

2020年6月15日

分析分科会共同研究【無機分析】申込者 各位

知的基盤部会・分析分科会運営委員長
国立研究開発法人産業技術総合研究所
黒岩 貴芳

第63回分析技術共同研究【無機分析：ペタライト】の報告書について

拝啓 貴機関ますますご清祥のことと存じます。

分析分科会の運営にあたりましては平素より多大なご支援、ご協力を賜り深く感謝申し上げます。

この度は、第63回分析技術共同研究「無機分析：ペタライト」に参加申込みをいただき、誠にありがとうございました。

無機分析共同実験「ペタライト」の参加申込をいただいた方に、下記のとおり、参加にあたってのお願い、報告書の記載方法や提出に関する説明、および認定証発行についての説明を記載させていただきましたので、必ず分析を開始される前および報告書作成の前によくお読みいただき、作業を始めていただけますようお願いいたします。

敬具

- 分析分科会共同研究に参加されるにあたってのお願い

- I. 報告書の記載・提出について
 1. 試料について
 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

- II. 報告書記載例

- 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）

分析分科会共同研究に参加されるにあたってのお願い

知的基盤部会・分析分科会運営委員長
国立研究開発法人産業技術総合研究所
黒岩 貴芳

近年、経済活動の拡大に伴う市場や生活圏のグローバル化・ボーダレス化が進む中、世界的に安全・安心への関心や意識がより高くなってきています。その一方で、残念ながら、昨今企業等でのデータ改ざん、検査偽装など、品質管理に係わる不祥事が起きています。化学分析の分野では様々な物質が分析対象となり、分析手法の多様化はもちろんのこと、より難度の高い分析も要求されるようになってきました。そのため、試験所は技術的能力があること、公平・公正であること、分析値の同等性やトレーサビリティを含めた信頼性を保証することが重要となっております。すなわち、第三者に認めてもらえる分析値、試験所であること、そのために組織として取り組むことが必要不可欠となってきています。

分析者は、得られた分析値の信頼性を把握し、適切に表現することを習慣づけておくことが重要です。常に自身の分析技能と得られた分析結果に真摯に向き合い、分析結果がどのような目的に用いられるのかを意識し、それに適した信頼性の程度、保証を考えることが、分析に携わる者、そして公設試としての責務と言えます。

また、多くの分析装置はコンピュータによる自動化や、多くの機能が付帯されるようになってきました。現場の分析者にとって、より多くの、またより複雑な分析から解放されることは、非常に便利である一方で、専門的知識や技術がなくても、ある程度は誰にでも操作でき、分析値を報告できるようになってきました。それゆえ、しだいにその原理や分析の基本が忘れ去られ、結果として信頼性の欠けた分析になってしまうことも懸念されます。

参加者各位におかれましては、このような状況をご賢察いただき、多忙な職務における限られた時間であっても、本共同研究の本来の意義をご理解いただき、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けますようお願いいたします。また、分析技術はもとより、合理性のある分析報告書の必要性もご理解いただき、報告書の記載内容についても十分に精査いただき、遺漏なきよう作成していただきたく存じます。本共同研究を通し、公設試の分析能力がより高い評価を受けるよう、ご尽力いただけることを切に願っております。

I. 報告書の記載・提出について

1. 試料について

分析試料名：ペタライト

分析項目：強熱減量 (Ig. Loss) 、Li₂O、Na₂O、Al₂O₃、SiO₂

2. 報告書について

1) 報告書の種類

シート1	表書き (エクセル)
シート2	測定値報告 (エクセル)
シート3-1~3-9	機器・操作法報告 (エクセル)
シート4	標準液 (エクセル)
シート5	分析方法のフローシート (ワード)
シート6	留意した点、問題点 (ワード)
シート7	質問票 (ワード)

注記：シート1~シート4は、報告書フォーマット (エクセルファイル) を本説明書と同様に、下記のWebサイト「2020年度分析技術共同研究及び討論会開催案内」(https://unit.aist.go.jp/nmi/collab/bb_kai/Kyo-do/2020/)からダウンロードしてご使用ください。

シート5~7も、上記Webサイトから様式 (ワードファイル：記入例記載) をダウンロードしてご使用いただくか、下記のフォーマット (ワード) に従って作成ください。

