 菌株 F : 悪心、嘔吐、発熱、激しい上腹部痛(胃痛)、下痢(便中に鮮血)。

6 調査結果

6.1 使用された分離培地

各機関は、表 2-1, 2 に記載された選択分離培地を使用した。

急性胃腸炎を惹起する 下痢原性大腸菌、サルモネラ属、カンピロバクター属、ウェルシュ菌、ビブリオ属、エルシニアエンテロコリチカ、黄色ブドウ球菌、セレウス菌に対応する選択分離培地が全機関で使用された。

検出精度の向上には、選択性の強弱、標的となる代謝産物の相違等、性質の異なる2種類以上の選択分離培地(陰性確認培地を除く)併用が望ましい。特に選択性、視認性、特異性が高度な合成酵素基質培地の使用が推奨される。今回、EHEC、*Yersinia enterocolitica*、*Salmonella*、*Vibrio parahaemolyticus* において選択分離培地の2種併用が、全ての機関で実践された。

近年カナマイシン感受性 *Clostridium perfringens* の分離が増加していることから、従来使用してきたカナマイシン含有 CW 卵黄寒天培地からサイクロセリン含有 CW 卵黄寒天培地への変更を推奨したい。糞便からの分離にカナマイシン不含 CW 卵黄寒天培地を用いた場合、夾雑菌のため分離は相当の労力を強いられる。

非選択性培地は、糞便等夾雑菌が多い検体には不適であるが、加工食品、血液、髄液等の場合、有効と思慮される。

機関によっては選択増菌培地を使用していたが、今回の試料は感染症急性期を想定しているため、検査の迅速性を考慮した場合、使用は必須で無いと思慮される。

6.2 同定結果

表 3 に各機関の回答と判定結果を示した。全ての機関で判定結果は適正であった。

6.2.1 Enterohemorrhagic *Escherichia coli* (EHEC) 0121, H19, VT2+ に係る検査

表 4-1, 2 に菌株の鑑別(染色、血清型別、性状等)結果を示した。

全ての配布機関で、選択分離培地上に形成された集落の鑑別が実施され、グラム染色、VP、SC、オキシダーゼ、血清型別、毒素産生性試験において、同一の結果が得られた。

TSI では、斜面:黄/高層:黄(ブドウ糖発酵/乳糖・白糖発酵)、斜面:赤/高層:黄(ブドウ糖のみ発酵)、ガス産生能(+/-)と不定を呈した。また、LIM では、リジン脱炭酸化が不定を呈した。以上の結果不定は、接種菌量と培養時間の長短に起因する可能性が示唆された(詳細不明)。この結果不定に起因する誤同定等を回避する手段の一つとして、微量テスト-数値同定法により結果の誤差を修正出来る簡易同定キットの使用が推奨される。

CLIG は、2機関で実施され同一の結果を呈した。当該培地は、セロビオース分解能(陽性:斜面:赤)、白糖分解能(陽性:高層:黄)、MUG 試験(0157:- / 0157 以外:+)により、大腸菌確認に有用であることから、腸管出血性大腸菌の鑑別に、当該試験の積極使用を推奨したい。

6.2.2 *Yersinia enterocolitica* 03 に係る検査

表 5-1, 2 に菌株の鑑別(染色、血清型別、性状等)結果を示した。

全ての配布機関で、選択分離培地上に形成された集落の鑑別が実施され、グラム染色、TSI、SC、オキシダーゼ試験において、同一の結果が得られた。

LIM、VP 試験では、2機関において 36/37°C と 25°C の2温度帯での培養が実施され、温度帯の別で運動性と VP 反応の結果に差異を呈した。当該菌は 36°C 培養では運動性陰性(鞭毛不形成) : VP 反応陰性を呈するが、25°C 培養では運動性陽性(鞭毛形成) : VP 反応陽性を呈する。この性状は他の腸内細菌科細菌には無いものだが、*Listeria monocytogenes* でも認められ、特徴的ではあるが特異な変化では無い。これらの結果不定に起因する誤同定等を回避する手段の一つとして、簡易同定キットの使用が推奨される。

6.2.3 *Campylobacter coli* に係る検査

表6に菌株の鑑別(染色、血清型別、性状等)結果を示した。

全ての配布機関で、選択分離培地上に形成された集落の鑑別が実施され、グラム染色、オキシダーゼ、カタラーゼ、カンピロバクターキット(ラテックス凝集)試験において、同一の結果が得られた。

1機関で、3温度帯における微好気培養が実施されたが、カンピロバクター属分離の精度向上には実施すべき試験と思慮される。

6.2.4 *Clostridium perfringens* カナマイシン感受性 に係る検査

表7に菌株の鑑別(染色、血清型別、性状等)結果を示した。

近年カナマイシン感受性 *Clostridium perfringens* の分離が増加していることから、サイクロセリン含有 CW 卵黄寒天培地の使用を推奨したい。糞便からの分離にカナマイシン不含 CW 卵黄寒天培地を用いた場合、夾雑菌のため分離は相当の労力を強いられると思慮される。

6.2.5 *Salmonella Choleraesuis* H₂S(-) に係る検査

表8-1,2に菌株の鑑別(染色、血清型別、性状等)結果を示した。

全ての機関で、選択分離培地上に形成された集落の鑑別が実施され、グラム染色、TSI、LIM、VP、SC、オキシダーゼ、血清型別試験において、同一の結果が得られた。

1機関で、簡易同定キットが使用され、全機関でH型別は実施されなかった。

6.2.6 *Vibrio parahaemolyticus* O3, K6 耐熱性溶血毒遺伝子(*tdh*) + に係る検査

表9-1,2に菌株の鑑別(染色、血清型別、性状等)結果を示した。

全ての機関で、選択分離培地上に形成された集落の鑑別が実施され、グラム染色、TSI、LIM、VP、SC、オキシダーゼ、NaCl 濃度依存性発育試験において、同一の結果が得られた。

1機関で、簡易同定キットが使用され、1機関で、O/K血清型別、毒素産生性試験が実施された。

6.3 検査実施標準作業書(SOP)

平成8年5月の食品衛生法施行令の一部改正により、翌年4月1日から都道府県が設置する衛生検査施設は、試験検査業務の適正管理運営基準(Good Laboratory Practice: GLP)に基づき食品等の検査を行うことが義務付けられた。本県の場合、食中毒事件に係る試験品までその範疇が拡大されている。

GLPに基づく標準作業書(Standard Operating Procedures: SOP)は、試料作製、菌染色、培地作製、性状確認試験等が記載された総論、食中毒起因菌の詳細な分離方法が記載された各論から構成される。参加検査機関(食肉衛生検査所を除く)のSOPを確認したところ、表記は総論主体で、詳細な分離方法が記載されるべき各論が簡易なフローチャート等で簡略化されている機関が認められた。

SOPは、検査結果の再現性と科学的根拠(妥当性)を担保するものであると同時に、検査未経験者、新任者にとり、試験検査実践の拠り所となるものでもある。早急な加筆修正が必要なのは自明と思慮される。

7 総括

(1) 今回の試験検査精度管理は、全機関で良好な結果を得ることが出来た。

(2) 検出精度の向上には、選択性の強弱、標的となる代謝産物の相違等、性質の異なる2種類以上の選択分離培地の併用が望ましい。特に選択・視認・特異性が高度な合成酵素基質培地の使用が推奨される。

(3) 腸内細菌科の同定にあつてはオキシダーゼ、TSI、LIM、VP、SC試験は必須であると提唱してきたが、今年度も全ての機関で履行されていた。また、細菌同定の端緒であるグラム染色は全ての機関で履行されていた。

(4) 一般論として細菌の同定は、①グラム染色(染色性と形態)、②オキシダーゼ・カタラーゼ試験による代謝系の確認、③推定試験・確認試験を原則とする。一連の同定過程で簡易同定キットは、性状確認試験結果の誤差修正に優れており、術者の経験を問わない点でも有用である。積極的活用を推奨したい。

