

土壌中の残留農薬認証標準物質の安定性評価結果

2009-02-10

1. 安定性試験の方法

(1) 試料の選択

在庫の標準物質から任意の 6 個（本・瓶）の試料を選択した。

(2) 分析対象成分

原則として認証値の付与された成分とした。

(3) 分析方法

原則として共同実験の際に使用した分析方法とした。

(4) 分析試験所数

認証値共同実験時の結果から適切な技能を有すると思われる 6 試験所に依頼した。

注：統計上また経験上 6 試験所の平均値はばらつきが少ないため。図-1，図-2 参照。

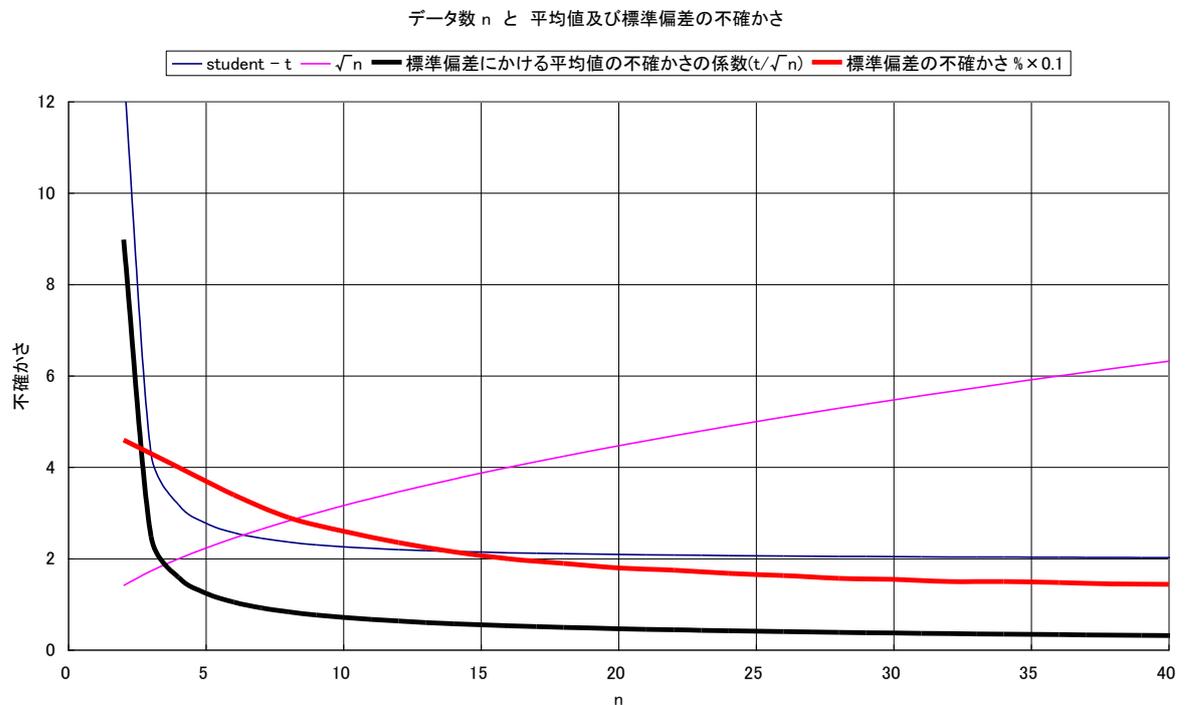


図-1 平均値の不確かさ（黒の太線）

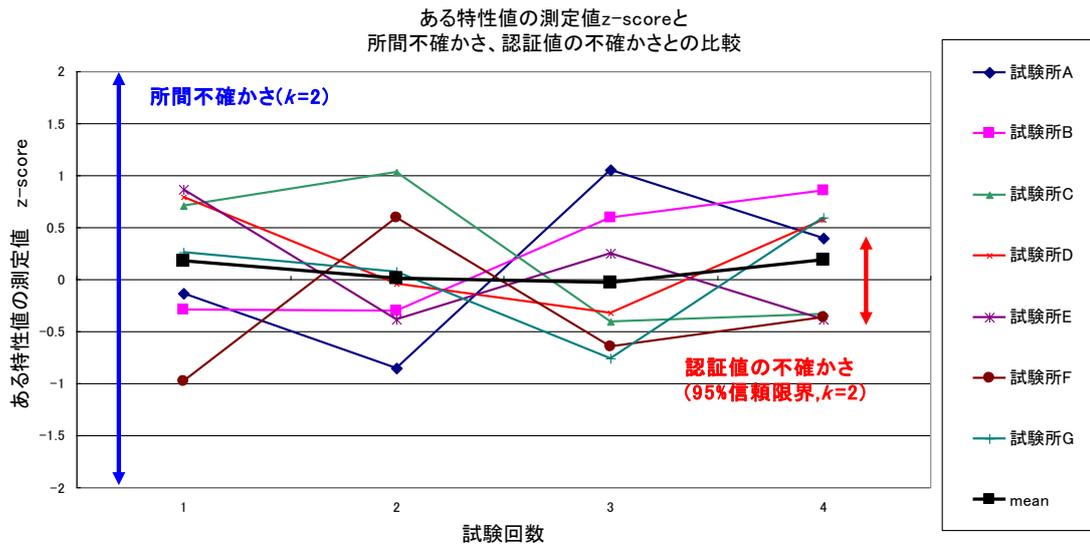


図-2 共同実験における 7 試験所の平均値

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。

- En の絶対値 ≤ 1 安定
- En の絶対値 > 1 不安定

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)

2. 分析試料

農薬成分(シマジン、ディルドリン)分析用土壌標準物質 JSAC 0441(芝生土と畑土の混合土壌)、60 g、褐色瓶入り、各試験所当り 1 本。

1999年9月から2000年3月の間に認証値決定のための共同実験が行われた。

3. 分析成分

シマジン、ディルドリン、水分

4. 分析の種類と方法

分析方法は特に指定しなかった。認証時と同じ分析方法によるものとした。

5. 分析回数

分析法それぞれについて、独立した試料採取—分析を 2 回の分析値を報告した。

6. 参加試験所

以下の 6 試験所 (図表の番号と下記試験所の順位は対応しない)

