

P - PPM - 2014

報告書番号 JSAC / PTP - 41

ISO/IEC 17043 に基づく技能試験報告書

第 10 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 : 2014 年 2 月 ~ 5 月

最 終 報 告 書

2014 年 7 月 18 日

公益社団法人 日本分析化学会

報告書番号	JSAC/PTP - 41
発行年月日	2014-07-18

ISO/IEC 17043 に基づく技能試験
第10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：83 試験所（うち、化学分析：77，蛍光X線分析：38）
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$	
		数	割合	数	割合	数	割合
10L（低濃度）Pb	69	58	84%	4	6%	7	10%
10L（低濃度）Cd	73	68	93%	1	1%	4	5%
10L（低濃度）Cr	67	55	82%	5	7%	7	10%
10L（低濃度）Hg	62	52	84%	8	13%	2	3%
10L（低濃度）Br	31	25	81%	2	6%	4	13%
10H（高濃度）Pb	74	63	85%	6	8%	5	7%
10H（高濃度）Cd	75	65	87%	6	8%	4	5%
10H（高濃度）Cr	69	58	84%	6	9%	5	7%
10H（高濃度）Hg	65	56	86%	7	11%	2	3%
10H（高濃度）Br	35	31	89%	4	11%	0	0%
10H Cl	32	28	88%	2	6%	2	6%
10H（高濃度）Hepta-BDE	19	16	84%	2	11%	1	5%
10H（高濃度）Octa-BDE	19	18	95%	1	5%	0	0%
10H（高濃度）Nona-BDE	20	18	90%	2	10%	0	0%
10H（高濃度）Deca-BDE	21	20	95%	1	5%	0	0%

3.2 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
10L X（低濃度）Pb	38	29	76%	3	8%	6	16%
10L X（低濃度）Cd	37	29	78%	1	3%	7	19%
10L X（低濃度）Cr	37	29	78%	3	8%	5	14%
10L X（低濃度）Hg	36	31	86%	1	3%	4	11%
10L X（低濃度）Br	35	28	80%	3	9%	4	11%
10H X（高濃度）Pb	37	28	76%	1	3%	8	22%
10H X（高濃度）Cd	35	28	80%	5	14%	2	6%
10H X（高濃度）Cr	37	30	81%	2	5%	5	14%
10H X（高濃度）Hg	36	32	89%	1	3%	3	8%
10H X（高濃度）Br	34	28	82%	2	6%	4	12%

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	42
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	46
参考資料A 試料の製造・調製と均質性試験	47
参考資料B 参加試験所の分析条件	53
参考資料C 第3回プラスチック分析技能試験実施要領	68

**第 10 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 Q0043-1) に従って、通常下記の方法で行われることが多い。

(1) 逐次参加スキーム (Sequential participation scheme)

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 En 数で行うことが多い。

(2) 同時参加スキーム (Simultaneous participation scheme)

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) 同時参加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 10 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 : 2013-11-21
- ・QPC-301 均質性試験実施手順 : 2005-08-23
- ・第 10 回プラスチック中有害金属成分分析技能試験実施要領:2014-02-03

2.4 実施日程

受験申込締切 : 2013 年 12 月 20 日
技能試験用試料の配付 : 2014 年 2 月 3 日
分析結果の報告締切 : 2014 年 5 月 9 日
中間報告書の発行送付 : 2014 年 6 月 13 日
最終報告書の発行送付 : 2014 年 7 月 18 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 0043-1)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。

$$z = (x - \bar{X}) / s$$

但し、 x : 参加試験所の値

\bar{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* = 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
10 L (低濃度) Pb	69	58	84%	4	6%	7	10%
10 L (低濃度) Cd	73	68	93%	1	1%	4	5%
10 L (低濃度) Cr	67	55	82%	5	7%	7	10%
10 L (低濃度) Hg	62	52	84%	8	13%	2	3%
10 L (低濃度) Br	31	25	81%	2	6%	4	13%
10H (高濃度) Pb	74	63	85%	6	8%	5	7%
10H (高濃度) Cd	75	65	87%	6	8%	4	5%
10H (高濃度) Cr	69	58	84%	6	9%	5	7%
10H (高濃度) Hg	65	56	86%	7	11%	2	3%
10H (高濃度) Br	35	31	89%	4	11%	0	0%
10H Cl	32	28	88%	2	6%	2	6%
10H (高濃度) Hepta-BDE	19	16	84%	2	11%	1	5%
10H (高濃度) Octa-BDE	19	18	95%	1	5%	0	0%
10H (高濃度) Nona-BDE	20	18	90%	2	10%	0	0%
10H (高濃度) Deca-BDE	21	20	95%	1	5%	0	0%

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
10 L X (低濃度) Pb	38	29	76%	3	8%	6	16%
10 L X (低濃度) Cd	37	29	78%	1	3%	7	19%
10 L X (低濃度) Cr	37	29	78%	3	8%	5	14%
10 L X (低濃度) Hg	36	31	86%	1	3%	4	11%
10 L X (低濃度) Br	35	28	80%	3	9%	4	11%
10H X (高濃度) Pb	37	28	76%	1	3%	8	22%
10H X (高濃度) Cd	35	28	80%	5	14%	2	6%
10H X (高濃度) Cr	37	30	81%	2	5%	5	14%
10H X (高濃度) Hg	36	32	89%	1	3%	3	8%
10H X (高濃度) Br	34	28	82%	2	6%	4	12%

(2) 蛍光 X 線分析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* を用いて評価しその結果を表-1-3 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 *En* 数を計算して比較し、表-2-3 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 ($k=2$)

En 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 *En* 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 線分析の結果が低くなっている。
- ・ Cd, 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、今回は有意差がなくなった。
- ・ Hg は当初有意差はなかったが、次第に蛍光 X 線分析の結果が高くなり、今回は有意差が現れた。
- ・ 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。