(5) SOPで、詳細な分離方法が記載されるべき各論が簡易なフローチャート等で簡略化されている機関が確認された。早急な加筆修正が必須と思慮される。

表 1 供試菌株と配布機関

菌株記号	供試菌株	配布機関
A	Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> (EHEC) O121, H19, VT2+	1, 2, 4, 5
B	<i>Yersinia enterocolitica</i> O3	3, 6, 7, 8
C	<i>Campylobacter coli</i>	1, 6
D	<i>Clostridium perfringens</i> カナマイシン感受性(KM+)	2, 8
E	<i>Salmonella Choleraesuis</i> {07:c:1} H ₂ S(-)	3, 4
F	<i>Vibrio parahaemolyticus</i> O3, K6 耐熱性溶血毒遺伝子(<i>tdh</i>) +	5, 7

表 2-1 各機関で用いた選択分離培地 (菌株が選択の標的で、陰性確認を除く)

菌株 培地 機関 No.	Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> (EHEC) O121, H19, VT1-, VT2+			<i>Yersinia enterocolitica</i> O3		<i>Campylobacter coli</i>
	STEC	XM-G	DHL+SSB	CIN	DHL+SSB or SS (No. 3, 7, 8)	mCCDA/CCDA
1	○		○	—	—	○(微好気)
2	○		○	—	—	—
3	—	—	—	○(25°C48h)	○(36°C24h)	—
4			○	—	—	—
5	○	○	○	—	—	—
6	—	—	—	○(25°C48h)	○(36°C24h)	○(微好気)
7	—	—	—	○(30°C45h)	○(36°C24h)	—
8	—	—	—	○(37°C24h)	○(37°C24h)	—

表 2-2 各機関で用いた選択分離培地 (菌株が選択の標的で、陰性確認を除く)

菌株 培地 機関 No.	<i>Clostridium perfringens</i> (カナマイシン感受性)		<i>Salmonella Choleraesuis</i> {07:c:1} H ₂ S(-)				<i>Vibrio parahaemolyticus</i> O3, K6, <i>tdh</i> +			非選択 培地
	サイクロセリン 含有 CW	カナマイシン 不含 CW	X- SAL	DHL	SSB	セリナイト (増菌)	クロモアカ ⁺ - ビブリア	TCBS	ビブリア 寒天	血寒 TSA <i>etc.</i>
1	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
2	○(嫌気)		—	—	—	—	—	—	—	○
3	—	—		○	○	○	—	—	—	○
4	—	—	○	○	○		—	—	—	○
5	—	—	—	—	—	—		○	○	○
6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	○
7	—	—	—	—	—	—	○	○		
8		○(嫌気)	—	—	—	—	—	—	—	○

表3 同定及び判定

機関	回 答		菌株記号	判定
	No.	同定菌種名		
1	1-1	<i>Escherichia coli</i> (EHEC) 0121 VT1(-) VT2(+)	A	適正
	1-2	カンピロバクター属菌	C	適正
2	2-1	Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> (EHEC) 0121 VT2+	A	適正
	2-2	<i>Clostridium perfringens</i>	D	適正
3	3-1	<i>Yersinia enterocolitica</i>	B	適正
	3-2	<i>Salmonella</i> spp. 07 (硫化水素非産生、クエン酸非利用)	E	適正
4	4-1	Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> (EHEC) 0121 VT1(-) VT2(+)	A	適正
	4-2	<i>Salmonella</i> 属 07	E	適正
5	5-1	Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> : EHEC 0121 VT2(+)	A	適正
	5-2	<i>Vibrio parahaemolyticus</i>	F	適正
6	6-1	<i>Yersinia enterocolitica</i>	B	適正
	6-2	<i>Campylobacter</i> spp.	C	適正
7	7-1	<i>Yersinia enterocolitica</i> 03	B	適正
	7-2	<i>Vibrio parahaemolyticus</i> 03:K6 TDH(+)	F	適正
8	8-1	<i>Yersinia enterocolitica</i>	B	適正
	8-2	<i>Clostridium perfringens</i>	D	適正

表4-1 Enterohemorrhagic *Escherichia coli* (EHEC) 0121, H19, VT2+

機関	グラム染色	TSI			LIM			VP	SC	CLIG		Oxidase
		斜面/高層	Gas	H ₂ S	Lys.	Ind.	Mot.			斜面/高層	MUG	
1	陰性桿菌	黄赤/黄	+	-	±	+	+	-	-			-
2	陰性桿菌	黄赤/黄	-	-	+	+	+	-	-			-
4	陰性短桿菌	黄/黄	+	-	-	+	+	-	-	赤/黄	+	-
5	陰性桿菌	黄/黄	+	-	+	+	+	-	-	赤/黄	+	-

表4-2 Enterohemorrhagic *Escherichia coli* (EHEC) 0121, H19, VT2+

機関	血清型別	毒素産生試験	簡易同定キット	同定結果
1	0121 (デノンカ生研)	VT1(-) VT2(+) デユオハス・ヘ・ロトキシ	IDテスト EB-20	<i>Escherichia coli</i> (EHEC) 0121 VT1(-) VT2(+)
2	0121 (デノンカ生研)	VT2(+) デユオハス・ヘ・ロトキシ	IDテスト EB-20	Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> (EHEC) 0121 VT2+
4	0121 (デノンカ生研)	VT2(+) デユオハス・ヘ・ロトキシ		Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> (EHEC) 0121 VT1(-) VT2(+)
5	0121 (デノンカ生研)	VT1(-) VT2(+) デユオハス・ヘ・ロトキシ	IDテスト EB-20	Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> : EHEC 0121 VT2(+)

表5-1 *Yersinia enterocolitica* 03

機関	グラム染色	TSI			LIM			VP		SC
		斜面/高層	Gas	H ₂ S	Lys.	Ind.	Motility	VP 反応	Motility	
3	陰性桿菌	黄/黄	-	-	-	-	-	-		-
6	陰性桿菌	黄/黄	-	-	-	-	37°C- / 25°C+	37°C- 25°C-	37°C- 25°C+	-
7	陰性桿菌	黄/黄	-	-	-	-	-	36°C- 25°C+	36°C- 25°C+	-
8	陰性/球桿-長桿菌	黄/黄	-	-	-	+	-	-		-

表 5-2 *Yersinia enterocolitica* 03

機関	Oxidase	尿素培地	血清型別	簡易同定キット	同定結果
3	—			IDテスト EB-20	<i>Yersinia enterocolitica</i>
6	—			Api 20E	<i>Yersinia enterocolitica</i>
7	—	+	03「生研」	Api 20E	<i>Yersinia enterocolitica</i> 03
8	—			Api 20E	<i>Yersinia enterocolitica</i>

表 6 *Campylobacter coli*

機関	グラム染色	Oxidase	Catalase	微好気培養			カピロバクターキット (ラテックス凝集)	同定結果
				25℃	37℃	42℃		
1	陰性 らせん状	+	+			+	カピロバクター属菌	
6	陰性 らせん状	+	+	—	+	+	<i>Campylobacter</i> spp.	

