

汚染土壌認証標準物質中 Hg の安定性評価結果 (第 1 回)

2016-02-24

1. 安定性試験の方法

(1) 試料の選択

JSAC 0461、0462 認証標準物質の在庫から番号についてほぼ均等に共に 6 本を選択した。

(2) 分析対象成分

認証書に記載された Hg 成分とした。

(3) 分析方法

共同実験（認証値決定時）と同等の方法とした。

(4) 分析試験所数

土壌の化学分析に実績があり、第 2 回 JSAC0401 の安定性試験の共同実験（2015 年 10～12 月実施）に参加した 6 試験所に依頼した。

注：統計上また経験上 6 試験所以上の平均値は不確かさが小さいため。図-1 参照。

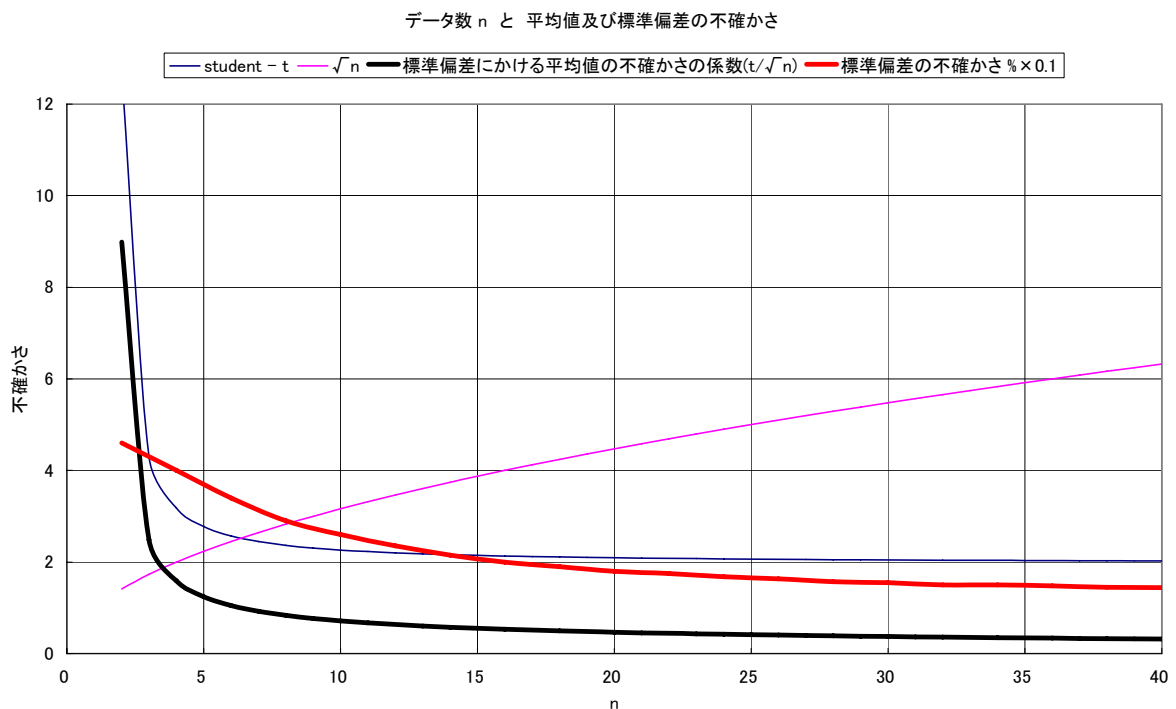


図-1 平均値の不確かさ（黒の太線）

(5). 安定性の評価

認証値とその不確かさ及び安定性試験における付与値のその不確かさを使って下記の判定を行う。

$$\begin{aligned} En \text{ の絶対値} &\leq 1 && \text{安定} \\ En \text{ の絶対値} &> 1 && \text{不安定} \end{aligned}$$

