

令和元年度 厚生労働科学研究費補助金（食品の安全確保推進研究事業）

食品衛生検査を実施する試験所における品質保証システムに関する研究

### 研究分担報告書

既存技能試験試料の改善および新規技能試験プログラムの導入に関する研究（1）  
重金属技能試験プログラムのパイロットスタディ

研究代表者	渡辺 卓穂	（一財）食品薬品安全センター秦野研究所 部長
研究協力者	高坂 典子	（一財）食品薬品安全センター秦野研究所 室長
	平林 尚之	（一財）食品薬品安全センター秦野研究所 研究員
	八木 真美	（一財）食品薬品安全センター秦野研究所 研究員
	佐藤 夏岐	（一財）食品薬品安全センター秦野研究所 研究員
	久保田佳子	（一財）食品薬品安全センター秦野研究所 研究員
	池田 真季	（一財）食品薬品安全センター秦野研究所 研究員
	西垣 嘉人	（一財）食品薬品安全センター秦野研究所 研究員

#### 研究要旨

食品衛生検査を実施する試験所におけるデータの信頼性確保のためには内部および外部精度管理が必須である。この一環で行う外部精度管理調査（技能試験）を行う上で、適正な技能試験用試料作製は非常に重要であり、それらの対象物質濃度の均質性および安定性の確保は必須である。

今年度は新たな作製方法として、スプレードライヤを用いる方法について、残留農薬検査用調査試料の作製検討に先立ち、玄米（粉末）を試料基材に用い、農薬よりも熱や水分に安定である重金属を添加し、カドミウム添加玄米試料の作製を試みた。更に、作製した調査試料を用い、本調査研究の研究分担協力機関である公的検査機関21機関を対象に当該試料の技能試験用試料としての妥当性を確認するため、パイロットスタディとして当該試料を用いたカドミウム濃度測定の間共同試験を行った。併せて、水分含量の測定を依頼した。作製した調査試料は均質性および安定性ともに良好な結果が得られた。21機関から回収したデータについて、機関別平均値および併行標準偏差等から回収率やばらつきを観察した。理論作製濃度に対する各検査機関平均値の回収率を論じる際は、スプレードライヤによる作製の特性上、作製工程に応じた水分換算が必要となったが、これを算出することにより検査機関平均値は概ね理論作製濃度に一致した。また、機関間で前処理方法や測定機器等の採用手法の相違があるものの、「食品中の金属に関する試験法の妥当性評価ガイドライン」の評価基準を満たす結果が得られた。併せて、国際的ガイドラインの間共同試験による分析法の妥当性評価において指標となるHorRat (R) を算出した結果、評価基準である0.5～2を満たした。以上のことから、各検査機関が一般的に用いる各種試験法に対応可能な堅牢性を有する技能試験用試料として妥当であることが示唆された。

## A. 研究目的

食品衛生検査を実施する試験所におけるデータの信頼性確保のためには内部および外部精度管理が必須である。この一環で行う外部精度管理調査（技能試験）には、適正な技能試験用試料（以下、調査試料）の作製は非常に重要であり、それらの対象物質濃度の均質性および安定性の確保は必須である。

重金属検査用調査試料作製方法として、食品の乾燥に用いられているスプレードライヤを用いる新たな作製方法について平成29年から平成30年に亘り厚生労働科学研究費補助金において検討を行った。この結果、検討された方法により作製された試料は、調査試料として用いることが可能であることが示唆された。そこで今年度は、この新たな方法により調査試料を作製し、技能試験を行うための調査試料としての妥当性を検討することを目的とし、パイロットスタディとして室間共同試験を行った。

## B. 方法

### 1. 試料基材および試薬

試料基材として、玄米粉〔銘柄：ひとめぼれ、平成30年産水稲うるち玄米（市販品）を予め遠心粉碎機で粉碎（粉碎条件：スクリーン孔径1.0 mmで2回）、以下、玄米粉〕を用いた。標準品として、カドミウム標準液（1000 mg/L溶液、化学分析用、関東化学）を用いた。添加用標準溶液の調製には日本薬局方注射用水（以下、注射用水、光製薬）、試料調製には、日本薬局方精製水（以下、水、小堺製薬）を使用した。

調査試料等の湿式分解には、硝酸1.38（有害金属測定用、以下、硝酸、関東化学）および硫酸（有害金属測定用、関東化学）を用いた。

### 2. 使用機器および測定条件

調査試料作製用機器として、ヴァーダー・サイエンティフィック製の遠心粉碎機（ZM-200、スクリーン孔径1.0 mm）および徳寿工作所製のV型混合機（V-30型、寿ミクスウェル）を使用した。

試料の分解には、三商製のケルダール窒素分解装置（SKN-6R）を用いた。

試料中のカドミウム濃度の測定は、島津製作所製原子吸光光度計（島津AA6800）を用いた。原子吸光光度法測定条件を以下に示す。

原子化方式：フレイム方式

使用ガス：可燃性ガス（アセチレン）  
支燃性ガス（空気）

ランプ：カドミウム中空陰極ランプ  
波長：228.8 nm

点灯モード：BGC-D2法

スリット幅：2.0 nm

水分含量測定には、加熱乾燥に東京理化器械製のウィンディオープン（WF0-601SD）、秤量にザルトリウス製の電子天秤（MSA225S100D1）を使用した。

### 3. 調査試料の作製

作製法の概略を図1に示す。

試料基材には、玄米粉を用い、20%懸濁液（玄米粉30 kgを0.125 mg/Lカドミウム溶液120 Lに懸濁）を調製し、これをスプレードライヤ（大川原化工機）に供した（作製濃度 0.5 mg/kg）。スプレードライ

ヤにより得られた試料を、V型混合機を用いて全体を混合後、生産日本社製 ラミジップ (AL-12) に分注した。更にヒートシーラーを用いてシールした。線照射処理 (15 kGy、ラジエ工業) 後、得られた試料を調査試料とした。

#### 4. 調査試料の品質評価

##### 1) 調査試料の均質性および安定性

調査試料について、均質性 (作製直後) および安定性確認試験 (検査機関からのデータ回収後) を実施した。

分析試料は10容器とし、作製した調査試料全体から代表となるように、作製数量を「10」で除し、おおよそ得られた数の倍数ずつ系統的に抽出した。均質性の確認は、Journal of AOAC International, Vol. 76, No. 4, 926-940 (1993) の方法に従い、一元配置分散分析 (F検定) により評価した (Microsoft Excel)。また、安定性の確認は、均質性確認試験と同様の試験操作を行い、均質性確認試験で得られた平均濃度に対する割合 (%) で評価した。

試験溶液の調製方法は以下のとおりである。

調査試料10.0 g (1容器につき、n=2) を量りとり、硝酸および硫酸を用いた湿式分解法により分解を行った。分解後、0.1 mol/L硝酸溶液を加えて全量を一定容量として試験溶液とした。これを原子吸光光度計測定に供した。

別に、調査試料の作製に用いた試料基材 (以下、ブランク試料) を試験溶液の調製と同様に操作して、ブランク試験溶液とした (n=5)。試験溶液と同様に測定

した。

##### 2) 水分含量測定

試験法は、「食品衛生検査指針 理化学編 2015 第1章食品成分 1.水分 直接法 (公定法)」に準じ、ブランク試料 (n=3) および調査試料 (3容器からn=2) について行った。

予め加熱乾燥し恒量が確認されたガラス製秤量瓶に、試料約0.5 gを精密に秤量し、135 で1.5時間加熱乾燥後、デシケータ (シリカゲル) 内で30分間放冷後、秤量した。加熱乾燥前後の質量差を水分含量として求めた。なお、恒量は繰り返し秤量における前後の質量差が0.5 mg以下のときとした。

#### 5. パイロットスタディ (室間共同試験)

重金属検査のパイロットスタディとして本調査研究の研究分担協力機関である公的機関21機関を対象にパイロットスタディ (以下、室間共同試験) を実施した。検査機関には調査試料を1個ずつ配付 [令和元年10月8日発送、ヤマト運輸クール宅急便 (冷蔵タイプ)] した。試料処理および測定操作は各機関の方法で実施することとし、併行分析数を5とした。また、水分含量測定も併せて依頼し、併行分析数を3とした。結果報告書、経過記録書およびアンケートを送付し、専用の返信用封筒で回収した。なお、結果報告書等の提出期限は令和元年11月25日とした。

#### 6. データの解析

解析は当財団が実施している食品衛生

外部精度管理調査で採用している以下に述べる従来方式による手法を主に、参考として、ロバスト方式、Horwitz式および棄却検定による解析を行った。また、経過記録書およびアンケートについてもとりまとめ、解析を行った。