表 7 *Clostridium perfringens* カナマイシン感受性

機関	グラム染色	嫌気培養	サイクロリン含有 CW		カナマイシン不含 CW		簡易同定 キット	同定結果
			集落	リッチナーゼ	集落	リッチナーゼ		
2	陽性桿菌	+	白色 不正円	+				<i>Clostridium perfringens</i>
8	陽性桿菌	+			不整形	+	Api 20A	<i>Clostridium perfringens</i>

表 8-1 *Salmonella Choleraesuis* {07:c:1} H₂S(-)

機関	グラム染色	TSI			LIM			VP	SC	Oxidase
		斜面/高層	Gas	H ₂ S	Lys.	Ind.	Mot.			
3	陰性桿菌	赤/黄	—	—	+	—	+	—	—	—
4	陰性短桿菌	赤/黄	—	—	+	—	+	—	—	—

表 8-2 *Salmonella Choleraesuis* {07:c:1} H₂S(-)

機関	血清型別	簡易同定キット	同定結果
3	07 (テノンカ生研)	IDテスト EB20	<i>Salmonella</i> spp. 07
4	07 (テノンカ生研)		<i>Salmonella</i> 属 07

表 9-1 *Vibrio parahaemolyticus* 03, K6 耐熱性溶血毒遺伝子 (tdh) +

機関	グラム染色	TSI			LIM			VP	SC	Oxidase	NaCl 濃度依存発育性			
		斜面/高層	Gas	H ₂ S	Lys.	Ind.	Mot.				0%	3%	8%	10%
5	陰性桿菌	赤/黄	—	—	+	+	+	—	+	+	—	+	+	—
7	陰性桿菌	赤/黄	—	—	+	+	+	—	+	+	—	+	+	—

表 9-2 *Vibrio parahaemolyticus* 03, K6 耐熱性溶血毒遺伝子 (tdh) +

機関	血清型別	毒素産生試験	簡易同定キット	同定結果
5	K混合型 I (生研)		IDテスト EB-20	<i>Vibrio parahaemolyticus</i>
7	03 : K6 (生研)	TDH(+)		<i>Vibrio parahaemolyticus</i> 03:K6 TDH(+)

水質試験(担当:水環境部)

1 実施機関

試料の調製・配付及び結果の取りまとめは、保健環境センターが行った。

2 参加機関

民間環境計量証明事業所 15 機関及び地方公共団体の試験検査機関 4 機関の合計 19 機関が参加した。本資料ではそれぞれの参加機関を機関A～機関S と表記している。

3 実施項目

実施項目は、水質汚濁防止法(昭和45年12月25日法律第138号)第3条第1項で定められた排水基準項目から生物化学的酸素要求量(BOD)並びにふっ素及びその化合物(F)を選択した。

4 実施期間

平成29年9月5日に試料原液を配付し、試験結果報告期限を9月29日とした。

5 試料の調製

試料原液(a及びb)を以下のとおり調製し、配付した。配付した試料原液を各参加機関にて10倍に希釈したものを分析用試料とし、試験を実施することとした。

【試料a】D(+)-グルコース(以下「グルコース」という。)1,500mg及びL-グルタミン酸(以下「グルタミン酸」という。)1,500mgを超純水に溶解し、全量を10Lとしたものを試料原液として、約500mLを各参加機関に配付した。また、本試料には、微生物をほとんど含んでいない旨の説明を行った。

なお、これを10倍希釈した分析用試料は、グルコース15mg/L及びグルタミン酸15mg/L含んでいる。

【試料b】ふっ化物イオン標準液(関東化学(株)998mg/L)150mL、アルミニウム標準液(関東化学(株)1,003mg/L)300mL及び塩化ナトリウム25gを超純水に溶解し、全量を5Lとしたものを試料原液として、約250mLを各参加機関に配付した。

なお、これを10倍希釈した分析用試料におけるふっ化物イオンの含有量(以下、「設定値」という)は2.99mg/Lであり、アルミニウム6.02mg/L及び塩化ナトリウム500mg/Lを含んでいる。

6 試験方法

試験方法は、「排水基準を定める省令の規定に基づく環境大臣が定める排水基準に係る検定方法(昭和49年9月30日環境庁告示第64号。以下「昭和49年告示」という。)」に定める方法を用い、BODは「日本工業規格K0102(以下「規格」という。)21」、ふっ素及びその化合物は「規格34・1、34・2若しくは34・4又は規格34・1C(注

(6)第三文を除く)及び水質汚濁に係る環境基準について(昭和46年12月28日環境庁告示第59号。以下「昭和46年告示」という。)付表6」とした。

参加機関は、分析用試料について5回の併行試験を行い、その結果及び分析条件等を指定の様式に記入し電子メール等で報告することとした。なお、分析結果は濃度(mg/L)として有効数字3桁で回答することとした。

7 結果

7.1 生物化学的酸素要求量(BOD)

7.1.1 概要

参加した全機関(19機関)から回答を得た。

表1に示すとおり、報告された機関毎の平均値は13.9~24.5mg/L、室内変動の変動係数は0.397~11.4%であった。

7.1.2 度数分布図

平均値の度数分布図を図1に示す。度数が最も大きかったのは19.0~20.9mg/Lの階級、次いで21.0~22.9mg/Lの階級であった。

7.1.3 異常値の棄却

平均値についてグラブスの検定を実施したが、棄却される値はなかった。

7.1.4 基本統計

平均値から算出された基本統計データを表2に示す。室間変動を示す変動係数は16.1%であり、H29年度環境測定分析統一精度管理調査¹⁾(以下、「H29年度環境省調査」という)における異常値棄却後の変動係数15.3%(データ数383、平均値239mg/L)と概ね同様に、ばらつきが大きかった。

7.1.5 平均値に対する分析値の評価

各機関の平均値の、全体の平均値に対する百分率を算出し、誤差範囲(最大値及び最小値)と共に図2に示す。全体の平均値に対する百分率は72.8~128%であった。

7.1.6 考察

規格21 備考3において、グルコース-グルタミン酸混合標準液(以下、「G.G.標準液」という、グルコース及びグルタミン酸をそれぞれ150mg/L含む)5~10mLを培養瓶300mLにとり、植種希釈水を満たしてBODを測定する場合のBODを220±10mg/Lとしている。グルコース及びグルタミン酸をG.G.標準液の1/10含む分析用試料のBODは22mg/L前後になると想定されたが、平均値は19.1mg/Lであった。全体に、想定よりも低値を示した機関が多く、各機関において植種液の活性等を確認することが必要と考えられた。

今回、植種菌製剤を用いた場合及び河川水等を用いた場合で、平均値はそれぞれ19.3mg/L及び19.4mg/Lと、分析結果に有意差は認められなかった。しかし、H29年度環境省調査においては、植種菌製剤を用いた場合、河

川水等を用いた場合と比較してBODは低値を示しており、日暮ら²⁾は、植種菌製剤を用いるとG.G.標準液のBODは180~190mg/Lとなり規格に定める220±10mg/Lを達成しないと報告している。特に市販の植種菌製剤を用いる場合には、植種液の活性度に注意が必要である。

7.1.7 調査結果から推定された問題点

7.1.7.1 希釈水

規格21において、希釈水には日本工業規格K0557に規定されたA3の水(蒸留水)を用いることとなっているため、蒸留水または超純水を使用することが求められるが、機関Nはイオン交換水によって希釈水を調製していた。

規格21では、希釈水の5日間の溶存酸素消費量は0.2mg/L以下と規定されているが、4機関(I、J、L及びM)がこれを満たさず、機関Iでは1.31mg/Lと特に高値であった。高見ら³⁾は、25機関が参加した共同試験の結果、希釈水が規定を満たした機関は約40%ほどであったと報告しており、永山ら⁴⁾は、希釈水を60回測定したところ規定を満たしたのは50%であったと報告している。このように、希釈水の溶存酸素消費量を低減するのは非常に難しい。希釈水調製の際には、落下粉塵の混入を防止するとともに、空間中の有機溶媒を低減して有機化合物による酸素消費を防ぐよう努めることが必要と考えられた。

