

放射能分析用土壌認証標準物質の安定性評価結果 (第2回)

2016-12-09

1. 安定性試験の方法

(1) 試料の選択

第1回安定性評価ミニ共同実験において配付した試料7個を用いた。各試験所において保管されていたものをそのまま用いている。

(2) 分析対象成分

認証値の付与された3核種の放射能濃度とした。

(3) 分析方法

共同実験の際に使用した分析方法と同じく、平成4年改訂 文部科学省 科学技術・学術政策局 原子力安全課 防災環境対策室「ゲルマニウム半導体検出器によるガンマ線スペクトロメトリー」に準じて、供試品の放射能濃度 Bq/kg を定量することとした。

(4) 分析試験所数

第1回安定性評価のためのミニ共同実験に参加した7試験所に依頼した。

注：試験所数に関しては統計上また経験上6試験所以上の平均値はばらつきが少ないため。

理由：

共同実験の平均値の95%信頼限界を示す

$$U_{95\%} = t \times SD_R / \sqrt{n}$$

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）

において、標準偏差 SD_R にかかる係数 t/\sqrt{n} は、図-1 に示すように、試験所数が6程度で低位になり、試験所数が増すと SD_R の不確かさも漸減するので、平均値の信頼性が非常に向上することを示している。

また図-2 は、ある特性値（ここではダイオキシンの毒性値）の類似試料を使った認証共同実験と技能試験において z -score の絶対値がほぼ1以下であった同一7試験所の結果を4回にわたって表示したものである。各試験所の値は z -score の絶対値が1の範囲でばらつくが、7試験所の平均値のばらつきは上記の原理で小さくなり、認証値の不確かさ（ここでは、共同実験の平均値の95%信頼限界）内に入ることが分かる。