(株)ニッテクリサーチ 環境技術部

(財)九州環境管理協会分析科学部応用分析課

(株)住化分析センター 大阪事業所 化学品・環境評価グループ

日本エコテック(株) 大阪分析センター

(財)化学物質評価研究機構 東京事業所環境技術部

(株)環境管理センター 分析センター分析第 2G

7. 結果

2008年9月から10月にかけて共同実験を行った。

表 1 に各試験所の分析値を示す。

表 2 に統計指標と En 数を示す。

図 1 に各試験所のシマジン分析値を昇順バーチャートで示す。

図 2 に各試験所のディルドリン分析値を昇順バーチャートで示す。

図 3 に各試験所の水分分析値を昇順バーチャートで示す。

8. 評価

ディルドリン分析値は $En \leq 1$ であり、当標準物質は約 9 年間、認証値の不確かさの範囲内で安定であったといえる。

シマジンは $En > 1$ であり、残留農薬が変質していると考えられる。

水分については、 $En < 1$ であるが、試験所ごとの値をバーチャートで見ると、全試験所で、分析値は低下しており、水分は減少していると考えられる。

以上

図1 シマジン(ng/g) JSAC 0441

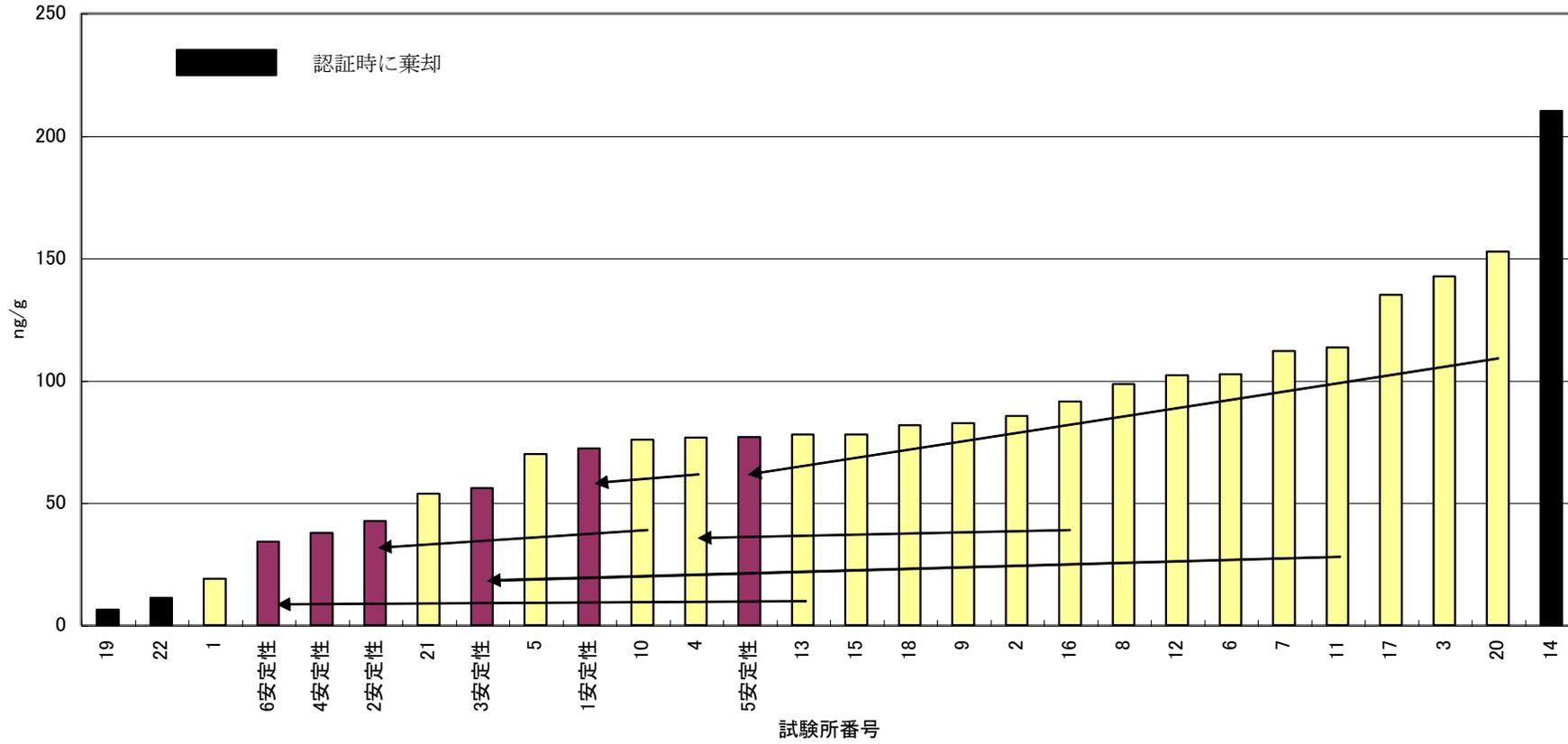