7.1.7.2 植種液の測定

植種を実施する場合、植種液の溶存酸素の消費率 $\{(B_1-B_2)/B_1\} \times 100$ (B_1 :希釈した植種液の培養前の溶存酸素の濃度(mg/L)、 B_2 :希釈した植種液の培養後の溶存酸素の濃度(mg/L))が40~70%の範囲内にあるものを選んで植種補正值を求めることとなっているが、5機関(A、E、F、H及びM)がこれを満たさなかった。このうち、機関A、E及びFについては、より低倍率での測定を実施すべきと思われた。また、植種希釈水の溶存酸素消費量から補正を行ってはならないと規定があるが、機関Aでは植種希釈水の測定結果を B_1 、 B_2 として植種補正值を求めている。

7.1.7.3 希釈試料の測定

規格21では、好気性微生物等が不足している場合には植種を実施することとなっているが、機関Iは植種を実施せず、その報告値は最も低値を示していた。H23年度環境測定分析統一精度管理調査⁵⁾においても、植種を実施しなかった機関の報告値は平均値が低値となっており、こうした傾向と同様であった。

希釈試料の測定においては、溶存酸素の消費率 $\{(D_1-D_2)/D_1\} \times 100$ (D_1 :希釈試料を調製してから15分後の溶存酸素の濃度(mg/L)、 D_2 :培養後の希釈試料の溶存酸素の濃度(mg/L))が40~70%の範囲内にあるものを選んでBODを求めることとなっているが、2機関(N及びP)がこれを満たさなかった。機関Nは、4回の測定結果について、上記の範囲を満たす希釈倍数が他にあるにも関わらず、

適合しない希釈倍数の測定結果を選択した。機関Pでは、最も高倍率においても2回の測定結果において溶存酸素消費率が70%を超えており、CODの簡易測定結果等により希釈倍数を精査してから分析を実施することが望まれた。

植種を実施する場合、試料の希釈には植種希釈水を用いることとなっているが、機関Oでは、希釈水で希釈した試料80mLに植種希釈水を加えて全量を100mLとし、測定を実施していた。規格21では、表1に示す計算方法(イ)または(ロ)により結果を算出することとなっているが、表1のとおり独自の方法で算出していた。なお、表1に示した機関Oの n_1 (希釈試料の希釈倍数)は、希釈試料80mLを調製した際の希釈倍数であり、全量を100mLとした測定試料の希釈倍数は、これに80/100を乗じた値となる。

7.1.7.4 数値の取扱い

2機関(L及びP)で数値の丸め方に誤りがあった。数値の丸めは定量計算の最終段階でのみ行われるべきであるが、機関Lは、定量計算の途中で数値を丸めていた。また、日本工業規格Z8401では、与えられた数値に等しく近い、2つの隣り合う丸めの幅の整数倍がある場合には、丸めた数値として偶数倍の方を選ぶと定められている。しかし機関Pでは、1回目の定量結果について15.45という測定値を得たが、丸めの幅0.1の整数倍となる等しく近い15.4と15.5のうち、最終桁が偶数の15.4を丸めた数値として用いなければならないところ、四捨五入により15.5としたため、報告値にずれが生じた。

また、機関Lの2回の報告値について、定量計算結果から報告書への転記に誤りがあった。

7.2 ふっ素及びその化合物(F)

7.2.1 概要

当該項目の分析を通常実施している15機関のうち、14機関から回答を得た。1機関は、機器の不具合により無回答となった。

結果一覧を表3に、採用した分析方法を表4に示す。規格34.1ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光度法(以下、「吸光度法」という。)を採用したのは7機関、規格34.1C)蒸留操作及び昭和46年告示付表6イオンクロマトグラフ(以下、「イオンクロマトグラフ法」という。)は5機関であった。規格34.4流れ分析法(以下、「流れ分析法」という。)を選択した2機関は、いずれも日本工業規格K0170-6.6.3.3蒸留・ランタン-アリザリンコンプレキソン発色CFA法で分析した。規格34.2イオン電極法を採用した機関はなかった。

表3に示すとおり、報告された機関毎の濃度の平均値は2.32~3.07mg/L、室内変動を示す変動係数は0.290~6.94%であった。

7.2.2 度数分布図

平均値の度数分布図を図3に示す。最大度数となった階級は設定値より低値にあった。

7.2.3 異常値の棄却

平均値についてグラブスの検定を実施したが、棄却される値はなかった。

7.2.4 基本統計

平均値から算出された基本統計データを表5に示す。室間変動を示す変動係数は7.90%と良好であった。

7.2.5 設定値に対する分析値の評価

各機関の平均値の設定値に対する百分率を算出し、誤差範囲（最大値及び最小値）と共に図4に示す。設定値に対する百分率は77.7～103%であった。

7.2.6 考察

試料Bに含まれていたアルミニウムは、吸光光度法においてふっ化物イオンと発色試薬による錯体の生成を阻害する。本試料について、当センターが蒸留を実施せずに分析を実施したところ、設定値に対する百分率は33.2%まで低下した。このようなアルミニウムの影響を防ぐため、蒸留によってふっ化物イオンを分離することが規格34.1に定められており、本法を選択した全ての機関が蒸留を実施していたため、いずれの機関も大きな妨害を免れた。

規格34.1では、試料中にふっ化物イオン以外のハロゲン化物イオンが多量に含まれる場合には、蒸留時の受器に水酸化ナトリウム溶液を加えることとなっている。試料Bには、塩化物イオンが約300mg/L含まれており、水蒸気蒸留を行うとこれが塩酸となって受器に流出する。当センターが受器に水酸化ナトリウム溶液を加えずに蒸留を実施したところ、設定値に対する百分率は20.3%まで低下した。今回、蒸留を実施した全ての機関が受器に水酸化ナトリウム溶液を添加していたため、百分率の低下を免れた。

比較的低値となった機関についてその要因を検討したところ、図5のとおり、試料採取量が大きい機関ほど負の誤差が少なくなる傾向がみられた。さらに、分析に要した日数と報告値の関係を、球の大きさが表す試料採取量とともに図6に示す。分析が長期にわたるほど低値となる傾向が若干みられた。また、分析に5日間以上を要している機関が5機関見られたが、迅速に実施することが望ましい。なお、図5及び図6は、蒸留を実施した11機関の結果のみを集計したものである。

7.2.7 調査結果から推定された問題点

7.2.7.1 分析操作

昭和49年告示においては、イオンクロマトグラフ法により分析する場合にも蒸留を実施することとなっているが、機関Iでは蒸留を実施しなかった。試料Bには、イオンクロマトグラフ法で妨害を起こす物質が含まれておらず、機関Iの分析結果は良好であった。

規格では、蒸留を実施する前に試料を約30mLに濃縮することとなっているが、機関Oでは採取した試料30mLを濃縮せずに蒸留に供した。先述したが、試料採取量が少量のため誤差が大きくなったことが、分析結果及び変

動係数に影響を及ぼしたと考えられる。

7.2.7.2 分析結果の補正

吸光光度法及びイオンクロマトグラフ法のいずれにおいても、蒸留操作等を含めた空試験については規定されていないが、3機関（H、M及びN）が操作の全行程を含む空試験を実施し、分析結果を補正していた。

昭和46年告示付表6では、水をイオンクロマトグラフで測定した指示値で検量線用標準液の指示値を補正することとなっているが、2機関（F及びI）がこれを実施していなかった。

流れ分析法において、妨害物質及びハロゲン化物等が多量に含まれる試料に蒸留・ランタン-アリザリンコンプレキソン発色CFA法を適用する場合には、試料に対する添加回収試験の回収率で分析値を補正することとなっているが、機関Qではこれを実施していなかった。

7.2.7.3 数値の取扱い

数値の丸め方について、機関Nに誤りがあった。3回目の定量結果について、3.0258という測定結果を得たが、最も近い丸めの幅0.01の整数倍として3.03を用いるべきところ、3.02としたため、報告値にずれが生じた。

8 総括評価及び今後の課題

BODは重要な環境指標であるにも関わらず、試験に5日を要し、測定精度の担保が非常に難しい。希釈水の溶存酸素消費量の低減、規格を満たす植種液の検討等、各機関での再確認が強く望まれる。また、試験方法や結果の算出方法について、規格等の精読が必要な機関が6機関あった。