従来方式（算術平均値および標準偏差を用いた評価方法）

各検査機関よりデータを回収後、データ・クリーニング（添加量の1/10以下および10倍以上の報告値を除外）を行い、この範囲外となる報告値および欠測値のある報告値（5個未満）については、以後の解析対象から除外した。次いで各機関間および機関内の変動を検査機関の回収率（機関別平均値を理論作製濃度で除した百分率、%）および併行相対標準偏差（ $RSD_r$ 、%）で観察した後、機関別平均値について、基本統計量、順序統計量および正規確率プロットを作成することによりデータ分布を把握した。分布に極端な歪みや尖りが観察された場合には、2シグマ（総平均値 $\pm 2 \times$ 標準偏差）以上の報告値を除外した後、同様の処理を行うこととした（以下、2シグマ処理）。最終的に各機関の $z$ -スコア、回収率（%）および併行相対標準偏差（ $RSD_r$ 、%）に基づいて各検査機関の解析を行った。なお、回収率（%）および併行相対標準偏差（ $RSD_r$ 、%）は「食品中の金属に関する試験法の妥当性評価ガイドライン」（平成20年9月26日、食安発0926001、以下、妥当性評価ガイドライン）の評価基準を参考にして評価した。 $z$ -スコアは、機関別平均値の平均値を求めてそれを付与値としてみなし、この平均値と室間再現標準

偏差（ $S_R$ ）を用いて算出し、「食品衛生検査施設等における検査等の業務の管理の実施について」（別添）精度管理の一般ガイドライン（衛食第117号、平成9年4月1日）の評価基準に基づき評価した。

ロバスト方式（Huber's H15のロバスト平均値およびロバスト標準偏差を用いた評価方法）

で得られた解析対象データについてThe International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratoriesのrecommendationに従い、メジアン $\pm$ メジアン $\times 50\%$ の範囲を超える報告値を除外した（以下、メジアン・クリーニング）。その後、有効データについて得られたロバスト平均値を付与値としてみなし、この平均値とロバスト標準偏差を用いて $z$ -スコアを算出した。

Horwitz式（Huber's H15ロバスト平均値およびHorwitz式から算出した標準偏差を用いた評価方法）

Horwitz式は、化学分析法によって得られた測定値のばらつきを経験則に基づいて判断するための方法として食品分析分野で広く利用されている。本調査研究ではHorwitz式のThompsonによる修正式（以下、Horwitzの修正式）を参考として当該調査試料濃度における室間再現相対標準偏差の予測値である $PRSD_r$ （%）を算出し、これらとで得られたロバスト平均値から $z$ -スコアを算出した。また、「Guidelines on Analytical Terminology」（Codex, CAC/GL 72-2009、以下、CAC/GL 72-2009）を参考に、室間共同試験から得られた室間再現相対標準

偏差 ( $RSD_R$ , %) と室間再現相対標準偏差の予測値 ( $PRSD_R$ , %) の比である HorRat (R) を算出した。

#### 棄却検定

室間共同試験のハーモナイズドプロトコル (Pure & Appl.Chem., 67 (1995).) や AOAC の室間共同試験のガイドライン (AOAC Int.(2005).Appendix D) に準じ、Cochran 検定と Grubbs 検定 (Single Grubbs 検定および Paired Grubbs 検定) を行い、外れ機関を確認した。

#### (倫理面への配慮)

倫理面への配慮として、検査機関をコード番号化し、調査に関する秘密保持を図った。

### C. D. 研究結果および考察

#### 1. 調査試料の作製

玄米粉20%懸濁液 (玄米粉30 kgを120 Lに懸濁) を調製し、スプレードライヤによる処理後、玄米粉約25 kgが回収された。回収された玄米粉全量を、V型混合機を用いて混合後、1個当たり130 g~135 gとなるように分注し、ヒートシールした。分注した試料のうち150個につき、線照射処理 (線量 15 kGy) 後、冷蔵保管した。

#### 2. 調査試料の品質評価

均質性確認試験の結果を表1に、安定性確認試験の結果を表2に示す。また、水分含量測定結果を、表3に示す。表1および表2には水分換算前の質量 (以下、湿質量) および水分換算した質量 (以下、乾燥質量) あたりの測定結果を併記した。

なお、均質性および安定性は乾燥質量あたりの測定結果について評価した。また、ブランク試料中カドミウム濃度測定結果を表4に示す。

#### 1) 調査試料の均質性および安定性

一元配置分散分析による調査試料の均質性の判定は、評価基準であるF値 < F境界値 (3.020)、かつP-値 > 0.05を満たし、均質であると判断された。また、検査機関からの結果回収後に実施した安定性確認試験では、均質性確認試験で得られた平均濃度に対する割合 (%) が、湿質量で99.8%、乾燥質量で100%であり、当財団の評価基準90%~110%の範囲内であり調査期間中の安定性にも問題はなかった。また、試験溶液と同様にして得られたブランク試料中カドミウム濃度は、作製濃度の約1/5に相当し、理論作製濃度を論ずる際に考慮する必要があると考えられたため、以下、2) に示すとおり、ブランク試料中カドミウム濃度を作製濃度に加えて調査試料の理論作製濃度の算出を行った。

#### 2) 調査試料の理論作製濃度の算出

調査試料の理論作製濃度算出の概要を表5に示す。また、各検査機関および当財団の水分含量結果一覧を表6に示す。表4より、今回作製に供したブランク試料中カドミウム濃度の測定結果が0.0896 mg/kgであり、理論作製濃度の算出に考慮する必要があると考えられた。また、表3より、スプレードライヤに供する前のブランク試料の水分含量 (14.8%) と、作製された調査試料の水分含量が約5%~6%と大きく異なることが明らかとなったため、それぞれの水分含量を一律で0%と

し、調査試料中カドミウム濃度を算出した。さらに、調査試料の水分含量を用いてカドミウム濃度を補正し、これを、理論作製濃度とした。なお、調査試料の水分含量は、表6に示す各検査機関（19機関）および当財団で測定された水分含量の平均値（5.41%）を用いた。

その結果、調査試料の理論作製濃度は、湿質量（水分含量5.41%）あたり濃度として、0.654 mg/kg、また乾燥質量あたり濃度として、0.691 mg/kgと算出された。

### 3. 室間共同試験

対象とした全21機関から結果を回収した。ただし、水分含量測定については、実施不可と事前連絡があった2機関を除く19機関から回収した。解析の結果および評価一覧を表7-1～表8-3に示す。

### 4. データの解析

21機関から回収した結果より解析を行った、湿質量あたりの結果を表7-1～表7-3に、乾燥質量あたりの結果を表8-1～表8-3に示す。水分換算前後（湿質量および乾燥質量）のいずれにおいても、データ・クリーニングおよび欠測値により除外される機関はなかった。

#### 従来方式

検査機関の回収率（%）および併行相対標準偏差（ $RSD_r$ 、%）で観察した結果は、以下に述べる。機関別平均値について、正規確率プロットを作成した（図2-1～図2-2）。図中のデータ分布を観察したところ、概ね直線状に分布していると考えられた。なお、本解析においては、2シ

グマ処理は行わなかった。

$z$ -スコアは、機関別平均値の平均値を付与値としてみなし、この平均値と室間再現標準偏差（ $S_R$ ）を用いて算出した。その結果、湿質量あたりおよび乾燥質量あたりの報告値について限界外機関数は、 $|z\text{-スコア}| \geq 3$ に該当する機関がいずれも同機関で1機関あった。 $2 \leq |z\text{-スコア}| < 3$ に該当する機関はなかった。

#### ロバスト方式

ロバスト方式についても同様に正規確率プロットを作成した（図2-1～図2-2）。なお、ロバスト方式の図中の青線は、解析手順に従い一定範囲を超えたデータを置換した後の最小値および最大値を示す。ロバスト方式により解析した結果、いずれもメジアン・クリーニングで除外される機関はなかった。この結果、得られたロバスト平均値を付与値としてみなし、この平均値とロバスト標準偏差を用いて $z$ -スコアを算出したところ、湿質量あたりおよび乾燥質量あたりの報告値について限界外機関数は、 $|z\text{-スコア}| \geq 3$ に該当する機関がいずれも同機関で1機関あった。 $2 \leq |z\text{-スコア}| < 3$ はいずれも同機関で2機関ずつ該当した。

#### Horwitz式

で得られたロバスト平均値とHorwitzの修正式による室間再現相対標準偏差の予測値（ $PRSD_R$ 、%）から $z$ -スコアを算出した結果、 $2 \leq |z\text{-スコア}|$ となる機関はいずれも該当しなかった。

