

P - PPM - 2015

報告書番号 JSAC / PTP - 45

ISO/IEC 17043 に基づく技能試験報告書

第 11 回

プラスチック中有害金属成分分析

(ポリエステル)

実施期間 : 2015 年 3 月 ~ 6 月

最 終 報 告 書

2015 年 8 月 21 日

公益社団法人 日本分析化学会

報告書番号	JSAC/PTP - 45
発行年月日	2015-08-21

ISO/IEC 17043 に基づく技能試験
第 11 回 プラスチック中有害金属成分分析
最終報告書

概要をこのページの裏面に掲載する

(公社)日本分析化学会
技能試験委員会

承認	作成
	

〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304 号
Tel : 03-3490-3351 FAX : 03-3490-3572 E-mail : plastic-pro.test@jsac.or.jp

概 要

1. 参加試験所数：78 試験所（うち、化学分析：73，蛍光X線分析：35）
2. 試験項目：プラスチック（ポリエステル）中の鉛、カドミウム、（全）クロム、水銀、臭素（合計5項目）各2水準。化学分析用には塩素とPBDEsの4同族体 1水準を追加。
3. 評価結果
ロバストな指標によるzスコアで評価した結果は下記のとおりであった。

3.1 化学分析

	参加試験所数	$ z \leq 2$		$2 < z < 3$		$ z \geq 3$	
11L（低濃度）Pb	69	58	84%	5	7%	6	9%
11L（低濃度）Cd	71	60	85%	9	13%	2	3%
11L（低濃度）Cr	65	60	92%	3	5%	2	3%
11L（低濃度）Hg	61	51	84%	6	10%	4	7%
11L（低濃度）Br	26	21	81%	2	8%	3	12%
11H（高濃度）Pb	71	56	79%	7	10%	8	11%
11H（高濃度）Cd	72	59	82%	10	14%	3	4%
11H（高濃度）Cr	66	58	88%	5	8%	3	5%
11H（高濃度）Hg	60	47	78%	6	10%	7	12%
11H（高濃度）Br	30	24	80%	2	7%	4	13%
11 Cl	32	23	72%	5	16%	4	13%
11H（高濃度）Hepta-BDE	16	14	88%	1	6%	1	6%
11H（高濃度）Octa-BDE	16	13	81%	3	19%	0	0%
11H（高濃度）Nona-BDE	16	15	94%	0	0%	1	6%
11H（高濃度）Deca-BDE	17	13	76%	2	12%	2	12%

3.2 蛍光X線分析

	参加試験所数	$ z \leq 2$		$2 < z < 3$		$ z \geq 3$	
11L X（低濃度）Pb	35	27	77%	1	3%	7	20%
11L X（低濃度）Cd	35	26	74%	2	6%	7	20%
11L X（低濃度）Cr	34	29	85%	3	9%	2	6%
11L X（低濃度）Hg	33	27	82%	2	6%	4	12%
11L X（低濃度）Br	32	28	88%	2	6%	2	6%
11H X（高濃度）Pb	34	27	79%	4	12%	3	9%
11H X（高濃度）Cd	34	31	91%	1	3%	2	6%
11H X（高濃度）Cr	34	29	85%	1	3%	4	12%
11H X（高濃度）Hg	33	28	85%	3	9%	2	6%
11H X（高濃度）Br	32	25	78%	4	13%	3	9%

目 次

1.	はじめに	1
2.	技能試験の実施要領	1
2.1	実施機関	1
2.2	実施項目	1
2.3	技能試験実施のための手順書	1
2.4	実施日程	1
2.5	試料調製と均質性試験	1
3.	統計計算方法と用語の説明	2
3.1	試験所別の値に関連するもの	2
3.2	統計計算値に関連するもの	3
4.	試験結果の評価方法	3
5.	技能試験結果と評価	4
6.	考察	41
7.	技能試験委員会及びプラスチック分析技能試験実行委員会	45
	添付資料A 試料の製造・調製と均質性試験	46
	添付資料B 参加試験所の分析条件	51
	添付資料C プラスチック分析技能試験実施要領	63

**第 11 回プラスチック中有害金属成分分析
(ポリエステル)
技能試験結果**

1. はじめに

試験所間比較・技能試験は ISO/IEC 17043 (JIS Q 17043) に従って、通常下記の方法で行われることが多い。

- (1) 参照試験所が値付けをした、特性値が既知の機器や試料を試験所間に回付して技能試験を行うもの。この時、その特性値は試験所には前もって知らされない。評価は E_n 数で行うことが多い。
- (2) 均質な試料を試験所間に配付して技能試験を行うもの。特性値は未知で、評価は z スコアで行うことが多い。

今回の試験は、未知の均質な試料を使用する (2) のスキームで実施した

2. 技能試験の実施要領

2.1 実施機関

主催者 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 1-26-2
五反田サンハイツ 304 号
Tel : 03-3490-3351 FAX : 03-3490-3572

協力者 (契約試験所)
環境テクノス(株)
〒804-0003 北九州市戸畑区中原新町 2-4

2.2 実施項目

分析成分：プラスチック (ポリエステル) 中の鉛(Pb)、カドミウム(Cd)、(全)クロム(Cr)、水銀(Hg)、臭素(Br) の合計 5 成分。化学分析高濃度試料については、塩素(Cl)及び PBDEs の 4 同族体を追加した。

分析用試料：化学分析用 2 水準；低濃度(L) 及び高濃度(H)
蛍光 X 線分析用 2 水準；低濃度(XL) 及び高濃度(XH)

2.3 技能試験実施のための手順書

以下の手順書に従って実施した。

- ・第 11 回プラスチック分析技能試験用試料作製・調製及び送付依頼 : 2014-11-12
- ・QPC-301 均質性試験実施手順 : 2005-08-23
- ・第 11 回プラスチック中有害金属成分分析技能試験実施要領:2015-03-06

2.4 実施日程

受験申込締切 : 2015 年 2 月 23 日
技能試験用試料の配付 : 2015 年 3 月 6 日
分析結果の報告締切 : 2015 年 6 月 12 日
中間報告書の発行送付 : 2015 年 7 月 17 日
最終報告書の発行送付 : 2015 年 8 月 21 日

2.5 試料調製と均質性試験試料調製と均質性試験は (公社) 日本分析化学会が契約した環境テクノス(株)に依頼した。試料の製造・調製と均質性試験結果の詳細は参考資料 A として巻末に示す。化学分析用高濃度(H)試料と蛍光 X 線分析用低濃度(XL)試料は同一成分・同一ロットのものを用いた。

3. 統計計算方法と用語の説明

試験所間比較・技能試験結果の統計計算を行うにあたっては、ISO/IEC 17043 (JIS Q 17043) を指針とした。

共同実験結果の統計計算は、ISO 5725-2 (JIS Z 8402-2) 等に従い、一つの試験項目について繰り返し測定を行い、それから併行精度、室内精度及び室間精度を求めるのが一般的である。外れ値の検出のために Cochran の検定や Grubbs の検定等が使用されてきた。

一方、APLAC (アジア太平洋試験所認定機関協力機構) 等で行なわれている技能試験では、最初から外れ値を検出して除外せず、ロバスト (robust) 法を用いて統計計算が行われる。この方法だと外れ値も最後まで表示されるので参加試験所に対し透明性が確保されるという利点がある。また、ロバスト法は試験値の中央約 50% のデータをもとに平均値、標準偏差に相当する指標を計算するので、その外にある外れ値の影響を受けない。今回の結果の解析にはこの手法を用いた。

z スコアは一般的に下記の式で求められる。

$$z = (x - X) / s$$

但し、 x : 参加試験所の値

X : 付与された値 (例えば認証値、参加試験所全体の平均値、メディアン等)

s : 技能試験の目的にあったばらつきの推定値 (参加試験所全体の標準偏差、正規四分位範囲等を使うことが多い)

以下に、統計手法に関する用語と計算方法の概要を示す。

3.1 試験所別の値に関連するもの (表-1 の記号の説明)

3.1.1 試験所番号

各試験所に任意の番号を付した。番号と試験所名の対応は試験所に対して個々に知らされるのみで、一般には公表されない。各試験所は自分の番号から全体に占める自分の位置を把握することができる。表-1-1 では若い番号順に表示した。締切期日を過ぎて結果を送付した試験所、追加の結果掲載を希望した試験所、及び中間報告書発行の後で修正値を再報告した試験所は*印を付して別表に掲載した。

3.1.2 測定結果 (第 1 試料と第 2 試料の平均値)

各試験所の 2 個の測定値の平均値。有効数字とは関係なく Excel 表計算で得られる値を表示した。

3.1.3 測定結果の z スコア (ロバストな方法による)

各試験所の平均値の全体のメディアンからの隔たりを見るための指標。ばらつきの推定として $NIQR$ を使用する。図表中の記号は z スコアとした。

$$z = (\text{各試験所の平均値} - \text{メディアン}) / NIQR$$

但し $NIQR = \text{normalized interquartile range}$

(標準化された四分位範囲) 3.1.5 参照

3.1.4 メディアン (median)

全体の値の中央値。全体数が偶数の場合は二つの中央値の平均値。

3.1.5 $NIQR$ (normalized interquartile range)

$$NIQR = IQR \times 0.7413$$

但し、 $IQR = \text{上四分位数と下四分位数の差 (四分位範囲)}$

3.1.6 ロバスト(robust)法

統計計算において、Cochran の検定や Grubbs の検定等により外れ値を除外せずに、外れ値の影響を受けにくい統計量を求める方法で、ロバストな平均値及びロバストな標準偏差を求める。上述のメディアン(median)と *NIQR* はそれぞれロバストな平均値とロバストな標準偏差の一種である。他にもロバストな統計量がある。

3.2 統計計算値に関連するもの (表-2 の記号の説明)

3.2.1 *N* : 参加試験所の数 (データ数)。

3.2.2 $|z| \geq 3$: *z* スコアの絶対値が 3 以上となった試験所の数及び全試験所数に占める%。

3.2.3 *average* : 全データの総平均 (外れ値を棄却しない従来法)。*mean*。

3.2.4 *median* : 3.1.4 と同じ。

3.2.5 $U_{95\%*}$: 全試験所データのメディアンの不確かさで $2 \times NIQR / \sqrt{N}$ で計算。*NIQR* を標準偏差とみなして計算した付与値の不確かさ。

3.2.6 *SD* : 全データの標準偏差 (従来法)。

3.2.7 *NIQR* : 3.1.5 と同じ。

3.2.8 $U_{95\%*} CV\%$: $U_{95\%*} / median$ を%表示した。*CV* は *RSD* と同意。

3.2.9 *CV% clas* : $SD / average$ を%表示した。*CV* は *RSD* と同意。

3.2.10 *CV% rob* : $NIQR / median$ を%表示した。*CV* は *RSD* と同意。

4. 試験結果の評価方法

報告書には、鉛(Pb)、カドミウム(Cd)、(全)クロム(Cr)、水銀(Hg)、臭素(Br)、塩素(Cl)、PBDEs について下記の指標についてデータの掲載を行った。

蛍光 X 線分析方法については、化学分析のメディアンと *NIQR* を使った *z* スコアも計算して表示した。

(1) 各試験所測定値の *z* スコア(ロバスト法)

ISO/IEC 17043 に従って、次のような評価を行う。

$|z| \leq 2$: 満足

$2 < |z| < 3$: 疑わしい (どちらともいえない)

$|z| \geq 3$: 不満足

「不満足」な結果のものについて、「#印」の表示をした (表-1)。

(2) *z* スコア(ロバスト法)のバーチャート

ロバスト法 *z* スコアを昇順で配列した (図-1-1)。

注：図表の番号について

	参加試験所別の値と <i>z</i> スコア	統計計算値	成分別バーチャート
	表-1	表-2	図-1
化学分析(CA)	表-1-1	表-2-1	図-1-1-1/15
蛍光 X 線分析(XRF)	表-1-2	表-2-2	図-1-2-1/10
蛍光 X 線分析(XRF) -化学分析との比較-	表-1-3	表-2-3	なし

5. 技能試験結果と評価

(1) 参加試験所の成績を z スコアで整理して、化学分析の結果を表-3 に、蛍光 X 線の結果を表-4 に示した。

表-3 分析項目ごとの z スコア別試験所の数 (化学分析)

	参加試験所数	$ z \leq 2$		$2 < z < 3$		$ z \geq 3$	
		数	割合	数	割合	数	割合
11 L (低濃度) Pb	69	58	84%	5	7%	6	9%
11 L (低濃度) Cd	71	60	85%	9	13%	2	3%
11 L (低濃度) Cr	65	60	92%	3	5%	2	3%
11 L (低濃度) Hg	61	51	84%	6	10%	4	7%
11 L (低濃度) Br	26	21	81%	2	8%	3	12%
11 H (高濃度) Pb	71	56	79%	7	10%	8	11%
11 H (高濃度) Cd	72	59	82%	10	14%	3	4%
11 H (高濃度) Cr	66	58	88%	5	8%	3	5%
11 H (高濃度) Hg	60	47	78%	6	10%	7	12%
11 H (高濃度) Br	30	24	80%	2	7%	4	13%
11 Cl	32	23	72%	5	16%	4	13%
11 H (高濃度) Hepta-BDE	16	14	88%	1	6%	1	6%
11 H (高濃度) Octa-BDE	16	13	81%	3	19%	0	0%
11 H (高濃度) Nona-BDE	16	15	94%	0	0%	1	6%
11 H (高濃度) Deca-BDE	17	13	76%	2	12%	2	12%

表-4 分析項目ごとの z スコア別試験所の数 (蛍光 X 線分析)

	参加試験所数	$ z \leq 2$		$2 < z < 3$		$ z \geq 3$	
		数	割合	数	割合	数	割合
11 L X (低濃度) Pb	35	27	77%	1	3%	7	20%
11 L X (低濃度) Cd	35	26	74%	2	6%	7	20%
11 L X (低濃度) Cr	34	29	85%	3	9%	2	6%
11 L X (低濃度) Hg	33	27	82%	2	6%	4	12%
11 L X (低濃度) Br	32	28	88%	2	6%	2	6%
11 H X (高濃度) Pb	34	27	79%	4	12%	3	9%
11 H X (高濃度) Cd	34	31	91%	1	3%	2	6%
11 H X (高濃度) Cr	34	29	85%	1	3%	4	12%
11 H X (高濃度) Hg	33	28	85%	3	9%	2	6%
11 H X (高濃度) Br	32	25	78%	4	13%	3	9%

(2) 参加試験所の分析条件を添付資料 B に掲載した。XRF 法については今回から X 線管電流を記載していただいた。但し、単位 ($\mu A, mA, A$) の表示のない試験所が多かった。次回からは必ず単位を記載することを希望する。

(3) 蛍光X線分析用低濃度(XL)試料は、化学分析用高濃度(H)試料と同一成分・同一ロットのものを用いた。従って、この低濃度試料については、各試験所の値をより基準的な分析法である化学分析のメディアン、*NIQR* を用いて評価することができ、その結果を表-1-3(P. 38/69)に示した。化学分析と蛍光X線分析について、そのメディアンとその不確かさをもとに E_n 数を計算して比較し、表-2-3(P. 40/69)に示した。ここで、

$$E_n = \frac{XRF - CA}{\sqrt{U_{95\% XRF}^2 + U_{95\% CA}^2}}$$

但し、 XRF : 蛍光X線分析のメディアン

CA : 化学分析のメディアン

$U_{95\% XRF}$: 蛍光X線分析メディアンの不確かさ ($k=2$)

$U_{95\% CA}$: 化学分析メディアンの不確かさ ($k=2$)

E_n 数の絶対値が1を超える場合は、両者間に有意な差があると考えられる。この E_n 数について、第1回技能試験以来の推移を図-2に示す。いくつかの元素で、メディアンに有意差があり、元素によってその差の増減傾向が異なっているようにみられる。即ち、

- Pbは当初有意差はなかったが、次第に蛍光X線分析の結果が相対的に低くなり、今回は E_n 数が-1をやや下回った。
- Cdについては、蛍光X線分析の結果が高かめの傾向にある。
- Crについては、当初蛍光X線分析が有意差をもって高かったが、次第に低くなり、直近で蛍光X線分析が有意差をもつほど低くなっている。
- Hgは蛍光X線分析の結果が高めの時期もあったが、今回は当初と同じく有意差がなくなっている。
- Brについては、蛍光X線分析の結果が高かったが、徐々に差が少なくなり、有意差がなくなっている。

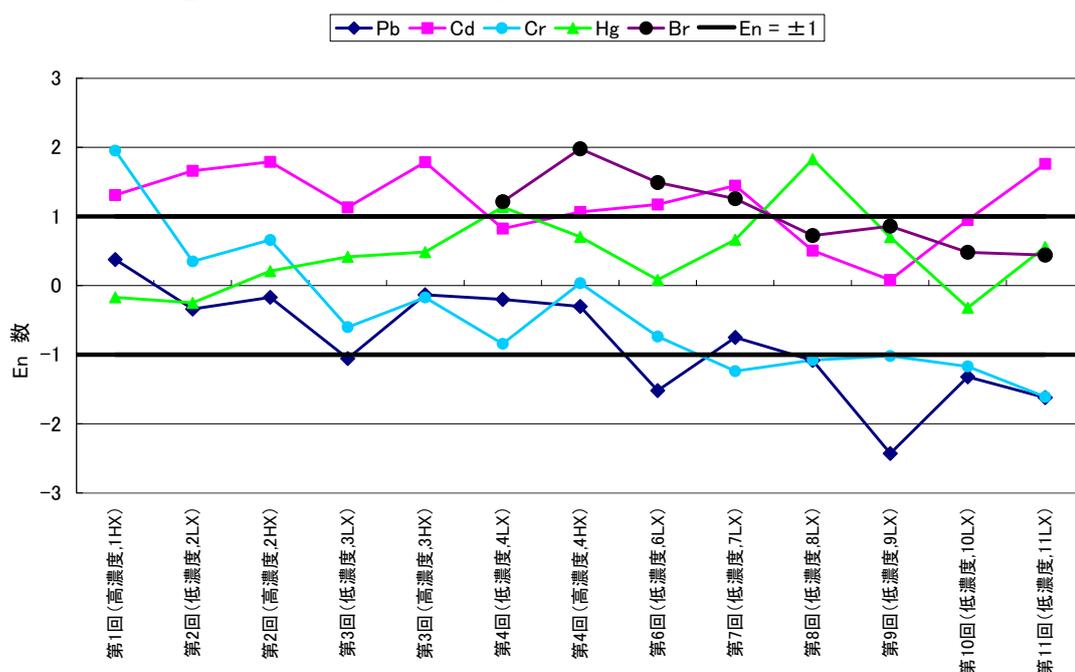


図-2 化学分析に対する蛍光X線分析のメディアンの差を E_n 数で比較したグラフ

表-1-1

第11回プラスチック中有害金属成分分析 技能試験 結果(化学分析)

試験所番号	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	
11L(低濃度)Pb	24.45	24.40	25.21	24.76	24.50	25.23	24.30	25.30	25.09	24.50	25.65	24.60	25.15	24.40	24.40	24.52	23.15		26.00	24.95	24.80	24.75	23.80	25.52	24.94	24.60	
robust z score	-0.728	-0.803	0.418	-0.265	-0.654	0.439	-0.953	0.546	0.237	-0.654	1.070	-0.504	0.321	-0.803	-0.803	-0.631	-2.677		1.595	0.021	-0.204	-0.279	-1.703	0.875	0.000	-0.504	
11L(低濃度)Cd	21.65	22.10	22.10	22.52	22.60	23.23	22.25	21.70	22.41	21.30	22.75	22.30	22.45	22.05	22.15	22.05	21.85	22.80	23.50	22.50	21.70	21.40	21.35	23.04	22.11	22.30	
robust z score	-0.862	-0.215	-0.213	0.387	0.503	1.402	0.000	-0.790	0.227	-1.364	0.718	0.072	0.287	-0.287	-0.144	-0.287	-0.574	0.790	1.795	0.359	-0.790	-1.221	-1.293	1.135	-0.195	0.072	
11L(低濃度)Cr	26.25	25.65	25.71	25.66	25.50	27.04	25.60	26.50	26.12	25.90		26.55	25.45	21.30	26.75		26.05	26.80	31.00	25.30	25.20	27.35		26.53	25.63	26.50	
robust z score	0.044	-0.481	-0.431	-0.476	-0.612	0.737	-0.525	0.262	-0.066	-0.262		0.306	-0.656	-4.285	0.481		-0.131	0.525	4.198	-0.787	-0.875	1.006		0.284	-0.498	0.262	
													#						#								
11L(低濃度)Hg	20.00	19.55	19.45	19.04	19.75	21.88	20.35	20.35	19.34			19.30	17.00	18.45	20.60		19.60	19.50	19.00	20.85	19.80	19.80		20.25		19.55	
robust z score	0.466	-0.079	-0.200	-0.701	0.163	2.743	0.890	0.890	-0.333			-0.381	-3.165	-1.410	1.192		-0.018	-0.139	-0.744	1.495	0.224	0.224		0.769		-0.079	
												#															
11L(低濃度)Br			19.88		13.65	9.50	16.45		15.70					14.10	15.45					14.00							12.50
robust z score			3.289		-0.634	-3.337	1.187		0.698					-0.342	0.537					-0.407							-1.382
			#			#																					
11H(高濃度)Pb	91.65	90.65	92.73	94.25	83.35	98.81	91.45	93.50	93.17	94.60	95.00	95.80	93.10	92.50	91.75	93.08	94.85	94.95	99.50	91.05	90.10	90.60	92.30	94.30	94.20	92.70	
robust z score	-0.605	-1.009	-0.168	0.446	-3.955	2.284	-0.686	0.141	0.006	0.585	0.747	1.070	-0.020	-0.262	-0.565	-0.030	0.686	0.726	2.563	-0.848	-1.231	-1.029	-0.343	0.462	0.425	-0.182	
					#																						
11H(高濃度)Cd	43.25	44.20	44.70	44.07	45.60	48.26	44.45	44.70	44.87	43.60	44.95	45.70	45.30	47.65	44.80	44.86	44.40	45.75	48.00	44.15	44.40	46.10	46.15	44.22	44.25	44.60	
robust z score	-1.007	-0.324	0.037	-0.420	0.683	2.598	-0.144	0.036	0.158	-0.755	0.216	0.755	0.468	2.158	0.108	0.151	-0.180	0.791	2.410	-0.360	-0.180	1.043	1.079	-0.313	-0.286	-0.036	
11H(高濃度)Cr	94.95	92.85	91.85	95.26	97.25	100.32	94.00	95.20	94.59	95.40		97.05	93.35	92.15	97.90		94.75	98.85	106.00	93.60	91.10	97.55		94.64	94.98	95.05	
robust z score	0.029	-0.582	-0.872	0.118	0.698	1.592	-0.247	0.102	-0.075	0.160		0.640	-0.436	-0.785	0.887		-0.029	1.164	3.243	-0.364	-1.091	0.785		-0.063	0.037	0.058	
																			#								
11H(高濃度)Hg	58.80	58.20	56.75	58.76	57.65	67.77	58.55	59.60	57.13			57.15	50.35	58.85	61.15		58.00	58.20	62.50	60.20	56.90	59.75		64.10		58.70	
robust z score	0.053	-0.200	-0.811	0.037	-0.432	3.832	-0.053	0.390	-0.652			-0.643	-3.509	0.074	1.043		-0.285	-0.200	1.612	0.643	-0.748	0.453		2.285		0.011	
					#							#															
11H(高濃度)Br			94.25		88.55	33.31	96.30		103.73			59.10		102.50	101.00					103.00							99.70
robust z score			-0.341		-1.018	-7.579	-0.098		0.784			-4.516		0.638	0.460					0.698							0.306
					#							#															
11 Cl			101.3			88.4			104.2			85.0		100.0	109.5					103.5				102.4		104.5	
robust z score			-0.187			-2.852			0.418			-3.551		-0.450	1.514					0.274			0.036		0.481		
												#															
11H(高濃度)Hepta-BDE						44.70			27.98			35.75		33.70	44.50		34.30										
robust z score						0.880			-1.359			-0.318		-0.593	0.854		-0.512										
11H(高濃度)Octa-BDE						33.18			26.28			31.55		21.10	39.40		31.40										
robust z score						0.086			-0.830			-0.130		-1.517	0.912		-0.149										
11H(高濃度)Nona-BDE						20.05			13.62			13.85		36.90	21.30		15.40										
robust z score						0.611			-0.895			-0.842		4.565	0.906		-0.479										
														#													
11H(高濃度)Deca-BDE			35.30			18.95			28.35			24.15		32.10	30.10		41.05										
robust z score			1.909			-2.715			-0.056			-1.244		1.004	0.438		3.535										
																	#										

試験所番号	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	
11L(低濃度)Pb	24.95	25.14	24.75	24.30	24.67	25.35	25.10	25.86	26.60	23.74	27.12	26.55	23.72	22.42	19.87		24.85	26.46	24.95	25.00	25.25	25.20	23.80	25.65	23.70	25.40	
robust z score	0.021	0.306	-0.279	-0.953	-0.399	0.621	0.246	1.386	2.494	-1.793	3.266	2.419	-1.823	-3.779	-7.601		-0.136	2.284	0.021	0.096	0.471	0.396	-1.710	1.070	-1.853	0.688	
											#			#	#												
11L(低濃度)Cd	21.85	22.21	22.50	21.75	22.04	22.50	22.45	22.73	21.45	22.07	23.26	23.90	22.24	20.59	20.84		23.73	23.05	22.35	22.05	22.15	22.70	19.52	23.45	20.90	23.88	
robust z score	-0.574	-0.065	0.359	-0.718	-0.295	0.359	0.287	0.687	-1.149	-0.259	1.456	2.370	-0.014	-2.391	-2.032		2.118	1.142	0.144	-0.287	-0.144	0.646	-3.921	1.723	-1.939	2.334	
																							#				
11L(低濃度)Cr	25.20	25.44	25.95	27.15	27.42	26.20	27.75	25.69	26.50	26.25	27.12	27.45	24.53	26.48	23.77		25.40	27.18	25.55	26.75	25.45	25.75	24.41	27.35	24.50	28.28	
robust z score	-0.875	-0.669	-0.219	0.831	1.069	0.000	1.356	-0.443	0.262	0.044	0.800	1.093	-1.465	0.240	-2.125		-0.700	0.853	-0.568	0.481	-0.656	-0.394	-1.570	1.006	-1.487	1.815	
11L(低濃度)Hg	20.00	19.86	18.95	18.95	19.64	19.50	19.60	19.17	18.75	18.73	20.54	19.25	17.45	16.36	19.62		19.52	21.33	19.60	18.85	20.55	20.05	17.83	19.75		20.12	
robust z score	0.466	0.290	-0.805	-0.805	0.029	-0.139	-0.018	-0.540	-1.047	-1.077	1.124	-0.442	-2.620	-3.946	0.000		-0.115	2.070	-0.018	-0.926	1.132	0.527	-2.161	0.163		0.605	
														#													
11L(低濃度)Br		15.40			25.69			14.17	15.00		14.19									17.75		13.35	12.75				
robust z score		0.504			7.200			-0.293	0.244		-0.282									2.033		-0.829	-1.220				
					#																						
11H(高濃度)Pb	94.15	92.08	91.75	93.75	91.27	94.30	92.50	93.38	99.75	88.06	95.57	99.25	85.38	92.24	87.64	92.44	94.29	93.50	93.15	93.25	92.40	93.90	78.21	102.50	88.25	97.77	
robust z score	0.404	-0.434	-0.565	0.242	-0.761	0.464	-0.262	0.091	2.664	-2.054	0.976	2.462	-3.138	-0.367	-2.226	-0.287	0.458	0.139	0.000	0.040	-0.303	0.303	-6.032	3.774	-1.978	1.863	
													#										#	#			
11H(高濃度)Cd	44.45	44.57	44.60	43.75	44.23	45.60	45.90	45.11	43.85	44.20	46.92	47.85	44.18	42.47	42.40	44.81	44.92	46.91	44.95	43.95	43.70	45.85	39.12	51.85	42.40	47.78	
robust z score	-0.144	-0.058	-0.036	-0.647	-0.301	0.683	0.899	0.332	-0.576	-0.324	1.630	2.302	-0.342	-1.572	-1.622	0.115	0.191	1.626	0.216	-0.504	-0.683	0.863	-3.982	5.180	-1.619	2.248	
																							#	#			
11H(高濃度)Cr	93.95	91.96	90.95	93.95	94.35	95.80	98.05	93.59	97.50	93.81	98.93	102.00	86.65	98.09	91.51	93.72	91.85	98.45	91.85	92.50	92.80	93.05	81.48	107.50	86.40	99.25	
robust z score	-0.262	-0.841	-1.134	-0.262	-0.147	0.276	0.931	-0.367	0.771	-0.304	1.188	2.080	-2.387	0.942	-0.973	-0.329	-0.874	1.046	-0.873	-0.684	-0.596	-0.524	-3.889	3.680	-2.458	1.278	
																							#	#			
11H(高濃度) Hg	59.90	58.90	56.60	33.75	58.49	58.45	58.65	58.34	54.75	55.80	59.57	59.70	49.52	51.00	61.50		58.40	64.51	59.40	55.95	59.00	59.35	50.70	61.15		61.41	
robust z score	0.516	0.093	-0.875	-10.507	-0.079	-0.095	-0.011	-0.140	-1.655	-1.214	0.375	0.432	-3.861	-3.238	1.191		-0.116	2.458	0.306	-1.149	0.137	0.285	-3.362	1.043		1.153	
				#									#	#									#				
11H(高濃度) Br		98.57			158.76			93.22	102.00		96.71									111.00		97.85	88.05	73.23			
robust z score		0.171			7.320			-0.464	0.579		-0.049									1.648		0.086	-1.078	-2.839			
					#																						
11 Cl		103.7			106.7			105.7	88.8		101.2										106.0	97.4	100.1		137.0		
robust z score		0.317			0.927			0.730	-2.765		-0.194										0.791	-0.998	-0.434		7.200		
																									#		
11H(高濃度) Hepta-BDE		44.13	29.00						36.40														35.35	29.78			
robust z score		0.804	-1.223						-0.231														-0.372	-1.119			
11H(高濃度) Octa-BDE		48.80	39.40						30.25														31.30	15.09			
robust z score		2.160	0.912						-0.302														-0.163	-2.315			
11H(高濃度) Nona-BDE		17.88	17.00						16.95														15.10	9.45			
robust z score		0.103	-0.103						-0.115														-0.549	-1.876			
11H(高濃度) Deca-BDE		26.28	30.50						30.60														27.20	21.96			
robust z score		-0.642	0.551						0.580														-0.382	-1.864			