ふっ素及びその化合物の実施結果は概ね良好であったが、昭和49年告示と整合していない機関が7機関あった。各機関においては標準作業手順書を再確認し、昭和49年告示の試験方法から逸脱が認められる場合には、早急な見直しが必要である。

毎年散見される、数値の丸めの誤り及び報告書への記入誤りは、今回も見受けられた。分析者のみならず、チェックにあたる者も、細心の注意をはらって生データと解析ファイル、報告書等の確認を行う必要があり、データチェック体制の見直し、あるいは再確立を強く要望したい。

9 引用文献

- 1) 環境省水・大気環境局総務課環境管理技術室：平成29年度環境測定分析統一精度管理調査結果（本編）（2018）
- 2) 日暮ら：高精度BOD測定のための希釈水の水質及び植種の活性向上の検討、分析化学第63巻第4号（2014）
- 3) 高見ら：生物化学的酸素消費量の測定に関する共同実験結果、分析化学第38巻（1989）
- 4) 永山ら：BOD測定のための希釈水の純度に関する研究、水処理技術第20巻第4号（1979）
- 5) 環境省水・大気環境局総務課環境管理技術室：平成

23年度環境測定分析統一精度管理調査結果(本編) (2012)

表1-1 結果一覧(BOD)

機関コード	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
分析結果(mg/L)										
1回目	18.2	21.2	14.2	14.0	21.2	21.9	21.2	21.5	14.0	21.8
2回目	14.3	21.1	14.0	13.8	21.5	21.5	21.1	21.2	13.8	20.8
3回目	18.1	20.0	14.3	14.5	21.8	22.1	21.0	21.2	13.6	21.9
4回目	14.6	19.4	14.3	13.2	21.9	22.3	21.0	21.4	13.8	22.5
5回目	16.5	19.8	14.1	14.2	20.9	21.9	21.1	21.4	14.2	21.3
平均	16.3	20.3	14.2	13.9	21.5	21.9	21.1	21.3	13.9	21.7
標準偏差	1.86	0.806	0.130	0.488	0.416	0.297	0.0837	0.134	0.228	0.643
変動係数(室内)	11.4	3.97	0.919	3.50	1.94	1.35	0.397	0.629	1.64	2.97
分析開始日	9月5日	9月5日	9月5日	9月6日	9月7日	9月6日	9月5日	9月6日	9月8日	9月6日
分析終了日	9月10日	9月10日	9月11日	9月11日	9月12日	9月11日	9月10日	9月11日	9月13日	9月11日
分析に用いた水	蒸留水	超純水	蒸留水	超純水	蒸留水	蒸留水	蒸留水	超純水	蒸留水	蒸留水
希釈水の測定										
初め(mg/L)	8.67	8.79	8.82	8.83	8.50	8.70	8.57	8.84	8.14	8.81
5日間後(mg/L)	8.48	8.59	8.81	8.71	8.48	8.51	8.40	8.65	6.83	8.54
消費量(mg/L)	0.19	0.20	0.01	0.12	0.02	0.19	0.17	0.19	1.31	0.27
植種液の種類	河川水	市販の 植種菌製剤	市販の 植種菌製剤	市販の 植種菌製剤	河川水	市販の 植種菌製剤	河川水	河川水	植種無し	市販の 植種菌製剤
植種希釈水の調製 (植種希釈液/植種液)	21	155	126	126	5	200	10	10	—	200
計算式(表下参照)	(イ)	(イ)	(イ)	(イ)	(イ)	(ロ)	(ロ)	(イ)	(ハ)	(イ)
植種液の測定										
n ₂	21	20	8	20	2	25	2	1	—	40
B ₁	8.81	8.78	8.82	8.72	8.01	8.73	8.31	8.85	—	8.79
B ₂	8.41	3.68	2.68	4.97	7.04	6.31	4.74	6.09	—	4.50
[(B ₁ -B ₂)/B ₁]×100	4.5	58.1	69.6	43.0	12.1	27.7	43.0	31.2	—	48.8
備考	5回の実施結果で、それぞれ結果1～5を補正。1回目のデータを代表して記す。									
希釈試料の測定										
結果1 n ₁	4	6	4	4	6	4.57	4	5	2.5	5
P	0.25	0.17	0.25	0.25	0.17	0.22	0.25	0.20	0.40	0.20
D ₁	8.86	8.71	8.84	8.65	8.20	8.52	8.42	8.63	8.12	8.68
D ₂	4.02	4.63	4.99	4.70	4.35	3.51	2.56	4.11	2.51	3.63
D ₁ -D ₂	4.84	4.08	3.85	3.95	3.85	5.02	5.86	4.52	5.61	5.05
[(D ₁ -D ₂)/D ₁]×100	54.6	46.8	43.6	45.7	47.0	58.9	69.6	52.4	69.1	58.2
結果2 n ₁	4	6	4	4	6	4.57	4	5	2.5	5
P	0.25	0.17	0.25	0.25	0.17	0.22	0.25	0.20	0.40	0.20
D ₁	8.78	8.73	8.84	8.56	8.15	8.57	8.39	8.72	8.14	8.71
D ₂	4.81	4.66	5.04	4.66	4.25	3.63	2.55	4.26	2.59	3.86
D ₁ -D ₂	3.97	4.07	3.80	3.90	3.90	4.94	5.84	4.47	5.55	4.85
[(D ₁ -D ₂)/D ₁]×100	45.2	46.6	43.0	45.6	47.9	57.7	69.6	51.2	68.2	55.7
結果3 n ₁	4	6	4	4	6	4.57	4	5	2.5	5
P	0.25	0.17	0.25	0.25	0.17	0.22	0.25	0.20	0.40	0.20
D ₁	8.80	8.68	8.82	8.67	8.23	8.58	8.33	8.68	8.13	8.74
D ₂	3.97	4.79	4.96	4.59	4.27	3.50	2.51	4.22	2.68	3.68
D ₁ -D ₂	4.83	3.89	3.86	4.08	3.96	5.07	5.82	4.46	5.45	5.06
[(D ₁ -D ₂)/D ₁]×100	54.9	44.8	43.8	47.1	48.1	59.2	69.8	51.4	67.0	57.9
結果4 n ₁	4	6	4	2.5	6	4.57	4	5	2.5	5
P	0.25	0.17	0.25	0.40	0.17	0.22	0.25	0.20	0.40	0.20
D ₁	8.76	8.72	8.83	8.61	8.19	8.61	8.34	8.72	8.19	8.69
D ₂	4.65	4.93	4.96	2.98	4.22	3.50	2.52	4.22	2.66	3.51
D ₁ -D ₂	4.11	3.79	3.87	5.63	3.97	5.11	5.82	4.50	5.53	5.18
[(D ₁ -D ₂)/D ₁]×100	46.9	43.5	43.8	65.4	48.5	59.3	69.8	51.6	67.5	59.6
結果5 n ₁	4	6	4	4	6	4.57	4	5	2.5	5
P	0.25	0.17	0.25	0.25	0.17	0.22	0.25	0.20	0.40	0.20
D ₁	8.68	8.68	8.72	8.60	8.06	8.57	8.35	8.75	8.19	8.68
D ₂	4.27	4.83	4.91	4.60	4.26	3.55	2.51	4.24	2.49	3.73
D ₁ -D ₂	4.41	3.85	3.81	4.00	3.80	5.02	5.84	4.51	5.70	4.95
[(D ₁ -D ₂)/D ₁]×100	50.8	44.4	43.7	46.5	47.1	58.6	70.0	51.5	69.6	57.0