CAC/GL 72-2009を参考に、室間共同試験から得られた室間再現相対標準偏差（ $RSD_R$ 、%）と室間再現相対標準偏差の予測

値 ( $PRSD_R$ , %) の比であるHorRat (R) を算出した結果、湿質量あたりおよび乾燥質量あたりの値いずれも0.5~2の規定を満たす妥当な結果であった。

#### 棄却検定

Cochran検定およびGrubbs検定 (Single Grubbs検定およびPaired Grubbs検定) による棄却検定 (棄却限界はいずれも2.5%) を行った結果、Cochran検定では湿質量あたりおよび乾燥質量あたりの値でそれぞれ2機関、Single Grubbs検定では湿質量あたりおよび乾燥質量あたりの値でそれぞれ1機関、外れ機関が検出された。なお、湿質量あたりの値で該当した機関および乾燥質量あたりの値で該当した機関は同一であった。

#### 水分含量の測定

水分含量測定を行った検査機関 (19機関) および当財団が測定した水分含量の平均値を100%とした場合の、各機関の水分含量の割合を算出した結果を表6に示す。1機関は割合が73.2%と80%を下回り、2機関が111%~112%と110%を超える結果であったが、他の16機関においては80%~110%の割合であり、全体としては大きなばらつきはなかった。

#### 水分換算の有無による回収率の比較

湿質量あたりおよび乾燥質量あたりのカドミウム濃度算出値について、妥当性評価ガイドラインの回収率 (真度) における評価基準との関係を示した結果を図3に示す。以降の図中のUCLは上部管理限界線 (回収率110%) を、LCLは下部管理限界線 (回収率80%) を示す。水分換算前後の回収率を機関別に比較したところ、いずれにおいても1機関がUCLを超える報告値

であったが、他の機関においては80%~110%の回収率が得られ、評価基準の範囲内であった。乾燥質量あたりの回収率に対する湿質量あたりの回収率の割合について、表9に示す。算出された値 (絶対値) が大きい場合、測定操作において、水分含量測定が正確に行われなかった、または、水分含量測定用試料の秤量操作とカドミウム測定用試料の秤量操作に、環境 (湿度等) により試料中水分含量の差の影響があった等の要因が考えられる。表9より、算出された値 (絶対値) はいずれの機関も小さく、水分含量測定に関する操作は問題なく行われていたことが推察された。また、水分換算については、換算の有無で全体の様相に相違はなかった。水分含量測定が正しく行われた場合は、乾燥質量あたりの結果を用いる方が、より精度の高い解析となるが、水分含量測定のみによるばらつきを含めるため、本調査研究においては、水分換算を行わず、湿質量あたりの結果を用いた統計解析でも問題ないと考えられた。

#### 各採用手法から見た回収率

経過記録書を基に回収率に影響を及ぼす要因として、分解時に使用した酸の種類、測定機器の種類、測定に原子吸光度計 (フレーム) を使用した機関の測定用溶液の種類および検量線に着目して、湿質量あたりの報告値について昇順に並び替えた回収率との関係を調べた (図4~図7)。

図4より、使用した酸の種類について回収率との関係性を調べたところ、硝酸のみが4機関、硝酸および硫酸の混酸が7機関、硝酸および過酸化水素の混酸が9機

関、硝酸、硫酸および過酸化水素の混酸が1機関であった。また図5より、測定機器の種類について回収率との関係性を調べたところ、原子吸光光度計（フレーム）が8機関、原子吸光光度計（フレームレス）が5機関、ICP-OESが2機関およびICP-MSが6機関であった。用いる酸の種類あるいは組み合わせと回収率について、または測定機器と回収率については、明らかな関係性を見出すには至らなかった。また、他の着目した2項目についても明らかな関係性は認められなかった。

#### 回収率と併行相対標準偏差

経過記録書を基に回収率に影響を及ぼす要因として、試料採取量および試料前処理方法について着目し、湿質量あたりの報告値について昇順に並び替えた回収とそれに対応する併行相対標準偏差（ $RSD_r$ 、%）の関係性を図8～図9に示す。

妥当性評価ガイドラインに基づき、湿質量あたりの報告値について昇順に並び替えた回収率および対応する併行相対標準偏差（ $RSD_r$ 、%）の結果を確認した。回収率の評価基準80%～110%に対し、各機関の回収率は81.4%～125%であり、1機関が管理限界外となった。一方、併行相対標準偏差（ $RSD_r$ 、%）の評価基準10%未満に対し、試料採取量が0.5 gと少量の場合も良好な併行相対標準偏差（ $RSD_r$ 、%）が得られ（5機関）、いずれも基準値内であった。管理限界外となった機関について、試料採取量および前処理法について考察を行ったが、明らかな要因は見出せなかった。

なお参考として、表10-1～表10-3に本調査研究における採用手法の質問事項一

覧および表11-1～表11-2に回答結果一覧を示す。また、表12-1～表12-2に採用手法の度数表を示す。

#### E. 結論

技能試験における適正な調査試料作製は重要であり、調査対象物質の均質性および安定性の確保が必須である。新たな作製方法として、スプレードライヤを用いる方法について、残留農薬検査用調査試料の作製検討に先立ち、玄米（粉末）を試料基材に用い、農薬よりも熱や水分に安定である重金属を添加し、カドミウム添加玄米試料の作製を試みた。今年度は、この新たな方法により作製した調査試料を用い、室間共同試験を実施して当該試料の妥当性を確認し以下の結論を得た。

作製した試料は、良好な均質性および安定性が得られた。理論作製濃度の算出には、スプレードライヤによる処理前のブランク試料中水分含量およびカドミウム濃度の測定、ならびに、作製後の調査試料中水分含量測定が必要である。これらのデータを基に算出した理論作製濃度は、作製直後に行った均質性確認試験で得られたカドミウム濃度（平均値）ともよく一致し、作製濃度のコントロールも可能であると考えられた。この方法で作製した調査試料を用いて室間共同試験を実施した結果、機関間で、妥当性評価ガイドラインの評価基準である回収率80%～110%相当および併行相対標準偏差（ $RSD_r$ 、%）10%未満である結果が得られた。また、併せて、国際的ガイドラインの室間共同試験による分析法の妥当性評



価において指標となるHorRat (R) を算出した結果、水分換算の有無に関わらず、いずれも0.5~2を満たす妥当な結果が得られたことから、各検査機関が一般的に用いる各種試験法に対応可能な堅牢性を有する調査試料として妥当であることが示唆された。