このように、統計の原理上、経験上から6試験所以上の共同実験の平均値を使って認証値と比較すれば、十分小さい不確かさで、安定性が評価できる。

データ数 n と 平均値及び標準偏差の不確かさ

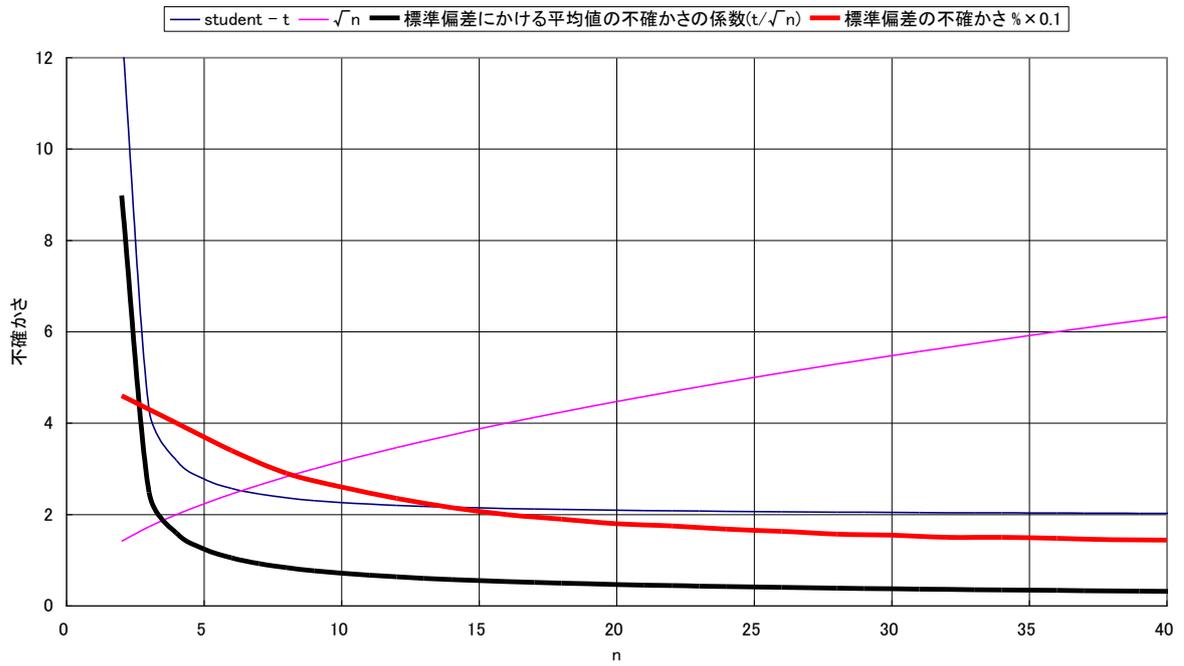


図-1 平均値の不確かさ (黒の太線)

ある特性値の測定値z-scoreと
所間不確かさ、認証値の不確かさとの比較

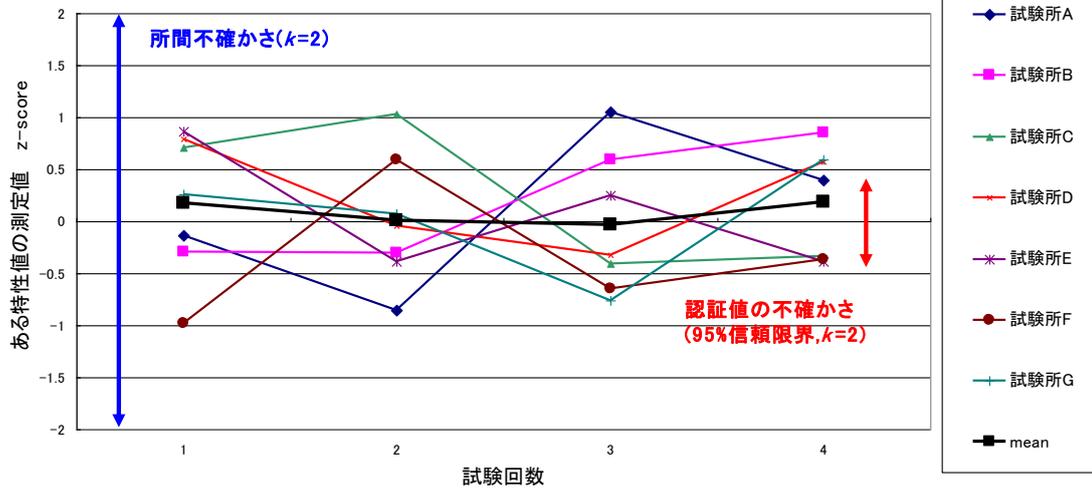


図-2 共同実験における 7 試験所の平均値

(5) 安定性の評価

安定性試験における拡張不確かさは、認証時と同様の手順を用いて計算する。安定試験における報告値の平均値と拡張不確かさと認証証明書に記載される認証値及び拡張不確かさを
用いて En 数を計算し、下記のように評価する。

En の絶対値 ≤ 1 安定
 En の絶対値 > 1 不安定

但し、

$$En = (x - X) / (U_x^2 + U_X^2)^{0.5} \quad \dots \dots \dots (B1)$$

ここで

x : 安定性試験の平均値

X : 認証値の特性値

U_x : 安定性試験の拡張不確かさ

但し、 $U_x = U_{95\%} = t \times SD_R / \sqrt{N}$

ここで t : スチューデントの t

SD_R : 所間標準偏差 (表-2 では SD と表示)

N : 採用データ数 (試験所数)

U_X : 認証値の拡張不確かさ

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

試料：土壤認証標準物質 JSAC 0471 (U8 容器、50 mm 高さ)

内容量：135 g

3. 分析方法

1. (3) の 分析方法により、放射能測定は 20 時間以上を 1 回行って定量値とし、その平均値を統計処理した。ただし、放射能濃度は認証された日付での放射能濃度に換算する。