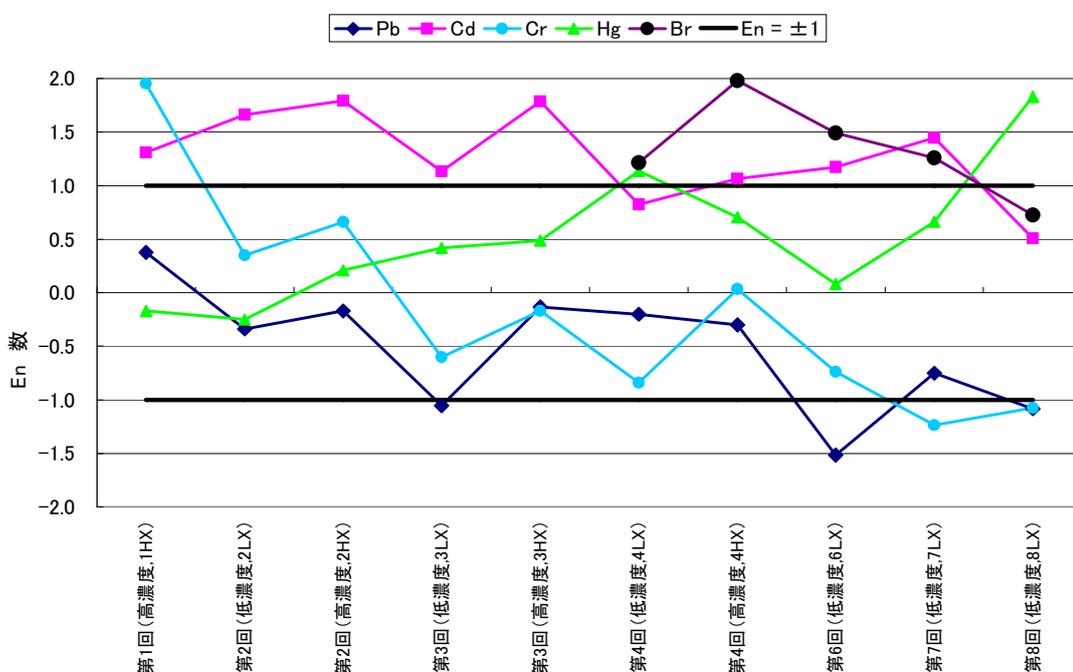


図-2 化学分析に対する蛍光 X 線分析のメディアンの差を *En* 数で比較したグラフ

試験所番号	1	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
10L(低濃度)Pb	5.24	4.93	4.92	9.10	4.64	4.85	5.08	4.52	5.07			5.02	5.37	5.19	5.22	5.23		4.96	5.09	5.12	5.34	5.10	4.72	6.72	5.05	4.96
robust z score	0.474	-0.431	-0.445	11.554	-1.243	-0.659	0.000	-1.607	-0.029			-0.172	0.832	0.316	0.402	0.431		-0.330	0.043	0.129	0.746	0.072	-1.014	4.720	-0.072	-0.344
				#																				#		
10L(低濃度)Cd	10.15	9.76	9.82	10.08	10.05	9.58	9.77	10.05	9.77			9.67	9.49	9.84	10.10	9.44		9.72	10.05	9.71	10.15	9.62	9.77	10.04	10.25	10.20
robust z score	1.103	-0.026	0.145	0.913	0.801	-0.548	0.000	0.813	0.000			-0.290	-0.828	0.189	0.958	-0.973		-0.145	0.799	-0.189	1.103	-0.450	-0.002	0.790	1.394	1.249
10L(低濃度)Cr	9.09	8.86	9.08	9.84	9.50	9.35	8.97	9.01	9.11			9.32	9.11	9.41	9.19	9.09		10.80	9.10	8.46		9.10	9.36	9.42	9.43	10.75
robust z score	-0.340	-0.868	-0.351	1.426	0.624	0.284	-0.609	-0.515	-0.281			0.199	-0.281	0.410	-0.105	-0.328		3.678	-0.305	-1.804		-0.305	0.293	0.450	0.457	3.561
																		#								#
10L(低濃度)Hg	8.39	7.69	7.37	7.50	7.35	7.51	7.94	7.42	6.83			7.45	7.43	7.63	7.48	7.86		7.60	7.51	8.37			7.84	8.00	7.67	8.10
robust z score	2.085	0.450	-0.323	-0.007	-0.358	0.017	1.034	-0.194	-1.598			-0.135	-0.182	0.302	-0.052	0.845		0.220	0.007	2.037			0.787	1.178	0.397	1.400
10L(低濃度)Br	19.10			14.03	21.78	17.23				18.90		19.75		10.62	17.95	46.25							17.64	30.77		18.30
robust z score	0.074			-2.427	1.397	-0.848				-0.025		0.395		-4.109	-0.493	13.465							-0.649	5.830		-0.321
														#		#								#		
10H(高濃度)Pb	80.50	82.21	81.10	87.45	85.04	80.81	80.50	78.20	81.60			82.55	81.95	82.98	80.60	80.44	84.03	84.45	82.40	84.95	81.20	77.55	80.97	81.38	82.00	79.35
robust z score	-0.349	0.446	-0.070	2.886	1.763	-0.204	-0.349	-1.420	0.163			0.605	0.326	0.805	-0.303	-0.379	1.292	1.490	0.535	1.722	-0.023	-1.722	-0.132	0.058	0.349	-0.884
10H(高濃度)Cd	51.65	51.41	50.05	50.75	52.72	49.87	50.95	53.65	50.50			50.70	50.20	53.03	50.65	49.23	52.99	49.10	51.40	52.95	50.85	48.20	52.31	50.90	51.55	50.80
robust z score	0.695	0.521	-0.475	0.033	1.479	-0.608	0.183	2.157	-0.146			0.000	-0.366	1.704	-0.037	-1.075	1.673	-1.170	0.512	1.645	0.110	-1.828	1.177	0.143	0.622	0.073
10H(高濃度)Cr	40.45	41.72	39.85	43.07	40.66	40.77	41.40	40.85	40.55			40.40	37.90	41.76	41.50	40.55		42.30	41.00	42.25		39.15	40.64	41.08	41.20	40.40
robust z score	-0.413	0.751	-0.965	1.992	-0.221	-0.120	0.459	-0.046	-0.322			-0.459	-2.756	0.790	0.551	-0.326		1.286	0.092	1.240		-1.608	-0.236	0.165	0.276	-0.459
10H(高濃度)Hg	51.55	48.25	48.30	50.48	52.23	49.49	50.75	50.25	48.00			50.15	52.80	46.58	49.30	50.40		50.20	49.95	51.25			51.63	53.34	49.70	53.25
robust z score	0.991	-0.688	-0.661	0.449	1.338	-0.056	0.584	0.330	-0.813			0.279	1.626	-1.534	-0.152	0.404		0.305	0.178	0.838			1.033	1.900	0.051	1.855
10H(高濃度)Br	149.00			140.69	156.95	155.86				146.00	136.00	141.50	100.58	139.50	146.50								141.29	127.56		142.50
robust z score	0.456			-0.127	1.013	0.936				0.245	-0.456	-0.070	-2.938	-0.210	0.280								-0.085	-1.047		0.000
10H Cl	183.6				190.9	147.0				193.0	187	188.0		162.7	186.5	184.5							183.77	156.75		173
robust z score	-0.105				0.537	-3.309				0.724	0.197	0.285		-1.932	0.154	-0.022							-0.086	-2.457		-1.031
						#																				
10H(高濃度) Hepta-BDE					44.53											60.20							32.75	59.20		120.50
robust z score					-1.167											0.342							-2.303	0.246		6.152
																										#
10H(高濃度) Octa-BDE					47.70											62.35							28.20	52.27		73.90
robust z score					-0.103											1.142							-1.760	0.285		2.123
10H(高濃度) Nona-BDE					19.69											22.40							13.10	22.31		25.95
robust z score					-0.748											-0.087							-2.356	-0.109		0.780
10H(高濃度) Deca-BDE					41.40											33.05							31.00	35.57		41.95
robust z score					0.205											-0.453							-0.614	-0.254		0.248