試験所番号	56	57	58	59	60	61	62	64	65	66	67	68	69	70	71	72	73	74	75	76	78
11L(低濃度)Pb	24.60	25.10	21.45		25.00	25.30	24.25	24.44	25.35	23.93	23.70	25.65	25.30	26.75	27.02	25.65	23.70	29.55	24.20	24.15	
robust z score	-0.504	0.246	-5.225		0.096	0.546	-1.028	-0.751	0.621	-1.508	-1.853	1.070	0.546	2.719	3.116	1.070	-1.853	6.916	-1.103	-1.178	
			#												#			#			
11L(低濃度)Cd	21.70	22.50	21.25		21.35	23.60	22.40	22.65	22.85	19.16	21.90	22.95	21.50	24.05	24.00	22.15	21.50	23.90	24.00	22.70	22.10
robust z score	-0.790	0.359	-1.436		-1.293	1.939	0.215	0.567	0.862	-4.438	-0.503	1.005	-1.077	2.585	2.506	-0.144	-1.077	2.370	2.513	0.646	-0.215
										#											
11L(低濃度)Cr	25.45	25.40	25.20		26.85	27.05	25.65	25.93		28.73	25.05	26.85		28.35	27.18	26.60	27.80	29.10	25.50	26.55	
robust z score	-0.656	-0.700	-0.875		0.568	0.743	-0.481	-0.236		2.208	-1.006	0.568		1.880	0.853	0.350	1.399	2.536	-0.612	0.306	
11L(低濃度)Hg		18.55	20.40		19.25	19.85	17.75	20.72	20.15	15.76	20.40	19.95		20.80	20.64	19.65	22.00	19.95		16.95	
robust z score		-1.289	0.950		-0.442	0.284	-2.257	1.337	0.648	-4.672	0.950	0.405		1.434	1.241	0.042	2.887	0.405		-3.226	
										#											#
11L(低濃度)Br		15.50	14.25		15.15				17.95		12.70	13.55			15.12		16.75	13.45			
robust z score		0.569	-0.244		0.342				2.163		-1.252	-0.699			0.319		1.382	-0.764			
11H(高濃度)Pb	90.75	96.20	83.90		88.45	94.40	89.00	93.99	93.40	84.54	91.90	95.60	83.85	98.10	99.33	95.55	88.60	108.50	93.40	88.50	
robust z score	-0.969	1.231	-3.733		-1.897	0.505	-1.675	0.337	0.101	-3.477	-0.505	0.989	-3.754	1.998	2.492	0.969	-1.836	6.195	0.101	-1.877	
			#							#			#					#			
11H(高濃度)Cd	43.15	46.25	43.95		43.25	47.15	44.15	44.79	43.20	40.59	44.50	46.00	38.95	48.20	47.49	46.10	42.40	47.60	48.40	44.00	44.45
robust z score	-1.079	1.151	-0.504		-1.007	1.799	-0.360	0.101	-1.043	-2.921	-0.108	0.971	-4.101	2.554	2.040	1.043	-1.619	2.122	2.698	-0.468	-0.144
													#								
11H(高濃度)Cr	91.70	91.70	95.05		95.60	101.00	86.25	95.70		96.22	93.00	97.10		100.50	98.51	95.90	95.45	104.50	92.80	91.90	
robust z score	-0.916	-0.916	0.058		0.218	1.789	-2.502	0.247		0.397	-0.538	0.654		1.644	1.063	0.305	0.175	2.807	-0.596	-0.858	
11H(高濃度)Hg		54.50	59.95		57.45	52.65	49.70	60.65	60.60	52.28	55.30	59.40		60.20	60.64		59.30	63.45		53.50	
robust z score		-1.760	0.537		-0.516	-2.540	-3.783	0.830	0.811	-2.696	-1.423	0.306		0.643	0.828		0.263	2.013		-2.182	
							#														
11H(高濃度)Br		89.45	99.55		94.80	96.05			97.15		97.10	99.45			77.11	105.50	102.00	59.95			
robust z score		-0.912	0.288		-0.276	-0.128			0.003		-0.003	0.276			-2.378	0.995	0.579	-4.415			
																		#			
11 Cl	103.5	108.0	100.0	103.0	98.9	95.1			104.0	80.7	102.0	105.0			86.1	98.4	113.5	88.5			
robust z score	0.274	1.204	-0.450	0.171	-0.687	-1.473			0.377	-4.433	-0.036	0.584			-3.331	-0.791	2.341	-2.838			
										#					#						
11H(高濃度)Hepta-BDE			44.10		39.85	42.32										53.20	63.55				
robust z score			0.801		0.231	0.562										2.020	3.406				
																	#				
11H(高濃度)Octa-BDE			42.70		44.75	31.88										40.70	54.45				
robust z score			1.350		1.623	-0.086										1.085	2.910				
11H(高濃度)Nona-BDE			21.60		20.45	12.02										20.80	19.00				
robust z score			0.976		0.706	-1.272										0.788	0.366				
11H(高濃度)Deca-BDE			19.65		28.55	26.40										31.05	57.10				
robust z score			-2.517		0.000	-0.608										0.707	8.074				
																	#				

	N	$ z \geq 3$	average	median	U95%*	SD	NIQR	J95%*CV	CV%clas	CV%rob
11L(低濃度)Pb	69	6	24.85	24.94	0.16	1.27	0.67	1	5	3
		9%								
11L(低濃度)Cd	71	2	22.29	22.25	0.17	0.94	0.70	1	4	3
		3%								
11L(低濃度)Cr	65	2	26.26	26.20	0.28	1.35	1.14	1	5	4
		3%								
11L(低濃度)Hg	61	4	19.51	19.62	0.21	1.18	0.83	1	6	4
		7%								
11L(低濃度)Br	26	3	15.14	14.63	0.60	2.95	1.54	4	19	11
		12%								
11H(高濃度)Pb	71	8	92.80	93.15	0.59	4.55	2.48	1	5	3
		11%								
11H(高濃度)Cd	72	3	44.91	44.65	0.33	2.03	1.39	1	5	3
		4%								
11H(高濃度)Cr	66	3	95.02	94.85	0.85	4.31	3.44	1	5	4
		5%								
11H(高濃度)Hg	60	7	57.72	58.68	0.61	4.77	2.37	1	8	4
		12%								
11H(高濃度)Br	30	4	93.96	97.13	3.07	20.40	8.42	3	22	9
		13%								
11 Cl	32	4	100.99	102.18	1.71	10.07	4.84	2	10	5
		13%								
11H(高濃度)Hepta-BDE	16	1	39.91	38.13	3.73	9.33	7.46	9	23	20
		6%								
11H(高濃度)Octa-BDE	16	0	35.14	32.53	3.77	10.11	7.53	11	29	23
		0%								
11H(高濃度)Nona-BDE	16	1	18.21	17.44	2.13	6.12	4.26	12	34	24
		6%								
11H(高濃度)Deca-BDE	17	2	29.96	28.55	1.72	8.87	3.54	6	30	12
		12%								

図-1-1-1 CA z score bar chart

■11L(低濃度)Pb

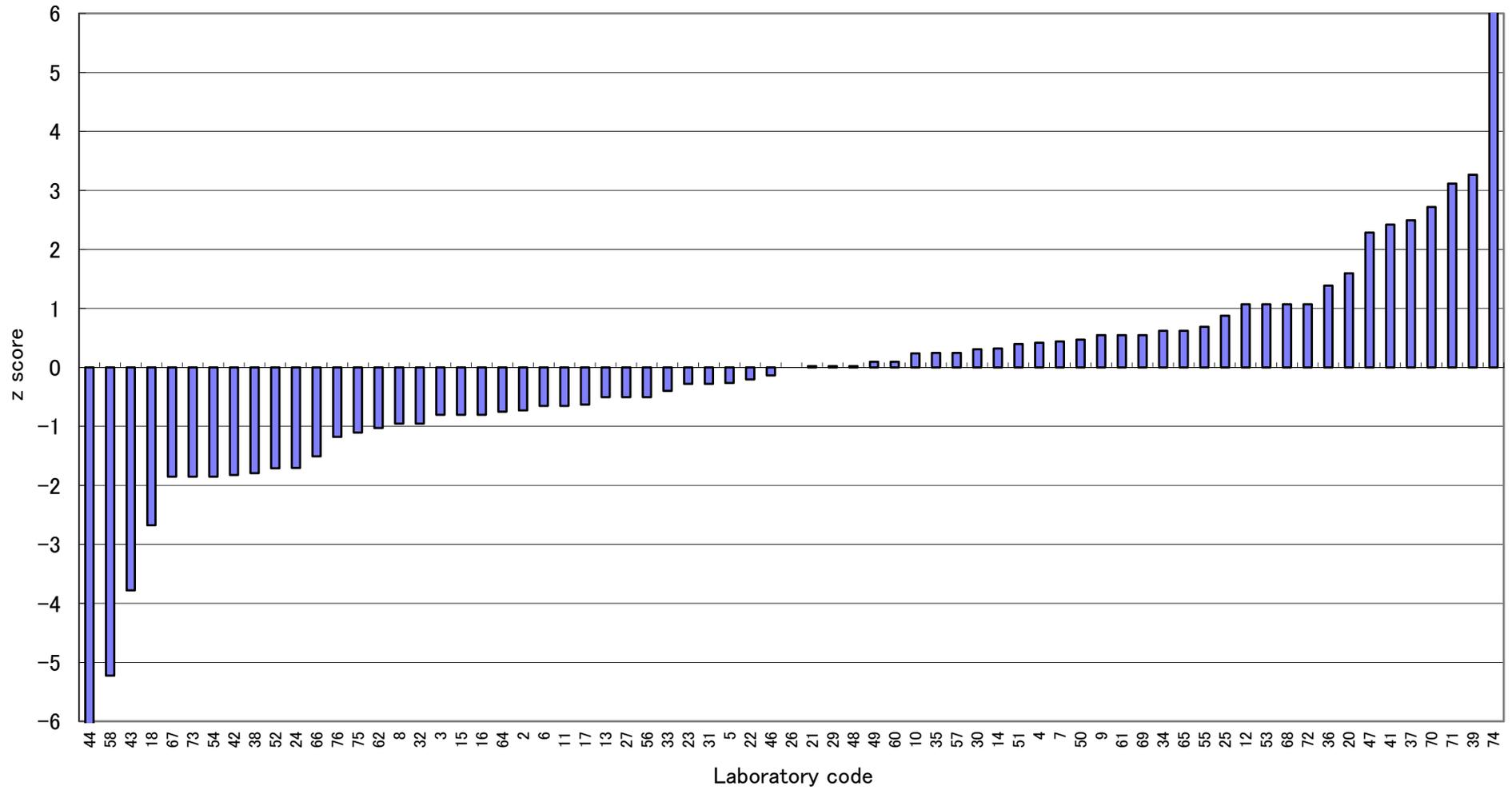
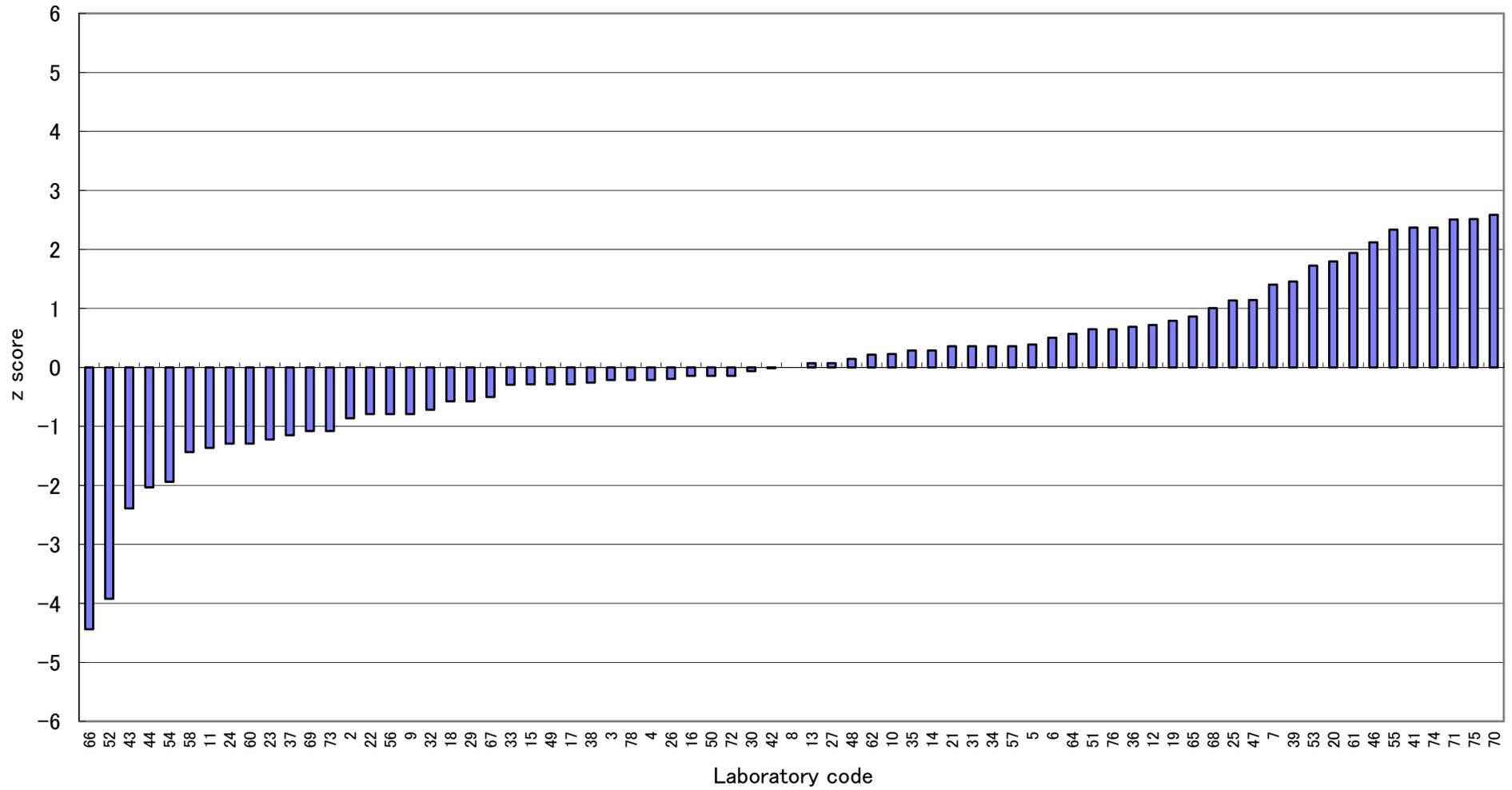