土壤認証標準物質 2012-2-1 JST00:00:00

4. 参加試験所

| |
|--------------------------------|
| 公益財団法人日本分析センター |
| エヌエス環境株式会社 東北支社放射線調査部 |
| 東京都市大学 原子力研究所 |
| 株式会社 環境総合テクノス 計測分析所 |
| 国立研究開発法人日本原子力研究開発機構 先端基礎研究センター |
| 一般財団法人日本食品分析センター 多摩研究所 |
| 日本ハム株式会社 中央研究所 |

5. 結果

2016 年 5 月～7 月にかけてミニ共同実験を行った。

(認証値決定用の共同実験は 2012 年 3 月から 4 月の間に行われた)

認証日：2012-05-29

表-1 に各試験所の分析値を示す。

表-2 に安定性試験の統計計算結果を示す。

図-3 に報告値のプロットを示す。認証値及び前回安定性試験結果と比較した。

6. 評価

全ての核種で En 数及び En' 数の絶対値 は 1 以下であり、JSAC0471 は 4 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。

また、すべて放射能濃度に対して En 数が 0.3~0.5 程度の正の値を示す傾向は、第 1 回の安定性試験の結果と一致することが分かり、放射能濃度の変化ではなく、認証値に正のかたよりが含まれることが示唆される。ただし、かたよりは不確かさの範囲内であるため認証標準物質としての利用には問題がない。

以上

表-1 各試験所報告値及びzスコア

| 分析所番号 | 11 | 16 | 4 | 8 | 18 | 14 | 10 |
|---------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|-------|
| Cs-134 | 87.8 | 85.7 | 84.0 | 84.8 | 89.0 | 99.0 | 93.8 |
| z-score | -0.250 | -0.636 | -0.949 | -0.796 | -0.030 | 1.809 | 0.853 |
| Cs-137 | 113.0 | 118.0 | 115.0 | 114.1 | 123.0 | 118.0 | 121.0 |
| z-score | -1.212 | 0.151 | -0.667 | -0.904 | 1.513 | 0.151 | 0.968 |
| K-40 | 384.0 | 384.0 | 406.0 | 394.9 | 422.0 | 416.0 | 417.0 |
| z-score | -1.220 | -1.220 | 0.162 | -0.534 | 1.167 | 0.790 | 0.853 |

zスコアは平均値及び標準偏差から計算した。

表-2 安定性試験の統計計算結果

| | N | $ z \geq 3$ | average | median | $U_{95\%}^*$ | SD | NIQR |
|---------|---|--------------|---------|--------|--------------|-------|-------|
| Cs-134 | 7 | 0 | 89.2 | 87.8 | 5.29 | 5.44 | 4.55 |
| z-score | | 0% | | | | | |
| Cs-137 | 7 | 0 | 117.4 | 118.0 | 3.57 | 3.67 | 3.66 |
| z-score | | 0% | | | | | |
| K-40 | 7 | 0 | 403.4 | 406.0 | 15.47 | 15.92 | 20.04 |
| z-score | | 0% | | | | | |

