

令和元(2019)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30(2018)年12月18日に開催された栃木県精度管委員会において、令和元(2019)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。

その結果を令和元(2019)年12月11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(令和元(2019)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)	柏瀬 仁	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	八木沢 和夫	保健福祉部生活衛生課長
前田 勇	宇都宮大学農学部 教授	加藤 治	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)	荒井 浩己	計量検定所長
若色 孝子	環境森林部環境保全課長	久保 昌幸	栃木県計量協会 環境計量証明部会長
笹川 正憲	環境森林部廃棄物対策課長	金澤 秀行	参事兼保健環境センター所長

令和元（2019）年度 試験検査精度管理調査 細菌試験結果

平成30(2018)年12月18日に開催された栃木県精度管理委員会において、令和元(2019)年度試験検査精度管理調査の細菌試験精度管理に係る実施方法・検査項目等の協議がなされた。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。

1 実施機関

試料の調製及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。参加機関には次の番号が付与され、以降記述は当該番号を用いる。

- 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

供試菌株は、表1のとおり急性期患者便を想定した5種とし、うち2種を参加機関に配布した。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」（平成23年4月1日施行）に規定された検査実施標準作業書（SOP）、又はこれに準ずる術式で実施することとした。

表1 供試菌株と配布機関

菌株記号	供試菌株	配布機関
A	<i>Salmonella Choleraesuis</i> {07:c:1,5} H ₂ S(-)	3, 6, 8
B	Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> (EHEC) O157 H7 VT1(-) VT2(+)	1, 2, 4, 5
C	<i>Clostridium perfringens</i> インテトキシン産生(+) カマイシン感受性	2, 5, 7
D	<i>Campylobacter jejuni</i>	1, 3, 6
E	<i>Bacillus cereus</i> セレウリト [®] 産生(+)	4, 7, 8

4 実施期間

被検菌株は保健環境センター微生物部において令和元(2019)年9月3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30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35±1℃・24時間好気培養した後、供試菌株Cは、サイクロセリン含有CW卵黄寒天培地に接種45±1℃・24時間嫌気培養した後、供試菌株Dは、血液寒天培地に接種42±1℃・48時間微好気培養した後、配布前日まで冷蔵保存(4℃)した。

配布前日、保存した平板上の集落を、10μLループ・ニードルで収集しPBS中に懸濁、2回Cell-Washした後、PBS中に再懸濁した。これら菌液は波長630nmで吸光度が測定され、予め作成しておいた検量線から菌数を求め、菌数が1.0×10⁷ CFU/mL以上になるよう菌株母液を調整した。これら菌株母液は滅菌試験管に分注され配布試料として冷蔵保管(4℃)した。

5.2 試料の配布

参加機関には2種類の検査試料を配布した。搬送には漏出防止対策を講じた容器を用い、冷蔵状態で運搬し、搬入後も冷蔵状態を維持して速やかに供試するよう指示した。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情報提供した。

- 菌株 A：悪心、嘔吐、発熱、腹痛、下痢.
- 菌株 B：腹痛、水様性下痢、血便.
- 菌株 C：腹痛、下痢.
- 菌株 D：発熱、腹痛、下痢、血便.
- 菌株 E：悪心、嘔吐.

6 調査結果

6.1 使用された分離培地（純培養培地を含む）

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。

表 2-1 各機関が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／*酵素基質培地）

菌株 培地	<i>Salmonella Choleraesuis</i> {07:c:1,5} H ₂ S(-)				Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> O157 H7 VT1(-) VT2(+)			
	*CHROMagar Salmonella	SS	SSB	DHL	CT-SMAC	*CT-CHROM agar STEC	SSB	DHL
1					—	●	●	●
2					—	●	●	●
3	●	—	●	●				
4					●	●	●	●
5					—	●	●	●
6	●	●	—	●				
7								
8	●	—	●	●				

表 2-2 各機関が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	<i>Clostridium perfringens</i> (エンテロトキシン産生 カマイシン感受性)				<i>Campylobacter jejuni</i>			<i>Bacillus cereus</i>	非選択 培地
	カマイシン 含有 CW卵黄 寒天培地	サイクロレリン 含有 CW卵黄 寒天培地	チカゲリコル 酸塩培地 (毒素産 生試験)	変法 DS 培地 (毒素産 生試験)	プレート カンピロバクター 選択増菌 ブイヨン	CCDA mCCDA	* CHROMagar Campylo- bacter	NGKG agar	血寒 TSA GAM, 等
1					●	●	—		TSA
2	—	●							TSA
3					—	●	●		普通寒天
4								●	TSA
5	—	●							—
6					—	●	—		血寒 普通寒天
7	●	●	●	●				●	血寒, TSA BHI, GAM
8								●	血寒

検出精度の向上には、標的となる菌株に対し選択性の強弱、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併用が望ましい。特に選択制、視認性、特異性が高度な合成酵素基質培地の使用を推奨してきたが、今回、*Salmonella*、EHEC、において選択分離培地の2種併用が全て

の機関で実施された。

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、カナマイシン含有 CW 卵黄寒天培地と、カナマイシンを含有しない Tryptose sulfite cycloserine agar (TSC) 又は CS-GS-CW 寒天培地の併用、あるいは、カナマイシン不含 CW 卵黄寒天培地と、TSC 寒天培地/CS-GS-CW 寒天培地の併用を推奨する。

非選択性培地の使用は、糞便等夾雑菌が多い検体には不適であるが、検体が加熱食品、血液、髄液等の場合、有効と思料される。

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が、表記方法に若干の瑕疵が認められた。詳細は「6.2.2」及び「6.2.3」で述べる。

表3 同定及び判定（適正´：表記方法に瑕疵あり）

機関	回 答		菌株 記号	判定
	No.	同 定 菌 種 名		
1	1-1	<i>Escherichia coli</i> 0157 VT1(-) VT2(+)	B	適正
	1-2	<i>Campylobacter</i> 属	D	適正
2	2-1	Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> (EHEC) 0157 VT1(-) VT2(+)	B	適正
	2-2	<i>Clostridium perfringens</i>	C	適正
3	3-1	<i>Salmonella</i> spp. 07	A	適正
	3-2	<i>Campylobacter</i> 属	D	適正
4	4-1	Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> 0157 VT1(-) VT2(+)	B	適正
	4-2	<i>Bacillus cereus</i>	E	適正
5	5-1	Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> (EHEC) 0-157 VT2(+)	B	適正´
	5-2	<i>Clostridium perfringens</i>	C	適正´
6	6-1	<i>Salmonella</i> spp. 07	A	適正
	6-2	<i>Campylobacter</i> spp.	D	適正
7	7-1	<i>Clostridium perfringens</i> enterotoxin(+)	C	適正
	7-2	<i>Bacillus cereus</i> cereulide(+)	E	適正
8	8-1	<i>Salmonella</i> Choleraesuis	A	適正
	8-2	<i>Bacillus</i> 属	E	適正