図-1-1-2 CA z score bar chart

■ 11L(低濃度)Cd



☒-1-1-3 CA z score bar chart

■ 11L(低濃度)Cr

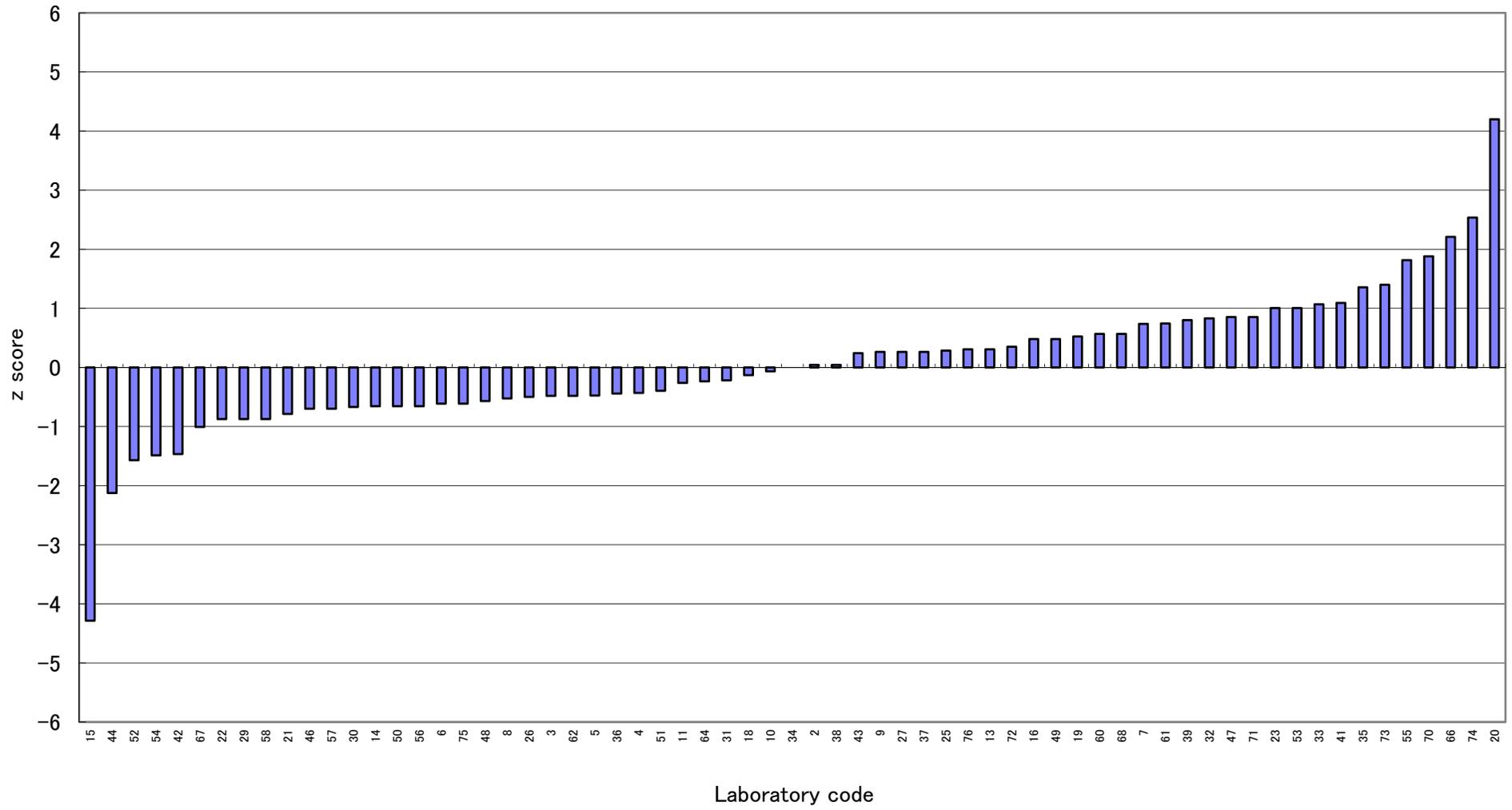


図-1-1-4 CA z score bar chart

■ 11L(低濃度)Hg

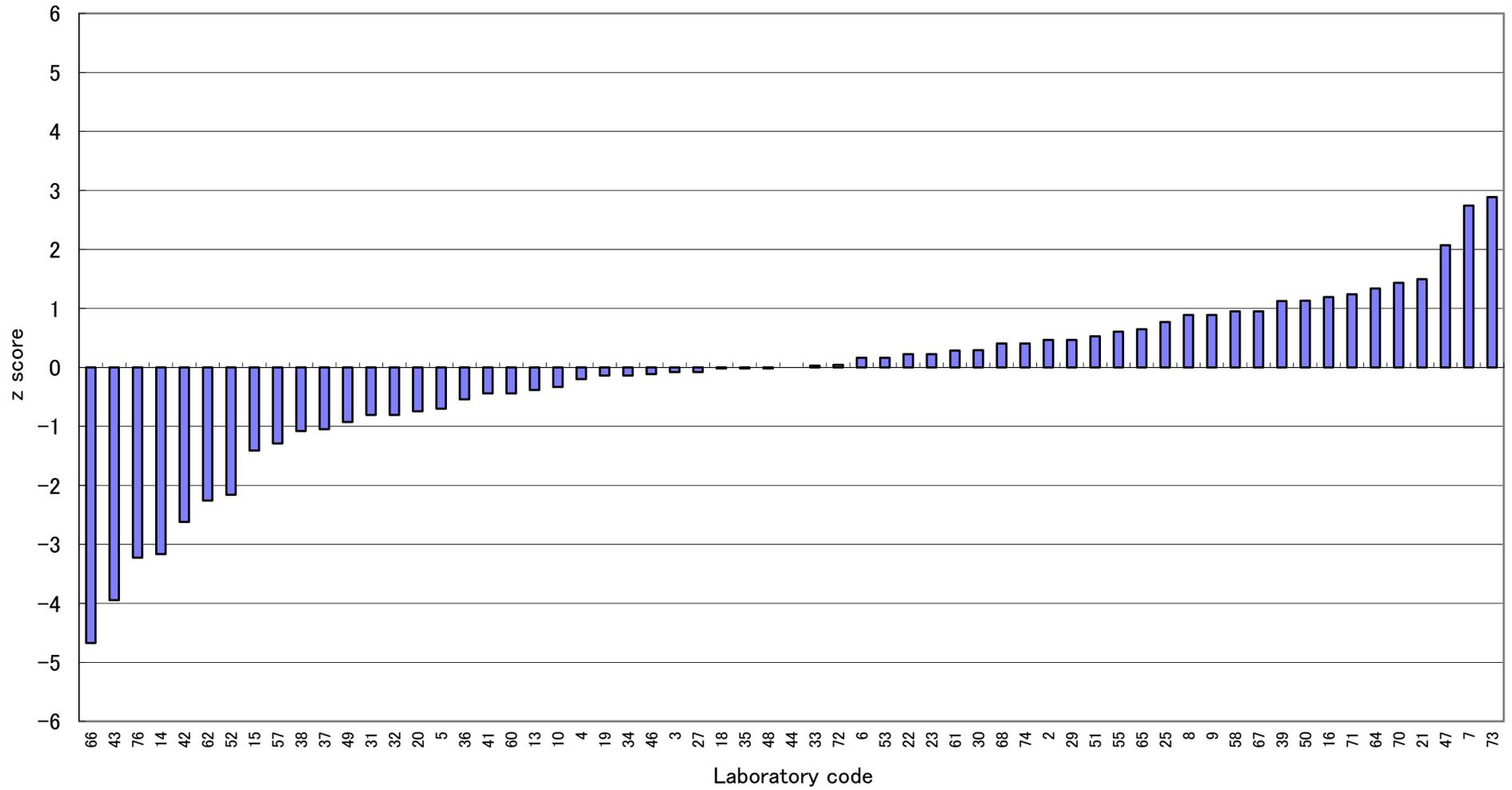


図-1-1-5 CA z score bar chart

■ 11L(低濃度)Br

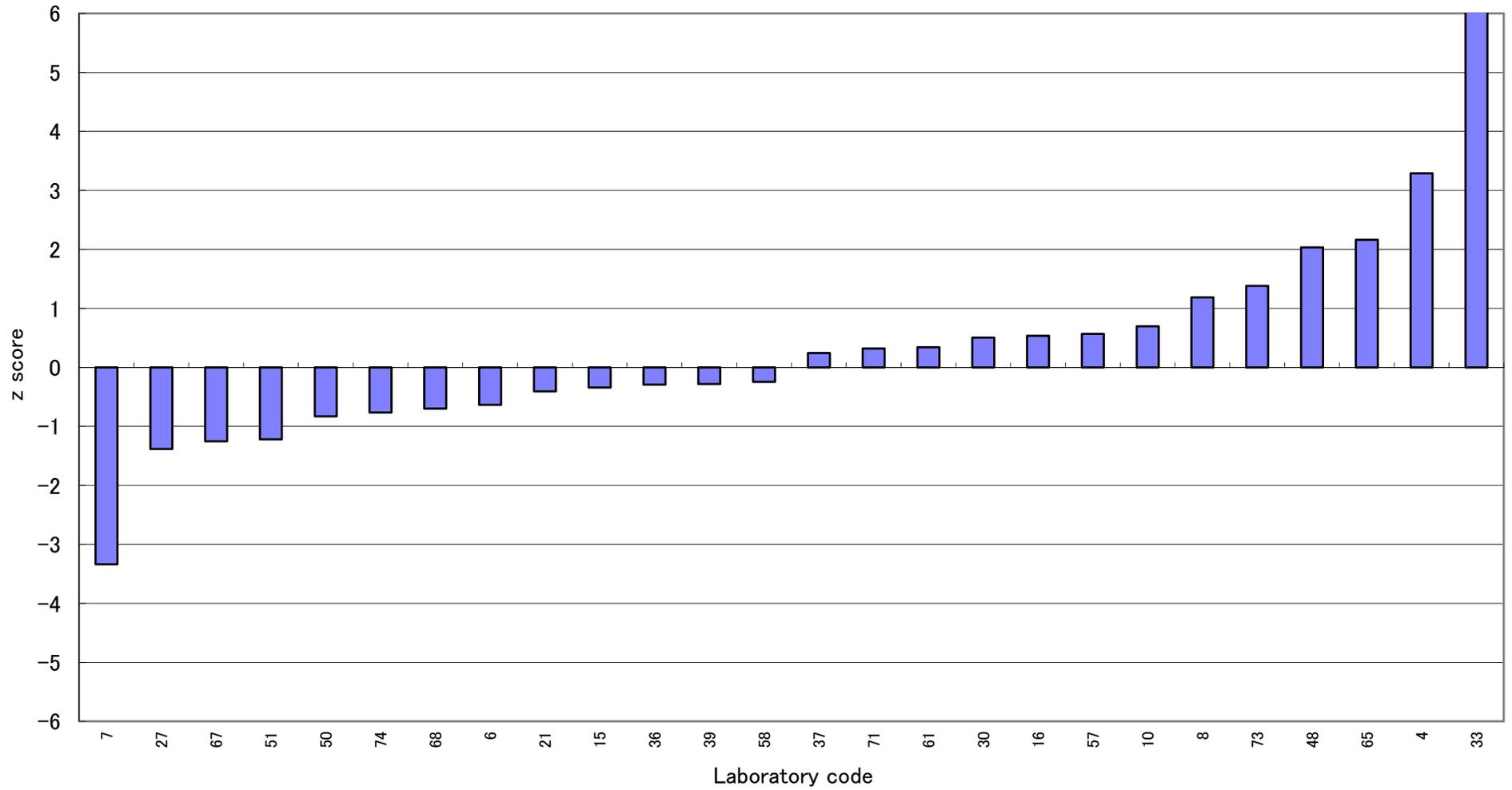


图-1-1-6 CA z score bar chart

■ 11H(高濃度)Pb

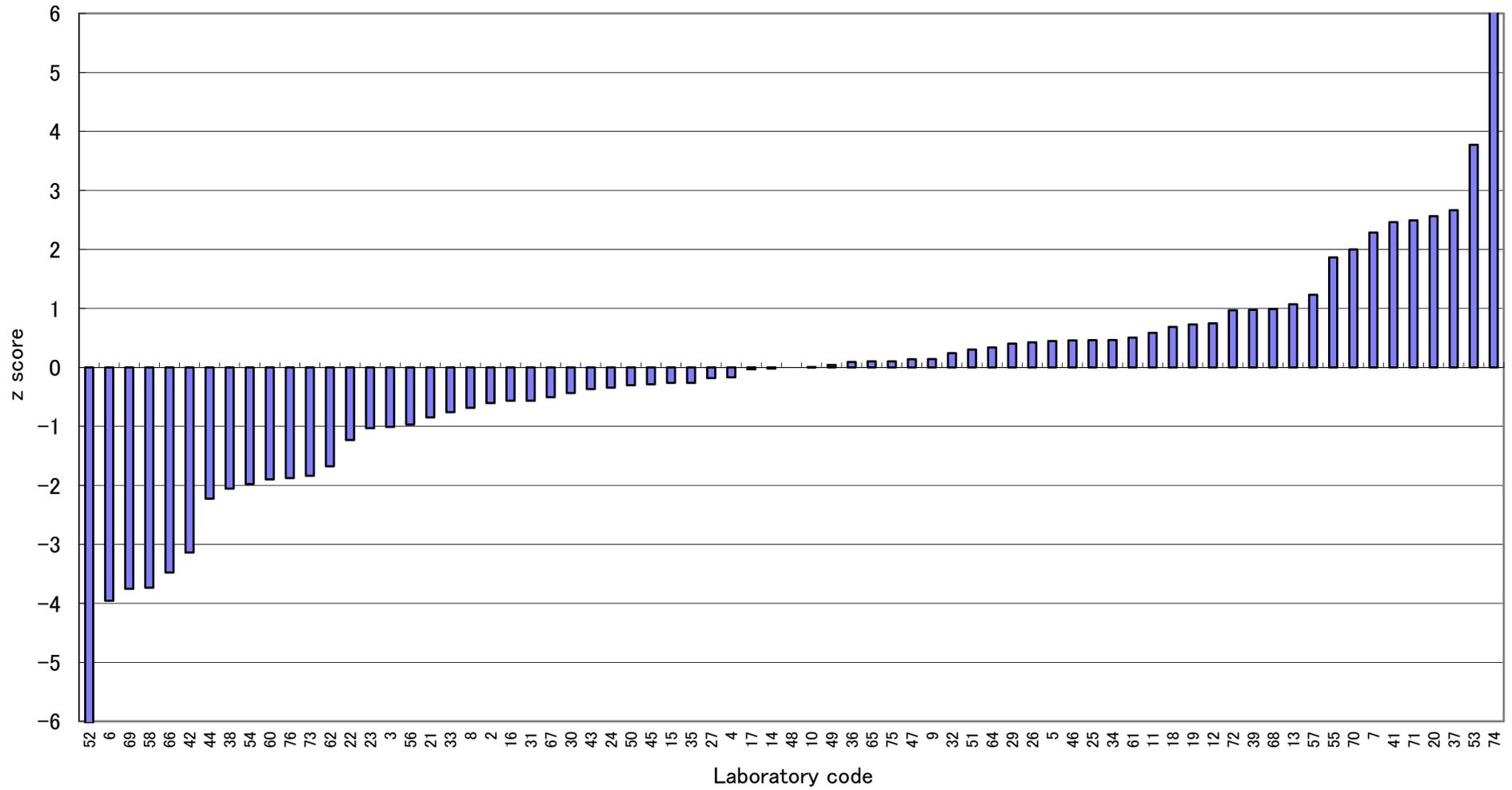


图-1-1-7 CA z score bar chart

■ 11H(高濃度)Cd

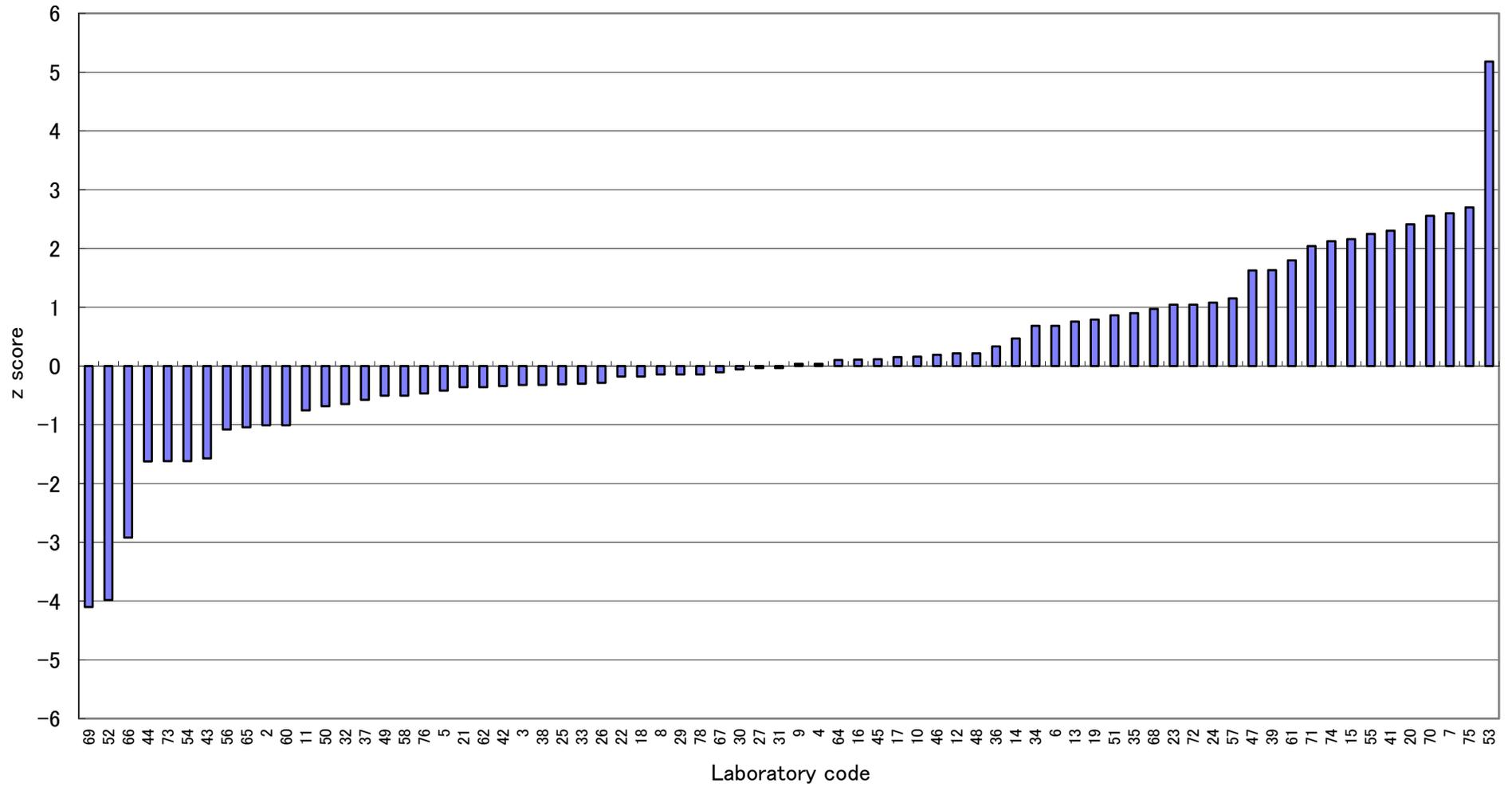


図-1-1-8 CA z score bar chart

■11H(高濃度)Cr

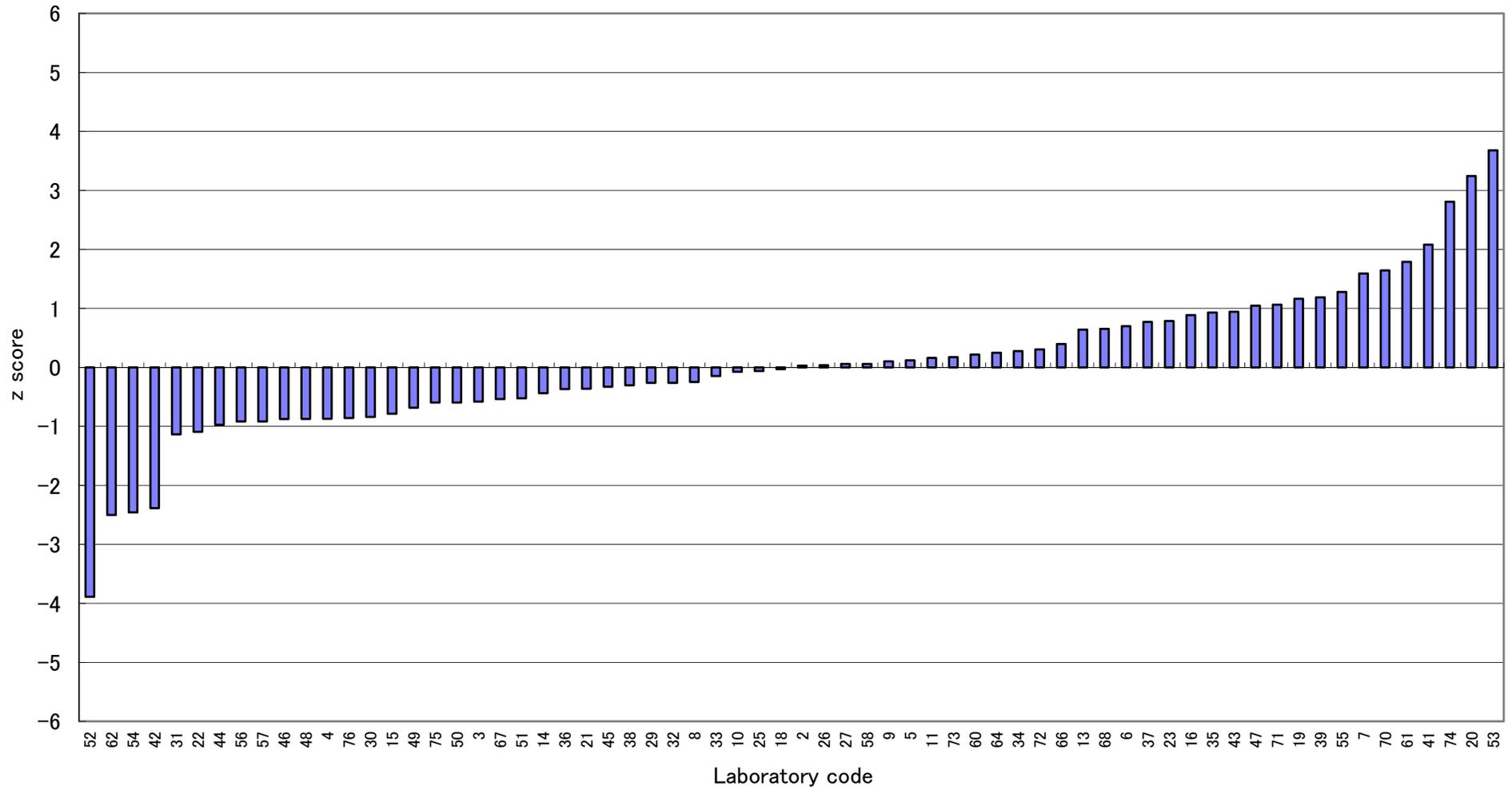


図-1-1-9 CA z score bar chart

■11H(高濃度)Hg

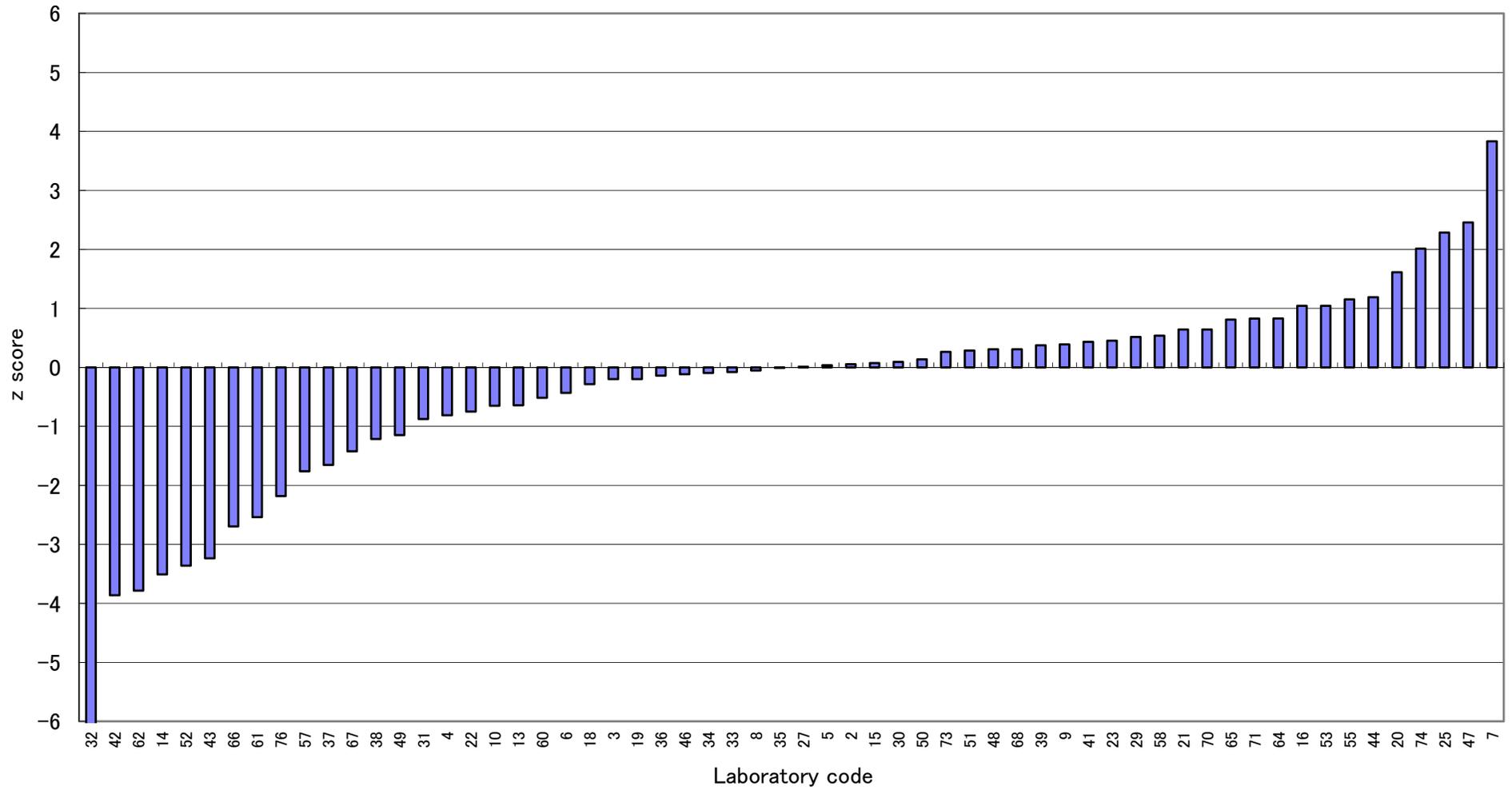
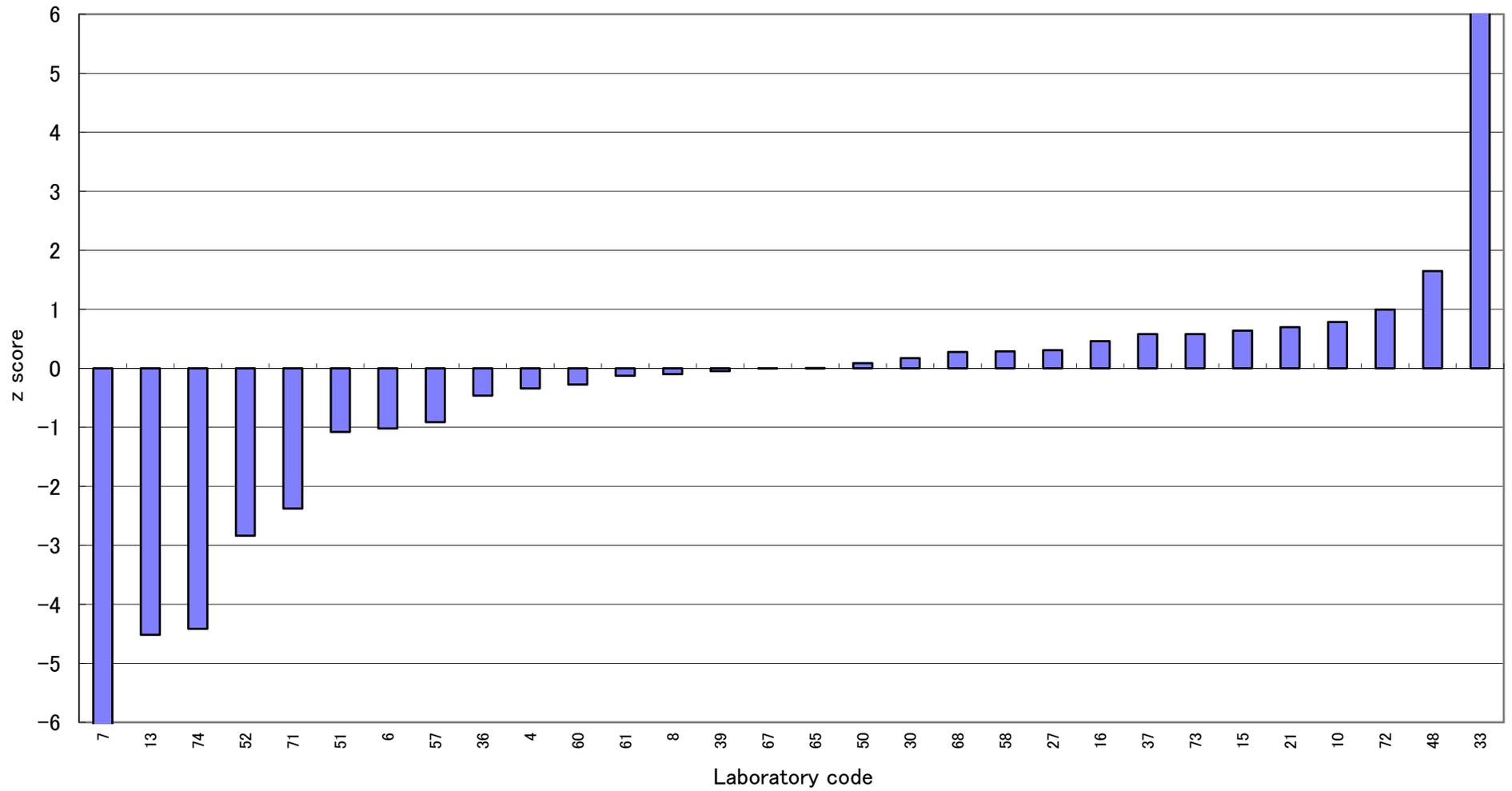