但し、

$$En = (x - X) / (U_{95\% x}^2 + U_{95\% X}^2)^{0.5} \dots \dots \dots (B1)$$

ここで x : 安定性試験付与値
 X : 認証値
 $U_{95\% x}$: 安定性試験付与値の不確かさ
 $U_{95\% X}$: 認証値の不確かさ
 但し、 $U_{95\%} = t \times SD_R / \sqrt{N}$
 ここで t : スチューデントの t
 SD_R : 所間標準偏差
 N : 採用データ数 (試験所数)

U_x (安定性試験付与値の不確かさ) は必ずしも U_X (認証値の不確かさ) に等しくないの
 で、 $U_x = U_X$ として計算したものを En' として併記し、認証値の不確かさでの安定性の確
 認を行った。

2. 分析試料と成分

形状 : JSAC 0461&0462 (汚染土壌)、50g 瓶入り 1 本。

分析対象成分 : 認証書記載の Hg 成分。

認証書記載成分と認証値

分析対象	認証値	不確かさ	所間標準偏差
JSAC 0461 Hg	0.075	0.008	0.014
JSAC 0462 Hg	7.28	0.24	0.49

3. 分析方法

全分析 (含有率分析) について

・ 前処理方法

化学分析における共同実験試料の分解方法はアルカリ融解法またはふっ化水素酸法のい
 ずれかによることを基本とする。他の方法を用いても差し支えないがその場合は方法の詳細
 を報告する。

・ 分析方法

分析方法は指定しない。使用した方法及び条件は報告書に記載する。分測定回数は測定回
 数は独自 2 回とする。

4. 参加試験所

・ 日鉄住金テクノロジー株式会社 広畑事業所
・ 日鉄住金テクノロジー株式会社 八幡事業所
・ クリタ分析センター株式会社
・ 中外テクノス株式会社
・ 環境テクノス株式会社
・ 東芝環境ソリューション株式会社

上記試験所の順番と試験所番号は関係がありません。

5. 試験経歴

認証時共同実験年月 : 2006 年 11 月 ~ 2007 年 2 月

認証日付 : 2007 年 7 月 31 日

当該ミニ共同実験年月 : 2015 年 12 月 ~ 2016 年 1 月

共同実験からの経過年数：9年

6. 結果

表 1 に各試験所の測定値を示す。

表 2 に En 、 En' 数を含めた統計指標を示す。

表 3 に各試験所の分析条件を示す。

図 1 及び図 2 に認証値（参考値）と測定値を比較した。

7. 評価

En 数及び En' 数の絶対値はいずれも 1 以下であった。この結果から、Hg 成分について 8 年間安定であることを確認した。

8. 追加分析について

試験所 4 により前処理条件の影響が調べられた。結果を表 4 に示す。試験所で用いられた硝酸-過マンガン酸カリウム分解法に類する前処理法には問題がないと考えられる。

表1 各試験所報告値

試験所番号	6	1	2	4	3	7
JSAC 0461 Hg (mg/kg)	0.076	0.079	0.075	0.070	0.066	0.075
z-score	0.442	1.090	0.069	-1.311	-2.553	-0.069
JSAC 0462 Hg (mg/kg)	7.29	7.32	6.62	6.78	7.29	7.33
z-score	-0.008	0.108	-2.215	-1.685	0.008	0.136

表2 全分析の統計指標

	N	$ z \geq 3$	average	median	U95%*	SD	NIQR	U95%*CV%	認証値	不確かさ	所間標準偏差	En	En'
JSAC 0461 Hg	6	0	0.073	0.075	0.005	0.005	0.004	6.85	0.075	0.008	0.014	-0.18	-0.08
z-score		0%											
JSAC 0462 Hg	6	0	7.10	7.29	0.33	0.32	0.301	4.69	7.28	0.24	0.49	-0.43	-0.25
z-score		0%											