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

表4-1,2に菌株の鑑別（染色性、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、LIM、VP、SC、オキシダーゼ、血清O型別試験において、同一の結果が得られた。

機関8では、カタラーゼ試験が陰性との判定であったが、陽性が正しい。過酸化水素の失活等が疑われる。また、血清H型別が実施され血清型が特定されたが、H抗原I相とII相の記載が逆であった。

全ての配布機関で、簡易同定キットが使用された。

表4-1 *Salmonella* Choleraesuis {07:c:1,5} H₂S(-)

機関	グラム染色	TSI			LIM			VP	SC (11~89%: +)	Oxidase
		斜面/高層	Gas	H ₂ S	Lys.	Ind.	Mot.			
3	陰性桿菌	赤/黄	+	-	+	-	+	-	- : 4日間培養	-
6	陰性桿菌	赤/黄	+	-	+	-	+	-	- : 4日間培養	-
8	陰性桿菌	赤/黄	+	-	+	-	+	-	-	-

表 4-2 *Salmonella Choleraesuis* {07:c:1,5} H₂S(-)

機関	Catalase	血清型別	簡易同定キット	同定結果
3		07 (デッカ生研)	IDテスト EB20 (0450031)	<i>Salmonella</i> spp. 07
6	+	07 (デッカ生研)	IDテスト EB20 (0050031)	<i>Salmonella</i> spp. 07
8	-	07 : 1, 5 : C → H1 相, 2 相の記載順が逆	Api Rapid 20E	<i>Salmonella</i> Choleraesuis

- ※ O型別のみでは、特定の血清型(1菌種)を決定出来ないなので、spp./属との表記になる。
- ※ 疫学成績に於ける血清型の記載方法：*Salmonella Choleraesuis* または *S. Choleraesuis*
- ※ 学術論文に於ける血清型の記載方法：*Salmonella enterica* subsp. *enterica* serover *Choleraesuis*
- ※ 血清型別の記載方法：O抗原→H抗原Ⅰ相→H抗原Ⅱ相：*Salmonella Choleraesuis* {07:c:1,5}

6.2.2 Enterohemorrhagic *Escherichia coli* (EHEC) 0157 H7 VT1(-) VT2(+)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、LIM、VP、SC、オキシダーゼ、血清O型別、毒素産生性試験において、同一の結果が得られた。

CLIGは、3機関で実施された。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、腸管出血性大腸菌の鑑別に有用である。

簡易同定キットは、2機関で実施された。当該キットは、不規則な性状確認試験結果の修正に優れており、術者の経験を問わない点でも有用である。

検査結果の表記において、機関5は、属名・種名がローマン体であったが、イタリック体が正しい表記となる。また、O抗原と157の間にハイフンが挿入されたが、ハイフンのないものが正しい表記となる。

表 5-1 Enterohemorrhagic *Escherichia coli* (EHEC) 0157 H7 VT1(-) 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/黄	+	-	+	+	+	-	-	赤/黄	-	-
2	陰性桿菌	黄/黄	+	-	+	+	+	-	-:4日			-
4	陰性桿菌	黄/黄	+	-	+	+	+	-	-:3日	赤/黄	-	-
5	陰性桿菌	黄/黄	+	-	+	+	+	-	-	赤/黄	-	-

表 5-2 Enterohemorrhagic *Escherichia coli* (EHEC) 0157 H7 VT1(-) VT2(+)

機関	血清型別	毒素産生等試験	簡易同定キット	同定結果
1	0157 「生研」	VT1(-) VT2(+)		<i>Escherichia coli</i> 0157 VT1(-) VT2(+)
2	0157 「生研」	VT1(-) VT2(+) デューハース・ベロトキシン	EB-20 (0151413)	Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> (EHEC) 0157 VT1(-) VT2(+)
4	0157 「生研」	VT1(-) VT2(+) デューハース・ベロトキシン		Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> 0157 VT1(-) VT2(+)
5	0157 「生研」	VT1(-) VT2(+) デューハース・ベロトキシン	EB-20 (0151413)	Enterohemorrhagic <i>Escherichia coli</i> (EHEC) O-157 VT2(+)

6.2.3 *Clostridium perfringens* エンテロトキシン産生 カナマイシン感受性に係る検査

表 6-1, 2 に菌株の鑑別（染色、血清型別、性状等）結果を示した。

全ての配布機関は、分離培養に 42℃・嫌気条件を採用した。当該菌の至適芽胞形成温度は 37℃であることから、培養温度を 36±1℃とした場合、培養時間を 2 日以上に延長しなければならない。また、至適発育温度は 45℃だが、限られた孵卵器の台数から、カンピロバクターの分離培養温度である 42℃の採用は合理的と思慮される。

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、カナマイシン含有 CW 卵黄寒天培地と、カナマイシンを含有しない Tryptose sulfite cycloserine (TSC) agar 又は CS-GS-CW agar の併用、あるいは、カナマイシン不含 CW 卵黄寒天培地と、TSC agar または CS-GS-CW agar の併用を推奨する。カナマイシン不含 CW 卵黄寒天培地を用いる場合、糞便の 85℃・10 分間の加熱処理が必要となる。

検査機関 7 では、エンテロトキシン産生性確認試験として、PET-RPLA「生研」、TaKaRa Enterotoxin gene PCR が実施され、血清型別として、耐熱性 A 型ウエルシュ菌免疫血清 A「生研」が実施された。エンテロトキシン遺伝子が検出された場合、エンテロトキシン本体確認の必要性は低い。また、検体は急性期患者便を想定しているため、チオグリコール酸培地を用いた増菌培養は、省略しても支障はない。

検査結果の表記において、機関 5 は、属名・種名がローマン体であったが、イタリック体が正しい表記となる。

表 6-1 *Clostridium perfringens* エンテロトキシン産生(+) カナマイシン感受性

機関	グラム染色	サイコロリ含有 CW (集落)				カナマイシン含有 CW	TaKaRa ウエルシュ菌 Enterotoxin gene PCR Kit	エンテロトキシン産生試験 PET-RPLA「生研」
		嫌気培養温度/時間	集落	卵黄反応	好気培養	嫌気培養温度/時間		
2	陽性 大桿菌	+	白色 不正円	+	-			
5	陽性 桿菌	+	乳白色 やや隆起	+	-			
7	陽性 大桿菌	+	乳黄色	+		- 42℃/19h	+	+

表 6-2 *Clostridium perfringens* エンテロトキシン産生(+) カナマイシン感受性

機関	耐熱性 A 型 ウエルシュ菌 免疫血清「生研」	Oxidase	Catalase	簡易同定キット	同定結果
2					<i>Clostridium perfringens</i>
5					<i>Clostridium perfringens</i>
7	型別不能	-	-	API20A	<i>Clostridium perfringens</i> enterotoxin(+)