図-1-1-10 CA z score bar chart

■ 11H(高濃度) Br



☒-1-1-11 CA z score bar chart

■ 11 Cl

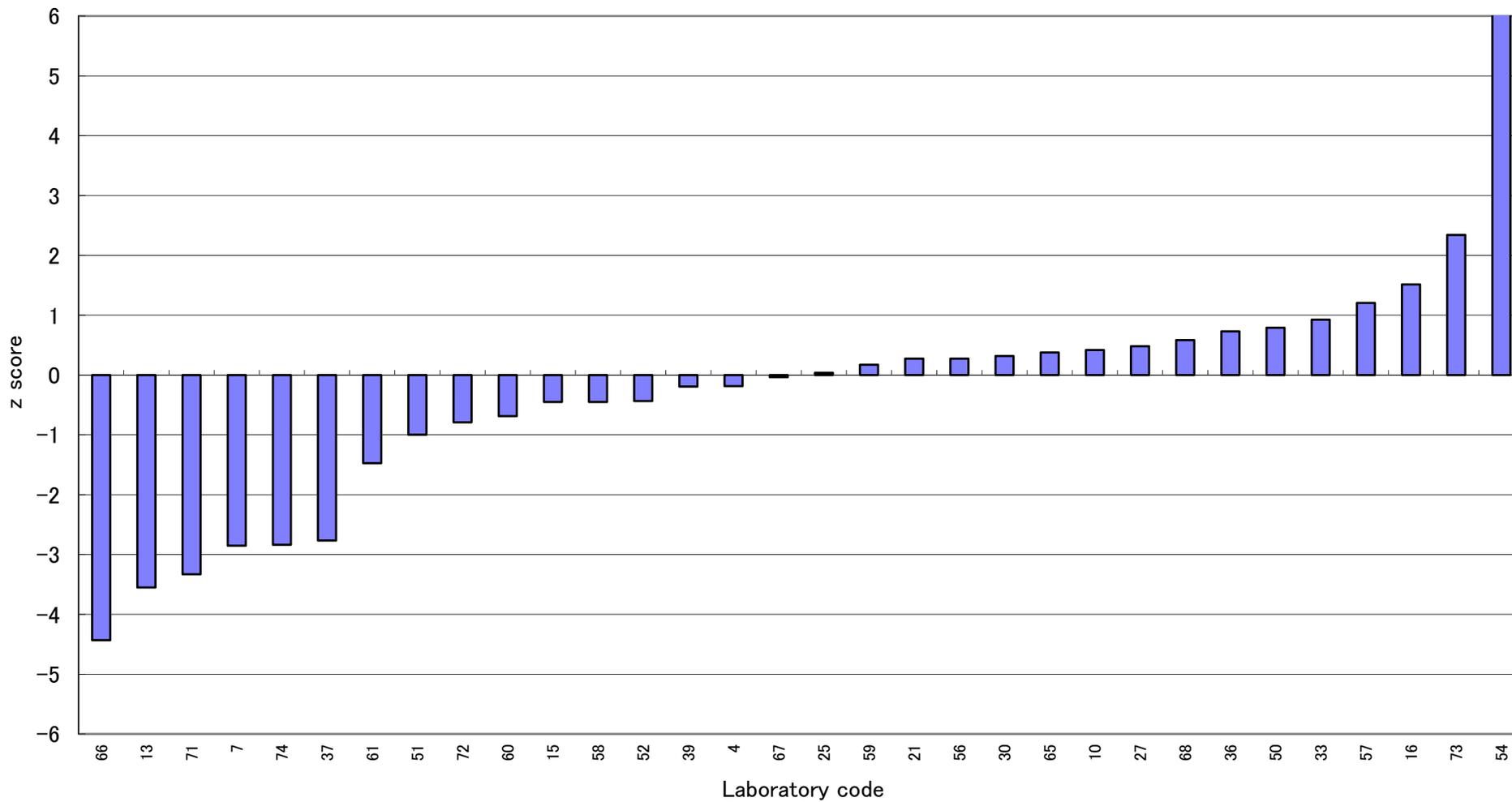


図-1-1-12 CA z score bar chart

■11H(高濃度) Hepta-BDE

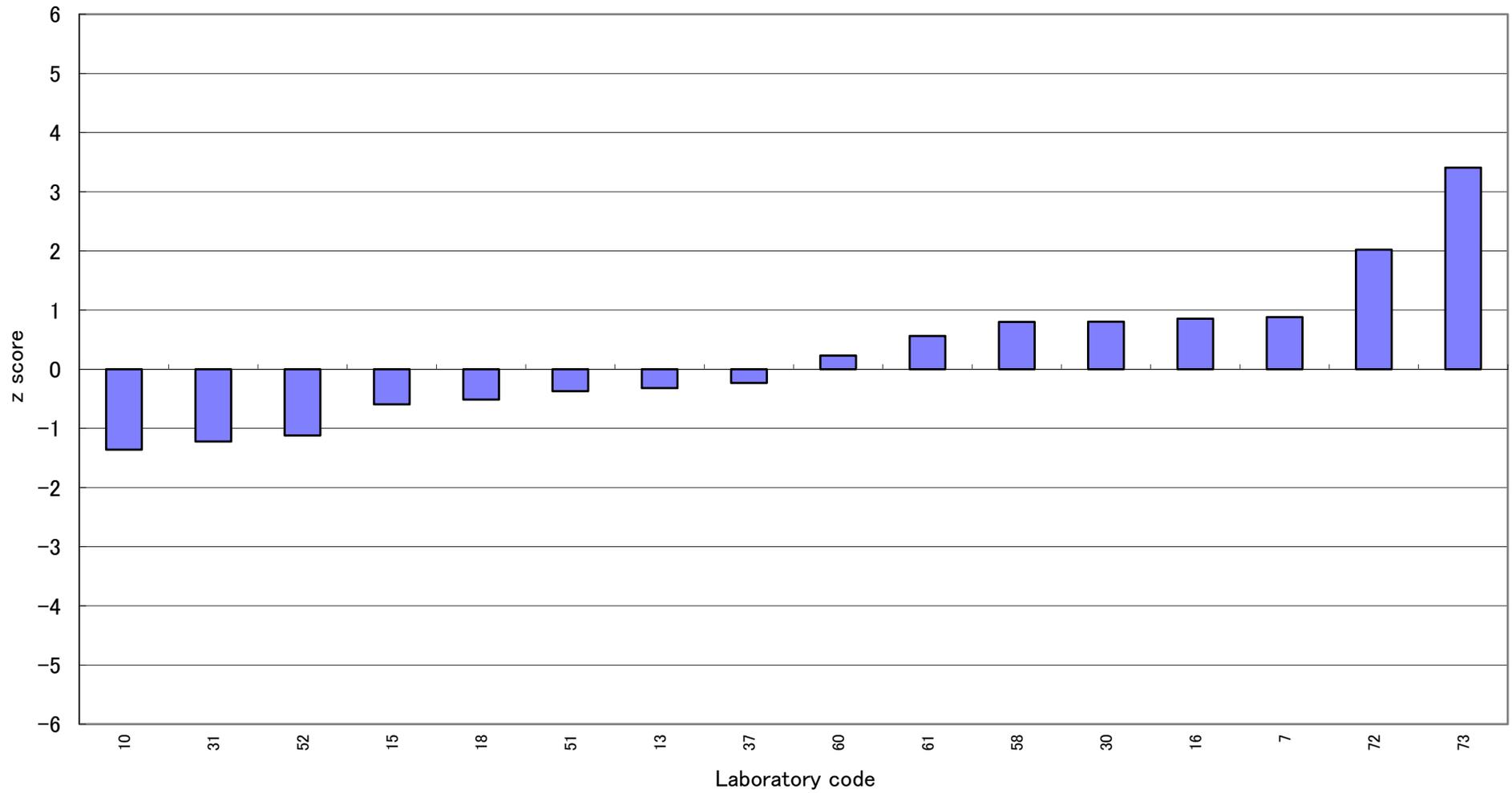


図-1-1-13 CA z score bar chart

■ 11H(高濃度) Octa-BDE

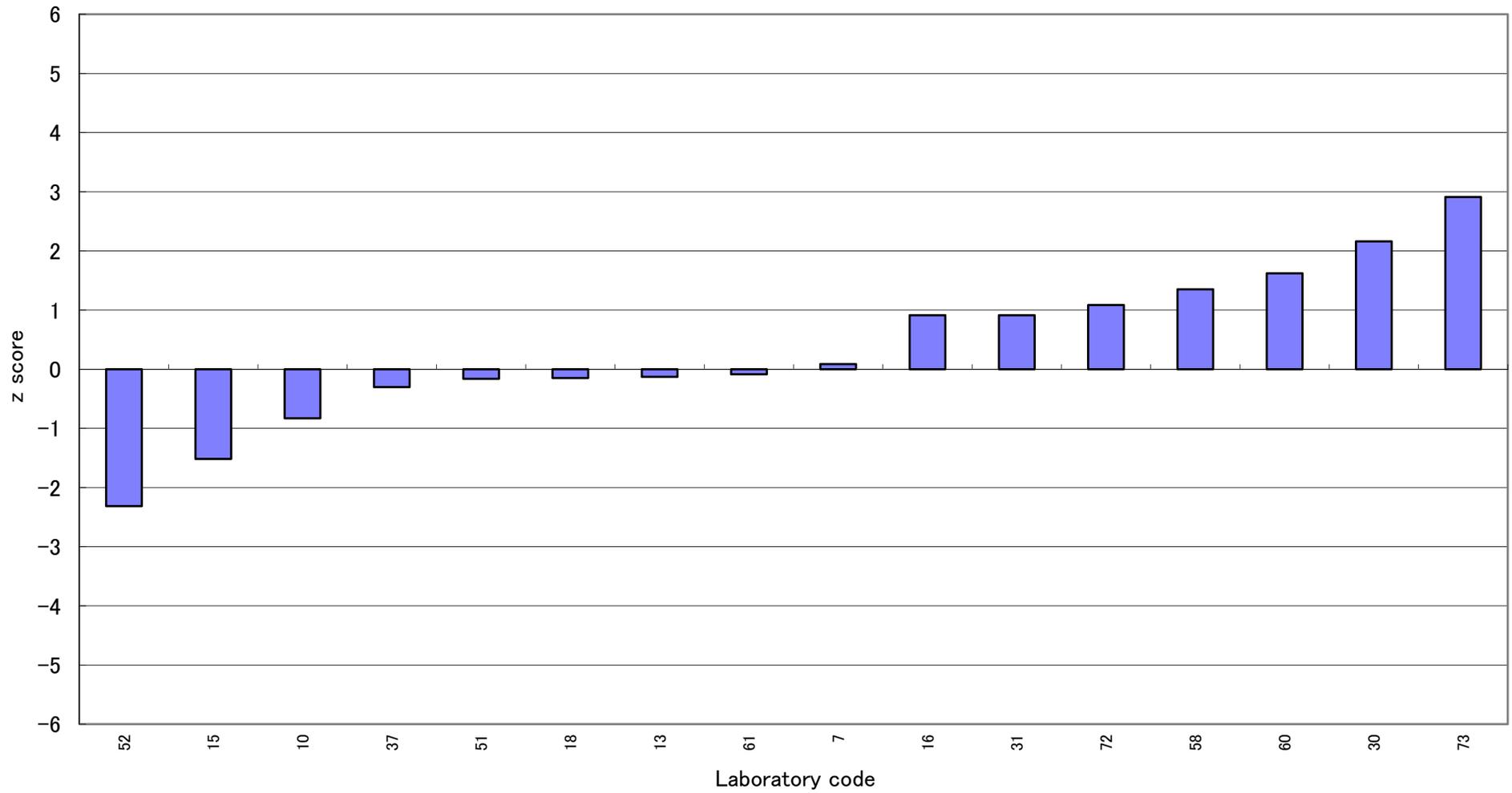


図-1-1-14 CA z score bar chart

■ 11H(高濃度) Nona-BDE

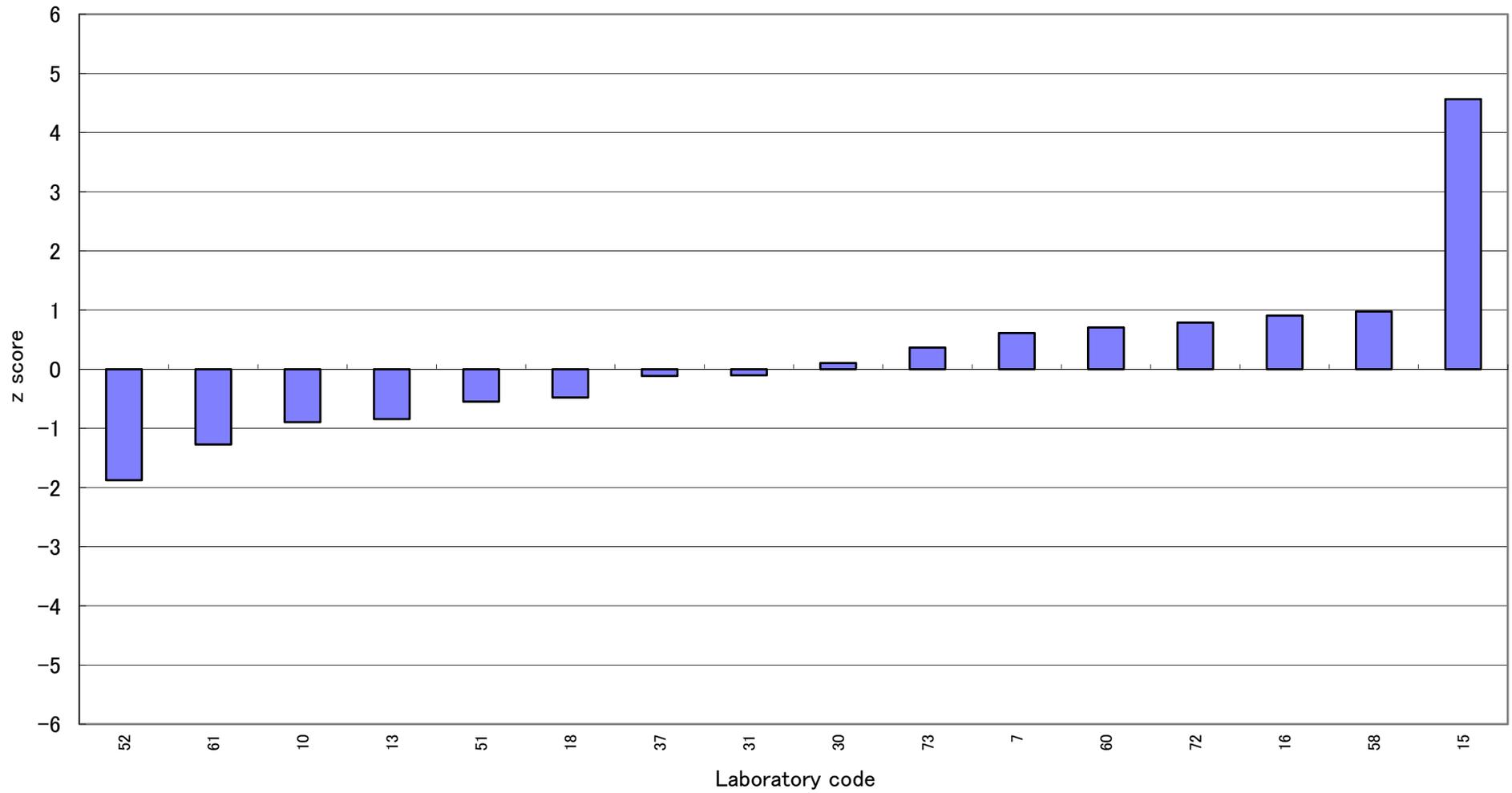


図-1-1-15 CA z score bar chart

■ 11H(高濃度) Deca-BDE

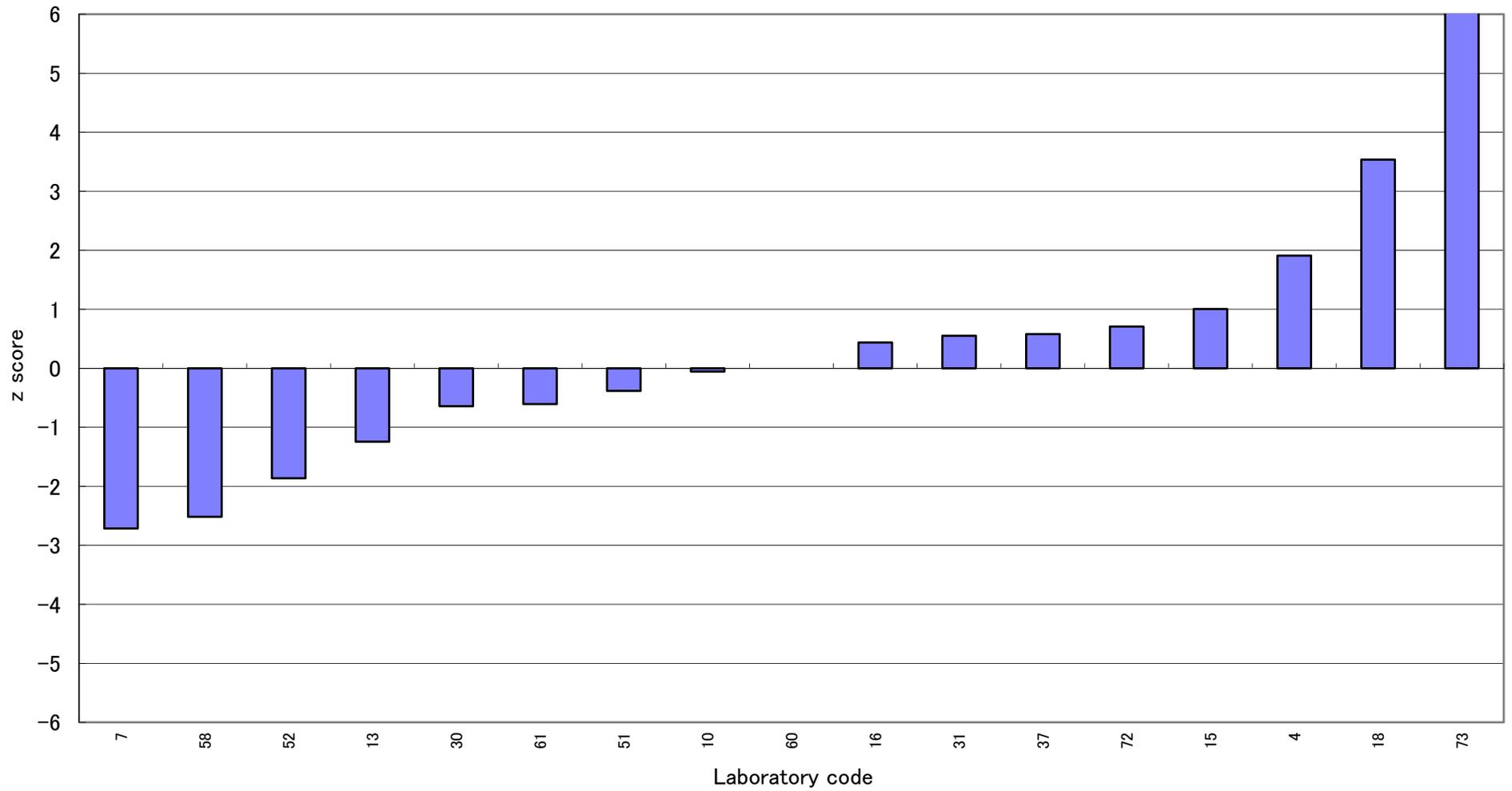


表-1-2

第11回プラスチック中有害金属成分分析 技能試験 結果(蛍光X線分析)

試験所番号	4	5	7	8	13	17	18	19	20	25	27	28	30	32	33	34	39	40
11LX(低濃度) Pb	89.72	87.30	91.67	91.40	92.50	92.00	90.60	93.45	81.90	92.10	91.15	89.90	93.42	80.25	88.35	93.35	91.04	92.20
robust z score	-0.628	-1.528	0.101	0.000	0.410	0.224	-0.298	0.764	-3.541	0.261	-0.093	-0.558	0.751	-4.155	-1.137	0.727	-0.135	0.298
									#					#				
11LX(低濃度) Cd	45.21	45.60	44.83	42.25	45.55	46.05	30.90	45.50	39.85	44.88	44.40	45.72	45.09	49.75	46.20	46.15	49.23	44.75
robust z score	-0.297	0.043	-0.624	-2.840	0.000	0.430	-12.608	-0.043	-4.905	-0.577	-0.990	0.149	-0.396	3.614	0.559	0.516	3.165	-0.688
							#		#					#			#	
11LX(低濃度) Cr	93.79	91.40	92.63	92.30	89.35		83.15	91.50	78.70	93.17	94.10	89.77	92.23	74.50	96.75	94.90	87.35	91.50
robust z score	0.383	-0.217	0.092	0.009	-0.732		-2.290	-0.192	-3.408	0.226	0.461	-0.627	-0.009	-4.463	1.127	0.662	-1.235	-0.192
									#					#				
11LX(低濃度) Hg	58.19	59.05	59.24	57.85	57.65			61.10	55.00	63.05	59.25	60.10	57.88	53.25	61.00	58.10	56.11	58.15
robust z score	-0.446	-0.084	-0.004	-0.587	-0.670			0.775	-1.780	1.592	0.000	0.358	-0.574	-2.514	0.733	-0.482	-1.316	-0.461
11LX(低濃度) Br	98.96	92.35	104.13	88.90	100.50			102.00	89.70		98.70	98.09	97.37	164.00	110.05	88.00	109.75	80.10
robust z score	0.019	-0.961	0.785	-1.472	0.248			0.470	-1.353		-0.019	-0.110	-0.216	9.661	1.663	-1.605	1.619	-2.777
														#				
11HX(高濃度) Pb	133.07	124.70	131.39	133.50	130.50		133.50	138.00	117.50	134.15	130.00	129.59	137.24	115.00	127.65	135.00	133.41	132.90
robust z score	0.380	-1.340	0.035	0.469	-0.148		0.469	1.394	-2.820	0.602	-0.251	-0.335	1.236	-3.334	-0.734	0.777	0.450	0.345
														#				
11HX(高濃度) Cd	152.05	159.55	148.93	148.00	152.50		129.00	148.50	142.60	148.43	144.50	146.15	151.60	156.00	158.05	153.50	156.63	145.95
robust z score	0.195	1.360	-0.289	-0.433	0.266		-3.382	-0.355	-1.271	-0.366	-0.976	-0.720	0.125	0.809	1.127	0.421	0.907	-0.751
							#											
11HX(高濃度) Cr	193.69	185.70	186.99	191.00	193.50		190.00	195.50	151.40	192.06	198.00	184.82	192.60	163.50	199.30	197.00	192.94	194.20
robust z score	0.391	-1.035	-0.804	-0.089	0.357		-0.268	0.713	-7.153	0.099	1.159	-1.192	0.196	-4.994	1.391	0.981	0.257	0.482
									#					#				
11HX(高濃度) Hg	104.70	107.65	105.80	107.50	101.50			107.50	98.70	110.65	100.00	103.88	108.48	92.70	108.80	102.50	97.50	101.25
robust z score	0.058	0.666	0.285	0.635	-0.599			0.635	-1.175	1.282	-0.907	-0.110	0.835	-2.409	0.902	-0.393	-1.422	-0.650
11HX(高濃度) Br	211.24	192.35	208.71	200.00	209.50			203.50	189.25		199.50	209.90	212.28	366.00	234.90	198.00	215.27	179.80
robust z score	0.318	-1.658	0.053	-0.858	0.136			-0.492	-1.982		-0.910	0.177	0.427	16.507	2.793	-1.067	0.739	-2.971
														#				

表-1-2

第11回プラスチック中有害金属成分分析 技能試験 結果(蛍光X線分析)

試験所番号	42	44	45	50	51	55	57	60	61	62	63	70	71	73	75	77	79
11LX(低濃度) Pb	114.90	86.75	94.36	91.00	96.45	96.18	91.55	89.60	79.50	81.25	83.50	89.50	92.99	91.90	89.60	101.18	101.50
robust z score	8.758	-1.733	1.103	-0.149	1.882	1.781	0.056	-0.671	-4.435	-3.783	-2.944	-0.708	0.592	0.186	-0.671	3.645	3.764
	#								#	#						#	#
11LX(低濃度) Cd	50.30	49.10	45.43	43.15	45.00	44.46	45.95	46.40	47.00	44.90	47.50	47.10	45.97	44.05	46.60	46.31	41.90
robust z score	4.088	3.055	-0.099	-2.065	-0.473	-0.938	0.344	0.732	1.248	-0.559	1.678	1.334	0.358	-1.291	0.904	0.654	-3.141
	#	#															#
11LX(低濃度) Cr	81.50	95.75	87.00	94.60	98.45	93.12	91.60	91.10	84.00	98.60	85.00	94.10	95.44	94.90	91.60	95.99	97.40
robust z score	-2.704	0.875	-1.323	0.587	1.554	0.214	-0.167	-0.293	-2.076	1.591	-1.825	0.461	0.799	0.662	-0.167	0.935	1.290
11LX(低濃度) Hg	72.19	59.70	60.30	60.05	64.85	61.41	59.70	60.20	52.00	56.75	49.00	61.30	62.58	58.05	58.30	61.22	69.20
robust z score	5.421	0.189	0.441	0.335	2.346	0.905	0.189	0.398	-3.037	-1.047	-4.294	0.859	1.395	-0.503	-0.398	0.823	4.168
	#								#		#						#
11LX(低濃度) Br	144.05	101.40	107.06	97.95	110.00	84.00	95.00	102.00	104.00	96.45	96.50	100.00	98.64	108.70	92.00	94.73	99.95
robust z score	6.703	0.381	1.220	-0.130	1.656	-2.199	-0.568	0.470	0.766	-0.353	-0.345	0.173	-0.028	1.463	-1.012	-0.609	0.166
	#																
11HX(高濃度) Pb	154.80	131.05	131.62	131.00	140.50	138.50	130.85	129.50	114.00	119.05	123.50	128.00	135.53	128.90	128.00	145.12	142.00
robust z score	4.847	-0.035	0.082	-0.045	1.908	1.496	-0.076	-0.354	-3.540	-2.502	-1.587	-0.662	0.885	-0.477	-0.662	2.857	2.216
	#								#								
11HX(高濃度) Cd	174.65	155.25	143.42	149.50	146.50	146.75	152.65	150.50	155.00	156.30	159.00	163.00	151.08	132.90	150.00	155.26	143.50
robust z score	3.703	0.692	-1.144	-0.200	-0.666	-0.627	0.289	-0.045	0.654	0.855	1.274	1.895	0.045	-2.777	-0.122	0.693	-1.131
	#																
11HX(高濃度) Cr	167.75	196.45	184.80	191.00	204.00	192.60	187.75	189.00	174.50	198.80	180.50	190.00	194.14	189.10	192.00	199.48	186.50
robust z score	-4.236	0.883	-1.195	-0.089	2.230	0.196	-0.669	-0.446	-3.032	1.302	-1.962	-0.268	0.471	-0.428	0.089	1.423	-0.892
	#								#								
11HX(高濃度) Hg	127.25	103.30	104.41	103.00	115.00	103.70	105.70	105.00	95.50	100.25	88.50	107.00	108.00	99.40	101.00	107.56	118.50
robust z score	4.696	-0.229	0.000	-0.291	2.177	-0.147	0.265	0.121	-1.833	-0.856	-3.272	0.532	0.737	-1.031	-0.702	0.647	2.897
	#										#						
11HX(高濃度) Br	284.90	208.40	231.66	207.50	227.50	193.40	208.85	206.50	240.50	201.55	208.00	207.00	206.27	222.90	200.00	200.18	212.00
robust z score	8.023	0.021	2.454	-0.073	2.019	-1.548	0.068	-0.178	3.379	-0.696	-0.021	-0.126	-0.202	1.538	-0.858	-0.839	0.398
	#								#								

表-2-2

第11回プラスチック中有害金属成分分析 技能試験 統計計算結果(蛍光X線分析)

	<i>N</i>	$ z \geq 3$	<i>average</i>	<i>median</i>	<i>U95%*</i>	<i>SD</i>	<i>NIQR</i>	<i>U95%*CV%</i>	<i>CV%clas</i>	<i>CV%rob</i>
11LX(低濃度) Pb	35	7	91.257	91.400	0.907	6.439	2.683	1.0	7.1	2.9
		20%								
11LX(低濃度) Cd	35	7	45.229	45.550	0.393	3.251	1.162	0.9	7.2	2.6
		20%								
11LX(低濃度) Cr	34	2	91.095	92.265	1.365	5.600	3.981	1.5	6.1	4.3
		6%								
11LX(低濃度) Hg	33	4	59.447	59.250	0.831	4.277	2.387	1.4	7.2	4.0
		12%								
11LX(低濃度) Br	32	2	101.719	98.830	2.385	15.711	6.746	2.3	15.4	6.8
		6%								
11HX(高濃度) Pb	34	3	131.441	131.220	1.669	8.152	4.865	1.3	6.2	3.7
		9%								
11HX(高濃度) Cd	34	2	150.799	150.789	2.210	8.153	6.443	1.5	5.4	4.3
		6%								
11HX(高濃度) Cr	34	4	188.840	191.500	1.923	10.731	5.606	1.0	5.7	2.9
		12%								
11HX(高濃度) Hg	33	2	104.611	104.413	1.693	7.112	4.863	1.6	6.8	4.7
		6%								
11HX(高濃度) Br	32	3	215.541	208.200	3.380	33.186	9.560	1.6	15.4	4.6
		9%								