#### **F. 健康危険情報**

なし

#### **G. 研究発表**

##### 1. 論文発表

なし

##### 2. 学会発表

なし

#### **H. 知的所有権の取得状況**

##### 1. 特許取得

なし

##### 2. 実用新案登録

なし

##### 3. その他

なし

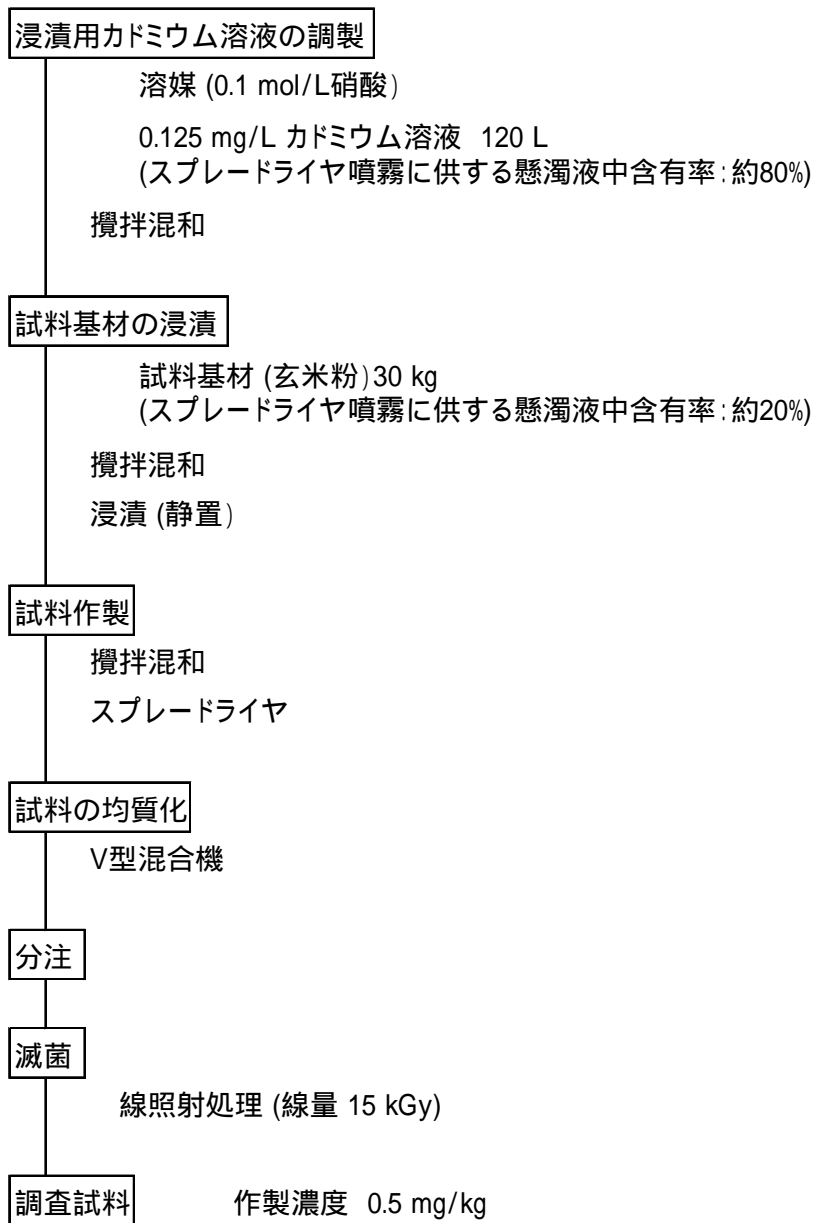
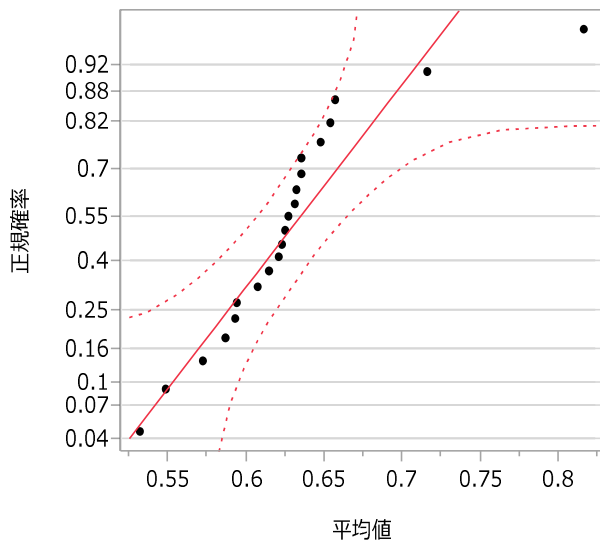


図1 重金属検査技能試験用試料作製法の概略

従来方式データ・クリーニング後



ロバスト方式データ・クリーニング後

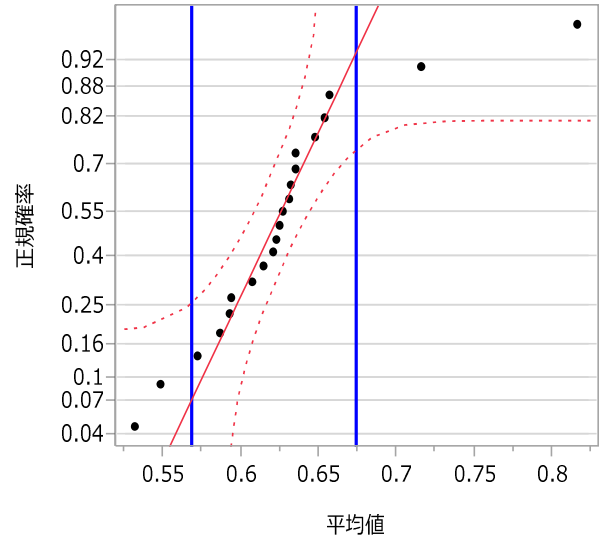
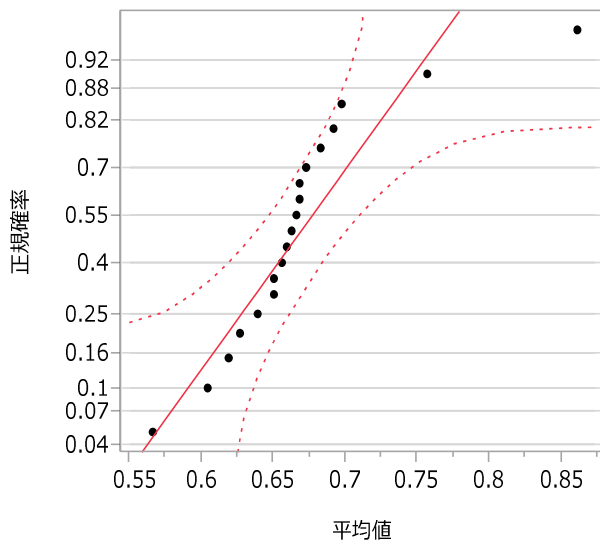


図2-1 調査試料中カドミウム濃度(湿質量あたり)正規確率プロット

従来方式データ・クリーニング後



ロバスト方式データ・クリーニング後

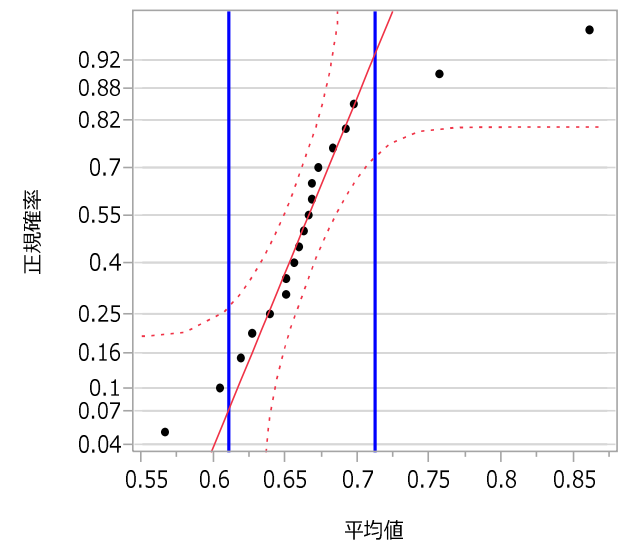
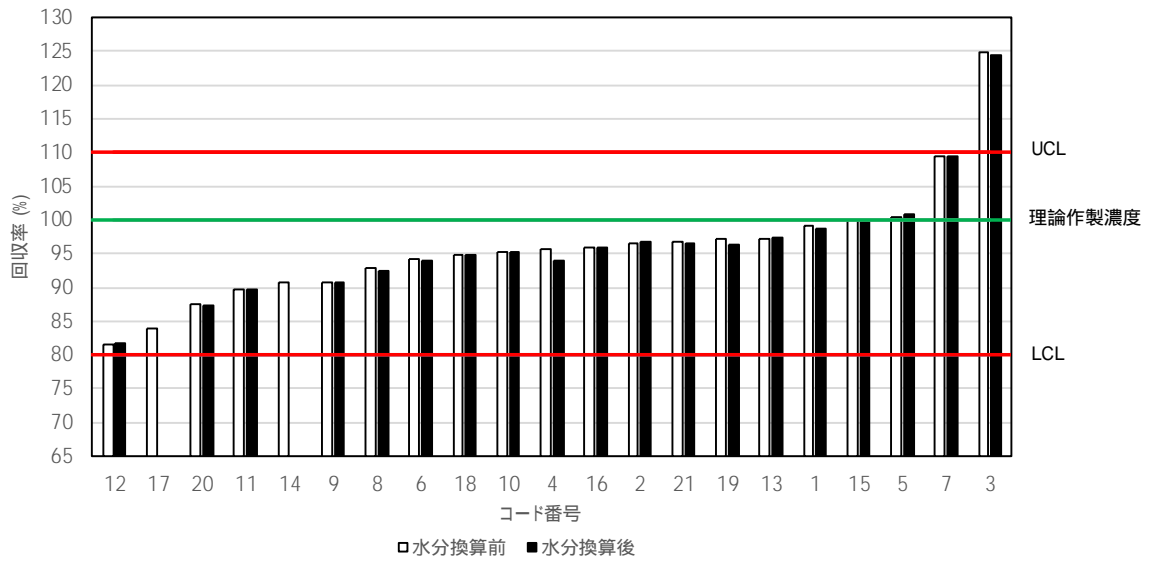


図2-2 調査試料中カドミウム濃度(乾燥質量あたり)正規確率プロット



UCLは上部管理限界線 (理論作製濃度の110%)、LCLは下部管理限界線 (理論作製濃度の80%)

