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

付 与 値 証 明 書

Reference Material JSAC PT0671

プラスチック標準物質

フタル酸エステル化学分析用(粒状)

本標準物質 1)は、プラスチック中に含まれるフタル酸エステルの含有率を付与した品質管理用 試料である。その付与値は、日本分析化学会の「プラスチック中有害金属成分分析の技能試験」 2)で得られた値に基づいている。表 1 にフタル酸エステル含有率とその室間標準偏差を示す。

この標準物質はポリエチレンと類似した組成を持つプラスチック中のフタル酸エステルの化学 分析にあたり、この標準物質と分析試料を併行して分析し、試料の分析値が妥当であるかどうか を確認するときなどに有用である。

頒布する標準物質は 径 $3 \, \text{mm}$ 、長さ $3 \, \text{mm}$ の粒状のポリエチレン試料であり、 $10 \, \text{g}$ を褐色瓶に封入している。

成分	付与値 ^{注1}	所間標準 偏差 ^{注2}	技能試験 参加試験所数
DEHP (フタル酸ジ-2-エチルヘキシル)	970	90	37
BBP (フタル酸ブチルベンジル)	948	78	37
DBP(フタル酸ジ-n-ブチル)	940	53	37
DIBP (フタル酸ジイソブチル)	923	72	35
DINP (フタル酸ジイソノニル)	974	95	20
DIDP (フタル酸ジイソデシル)	952	66	20
DNOP (フタル酸ジ-n-オクチル)	984	95	22

表 1 フタル酸エステル含有率付与値 (単位:μg/g)

- 注1当該技能試験2)で得られた結果の中央値(Median)を付与値とした。
- 注2当該技能試験²⁾で得られた結果の標準化四分位範囲(NIQR)で、ロバスト法による所間標準偏差の推定値であり、室間標準偏差ともいう。

使用上の注意

- 1. 本標準物質は、冷蔵保存を行う。
- 2. IEC 62321-2³⁾、日本分析化学会規格: JSAC-D1001; 2010⁴⁾ の「プラスチックディスク試料 の破砕方法」又は類似の方法で粉砕し、外部からの汚染に注意する。

3. 本標準物質の定量は、例えば、IEC 62321-8⁵ に記載されたソックスレー抽出法又は超音波溶解—再沈法の溶媒抽出法、あるいはその他のスクリーニング法に従う。

保管上の注意及び安定性試験

1. 保管上の注意

本標準物質は、冷蔵保存を行う。

2.安定性試験

本標準物質の安定性試験は、製造後、定期的に実施し、結果が得られ次第、本会ホームページ「標準物質」欄に掲載する。

標準物質の調製方法及び均質性試験

1. 調製方法

試料は㈱エクセルジャパンより購入した。ポリエチレン原料に、DEHP、BBP、DBP、DIBP、DINP、DIDP、DNOP が各々ほぼ 1000 μ g/g になるよう試薬を添加し、混練して均質化し、約 3 mm 径の棒状に伸ばし、約 3 mm 長に切断して柱状の粒(ペレット)とし、冷蔵保存した。同一ロットのポリエチレン試料 500 g を確保し、その中からランダムに抜き取った試料を、均質性試験、安定性試験及び技能試験用とした。

2. 均質性試験

500 gの試料母集団の任意の位置からランダムに 3 gずつ抜取り、均質性及び安定性試験試料とし、溶媒抽出GC-MSでフタル酸エステル分析を行った。試験は2018年6月に5瓶、2018年11月に3瓶、2019年2月に3瓶(内1瓶からは2試料採取)、2019年3月に1瓶(2試料採取)について行った 2 。

付与値の決定方法

1. 付与値の決定方法

IEC 62321-8⁵⁾ に記載されたソックスレー抽出法又は超音波溶解—再沈法の溶媒抽出法に従って技能試験が行われ、その結果を付与値として採用した。

2. 分析技能試験の実施期間

2019 年 3 月 12 日から 6 月 14 日にかけて、第 15 回プラスチック中有害成分分析技能試験を実施した。そのなかで JSAC PT0671 と同ロットの試料を使って分析技能試験を行った。

