

The Japan Society for Analytical Chemistry
公益社団法人 日本分析化学会

認 証 書

Certified Reference Material
JSAC 0402-2

土壤認証標準物質
無機成分分析用

本標準物質は、カドミウム (Cd) , 鉛 (Pb) , ひ素 (As) , 全クロム (T-Cr) , セレン (Se) , 銅 (Cu) , 亜鉛 (Zn) , ニッケル (Ni) , マンガン (Mn) , バナジウム (V) , 水銀 (Hg) , ほう素 (B) 及びふっ素 (F) の 12 成分の全含有率, 及び平成 15 年環境省告示第 19 号 (1 mol/L 塩酸溶出 土壤含有量調査法) により分析した Cd, Hg, Se, Pb, As, B 及び F の 7 成分の分析値を認証した土壤標準物質である。

本標準物質は, 土壤に含まれるこれらの成分の分析あるいは環境省告示第 19 号による分析に当たり, 本物質も併行して分析し, その値を認証値と比較することにより試料の分析値が妥当であるかどうかを判断するのに有用である。

表 1 認証値 (1) 成分の全含有率

成分	認証値±不確かさ ^{注1)} (全含有率) mg/kg			所間標準偏差 ^{注2)} (SD) mg/kg	採用 データ数 (N)	分析方法 本文中 認証値の決定方法 1. 参照
Cd	31.0	±	1.3	1.8	10	③, ⑥, ⑦
Pb	45.7	±	5.2	7.3	10	③, ⑥, ⑦
As	38.6	±	4.2	5.0	8	④, ⑦
T-Cr	53.4	±	2.5	2.9	8	①, ⑥, ⑦
Se	24.8	±	2.3	2.7	8	④, ⑦
Cu	13.5	±	0.6	0.9	10	③, ⑥, ⑦
Zn	78.6	±	8.5	11.9	10	③, ⑥, ⑦
Ni	10.6	±	0.5	0.6	9	③, ⑥, ⑦
Mn	755	±	70	91	9	⑥, ⑦
V	76.6	±	4.2	4.5	7	⑥, ⑦
Hg	2.0	±	0.2	0.2	8	⑤
B	48.4	±	8.0	9.6	8	⑥, ⑦
F	312	±	56	53	6	①, ②

注 1) 不確かさは認証値決定のための共同実験で得られた平均値の 95 %信頼限界($U_{95\%}$)であり, $(t \times SD)/\sqrt{N}$ で計算した (t : t 分布表による)。

注 2) 標準物質の使用者がその分析値を評価するとき, 上記の不確かさのほか, SD を考慮するのが妥当である。

表2 認証値 (2) 環境省告示第19号による土壤含有量

成分	認証値±不確かさ ^{注3)} (土壤含有量) mg/kg			所間標準偏差 ^{注4)} (SD) mg/kg	採用 データ数 (N)	分析方法 本文中 認証値の決定方法1. 参照
Cd	27.8	±	0.8	1.2	12	③, ⑥, ⑦
Hg	1.1	±	0.1	0.2	12	⑤
Se	9.5	±	0.5	0.8	12	④, ⑦
Pb	31.9	±	0.9	1.4	12	③, ⑥, ⑦
As	17.0	±	1.2	1.8	12	④, ⑦
B	24.9	±	1.4	2.2	12	⑥, ⑦
F	98.5	±	6.6	9.8	11	①, ②

注3) 不確かさは認証値決定のための共同実験で得られた平均値の95%信頼限界($U_{95\%}$)であり、 $\times SD)/\sqrt{N}$ で計算した($t:t$ 分布表による)。

注4) 標準物質の使用者がその分析値を評価するとき、上記の不確かさのほか、SDを考慮するのが妥当である。

使用上の注意

1. 最少試料採取量は、均質性及び認証値決定の分析の観点から、全含有率は0.5g、環境省告示第19号は6g以上とする。
2. 本標準物質は、乾燥質量で認証しているため、含水率を求めて補正する。含水率を求めるための乾燥方法は、環境省告示第19号の二項により、105℃で約4時間乾燥とし、含水率を確認するために乾燥処理を行った試料は分析に用いてはならない。
3. 標準物質を容器から取り出すときは、金属製のへら、スプーンなどを使用しないなど汚染をさけるために十分な注意が必要である。
4. 容器中に残量があるときは容器の口を開けたまま放置せずに直ちに栓をする。
5. 標準物質を取り出した後の秤量、化学処理等の操作は直ちに開始しなければならない。また、容器から取り出し、いったん薬包紙上や他の容器に移した標準物質は元の容器に戻してはならない。
6. 本標準物質には、毒物及び劇物取締法における毒物・劇物(As, Se, Hgの化合物)が含有しているため、SDS(安全データシート)を参照し、取り扱いには注意する。また、本標準物質を廃棄する場合には、関連法規、条例等を遵守すること。