理論作製濃度 (mg/kg): 湿質量あたり濃度 0.654

乾燥質量あたり濃度 0.691

コード番号 14および17は水分含量測定を実施せず

図3 水分換算前後による理論作製濃度に対する回収率の比較

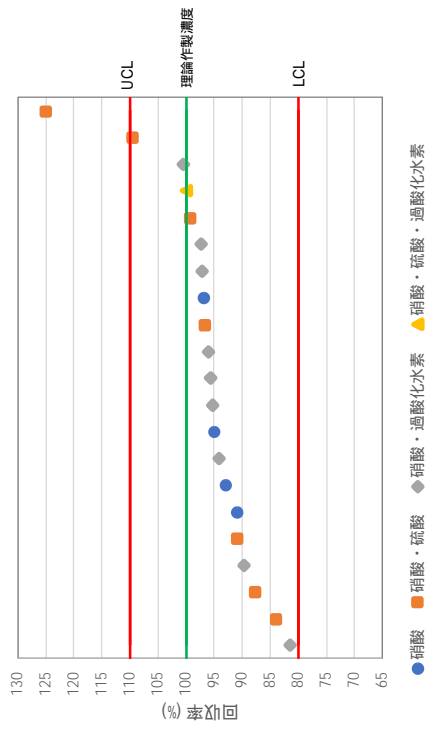


図4 使用した酸の種類と湿質量あたりの理論作製濃度に対する回収率

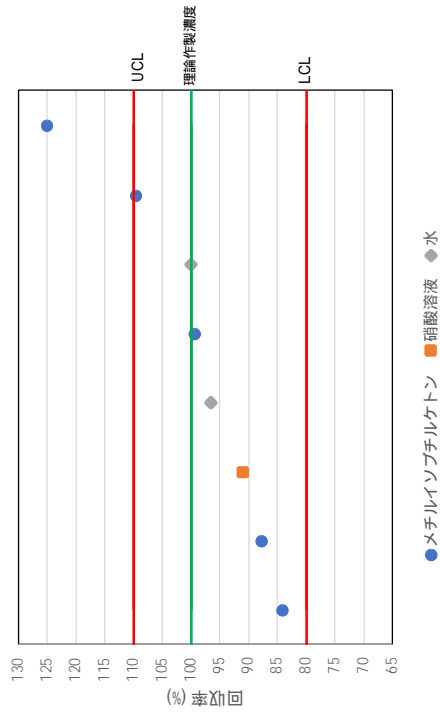


図6 原子吸光度計(フレイム)を使用した機種の測定用溶液の種類と湿質量あたりの理論作製濃度に対する回収率

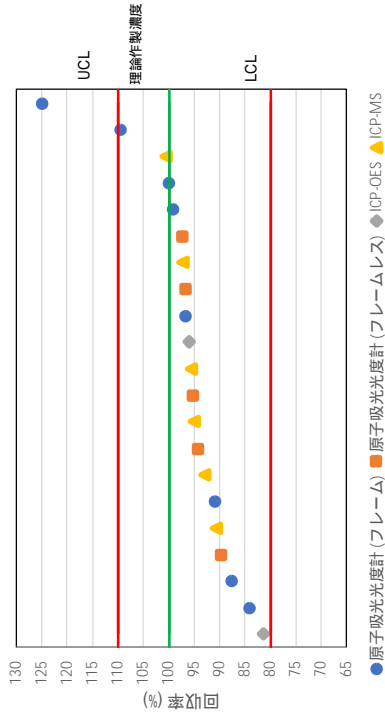


図5 測定機器の種類と湿質量あたりの理論作製濃度に対する回収率

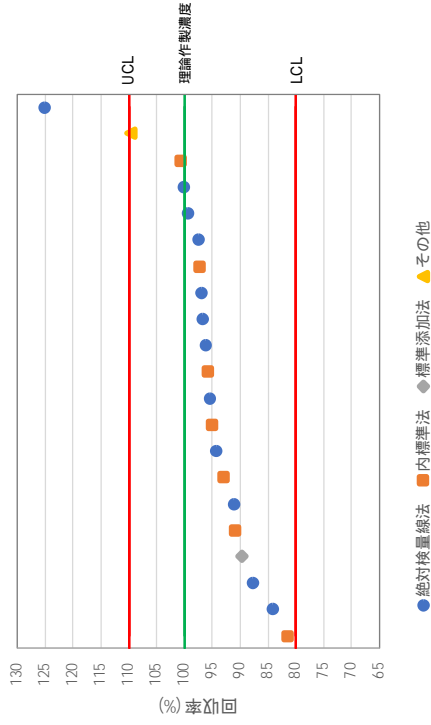


図7 検量線の種類と湿質量あたりの理論作製濃度に対する回収率

UCLは上部管理限界線(理論作製濃度の110%)、LCLは下部管理限界線(理論作製濃度の80%)

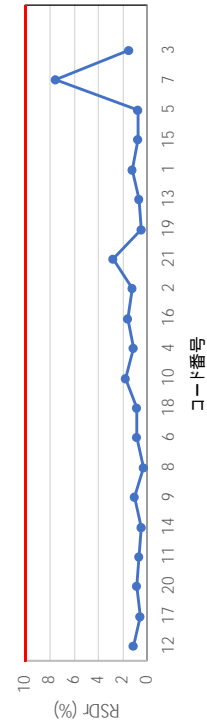
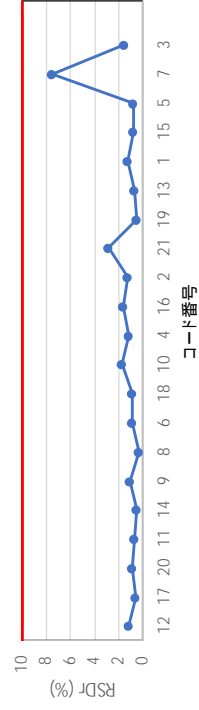
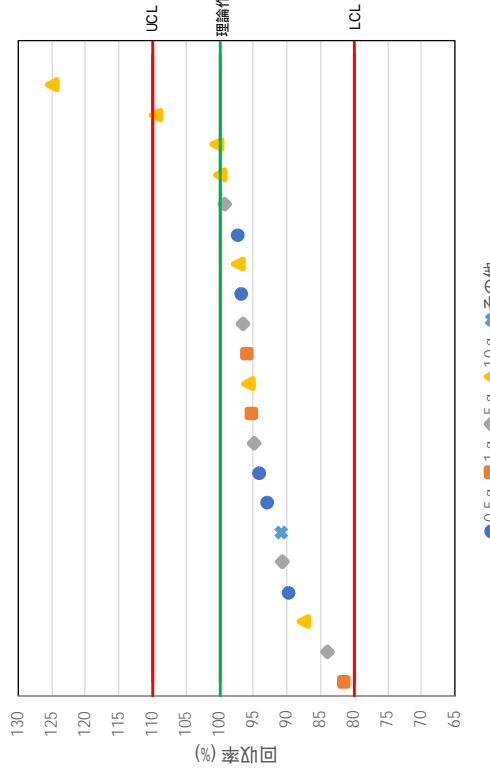
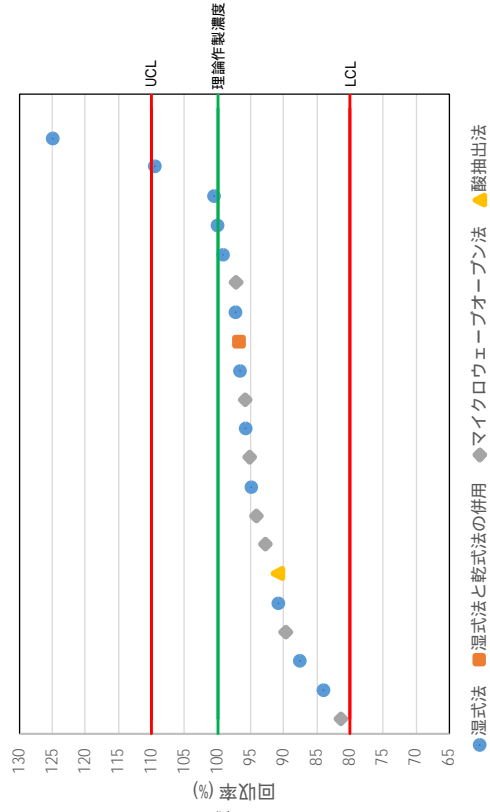


図8 昇順に並び替えた湿質量あたりの理論作製濃度に対する回収率とそれに対応する併行相対標準偏差および試料採取量の関係

図9 昇順に並び替えた湿質量あたりの理論作製濃度に対する回収率とそれに対応する併行相対標準偏差および試料の前処理方法の関係

UCLは上部管理限界線(理論作製濃度の110%)、LCLは下部管理限界線(理論作製濃度の80%)

表1 均質性確認試験結果

	湿質量	乾燥質量
理論作製濃度 (mg/kg)	0.654	0.691
平均濃度 (mg/kg)	0.617	0.655
標準偏差 (mg/kg)	0.00350	0.00377
相対標準偏差 (%)	0.567	0.576
回収率 <sup>*1</sup> (%)	94.3	94.7
F値	1.595	1.595
P-値	0.239	0.239
F境界線	3.020	3.020