図2 デイルドリン(ng/g) JSAC 0441

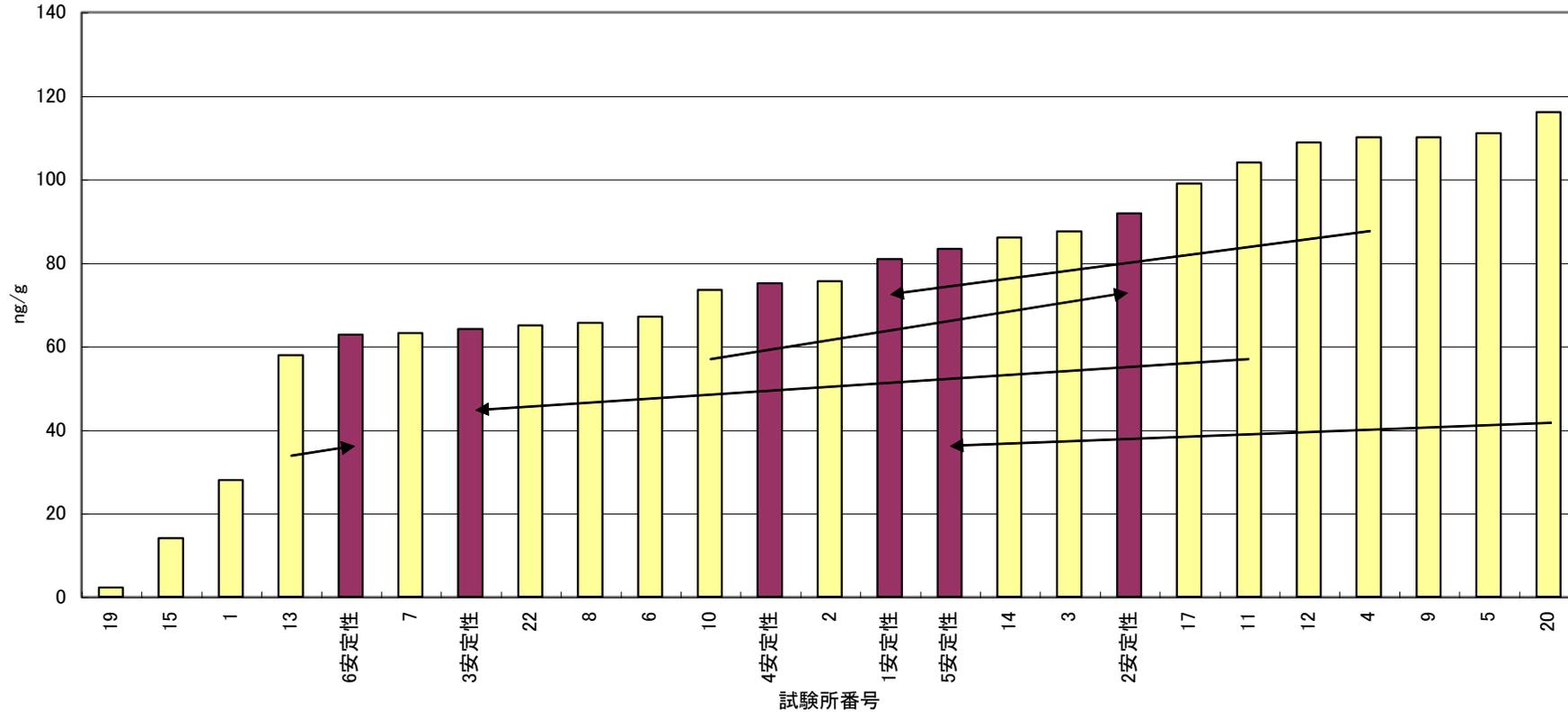
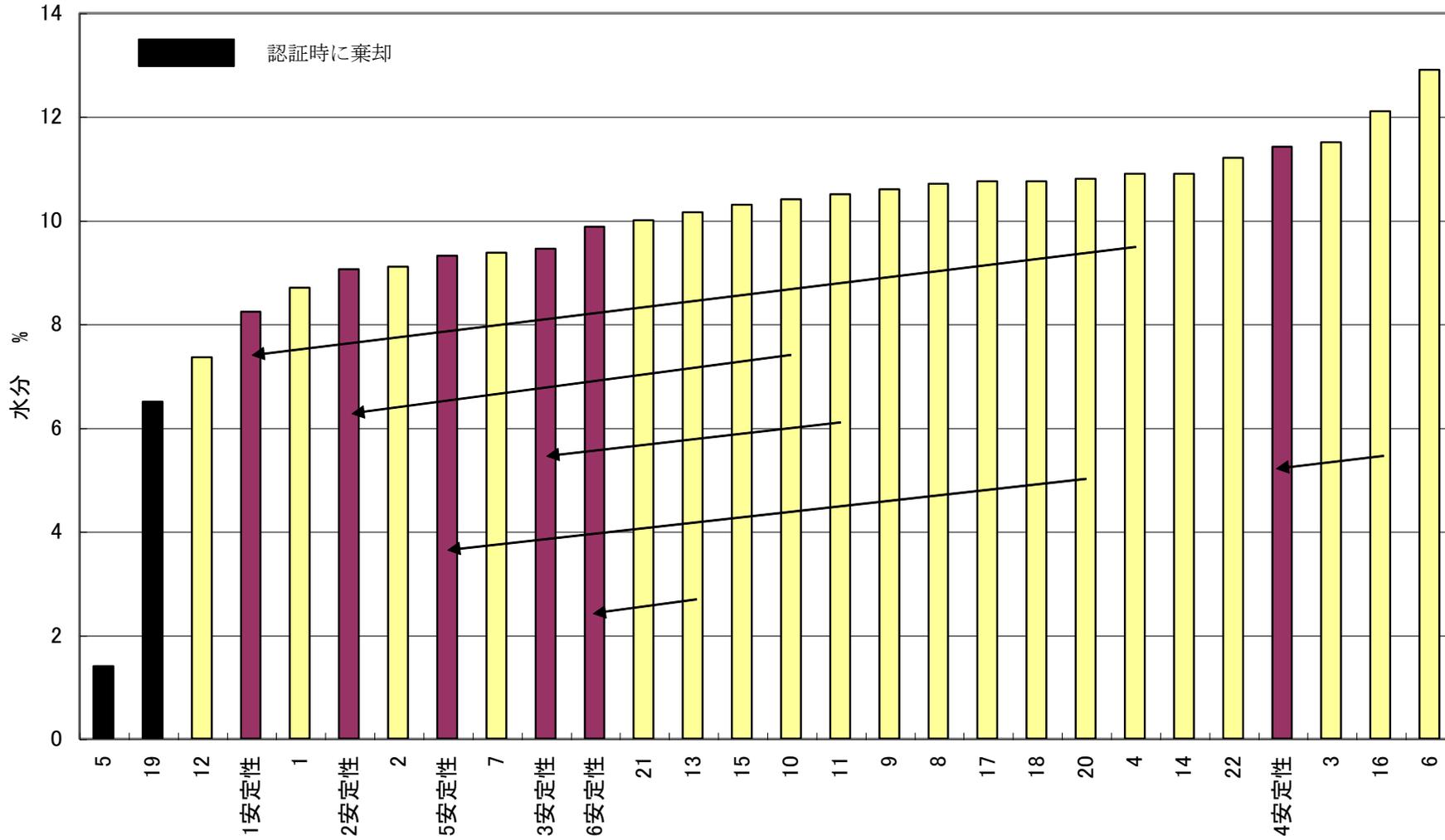


図3 水分(%) JSAC 0441



追記：農薬標準物質 JSAC 0442 の安定性モニタリング試験結果
 JSAC 0442 については、測定の数はいくつか少ないが 2011 年に実施した結果を下図に示す。JSAC 0441 と異なり、シマジンの値に変化は見られないが、ディルドリンの値が低下していると推定される。