余 白：上 22 mm 下、右、左 25 mm

フォント：日本語 MS明朝、英数字 Century 10.5 ポイント

1ページ：44行、47文字/行

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) ファイルについて

- ・不要なシートは削除してください。
- ・メールに添付するファイル名は下記の通りとしてください (ご協力をお願いいたします)。
機関番号氏名_ペタライト.xlsx (シート1~4)
機関番号氏名_ペタライト.docx (シート5~7)
- ※ ファイル形式はMicrosoft Office 2010以降を標準とします。
- ※ 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でご記入ください)。
- ※ 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ください。
- ※ 何らかの理由で同一人が2ファイル以上を提出する場合、試料名の後に半角文字ABCなどを付け、区別してください。

< 例 > 機関番号「48-1」の場合

4801 産総太郎_ペタライト A.xlsx

4801 産総太郎_ペタライト B.xlsx

3. 報告書の提出について

報告書は全て E-mail でお送りください。

- ・提出先：【知的基盤部会分析分科会事務局】
国立研究開発法人産業技術総合研究所 計量標準総合センター
計量標準普及センター 計量標準調査室
TEL 029-861-4118 FAX 029-861-4099 E-mail bb_kai-ml@aist.go.jp

- ・提出期限 **8月24日(月)**

※ 集計作業に支障をきたしますので、必ず期限までにご提出いただけますよう、ご協力をお願いいたします。期限後のデータの取り下げ・差し替えは受け付けません。

※ 報告書の提出ができない場合または参加を辞退する場合は、期限内に必ず事務局にご連絡ください。

4. 報告書記載の説明

1) 報告書(シート1) エクセル

- ・分析者の氏名はフルネームで記入してください。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ください。
- ・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**にお書きください。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、p. 10に詳しく記載してあります)

2) 報告書(シート2) エクセル

前処理方法および測定方法は、以下の分類にしたがって記号(半角英字)で記入してください。該当する方法等がない場合は、シート5(フローシート)に詳しくご記入ください。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。

●前処理方法の分類

酸分解法	a
加圧酸分解法	b
酸分解－アルカリ融解併用法（注）	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

●測定方法の分類

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、報告書の測定方法の欄にD+Hと記入

3) 報告書（シート3-1～3-9）エクセル 【乾燥条件、分析機器と使用条件】

シート3-1～3-2について

- ・シート3-1（乾燥条件用）および3-2（強熱減量用）は必ずご記入ください。
- ・JIS M 8853 で指定される条件に従い、乾燥は110℃で2時間、強熱は1025℃で60分間行ってください。

シート3-3～3-9について

- ・用いた測定方法に対応したシートにご記入ください。
- ・吸光光度法、原子吸光法、ICP発光分析法、ICP質量分析法、蛍光X線法、滴定法および重量法については具体的な書式を示しました。これら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ください。なお、分析元素が複数の場合は、必要に応じてコピーしてください。

4) 報告書（シート4）エクセル 【使用した希釈前の標準液（母液）】

使用した標準液（母液）について、記入してください。

5) 報告書（シート5）ワード 【分析方法のフローシート】

- ・シートに記載している例および注意事項に従い、原則として上から下へ1本のライン、フローとな

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ください。

シートは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ください。
- ・試料採取量、使用した試薬のメーカー・グレード・添加量、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ください。蒸留水・純水についても記入してください（記入例参照）。
- ・文章は極力簡潔に記入してください。
- ・英数字は原則として半角文字で記入してください。

6) 報告書（シート6）ワード **【留意した点、問題点等】**

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

7) 報告書（シート7）ワード **【質問票】**

今回の分析に関連して質問がありましたらご記入ください。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ください。

II. 報告書記載例

1. 報告書ワークシート(エクセルファイル)の入力方法と記入例

必ず最初に「Top」というタブ名のシートに氏名、機関番号など必要事項を記入してください。記入内容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ください。

次に報告シート(タブ名「DATA」)に入力します。「DATA」シート入力例を下記に示します。

シート 2								
分析結果報告シート		2020 年度		ペタライト				
機関番号*1	48-1	識別番号*1	a	氏名 *1	分析 優			
試料番号*1	999							
機関名 *1	〇〇〇〇産業技術センター							
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		
Ig. Loss	2020/7/20	分析 優	7	14.35	13.89	%	j	A
Li ₂ O	2020/7/20	分析 優	3	0.7915	0.7853	%	d	D
Na ₂ O	2020/7/20	分析 優	5	22.74	23.81	%	d	B
Al ₂ O ₃	2020/7/20	分析 優	2	1.012	1.035	%	c	E
SiO ₂	2020/7/20	分析 優	5	0.5716	0.542	%	c	F
同種の試料に関する分析経験の有無 *6			○					