6.2.4 *Campylobacter jejuni* 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。

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、42℃微好気培養、オキシダーゼ、カタラーゼ試験、カンピロバクター LA 反応試験において、同一の結果が得られた。陳旧化した菌体は、容易に球状化するのでグラム染色には、培養終了直後の集落を用いなければならない。

mCCDA 又は血液寒天培地を用いた 3 温度帯微好気培養と好気培養は、1 機関で実施された。当該試験は、カンピロバクター属の確認に重要であり実施を推奨する。また、発育速度の早い血液寒天培地を

用いると検査時間の短縮が図られる。

表7 *Campylobacter jejuni*

機関	グラム染色	42℃・48h・微好気 mCCDA (集落)			好気 37℃ 48h	Oxidase	Catalase	カンピロバクター LA「生研」	同定結果
		25℃	36℃	42℃					
1	陰性 S字状 桿菌	/	/	+	-	+	+	+	<i>Campylobacter</i> 属
3	陰性 らせん状 桿菌	-	+ 37℃	+ 灰白色 加モ7カ +	-	+	+	+	<i>Campylobacter</i> 属
6	陰性 らせん状	-	+ 白色 微小	+ 透明-白 微小-小	/	+	+	+	<i>Campylobacter</i> spp.

6.2.5 *Bacillus cereus* セレウリド産生(+)

表7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(菌体の特徴)、集落の特徴において、同様の結果が得られた。

検査機関7では、エンテロトキシン産生性確認試験として RT-RPLA「生研」、嘔吐毒産生遺伝子試験として TaKaRa CRS gene PCRが実施された。また、当該機関では、簡易同定キットが用いられた。

Bacillus cereus の場合、検体が食中毒を疑う急性期患者便で、選択分離培地上に形成された、集落の特徴（直径3mm以上・扁平・灰白色・ラフ型・卵黄反応+）と、菌体の特徴（グラム陽性・芽胞形成・*Bacillus* 属最大級桿菌）が確認されれば、この段階で *Bacillus cereus* と推定鑑別して良い。その他、*Bacillus cereus* に特徴的な性状としては、溶血性+、運動性+、VP反応+、本邦では嘔吐型が主（セレウリド至適産生温度：25～30℃）等があげられる。確認試験には、簡易同定キット、遺伝子検査等の実施が必要となる。

表8 *Bacillus cereus* セレウリド(+)

機関	グラム染色	NGKG培地		溶血性	運動性	V P	TaKaRa セレウス菌 CRSgene PCR Kit	エンテロトキシン 産生試験 CRET- RPLA 生研	簡易 同定 キット	Oxi- dase ----- Cata- lase	同定結果
		集落	卵黄 反応								
4	+ 中心性 芽胞 大桿菌	白色 表面粗	+	/	/	+	/	/	/	/	<i>Bacillus cereus</i>
7	+ 芽胞 大桿菌	灰白色 粗造 大扁平 ワックス状	+	/	/	/	+	-	API 20E API 50CH	+ ----- +	<i>Bacillus cereus</i> <i>cereulide</i> (+)
8	+ 中央 有芽胞 大桿菌	灰白色 ラフ型	+	+ β	+	+	/	/	/	+ ----- +	<i>Bacillus</i> 属

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できた。
- (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併用を推奨する。
- (3) 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た。また、腸内細菌科の同定にあってはオキシダーゼ、TSI、LIM、VP、SC試験は必須であると提唱してきたが、今回は、全ての機関で履行された。
- (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、不規則な性状確認試験結果の修正に優れており、術者の経験を問わない点でも有用である。積極的活用を推奨する。
- (5) 検査結果を受ける側の誤解を避けるため、検査結果(細菌名)の表記は、国際細菌命名規約(*International Code of Nomenclature of Bacteria*)に準拠し、さらに病原性等を付記して、過不足のない適正記載に留意しなければならない。

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、栃木県保健環境センターが行った。

2 参加機関

栃木県南健康福祉センター、栃木県北健康福祉センター、栃木県保健環境センター、宇都宮市衛生環境試験所及び民間環境計量証明事業所15機関、合計19機関が参加した。以下の報告では、それぞれの参加機関をA～Sと表記した。

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銅含有量(Cu)と化学的酸素消費量(COD)を選択した。銅含有量(Cu)は、分析法による分析値の差違と阻害物質の影響、化学的酸素消費量(COD)は、手技による分析誤差の確認を主な目的とした。

4 実施期間

令和元(2019)年9月3日に試料原液を配付し、試験結果の回答期限を9月27日とした。

5 模擬試料の調製

試料Aと試料Bの2種類の原液を以下のとおり調製し、試料Aは約110 mL、試料Bは270 mLを配付した。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】銅標準液1,000 ppm(富士フィルム和光純薬 1,003mg/L) 15 mL、無水塩化カルシウム15 g及び硝酸(61%) 30 mLを3 Lメスフラスコにとり、全量を超純水でメスアップしたものを試料原液とした。これを10倍希釈した分析用試料の銅含有量(以下、「設定値」という。)は0.500 mg/Lであり、塩化カルシウム0.5 g/Lを含む。

【試料B】「JIS K0806」に従って、次のように調製した。COD値が200 mg/Lとなるように、L-グルタミン酸(105℃、3時間乾燥後、デシケーター内30分放冷) 2.4 gを、約60℃の水約1200 mLに溶かし、放冷した。ラクトース一水和物(80℃、3時間乾燥後、デシケーター内30分放冷) 0.48 gを、秤量ロートを使って2 Lメスフラスコに超純水で流し込み、先に調製したL-グルタミン酸水溶液に加え、全量を超純水でメスアップした。同様の手順で2 Lの試薬溶液を3本調製し、これらを均一に混合した溶液を試料原液(合計6 L)とした。これを10倍希釈した分析用試料のCOD測定値(以下、「想定値」という。)は20.0 mg/Lである。

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、「告示」という。)」に定める方法「JIS K0102(以下、「規格」という。)」52 銅(Cu)の52.2 フレーム原子吸光法、52.3 電気加熱原子吸光法、52.4 ICP 発光分光分析法、52.5 ICP 質量分析法」及び「170℃における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量(COD_{Mn})」とした。

各機関は、2試料について併行試験を5回ずつ行い、その結果及び分析条件等を指定の様式に記入し、電子メール又はFAXにて回答することとした。なお、それぞれの分析結果は濃度(mg/L)を用い、「JIS Z 8401」に従った数値の丸め方により、有効数字3桁で回答することとした。

7 結果

7.1 銅含有量(Cu)

7.1.1 概要

参加19機関中、17機関から回答を得た。それらの結果一覧を表1に、採用した分析方法を表2に示す。参加17機関のうち、「JIS K0102 52.2 フレーム原子吸光法」を採用したのは7機関、「JIS K0102 52.4 ICP 発光分光分析法」は7機関、「JIS K0102 52.5 ICP 質量分析法」は3機関であった。