保管上の注意及び認証値の安定性(有効保存期間及び有効保存期限)

本標準物質は、分析対象物質の汚染がない冷暗所に保管する。容器外部からの汚染を防ぐためには容器を箱あるいはプラスチックフィルムバッグに入れておくのが安全である。

日本分析化学会では定期的に安定性試験を行い、その結果から有効保存期間及び有効保存期限を決めて、ホームページにおいて報告する(本認証書の追加情報を参照のこと)。

計量トレーサビリティ

分析値は、公定法や既知の情報に基づく方法等、標準物質委員会により妥当性が確認された分析方法を用いて得られたものである。

標準物質の調製方法

本標準物質は、認証標準物質であるJSAC 0403に真砂土を加え6倍に希釈したものであり、50

g を褐色ガラス瓶に入れてある。原料となった認証標準物質 JSAC 0403 は、福岡県北九州市近郊の山林で採取した褐色森林土を原料として用い、異物を除去した後、環境省告示に対応する 8 種類の元素を含む塩類の溶液を添加し、浸透、乾燥を行い、アルミナボールミル用いて粉碎、微細化し、106 μm 目の篩いにかけたものである。

均質性の確認

作製した候補標準物質を、認証値決定共同実験前に、全分析（全含有率）について均質性試験を実施し、十分な均質性の水準があることを確認している。詳細については、開発成果報告書^{文献1)}を、また原料とした JSAC 0403 の調製については開発成果報告書^{文献2)}を参照のこと。

認証値の決定方法

本標準物質の認証値は、別記の能力のある 12 機関の参加による共同実験結果を統計的に処理して得られたものを、別記の日本分析化学会標準物質委員会で評価、審議し決定している。すなわち、対象元素を全分析では 13 元素、環境省告示第 19 号では 7 元素とした。配付した共同実験試料について、その全分析では乾燥質量での元素の全含有率 (mg/kg) を求め、環境省告示第 19 号では、乾燥後土壌 1 kg 当たりの土壌含有量 (mg/kg) を求めた。方法の概要は以下の通りである。詳細は本標準物質の開発成果報告書^{文献1)}に示した。

1. 全分析（全含有率）

(1) 前処理方法

試料の分解方法については、アルカリ融解法、ふっ化水素酸分解法（マイクロウェーブ法を含む）など、全分析を目的とした前処理方法を用いた。例えば、Cd, Pb, As, Cr, Se, Cu, Zn, Ni, Mn, V については、マイクロウェーブ法が約半数で、その他に、ふっ化水素酸分解法に、硝酸分解、過塩素酸分解等を組み合わせた例や、アルカリ融解法（酸分解併用を含む）など様々な分解方法が適用された。Hg では、硝酸一過マンガン酸カリウム分解が多く用いられ、B 及び F ではアルカリ融解が主に用いられた。初回ロット生産時との比較では、新たにマイクロウェーブ分解法が用いられていることが特徴的である。

(2) 定量方法

定量方法は指定せず、使用した方法の条件等の報告を求めた結果、下記のような分析方法が用いられた。

①吸光光度法、②連続流れ分析法、③フレイム原子吸光法、④水素化物発生原子吸光法、⑤還元酸化原子吸光法、⑥誘導結合プラズマ発光分光分析法、⑦誘導結合プラズマ質量分析法

2. 環境省告示第 19 号分析法（土壌含有量）

(1) 前処理方法

環境省告示第 19 号の分析法は、土壌汚染対策法に係る環境省平成 15 年告示第 19 号「土壌含有量調査に係る測定方法を定める件」（平成 15 年 3 月 6 日、平成 31 年 3 月 20 日改正）に従うこととした。