試験所番号	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53
10L(低濃度)Pb	5.04	5.09	5.30	5.20	4.82	5.12	5.31	5.40	4.42	4.73	4.70	5.48	4.80	7.50	4.24	6.45	5.45	4.28				5.73	4.99	6.38	3.79	5.57
robust z score	-0.115	0.043	0.631	0.344	-0.746	0.129	0.687	0.918	-1.894	-1.005	-1.076	1.162	-0.789	6.946	-2.397	3.946	1.062	-2.296				1.880	-0.247	3.731	-3.688	1.421
														#		#								#		#
10L(低濃度)Cd	9.42	10.15	9.95	9.69	9.30	10.21	10.12	10.13	9.67	9.84	8.97	9.65	9.53	9.21	9.15	9.50	9.99	9.70		9.14	8.61	10.92	10.17	9.37	9.50	8.74
robust z score	-1.031	1.103	0.523	-0.232	-1.365	1.278	1.027	1.045	-0.290	0.205	-2.323	-0.363	-0.697	-1.626	-1.815	-0.784	0.624	-0.203		-1.829	-3.383	3.339	1.164	-1.162	-0.781	-3.005
																					#	#				#
10L(低濃度)Cr	8.95	8.88	9.81	10.16	9.00	9.36	9.56	9.45	9.11	8.92	9.48	8.83	9.58	10.04	8.98	9.00	10.09	9.46				11.56	9.35	10.08	8.76	9.35
robust z score	-0.668	-0.832	1.359	2.179	-0.539	0.305	0.765	0.515	-0.281	-0.738	0.586	-0.937	0.808	1.886	-0.586	-0.539	2.003	0.527				5.459	0.272	1.980	-1.098	0.269
																						#				
10L(低濃度)Hg	7.60	7.28	7.29	7.34	6.48	7.22	8.09		6.50	6.99	7.67	7.55	7.16	6.66		7.30	7.41	6.44				7.93	7.28	8.32		8.78
robust z score	0.220	-0.524	-0.501	-0.382	-2.425	-0.666	1.384		-2.366	-1.201	0.397	0.102	-0.819	-1.988		-0.489	-0.229	-2.519				1.010	-0.529	1.931		3.017
																										#
10L(低濃度)Br	18.85		20.94		16.70		18.55		19.10			12.90		21.10										12.70		18.10
robust z score	-0.049		0.982		-1.110		-0.199		0.074			-2.984		1.060										-3.083		-0.419
																								#		
10H(高濃度)Pb	76.75	83.60	82.90	80.95	67.45	81.65	82.63	84.64	78.00	74.00	81.30	82.90	80.65	94.46	78.97	77.35	82.90	81.85	80.19	75.14	76.70	85.03	83.67	76.25	81.37	81.15
robust z score	-2.095	1.094	0.768	-0.140	-6.424	0.186	0.643	1.578	-1.513	-3.375	0.023	0.768	-0.279	6.147	-1.061	-1.815	0.766	0.279	-0.492	-2.844	-2.118	1.757	1.124	-2.327	0.056	-0.047
					#					#				#												
10H(高濃度)Cd	50.30	50.15	51.17	51.00	48.15	52.05	52.84	51.30	48.70	50.09	50.10	52.30	49.65	47.35	48.33	47.95	51.41	50.11	49.19	49.17	47.30	56.97	51.72	47.90	50.65	50.95
robust z score	-0.292	-0.402	0.340	0.219	-1.865	0.987	1.564	0.439	-1.462	-0.450	-0.439	1.170	-0.768	-2.450	-1.733	-2.011	0.516	-0.431	-1.107	-1.122	-2.486	4.581	0.748	-2.047	-0.040	0.183
																						#				
10H(高濃度)Cr	39.70	39.15	40.45	41.95	38.35	41.85	42.33	41.31	40.75	39.37	41.90	41.35	41.35	43.50	41.08	39.20	42.78	40.41	42.30	38.56		45.53	40.58	40.90	40.33	41.45
robust z score	-1.102	-1.608	-0.418	0.965	-2.343	0.873	1.318	0.372	-0.138	-1.406	0.919	0.413	0.413	2.388	0.165	-1.562	1.722	-0.450	1.282	-2.154		4.253	-0.293	0.000	-0.522	0.505
																						#				
10H(高濃度)Hg	48.20	48.35	47.13	49.60	43.75	49.30	57.03		43.70	48.09	50.60	50.20	49.35	44.90		47.70	48.99	48.10	48.07	44.52	44.10	53.42	49.13	51.45		51.60
robust z score	-0.711	-0.635	-1.255	0.000	-2.972	-0.152	3.773		-2.998	-0.767	0.508	0.305	-0.127	-2.388		-0.965	-0.312	-0.765	-0.779	-2.584	-2.795	1.941	-0.240	0.940		1.016
							#																			
10H(高濃度)Br	146.00		169.20		176.50		140.55		114.50			124.00		135.00									118.70			162.50
robust z score	0.245		1.871		2.383		-0.137		-1.962			-1.297		-0.526									-1.668			1.402
10H Cl	185		192.05		173		177.51					172		176.5									189.5			143
robust z score	0.022		0.640		-1.031		-0.635					-1.119		-0.724									0.417			-3.663
																										#
10H(高濃度)Hepta-BDE	56.35	58.45	66.07		45.15							58.50										48.31	54.50	39.95		34.40
robust z score	-0.029	0.173	0.907		-1.108							0.178										-0.804	-0.207	-1.609		-2.144
10H(高濃度)Octa-BDE	50.35	57.65	57.43		29.95							37.10										33.84	44.15	55.58		31.80
robust z score	0.122	0.742	0.723		-1.612							-1.004										-1.281	-0.405	0.566		-1.454
10H(高濃度)Nona-BDE	22.00	26.65	22.51		14.95							28.65										16.05	25.05	33.99		27.05
robust z score	-0.184	0.951	-0.060		-1.905							1.439										-1.636	0.560	2.742		1.048
10H(高濃度)Deca-BDE	43.05	57.30	35.77		65.40		60.54					31.10										23.65	27.75	50.98		56.85
robust z score	0.335	1.457	-0.239		2.095		1.712					-0.606										-1.193	-0.870	0.959		1.421

試験所番号	54	55	56	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	72	73	74	75	76	77	79	82	83
10L(低濃度)Pb	5.00	5.02	5.33	5.10	5.30	4.96	5.42	4.99	5.09	4.79	4.33	4.86	4.84	4.72	9.53		5.38	4.97	5.05	5.85	5.31	4.79		6.05	5.05
robust z score	-0.215	-0.172	0.732	0.072	0.631	-0.330	0.976	-0.244	0.043	-0.818	-2.138	-0.617	-0.674	-1.019	12.787		0.861	-0.301	-0.086	2.210	0.676	-0.818		2.798	-0.072
															#										
10L(低濃度)Cd	9.77	9.83	9.13	9.45	9.79	9.77	9.86	9.66	9.83	9.87	9.84	9.77	9.23	9.73	9.84	10.05	10.85	9.77	10.20	10.07	10.25	9.86	9.85	9.25	9.97
robust z score	0.000	0.174	-1.873	-0.929	0.058	0.000	0.261	-0.334	0.160	0.290	0.203	0.000	-1.568	-0.131	0.203	0.813	3.136	-0.015	1.249	0.857	1.379	0.247	0.232	-1.524	0.566
																	#								
10L(低濃度)Cr	8.89	9.43	10.22	12.25	10.35	8.81	9.10	9.23	9.01	7.78	9.54	8.70	8.82	10.45	5.00		10.70	8.96	9.67	9.15	9.98	8.90			9.05
robust z score	-0.797	0.469	2.308	7.076	2.624	-0.984	-0.316	0.000	-0.527	-3.409	0.726	-1.253	-0.972	2.858	-9.911		3.444	-0.644	1.019	-0.187	1.749	-0.785			-0.433
				#						#					#		#								
10L(低濃度)Hg	7.34	8.50	8.60	7.55	8.51	8.05	7.01	7.43	7.16	7.46	6.94	6.98		7.02		7.60	8.21	7.35	7.56	7.68	8.21	5.86			7.52
robust z score	-0.382	2.344	2.592	0.113	2.380	1.282	-1.162	-0.182	-0.807	-0.111	-1.339	-1.232		-1.138		0.231	1.660	-0.359	0.137	0.420	1.668	-3.888			0.031
																						#			
10L(低濃度)Br				15.80	20.00	20.36	18.55			20.10	22.00			19.65		18.95			21.40	20.70					
robust z score				-1.554	0.518	0.693	-0.197			0.567	1.504			0.345		0.000			1.208	0.863					
10H(高濃度)Pb	79.25	82.55	82.26	72.30	80.55	80.45	82.65	83.84	80.55	80.40	81.50	78.70	79.30	79.85	82.40	84.70	87.55	79.35	79.50	80.25	83.33	80.70		97.15	82.00
robust z score	-0.931	0.605	0.468	-4.166	-0.326	-0.375	0.652	1.206	-0.326	-0.396	0.116	-1.187	-0.908	-0.652	0.535	1.606	2.933	-0.884	-0.815	-0.465	0.968	-0.256		7.401	0.349
				#																				#	
10H(高濃度)Cd	51.50	52.85	50.74	48.20	50.30	50.55	49.75	49.82	50.50	49.90	52.23	50.45	48.25	51.65	43.10	52.30	54.90	49.60	54.70	52.00	51.92	50.35	50.20	59.10	51.15
robust z score	0.585	1.572	0.029	-1.828	-0.292	-0.113	-0.695	-0.647	-0.146	-0.585	1.119	-0.183	-1.792	0.695	-5.557	1.170	3.071	-0.804	2.925	0.951	0.888	-0.256	-0.366	6.142	0.329
														#		#								#	
10H(高濃度)Cr	40.00	42.75	41.70	46.15	41.80	40.44	41.30	42.15	40.15	38.95	40.88	38.30	39.85	41.70	60.40		43.50	39.55	41.00	40.90	43.67	37.30			40.05
robust z score	-0.827	1.699	0.730	4.823	0.827	-0.427	0.367	1.144	-0.689	-1.791	-0.018	-2.388	-0.965	0.735	17.913		2.388	-1.240	0.092	0.000	2.540	-3.307			-0.781
				#											#							#			
10H(高濃度)Hg	50.30	49.45	50.73	48.85	50.40	54.35	45.90	50.04	49.95	46.40	49.48	48.75		52.15		49.80	53.80	48.10	46.15	50.75	53.07	42.25			46.00
robust z score	0.356	-0.076	0.574	-0.381	0.406	2.411	-1.880	0.224	0.178	-1.626	-0.061	-0.432		1.296		0.102	2.134	-0.762	-1.753	0.584	1.763	-3.734			-1.829
																						#			
10H(高濃度)Br		151.00		110.42	141.00	146.27	152.15			121.00	164.50	150.05			145.00		121.00			150.00	156.50				
robust z score		0.596		-2.249	-0.105	0.264	0.676			-1.507	1.542	0.529			0.175		-1.507			0.526	0.981				
10H Cl		160.5		185.49	186		201.35			190.5	185	199.85			185.5		173			197.5					
robust z score		-2.128		0.064	0.110		1.456			0.504	0.022	1.325			0.066		-1.031			1.119					
10H(高濃度) Hepta-BDE		60.85								63.40										56.65	47.90				
robust z score		0.405								0.650										0.000	-0.843				
10H(高濃度) Octa-BDE		47.90								61.75										49.40	46.95				
robust z score		-0.086								1.091										0.041	-0.167				
10H(高濃度) Nona-BDE		23.00								30.65					18.81					24.40	20.90				
robust z score		0.060								1.927					-0.964					0.401	-0.453				
10H(高濃度) Deca-BDE		35.35								38.80					35.59					45.20	33.85				
robust z score		-0.272								0.000					-0.253					0.504	-0.390				