機関Eの報告内容が他機関と一桁違っており、分析担当者に確認したところ、濃度換算時に希釈率を一桁間違えて計算していたことが判明した。このため、全体の解析は、機関Eの結果を修正し、統計ソフト「エクセル統計 Ver. 3」を用いて解析を行った。

表1に示すとおり、各機関における5回並行試験の平均（以下、回答値という。）は、最小は0.436 mg/L、最大は0.515 mg/Lであった。また、各機関内の変動係数は、最小の機関で0.117%、最大の機関で1.92 %であった。

7.1.2 分析方法による分析値の差異

フレイム原子吸光法を用いた銅の分析においては、塩化物イオンが化学干渉を起こすことが知られているため、試料Aには塩化カルシウムを添加した。各機関が異なる分析機器を使用した場合の、干渉物質の影響を検証するため、フレイム原子吸光法（以下、「グループ①」という。）と、ICP発光分光分析法及びICP質量分析法（以下、「グループ②」という。）の2グループに分けて解析を行った。

7.1.3 度数分布図

グループ①の回答値の度数分布図を図1に示す。回答値は0.47～0.49 mg/Lを最大度数として、均等に分布しており、7機関の全てが0.43～0.53 mg/Lの範囲内にあった。設定値（0.50 mg/L）は、最大度数の一つ上の階級（0.49～0.51 mg/L）にあった。

グループ②の回答値の度数分布図を図2に示す。回答値はグループ①と同様に0.47～0.49 mg/Lを最大度数として、10機関の全てが0.45～0.53 mg/Lの範囲内にあった。設定値（0.50 mg/L）は、最大度数の一つ上の階級（0.49～0.51 mg/L）にあった。

7.1.4 異常値の棄却

異常値の探知のために、外れ値検定を行った結果を表3に示す。

グループ①とグループ②のそれぞれの回答値について、Smirnov-Grubbsの検定を信頼限界95 %で実施したところ、棄却される値はなかった。

また、グループ①とグループ②を合わせた回答値について同様の検定を実施したが、この場合も棄却される値はなかった。

7.1.5 基本統計

回答値から算出された基本統計データを表4に示す。変動係数は、グループ①は5.23%、グループ②は3.53%と、グループ①の方がグループ②よりやや大きかった。

7.1.6 設定値に対する分析値の評価

グループ①とグループ②それぞれについて、各機関における回答値の設定値に対する割合、及び5回並行試験データの範囲を図3と図4に示す。これらの図から明らかなように、グループ①とグループ②における平均回答値の設定値に対する割合は、それぞれ87.2～103 %と93.1～103 %であり、おおむね良好な結果であった。

7.1.7 数値の取扱い（丸め方）

いずれの施設も、「JIS Z8401」に従って、有効数字3桁で回答されていた。

7.1.8 調査結果から推定されたその他の問題点

1) 前処理について

金属試験の試料の前処理については、「JIS K0102 5」に示されているが、グループ①の2機関（CとF）は、「JIS K0102 52 銅 備考4.」に基づいて前処理を実施していた。「備考4.」は、『フレイム原子吸光において、銅の濃度が低い試料で、抽出操作を妨害する物質を含まない場合の準備操作』と記載されている。

今回の試料には塩化カルシウムが添加されているので、妨害物質を含有し、濃度未知の試料の場合に適用される「JIS K0102 5」を用いた前処理を行う方が望ましかったと思われる。

2) 検量線について

2機関（EとP）が定量範囲外を含めた検量線を作成していた。機関Eでは、検量線の最低濃度が0.0001 mg/L、最高濃度が0.01 mg/Lであり、検量線作成に用いた標準物質の濃度範囲が「JIS K0102 52.5 ICP 質量分析法」を実施した他施設の1/10程度となっていた。他施設に比べ、分析時の検体の希釈倍率が高かったためである。希釈は夾雑物の影響を軽減する効果はあるが、希釈操作による誤差にも、注意が必要である。

機関Pが採用した分析法「JIS K0102 52.2 フレイム原子吸光法」においては、定量範囲は0.2～4 mg/Lと記載されており、実際に分析した試料の定量はこの範囲内にあった。しかしながら、検量線の最低濃度が0.1 mg/Lと定量範囲外であったので、回答に当たってはデータの確認について注意が必要となる。

また、回答値には問題はなかったが、機関Cでは、標準試料(STD1)＝濃度0として検量線を作成していた。JISには空試験を実施し補正するよう記載があり、補正が行われていることがわかるように記載する必要があると思われる。

3) 内部標準物質について

「JIS K0102 52.5 ICP 質量分析法」では、内標準物質としてイットリウム、インジウム、及びビスマスが記載されているが、今回ICP質量分析法を用いた3機関のうち機関Dと機関Oでは、「注(20) 測定対象元素と比較的質量が近く、元の試料に無視できる量より少ない量しか含まれていない事が確認できれば、内標準元素として用いてもよい。

(抜粋)」に従って、それぞれ、コバルトとガリウムを内標準物質として用いていた。

4) 分析結果の確認について

今回参加した全機関において、分析担当者以外の者による分析結果の内部確認を実施していたが、回答値の桁違い、回答項目の記入ミスと未記入、並びに添付書類不足等の不備が認められた。

手間のかかることではあるが、分析データ及び分析経過を記録し、分析結果を検査確認することで、誤りの発生を抑え、以降の手順書見直しにつなげることができると思われる。

7.2 化学的酸素消費量 (COD)

7.2.1 概要

参加 19 機関中、16 機関から回答を得た。結果一覧を表 5 に示す。参加した全ての機関が「令和元 (2019) 年試験検査精度管理調査 (水質試験) 実施要領 (試験検査精度管理委員会)」で指定した「JIS K0102 17 100℃における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量」に関する試験法を採用していた。

表 5 に示すとおり、各機関における回答値は、最小は 18.5 mg/L、最大は 23.7 mg/L であった。また、各機関内の変動係数は、最小の機関で 0.554 %、最大の機関で 2.63 % であった。

回答結果を確認したところ、機関 H は 5 回目の測定値が、確認計算では 20.0 となるところ、20.1 と回答していた。分析担当者に確認したところ、数値の丸めを間違えていたことが判明したため、全体の解析にあたっては、機関 H の結果を修正し、統計ソフト「エクセル統計 Ver. 3」を用いて解析を行った。