※上表の数値や記号は記入例です。前処理方法、測定方法、測定値の目安ではありません。

本年度は**酸化物換算**での報告です。

- 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、このエクセルファイル全体をコピーして別ファイルにてご報告ください。英数字は全て半角で記入してください。
- 上記の表に記入した数字や記号は説明のための記入例ですので、実際の方法や値とは関係ありません。
- ワークシートの仕様のため末尾の 0 が表示されない場合が有ります。これは**入力不備とみなしません**ので、そのまま結構です。[入力例の SiO₂ の場合: 0.5420 と入力しても 0.542 と表示されてしまう]これを回避するために数値を「文字列」として入力することは絶対にしないでください。
- この表に直接記入するのは**太枠内のみ**です。
- 今回(2020年)は全ての分析項目について**上位の 0 を除く数字 4 桁**(例: 12.34、1.234、0.1234)で記載することとします。なお報告桁数は**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。数値の丸め方は JIS Z 8401(「数値の丸め方」)に従ってください。
- 各分析項目は質量の減少量または「分析成分」の欄に記載の**酸化物換算の含有量**を**質量百分率**で報告することとします。

2. シート5：分析方法のフローシート（ワードファイル）の記載例

本例はあくまでも記述の参考であり、報告に際しては分析に関わる作業全体の手順を詳細かつ簡潔に記載してください。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ください。試薬類についてはメーカー・規格を明記してください。

機関番号 48-1 分析者氏名 分析 優

●使用する矢印・線

1. 1文字の場合：記号文字での表記

- ・縦の矢印 ↓
- ・横の矢印 → ←
- ・縦の線 |
- ・横の線 —

2. 2文字以上・2行以上にわたる場合：図形としての表記（長さは適宜変更ください）



(矢印の指定：太さ 0.25 pt、「鋭い矢印」、「矢印サイズ1」)

※注意：下記の表記はしないでください。

- ・線と不等号での表記 →> <>
- ・複数の線や複数の記号文字による表記

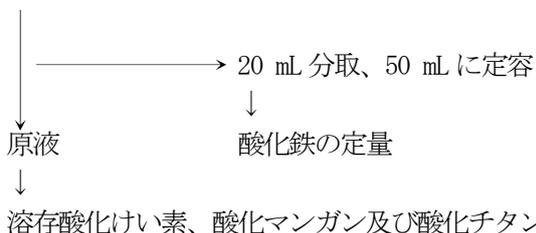
	↓		————→	(複数の横線+矢印)
	↓		→→→→	(複数の矢印の連結)
↓	↓		————	(複数の線の連結)

●上記に従った記載例

温水を入れ、砂浴上で溶解

↓

ろ液及び洗浄液のビーカーに移し、250 mL のメスフラスコで定容



データ取りまとめ（総合資料の編集）の際の作業効率化のため、下記の点にご協力ください。

- 原則として、Web サイトから様式をダウンロードし、様式、**記述例や注意事項に従って**記入してください。もし、別途作成される場合には、本説明書3ページの「2. 報告書について」に記載の余白、フォント、文字サイズ、文字数と行数などのフォーマットに必ず従って記入してください。
- フローシートは上から下へ矢印で繋いでください。文字の囲み等の罫線は使用しないでください。
- 数値と単位の間は半角スペースを空けてください。

- 段組み、作図による罫線、テキストボックス、表は使用しないでください。
 - 矢印は記号文字または作図による矢印を使用してください。線と不等号での表記は用いないでください。なお、1文字の矢印の場合は記号文字で表記し、2文字以上や2行以上にわたる矢印の場合、複数の線や複数の記号文字による矢印として表記するのではなく、作図の矢印一つで表記してください。線の場合も同様とします。詳細は、様式に記載の記述例や注意事項をご参照ください。
- ・シート6,7についても様式をWebサイトからダウンロードして使用するか、前述のフォーマットに従い作成してください。

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スコアを算出し、認定証発行の根拠としてきました。しかし、当初は参加証としての意味合いの要素が強かった本証も、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、JIS Q 17043 : 2011（適合性評価—技能試験に対する一般要求事項）及び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。