表-2-1

第10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(化学分析)

	N	z ≥3	average	median	U95%*	SD	NIQR	J95%**CV	CV%clas	CV%rob
10L(低濃度)Pb	69	7	5.26	5.08	0.08	0.90	0.35	2	17	7
		10%								
10L(低濃度)Cd	73	4	9.77	9.77	0.08	0.40	0.34	1	4	4
		5%								
10L(低濃度)Cr	67	7	9.36	9.23	0.10	0.89	0.43	1	10	5
		10%								
10L(低濃度)Hg	62	2	7.53	7.50	0.11	0.56	0.42	1	7	6
		3%								
10L(低濃度)Br	31	4	19.64	18.95	0.73	6.06	2.03	4	31	11
		13%								
10H(高濃度)Pb	74	5	81.32	81.25	0.50	3.97	2.15	1	5	3
		7%								
10H(高濃度)Cd	75	4	50.79	50.70	0.32	2.18	1.37	1	4	3
		5%								
10H(高濃度)Cr	69	4	41.28	40.90	0.26	2.81	1.09	1	7	3
		6%								
10H(高濃度)Hg	65	2	49.41	49.60	0.49	2.76	1.97	1	6	4
		3%								
10H(高濃度)Br	35	0	140.57	142.50	4.82	18.09	14.27	3	13	10
		0%								
10H Cl	32	2	180.05	184.75	4.03	14.03	11.40	2	8	6
		6%								
10H(高濃度)Hepta-BDE	19	1	56.85	56.65	4.76	18.68	10.38	8	33	18
		5%								
10H(高濃度)Octa-BDE	19	0	48.27	48.92	5.40	12.12	11.77	11	25	24
		0%								
10H(高濃度)Nona-BDE	20	0	23.11	22.76	1.83	5.15	4.10	8	22	18
		0%								
10H(高濃度)Deca-BDE	21	0	42.11	38.80	5.54	11.97	12.70	13	28	33
		0%								

表-1-1 追記

*印は中間報告書発行後の修正値、**印は条件を変えての分析結果を示し、統計計算には含んでいない。

試験所番号	35*	53*	60-2**
10L(低濃度)Pb		4.65	
robust z score		-1.220	
10L(低濃度)Cd		9.60	9.69
robust z score		-0.494	-0.247
10L(低濃度)Cr			
robust z score			
10L(低濃度)Hg	7.17		
robust z score	-0.796		
10L(低濃度)Br			
robust z score			
10H(高濃度)Pb			
robust z score			
10H(高濃度)Cd			50.96
robust z score			0.186
10H(高濃度)Cr			
robust z score			
10H(高濃度)Hg	46.45		
robust z score	-1.600		
10H(高濃度)Br			
robust z score			
10H Cl			
robust z score			
10H(高濃度)Hepta-BDE			
robust z score			
10H(高濃度)Octa-BDE			
robust z score			
10H(高濃度)Nona-BDE			
robust z score			
10H(高濃度)Deca-BDE			
robust z score			