7.2.2 度数分布図

回答値の度数分布図を図 5 に示す。最大度数となった階級は、想定値の階級にあった。

7.2.3 異常値の棄却

全機関の回答値について Smirnov-Grubbs の検定 (信頼限界 95 %) を実施したところ、表 6 のとおり、棄却される値はなかった。

7.2.4 基本統計

回答値から算出された基本統計データを表 7 に示す。全機関の回答値の変動係数は 6.68 % と良好であった。

7.2.5 想定値に対する分析値の評価

各機関における回答値の想定値に対する割合、及び 5 回並行試験結果の最小最大濃度を図 6 に示す。想定値に対する割合は 92.6~119 % であった。

7.2.6 数値の取扱い

機関 H は丸め方の間違いにより、回答値にずれが生じていた。分析担当者に確認したところ、20.0478 の数値を 20.05 と丸めた上で、さらに 20.1 と 2 重に数値を丸めていた。

エクセルシートを利用してデータ管理をする場合、自動的に桁数を変更されている場合もあるので、十分な注意が必要である。

7.2.7 調査結果から推定されたその他の問題点

1) 残留塩素処理について

機関 C は、予備試験として塩化物イオン濃度を測定した上で、残留塩素処理を実施していると回答していたが、塩化物イオンに対する処理 (硝酸銀添加) と残留塩素処理を誤認しているものと思われた。また、不要な処理を追加することで、分析結果に誤差が生じる確率も上がるため、注意が必要である。

2) 空試験・試料分析時の硝酸銀添加量について

「JIS K0102 17 100℃における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量」の c) 操作 5) の注 (12) において、空試験では 200 g/L 硝酸銀溶液 10 mL 添加すると記載されているが、粉末 2 g を直接添加している機関、200 g/L 硝酸銀溶液 5 mL を添加している機関、500 g/L の硝酸銀溶液を 2 mL 添加している機関があった。

さらに、機関 I は、回答値については問題がなかったが、空試験と試料分析時の硝酸銀添加量にわずかな差違が確認された。この件を分析担当者に問い合わせをしたところ、分析用試料に塩化物イオン (1000 mg/L) を検出した旨の回答があった。今回配布した試料には塩化物は含有されていないため、塩化カルシウムを添加した試料 A と誤認した可能性も考えられた。

8 フォローアップ調査

精度管理委員会の結果を踏まえ、問題点及び改善推奨点が認められた機関については、今後の対応についての照会を行い、再度の結果確認を促した。

また、参加全機関を対象にアンケートを実施し、今年度の精度管理に対する評価と、今後の本事業への要望を集約した。

9 総括評価及び今後の課題

- (1) 銅含有量 (Cu) について、「グループ① (フレイム原子吸光法)」と「グループ② (ICP 発光分光分析法及び ICP 質量分析法)」に分けて解析した。それぞれに結果は、おおむね良好であり、グループ①において、干渉物質の影響は認められなかった。化学的酸素消費量 (COD) についての結果も、おおむね良好であった。
- (2) 今回の調査では、試験操作や定量計算において、銅含有量 (Cu) における前処理の選択 (機関 C と機関 F)、化学的酸素消費量 (COD) の空試験における硝酸銀の濃度や添加量が違う (機関 C、機関 L、機関 O 及び機関 I) 等、規格の記載を大まかにとらえた手順を採用している機関が多く見受けられた。各機関において、規格 (前処理方法、検量線の作成方法、干渉抑制剤の添加、値付け値の反映、数値の丸め方等々) 及び作業手順書の再確認が望まれた。
- (3) 一方、分析担当者以外によって結果の確認が機関内部で実施されているにも関わらず、数値の丸め方の誤り、報告書への記入の誤り及び記入漏れのようなケアレスミスが見受けられた。データのチェックに当たっては、細心の注意をも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、機関内におけるデータ管理とクロスチェック体制の再度の見直しにより、ケアレスミスを回避できる。

表1 結果一覧 (Cu)

機関コード	C	D	E	F	G	H	I	J	K
試料調整日	9月3日	9月3日	9月12日	9月5日	9月17日	9月12日	9月9日	9月4日	9月4日
前処理日	9月3日	9月3日	9月12日	9月6日	9月17日	9月12日	9月9日	9月4日	9月4日
分析日	9月4日	9月4日	9月12日	9月9日	9月18日	9月12日	9月11日	9月4日	9月19日
分析結果 (mg/L)	1回目 0.505 2回目 0.503 3回目 0.498 4回目 0.507 5回目 0.500	0.487 0.479 0.483 0.484 0.479	0.510 0.510 0.506 0.505 0.502	0.470 0.467 0.466 0.470 0.467	0.465 0.465 0.467 0.468 0.463	0.486 0.485 0.482 0.484 0.481	0.497 0.503 0.503 0.504 0.502	0.468 0.468 0.467 0.467 0.468	0.498 0.498 0.500 0.500 0.500
平均	0.503	0.482	0.507	0.468	0.466	0.484	0.502	0.468	0.499
標準偏差	3.65E-03	3.44E-03	3.44E-03	1.87E-03	1.95E-03	2.07E-03	2.77E-03	5.48E-04	1.10E-03
変動係数(%)	0.726	0.712	0.678	0.400	0.419	0.429	0.553	0.117	0.219
分析に用いた水	超純水	超純水	超純水	超純水	超純水	超純水	蒸留水	蒸留水	超純水
前処理法 JIS K0102	52 備考4	5.1	5.1	52 備考4	5.1	5.2	5.2	5.2	5.1
	酢酸ブチルを用いて抽出	塩酸または硝酸酸性で煮沸	塩酸または硝酸酸性で煮沸	酢酸ブチルを用いて抽出	塩酸または硝酸酸性で煮沸	塩酸又は硝酸による分解	塩酸又は硝酸による分解	塩酸又は硝酸による分解	塩酸または硝酸酸性で煮沸
分析法 JIS K0102	52.2	52.5	52.5	52.2	52.4	52.4	52.4	52.4	52.4
	フレーム原子吸光法	ICP質量分析法	ICP質量分析法	フレーム原子吸光法	ICP発光分光分析法	ICP発光分光分析法	ICP発光分光分析法	ICP発光分光分析法	ICP発光分光分析法
定量法	絶対検量線法	内標準法	内標準法	絶対検量線法	絶対検量線法	内標準法	絶対検量線法	絶対検量線法	内標準法
内標準元素名	—	コバルト	イットリウム	—	—	イットリウム	—	—	イットリウム
決定係数	1.000	0.9998	1.000	0.9996	1.000	1.00000	0.9997	0.99999	0.99997
検量線の点数	4	6	5	5	5	4	5	5	5
最低濃度(mg/L)	0.2994	0.001	0.0001	0.20	0.2008	0.0998	0.1491	0.0998	0.1986
最高濃度(mg/L)	0.5988	0.1	0.01	4.01	1.004	0.9980	0.9940	1.9960	0.9930
ろ過の有無	無	無	無	無	無	無	無	無	無
干渉抑制剤	無	無	無	無	無	無	無	無	無
添加回収試験の回収率(%)	98.3	94.8	100	89.0	99.0	100.6	100	100	100.08