\*1：平均濃度を理論作製濃度で除した百分率、%

表2 安定性確認試験結果

	湿質量	乾燥質量
理論作製濃度 (mg/kg)	0.654	0.691
平均濃度 (mg/kg)	0.616	0.656
標準偏差 (mg/kg)	0.00306	0.00340
相対標準偏差 (%)	0.497	0.518
安定性 <sup>*2</sup> (%)	99.8	100
F値	1.325	1.397
P-値	0.332	0.304
F境界線	3.020	3.020

\*2：安定性確認試験で得られた平均濃度を均質性確認試験結果で得られた平均濃度で除した百分率、%

各々の試験において、試料は調査試料から10容器の分析用試料を抽出し、各々2個の分析試料を取り出した

表3 水分含量測定結果

	ブランク試料	調査試料	
		均質性確認	安定性確認
試料数	3	6 (3容器、n=2)	6 (3容器、n=2)
平均値 (%)	14.8	5.73	6.11
標準偏差 (%)	0.0767	0.0989	0.134
相対標準偏差 (%)	0.518	1.73	2.19

表4 ブランク試料中カドミウム濃度測定結果

水分含量 (%)	14.8	0
平均値 (mg/kg)	0.0896	0.105
標準偏差 (mg/kg)	0.000894	0.000894
相対標準偏差 (%)	0.998	0.851

表5 調査試料の理論作製濃度算出の概要

作製に供した玄米粉質量 (水分含量14.8%)	30 kg
水分換算後の玄米粉質量 (水分含量0%)	25.6 kg
カドミウム添加量 (0.125 mg/Lカドミウム溶液、120 L)	15 mg
玄米粉質量 (水分含量14.8%) としてのカドミウム作製濃度	0.5 mg/kg
水分換算後の玄米粉質量 (水分含量0%) としてのカドミウム作製濃度	0.586 mg/kg
ブランク試料中カドミウム濃度 (水分含量14.8%)	0.0896 mg/kg
水分換算後のブランク試料中カドミウム濃度 (水分含量0%)	0.105 mg/kg
調査試料中カドミウム理論作製濃度 (水分含量0%)	+ 0.691 mg/kg
測定試料として供した調査試料中カドミウム理論作製濃度 [調査試料水分含量 (5.41 %) * ]	0.654 mg/kg

\* : 参加機関および当財団測定水分含量平均値



表6 水分含量結果一覧

コード 番号	併行分析数			機関別平均値 (%)	RSD <sub>r</sub> (%)	参加機関および当財 団測定水分含量平均 値に対する割合(%)
	1	2	3			
1	5.207	5.175	5.229	5.20	0.5	96.1
2	5.835	5.615	5.718	5.72	1.9	106
3	5.177	5.195	5.162	5.18	0.3	95.7
4	4.180	3.699	3.999	3.96	6.0	73.2
5	5.917	5.989	6.044	5.98	1.0	111
6	5.399	5.514	5.565	5.49	1.6	101
7	5.496	5.406	5.435	5.45	0.9	101
8	5.045	5.183	5.142	5.12	1.3	94.6
9	5.259	5.317	5.568	5.38	2.9	99.4
10	5.834	5.525	5.530	5.63	3.1	104
11	5.488	5.387	5.467	5.45	0.9	101
12	6.071	6.048	6.073	6.06	0.1	112
13	5.637	5.711	5.674	5.67	0.7	105
14	-	-	-	-	-	-
15	5.564	5.524	5.517	5.54	0.5	102
16	5.390	5.382	5.663	5.48	2.9	101
17	-	-	-	-	-	-
18	5.607	5.420	5.490	5.51	1.6	102
19	4.808	4.743	4.700	4.75	1.0	87.8
20	5.378	5.371	5.366	5.37	0.1	99.3
21	5.696	5.389	5.347	5.48	3.4	101

RSD<sub>r</sub> : 併行相対標準偏差

平均値 (%)	5.39
室間再現標準偏差 $S_R$ (%)	0.455
室間再現相対標準偏差 $RSD_R$ (%)	8.4
当財団 (均質性確認試験) 測定水分含量 (%)	5.73
参加機関および当財団測定水分含量平均値 (%)	5.41

表7-1 湿質量あたりカドミウム濃度 結果および評価一覧 (全21機関)

コード 番号	併行分析数					機関別平均値		RSD <sub>r</sub> (%)	回収率* (%)	z-スコア		
	1	2	3	4	5	(mg/kg)	(%)			従来方式	ロバスト	Horwitz
1	0.651	0.648	0.653	0.656	0.635	0.6486	1.25	99.2	1	0.362	0.758	0.256
2	0.643	0.626	0.628	0.636	0.624	0.6314	1.25	96.5	2	0.068	0.282	0.095
3	0.837	0.809	0.821	0.811	0.806	0.8168	1.54	125	3	3.234	5.419	1.832
4	0.630	0.623	0.626	0.634	0.615	0.6256	1.15	95.7	4	-0.031	0.121	0.041
5	0.655	0.658	0.666	0.653	0.653	0.6570	0.82	100	5	0.505	0.991	0.335
6	0.621	0.608	0.611	0.619	0.618	0.6154	0.90	94.1	6	-0.205	-0.161	-0.055
7	0.728	0.761	0.751	0.625	0.715	0.7160	7.54	109	7	1.513	2.626	0.888
8	0.610	0.609	0.605	0.606	0.607	0.6074	0.34	92.9	8	-0.342	-0.383	-0.129
9	0.586	0.602	0.594	0.598	0.591	0.5942	1.04	90.9	9	-0.567	-0.749	-0.253
10	0.605	0.629	0.624	0.622	0.634	0.6228	1.76	95.2	10	-0.079	0.044	0.015
11	0.584	0.586	0.582	0.591	0.590	0.5866	0.65	89.7	11	-0.697	-0.959	-0.324
12	0.534	0.532	0.525	0.542	0.530	0.5326	1.16	81.4	12	-1.619	-2.455	-0.830
13	0.632	0.637	0.635	0.633	0.643	0.6360	0.68	97.2	13	0.147	0.409	0.138
14	0.597	0.590	0.596	0.591	0.592	0.5932	0.52	90.7	14	-0.584	-0.776	-0.262
15	0.652	0.656	0.646	0.657	0.659	0.6540	0.78	100	15	0.454	0.908	0.307
16	0.627	0.627	0.613	0.629	0.641	0.6274	1.58	95.9	16	0.000	0.171	0.058
17	0.553	0.545	0.548	0.552	0.548	0.5492	0.59	84.0	17	-1.335	-1.995	-0.675
18	0.623	0.625	0.623	0.622	0.611	0.6208	0.89	94.9	18	-0.113	-0.012	-0.004
19	0.636	0.638	0.639	0.630	0.635	0.6356	0.55	97.2	19	0.140	0.398	0.135
20	0.569	0.577	0.566	0.575	0.576	0.5726	0.84	87.6	20	-0.936	-1.347	-0.455
21	0.625	0.607	0.631	0.649	0.649	0.6322	2.79	96.7	21	0.082	0.304	0.103
全機関の項目別平均値						0.6274	1.36	95.9				

RSD<sub>r</sub> : 併行相対標準偏差 (当該調査試料濃度における評価基準 : 10%未満) \* : 理論作製濃度 (0.654 mg/kg) に対する

表7-2 機関別平均値に係る結果 (データ・クリーニング後)

最小値 (mg/kg)	0.5326
最大値 (mg/kg)	0.8168
平均値 (mg/kg)	0.6274
分散	0.003429
中央値 (メジアン)	0.6256
空間再現標準偏差 S <sub>R</sub> (mg/kg)	0.05856
空間再現相対標準偏差 RSD <sub>R</sub> (%)	9.3
空間再現相対標準偏差の予測値 FRSD <sub>R</sub> (%)	17
HorRat (R)	0.5

注) 別途、Coc Iran検定 Single Gurbb検定 Paired Gurbb検定 (いずれも棄却限界は2.5%) による棄却検定の結果、Coc Iran検定で2機関 (コード番号 : 7および21)、Single Gurbb検定で1機関 (コード番号 : 3) が該当した。

表7-3 項目別該当機関数

該当機関数	
回収率 (%)	< 80 0/21
回収率 (%)	> 110 1/21
従来方式	データ・クリーニング 0/21
ロバスト方式	データ・クリーニング 0/21
メジアン方式	メジアン・クリーニング 0/21
従来方式	2   z-スコア   < 3 0/21
	z-スコア   3 1/21

表8-1 乾燥質量あたりカドミウム濃度 結果および評価一覧 (19機関)