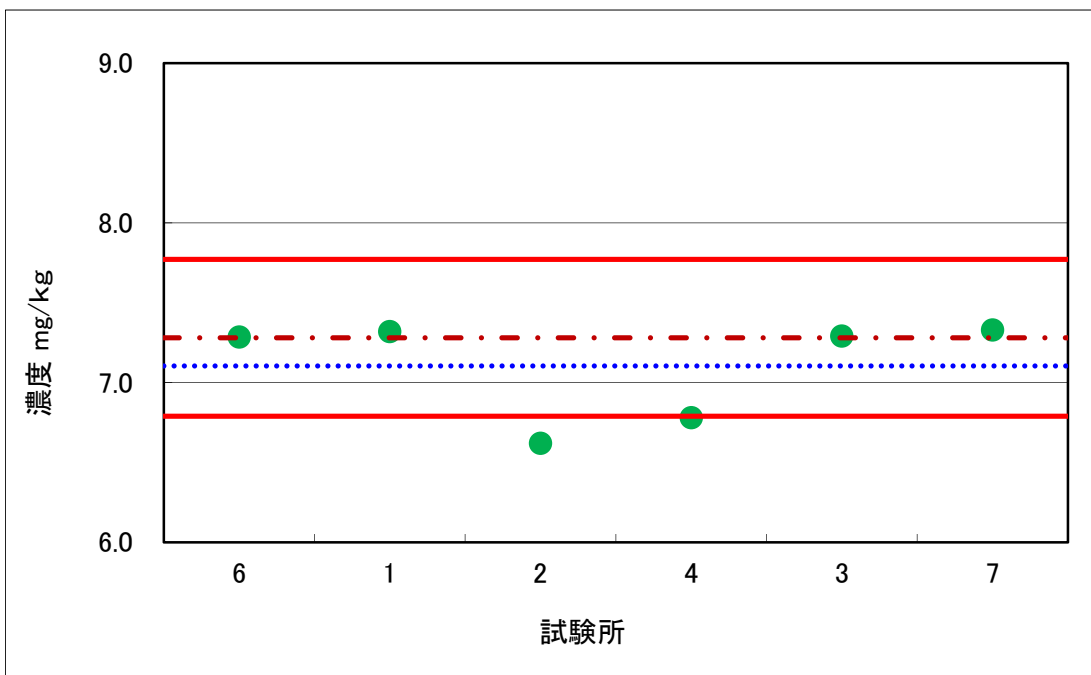
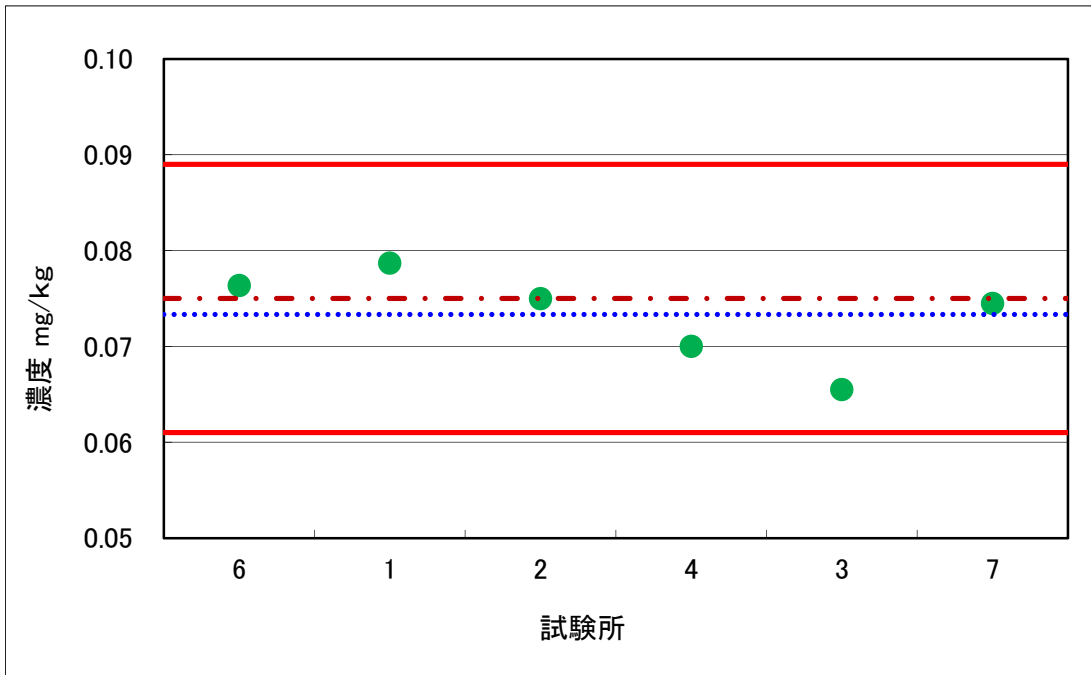
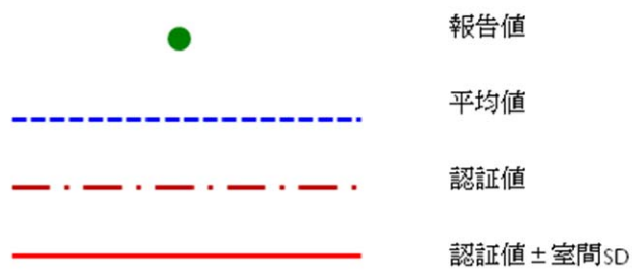
表 3 分析条件