計算式(イ) : BOD= [(D₁-D₂)-(B₁-B₂)×f]/P
 計算式(ロ) : BOD=(D₁-D₂)×n₁-(B₁-B₂)×n₂×V(n₁-1)/100
 計算式(ハ) : BOD=(D₁-D₂)/P
 計算式(機関O) : BOD= [(D₁-D₂)×100/80-(B₁-B₂)×n₂×V(100/80-1)/100]×n₁
 n₂ : 植種液のBOD測定時の希釈倍数(希釈した植種液/植種液) f: x/y
 B₁ : 希釈した植種液の培養前の溶存酸素の濃度(mg/L) x: 試料のBODを測定する場合の希釈試料中の植種液(%)
 B₂ : 希釈した植種液の培養後の溶存酸素の濃度(mg/L) y: 植種液のBODを測定する場合の希釈した植種液中の植種液(%)
 [(B₁-B₂)/B₁]×100 : 希釈した植種液の溶存酸素の消費率(%) V: 植種希釈水中に含まれる植種液の体積百分率(%)
 n₁ : 希釈試料の希釈倍数(希釈試料/試料)
 P : 希釈試料中の試料の占める割合(試料/希釈試料)
 D₁ : 希釈試料を調製してから15分後の溶存酸素の濃度(mg/L)
 D₂ : 培養後の希釈試料の溶存酸素の濃度(mg/L)
 D₁-D₂ : 希釈試料の溶存酸素の消費量(mg/L)
 [(D₁-D₂)/D₁]×100 : 希釈試料の溶存酸素の消費率(%)

表1-2 結果一覧(BOD)

機関コード	K	L	M	N	O	P	Q	R	S
分析結果(mg/L)									
1回目	26.4	20.1	23.0	18.5	19.6	15.5	21.8	16.9	19.5
2回目	25.7	20.8	18.0	18.5	19.8	16.4	23.0	16.2	19.5
3回目	25.2	20.7	20.8	18.5	20.0	16.4	21.4	16.9	20.8
4回目	22.8	17.7	20.7	18.5	20.1	15.8	18.4	16.0	19.0
5回目	22.5	20.8	21.4	20.3	20.4	15.8	18.2	15.3	19.5
平均	24.5	20.0	20.8	18.9	20.0	16.0	20.6	16.3	19.7
標準偏差	1.76	1.33	1.81	0.805	0.303	0.402	2.15	0.673	0.673
変動係数(室内)	7.19	6.64	8.69	4.27	1.52	2.52	10.4	4.14	3.42
分析開始日	9月7日	9月6日	9月8日	9月6日	9月14日	9月21日	9月7日	9月6日	9月6日
分析終了日	9月12日	9月11日	9月13日	9月11日	9月19日	9月26日	9月12日	9月11日	9月11日
分析に用いた水	蒸留水	蒸留水	超純水	イオン交換水	蒸留水	蒸留水	蒸留水	蒸留水	蒸留水
希釈水の測定									
初め(mg/L)	8.78	8.62	8.49	8.80	8.40	8.36	9.11	8.81	8.62
5日間後(mg/L)	8.71	8.26	8.12	8.80	8.35	8.27	8.99	8.73	8.47
消費量(mg/L)	0.07	0.36	0.37	0.00	0.05	0.09	0.12	0.08	0.15
植種液の種類	市販の 植種菌製剤	市販の 植種菌製剤	下水の 上澄み液	下水の 上澄み液	市販の 植種菌製剤	下水の 上澄み液	市販の 植種菌製剤	市販の 植種菌製剤	浄化槽放流水 の上澄み液
植種希釈水の調製 (植種希釈液/植種液)	100	100	10	40	143	5	16.7	125	50
計算式(表下参照)	(イ)	(ロ)	(イ)	(イ)	その他	(イ)	(ロ)	(イ)	(ロ)
植種液の測定									
n ₂	16.7	16 20	1	5	25 33.3	5	32	20	4
B ₁	8.87	8.56 8.61	8.82	8.80	8.51 8.49	8.37	8.90	8.76	8.17
B ₂	4.89	2.59 3.82	7.00	4.80	4.09 4.93	5.02	5.13	4.88	4.76
((B ₁ -B ₂)/B ₁)×100	44.9	69.7 55.6	20.6	45.5	51.9 41.9	40.0	42.4	44.3	42.0
備考		(B ₁ -B ₂)×n ₂ につ いて、上記2段階 の平均値を算出 し、結果1~5を補 正。			(B ₁ -B ₂)×n ₂ につ いて、上記2段階 の平均値を算出 し、結果1~5を補 正。				
希釈試料の測定									
結果1 n ₁	8	6	4	6	4	5	4	4	4
P	0.13	0.17	0.25	0.17	0.25	0.20	0.25	0.25	0.25
D ₁	8.83	8.34	8.62	8.90	8.51	8.44	8.75	8.74	8.56
D ₂	4.95	4.20	2.73	5.40	4.42	2.67	2.76	4.05	3.48
D ₁ -D ₂	3.88	4.14	5.89	3.50	4.09	5.77	5.99	4.69	5.08
((D ₁ -D ₂)/D ₁)×100	43.9	49.6	68.3	39.3	48.1	68.4	68.5	53.7	59.3
結果2 n ₁	8	6	4	6	4	5	8	4	4
P	0.13	0.17	0.25	0.17	0.25	0.20	0.13	0.25	0.25
D ₁	8.91	8.33	8.65	8.80	8.57	8.44	8.78	8.74	8.56
D ₂	5.12	4.06	4.02	5.30	4.45	2.48	5.27	4.23	3.49
D ₁ -D ₂	3.79	4.27	4.63	3.50	4.12	5.96	3.51	4.51	5.07
((D ₁ -D ₂)/D ₁)×100	42.5	51.3	53.5	39.8	48.1	70.6	40.0	51.6	59.2
結果3 n ₁	8	6	4	6	4	5	4	4	4
P	0.13	0.17	0.25	0.17	0.25	0.20	0.25	0.25	0.25
D ₁	8.90	8.33	8.62	8.80	8.58	8.44	8.69	8.71	8.57
D ₂	5.18	4.58	3.28	5.30	4.42	2.49	2.80	4.02	3.17
D ₁ -D ₂	3.73	3.75	5.34	3.50	4.16	5.95	5.89	4.69	5.40
((D ₁ -D ₂)/D ₁)×100	41.9	45.0	61.9	39.8	48.5	70.5	67.8	53.8	63.0
結果4 n ₁	4	6	4	6	4	5	4	4	4
P	0.25	0.17	0.25	0.17	0.25	0.20	0.25	0.25	0.25
D ₁	8.93	8.36	8.63	8.90	8.56	8.44	8.63	8.70	8.51
D ₂	2.74	4.16	3.33	5.40	4.37	2.61	3.49	4.24	3.56
D ₁ -D ₂	6.19	4.20	5.30	3.50	4.19	5.83	5.14	4.46	4.95
((D ₁ -D ₂)/D ₁)×100	69.3	50.2	61.4	39.3	48.9	69.1	59.6	51.3	58.2
結果5 n ₁	4	6	4	6	4	5	4	4	4
P	0.25	0.17	0.25	0.17	0.25	0.20	0.25	0.25	0.25
D ₁	8.91	8.35	8.71	8.90	8.54	8.46	8.65	8.72	8.56
D ₂	2.80	4.08	3.22	5.10	4.29	2.62	3.55	4.44	3.49
D ₁ -D ₂	6.11	4.27	5.49	3.80	4.25	5.84	5.10	4.28	5.07
((D ₁ -D ₂)/D ₁)×100	68.6	51.1	63.0	42.7	49.8	69.0	59.0	49.1	59.2