図-1-2-1 XRF z score bar chart

■11LX(低濃度) Pb

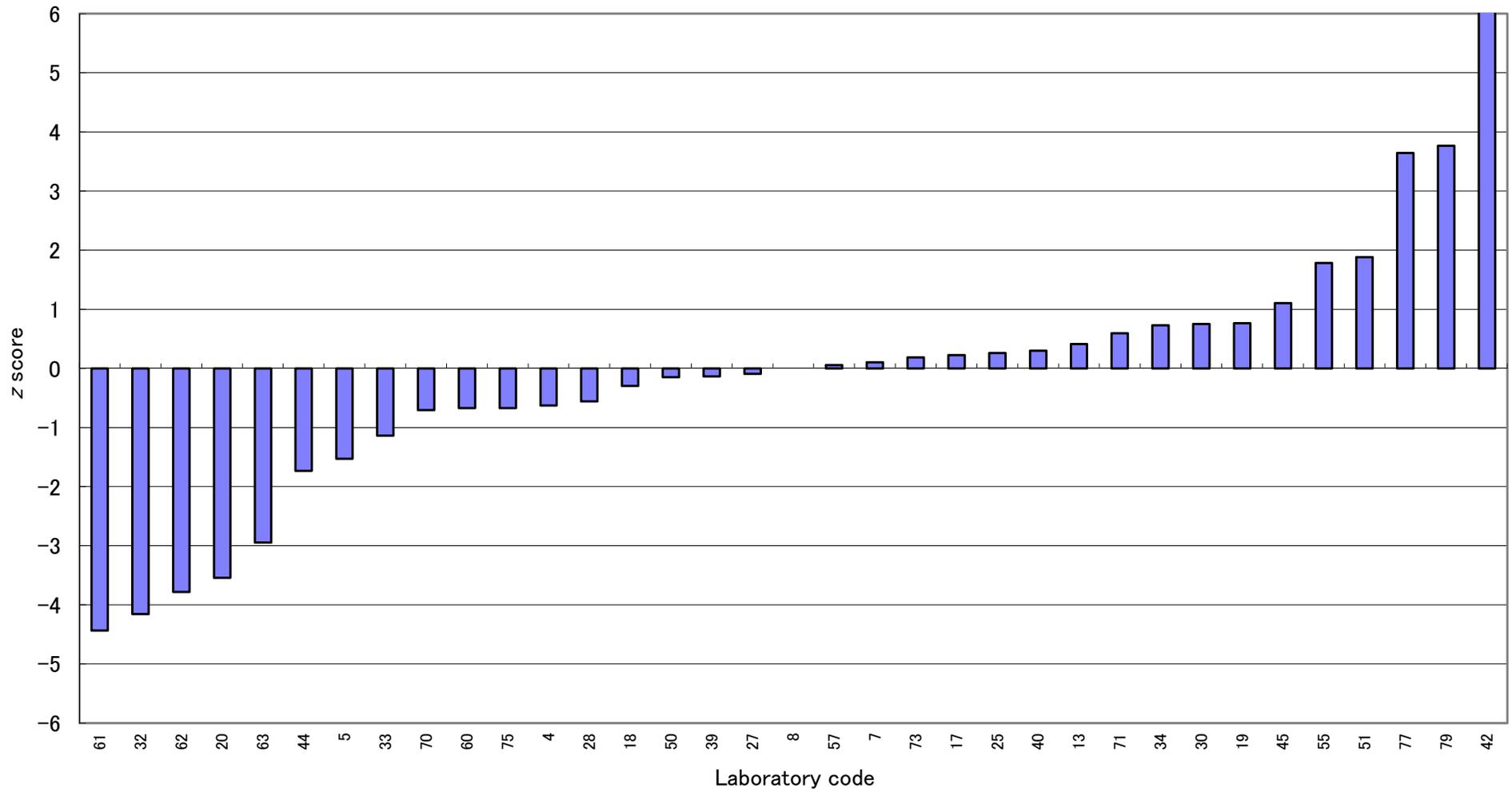


図-1-2-2 XRF z score bar chart

■11LX(低濃度) Cd

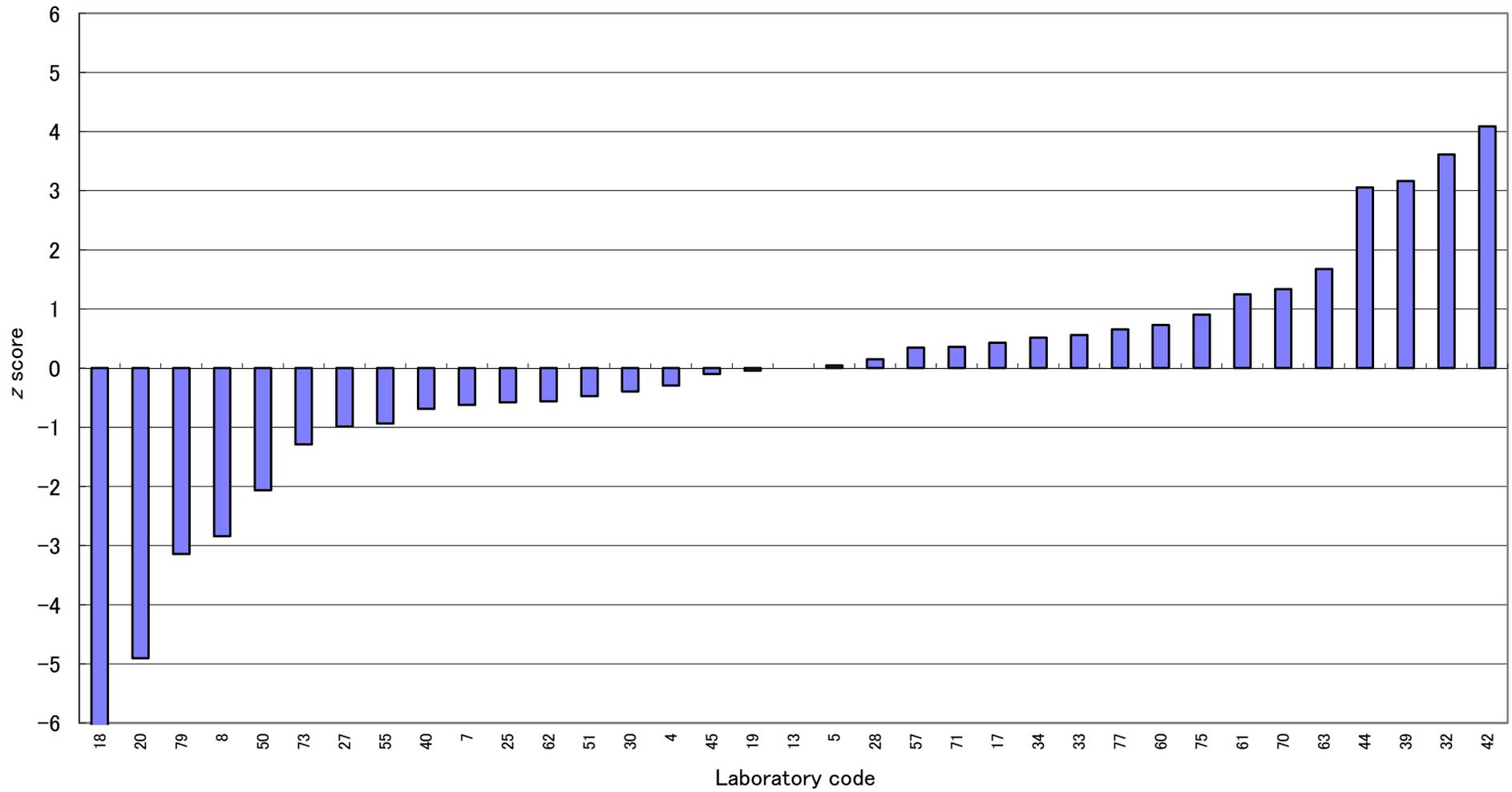


図-1-2-3 XRF z score bar chart

■11LX(低濃度) Cr

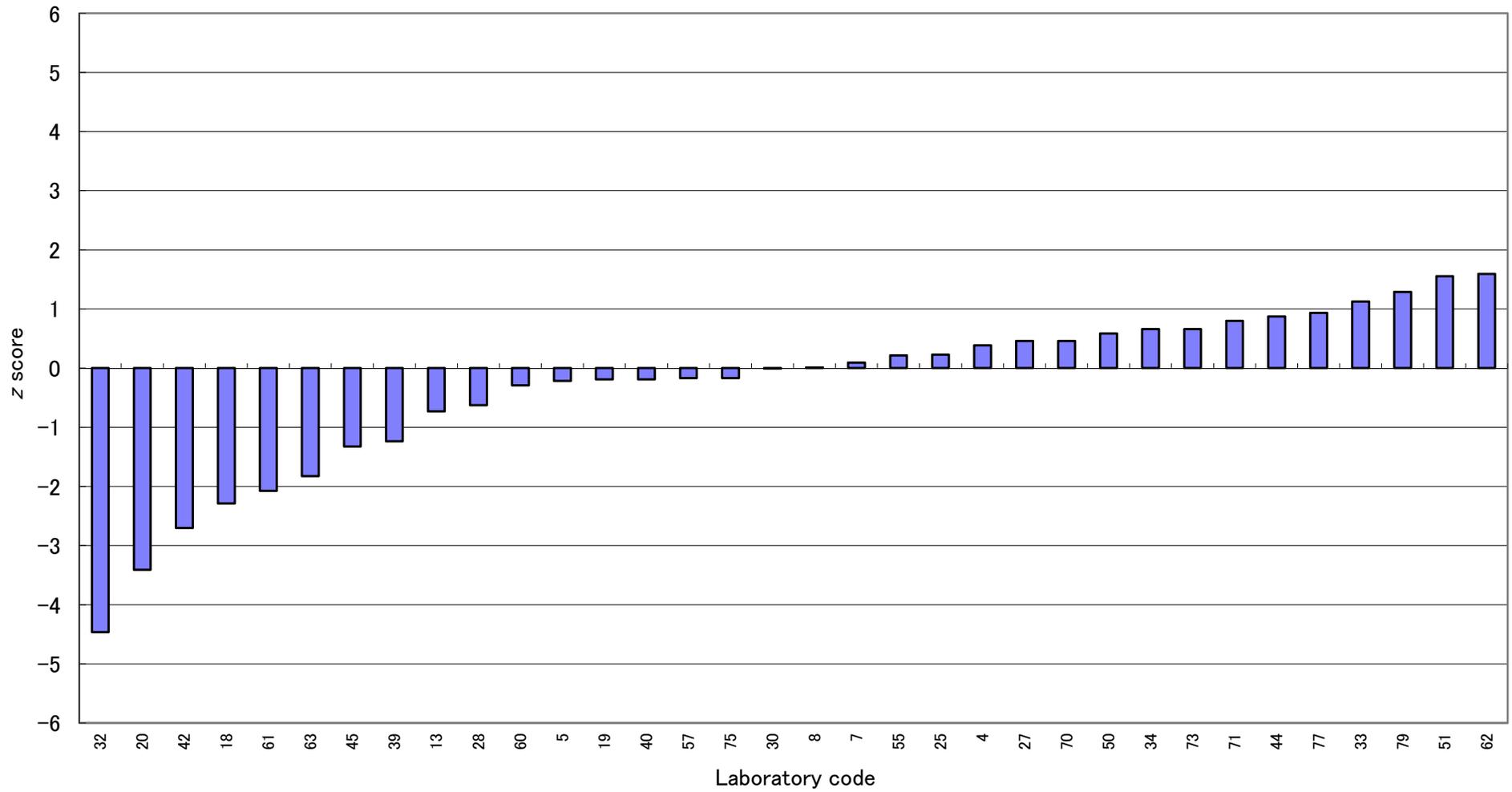


図-1-2-4 XRF z score bar chart

■11LX(低濃度) Hg

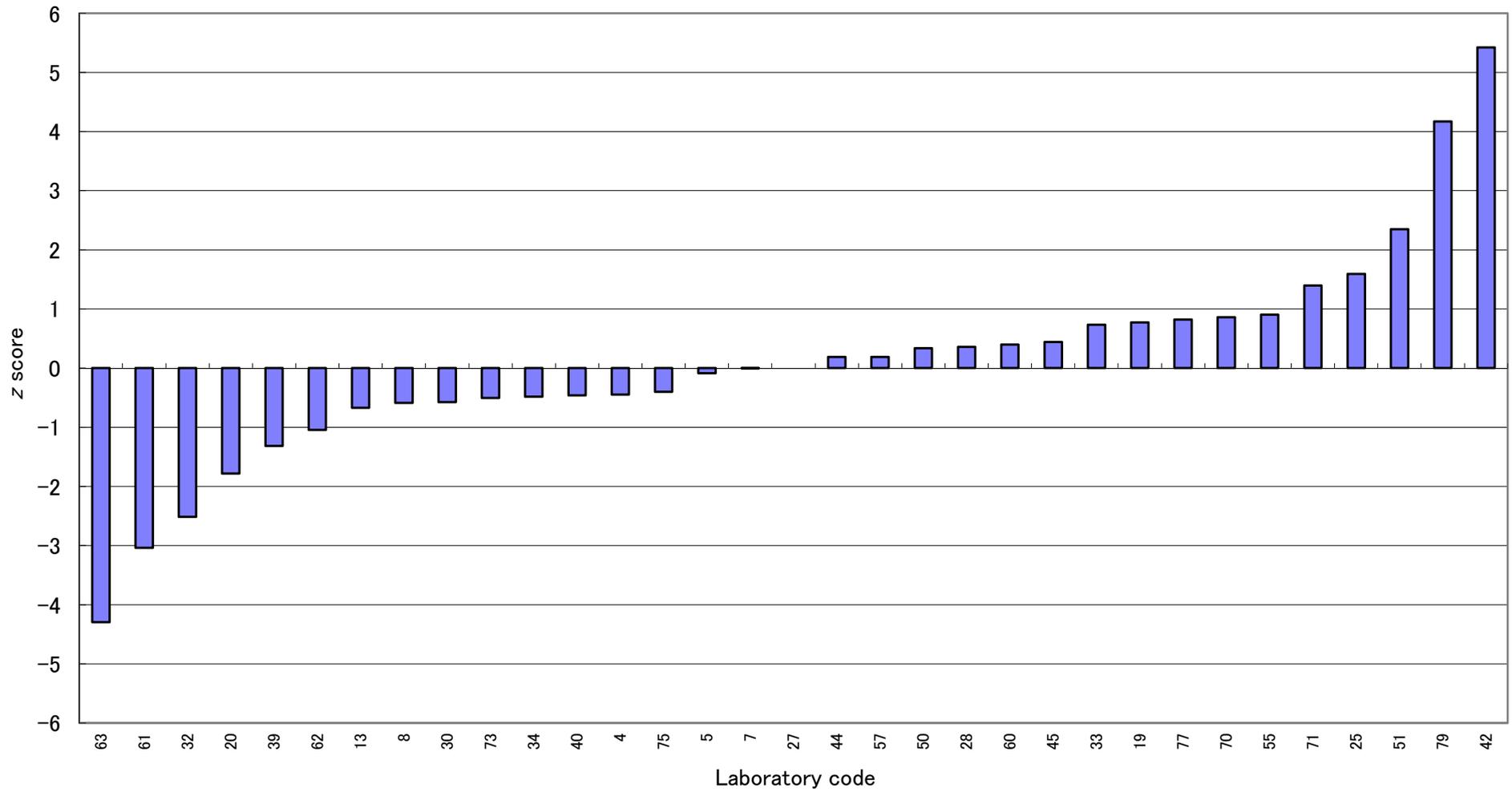


図-1-2-5 XRF z score bar chart

■11LX(低濃度) Br

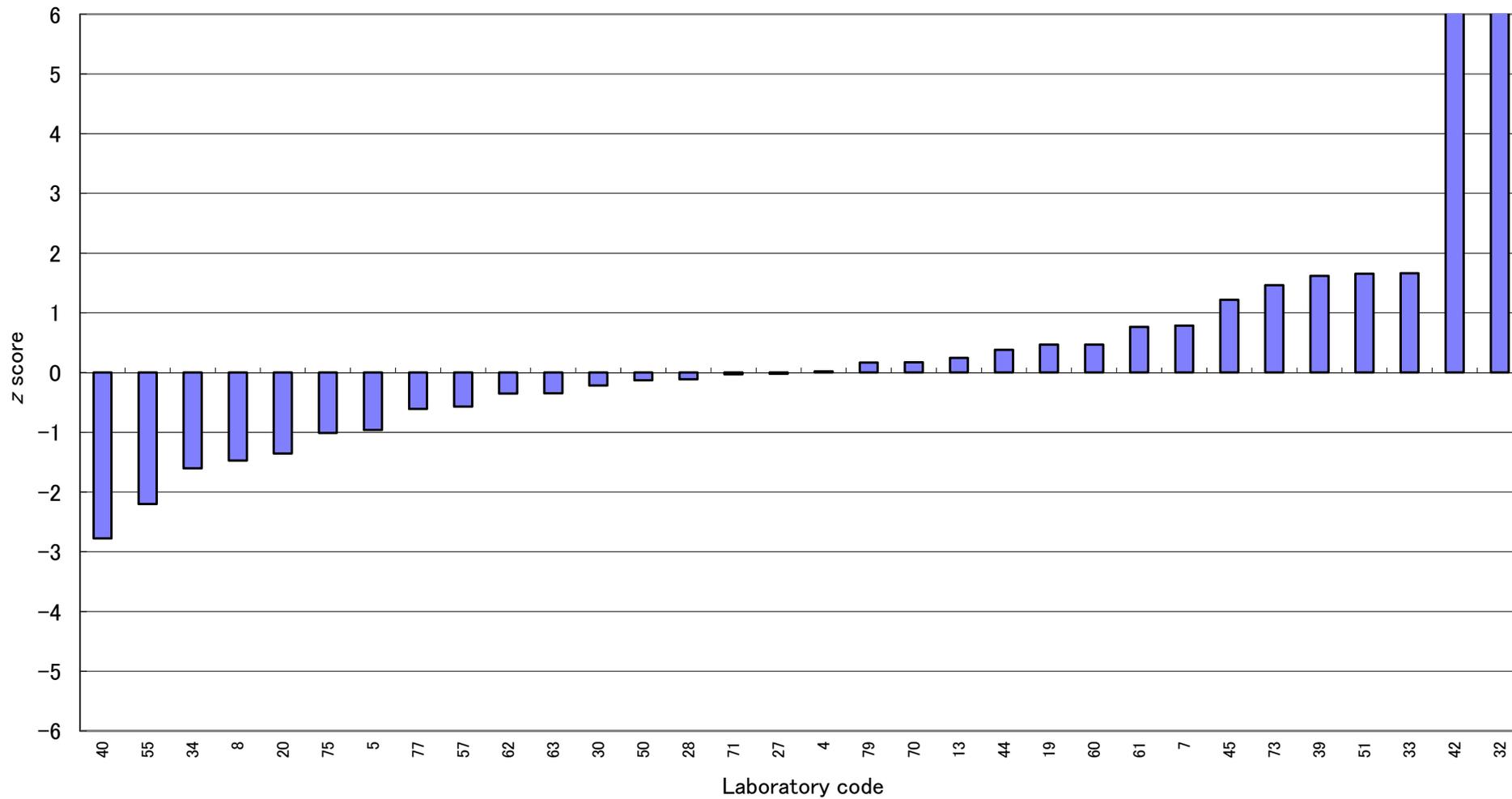


図-1-2-6 XRF z score bar chart

■11HX(高濃度) Pb

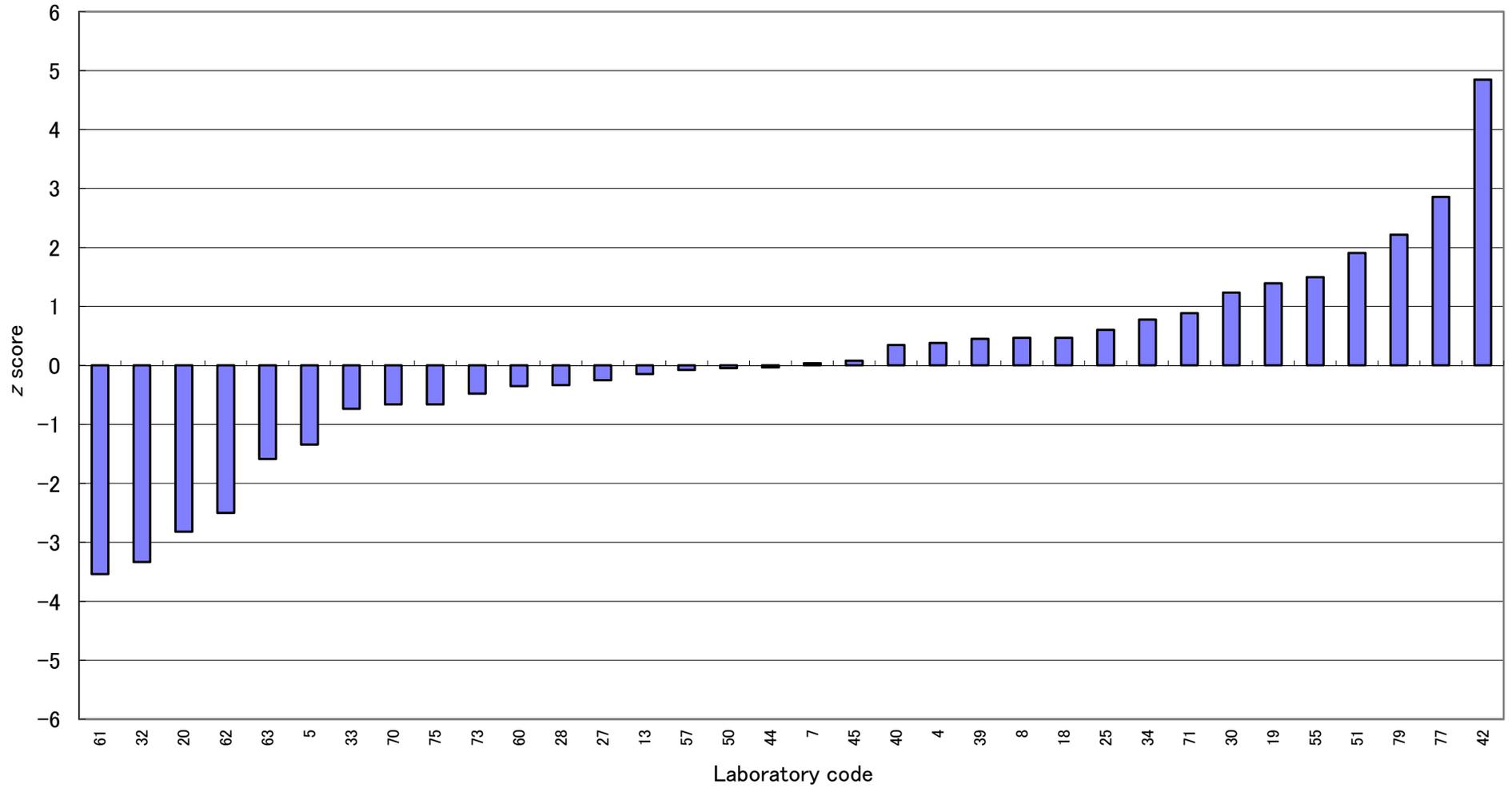


図-1-2-7 XRF z score bar chart

■11HX(高濃度) Cd

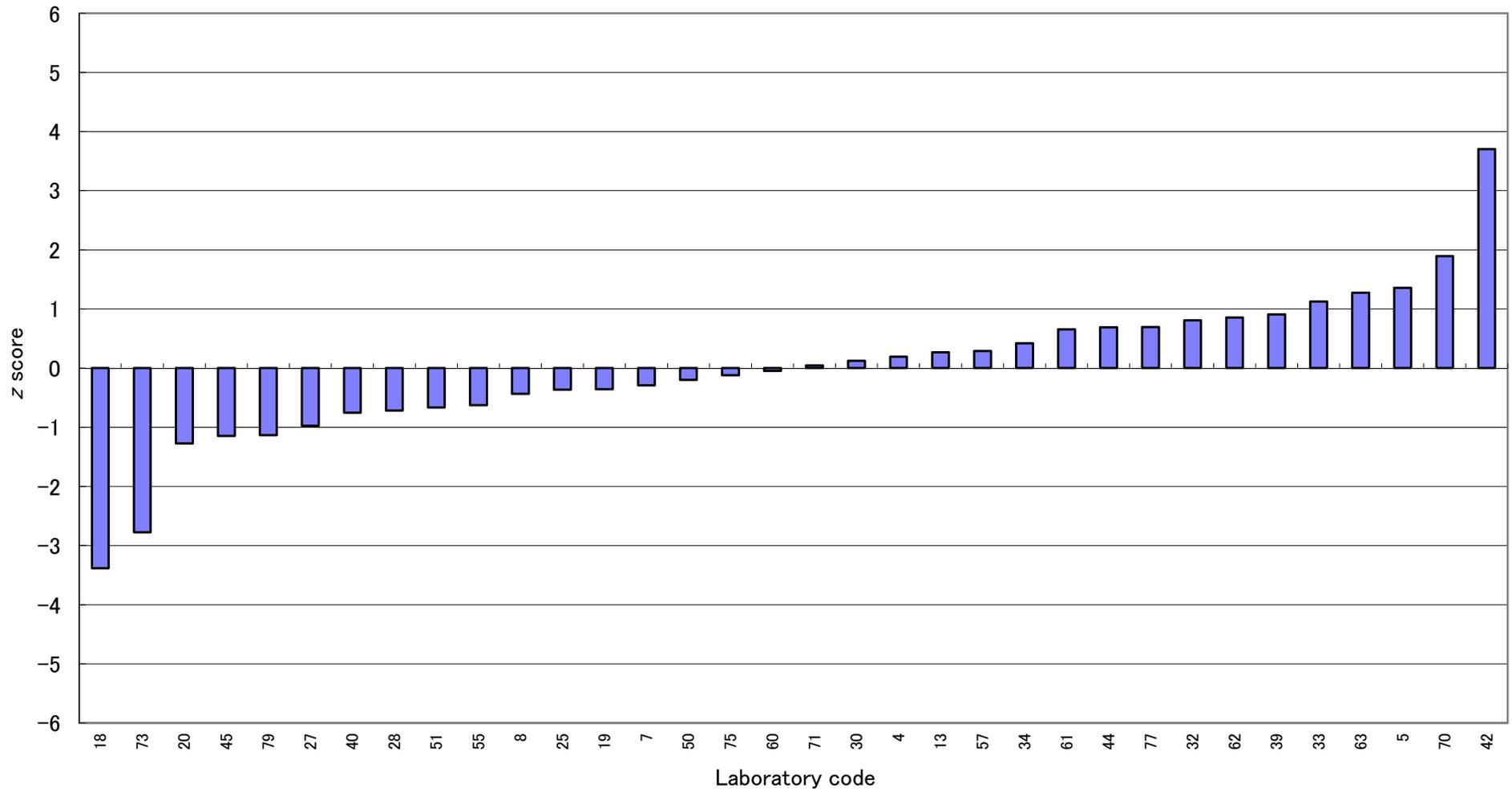


図-1-2-8 XRF z score bar chart

■11HX(高濃度) Cr

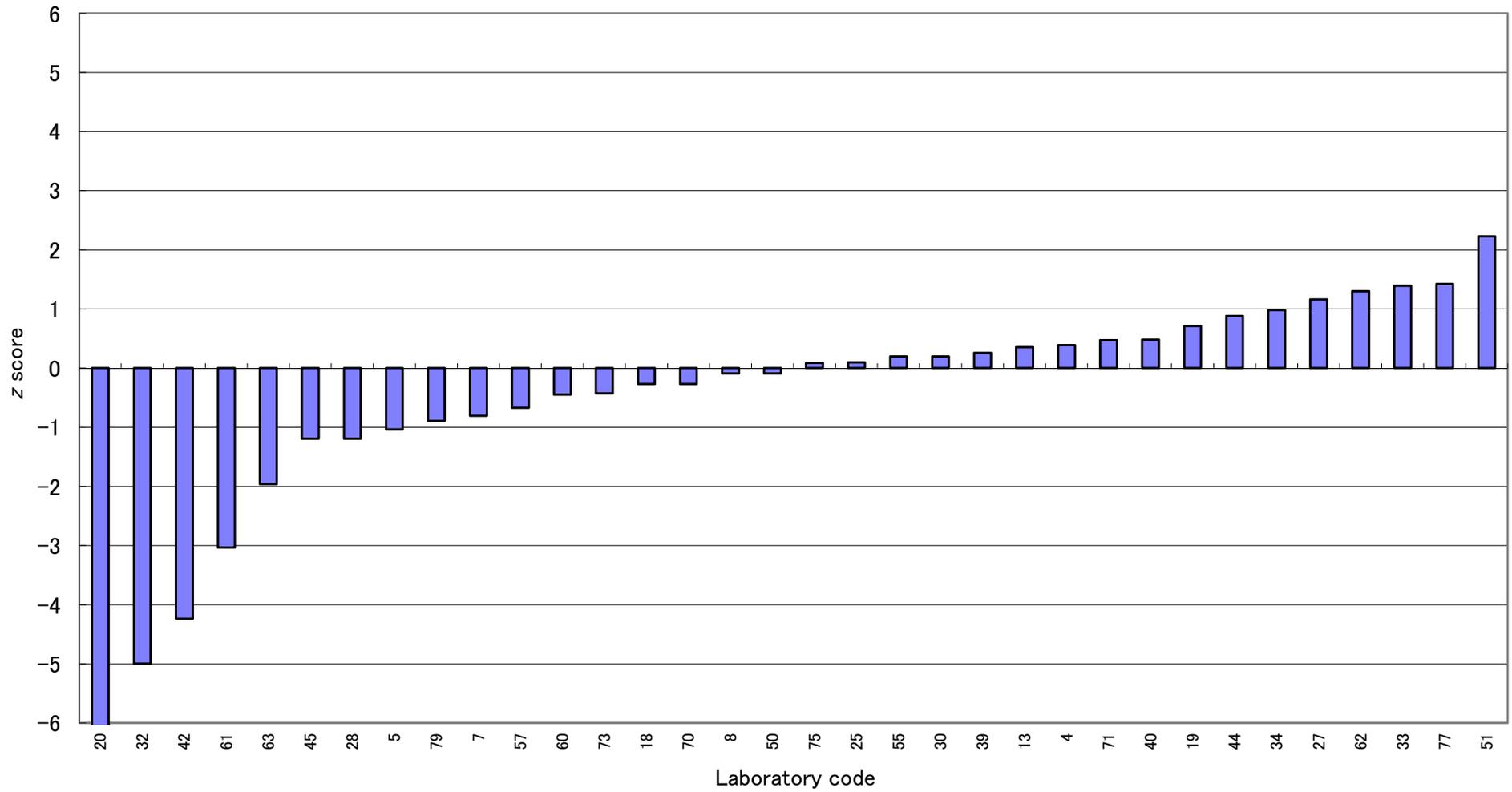


図-1-2-9 XRF z score bar chart

■11HX(高濃度) Hg

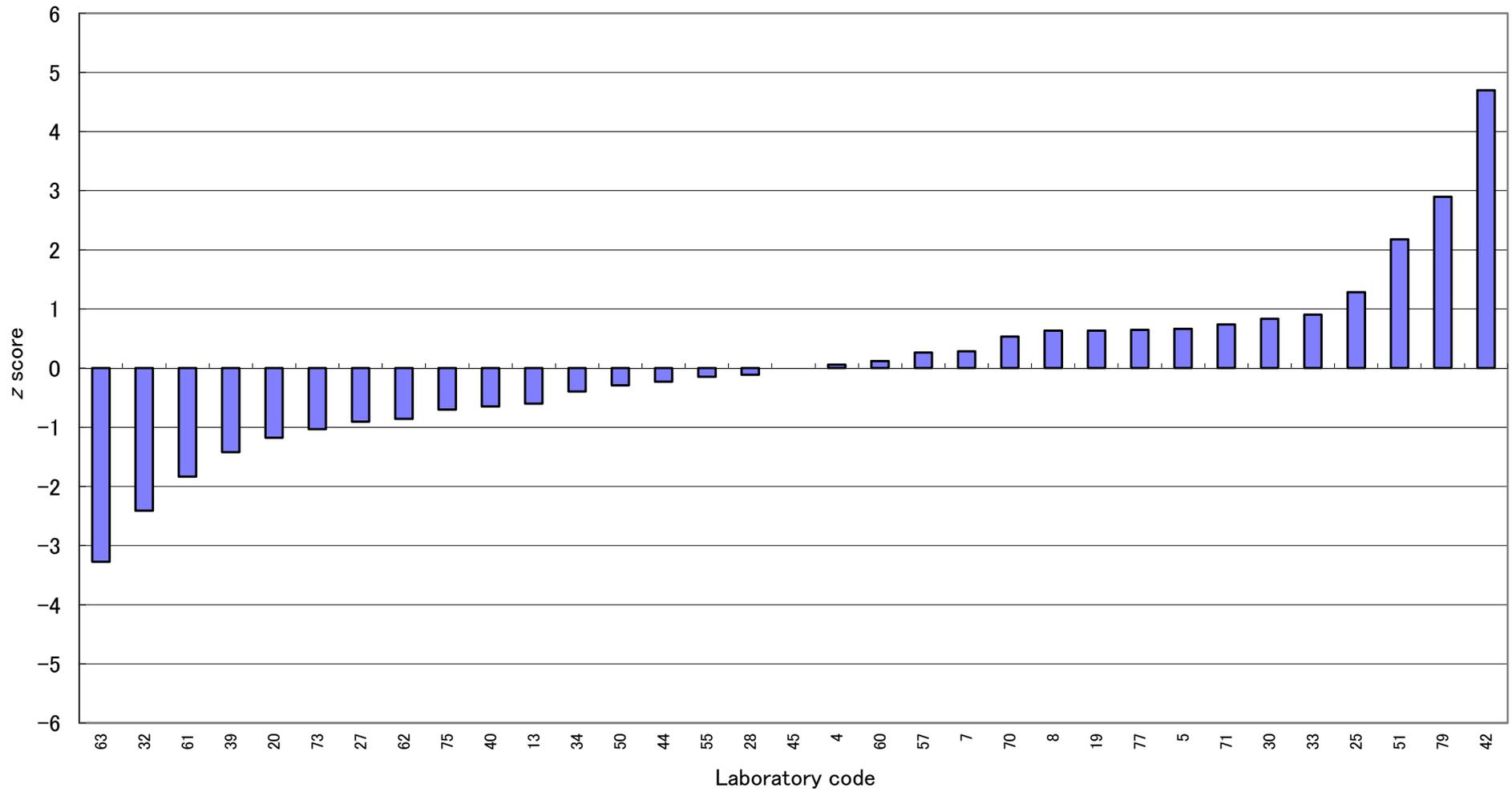
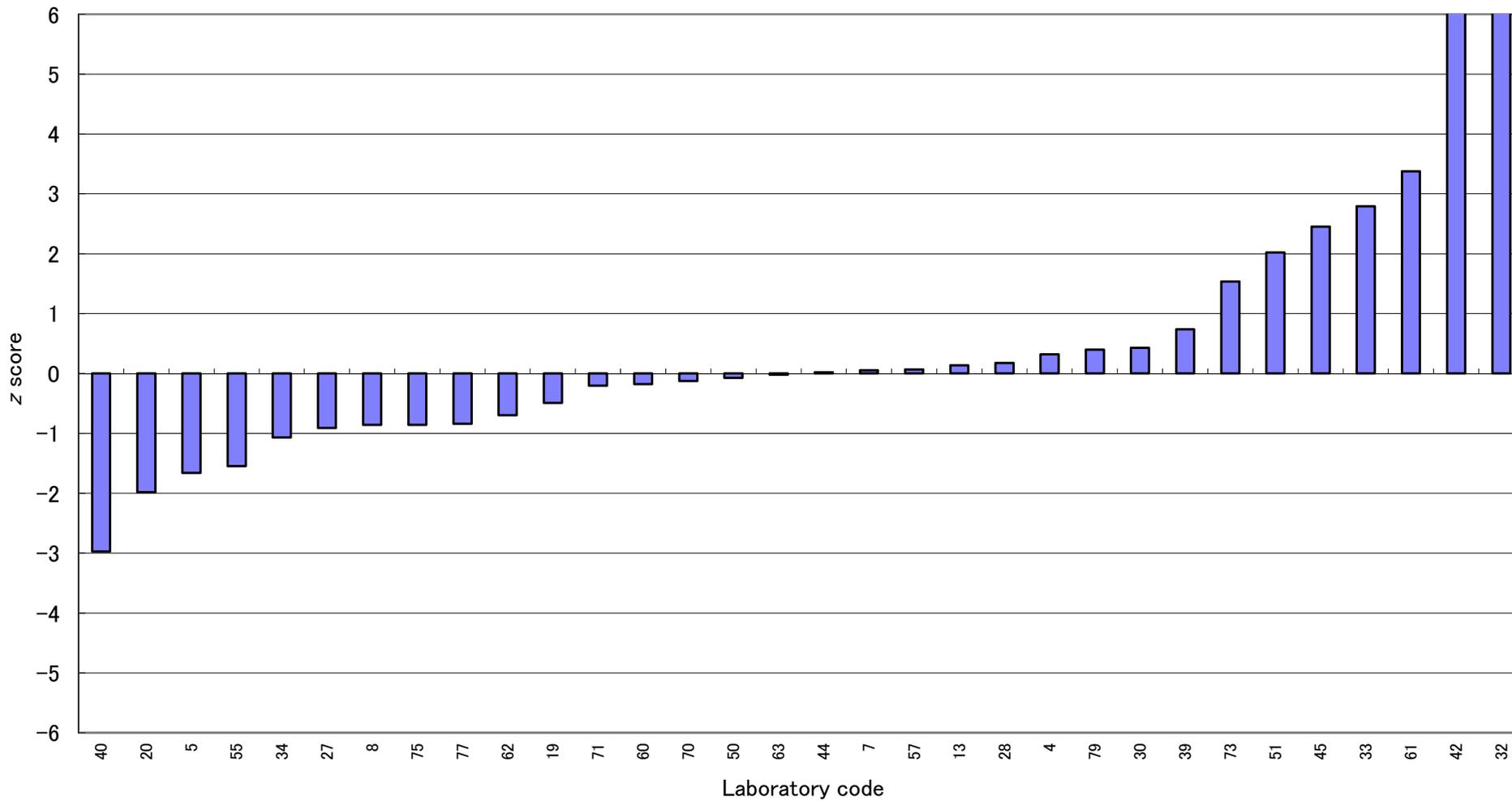