図-1-1-1 CA z score bar chart

10L(低濃度)Pb

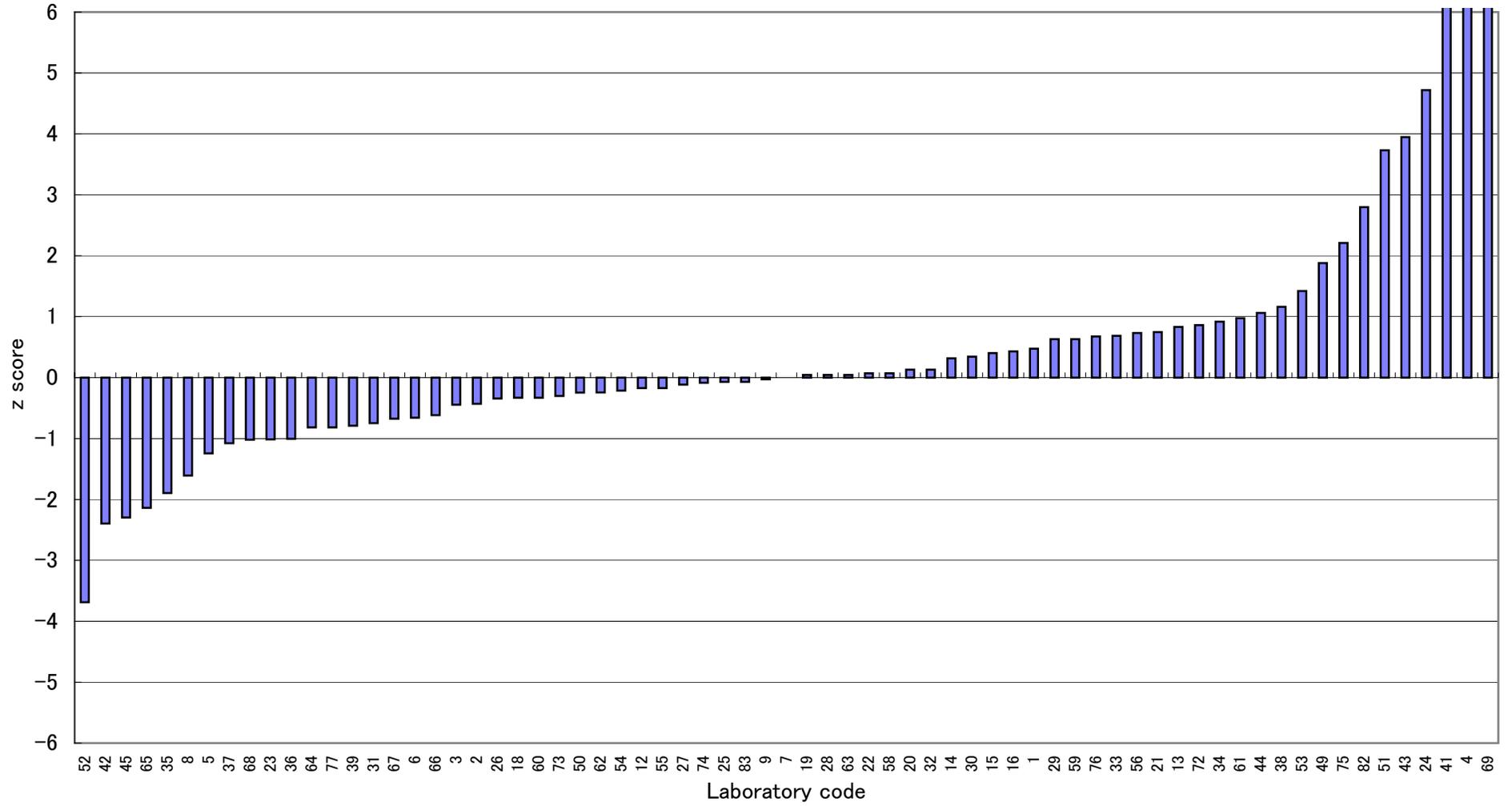


図-1-1-2 CA z score bar chart

10L(低濃度)Cd

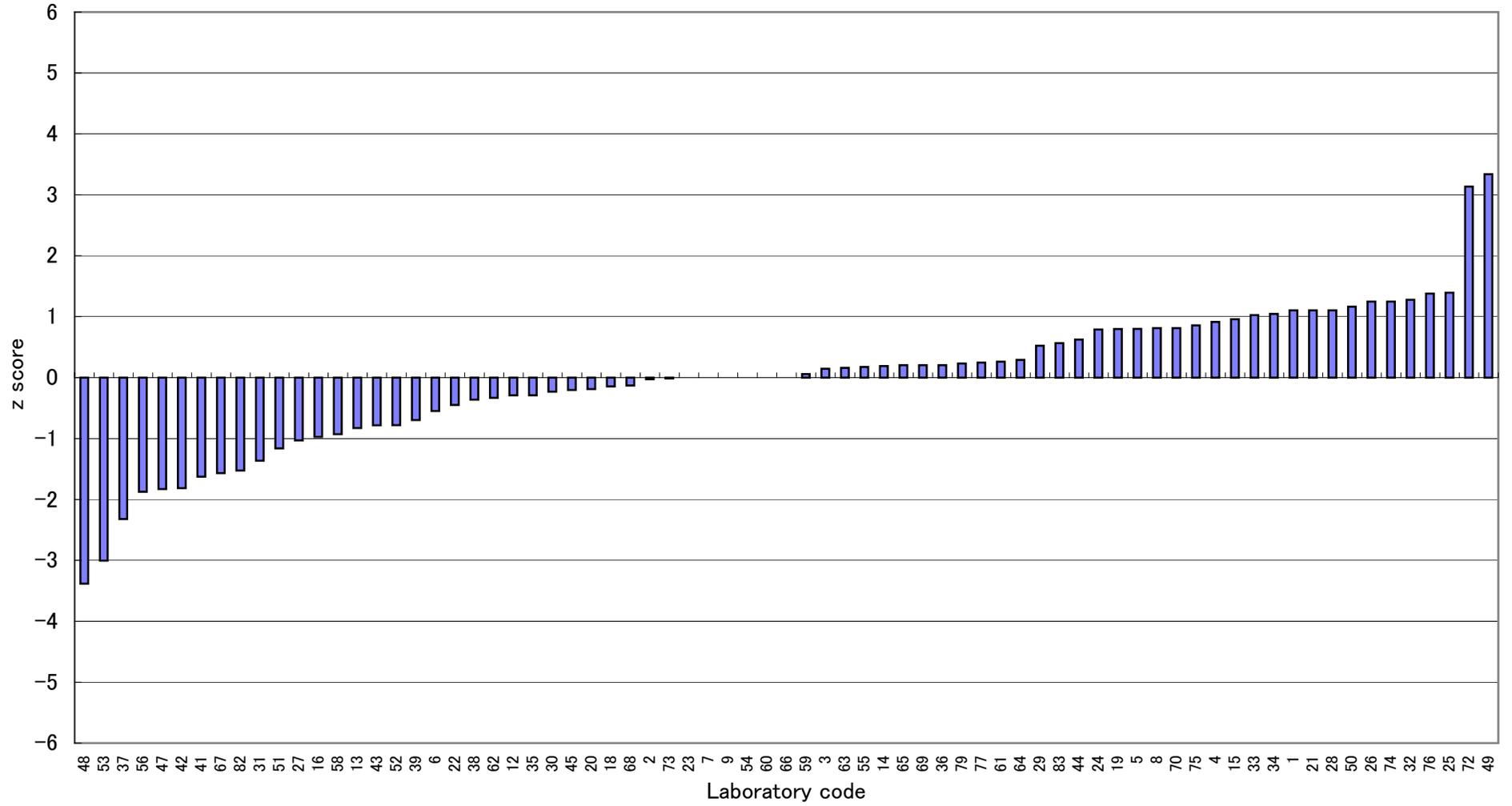