3.付与値の決定

プラスチック中有害金属成分分析の技能試験に参加した試験機関が報告した結果を集計して、ロバストな平均値であるメディアンを付与値と決定した。さらに、ロバストな所間標準偏差である NIQR を求めて表 1 の付与値に併記した。分析方法の詳細、付与値決定の手順は、プラスチック中有害金属成分分析の技能試験報告書²⁾に記載されている。

承認日 2020 年 1 月 10 日

頒布機関 公益社団法人 日本分析化学会

承認責任者 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
担当副会長	宮野 博	味の素(株)
委 員	平井 昭司	東京都市大学 名誉教授
	中村 利廣	明治大学 名誉教授
	松村 徹	いであ(株)
	上野 博子	(一財)化学物質評価研究機構
	羽成 修康	(国研)産業技術総合研究所
	角田 欣一	東京大学大学院
	佐野 友春	(国研)国立環境研究所
	三浦 正寛	富士フィルム和光純薬(株)
	藤本 京子	JFEテクノリサーチ(株)
	板橋 大輔	日本製鉄(株)
	進藤 久美子	(国研)農業・食品産業技術総合研究機構
	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
	柿田 和俊	(公社)日本分析化学会
	小島 勇夫	(公社)日本分析化学会

有害金属分析用プラスチック標準物質作製委員会

1日 正 周力 ガガル・ファイン ファ 松 子 砂質 II 教女 真 五			
	氏 名	所属	
委員長	中村 利廣	明治大学理工学部	
委 員	中井 泉	東京理科大学理学部	
	須藤 和冬	元(株)三井化学分析センター	
	勝見 和彦	環境テクノス(株)	
	野呂 純二	(株)日産アーク	
	佐竹 肇	(株)住化分析センター	
	坂東 篤	(株) 堀場製作所	
	中野 和彦	(公財)地球環境産業技術研究機構	
	並木 健二	(株)日立ハイテクサイエンス	
	宮川 治彦	(株) 島津製作所	
	藤巻 成彦	SGS ジャパン(株)	
	丸山 文隆	SGS ジャパン(株)	
事務局	柿田 和俊	(公社)日本分析化学会	
	大澤 隆雄	(公社)日本分析化学会	
	小島 勇夫	(公社)日本分析化学会	

プラスチック分析技能試験実行委員会

	氏 名	所 属
委員長	須藤 和冬	元㈱三井化学分析センター
委 員	中野和彦	(公財)地球環境産業技術研究機構
	坂東 篤	(株) 堀場製作所
	植田 新二	(一財) 化学物質評価研究機構 高分子技術部
	佐竹 肇	(株)住化分析センター
	並木 健二	(株)日立ハイテクサイエンス
	宮川 治彦	(株)島津製作所
	藤巻 成彦	SGS ジャパン(株)
	丸山 文隆	SGS ジャパン(株)
	勝見和彦	環境テクノス(株)
事務局	柿田 和俊	(公社)日本分析化学会
	大澤 隆雄	(公社)日本分析化学会
	小島 勇夫	(公社)日本分析化学会

文献

- 1) 標準物質に関連して用いられる用語及び定義 : JIS Q 0030
- 2) 日本分析化学会 技能試験報告書 : 第 15 回プラスチック中有害金属成分分析の技能試験最終報告書

JSAC / PTP - 66 (2019年8月)

- 3) IEC 62321-2:2013 Determination of certain substances in electrotechnical products Part 2: Disassembly, disjunction and mechanical sample preparation
- 4) JSAC-D1001;2010 : 有機化学材料中のカドミウム、鉛、クロミウム、水銀及び臭素の化学 分析方法
- 5) IEC 62321-8:2017 Determination of certain substances in electrotechnical products Part 8: Phthalates in polymers by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), gas chromatography-mass spectrometry using a pyrolyzer/thermal desorption accessory (Py-TD-GC-MS)

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

発行日 : 2020年1月10日