図-1-2-10 XRF z score bar chart

■11HX(高濃度) Br



試験所番号	4	5	7	8	13	17	18	19	20	25	27	28	30	32	33	34	39
11LX(低濃度) Pb	89.72	87.30	91.67	91.40	92.50	92.00	90.60	93.45	81.90	92.10	91.15	89.90	93.42	80.25	88.35	93.35	91.04
robust z score	-1.386	-2.361	-0.597	-0.706	-0.262	-0.464	-1.029	0.121	-4.541	-0.424	-0.807	-1.311	0.107	-5.207	-1.937	0.081	-0.853
									#					#			
11LX(低濃度) Cd	45.21	45.60	44.83	42.25	45.55	46.05	30.90	45.50	39.85	44.88	44.40	45.72	45.09	49.75	46.20	46.15	49.23
robust z score	0.399	0.683	0.126	-1.727	0.647	1.007	-9.892	0.611	-3.453	0.165	-0.180	0.772	0.317	3.669	1.115	1.079	3.293
							#		#					#			#
11LX(低濃度) Cr	93.79	91.40	92.63	92.30	89.35		83.15	91.50	78.70	93.17	94.10	89.77	92.23	74.50	96.75	94.90	87.35
robust z score	-0.308	-1.004	-0.646	-0.742	-1.600		-3.403	-0.974	-4.698	-0.490	-0.218	-1.477	-0.762	-5.920	0.553	0.015	-2.182
							#		#					#			
11LX(低濃度) Hg	58.19	59.05	59.24	57.85	57.65			61.10	55.00	63.05	59.25	60.10	57.88	53.25	61.00	58.10	56.11
robust z score	-0.207	0.158	0.238	-0.348	-0.432			1.022	-1.549	1.844	0.242	0.602	-0.335	-2.287	0.980	-0.242	-1.082
11LX(低濃度) Br	98.96	92.35	104.13	88.90	100.50			102.00	89.70		98.70	98.09	97.37	164.00	110.05	88.00	109.75
robust z score	0.218	-0.567	0.831	-0.977	0.401			0.579	-0.882		0.187	0.114	0.029	7.943	1.535	-1.084	1.500
														#			

試験所番号	40	42	44	45	50	51	55	57	60	61	62	63	70	71	73	75	77
11LX(低濃度) Pb	92.20	114.90	86.75	94.36	91.00	96.45	96.18	91.55	89.60	79.50	81.25	83.50	89.50	92.99	91.90	89.60	101.18
robust z score	-0.383	8.779	-2.583	0.488	-0.868	1.332	1.223	-0.646	-1.433	-5.509	-4.803	-3.895	-1.473	-0.065	-0.505	-1.433	3.241
		#								#	#	#					#
11LX(低濃度) Cd	44.75	50.30	49.10	45.43	43.15	45.00	44.46	45.95	46.40	47.00	44.90	47.50	47.10	45.97	44.05	46.60	46.31
robust z score	0.072	4.065	3.201	0.564	-1.079	0.252	-0.137	0.935	1.259	1.691	0.180	2.050	1.763	0.947	-0.432	1.403	1.194
		#	#														
11LX(低濃度) Cr	91.50	81.50	95.75	87.00	94.60	98.45	93.12	91.60	91.10	84.00	98.60	85.00	94.10	95.44	94.90	91.60	95.99
robust z score	-0.974	-3.883	0.262	-2.284	-0.073	1.047	-0.505	-0.945	-1.091	-3.156	1.091	-2.865	-0.218	0.173	0.015	-0.945	0.330
		#								#							
11LX(低濃度) Hg	58.15	72.19	59.70	60.30	60.05	64.85	61.41	59.70	60.20	52.00	56.75	49.00	61.30	62.58	58.05	58.30	61.22
robust z score	-0.221	5.697	0.432	0.687	0.580	2.603	1.153	0.432	0.643	-2.814	-0.811	-4.079	1.107	1.646	-0.263	-0.158	1.071
		#										#					
11LX(低濃度) Br	80.10	144.05	101.40	107.06	97.95	110.00	84.00	95.00	102.00	104.00	96.45	96.50	100.00	98.64	108.70	92.00	94.73
robust z score	-2.022	5.573	0.508	1.180	0.098	1.529	-1.559	-0.252	0.579	0.817	-0.080	-0.074	0.341	0.180	1.375	-0.609	-0.285
		#															

表-1-3

表-2-3 第11回プラスチック中有害金属成分分析 技能試験 統計計算結果

(蛍光X線分析:化学分析のメディアン・NIQRによる評価)

試験所番号	79	試験所番号	N	z ≥3	化分median	化分NIQR	化学分析		蛍光X線分析		En
							median	U95%*	median	U95%*	
11LX(低濃度) Pb	101.50	11LX(低濃度) Pb	35	8	93.15	2.48	93.15	0.59	91.40	0.91	-1.62
robust z score	3.370			23%							
	#										
11LX(低濃度) Cd	41.90	11LX(低濃度) Cd	35	6	44.65	1.39	44.65	0.33	45.55	0.39	1.76
robust z score	-1.978			17%							
11LX(低濃度) Cr	97.40	11LX(低濃度) Cr	34	5	94.85	3.44	94.85	0.85	92.27	1.37	-1.61
robust z score	0.742			15%							
11LX(低濃度) Hg	69.20	11LX(低濃度) Hg	33	3	58.68	2.37	58.68	0.61	59.25	0.83	0.56
robust z score	4.437			9%							
	#										
11LX(低濃度) Br	99.95	11LX(低濃度) Br	32	2	97.13	8.42	97.13	3.07	98.83	2.39	0.44
robust z score	0.336			6%							

6. 考 察

(1) 蛍光 X 線分析と化学分析の比較

蛍光 X 線分析の低濃度試料と化学分析用試料の高濃度試料は同一成分のものを用い、化学分析による定量値を基準とした時の評価を行い、表-1-3 と表-2-3 に示したが、更に蛍光 X 線分析に使用した標準物質別にその平均値を比較して表-3 と図-2 に示す。また、各標準物質を使用した試験所の数を図-3 に示す。

ポリエステル（技能試験と同一のマトリックス）を使用した試験所の平均値の差は他に比べて少なく、全ての成分で 5 %以下である。

表-5 使用した標準物質別蛍光 X 線分析 (XRF) と化学分析 (CA) の平均値の比較

median の単位： $\mu\text{g/g}$

標準物質		Pb	Cd	Cr	Hg	Br
XRF-median	ポリエステル	91.6	45.7	93.1	59.7	98.6
	ABS	87.3	44.9	92.6	59.1	96.5
	ポリエチレン	90.6	47.1	85.0	61.3	122.0
	ポリ塩化ビニール	79.5	43.4	84.0	52.0	104.0
CA-median		93.2	44.7	94.9	58.7	97.1
(XRF-CA)/CA	ポリエステル	-0.02	0.02	-0.02	0.02	0.02
	ABS	-0.06	0.01	-0.02	0.01	-0.01
	ポリエチレン	-0.03	0.05	-0.10	0.04	0.26
	ポリ塩化ビニール	-0.15	-0.03	-0.11	-0.11	0.07

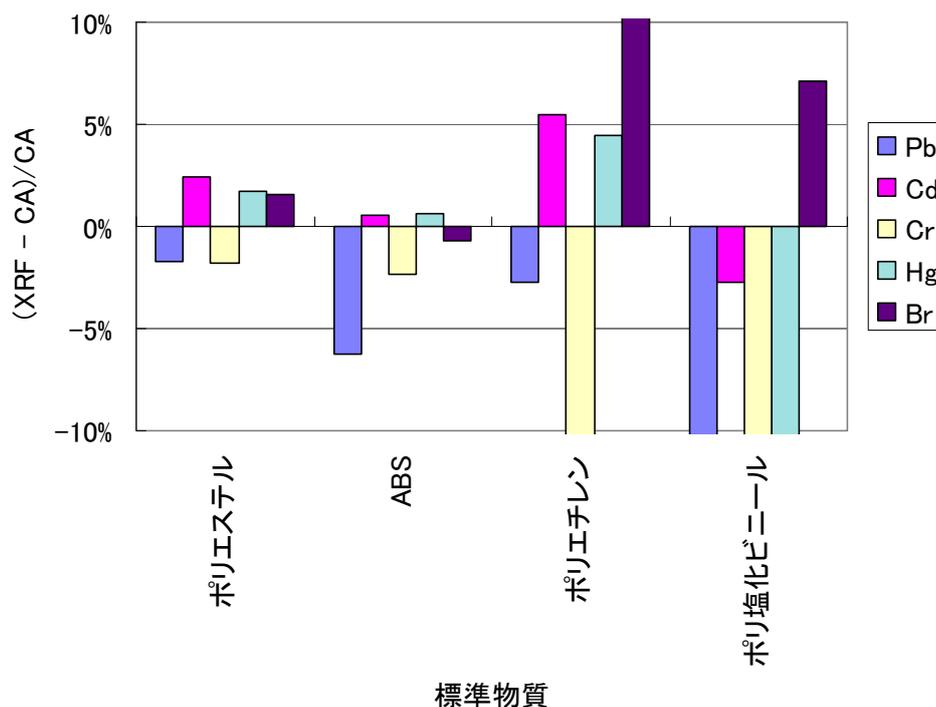


図-3 使用した標準物質別蛍光 X 線分析 (XRF) と化学分析 (CA) の平均値の比較

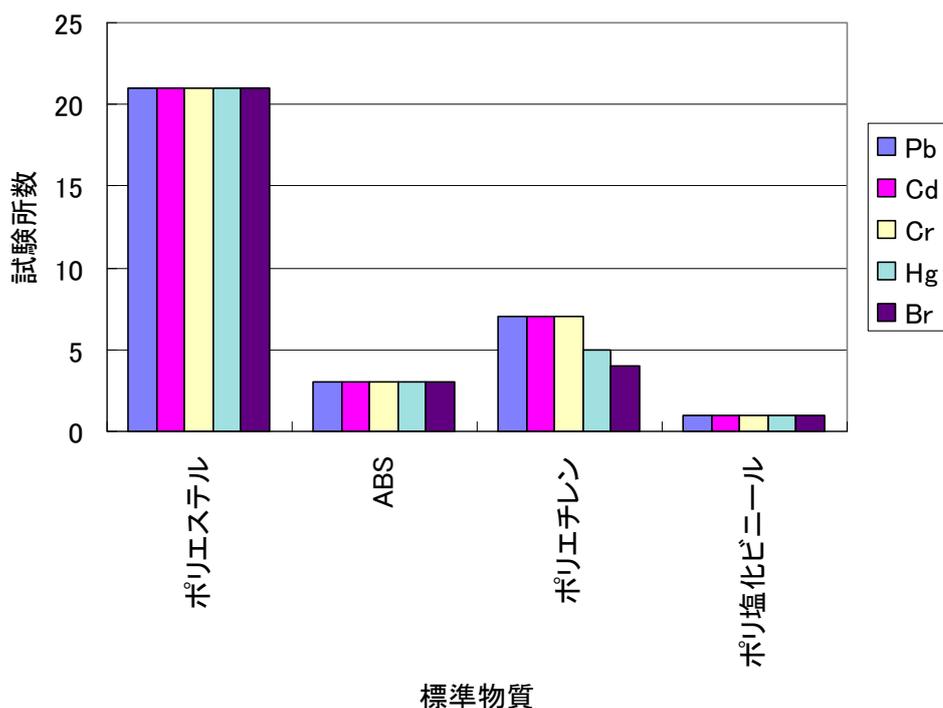


図-4 蛍光 X 線分析 (XRF) で各標準物質を使用した試験所数

(2) 前回までの技能試験について、試験所から回答された不満足な原因の例を下記に示す。

A. 化学分析 (CA)

①・試料粉碎を必要以上に行なったので、Cr について容器 (刃やモーターか?) からの汚染が発生した。(第 2 回)

・試料切削時の汚染により Cr で高い値を示した。清浄なチップと汚染したチップの比較結果は下記のものであった。(第 4 回) (単位: $\mu\text{g/g}$)

試料	試験所の報告値	メディアン	清浄なチップを集めて分析	変色汚染した試料のみを集めて分析
4L	54.05	32.7	34.3	680
4H	119.05	81.9	89.1	110

・金属製ピンセットによるコンタミネーションが考えられる。今後はプラスチック製ピンセットで対応する。(第 5 回)

②前処理後のメスアップ容量が実際は 50 ml のところを 100 ml で計算したため倍の値を報告した。(第 4 回)

・サンプル粉碎時の乳鉢が原因。高濃度試料を扱った後の処置が不十分。器具のブランク値をチェックする。(第 7 回)

③燃焼法での Br の定量に関しては、 $10\text{--}25\ \mu\text{g/g}$ は定量下限に近い。(第 4 回)

④Cr の化学分析の検量線で、試料の硫酸と同じ量の硫酸が添加されてなかったため、低値を示した。(第 2 回)

⑤Hg の還流冷却装置で分解するさい、硝酸・硫酸濃度が不足していた。(第

2回)

⑥PBDEs での計算ミス(4倍)(第6回)。10HX Br での記入ミス(第10回)。

⑦高濃度の3元素を確認したところ、検量線の作成ミスが原因で、再分析結果は良好。提出時の検量線と、再分析時の検量線を比較したところ、Pb・CdとCrの感度が違っていた。Pb・CdとCrは別に標準溶液を作成し、あとで混和して混合標準を作成する方法をとっているが、前者においては提出時の感度が再分析の感度の倍あり、一方後者においては提出時の感度が再分析の感度の1/2であった。(第9回)

⑧Hgについては、分解に3日要しており、その間に揮発している可能性がある。開放系での分解から、今後密閉系での分解(加圧分解法)へ変更する。(第9回)

B. 蛍光 X 線分析 (XRF)

①XRF において、実際は曲線検量線であるが、マトリックス補正をすると直線検量線しか得られないため定量値が低めにずれた。(第2回)

XRF による Cr の分析において、標準物質は所有しているが感度チェック用のみ用い、検量線作成はしていない。装置組み込みの検量線により、材質・厚みの補正をソフト上で行っている。(第3回)

②XRF による Br の分析は、共存元素の影響を受けにくい K_{β} 線を選んだが、強度が弱くばらつきの原因となった。(第4回)

③ポリエチレン標準物質使用。試料厚みを等しく加工することにより改善。(第6回)

④使用している蛍光 X 線分析装置には材質補正係数を設定する機能が備わっていない、サンプルの塩素の有無により標準物質材質をポリエチレンか PVC にするかを決めるのみである。(第7回)

(6) 技能試験への試験所の希望と日本分析化学会の対応

技能試験の成分濃度に対して寄せられた主な試験所の意見は下記のとおりである。

①ポリエステル以外の材質、回毎にもう少し異なった組成値の技能試験を実施してほしい。(第4回)

②試料厚み 2 mm での試験を希望。(第6回)

③自試験所の認定範囲より低い濃度レベルで定量下限値レベルであるため、分析が非常に困難であった。今後は鉛、クロム、水銀の濃度レベルが $100 \mu\text{g/g}$ 程度のもので調製願いたい。(第7回)

④データ検証のバックデータとしたいので、材質の組成情報が最終報告書に記載して欲しい。(第7回)

⑤規格 IEC 62321 では、定量範囲が ICP-AES、AA は 10mg/kg 以上、ICP-MS では 0.1mg/kg 以上となっております。従って、低濃度の試料は 10mg/kg 以上が望ましいと考えます。(第7回)

⑥RoHS 対象の成分はおおよそ Pb, Cr6+, PBB, PBDE1000ppm, Cd100ppm が対象となっておりますので、それに近い数値での技能試験を希望します。(第7回)

日本分析化学会では、技能試験(実行)委員会で審議を行いながら、成分濃度を決めています。主な、留意点は下記のとおりです。

① 微量域分析での認定がなされている状況に鑑み、 $\mu\text{g/g}$ オーダーの技能試

験が必要である。

- ② 蛍光 X 線分析(XRF)のメディアンと、より基準的な分析法である ICP-AES や ICP-MS など化学分析(CA)のそれとを比較する必要性があり、1 試料は XRF と CA とで共通にしている。
- ③ 成分や濃度範囲について、IEC 62321 や RoHS 対象だけでなく、より基準的な分析法に基づいた成分(全 Cr, 全 Br)を含めまた色々な目的を持った参加試験所が希望する幅広い濃度値で技能試験を実施している。
- ④ ロバスト法を使って統計指標を計算しているため、技能試験のメディアンが材質の組成をほぼ正確に反映していると考ええる。
- ⑤ ロバスト法を使って統計指標を計算するため、より多くの参加試験所数が望ましい。そのために試料数を制限しており、一度に幅広い濃度域の技能試験を実施できない。回毎に異なった濃度値の技能試験を実施していく。
- ⑥ 組成試薬の添加方法から、高濃度の成分は制約されるものがある。
- ⑦ ハロゲンフリーに関する分析需要は年々高まっており、臭素、塩素、場合によってはふっ素、よう素の分析を求められる、とのニーズから化学分析については、第 8 回から塩素を追加した。

7. 技能試験委員会及びプラスチック分析技能試験実行委員会

(公社)日本分析化学会では、技能試験の実施にあたり ISO/IEC 17043 (JIS Q 17043) に従って、専門家及び試験の参加者等の方に委員としてご参加をいただき、技能試験全般についての諮問グループ(技能試験委員会)を設置し、技術上、統計手法等に関する意見を、また当技能試験の実行に当たっての具体的な事項については技能試験実行委員会の方々の意見を戴いている(委員名簿参照)。

参考：ISO/IEC 17043(JIS Q 17043)抜粋

“4.4.1.4 技能試験提供者は、関連する試験、校正、サンプリング又は検査、及び統計の分野に関して、必要な技術的専門知識及び経験を利用できなければならない。これは、必要ならば、諮問グループ(適切な名称のもの)を結成して達成してもよい。”

技能試験委員会 (順不同)

2015-07-10

	氏名	所属
委員長	松本 保輔	標準物質協議会
委員	加納 健司	京都大学大学院
	鹿籠 康行	アジレント・テクノロジー(株)
	笹尾 照夫	(一社)日本環境測定分析協会
	平井 昭司	東京都市大学
	浅田 正三	(独)製品評価技術基盤機構
	津越 敬寿	産業技術総合研究所
	四角目和広	(一財)化学物質評価研究機構
	山田 明子	(一財)日本食品分析センター
	須藤 和冬	(株)三井化学分析センター
	国村 伸裕	東京理科大学
	オブザーバー	保坂 守男
山村 英夫		(独)製品評価技術基盤機構
山澤 賢		(一財)化学物質評価研究機構
事務局	小熊 幸一	(公社)日本分析化学会
	小島 勇夫	(公社)日本分析化学会
	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

プラスチック分析技能試験実行委員会

2015-07-10

	氏名	所属
委員長	須藤 和冬	(株)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
	大川 典子	(株)住化分析センター
	鶴田 暁	環境テクノス(株)
事務局	柿田 和俊	(公社)日本分析化学会

以上

添付資料 A

試料の製造・調製と均質性試験

A.1 試料の製作

1) 試料溶液製造法

日本分析化学会が契約した試験所 環境テクノス株が下記の手順で製造を行った。プラスチック基材としてはポリエスエルを用い、これに金属化合物の有機溶媒溶液を溶解した。添加する金属成分としては、鉛はテトラフェニル鉛、カドミウムはカドミウムシクロヘキサジブチレート、クロムはクロム(Ⅲ)アセチルアセトネート、水銀は塩化 p-トリル水銀、臭素は、試料 L, HX にはテトラブロモビスフェノール A (TBBPA) を、試料 H (LX) には TBDE-79X, DECA BDE を用いた。塩素は 1,3,5-トリクロロベンゼンを用いた。本法における溶媒にはトルエンを用いた。

2) 技能試験用ディスク状試料の作製

内径 40mm、深さ 5mm のアルミリング (型枠) をガラス板の上に置き、これに 1) で用意した溶液に硬化剤を加えたものを手早く流し込み、室温で 6~12 時間放置して硬化させた。蛍光 X 線分析用試料は、厚みが測定値に影響を与える大きい因子であるため、ディスクをフライス盤で厚さ 4mm に仕上げ、バフ研磨仕上げを行い、厚さ精度を ±0.02mm レベルに仕上げた。

A.2 均質性確認

1) 試料の選択

技能試験用試料から無作為で 10 個を抜き取り、Pb, Cd, Cr, Hg, Br, Cl について独立 2 回の分析 (n=2) を行った。

2) 試験方法と装置名

波長分散型蛍光 X 線分析法 装置：リガク Rix 3001

但し、試料 11L の Cd, Pb については 5 個の試料について粉碎後、硝酸、過塩素酸を加え加熱、酸分解し、乾固後、少量の塩酸と純水を加え ICP-AES にて定量した。

装置：島津製作所 ICPS-8100

A.3 均質性試験における統計計算手順

注：下記の文中における「瓶内・瓶間」という用語は均質性試験の一般用語で、ここでは「ディスク内・ディスク間」を意味する。

併行標準偏差 s_r は下記の式によって求めた。

$$s_r^2 = \frac{1}{2 \times N} \sum_1^N (x_{i1} - x_{i2})^2 \quad (A1)$$

ここで、 x_{i1} と x_{i2} はそれぞれ同一瓶内の試料を併行条件で求めた二つの値である。 $N = 5 \sim 10$ の瓶で試験を行った。

瓶間標準偏差 (併行標準偏差を含む) s_{b+r} は下記の式によって求めた。

$$s_{b+r}^2 = \frac{1}{(N-1)} \sum_1^N \left(\bar{x}_i - \bar{x} \right)^2 + \frac{s_r^2}{2} \quad (A2)$$

$$\text{ここで } \bar{x}_i = \frac{(x_{i1} + x_{i2})}{2}$$

$$x = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$$

瓶間標準偏差（併行標準偏差を含まない実の瓶間標準偏差） s_b は下記の式によって求めた。

$$s_b^2 = s_{b+r}^2 - s_r^2 \quad (\text{A3})$$

(A1)式で求められる併行標準偏差 s_r と (A2)式による s_{b+r} に含まれる併行標準偏差分はデータ数が少ない ($N = 5 \sim 10$) 場合は等しいとは限らない。従って実の瓶間標準偏差が小さいと s_b^2 がマイナスになる時がある。この時はその絶対値の平方根に負号をつけて s_b とした。

A.4 均質性試験結果

均質性試験の結果を化学分析用低濃度試料 11L については表 A-1 及び図 A-1 に、高濃度試料 11H(蛍光 X 線分析用低濃度試料 11LX) については表 A-2 及び図 A-2 に示す。また、蛍光 X 線分析用高濃度試料 11HX については表 A-3 及び図 A-3 に示す。瓶間標準偏差 s_b は、11HX のいくつかの元素を除いて、いずれも併行標準偏差 s_r 以下で、中には負の値を示すものもある。即ち、蛍光 X 線分析法では検出できないほど小さく、技能試験用試料として十分均質といえる。11HX の Pb, Cr, Br については瓶間標準偏差 s_b が併行標準偏差 s_r より大きかったため、再試験を行った結果、 s_r より小さくなった。これは、試料数が少ないことによる統計的な誤差によるものと思われる。

表-A2 の塩素については、カウント数で示した。

表-A1 化学分析用試料 均質性試験結果 (11L)

均質性試験結果 11L

2015-02-02

単位: $\mu\text{g/g}$

成分→	11L-Hg	11L-Hg	11L-Cd	11L-Cd	11L-Pb	11L-Pb	11L-Cr	11L-Cr	11L-Br	11L-Br
分析方法→	波長分散型蛍光X線		化学分析(酸分解→ICP-AES)		波長分散型蛍光X線		波長分散型蛍光X線		波長分散型蛍光X線	
瓶番号↓	測定1	測定2	測定1	測定2	測定1	測定2	測定1	測定2	測定1	測定2
11L-1	23.829	23.454	21.43	21.81	24.504	24.417	25.848	25.619	12.188	12.410
11L-2	23.920	23.110	21.60	21.53	24.315	24.786	25.846	25.968	11.638	12.350
11L-3	23.579	23.553	21.78	22.00	24.136	24.468	26.021	25.807	11.835	12.362
11L-4	24.103	23.511	21.94	21.57	24.477	24.121	25.888	25.757	11.997	12.194
11L-5	23.803	23.809	21.82	22.35	24.775	25.035	25.760	25.970	12.155	12.344
11L-6	24.056	23.802	21.62	21.85	24.648	24.809	25.765	25.858	12.302	12.274
11L-7	23.731	23.453	21.16	21.37	24.623	24.703	25.574	25.818	12.074	12.161
11L-8	23.645	23.204	21.56	21.84	24.179	24.239	25.895	26.007	12.200	12.208
11L-9	23.610	23.236	21.53	22.20	24.354	24.176	25.953	26.124	12.062	11.988
11L-10	23.905	23.254	21.65	22.07	24.731	25.024	25.941	25.842	12.387	12.340
Average	23.628		21.784		24.526		25.863		12.173	
	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)
sr	0.320	1.35%	0.247	1.13%	0.231	0.94%	0.121	0.47%	0.215	1.77%
sb+r	0.283	1.20%	0.274	1.26%	0.299	1.22%	0.133	0.51%	0.197	1.62%
sb	-0.150	-0.63%	0.118	0.54%	0.189	0.77%	0.054	0.21%	-0.086	-0.71%