図-1-1-3 CA z score bar chart

10L(低濃度)Cr

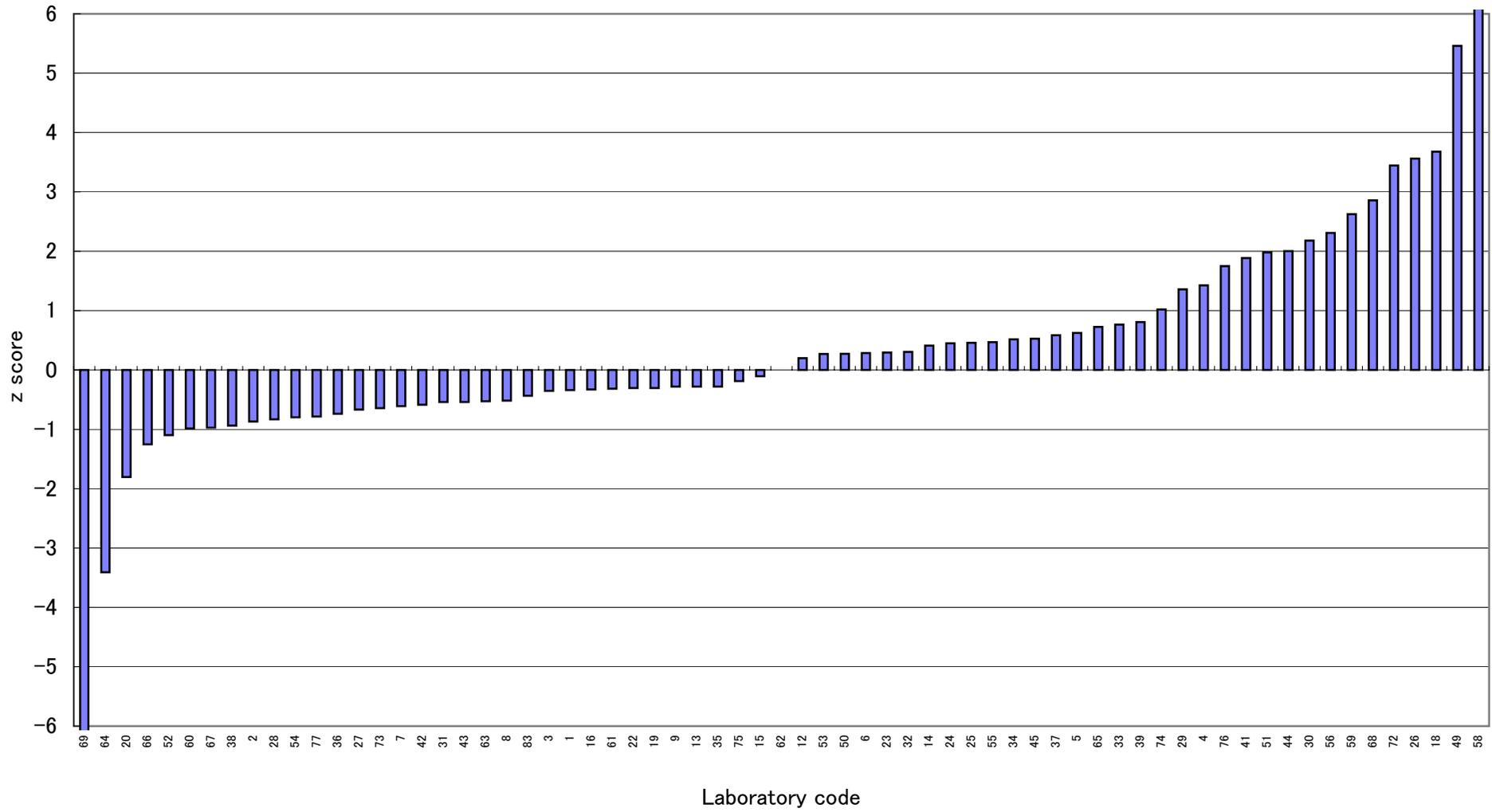


図-1-1-4 CA z score bar chart

10L(低濃度)Hg

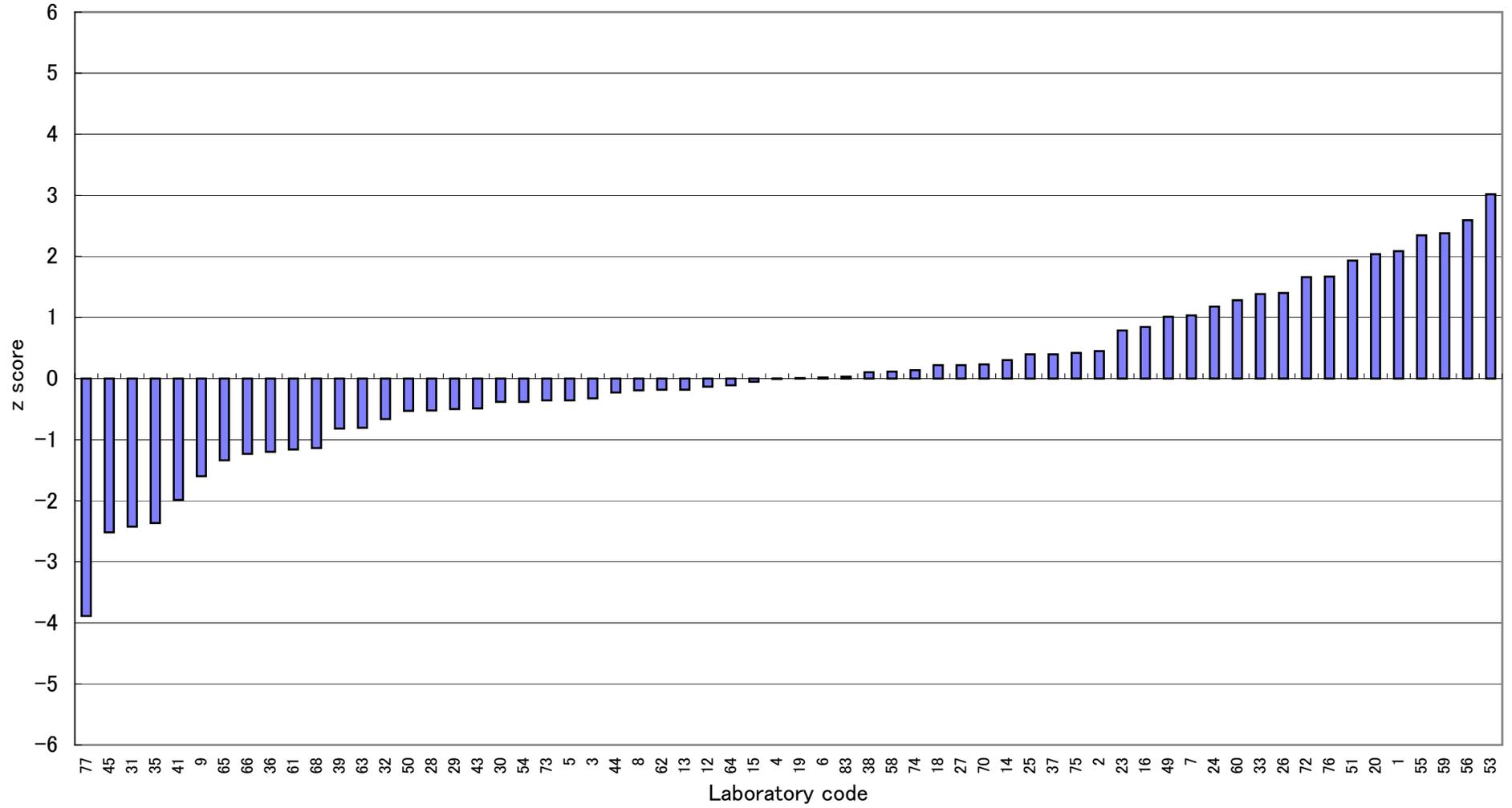


図-1-1-5 CA z score bar chart