(2) 定量方法

各成分の定量は、表 2 に示す JIS K 0102 [工場排水試験方法]などに記載される分析方法が用いられた。初回ロット生産時との比較では、F 分析において新たに連続流れ分析法 (CFA) が多く用いられた。分析方法の数字は、1. 全分析の(2)定量方法と同じ。

3. 共同実験の実施期間

共同実験は 2019 年 3 月から 2019 年 5 月の間に行われた。

4. 分析値の評価と認証値の決定

報告されたデータについて、スミルノフ・グラブス法を用いて G 値 (ISO 5725-27.3.4) を計算し、有意水準 1% に含まれる測定値を外れ値として棄却した。有意水準 1%~5% のデータについ

ては、測定ミスや計算ミスがないことを試験所に確認し、統計処理に含めることとした。通常の統計手法による平均値、平均値の95%信頼区間($U_{95\%}$)及び所間標準偏差(SD)を求め、 $U_{95\%}$ の値が平均値に対して20%以下であることを確認して認証値とし、表1及び表2に示した。

認証日付 2019年11月8日

認証値決定に協力した分析機関 (五十音順)

いであ株式会社
 株式会社 エクスラン・テクニカル・センター
 株式会社 沖縄環境分析センター
 株式会社 環境管理センター 技術センター
 株式会社 湘南分析センター
 タナベ環境工学株式会社
 株式会社 東京環境測定センター
 東北緑化環境保全株式会社 環境分析センター
 株式会社 土木管理総合試験所
 株式会社 日本総合科学
 三浦工業株式会社 環境事業本部
 株式会社 理研分析センター

(以上 12 機関)

生産及び頒布機関 公益社団法人 日本分析化学会

調製機関 環境テクノス株式会社 (北九州市戸畑区中原新町 2-4)

認証責任者 公益社団法人 日本分析化学会
 標準物質委員会
 委員長 上本 道久

標準物質委員会

	氏名	所属
委員長	上本 道久	明星大学
担当理事	宮野 博	味の素(株)
委員	平井 昭司	東京都市大学 名誉教授
委員	中村 利廣	明治大学 名誉教授
委員	松村 徹	いであ(株)
委員	上野 博子	(一財)化学物質評価研究機構
委員	羽成 修康	(国研)産業技術総合研究所
委員	角田 欣一	東京大学大学院
委員	佐野 友春	(国研)国立環境研究所
委員	三浦 正寛	富士フイルム和光純薬(株)
委員	藤本 京子	JFEテクノリサーチ(株)
委員	板橋 大輔	日本製鉄(株)
委員	進藤 久美子	(国研)農業・食品産業技術総合研究機構
委員	小沢 洋	三菱マテリアル(株)
事務局	大澤 隆雄	(公社)日本分析化学会

事務局	柿田 和俊	(公社)日本分析化学会
事務局	小島 勇夫	(公社)日本分析化学会

作業委員会： 無機成分分析用土壌標準物質作製委員会

	氏 名	所 属
委員長	岡田 章	元東芝環境ソリューション(株)
委 員	内田 丈晴	(一財)化学物質評価研究機構
委 員	江原 崇子	いであ(株)
事務局	小島 勇夫	(公社)日本分析化学会
事務局	柿田 和俊	(公社)日本分析化学会
事務局	大澤 隆雄	(公社)日本分析化学会

文献

- 1) 日本分析化学会編： 開発成果報告書「無機成分分析用土壌認証標準物質 JSAC 0402-2」
2019年11月 公益社団法人 日本分析化学会
- 2) 日本分析化学会編： 開発成果報告書「無機成分分析用土壌認証標準物質 JSAC 0402, 0403」
2006年3月 社団法人 日本分析化学会

追加情報

本標準物質の追加情報として、本学会ホームページの「日本分析化学会の標準物質」に公開されている。

1. 開発成果報告書「無機成分分析用土壌認証標準物質 JSAC 0402-2」
2. SDS (製品安全データシート)
3. 日本分析化学会の認証標準物質の安定性、有効保存期間及び有効保存期限について
4. 安定性試験の結果
5. 日本分析化学会の認証標準物質のトレーサビリティについて

問合せ先

公益社団法人 日本分析化学会
〒141-0031 東京都品川区西五反田 1 丁目 26-2 五反田サンハイツ 304 号
TEL 03(3490)3352 FAX 03(3490)3572
ホームページ : <https://www.jsac.or.jp/>