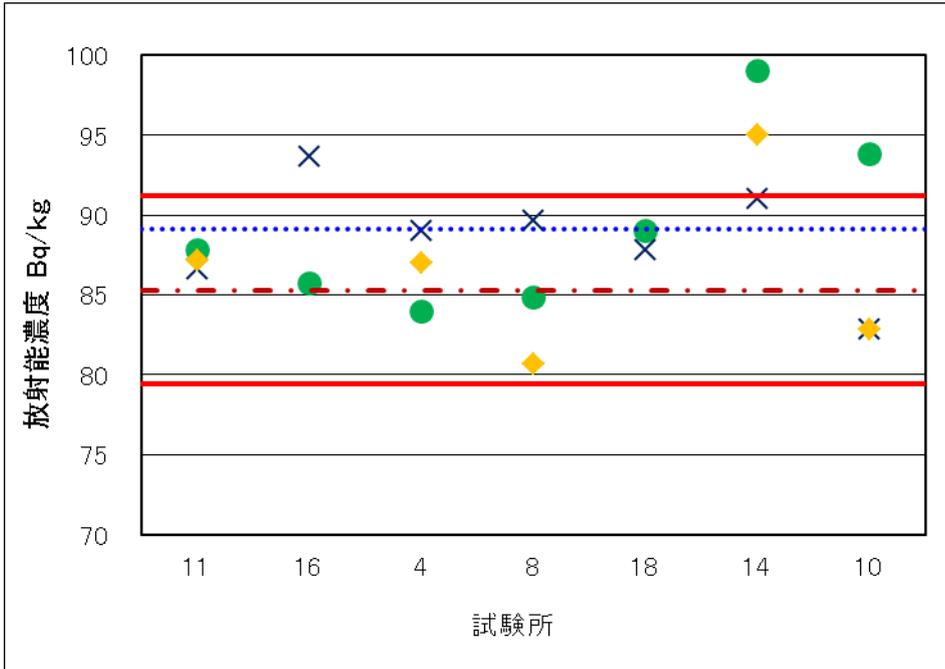
| 認証値 | 拡張不確かさ(k=2) (認証時) | 所間標準偏差 (認証時) | En | En' |
|------|----------------------|-----------------|------|-------|
| 85.3 | 5.9 | 4.8 | 0.49 | 0.57 |
| 115 | 8 | 5 | 0.28 | 0.35 |
| 396 | 25 | 15 | 0.25 | 0.35 |

* $U_{95\%} = t \times SD_R / \sqrt{N}$

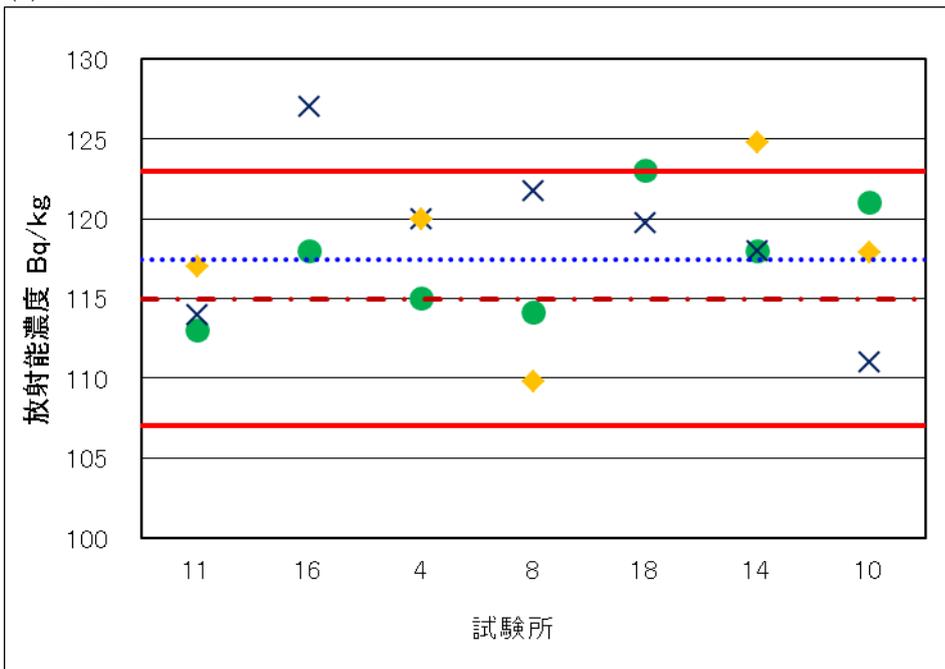
図-3 安定性試験結果のプロット



(1) Cs-134



(2) Cs-137



(3) K-40