*注:(s_b)²がマイナス値になる場合はその絶対値の平方根に負号をつけて s_b とした。

技能試験のNIQR	0.830		0.700		0.670		1.140		1.540	
sb+r/NIQR	0.341		0.391		0.446		0.117		0.128	
sb/NIQR	-0.181		0.169		0.283		0.048		-0.056	

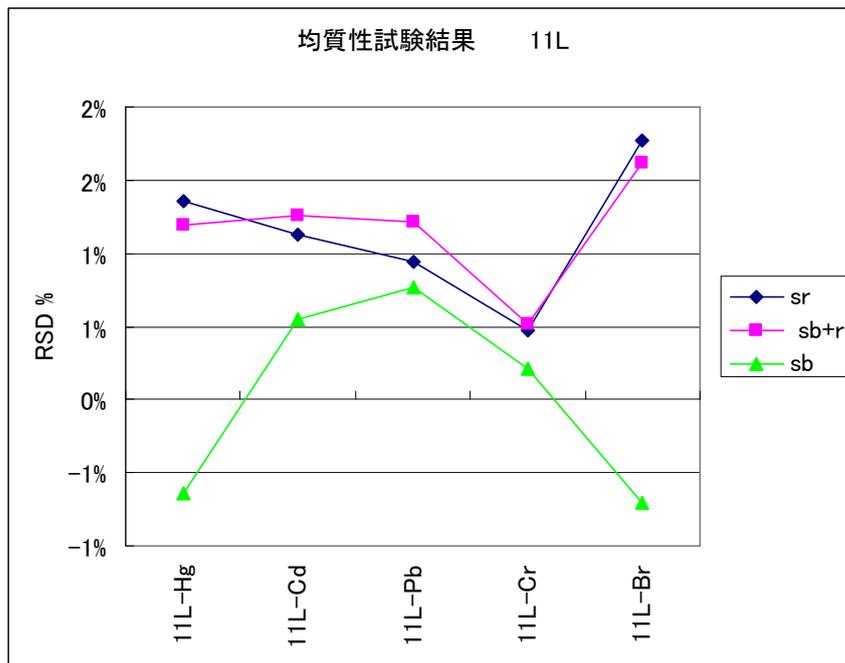


図-A1 化学分析用試料 均質性試験結果 (11L)

表-A2 化学分析及び蛍光X線分析用試料 均質性試験結果 (11H, 11LX)

均質性試験結果 11LX & 11H 2015-02-02

単位: $\mu\text{g/g}$

CIは別試料

成分→	11LX&11H -Hg		11LX&11H -Cd		11LX&11H -Pb		11LX&11H -Cr		11LX&11H -Br		11-CI	11-CI
	測定1	測定2	測定1	測定2								
分析方法→	波長分散型蛍光X線分析法										波長分散型蛍光X線分析法	
瓶番号↓	測定1	測定2	測定1	測定2								
1	65.468	66.438	44.369	43.574	93.206	93.522	92.704	93.000	91.525	90.811	94.935	94.201
2	66.983	66.900	44.062	44.850	93.130	93.887	92.668	93.308	90.966	90.756	92.591	94.855
3	66.474	66.548	45.910	45.390	93.900	94.073	93.599	93.111	92.379	92.163	94.689	94.875
4	66.253	66.510	43.437	45.377	92.755	93.025	92.827	92.913	91.097	90.866	96.190	96.847
5	66.835	66.863	43.504	44.964	93.464	93.938	93.457	93.374	91.320	92.034	95.513	94.460
6	65.932	66.636	45.014	43.944	93.332	93.257	92.709	92.800	90.167	91.426	92.962	94.249
7	66.986	67.599	44.501	44.990	93.906	94.419	93.453	92.718	91.691	91.496	93.729	94.617
8	67.406	67.654	44.784	44.578	93.604	93.799	92.907	93.472	91.627	91.113	94.385	95.590
9	66.540	66.949	44.871	44.813	93.606	93.396	92.661	92.996	91.515	90.615	94.662	95.202
10	66.110	66.718	43.933	43.701	93.106	92.966	93.812	93.430	90.667	91.690	97.265	96.973
Average	66.690		44.528		93.515		93.096		91.296		94.940	
	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)								
sr	0.353	0.53%	0.667	1.50%	0.262	0.28%	0.306	0.33%	0.495	0.54%	0.759	0.80%
sb+tr	0.541	0.81%	0.696	1.56%	0.436	0.47%	0.363	0.39%	0.569	0.62%	1.240	1.31%
sb	0.410	0.61%	0.197	0.44%	0.349	0.37%	0.195	0.21%	0.280	0.31%	0.981	1.03%

*注:(s_b)²がマイナス値になる場合はその絶対値の平方根に負号をつけて s_b とした。

技能試験の NIQR(化分)	2.37		1.39		2.48		3.44		8.42			
sb+tr/NIQR	0.228		0.500		0.176		0.106		0.068			
sb/NIQR	0.173		0.142		0.141		0.057		0.033			

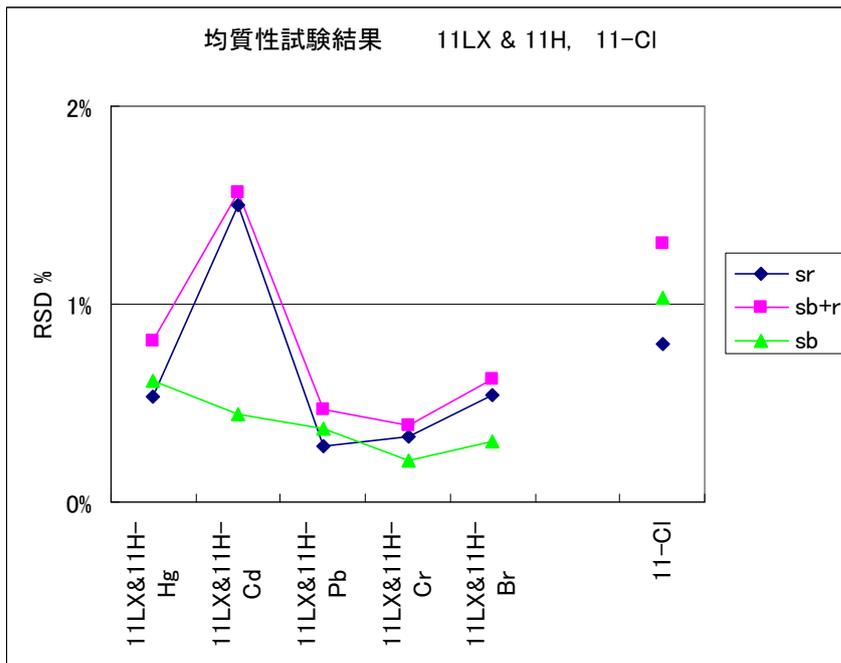


図-A2 化学分析用及び蛍光X線分析用試料 均質性試験結果(11H, 11LX)

表-A3 蛍光X線分析用試料 均質性試験結果 (11HX)

均質性試験結果 11HX

2015-02-02

単位: $\mu\text{g/g}$

成分→	11HX-Hg		11HX-Cd		11HX-Pb		11HX-Cr		11HX-Br	
分析方法→	波長分散型蛍光X線分析法									
瓶番号↓	測定1	測定2	測定1	測定2	測定1	測定2	測定1	測定2	測定1	測定2
11HX-1	114.177	114.935	142.468	141.838	134.586	133.779	190.413	190.423	190.668	190.211
11HX-2	115.394	114.088	143.600	144.461	133.992	134.371	191.363	190.860	190.527	190.146
11HX-3	115.335	115.448	144.959	145.463	135.071	135.181	191.393	191.851	192.219	191.811
11HX-4	115.440	115.045	143.279	145.445	134.498	133.963	190.864	191.251	189.102	188.382
11HX-5	115.926	114.449	144.090	145.379	135.421	134.763	190.421	191.491	191.658	190.731
11HX-6	116.720	116.194	147.057	145.875	135.574	135.283	190.539	191.183	192.033	191.999
11HX-7	114.645	115.366	143.826	145.101	133.927	133.784	192.093	190.602	189.451	189.775
11HX-8	115.726	116.286	148.855	147.821	135.662	134.679	190.757	190.768	192.106	191.935
11HX-9	116.388	115.957	144.965	145.936	134.735	134.807	190.474	191.622	189.282	189.633
11HX-10	114.230	115.611	147.003	146.330	135.124	134.528	191.524	191.183	192.912	191.754
Average	115.368		145.188		134.686		191.054		190.817	
	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)
sr	0.6258	0.54%	0.8134	0.56%	0.3846	0.29%	0.5399	0.28%	0.4182	0.22%
sb+r	0.7772	0.67%	1.7874	1.23%	0.6002	0.45%	0.5110	0.27%	1.3134	0.69%
sb	0.4608	0.40%	1.5916	1.10%	0.4608	0.34%	-0.1743	-0.09%	1.2451	0.65%

*注:(s_b)²がマイナス値になる場合はその絶対値の平方根に負号をつけて s_b とした。

技能試験のNIQR	4.863		6.443		4.865		5.606		9.560	
sb+r/NIQR	0.160		0.277		0.123		0.091		0.137	
sb/NIQR	0.095		0.247		0.095		-0.031		0.130	

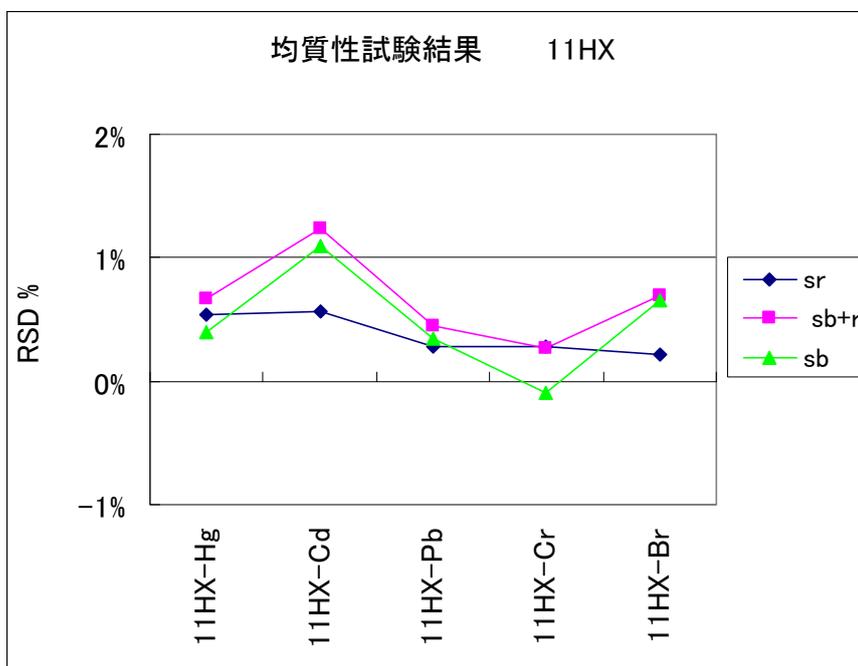


図-A3 蛍光X線分析用試料 均質性試験結果 (11HX)

添付資料 B

各試験所の分析条件

*注:原則として、試験所からの報告ままの記載とした。

1. 化学分析(CA)

・試料破碎方法

- | | |
|------------------------|--------|
| (1) アルミナ乳鉢・乳棒による打撃粉碎法→ | アルミナ乳鉢 |
| (2) フィルムを用いる破碎・切断法 → | フィルム |
| (3) 機械切削法 → | 機械 |
| (4) その他 → | 名称を記入 |

・試料前処理

- | | |
|-----------------|------------|
| (1) 密閉系酸分解 → | 密閉酸 |
| (2) 開放系酸分解 → | 開放酸 |
| (3) 硫酸炭化・灰化融解 → | 硫酸炭・灰化 |
| (4) 還流冷却/酸分解 → | 還冷酸 |
| (5) 加熱気化 → | 加熱気化 |
| (6) 石英ガラス管燃焼 → | 石英管 |
| (7) フラスコ燃焼 → | フラスコ |
| (8) その他 → | 分解方法の概要を記入 |

・分析方法

- | | |
|---------------------|------------|
| (1) 高周波プラズマ質量分析法 → | ICP-MS |
| (2) 高周波プラズマ発光分光分析法→ | ICP-AES |
| (3) 還元気化原子吸光分析法 → | (H) AA |
| (4) 金アマルガム原子吸光分析法 → | (A) AA |
| (5) イオンクロマトグラフィ → | IC |
| (6) その他 → | 分析方法の概要を記入 |

2. 蛍光X線分析(XRF)

・分析方法

- | | |
|---------------|-----|
| 1) 波長分散型 → | WDX |
| 2) エネルギー分散型 → | EDX |

・使用した標準物質材質

- 1) ポリエチレン
- 2) ポリ塩化ビニル及びポリ塩化ビニリデン
- 3) ポリエステル
- 4) ABS
- 5) その他 →名称を記入する。

表B.1 化学分析方法と条件

試験機関番号	2			3			4			5			6		
方 法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法
Pb	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	切断	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES
Cd	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	切断	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES
Cr	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	切断	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES
Hg	アルミナ乳鉢	密閉酸	(H)AA	切断	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	(H)AA	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	(H)AA
Br							フィルム	ボンブ燃焼法	IC				アルミナ乳鉢	石英管	IC
Cl							フィルム	ボンブ燃焼法	IC						
試験機関番号	7			8			9			10			11		
方 法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法
Pb	フィルム	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	凍結破砕法	密閉酸	ICP-AES	機械	密閉酸	ICP-AES
Cd	フィルム	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-MS	凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	凍結破砕法	密閉酸	ICP-AES	機械	密閉酸	ICP-AES
Cr	フィルム	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	凍結破砕法	密閉酸	ICP-AES	機械	密閉酸	ICP-AES
Hg	フィルム	密閉酸	(H)AA	アルミナ乳鉢	密閉酸	(H)AA	凍結粉碎	還冷酸	(H)AA	凍結破砕法	密閉酸	ICP-AES	0	0	0
Br	フィルム	石英管	IC	アルミナ乳鉢	石英管	IC	0	0	0	凍結粉碎	石英管	IC	0	0	0
Cl	フィルム	石英管	IC	0	0	0	0	0	0	凍結粉碎	石英管	IC	0	0	0
試験機関番号	12			13			14			15			16		
方 法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法
Pb	(4)	(3)	(6)	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES	その他(凍結粉砕)	密閉酸	ICP-MS	凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-MS
Cd	(4)	(3)	(6)	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES	その他(凍結粉砕)	密閉酸	ICP-MS	凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	FL-AAS
Cr	0	0	0	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES	その他(凍結粉砕)	密閉酸	ICP-MS	凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Hg	0	0	0	凍結粉碎	密閉酸	(H)AA	その他(凍結粉砕)	密閉酸	ICP-MS	凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Br	0	0	0	ニッパで切断	フラスコ	IC	0	0	0	凍結粉碎	石英管	IC	フィルム	石英管	IC
Cl	0	0	0	ニッパで切断	フラスコ	IC	0	0	0	凍結粉碎	石英管	IC	フィルム	石英管	IC
試験機関番号	17			18			19			20			21		
方 法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法
Pb	凍結粉砕	密閉酸	ICP-AES	2	1	2	2	1	2	4(冷凍破砕)	2	2	凍結粉砕	密閉酸	ICP-MS
Cd	凍結粉砕	密閉酸	ICP-AES	2	1	2	2	1	2	4(冷凍破砕)	2	2	凍結粉砕	密閉酸	ICP-MS
Cr	0	0	0	2	1	2	2	1	2	4(冷凍破砕)	2	2	凍結粉砕	密閉酸	ICP-MS
Hg	0	0	0	2	1	2	2	1	2	4(冷凍破砕)	2	2	凍結粉砕	密閉酸	(H)AA
Br	0	0	0	0	0	0	0	0	0	/	/	/	凍結粉砕	石英管	IC
Cl	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	凍結粉砕	石英管	IC
試験機関番号	22			23			24			25			26		
方 法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法	破碎方法	試料前処理	分析方法
Pb	凍結破砕	硫酸炭・灰化	フレイム方式原子吸光度法	切断	開放酸	その他(AAS)	切断法	硫酸炭・灰化	フレイム原子吸光度法	凍結粉砕	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES
Cd	凍結破砕	硫酸炭・灰化	フレイム方式原子吸光度法	切断	開放酸	その他(AAS)	切断法	硫酸炭・灰化	フレイム原子吸光度法	凍結粉砕	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES
Cr	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	切断	開放酸	その他(AAS)	0	0	0	凍結粉砕	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES
Hg	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	切断	還流酸	(H)AA	0	0	0	凍結粉砕	密閉酸	ICP-MS	0	0	0
Br	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Cl	0	0	0	0	0	0	0	0	0	フィルム	ボンブ燃焼	IC	0	0	0

表B.1 化学分析方法と条件

試験機関番号	27			29			30			31			32		
方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法
Pb	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Cd	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Cr	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Hg	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	密閉酸	(H)AA	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Br	アルミナ乳鉢	石英管	ICP-MS	0	0	0	フィルム	石英管	IC	0	0	0	0	0	0
Cl	アルミナ乳鉢	石英管	IC	0	0	0	フィルム	石英管	IC	0	0	0	0	0	0
試験機関番号	33			34			35			36			37		
方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法
Pb	フィルム	密閉酸	ICP-MS	機械	密閉酸	ICP-MS	冷凍粉碎	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	機械	密閉酸	ICP-MS
Cd	フィルム	密閉酸	ICP-MS	機械	密閉酸	ICP-MS	冷凍粉碎	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	機械	密閉酸	ICP-MS
Cr	フィルム	密閉酸	ICP-MS	機械	密閉酸	ICP-MS	冷凍粉碎	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	機械	密閉酸	ICP-MS
Hg	フィルム	密閉酸	ICP-MS	機械	密閉酸	ICP-MS	冷凍粉碎	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	機械	密閉酸	(H)AA
Br	フィルム	石英管	IC	0	0	0	0	0	0	フィルム	石英管	IC	機械	石英管	IC
Cl	フィルム	石英管	IC	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
試験機関番号	38			39			41			42			43		
方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法
Pb	ハサミによる切断	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	セラミックナイフ切断法	密閉酸	ICP-MS	4	1	1	ニッパ切断	密閉酸	フーネス原子吸光分析法
Cd	ハサミによる切断	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	セラミックナイフ切断法	密閉酸	ICP-MS	4	1	1	ニッパ切断	密閉酸	フーネス原子吸光分析法
Cr	ハサミによる切断	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	セラミックナイフ切断法	密閉酸	ICP-MS	4	1	1	ニッパ切断	密閉酸	フーネス原子吸光分析法
Hg	ハサミによる切断	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	セラミックナイフ切断法	還冷酸	(H)AA	4	1	3	ニッパ切断	密閉酸	(A)AA
Br	0	0	0	フィルム	石英管	IC	0	0	0	0	0	0	—	—	—
Cl	0	0	0	フィルム	石英管	IC	0	0	0	0	0	0	0	0	0
試験機関番号	44			45			46			47			48		
方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法
Pb	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-AES	機械	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	鉄	密閉酸	ICP-MS	ニッパ	開放酸	ICP-MS
Cd	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-AES	機械	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	鉄	密閉酸	ICP-MS	ニッパ	開放酸	ICP-MS
Cr	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-AES	機械	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	鉄	密閉酸	ICP-MS	ニッパ	開放酸	ICP-AES
Hg	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-AES	0	0	0	フィルム	密閉酸	(H)AA	鉄	密閉酸	ICP-MS	ニッパ	加熱酸化	(A)AA
Br	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	ニッパ	石英管	IC
Cl	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
試験機関番号	49			50			51			52			53		
方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法
Pb	フィルム	密閉酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	3	1	2	切断法	密閉酸	ICP-AES
Cd	フィルム	密閉酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	3	1	2	切断法	密閉酸	ICP-AES
Cr	フィルム	密閉酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	3	1	2	切断法	密閉酸	ICP-AES
Hg	フィルム	密閉酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	ICP-AES	フィルム	加熱酸化	(A)AA	3	-	Direct mercury analyzer	切断法	密閉酸	ICP-AES
Br	0	0	0	切断法	石英管	IC	フィルム	石英管	IC	0	0	0	0	0	0
Cl	0	0	0	切断法	石英管	IC	フィルム	石英管	IC	3	oxygen bomb combustion	5	0	0	0

表B.1 化学分析方法と条件

試験機関番号	54			55			56			57			58		
方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法
Pb	凍結粉砕法	開放酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	1	2	2	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Cd	凍結粉砕法	開放酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	1	2	2	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Cr	凍結粉砕法	開放酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	1	2	2	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Hg	0	0	0	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	0	0	0	アルミナ乳鉢	密閉酸	(H)AA	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Br	0	0	0	0	0	0	0	0	0	アルミナ乳鉢	石英管	IC	フィルム	石英管	IC
Cl	凍結粉砕法	酸素ポンプ	IC	0	0	0	1	7	5	機械	石英管	IC	フィルム	石英管	IC
試験機関番号	59			60			61			62			64		
方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法
Pb	0	0	0	フィルム	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	ニッパで切断	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES
Cd	0	0	0	フィルム	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	ニッパで切断	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES
Cr	0	0	0	フィルム	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	ニッパで切断	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES
Hg	0	0	0	フィルム	密閉酸	(H)AA	フィルム	密閉酸	(H)AA	ニッパで切断	密閉酸	(H)AA	アルミナ乳鉢	加熱酸化	(A)AA
Br	0	0	0	フィルム	石英管	IC	凍結粉砕	石英管	IC	0	0	0	0	0	0
Cl	フィルム	石英管	IC	フィルム	石英管	IC	凍結粉砕	石英管	IC	0	0	0	0	0	0
試験機関番号	65			66			67			68			69		
方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法
Pb	凍結破砕	開放酸	AA	フィルム	密閉酸	ICP-MS	切断法	開放酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	2	1	2
Cd	凍結破砕	開放酸	AA	フィルム	密閉酸	ICP-MS	切断法	開放酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	2	1	2
Cr	0	0	0	フィルム	密閉酸	ICP-MS	切断法	開放酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	0	0	0
Hg	凍結破砕	還冷酸	(H)AA	フィルム	密閉酸	ICP-MS	切断法	加熱酸化	(A)AA	フィルム	密閉酸	ICP-AES	0	0	0
Br	凍結破砕	ポンプ燃焼	IC	0	0	0	切断法	石英管	IC	フィルム	石英管	IC	0	0	0
Cl	凍結破砕	ポンプ燃焼	IC	フィルム	フラスコ	IC	切断法	石英管	IC	フィルム	石英管	IC	0	0	0
試験機関番号	70			71			72			73			74		
方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法
Pb	凍結粉砕法	密閉酸	ICP-AES	1	1	2	凍結破砕	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	硫酸炭・灰化	ICP-AES	ミキサーミル	密閉酸	ICP-AES
Cd	凍結粉砕法	密閉酸	ICP-AES	1	1	2	凍結破砕	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	硫酸炭・灰化	ICP-AES	ミキサーミル	密閉酸	ICP-AES
Cr	凍結粉砕法	密閉酸	ICP-AES	1	1	2	凍結破砕	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	ミキサーミル	密閉酸	ICP-AES
Hg	凍結粉砕法	密閉酸	ICP-AES	1	1	2	凍結破砕	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	還冷酸	(H)AA	ミキサーミル	密閉酸	ICP-AES
Br	0	0	0	1	6	5	0	0	0	アルミナ乳鉢	石英管	IC	フィルム	酸素ポンプ燃焼	IC
Cl	0	0	0	1	6	5	凍結破砕	ポンプ燃焼	IC	アルミナ乳鉢	石英管	IC	フィルム	酸素ポンプ燃焼	IC
試験機関番号	75			76			78								
方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法	破砕方法	試料前処理	分析方法						
Pb	凍結粉砕法	密閉酸	AAS	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	0	0	0						
Cd	凍結粉砕法	密閉酸	AAS	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	(2)	(4)EN1122	(2)						
Cr	凍結粉砕法	密閉酸	AAS	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	0	0	0						
Hg	0	0	0	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	0	0	0						
Br	0	0	0	0	0	0	0	0	0						
Cl	0	0	0	0	0	0	0	0	0						

表B. 2 PBDEs 分析方法と条件

試験機関 番号	試料前処理	分析方法	カラム(銘柄とサイズ)	検量線用標準物質 メーカー	定量した異性体数
4	凍結粉碎 -ソックスレー抽出法	GC/MS法	VF-5ms 15m×0.25mm ×0.10 μm	Accustandard	Hepta-BDE: - Octa-BDE: - Nona-BDE: - Deca-BDE: 1
7	超音波抽出	GC/MS法	DB-5HT(15mX0.25 μ mX1.0mm)	Accu Standard	Hepta-BDE: Octa-BDE: Nona-BDE: Deca-BDE:
10	ソックスレー抽出	GC-MS	フロンティアラボ UAPBDE-15M-0.05	関東化学 (Accustandard) (Wellington)	Hepta-BDE:1 Octa-BDE:2 Nona-BDE:1 Deca-BDE:1
13	ソックスレー抽出	GC-MS	VARIAN VF-5MS 15m×0.25mm×0.1 μm	WELLINGTON	Hepta-BDE:3 Octa-BDE:2 Nona-BDE:2 Deca-BDE:1
15	ソックスレー抽出	GC-MS	Ultra alloy-1 UA1(MS/HT)-15M- 0.1F	Accustandard	Hepta-BDE: 1 Octa-BDE: 3 Nona-BDE: 3 Deca-BDE: 1
16	凍結粉碎、ソックスレー抽出法	IEC 62321 Annex A GC/MS	Elite-5MS 0.25mm× 15m×0.1 μm	CIL	Hepta-BDE:3 Octa-BDE:3 Nona-BDE:3 Deca-BDE:1

表B. 2 PBDEs 分析方法と条件

試験機関 番号	試料前処理	分析方法	カラム(銘柄とサイズ)	検量線用標準物質 メーカー	定量した異性体数
18	超音波抽出	GC/MS	DB-5HT 15m × 250um × 0.10um	AccuStandard	Hepta-BDE: 1 Octa-BDE: 3 Nona-BDE: 2 Deca-BDE: 1
30	冷凍粉碎 0.1g試料採取 ソックスレー抽出	GC/MS SIM	DB-5HT 内径 0.25mm 膜厚 0.1 μ m 長さ 15m	Cambridge Isotope Laboratories社製 EO-5405混合標準液	Hepta-BDE: 1 Octa-BDE: 2 Nona-BDE: 1 Deca-BDE: 1
31	凍結粉碎 ↓ トルエンソックスレー 2時間 ↓ シリカゲルクロマト処理	ガスクロマトグラフィ/ 質量分析法	InertCap 5MS/Sil 15m × 0.25mm 膜厚0.10 μ m	AccuStandard社製	Hepta-BDE: 1 Octa-BDE: 3 Nona-BDE: 3 Deca-BDE: 1
37	ソックスレー抽出	ガスクロマトグラフ質量分析法	FlabPBDE 15m × 0.25mm 0.15 μ mid	Wellington	Hepta-BDE: 1 Octa-BDE: 3 Nona-BDE: 2 Deca-BDE: 1
51	凍結粉碎-ソックスレー抽出	GC/MS	DB-1HT (0.25mm × 15m, 0.1 μ m)	Accustanard, WELLINGTON	Hepta-BDE: 7以上 Octa-BDE: 4以上 Nona-BDE: 3 Deca-BDE: 1
52	soxhlet extraction	IEC 62321	DB5MS 15m x 0.25mm x 0.25um	JSAC 0641	Hepta-BDE: Octa-BDE: Nona-BDE: Deca-BDE:

表B. 2 PBDEs 分析方法と条件

試験機関 番号	試料前処理	分析方法	カラム(銘柄とサイズ)	検量線用標準物質 メーカー	定量した異性体数
58	トルエンソックスレー抽出法	GC/MS	DB-5HT 長さ 15m 膜厚 0.10 μ m 内径 0.25mm	Accu Standard	Hepta-BDE:2 Octa-BDE:3 Nona-BDE:1 Deca-BDE:1
60	ソックスレー抽出	GC/MS分析	メーカー: Agilent 銘柄: DB-5ht 内径: 0.25mm 長さ: 15m 膜厚: 0.1 μ m	Wellington	Hepta-BDE:4 Octa-BDE:4 Nona-BDE:3 Deca-BDE:1
61	超音波にて溶媒抽出した。	高速液体クロマトグラフ(HPLC) により分析を行った。	SunfireC18 (150mm \times 4.6mm) 5 μ m	JSAC 0641 JSAC 0642 この粉末試料を今回の試料 と同時に分析した。その結果 得られた面積値を用いて、定 量を行った。	Hepta-BDE : (1) Octa-BDE: (3) Nona-BDE: (2) Deca-BDE: (1)
72	ソックスレー抽出(溶媒:トルエン)	GC-MS	UltraALLOY-PBDE 15m、0.25mm、0.05 μ m	AccuStandard	Hepta-BDE: 12 Octa-BDE: 6 Nona-BDE: 3 Deca-BDE: 1
73	ソックスレー抽出(トルエ ン) \rightarrow 多層シリカゲル カラム	HRGC/LRMS分析 GC/MSシステム 型番: HP5890/HP5972A MSD (アジレント・テクノロジー (株))	phenomenex ZB-5 15 m \times 0.25mm (膜厚: 0.25 μ m)	Wellington Laboratories Inc.	Hepta-BDE:3 Octa-BDE:2 Nona-BDE:1 Deca-BDE:1

表B.3 蛍光X線分析方法と条件

試験所 番号	項目 元素	分析方法*	分析線	X線管球	X線管電圧 kV	X線管電流 μ A, mA, A	測定時間 (秒)	同時測定 元素	測定雰囲気	材質補正係 数***	厚み補正係 数***	使用した標 準物質材質 **	使用した標準 物質厚み (mm)
4	Pb	EDX	L α	Rh	50	1000	300	Hg,Br	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50	1000	300	-	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	15	1000	300	-	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50	1000	300	Pb,Br	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K α	Rh	50	1000	300	Pb,Hg	大気	1	1	3	4
5	Pb	EDX	L α 、L β	ロジウム	50 kV	0.37	120	Hg、Br	大気	1	1	4	2
	Cd	EDX	K α	ロジウム	50 kV	1	360	無	大気	1	1	4	2
	Cr	EDX	K α	ロジウム	50 kV	0.05	320	無	大気	0.61	1	4	2
	Hg	EDX	L α 、L β	ロジウム	50 kV	0.37	120	Pb、Br	大気	1	1	4	2
	Br	EDX	K α 、K β	ロジウム	50 kV	0.37	120	Pb、Hg	大気	1	1	4	2
7	Pb	EDX	L β	Rh	50kV	0.42A	300	Br, Hg	大気	有	有	4	2
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	1A	300	なし	大気	有	有	4	4
	Cr	EDX	K α	Rh	50kV	0.075A	300	なし	大気	有	有	4	2
	Hg	EDX	L β	Rh	50kV	1A	300	Br, Pb	大気	有	有	4	2
	Br	EDX	K α	Rh	50kV	1A	300	Pb, Hg	大気	有	有	4	2
8	Pb	EDX	L α	Rh	50kV	-	500	Hg, Br	真空	なし	なし	3)	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	-	500	-	真空	なし	なし	3)	4
	Cr	EDX	K α	Rh	15kV	-	500	-	真空	なし	なし	3)	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	-	500	Pb, Br	真空	なし	なし	3)	4
	Br	EDX	K α	Rh	50kV	-	500	Pb, Hg	真空	なし	なし	3)	4
13	Pb	EDX	L α 、L β	Rh	50kv	0.335~ 0.350mA	100s	Cd,Cr	大気	自動補正	自動補正	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kv	1.000mA	100s	Pb,Cr	大気	自動補正	自動補正	3	4
	Cr	EDX	K α 、K β	Rh	50kv	0.060mA	100s	Cd,Pb	大気	自動補正	自動補正	3	4
	Hg	EDX	L α 、L β	Rh	50kv	0.340mA	100s	-	大気	自動補正	自動補正	3	4
	Br	EDX	K α 、K β	Rh	50kv	0.335~ 0.345mA	100s	-	大気	自動補正	自動補正	3	4
17	Pb	EDX	L α	Rh	50kv	100 μ A	300	Cd	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kv	100 μ A	300	Pb	大気	1	1	3	4
	Cr												
	Hg												
	Br												
18	Pb	EDX	K α	Rh	50kV		300		大気			1	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV		300		大気			1	4
	Cr	EDX	K α	Rh	50kV		300		大気			1	4
	Hg												
	Br												

試験所 番号	項目 元素	分析方法*	分析線	X線管球	X線管電圧 kV	X線管電流 μ A, mA, A	測定時間 (秒)	同時測定 元素	測定雰囲気	材質補正係 数***	厚み補正係 数***	使用した標	使用した標準
												準物質材質 **	物質厚み (mm)
19	Pb	EDX	K α	Rh	50kV		300		大気			1	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV		300		大気			1	4
	Cr	EDX	K α	Rh	50kV		300		大気			1	4
	Hg												
	Br												
20	Pb	EDX	5element	Rh	50KV	1.0mA	100	Cd, Cr, Hg, Br	空気	/	/	/	/
	Cd	EDX	5element	Rh	50KV	1.0mA	100	Pb, Cr, Hg, Br	空気	/	/	/	/
	Cr	EDX	5element	Rh	50KV	1.0mA	100	Pb, Cd, Hg, Br	空気	/	/	/	/
	Hg	EDX	5element	Rh	50KV	1.0mA	100	Cd, Cr, Pb, Br	空気	/	/	/	/
	Br	EDX	5element	Rh	50KV	1.0mA	100	Cd, Cr, Hg, Pb	空気	/	/	/	/
25	Pb	WDX	L α	Rh	60 kV	20	10	Cd, Cr	真空	1	1	1	4
	Cd	WDX	K α	Rh	60 kV	20	10	Pb, Cr	真空	1	1	1	4
	Cr	WDX	K α	Rh	60 kV	20	10	Pb, Cd	真空	1	1	1	4
	Hg	WDX	L α	Rh	30 kV	20	10	無	真空	1	1	1	4
	Br												
27	Pb	EDX	La	Rh	50	1mA	300	-	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	Ka	Rh	50	1mA	300	-	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	Ka	Rh	50	0.615~ 0.620mA	300	-	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	La	Rh	50	0.13~ 0.14mA	300	-	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	Ka	Rh	50	0.135mA	300	-	大気	1	1	3	4
28	Pb	WDX	L α	Rh	45kV	10mA	400	Cr, Hg	真空	1	1	3	4
	Cd	WDX	K α	Rh	60kV	40mA	200	-	真空	1	1	3	4
	Cr	WDX	K α	Rh	45kV	10mA	400	Pb, Hg	真空	1	1	3	4
	Hg	WDX	L α	Rh	45kV	10mA	400	Cr, Pb	真空	1	1	3	4
	Br	WDX	K α	Rh	45kV	10mA	400	-	真空	1	1	3	4
30	Pb	EDX	L α	Rh	50	自動(73 μ A)	200	Hg, Br	大気	1	1	3)	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50	自動(1000 μ A)	200	---	大気	1	1	3)	4
	Cr	EDX	K α	Rh	15	自動(427 μ A)	200	---	大気	1	1	3)	4
	Hg	EDX	K α	Rh	50	自動(73 μ A)	200	Pb, Br	大気	1	1	3)	4
	Br	EDX	K α	Rh	50	自動(73 μ A)	200	Pb, Hg	大気	1	1	3)	4
32	Pb	EDX	L α	Rh	50kV	186	100	Hg, Br	大気	1	1	1	5
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	1000	100		大気	1	1	1	5
	Cr	EDX	K α	Rh	15kV	637	100		大気	1	1	1	5
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	186	100	Pb, Br	大気	1	1	1	5
	Br	EDX	K β	Rh	50kV	186	100	Pb, Hg	大気	1	1	1	5

試験所 番号	項目 元素	分析方法*	分析線	X線管球	X線管電圧 kV	X線管電流 μ A, mA, A	測定時間 (秒)	同時測定 元素	測定雰囲気	材質補正係 数***	厚み補正係 数***	使用した標 準物質材質 **	使用した標準 物質厚み (mm)
33	Pb	EDX	Lb	Rh	50kV	350 μ A	180	Br,Hg	大気			3)	2mm
	Cd	EDX	Ka	Rh	50kV	1000 μ A	180	なし	大気			3)	2mm
	Cr	EDX	Ka	Rh	50kV	50 μ A	180	なし	大気			3)	2mm
	Hg	EDX	La	Rh	50kV	350 μ A	180	Pb,Br	大気			3)	2mm
	Br	EDX	Ka	Rh	50kV	350 μ A	180	Pb,Hg	大気			3)	2mm
34	Pb	EDX	L α	Rh	50KV	700 μ A	200	Hg,Br	大気	1)	1)	3)	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50KV	1000 μ A	200	なし	大気	1)	1)	3)	4
	Cr	EDX	K α	Rh	15KV	1000 μ A	200	なし	大気	1)	1)	3)	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50KV	700 μ A	200	Pb,Br	大気	1)	1)	3)	4
	Br	EDX	K α	Rh	50KV	700 μ A	200	Hg,Pb	大気	1)	1)	3)	4
39	Pb	EDX	L α	Rh	50kV		200	Hg	大気中	1	1	3)	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV		200	-	大気中	1	1	3)	4
	Cr	EDX	K α	Rh	50kV		200	Br	大気中	1	1	3)	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV		200	Pb	大気中	1	1	3)	4
	Br	EDX	K α	Rh	50kV		200	Cr	大気中	1	1	3)	4
40	Pb	EDX	L α	Rh	50KeV	自動	300	Hg、Br	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50KeV	自動	300	なし	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	15KeV	自動	300	なし	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50KeV	自動	300	Pb、Br	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K β	Rh	50KeV	自動	300	Hg、Pb	大気	1	1	3	4
42	Pb	EDX	La	Oxford XTF5011A	50	100 μ A	100		大気			1	4
	Cd	EDX	Ka	Oxford XTF5011A	50	100 μ A	100		大気			1	4
	Cr	EDX	Ka	Oxford XTF5011A	50	100 μ A	100		大気			1	4
	Hg	EDX	La	Oxford XTF5011A	50	100 μ A	100		大気			1	4
	Br	EDX	Ka	Oxford XTF5011A	50	100 μ A	100		大気			1	4
44	Pb	EDX	L α	Rh	50kV	100 μ A	300	Hg	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	100 μ A	300	-	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	30kV	100 μ A	300	-	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	100 μ A	300	Pb	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K α	Rh	50kV	100 μ A	300	-	大気	1	1	3	4
45	Pb	EDX	L α	Rh	50kV	20 μ A	300	無	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	300 μ A	300	無	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	50kV	10 μ A	300	無	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	20 μ A	300	無	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K α	Rh	50kV	10 μ A	300	無	大気	1	1	3	4

試験所 番号	項目 元素	分析方法*	分析線	X線管球	X線管電圧 kV	X線管電流 μ A, mA, A	測定時間 (秒)	同時測定 元素	測定雰囲気	材質補正係 数***	厚み補正係 数***	使用した標	使用した標準
												準物質材質 **	物質厚み (mm)
50	Pb	EDX	La	Rh	50kV	1000 μ A	100	Hg、Br	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	Ka	Rh	50kV	1000 μ A	100	なし	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	Ka	Rh	15kV	1000 μ A	100	なし	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	La	Rh	50kV	1000 μ A	100	Pb、Br	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	Ka	Rh	50kV	1000 μ A	100	Pb、Hg	大気	1	1	3	4
51	Pb	EDX	L	Rh	50keV	0.470mA	60	Hg,Br	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K	Rh	50kEV	1.000mA	60	なし	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K	Rh	30keV	0.160mA	60	なし	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L	Rh	50keV	0.470mA	60	Pb,Br	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K	Rh	50keV	0.470mA	60	Pb,Hg	大気	1	1	3	4
55	Pb	EDX	L α	Rh	50kV	1000	300	Cd,Cr	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	1000	300	Pb,Cr	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	10kV	1000	300	Pb,Cd	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	1000	300	-	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K β	Rh	50kV	1000	300	-	大気	1	1	3	4
57	Pb	EDX	L β	Rh	50kV	100-自動	100	Hg、Br	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	100-自動	100	-	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	30kV	100-自動	100	-	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	100-自動	100	Pb、Br	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K α	Rh	50kV	100-自動	100	Pb、Hg	大気	1	1	3	4
60	Pb	EDX	L α	Rh	50kV	0.385mA	180	-	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	1.000mA	180	-	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	50kV	0.075mA	180	-	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	0.375mA	180	-	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K α	Rh	50kV	0.370mA	180	-	大気	1	1	3	4
61	Pb	EDX	L α	Rh	50kV	自動調整		Hg,Br	大気	-	-	1,2	2
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	自動調整		-	大気	-	-	1,2	2
	Cr	EDX	K α	Rh	15kV	自動調整		Cl	大気	-	-	1,2	2
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	自動調整		Pb,Br	大気	-	-	1,2	2
	Br	EDX	K β	Rh	50kV	自動調整		Pb,Hg	大気	-	-	1,2	2
62	Pb	EDX	L α	Rh	50kV	自動	60	Hg、Br	大気	有(自動)	有(自動)	4)	2
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	自動	120		大気	有(自動)	有(自動)	4)	2
	Cr	EDX	K α	Rh	30kV	自動	120		大気	有(自動)	有(自動)	4)	2
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	自動	60	Pb、Br	大気	有(自動)	有(自動)	4)	2
	Br	EDX	L α	Rh	50kV	自動	60	Pb、Hg	大気	有(自動)	有(自動)	4)	2
63	Pb	EDX	La	Rh	50kV	145 μ A	400	Hg、Br	大気	1	1	1	3
	Cd	EDX	Ka	Rh	50kV	1000 μ A	400	—	大気	1	1	1	3
	Cr	EDX	Ka	Rh	15kV	273 μ A	400	Cl	大気	1	1	1	3
	Hg	EDX	La	Rh	50kV	145 μ A	400	Pb、Br	大気	1	1	1	3
	Br	EDX	Kb	Rh	50kV	145 μ A	400	Pb、Hg	大気	1	1	1	3

試験所 番号	項目 元素	分析方法*	分析線	X線管球	X線管電圧 kV	X線管電流 μ A, mA, A	測定時間 (秒)	同時測定 元素	測定雰囲気	材質補正係 数***	厚み補正係 数***	使用した標	使用した標準
												準物質材質 **	物質厚み (mm)
70	Pb	EDX	K α	Rh	50	100	100	BrHg	常圧大気			1	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50	100	100		常圧大気			1	4
	Cr	EDX	K α	Rh	30	100	100		常圧大気			1	4
	Hg	EDX	K α	Rh	50	100	100	BrPb	常圧大気			1	4
	Br	EDX	K α	Rh	50	100	100	BrHg	常圧大気			1	4
71	Pb	EDX	L α	Rh	50kV	1mA	100	5元素同時	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	1mA	500	5元素同時	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	30kV	1mA	500	5元素同時	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	1mA	100	5元素同時	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K α	Rh	50kV	1mA	100	5元素同時	大気	1	1	3	4
73	Pb	EDX	L α	Rh	50	182	100	Cd,Cr,Hg	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50	1000	100	Pb,Cr,Hg	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	30	73	100	Pb,Cd,Hg	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50	182	100	Pb,Cd,Cr	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K α	Rh	50	182	100	-	大気	1	1	3	4
75	Pb	EDX	L α	Gd	自動	自動	180	Hg	真空	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Gd	自動	自動	180	無し	真空	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Gd	自動	自動	180	無し	真空	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Gd	自動	自動	180	Pb	真空	1	1	3	4
	Br	EDX	L α	Gd	自動	自動	180	無し	真空	1	1	3	4
77	Pb	EDX	Lb	Rh	50kV	700 μ A	60	Br,Hg	大気			3)	2mm
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	1000 μ A	120	なし	大気			3)	2mm
	Cr	EDX	K α	Rh	15kV	1000 μ A	30	なし	大気			3)	2mm
	Hg	EDX	La	Rh	50kV	700 μ A	60	Pb,Br	大気			3)	2mm
	Br	EDX	K α	Rh	50kV	700 μ A	60	Pb,Hg	大気			3)	2mm
79	Pb	EDX	L	Rh	50	1	60	Br、Hg	大気	なし(FP法)	なし(FP法)	なし(FP法)	—
	Cd	EDX	K	Rh	50	1	120	—	大気	なし(FP法)	なし(FP法)	なし(FP法)	—
	Cr	EDX	K	Rh	30	0.325	60	—	大気	なし(FP法)	なし(FP法)	なし(FP法)	—
	Hg	EDX	L	Rh	50	1	60	Pb、Br	大気	なし(FP法)	なし(FP法)	なし(FP法)	—
	Br	EDX	K	Rh	50	1	60	Pb、Hg	大気	なし(FP法)	なし(FP法)	なし(FP法)	—

第11回 プラスチック中有害金属成分分析 技能試験実施要領

社団法人 日本分析化学会
プラスチック分析技能試験実行委員会
委員長 須藤 和冬

1. 分析試料

形状：ディスク状（40 mm 径×4.0 mm 厚、約 8 g）

材質：ポリエステル

参加希望に応じて、下記の試料が配布されます。

化学分析用試料	記号： 11 L（低濃度）、	記号： 11 H（高濃度）	計 2 個
塩素化学分析用試料	記号： 11 Cl		計 1 個
蛍光 X 線分析用試料	記号： 11 LX（低濃度）、	記号： 11 HX（高濃度）	計 2 個

2. 分析対象

Pb, Cd, 全 Cr, Hg, 全 Br, 全 Cl, PBDEs, (計 7 項目)。

PBDEs は、11 H に含まれています。

試料中の各成分の含有率は、おおよそ 5 ~ 250 µg/g の範囲に入るように調製しております。

3. 分析方法

[1] 化学分析法 (Pb, Cd, 全 Cr, Hg, 全 Br, 全 Cl)

酸分解しやすいように試料を破砕した後、化学分析方法によって分析し、各成分含有率を求める。試料の破砕方法は、添付資料の「プラスチックディスク試料の破砕方法」又は類似の方法とし、外部からの汚染に注意する。

化学分析方法は、例えば、以下のような分析方法あるいは日常、実施している分析方法による。採用した分析方法は、報告シートに指定されたコード番号で記載する（規格としては、IEC 62321、日本分析化学会規格・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”及び日化協からの出版物がある）。塩素分析は、日本分析化学会規格・JSAC-D1001:2010 の臭素分析法に準じる。

(1) 密閉系酸分解—誘導結合プラズマ質量分析法

試料を硝酸など適切な試薬でマイクロ波分解した後、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr 及び Hg の m/z におけるイオン電流を測定し、Pb、Cd、Cr 及び Hg を定量する。

(2) 密閉系酸分解—誘導結合プラズマ発光分光分析法

試料を硝酸など適切な試薬でマイクロ波加熱分解した後、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr による発光強度を測定し、Pb、Cd 及び Cr を定量する。

(3) 開放系酸分解—誘導結合プラズマ発光分光分析法

試料を硝酸を含む適切な混酸で分解した後、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr による発光強度を測定し、Pb、Cd 及び Cr を定量する。

(4) 硫酸炭化・灰化融解—誘導結合プラズマ発光分光分析法

試料を硫酸で炭化し、低温灰化し融解後、適当な酸で抽出したのち、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr による発光強度を測定し、Pb、Cd 及び Cr を定量する。

(5) 密閉系酸分解—還元気化原子吸光分析法

試料を硝酸など適切な試薬でマイクロ波分解し、塩化すず (II) を加えて Hg を還元し、この溶液に通気して発生する Hg 蒸気による原子吸光を測定し、Hg を定量する。

(6) 還流冷却 / 酸分解—還元気化原子吸光分析法

試料を硝酸、硫酸及び過マンガン酸カリウム溶液で分解する。尿素溶液を加えて残存亜硝酸を分解後、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液を加えて過剰の過マンガン酸カリウムを還元する。塩化すず (II) 溶液を加えて Hg を還元し、この溶液に通気して発生する Hg 蒸気による原子吸光を測定し、Hg を定量する。

(7) 加熱気化—金アマルガム原子吸光分析法

試料を加熱し、発生する Hg 蒸気を金アマルガムにした後、再加熱して Hg 蒸気による原子吸光を測

定し、Hg を定量する。

(8) 石英ガラス管燃焼—イオンクロマトグラフィー

試料を、石英ガラス管内で酸素及びアルゴン気流中で燃焼し、発生する燃焼ガスを吸収液に吸収させた後、イオンクロマトグラフを用いて Br, Cl を定量する。

(9) フラスコ燃焼—イオンクロマトグラフィー

試料を、酸素を十分に充てんした燃焼フラスコ内で燃焼し、発生する燃焼ガスを吸収液に吸収させた後、イオンクロマトグラフを用いて Br, Cl を定量する。

(10) その他の方法

1) 開放系酸分解—誘導結合プラズマ質量分析法

2) 還流冷却 / 酸分解—誘導結合プラズマ質量分析法

3) 還流冷却 / 酸分解—誘導結合プラズマ発光分光分析法

4) 開放系酸分解—原子吸光分析法

5) EN112 (BS) 法

[2] 化学分析法 (PBDEs)

IEC 62321 Annex A による。MS フルスキャンを行って Hepta 24, Octa 12, Nona 3, Deca 1 の異性体を分析し、各同族体にまとめて報告することとする。自試験所独自の分析方法による場合は、報告シートのコメント欄にその旨注記する。PBDEs については、試料 11Hのみを分析する。

[3] 蛍光X線分析法

各試験所の標準的な方法による。

下記に蛍光X線分析法で樹脂試料を測定する場合の注意事項を記す。ただし、これらの事項は一般的な注意事項であり、測定法は測定に用いる装置の推奨条件によるものとする。

(1) 標準物質の材質

蛍光X線の自己吸収量の違いにより測定試料と標準物質の材質が異なると測定誤差が生じる。試料内部での自己吸収量を補正する材質補正機能により、異なる材質の標準物質を用いることができる装置もある。材質補正などがない場合は、測定試料と同じ材質の標準物質を用いる。

(2) 標準物質の厚み

測定試料と標準物質の厚みが異なると蛍光X線の励起領域に差ができるため測定誤差が生じる。散乱線のX線強度を用いて目的元素のX線強度を規格化することにより、厚み補正を行うことができる装置もある。厚み補正がない場合は、測定試料と標準物質の厚みを揃える。

(3) ピークの重なり (エネルギー分散型の場合の注意事項)

エネルギー分散型 (EDS) の場合、ピークが重なり合う場合があるため、以下の点に注意する。

Pb 測定： 樹脂試料の Pb 測定にあたっては、通常 Pb-La 線を用いる。Pb-L β 線は、多くの樹脂に難燃剤として含まれている Br の K α 線と K β 線の間に位置するため、検出感度が十分得られない場合があるためである。ただし、Pb-La 線を用いる場合、As (砒素) の K α 線と重なるため As を含有している試料の場合は注意が必要である。

Cd 測定： 樹脂試料の Cd 測定にあたっては、通常 Cd-K α 線を用いる。ただし、高濃度の Pb を含有する試料の場合は、Pb の La 線+L β 線のサムピークが Cd-K α 線の位置に重なるため、試料電流などの測定条件に注意する必要がある。また、難燃剤として Br を大量に含有する試料の場合、Br-K α 線のサムピークが Cd-K α 線の近傍に検出されるため、Br の影響を受ける場合があるため注意が必要である。

Cr 測定： 樹脂試料の Cr 測定にあたっては、通常 Cr-K α 線を用いる。塩化ビニール試料の場合、CL-K α 線のサムピークが Cr-K α 線の近傍に検出されるため影響を受ける場合があるため注意が必要である。

Hg 測定： 樹脂試料の Hg 測定に当っては、通常 Hg-La 線を用いる。Hg-K β 線は、多くの樹脂に難燃剤として含まれる Br-K α 線と重なるため通常は分析に用いない。照射する一次X線の出力を大きくすると Hg 成分の一部が揮散する恐れがある。このため照射する一次X線の出力は、下記の値以下を推奨する。特に高出力の波長分散型蛍光X線装置では、下記の出力以上の測定にならないように注意が必要である

- | | |
|---------------------------|--------------|
| 1) 真空雰囲気・He 雰囲気下の場合 | : 0.1 kW 以下 |
| 2) 大気雰囲気下の場合 | : 0.25 kW 以下 |
| 3) 真空雰囲気 で Cu フィルターを入れた場合 | : 0.5 kW 以下 |

4. 分析回数と報告桁数

(1) 化学分析法

1 試料について 2 個の分析を行う。2 個の分析は試料を同時に採取し、一連の分析作業を併行（並行）して行う。

分析結果は、有効数字 4 桁目を四捨五入して 3 桁（統計処理上）で報告する。分析条件に関する事項を様式に従って報告する。

(2) 蛍光X線分析法

1 試料について同一面上の異なる分析点で 2 回の分析を行う。2 個の測定作業は引続いて短時間内に行う。

分析結果は、有効数字 4 桁目を四捨五入して 3 桁（統計処理上）で報告する。分析条件と使用した標準物質に関する事項を様式に従って報告する。

5. 報告シートのダウンロードとアップロードの仕方

日本分析化学会ホームページ (<http://www.jsac.jp>→Menu (左カラム) →技能試験→「第 11 回プラスチック分析技能試験」の結果報告シート Excel ファイルをダウンロードし、結果と分析条件など必要事項をご記入のうえ、同じ結果報告シート欄の[ここをクリック](#)し記載された手順でアップロードしてください。もし、ホームページ上でのアップロードに不都合が生じた場合は、ウェブサイト上の指示に従うか、又は事務局まで直接お問い合わせください。

6. 報告期限

分析結果は、2015 年 6 月 12 日（金）までに 上記 5. の要領でアップロードする。

7. 技能試験結果の評価と日本分析化学会からの報告書の送付

(1) Pb, Cd, 全 Cr, Hg, 全 Br, 全 Cl および PBDEs (計 7 項目)の各成分の実測含有率を判定対象とします。

(2) ISO/IEC 17043 に従い、 z スコアを表示します。

(3) 統計手法はロバスト法*を適用します。この場合、平均値及び標準偏差は化学分析法による値を基準にします。

* 技能試験に関する APLAC 文書 PT 002 (No.6, 03/08) 3.9 章による。

(4) スケジュール

分析結果の報告締切り：2015 年 6 月 12 日（金）

中間報告書の発行送付：2015 年 7 月 17 日（金）（インプット数字と統計処理方法などについて試験機関サイドでの確認などをしていただきます）。

最終報告書の発行送付：2015 年 8 月 21 日（金）

(5) 試験機関名は、記号(コード番号)で表示します。他者に貴試験機関の結果が知られることはありません。事務局には守秘義務があり、試験結果情報が外部に漏れることはありません。また参加機関名の一覧表も掲載しません。但し、最終報告書の内容は、他機関の要求に応じてその全て又は一部を提供又は文書に掲載することがあります。

以上の内容に関する問い合わせは、下記問い合わせ先まで e-mail 又はファックスにてお願いします。電話での問い合わせには対応いたしかねますので、あらかじめご了承ください。

問い合わせ先

〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304 号

(公社)日本分析化学会 技能試験委員会事務局

E-mail : plastic-pro.test@jsac.or.jp TEL : 03-3490-3351 FAX : 03-3490-3572

ISO/IEC 17043 に基づく技能試験報告書
第 11 回プラスチック中有害金属成分分析
最終報告書
2015 年 8 月 21 日発行

〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ
公益社団法人日本分析化学会

電話：03-3490-3351

FAX：03-3490-3572

©2015 公益社団法人日本分析化学会