機関コード	L	M	N	O	P	Q	R	S
試料調整日	9月3日	9月12日	9月13日	9月26日	9月12日	9月6日	9月3日	9月14日
前処理日	9月18日	9月12日	9月13日	9月26日	9月12日	9月3日	9月4日	9月14日
分析日	9月18日	9月12日	9月13日	9月26日	9月19日	9月6日	9月5日	9月14日
分析結果 (mg/L)	1回目 0.488 2回目 0.476 3回目 0.478 4回目 0.496 5回目 0.479	0.514 0.510 0.514 0.510 0.517	0.516 0.514 0.515 0.511 0.519	0.470 0.478 0.457 0.471 0.480	0.477 0.470 0.480 0.477 0.483	0.471 0.472 0.475 0.471 0.470	0.476 0.474 0.481 0.476 0.483	0.432 0.438 0.438 0.432 0.439
平均	0.483	0.513	0.515	0.471	0.477	0.472	0.478	0.436
標準偏差	8.41E-03	3.00E-03	2.92E-03	9.04E-03	4.83E-03	1.92E-03	3.81E-03	3.49E-03
変動係数(%)	1.74	0.585	0.566	1.92	1.01	0.408	0.797	0.801
分析に用いた水	蒸留水	超純水	超純水	超純水	超純水	蒸留水	蒸留水	蒸留水
前処理法 JIS K0102	5.2	5.2	5.2	5.1	5.2	5.2	5.2	5.1
	塩酸又は硝酸による分解	塩酸又は硝酸による分解	塩酸又は硝酸による分解	塩酸または硝酸酸性で煮沸	塩酸又は硝酸による分解	塩酸又は硝酸による分解	塩酸又は硝酸による分解	塩酸または硝酸酸性で煮沸
分析法 JIS K0102	52.4	52.2	52.4	52.5	52.2	52.2	52.2	52.2
	ICP発光分光分析法	フレーム原子吸光法	ICP発光分光分析法	ICP質量分析法	フレーム原子吸光法	フレーム原子吸光法	フレーム原子吸光法	フレーム原子吸光法
定量法	絶対検量線法	絶対検量線法	内標準法	内標準法	絶対検量線法	絶対検量線法	絶対検量線法	絶対検量線法
内標準元素名	イットリウム	—	イットリウム	ガリウム	—	—	—	—
決定係数	0.9994	1.000	0.9999826	0.99995	0.999868192	1.0000	0.9997	0.9999
検量線の点数	6	5	6	6	4	5	5	5
最低濃度(mg/L)	0.05	0.20	0.05	0.00499	0.100	0.20	0.20	0.20
最高濃度(mg/L)	1.00	1.00	0.50	0.1996	1.000	4.00	1.80	4.00
ろ過の有無	無	無	無	無	無	無	無	無
干渉抑制剤	無	無	無	無	無	無	無	無
添加回収試験の回収率(%)	100	100	101	102	101	93.2	96.6	103

※計算値(平均値、標準偏差、変動係数)以外は、報告値のまま記載

表2 採用した分析方法 JIS K0102 52 銅

分析法	機関数
52.2 フレーム原子吸光法	7
52.4 ICP発光分光分析法	7
52.5 ICP質量分析法	3
計	17 機関

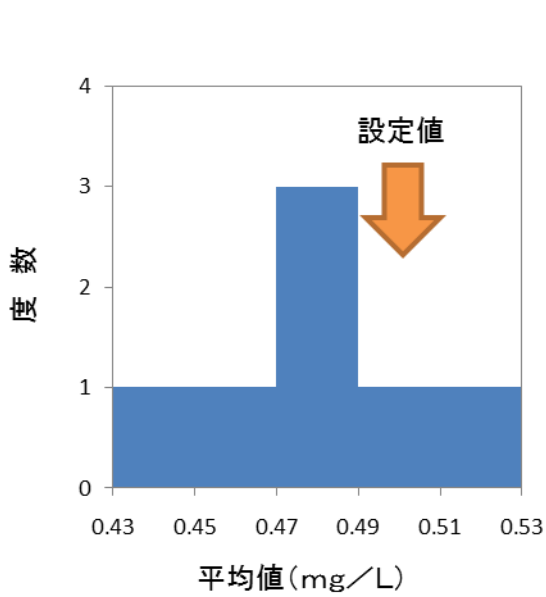


図1 フレーム原子吸光法の度数分布

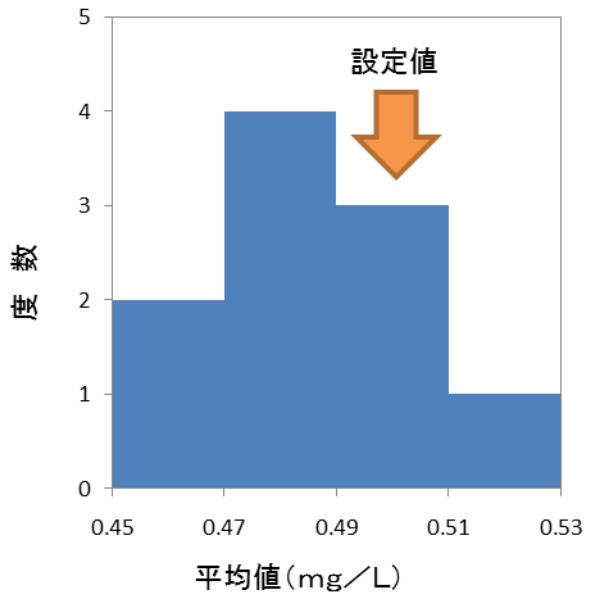


図2 ICP 発光法/ICP 質量分析法の度数分布

表3 平均値の Smirnov-Grubbs 検定

(両側検定、信頼限界 95%)

分析法	標本数	平均値 (mg/L)	標準偏差	外れ値
グループ① フレーム原子吸光法	7	0.478	2.50E-02	0
グループ② ICP発光分光分析法/ICP質量分析法	10	0.488	1.72E-02	0
グループ① + グループ②	17	0.484	2.06E-02	0

表4 分析法ごとの基本統計データ

	グループ① フレーム原子吸光法	グループ② ICP発光分光分析法/ICP質量分析法
データ数	7	10
平均値(mg/L)	0.478	0.488
最小値(mg/L)	0.436	0.466
最大値(mg/L)	0.513	0.515
範囲(最大値-最小値)	0.0772	0.0494
標準偏差(mg/L)	2.50E-02	1.72E-02
変動係数(%)	5.23	3.53
中央値(mg/L)	0.477	0.484
設定値(mg/L)		0.500