試験所 No →	6		1		2		4		3		7	
方法区分 →	試料分解 方法	定量方法	試料分解 方法	定量方法	試料分解 方法	定量方法	試料分解 方法	定量方法	試料分解 方法	定量方法	試料分解 方法	定量方法
JSAC 0461 全分析 Hg	硫硝酸過 マンガン カリウム 分解	還元気化 原子吸光 法	硝酸-硫酸-過マ ンガン酸 分解法	還元気化 原子吸光 光度法	硝酸-硫酸-過マ ンガン酸 カリウム 分解法	ICP 質量 分析法	硝酸-過 マンガン 酸カリウ ムによる 還流分解	還元気化 原子吸光 法	過マンガ ン酸カリ ウム、硫 酸硝酸分 解法	還元気化 原子吸光 法	底質調査 方法(H24 年環境 省)Ⅱ 5.14.1.2	還元気化 原子吸光 法
JSAC 0462 全分析 Hg	硫硝酸過 マンガン カリウム 分解	還元気化 原子吸光 法	硝酸-硫酸-過マ ンガン酸 分解法	還元気化 原子吸光 光度法	硝酸-硫酸-過マ ンガン酸 カリウム 分解法	ICP 質量 分析法	硝酸-過 マンガン 酸カリウ ムによる 還流分解	還元気化 原子吸光 法	過マンガ ン酸カリ ウム、硫 酸硝酸分 解法	還元気化 原子吸光 法	底質調査 方法(H24 年環境 省)Ⅱ 5.14.1.2	還元気化 原子吸光 法

表 4 前処理の違いによる分析値の変化

前処理条件	JSAC 0461 Hg (mg/kg)	JSAC 0461 Hg (mg/kg)
硝酸-過マンガン酸カリウムによる還流 分解	0.07	6.78
ふっ化水素酸法	0.005	0.10
硝酸-硫酸-過マンガン酸カリウム-ペル オキシ二硫酸カリウムによる温浴分解	0.07	6.47

図1 Hg 成分分析の安定性試験結果と認証値の比較



以上

(公社) 日本分析化学会

標準物質委員会 事務局

〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2

五反田サンハイツ 304

TEL : 03-3490-3351

FAX : 03-3490-3572

E-mail : crmpt@ml.jsac.or.jp

web site : JSAC→検索 <http://www.jsac.jp>