10L(低濃度)Br

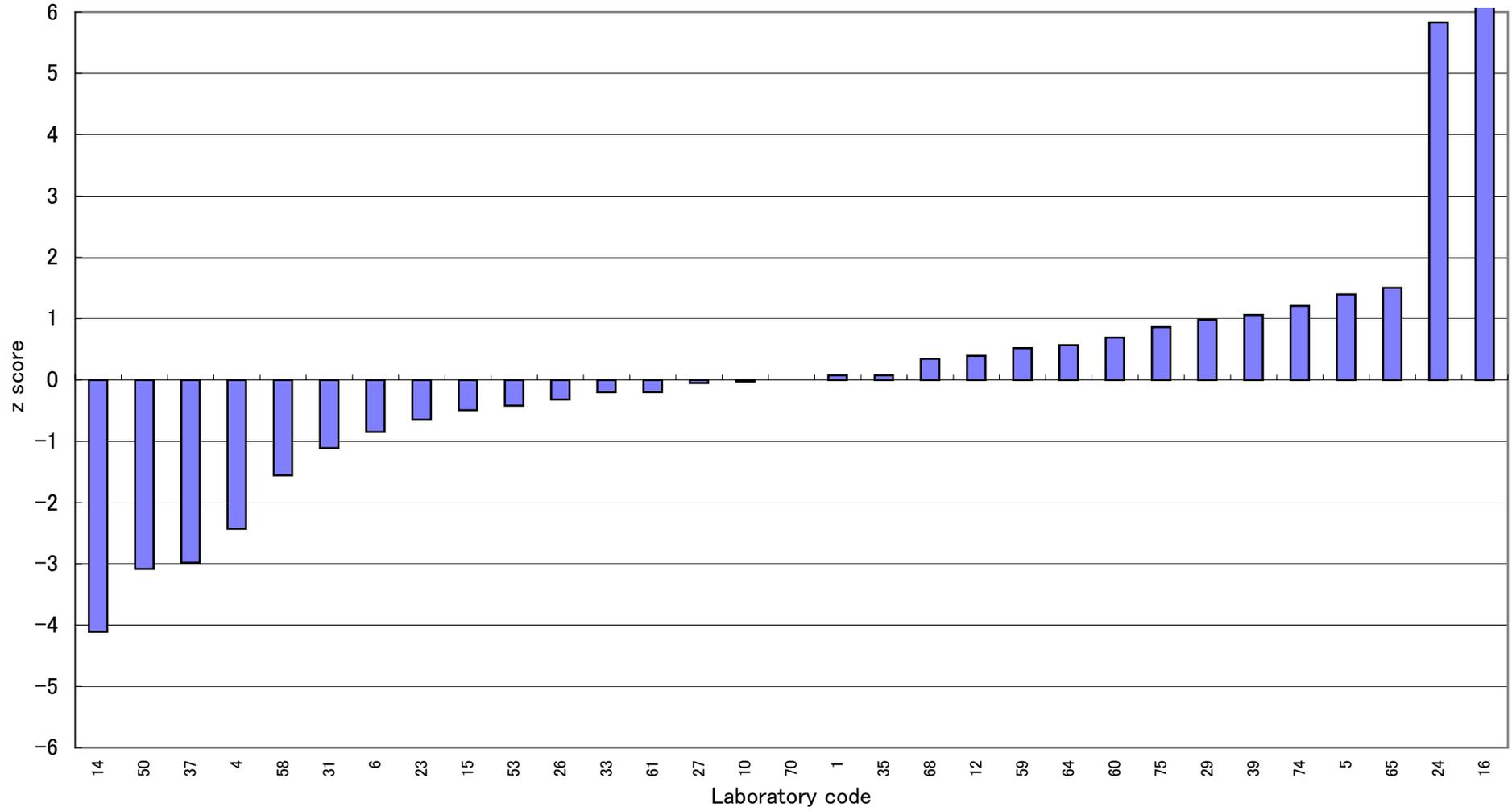


図-1-1-6 CA z score bar chart

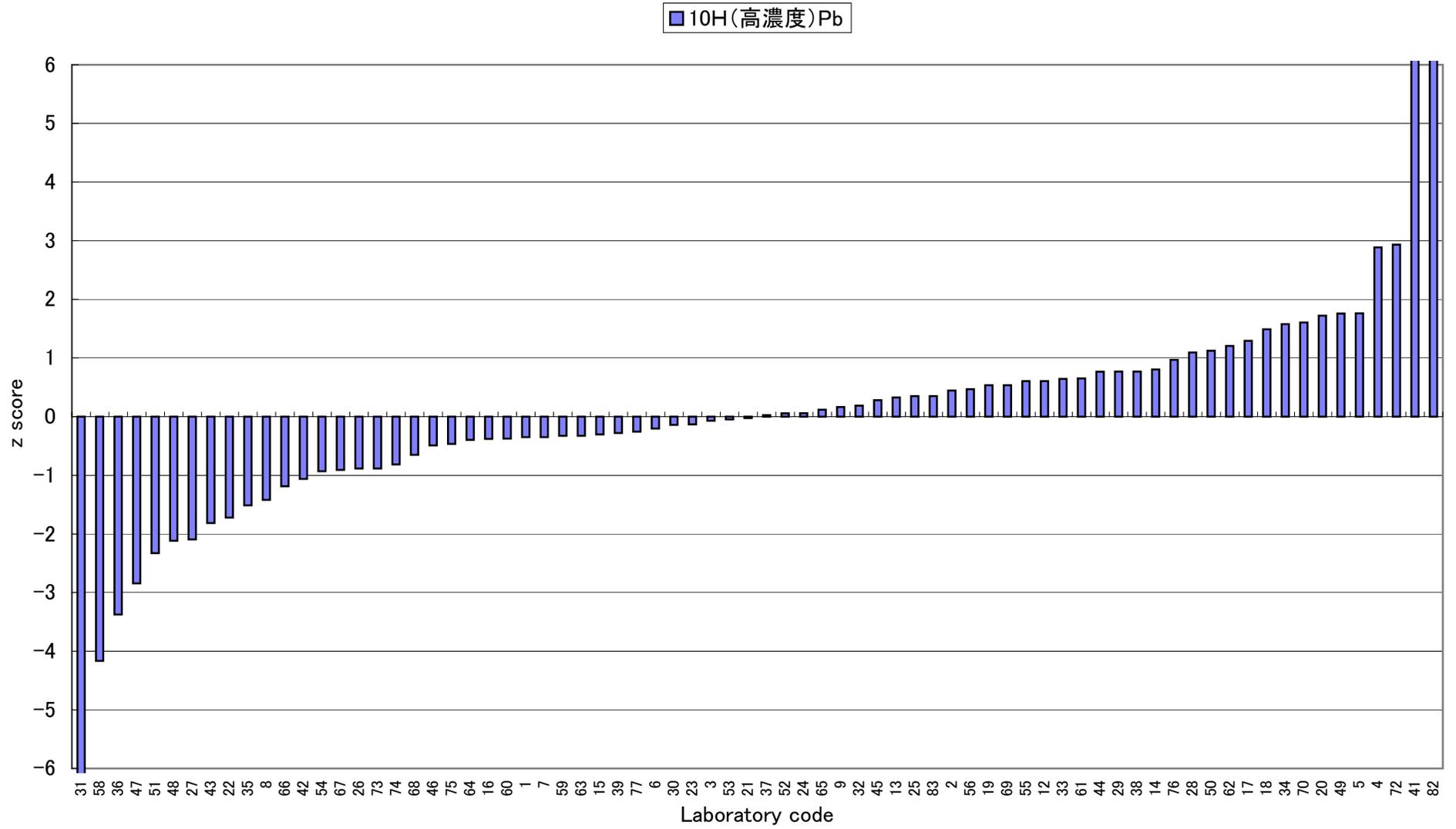


図-1-1-7 CA z score bar chart