コード 番号	併行分析数					機関別平均値 (mg/kg)	RSDr (%)	回収率* (%)	z-スコア				
	1	2	3	4	5				従来方式	ロバスト	Horwitz		
1	0.686	0.683	0.688	0.691	0.669	0.6834	1.25	98.9	1	0.239	0.635	0.196	
2	0.682	0.663	0.666	0.674	0.661	0.6692	1.30	96.8	2	0.006	0.227	0.070	
3	0.882	0.853	0.865	0.855	0.850	0.8610	1.51	125	3	3.154	5.735	1.774	
4	0.655	0.648	0.651	0.660	0.640	0.6508	1.15	94.2	4	-0.296	-0.301	-0.093	
5	0.696	0.699	0.708	0.694	0.694	0.6982	0.83	101	5	0.482	1.060	0.328	
6	0.657	0.643	0.646	0.654	0.653	0.6506	0.90	94.2	6	-0.300	-0.307	-0.095	
7	0.769	0.804	0.794	0.661	0.756	0.7568	7.51	110	7	1.444	2.743	0.848	
8	0.642	0.641	0.637	0.638	0.639	0.6394	0.32	92.5	8	-0.484	-0.629	-0.194	
9	0.619	0.636	0.627	0.632	0.624	0.6276	1.06	90.8	9	-0.677	-0.968	-0.299	
10	0.641	0.666	0.661	0.659	0.671	0.6596	1.72	95.5	10	-0.152	-0.049	-0.015	
11	0.617	0.619	0.615	0.625	0.624	0.6200	0.70	89.7	11	-0.802	-1.186	-0.367	
12	0.568	0.566	0.558	0.576	0.564	0.5664	1.15	82.0	12	-1.682	-2.725	-0.843	
13	0.669	0.675	0.673	0.671	0.681	0.6738	0.68	97.5	13	0.081	0.359	0.111	
14	-	-	-	-	-	-	-	-	14	-	-	-	
15	0.690	0.694	0.683	0.695	0.697	0.6918	0.80	100	15	0.377	0.876	0.271	
16	0.663	0.663	0.648	0.665	0.678	0.6634	1.60	96.0	16	-0.090	0.060	0.019	
17	-	-	-	-	-	-	-	-	17	-	-	-	
18	0.659	0.661	0.659	0.658	0.646	0.6566	0.91	95.0	18	-0.201	-0.135	-0.042	
19	0.667	0.669	0.670	0.661	0.666	0.6666	0.52	96.5	19	-0.037	0.152	0.047	
20	0.601	0.609	0.598	0.607	0.608	0.6046	0.79	87.5	20	-1.055	-1.628	-0.504	
21	0.661	0.642	0.667	0.686	0.686	0.6684	2.77	96.7	21	-0.007	0.204	0.063	
全機関の項目別平均値									0.6689			1.45	96.8

RSDr : 併行相対標準偏差 (当該調査試料濃度における評価基準 : 10%未満) \* : 理論作製濃度 (0.691 mg/kg) に対する

表8-2 機関別平均値に係る結果 (データ・クリーニング後)

最小値 (mg/kg)	0.5664
最大値 (mg/kg)	0.8610
平均値 (mg/kg)	0.6689
分散	0.003711
中央値 (メジアン)	0.6634
空間再現標準偏差 $S_R$ (mg/kg)	0.06091
空間再現相対標準偏差 $RSD_R$ (%)	9.1
空間再現相対標準偏差の予測値 $FRSD_R$ (%)	17
HorRat (R)	0.5

注) 別途、Coc Iran検定 Single Gurbbb検定 Paired Gurbbb検定 (いずれも棄却限界は2.5%) による棄却検定の結果、Coc Iran検定で2機関 (コード番号 : 7および21)、Single Gurbbb検定で1機関 (コード番号 : 3) が該当した。

表8-3 項目別該当機関数

項目	該当機関数	
	回収率 (%)	z-スコア
回収率 (%)	< 80	0/19
回収率 (%)	> 110	1/19
従来方式	データ・クリーニング	0/19
ロバスト方式	データ・クリーニング	0/19
従来方式	メジアン・クリーニング	0/19
ロバスト方式	メジアン・クリーニング	0/19
従来方式	2   z-スコア   < 3	0/19
ロバスト方式	1   z-スコア   3	1/19

表9 乾燥質量あたりの回収率に対する湿質量あたりの回収率の割合（19機関）

コード 番号	回収率* (%)		100-[乾燥質量あたり回収率 に対する湿質量あたり回収率 の割合(%)]
	湿質量あたり	乾燥質量あたり	
1	99.2	98.9	0.3
2	96.5	96.8	-0.3
3	124.9	124.6	0.2
4	95.7	94.2	1.6
5	100.5	101.0	-0.5
6	94.1	94.2	-0.1
7	109.5	109.5	0.0
8	92.9	92.5	0.4
9	90.9	90.8	0.1
10	95.2	95.5	-0.3
11	89.7	89.7	0.0
12	81.4	82.0	-0.7
13	97.2	97.5	-0.3
14	-	-	-
15	100.0	100.1	-0.1
16	95.9	96.0	-0.1
17	-	-	-
18	94.9	95.0	-0.1
19	97.2	96.5	0.7
20	87.6	87.5	0.1
21	96.7	96.7	0.0

\*: 各理論作製濃度に対する

表10-1 本調査研究における採用手法の質問事項一覧 -1/3

前処理方法

[ 1 ] 試料採取量	0.5 g	1 g	2 g	5 g	10 g	20 g	その他
[ 2 ] 試料の前処理等	湿式法		乾式法		および	の併用	
	マイクロウェーブオープン法				酸抽出法		その他
【 [2] で 湿式法、および の併用、マイクロウェーブオープン法 を選択した場合 】							
[ 3 ] 使用した酸の種類	1種類のみ		混酸				
【 [3] で 1種類のみ を選択した場合 】							
[ 4 ] 使用した酸の種類	硝酸		硫酸		その他		
【 [3] で 混酸 を選択した場合 】							
[ 5 ] 使用した酸の種類 (全て)	硝酸		硫酸		過塩素酸		塩酸
	過酸化水素		その他				
【 [2] で 乾式法、および の併用 を選択した場合 】							
[ 6 ] 使用した容器の種類	磁製		石英		白金		ガラス製
	その他						
【 [2] で 酸抽出法 を選択した場合 】							
[ 7 ] 使用した酸の種類	塩酸		硝酸		混酸		その他

表10-2 本調査研究における採用手法の質問事項一覧 -2/3

## 測定方法

---

[ 8 ] 測定用溶液の調製方法						
前処理後、酸溶液または水で溶解あるいは希釈して測定						
前処理後、溶媒抽出して測定						
【 [8] で 前処理後、酸溶液または水で溶解あるいは希釈して測定 を選択した場合 】						
[ 9 ] 溶液の種類						
塩酸溶液	硝酸溶液	水	その他			
【 [8] で 前処理後、溶媒抽出して測定 を選択した場合 】						
[ 10 ] キレート剤の種類						
DDTC	A PDC	ジチゾン	その他			
【 [8] で 前処理後、溶媒抽出して測定 を選択した場合 】						
[ 11 ] 溶媒の種類						
メチルイソブチルケトン	酢酸エチル	酢酸ブチル				
四塩化炭素	その他					
[ 12 ] 使用機器						
原子吸光光度計 (フレイム)	原子吸光光度計 (フレイムレス)					
ICP	ICP-MS	その他				
【 [12] で 原子吸光光度計 (フレイムレス) を選択した場合 】						
[ 13 ] マトリックス修飾剤について						
使用しなかった	マグネシウム	パラジウム	ニッケル			
りん酸二水素アンモニウム	その他					
【 [12] で ICP、 ICP-MS を選択した場合 】						
[ 14 ] 内標準について						
使用しなかった	Y	Yb	R h	In	Sc	
Tl	C s	その他				
【 [12] で ICPを選択した場合 】						
[ 15 ] ICPの種類						
マルチチャンネル型	シーケンシャル型		その他			
【 [12] で ICPを選択した場合 】						
[ 16 ] プラズマの観測方式 (観測方向)						
横方向	軸方向	その他				
【 [12] で ICPを選択した場合 】						
[ 17 ] ネブライザの種類						
標準ネブライザ	超音波ネブライザ		その他			
【 [12] で ICP-MS を選択した場合 】						
[ 18 ] コリジョン/リアクションモードの使用について						
無	有					

