

平成 25 年 7 月 11 日

分析分科会共同研究申込者 各位

知的基盤部会分析分科会運営委員長
独立行政法人 産業技術総合研究所
計測標準管理センター
計量研修センター長 衣笠 晋一

第 56 回分析技術共同研究試料並びに報告書の送付について

拝啓 貴機関ますますご隆昌のこととお慶び申し上げます。
分析分科会の運営にあたりましては平素より多大な御支援、ご協力を賜り深く感謝申し上げます。
この度は、第 56 回分析技術共同研究無機分析に参加申込みを頂き誠にありがとうございました。

無機分析共同実験「円形状ステンレス鋼」の参加申込を頂いた方に、別紙 1、2 のように事務連絡をさせていただきます。

別紙 1

- 1、試料の送付について
- 2、報告書について
- 3、報告書の提出について
- 4、報告書記載の説明
- 5、報告書記載例

別紙 2

分析分科会 共同研究に参加されるにあたってお願い

分析分科会のHP (http://www.nmi.j.jp/bb_kai/) にも同様のものを掲載しておりますので、そちらの方もご参照下さいます様お願い致します。

【別紙1】

1、試料の送付について

共同実験	試料名	発送予定	報告書送付方法	報告書締切
無機分析	円柱形ステンレス鋼	産総研より 6月28日に発送済	E-Mailに添付	8月30日

2、報告書について

1) 報告書の種類（3ページ以降に詳細な説明書きがあります）

- シート1-1 表書き（エクセル）
- シート2-1 測定値報告（エクセル）
- シート3-1～3-7 機器・操作法報告（エクセル）
- シート4-1 標準液（エクセル）
- シート5 フローシート（ワード）
- シート6 留意した点、問題点（ワード）
- シート7 質問表（ワード）

注記: シート6,7は必須ではありませんが特にシート6については積極的な記入を推奨します。

2) シート5～7 書式フォーマット（ワード）

- 余 白 : 上-2.2mm 下、右、左-2.5mm
- フォント : MS明朝 10.5ポイント
- 1ページ : 44桁（文字数の指定はありません）

3) ファイルについて

- ・必要ないシートは削除して下さい。
- ・メールに添付するファイル名は下記の通りとして下さい。（電子ファイルでデータの処理をする為）

機関番号氏名_ステンレス鋼.xls（シート1～4）

機関番号氏名_ステンレス鋼.doc（シート5～7）

※ファイル名に限り機関番号はハイフン無しの半角数字4桁（01-1なら0101）としてください。（ワークシート内に記入する機関番号は通常の形式）

※ファイル名の氏名の部分は全角日本語文字を使用して構いませんが、ファイル名には全角・半角とも空白を用いないでください。アンダーバー以外の半角記号は使用しないで下さい。

※何らかの理由で同一人が2ファイル以上提出する場合、_合金 の後に半角文字ABCなどで区別してください。

< 例 > 機関番号「48-1」の場合

4801 産総太郎_ステンレス鋼A.xls

4801 産総太郎_ステンレス鋼B.xls

4801 産総太郎_ステンレス鋼C.xls

3、報告書の提出について

報告書は全てE-mailでお送り下さい。

- ・提出先 【知的基盤部会分析分科会事務局】
(独) 産業技術総合研究所 計量標準管理センター 計量標準計画室
TEL 029-861-4975 FAX 029-861-4099 E-Mail bb_kai-ml@aist.go.jp
- ・提出期限 **8月30日(金)**
(例年遅れて提出される方が数名いらっしゃいますが、集計作業に支障をきたしますので期限までに提出して下さい。ご協力をお願い致します。期限後のデータの取り下げ差し替えは受け付けません。)

4、報告書記載の説明

1) 報告書(シート1) エクセル

- ・分析者の名前はフルネーム(記号などは不可)で記入して下さい。複数の者が分析を行った場合、分析者ごとに別のファイルに記入して提出して下さい。
- ・参加証及び認定証を発行しますので、分析担当者の氏名は必ず**正確**にお書き下さい。
- ・原則としてワークシートに記載された氏名をそのまま使用します。
(認定証の発行については、8) に詳しく記載してあります)

2) 報告書(シート2) エクセル

以下の分類に従って同じ記号(英字半角)で記入して下さい。エクセルファイルへの記入は、漢字・かな以外はすべて**半角**で記入してください。

・前処理方法の欄について

酸分解法	a
加圧酸分解法	b
酸分解-アルカリ融解併用法	c
アルカリ融解法	d
プレス法	e
ガラスビート法	f
希釈	g
濃縮	h
その他の方法	i
無処理	j
アルカリ溶液分解法	k