計算式(イ) : BOD= ((D₁-D₂)-(B₁-B₂)×f)/P
 計算式(ロ) : BOD=(D₁-D₂)×n₁-(B₁-B₂)×n₂×V(n₁-1)/100
 計算式(ハ) : BOD=(D₁-D₂)/P
 計算式(機関O) : BOD= ((D₁-D₂)×100/80-(B₁-B₂)×n₂×V(100/80-1)/100)×n₁
 n₂ : 植種液のBOD測定時の希釈倍数(希釈した植種液/植種液) f : x/y
 B₁ : 希釈した植種液の培養前の溶存酸素の濃度(mg/L) x : 試料のBODを測定する場合の希釈試料中の植種液(%)
 B₂ : 希釈した植種液の培養後の溶存酸素の濃度(mg/L) y : 植種液のBODを測定する場合の希釈した植種液中の
 ((B₁-B₂)/B₁)×100 : 希釈した植種液の溶存酸素の消費率(%) 植種液(%)
 n₁ : 希釈試料の希釈倍数(希釈試料/試料) V : 植種希釈水中に含まれる植種液の体積百分率(%)
 P : 希釈試料中の試料の占める割合(試料/希釈試料)
 D₁ : 希釈試料を調製してから15分後の溶存酸素の濃度(mg/L)
 D₂ : 培養後の希釈試料の溶存酸素の濃度(mg/L)
 D₁-D₂ : 希釈試料の溶存酸素の消費量(mg/L)
 ((D₁-D₂)/D₁)×100 : 希釈試料の溶存酸素の消費率(%)

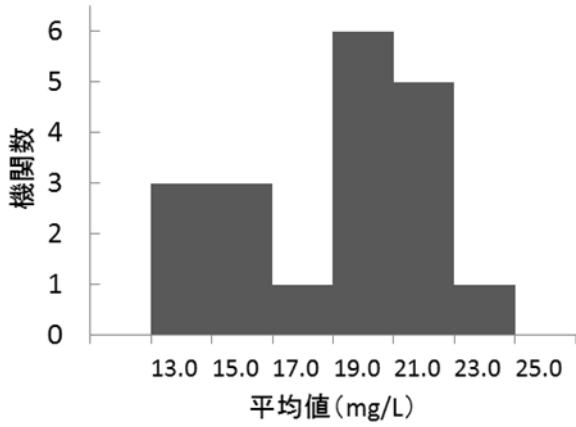


図1 度数分布図(BOD)

表2 基本統計データ(BOD)

データ数		19
平均値	mg/L	19.1
最大値	mg/L	24.5
最小値	mg/L	13.9
範囲(最大値-最小値)	mg/L	10.6
標準偏差	mg/L	3.08
変動係数(空間)	%	16.1
中央値	mg/L	20.0
平均値	mg/L	19.1

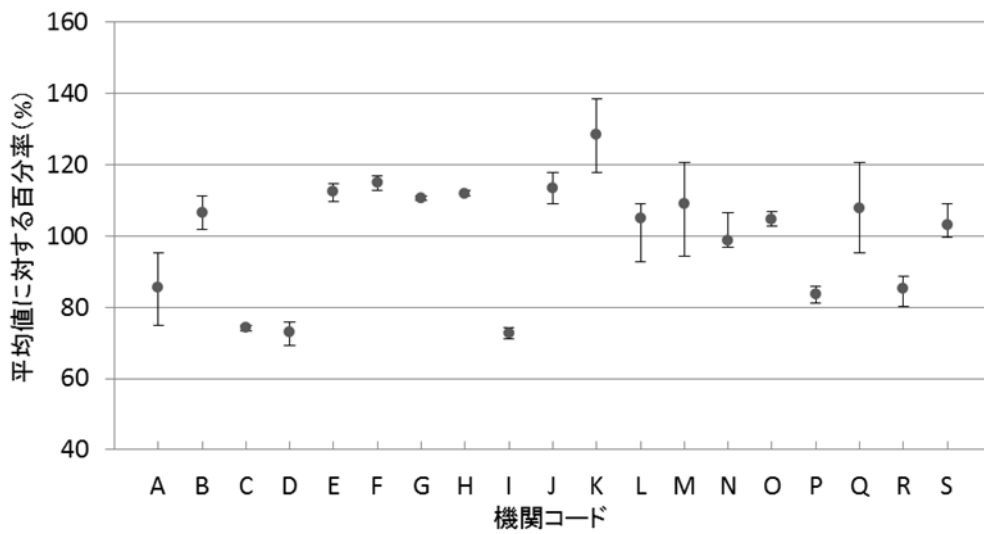


図2 平均値に対する百分率(BOD)

表3 結果一覧(F)

機関コード	A	B	D	F	G	H	I
分析結果(mg/L)							
1回目	2.85	2.15	2.88	3.08	2.91	2.98	2.89
2回目	2.86	2.36	2.86	3.06	2.95	2.93	2.90
3回目	2.84	2.44	2.86	3.07	3.07	3.03	2.88
4回目	2.84	2.37	2.85	3.06	2.97	2.89	2.89
5回目	2.83	2.30	2.85	3.05	2.95	2.98	2.88
平均	2.84	2.32	2.86	3.06	2.97	2.96	2.89
標準偏差	0.0114	0.109	0.0122	0.0114	0.0600	0.0536	0.00837
変動係数(室内)	0.401	4.70	0.428	0.372	2.02	1.81	0.290
添加回収試験							
添加濃度(mg/L)	0.600	2.50	1.01	0.998	0.798	2.52	1.00
定量結果(mg/L)	0.570	2.40	0.951	0.985	0.751	2.51	1.00
回収率(%)	95.0	96.0	94.5	98.7	94.0	99.6	100
分析開始日	9月11日	9月5日	9月11日	9月22日	9月6日	9月19日	9月26日
分析終了日	9月15日	9月6日	9月12日	9月26日	9月6日	9月19日	9月27日
分析方法	イオンクロマトグラフ法	吸光光度法	吸光光度法	イオンクロマトグラフ法	流れ分析法	吸光光度法	イオンクロマトグラフ法
分析に用いた水	超純水	超純水	超純水	イオン交換水	蒸留水	蒸留水	超純水
蒸留操作							
実施の有無	実施する	実施する	実施する	実施する	—	実施する	実施しない
実施日	9月13日	9月6日	9月11日	9月22日	—	9月19日	—
試料採取量(mL)	250	100	250	250	—	100	—
濃縮実施の有無	実施する	実施する	実施する	実施する	—	実施する	—
添加した酸の種類	過塩素酸	過塩素酸	過塩素酸	過塩素酸	—	硫酸	—
添加した酸の量(mL)	40	40	40	40	—	30	—
受け器への水酸化ナトリウム水溶液の添加	有り	有り	有り	有り	—	有り	—
留出液の定容量(mL)	250	250	250	250	—	250	—
ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光光度法							
実施日	—	9月6日	9月12日	—	—	9月19日	—
留出液(または試料)の採取量(mL)	—	25	10	—	—	10	—
定容器具	—	比色管	全量フラスコ	—	—	全量フラスコ	—
発色操作の定容量(mL)	—	50	50	—	—	50	—
イオンクロマトグラフ法							
測定日	9月15日	—	—	9月25日	—	—	9月27日
留出液(又は試料)の希釈倍率	5	—	—	1	—	—	1
溶離液の種類	炭酸ナトリウム・炭酸水素ナトリウム混合溶液	—	—	炭酸ナトリウム・炭酸水素ナトリウム混合溶液	—	—	炭酸ナトリウム・炭酸水素ナトリウム混合溶液