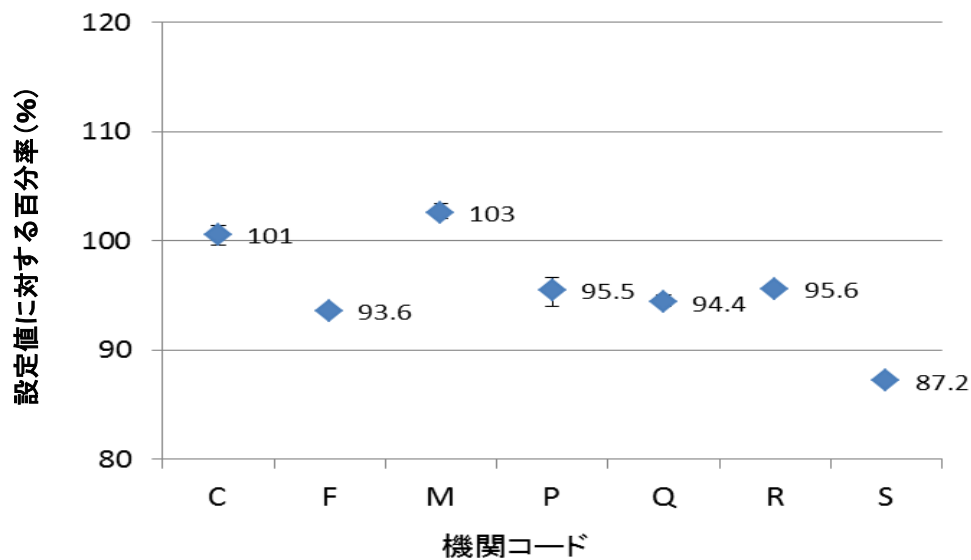


図3 フレーム原子吸光法測定値の設定値に対する百分率

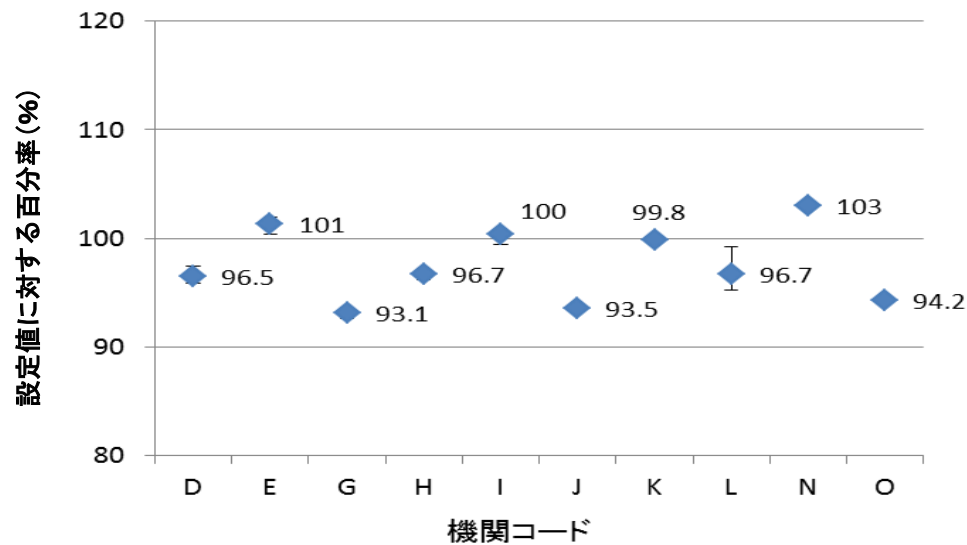


図4 ICP発光法/ICP質量分析法測定値の設定値に対する百分率

表5 結果一覧 (COD)

機関コード	A	B	C	D	E	F	G	H
分析日	9月4日	9月3日	9月5日	9月3日	9月9日	9月9日	9月3日	9月11日
分析結果(mg/L)								
1回目	21.6	18.3	20.5	20.8	21.3	22.2	22.0	20.3
2回目	21.5	18.7	20.1	20.4	21.7	21.9	22.0	20.3
3回目	21.5	18.8	20.7	20.8	21.1	22.1	22.1	19.8
4回目	21.8	18.5	20.1	20.8	21.2	22.2	21.8	19.8
5回目	21.7	18.3	20.5	20.6	21.0	22.1	21.8	20.0
平均	21.6	18.5	20.4	20.7	21.3	22.1	21.9	20.0
標準偏差	0.130	0.228	0.268	0.179	0.270	0.122	0.134	0.251
変動係数	0.603	1.23	1.32	0.865	1.27	0.554	0.612	1.25
分析法	JIS K0102 17 100°Cにおける過マンガン酸カリウムによる酸素消費量							
予備試験	COD概略値測定							
前処理 通常	実施せず	実施せず	残留塩素処理	実施せず	残留塩素処理	残留塩素処理	実施せず	実施せず
今回	実施せず	実施せず	残留塩素処理	実施せず	実施せず	実施せず	実施せず	実施せず
試料稀釈容器	メスフラ等有検定量容器	メスフラ等有検定量容器	メスフラ等有検定量容器	メスフラ等有検定量容器	メスフラ等有検定量容器	メスフラ等有検定量容器	メスフラ等有検定量容器	測定用三角フラスコ
硝酸銀添加 攪拌法	スターラー	手振り	手振り	手振り	スターラー	手振り	手振り	手振り
回転/分	400	*	18-24	1	150	300	50	120
秒	120	*	10	60	12	10	12	60
測定法	手動ビュレット	電動ビュレット	手動ビュレット	手動ビュレット	電動ビュレット	手動ビュレット	手動ビュレット	手動ビュレット
試料温度測定	棒状温度計	棒状温度計	棒状温度計	棒状温度計	棒状温度計	デジタル温度計	棒状温度計	棒状温度計
5mol/L 過マンガン酸カリウム	自家調整 関東化学 *	自家調整 関東化学	調整済み 関東化学	自家調整 関東化学	調整済み 関東化学	調整済み 関東化学	調整済み 関東化学	調整済み 和光純薬 関東化学
力価	1.0358	1.0256	0.993	1.0052	0.999	0.993	0.999	0.990
力価測定日or開封日	2019/9/2	2019/7/16	2019/9/4	2019/9/3	2019/8/1	2019/9/9	2019/8/21	2019/9/10
空試験 硝酸銀濃度	200g/L	200g/L	粉末	200g/L	200g/L	200g/L	200g/L	200g/L
添加量(ml)	5.00	5.00	2(g)	5.00	5.00	5	5.00	5
試料 採取量(ml)	40.00	50.00	50	40.0	30.00	40	40	40
測定 硝酸銀濃度	200g/L	200g/L	粉末	200g/L	200g/L	500g/L	200g/L	200g/L
添加量(ml)	5.00	5.00	2(g)	5.00	5.00	2.5	5.00	5
加熱温度 °C	97.5	*	97-98	100	100	103	100	97
分	30		30	30	30	30	30	30