(注) c: 酸分解した後、未分解物をアルカリ融解する場合

該当する方法等がない場合は、シート4(フローシート)に詳しくご記入下さい。

・測定方法の欄について

重量分析法	A
滴定法	B
吸光光度法	C
原子吸光法	D
ICP発光分析法	E
ICP質量分析法	F
蛍光X線分析法	G

電解重量法 H
その他の方法 I

(注) 例えば原子吸光法と電解重量法を併用した場合には、報告書の測定法の欄に D+H と記入

3) 報告書(シート 3-1~3-7) エクセル 【分析機器と使用条件】

吸光光度法、原子吸光法、ICP 発光法、ICP 質量分析法、蛍光 X 線法、滴定法、及び Si 重量分析については具体的な書式を示しました。この書式に当てはまらない場合やその他の方法については、これらを参考の上作成して下さい。なお、分析元素が複数の場合は、必要に応じてコピーして下さい。

4) 報告書(シート 4) エクセル 【使用した希釈前の高濃度標準液】

使用した標準液について、記入して下さい。

5) 報告書(シート 5) ワード 【フローシート】

- ・原則として上から下へ 1 本のラインになるように書いてください。ただし分析元素毎に異なる処理のある場合は枝分かれまたは参照記号でつながりが判るように記載して下さい。シートが 2 頁以上になっても結構です。
- ・特に試料処理法を中心に詳しく記載して下さい。
- ・採取した試料量、使用した試薬の製造元・グレード、添加した試薬の量、使用した容器類(ビーカー、るつぼ等)の材質を必ず明記して下さい。蒸留水・純水についても記入して下さい。(記入例参照)
- ・試料の洗浄等を行った場合には、その操作内容についても詳細(試薬・温度・時間など)に記入して下さい。
- ・文章は極力簡潔に記入して下さい。
- ・英数字は原則として半角文字で記入して下さい。

6) 報告書(シート 6) ワード 【留意した点、問題点等】

- ・分析を行う際留意した点、問題点等を記入して下さい。
- ・薬品名は化学式でなく名称で記入して下さい。

7) 報告書(シート 7) ワード 【質問表】

今回の分析に関連して質問がありましたらご記入下さい。一般的な事項に関する質問でも差し支えありません。薬品名は化学式でなく名称で記入して下さい。

8) 認定証の発行について(認定証発行についての基本的な考え)

共同分析における分析値の取り扱い、通常は統計学的な考察と分析化学的な考察という 2 系統の考察に依っています。前者は言うまでもなく平均値や分散などの母集団の分布を調べるもので、2003 年度まではこの取扱のみに基づいて z スコアを出して認定証発行の根拠としてきました。しかし詳細なデータ解析により、分析平均値が真値を反映しないケースが出現するにつれ、分析内容に踏み込んだ、後者の分析化学的な考察の必要性が論議されるどころです。

また、分析技術共同研究による認定証の発行も今年で 12 回目を迎えます。当初は参加証と同じく分析実施および報告書作成行為を証する要素のあった本証も、次第に参加者や参加機関の総合的な分析能力を評価する「技能認定」的要素が強くなってきております。そのため、2004 年度より数値の統計的取扱以外の要素も認定証発行の判断に取り入れております。具体的には、**分析報告書の記載不備や重要事項の記載もれは、共同分析未完了と見なして母集団より除外**します。その上で民間の技能試験で採用されている方法などを参考にして、**ロバストな(特異値の影響を受けにくい)方法**で z スコアを

算出し、基準を満たす参加者のみに認定証を発行します。なお、材料評価の共同分析についてはzスコアの算定及び認定証の発行は行いません。

分析技術共同研究参加者各位におかれましては、合理性のある詳細な分析報告書を伴った分析値のみが評価の対象になるという、昨今の分析技術評価の流れをくれぐれもご理解いただき、報告書の各シートの記載内容を精査の上、遺漏なきよう綿密に作成していただくことをお願いする次第であります。分析に取り掛かる前に別紙2をよくお読み下さい。

5、報告書記載例

・例1 報告シート

必ず最初に表書き (Top という名前のシート) に必要事項を記入して下さい。氏名、機関番号などは他のシートで引用されますので間違いや記入漏れの無いようご注意下さい。次に報告シート (タブ名「DATA」) に入力します。