機関コード	J	K	L	M	N	O	Q
分析結果(mg/L)							
1回目	2.75	2.81	2.71	2.45	3.00	2.50	3.08
2回目	2.82	2.84	2.68	2.46	3.04	2.55	3.05
3回目	2.91	2.88	2.76	2.57	3.02	2.78	3.06
4回目	2.94	2.87	2.75	2.56	3.08	2.33	3.07
5回目	2.74	2.83	2.81	2.57	3.02	2.39	3.10
平均	2.83	2.85	2.74	2.52	3.03	2.51	3.07
標準偏差	0.0909	0.0288	0.0497	0.0614	0.0303	0.174	0.0192
変動係数(室内)	3.21	1.01	1.81	2.43	1.00	6.94	0.626
添加回収試験							
添加濃度(mg/L)	0.119	2.50	2.00	2.50	3.00	4.99	1.11
定量結果(mg/L)	0.111	2.46	1.91	2.38	2.93	5.32	1.13
回収率(%)	93.3	98.5	95.5	95.4	97.7	107	102
分析開始日	9月7日	9月7日	9月6日	9月27日	9月12日	9月15日	9月20日
分析終了日	9月12日	9月8日	9月27日	9月28日	9月13日	9月28日	9月20日
分析方法	吸光光度法	イオンクロマトグラフ法	吸光光度法	吸光光度法	イオンクロマトグラフ法	吸光光度法	流れ分析法
分析に用いた水	蒸留水	超純水	イオン交換水	超純水	超純水	蒸留水	蒸留水
蒸留操作							
実施の有無	実施する	実施する	実施する	実施する	実施する	実施する	—
実施日	9月7日	9月7日	9月22日～26日	9月27日	9月12日	9月15日	—
試料採取量(mL)	250	250	100	50	250	30	—
濃縮実施の有無	実施する	実施する	実施する	実施する	実施する	実施しない	—
添加した酸の種類	過塩素酸	過塩素酸	硫酸	硫酸	硫酸	過塩素酸	—
添加した酸の量(mL)	40	40	30	30	30	40	—
受け器への水酸化ナトリウム水溶液の添加	有り	有り	有り	有り	有り	有り	—
留出液の定容量(mL)	250	250	250	250	250	250	—
ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光光度法							
実施日	9月12日	—	9月27日	9月28日	—	9月28日	—
留出液(または試料)の採取量(mL)	5	—	10	30	—	30	—
定容器具	全量フラスコ	—	全量フラスコ	比色管	—	比色管	—
発色操作の定容量(mL)	50	—	50	50	—	50	—
イオンクロマトグラフ法							
測定日	—	9月8日	—	—	9月13日	—	—
留出液(又は試料)の希釈倍率	—	1	—	—	1	—	—
溶離液の種類	—	炭酸ナトリウム・炭酸水素ナトリウム混合溶液	—	—	炭酸ナトリウム・炭酸水素ナトリウム混合溶液	—	—

表4 採用した分析方法(F)

規格34.1 ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光光度法	7
規格34.1 C)蒸留操作及び昭和46年告示付表6 イオンクロマトグラフ	5
規格34.4 流れ分析法 (JIS K 0170-6 6.3.3 蒸留・ランタン-アリザリンコンプレキソン発色CFA法)	2

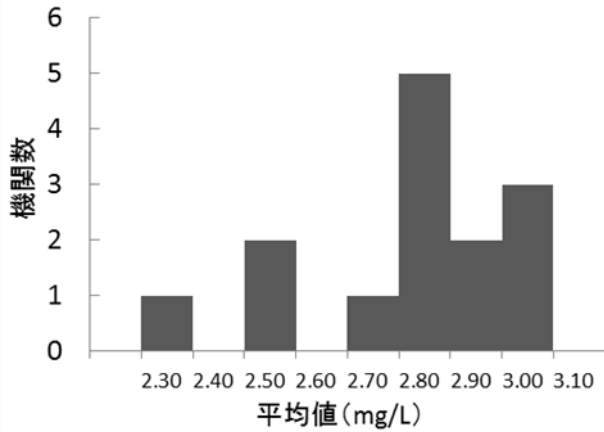


表5 基本統計データ(F)

データ数		14
平均値	mg/L	2.82
最大値	mg/L	3.07
最小値	mg/L	2.32
範囲(最大値-最小値)	mg/L	0.75
標準偏差	mg/L	0.225
変動係数(空間)	%	7.90
中央値	mg/L	2.86
平均値	mg/L	2.82

図3 度数分布図(F)

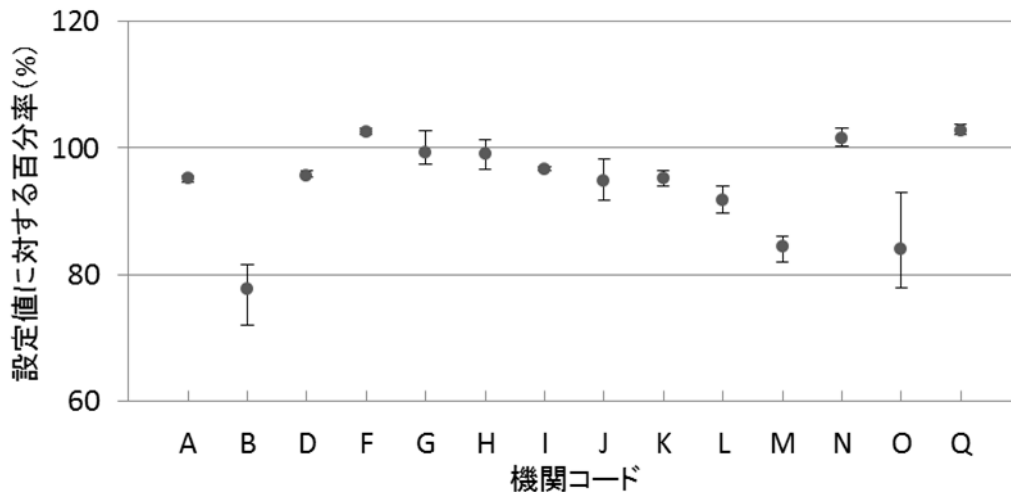


図4 設定値に対する百分率(F)

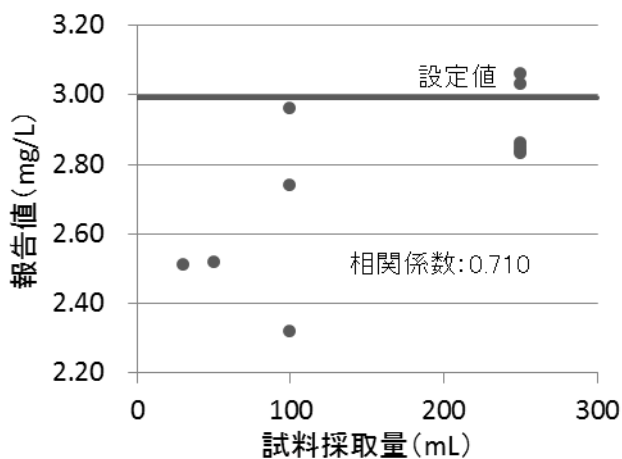


図5 試料採取量と報告値の関係(F)

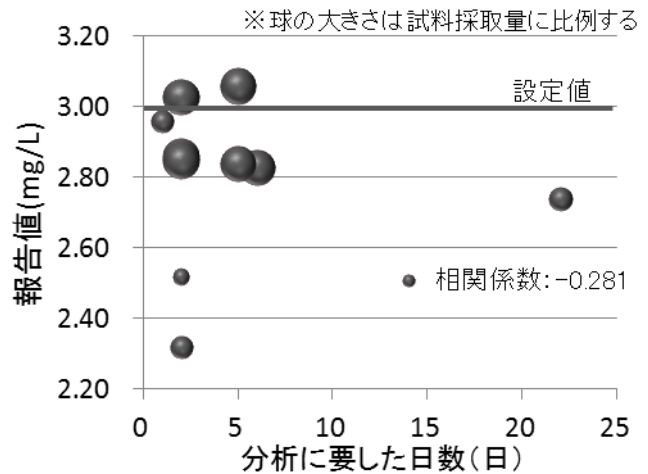


図6 分析に要した日数と報告値の関係(F)