---

表10-3 本調査研究における採用手法の質問事項一覧 -3/3

測定パラメータ

---

[ 19 ] バックグラウンド補正の有無について			
無	有		
【 [19] で 有 を選択した場合 】			
[ 20 ] バックグラウンド補正方法			
D <sub>2</sub> 法	ゼーマン法	SR法	その他
[ 21 ] 定量計算法			
絶対検量線法	標準添加法	内標準法	その他
[ 22 ] 検量線作成における原点について			
原点を通して	原点を通して	いない	
【 [22] で 原点を通していない を選択した場合 】			
[ 23 ] 測定に用いる溶液の種類とその取り扱い			
濃度ゼロとした溶液を測定し、その実測値を採用している			
原点用としての溶液は特に測定していない			
その他			
【 [23] で 濃度ゼロとした溶液を測定し、その実測値を採用している を選択した場合 】			
[ 24 ] 濃度ゼロとした溶液の種類			
水	標準溶液の希釈に用いた溶液	抽出に用いた溶媒	
抽出時における試薬ブランク	その他		
[ 25 ] 濃度の点数			
[ 26 ] 回帰式			
一次式	二次式	その他	

---

表11-1 本調査研究における採用手法の回答結果一覧 -1/2

以下、表中のNIは、該当なしを示す。

前処理方法	コード番号																				
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
[1]	4	4	5	5	1	5	1	7	2	1	2	1	4	5	2	4	4	5	5	1	1
[2]	1	1	1	1	4	1	4	5	4	4	4	4	1	1	1	4	1	1	1	1	3
[3]	2	2	2	2	2	2	2	1	N	2	2	2	2	2	2	2	2	1	2	2	1
[4]	N	N	N	N	N	N	N	1	N	N	N	N	N	N	N	N	N	1	N	N	1
[5]	1,2	1,2	1,2	1,5	1,5	1,5	1,2	N	1,5	1,5	1,5	1,5	1,2	1,2,5	1,5	1,2	N	1,5	1,2	N	N
[6]	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	1
[7]	N	N	N	N	N	N	N	N	2	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N

測定方法	コード番号																				
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
[8]	2	1	2	1	1	1	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	2	1	1	2	1
[9]	N	3	N	2	3	3	N	2	2	3	3	2	2	2	3	2	N	2	2	N	2
[10]	1	N	1	N	N	N	1	N	N	N	N	N	N	N	N	N	1	N	N	1	N
[11]	1	N	1	N	N	N	1	N	N	N	N	N	N	N	N	N	1	N	N	1	N
[12]	1	1	1	4	4	2	1	4	1	2	2	3	2	4	1	3	1	4	4	1	2
[13]	N	N	N	N	N	3,6	N	N	N	2,3	5,6	N	3	N	N	N	N	N	N	N	2,3
[14]	N	N	N	2	5	N	N	5	N	N	N	2	N	5	N	2	N	2	5	N	N
[15]	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	1	N	N	1	1	N	N	N	N	N
[16]	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	2	N	N	2	2	N	N	N	N	N
[17]	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	1	N	N	1	1	N	N	N	N	N
[18]	N	N	N	2	2	N	N	1	N	N	N	N	N	1	N	N	N	1	2	N	N



表11-2 本調査研究における採用手法の回答結果一覧 -2/2

以下、表中のNIは、該当なしを示す。

測定パラメータ	コード番号																				
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
[19]	2	2	2	1	1	2	2	1	2	2	2	2	2	1	2	2	2	1	1	2	2
[20]	2	1	1	N	N	2	3	N	1	2	1	4	2	N	1	4	2	N	N	1	2
[21]	1	1	1	3	3	1	4	3	1	1	2	3	1	3	1	1	1	3	3	1	1
[22]	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	N	2	2	2	2	2	2	2	2	1	2
[23]	1	2	1	1	2	1	3	2	1	1	N	2	1	1	1	1	1	1	1	N	2
[24]	3	N	4	2	N	2	N	N	2,4	2	N	N	2	1	1	5	2	2	2	N	N
[25]	4	5	7	4	5	7	8	5	6	6	5	5	5	4	4	6	4	5	7	1	5
[26]	1	1	1	1	1	1	3	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

表12-1 重金属検査における採用手法の度数表-1/2

		測定のカテゴリ									
		合計	1	2	3	4	5	6	7	8	9
<b>前処理方法</b>											
試料採取量		21	0.5g	1.9	2.9	5.9	10.9	20.9	その他		
			5	3	0	5	7	0	1	( $\pm 2.5g$ )	
前処理		21	湿式法	乾式法	併用	マイクロウェーブオープン法	酸抽出法	その他			
			12	0	1	7	1	0			
湿式法、湿式法と乾式法の併用、マイクロウェーブオープン法の場合：		20	1種類のみの	混合							
酸の種類			3	17							
1種類のみの場合：		3	硝酸	硫酸	その他						
酸の種類			3	0	0						
混合の場合：		35	硝酸	硫酸	過塩素酸	塩酸	過酸化水素	その他			
酸の種類			17	8	0	0	10	0			
乾式法、湿式法と乾式法の併用の場合：		1	磁製	石英	白金	ガラス製	その他				
容器の種類			1	0	0	0	0				
酸抽出法の場合：		1	塩酸	硝酸	混合	その他					
酸の種類			0	1	0	0					
<b>測定方法</b>											
測定用溶液の調製方法		21	酸溶液または水で溶解あるいは希釈	溶媒抽出							
			16	5							
酸溶液または水で溶解あるいは希釈の場合：		16	塩酸溶液	硝酸溶液	水	その他					
溶媒の種類			0	10	6	0					
溶媒抽出の場合：		5	D.D.T.C.	APDC	ジチオン	その他					
キレート剤の種類			5	0	0	0					
溶媒抽出の場合：		5	メチルソルビトール	酢酸エチル	酢酸エチル	四塩化炭素	その他				
溶媒の種類			5	0	0	0	0				

複数回答を含む

表12-2 重金属検査における採用手法の度数表-2/2

測定のカテゴリ		1	2	3	4	5	6	7	8	9
合計										
使用機器	原子吸光度計 (フレイムレス)	21	原子吸光度計 (フレイムレス)	ICP-OES	ICP-MS	その他				
原子吸光度計 (フレイムレス) の場合:	マトリックス修飾剤	9	マグネシウム	パラジウム	ニッケル	りん酸二水素アンモニウム	その他			
ICP-OES、ICP-MS の場合:	内標準	8	使用しなかった	Yb	Rh	In	Sc	Tl	Cs	その他
ICP-OES の場合:	ICP-OES の種類	2	使用しなかった	Y	0	4	0	0	0	0
ICP-OES の場合:	ICP-OES の種類	2	マルチチャンネル型	シーケンシャル型	その他					
ICP-OES の場合:	ICP-OES の種類	2	横方向	軸方向	その他					
ICP-OES の場合:	ICP-OES の種類	2	プラズマの観測方式 (観測方向)	0	2	0				
ICP-OES の場合:	ICP-OES の種類	2	標準ネブライザ	超音波ネブライザ	その他					
ICP-MS の場合:	ICP-MS の種類	6	無	有						
ICP-MS の場合:	ICP-MS の種類	3	コリジョン/リアクションモードの使用	3						
<b>測定パラメータ</b>										
バックグラウンド補正	バックグラウンド補正	21	無	有						
バックグラウンド補正有の場合:	バックグラウンド補正方法	15	D法	ゼーマン法	SR法	その他				
バックグラウンド補正方法	バックグラウンド補正方法	6	6	1	1	2	2	2	2	2
定量算法	定量算法	21	絶対検量線法	標準添加法	内標準法	その他				
検量線作成における原点	検量線作成における原点	20	12	1	7	1	1	1	1	1
原点を通していない場合:	原点を通していない	19	濃度ゼロとした溶液を測定し、その実測値を採用	原点を通していない	19					
測定に用いる溶液の種類とその取り扱い	測定に用いる溶液の種類とその取り扱い	13	濃度ゼロとした溶液を測定し、その実測値を採用	濃度ゼロとした溶液を測定し、その実測値を測定しない	濃度ゼロとした溶液を測定し、その実測値を測定しない	濃度ゼロとした溶液を測定し、その実測値を測定しない	濃度ゼロとした溶液を測定し、その実測値を測定しない	濃度ゼロとした溶液を測定し、その実測値を測定しない	濃度ゼロとした溶液を測定し、その実測値を測定しない	濃度ゼロとした溶液を測定し、その実測値を測定しない
濃度ゼロとした溶液の種類	濃度ゼロとした溶液の種類	14	水	標準溶液の希釈に用いた溶液	抽出に用いた溶液	抽出に用いた溶液	抽出に用いた溶液	抽出に用いた溶液	抽出に用いた溶液	抽出に用いた溶液
濃度の点数	濃度の点数	21	1点	4点	5点	6点	7点	8点	8点	8点
回歸式	回歸式	21	一次式	二次式	その他					
回歸式	回歸式	20	20	0	1	1	1	1	1	1

複数回答を含む