機関コード	I	J	K	L	M	N	O	P
分析日	9月5日	9月12日	9月5日	9月12日	9月5日	9月12日	9月26日	9月25日
分析結果(mg/L)								
1回目	22.7	19.8	19.7	23.8	20.0	19.9	19.3	21.2
2回目	23.0	18.8	19.7	24.0	20.4	20.1	19.0	20.8
3回目	22.9	20.0	19.9	23.7	20.0	20.6	19.2	21.0
4回目	22.9	19.4	19.5	23.8	20.0	20.1	19.3	21.2
5回目	22.7	19.0	19.7	23.2	20.4	20.4	19.2	20.9
平均	22.8	19.4	19.7	23.7	20.2	20.2	19.2	21.0
標準偏差	0.134	0.510	0.141	0.300	0.219	0.277	0.122	0.179
変動係数	0.587	2.63	0.718	1.27	1.09	1.37	0.638	0.851
分析法	JIS K0102 17 100°Cにおける過マンガン酸カリウムによる酸素消費量							
予備試験	COD概略値測定							
前処理 通常	残留塩素処理	実施せず	実施せず	実施せず	実施せず	実施せず	実施せず	実施せず
今回	実施せず	実施せず	実施せず	実施せず	実施せず	実施せず	実施せず	実施せず
試料稀釈容器	測定用三角フラスコ	メスフラ等有検定量容器	メスフラ等有検定量容器	メスフラ等有検定量容器	測定用三角フラスコ	メスフラ等有検定量容器	メスフラ等有検定量容器	メスフラ等有検定量容器
硝酸銀添加 攪拌法	手振り	手振り	手振り	手振り	手振り	手振り	手振り	手振り
回転/分	15	30	150	120	50	*	20	5
秒	30	10	15	60	30	*	10	60
測定法	手動ビュレット	手動ビュレット	手動ビュレット	手動ビュレット	手動ビュレット	電動ビュレット	手動ビュレット	電動ビュレット
試料温度測定	棒状温度計	棒状温度計	棒状温度計	棒状温度計	棒状温度計	デジタル温度計	棒状温度計	棒状温度計
5mol/L 過マンガン酸カリウム	調整済み 関東化学	調整済み 関東化学	自家調整 関東化学 *	調整済み 関東化学	調整済み 関東化学	自家調整 和光純薬	調整済み 関東化学	調整済み 関東化学
力価	1.002	1.000	0.9896	1.000	1.000	1.0066	1.004	1.002
力価測定日or開封日	2019/9/3	2019/9/12	2019/8/29	2019/9/12	2019/9/5	2019/9/9	2019/9/26	2019/9/11
空試験 硝酸銀濃度	500g/L	200g/L	200g/L	200g/L	200g/L	200g/L	200g/L	200g/L
添加量(ml)	2.0	5	5.00	10	5.00	5.00	10.00	5.00
試料 採取量(ml)	30	50	50.00	40	50.00	40.0	40.00	30.0
測定 硝酸銀濃度	500g/L	200g/L	200g/L	200g/L	200g/L	200g/L	200g/L	200g/L
添加量(ml)	2.3	5	5.00	10	5.00	5.00	10.00	5.00
加熱温度 °C	98	100	100	100	100	99.0	99.9	100
分	30	30	30	30	30	30	30	30

※計算値(平均値、標準偏差、変動係数)以外は、報告値のまま記載

* 未記入のため、後日連絡確認した項目

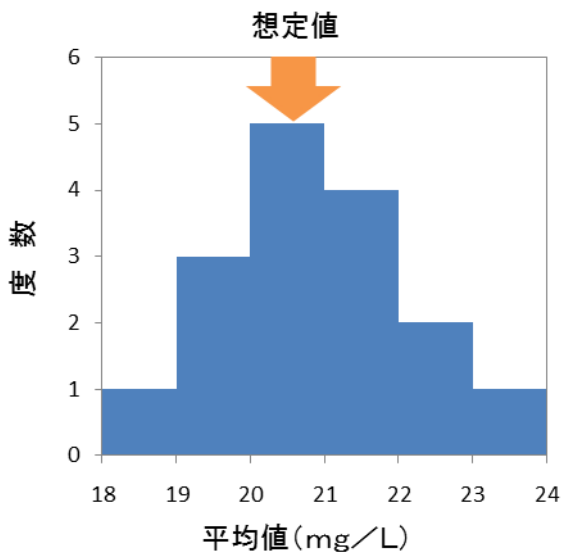


図5 CODの度数分布

表6 平均値の Smirnov-Grubbs 検定

(両側検定、信頼限界 95%)

標本数	平均値(mg/L)	標準偏差	外れ値
16	20.8	1.39	0

表7 CODの基本統計データ

データ数	16
平均値(mg/L)	20.8
標準偏差(mg/L)	1.39
範囲(最大値-最小値)	5.18
最小値(mg/L)	18.5
最大値(mg/L)	23.7
中央値(mg/L)	20.5
変動係数(%)	6.68

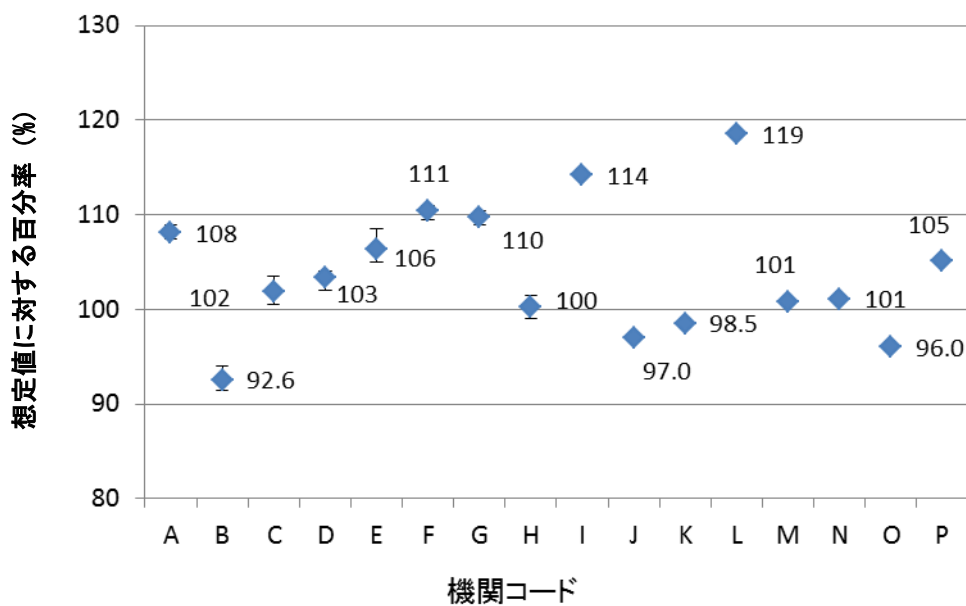


図6 COD測定値の想定値に対する百分率