シート 2-1

分析結果報告シート 平成 25 年度 円形状ステンレス鋼

機関番号 *1	48-1	識別符号*1		氏名 *1	分析 太郎
試料番号 *1	999				
機関名 *1	〇〇〇産業技術センター				

分析成分	実施日 *2	分析者氏名 *1	年数 *3	測定値 *4			前処理 方法 *5	測定方法 *5
				(1)	(2)	単位		
Si	2013/8/1	分析 太郎	5	2.468	3.21	%	a	D
Mn	2013/8/1	分析 太郎	3	2.345	3.456	%	b	C
Ni	2013/8/1	分析 太郎	3	8.002	9.876	%	c	B
Cr	2013/8/1	分析 太郎	1	18.888	15.555	%	d	A

*1 表書きから引用されます。このページでの編集不可。

*2 各分析成分の分析開始日とする。

*3 分析した方法の経験年数。年単位で記入。

*4 数値のみ記入、平均値は不要。[単位は元素の質量分率 %]

*5 分類記号を半角で記入(「報告書の書き方」参照)

分析手順書および「報告書の書き方」を良く読んで、記入ミスの無い様に十分注意して下さい。

複数の分析者で分析値を報告する場合や一人で同一元素について複数の報告を行う場合は、このファイル全体をコピーして別ファイルにてご報告下さい。本表は全て半角で記入して下さい。

- ・この表に記入した数字は説明用で、実際の値の目安とは関係ありません。
- ・ワークシートの仕様で末尾の0が表示されない場合がありますが、これは入力不備とみなしませんので、そのまま結構です。[例:3.210 と入力しても 3.21 と表示されてしまう]
- ・この表に直接記入するのは太枠内のみです。
- ・今回は全ての元素について小数第3位まで記載することとします。実際の有効数字より多くなる場合がありますが、桁数の不足による統計解析における不都合を回避するための便宜的な扱いです。

・記入例2

フローシートの記載例

本例はあくまでも記法の参考であり、報告に際しては分析に関わる一連作業の手順を詳細かつ簡潔に記載して下さい。ある程度の経験を有する分析技術者であれば**同一の条件で再現可能な程度の詳しさ**で記入するように努めて下さい。試薬類についてはメーカー・規格を明記して下さい。

機関番号 50-1

○試料 1g 200ml ビーカー (PYREX 製)
↓ 蒸留水 10ml, 硝酸 20ml, 過塩素酸 10ml
砂浴上で過塩素酸の白煙が発生するまで加熱
↓ 硝酸 20ml
蒸発乾固
↓ HCl (1+1) 10ml, 蒸留水
ろ過 (ろ紙C11 センチ)
・
・
・
↓
定容 100ml
|-----| 分取 5ml
↓ ICP 測定 Fe, Mg, Zn, Mn ↓ HCl (1+1) 5ml
↓ 定容 50ml
↓ ICP 測定 Na, K, Ca

*使用した試薬等

高純度硝酸 (原子吸光用・和光)
塩酸特級 (関東)
過塩素酸特級 (関東)
蒸留水 (沸騰型単蒸留装置で自製)

フローシートは上から下へ矢印で繋いで下さい。文字の囲み等の罫線は使用しないで下さい。

【別紙2】

分析分科会共同分析研究に参加されるにあたってのお願い

分析分科会事務局

無機分析の問題として、分析値の質の低下が懸念されております。繰り返し精度が数十%に達する成分があることのみならず、報告書の記載不備や、容易に解決できる質問の増加、ごく初歩的分析操作手順 [1]の欠落などが挙げられます。本分析研究は、各参加者の分析技術トレーニングの機会を提供していることは事実ですが、同時に、企業に対する技術支援を行う、各地域の最高水準の現場ラボが集う討論の場として、外部から評価されねばならないことも昨今の流れといえます。先般、本共同分析の集計結果を見た企業技術者から、上記の懸念状況に対して、公設試が各地域のリーディングラボとして機能し得るのか、との疑義が投げかけられ、公設試化学計測ラボの存在価値にも関係する指摘ゆえ、苦慮を重ねた結果このような要請文を挿入するに至りました。

参加者各位におかれましては、本状況を何卒ご賢察いただき、多忙な多重職務における限られた時間であっても、共同分析実施にあたってはできる限りの準備および結果の検討を励行していただき、独立ラボとして、公設試の化学計測能力がより高い評価を受けるよう、貢献していただけることを切に願う次第であります。

[1] 例えば、“現場で役立つ化学分析の基礎“、平井 昭司監修、日本分析化学会編、オーム社 (2006) .