■ 10H(高濃度)Cd

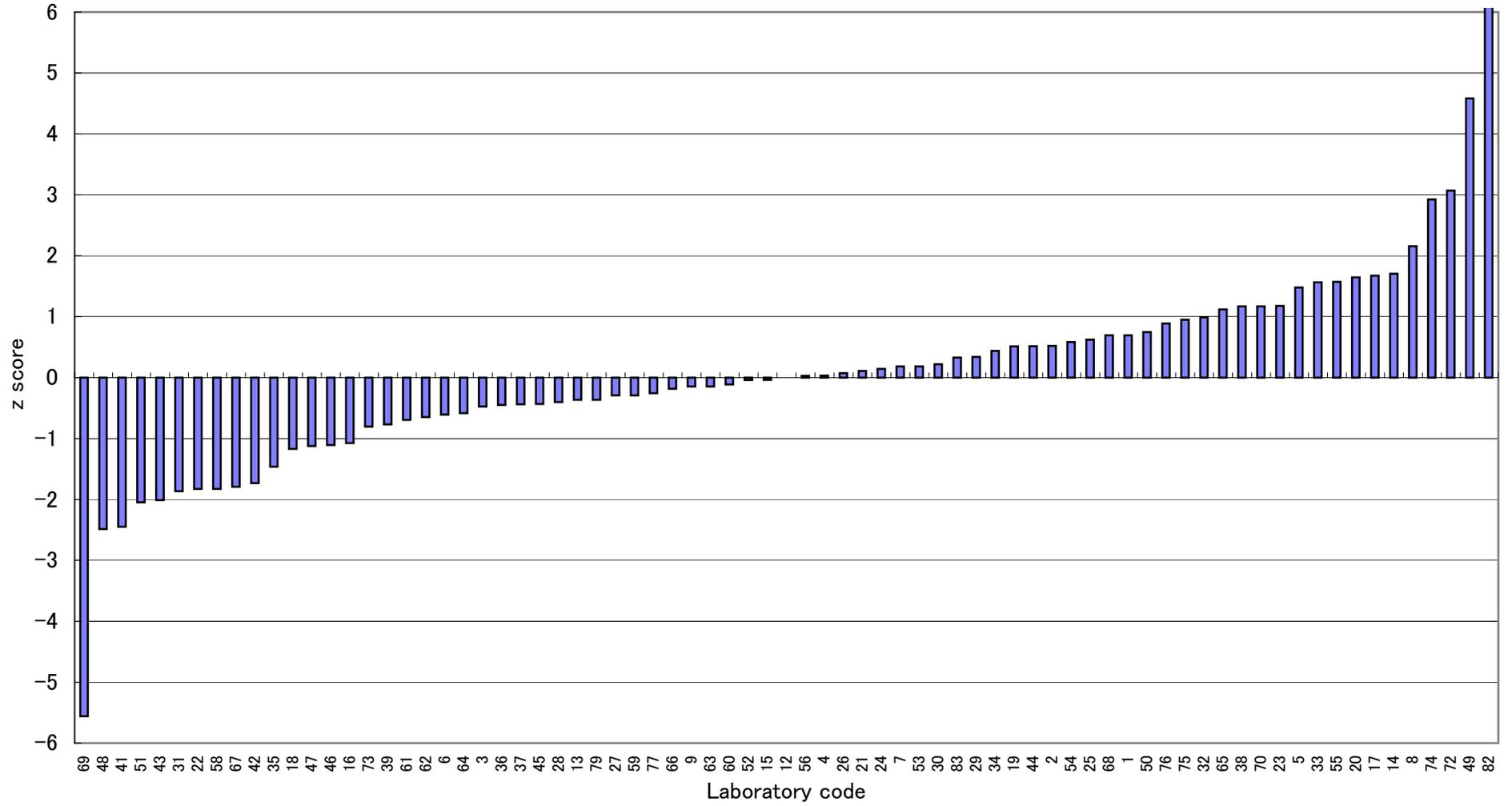


図-1-1-8 CA z score bar chart

10H(高濃度)Cr

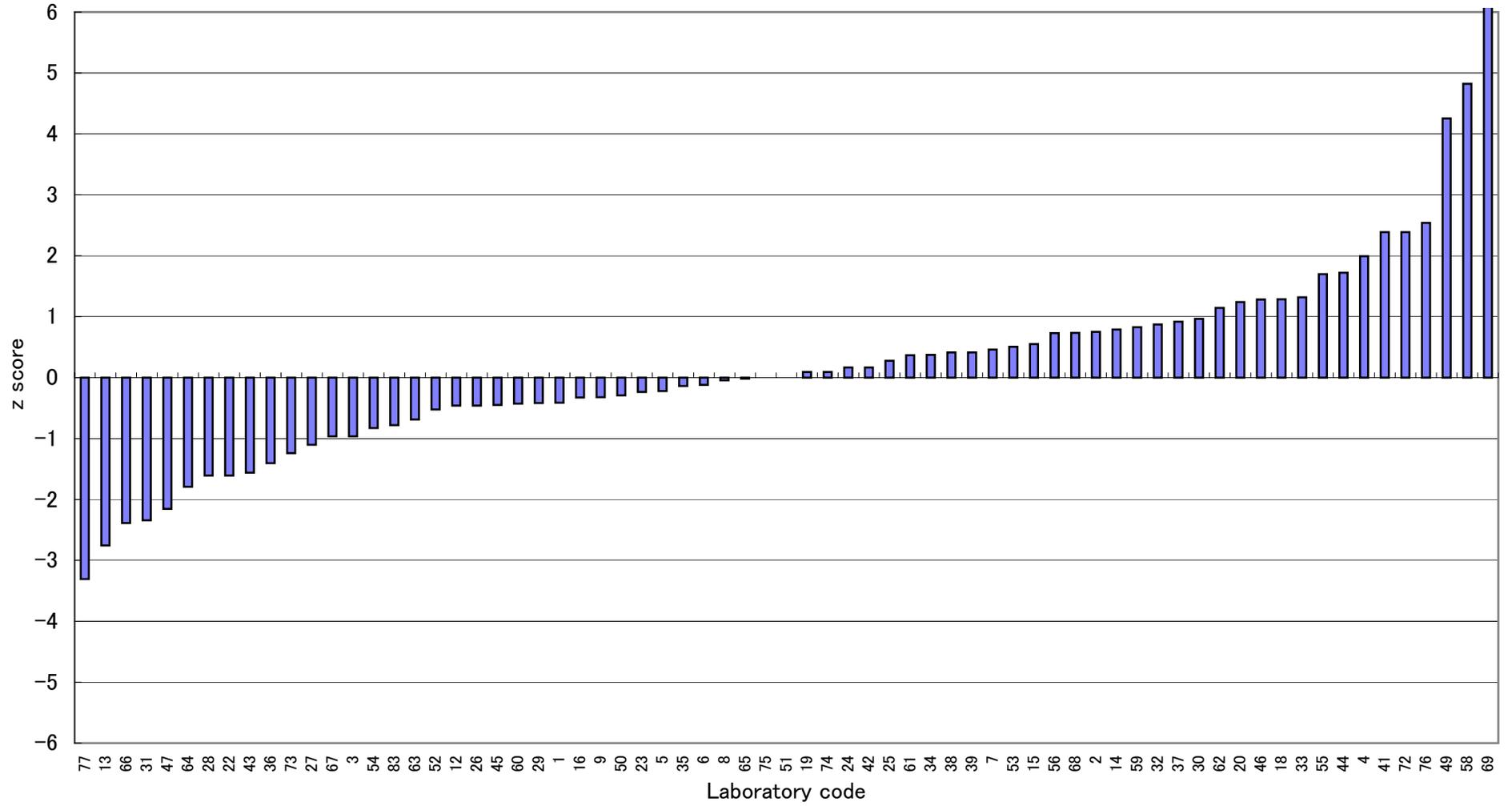
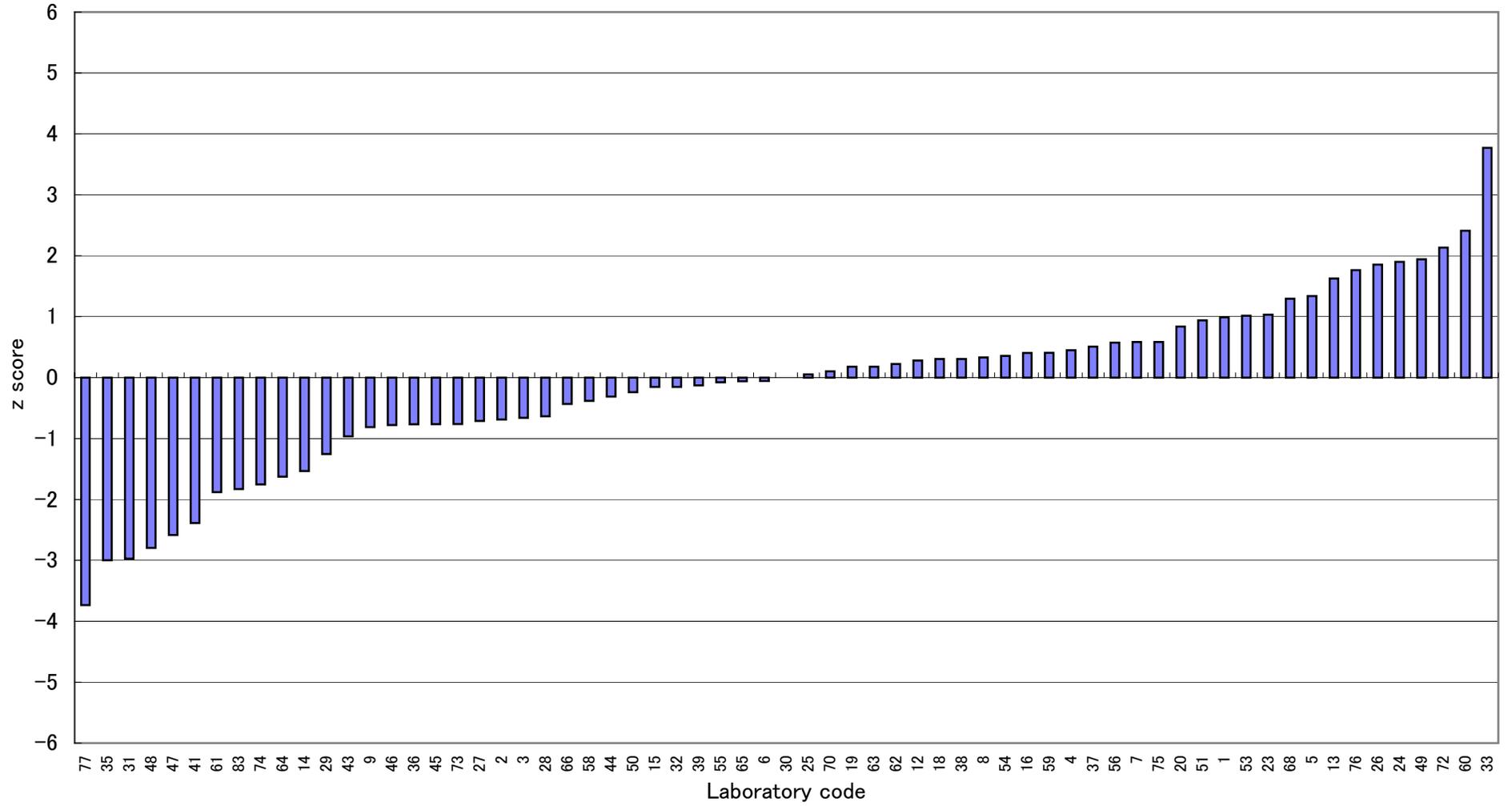


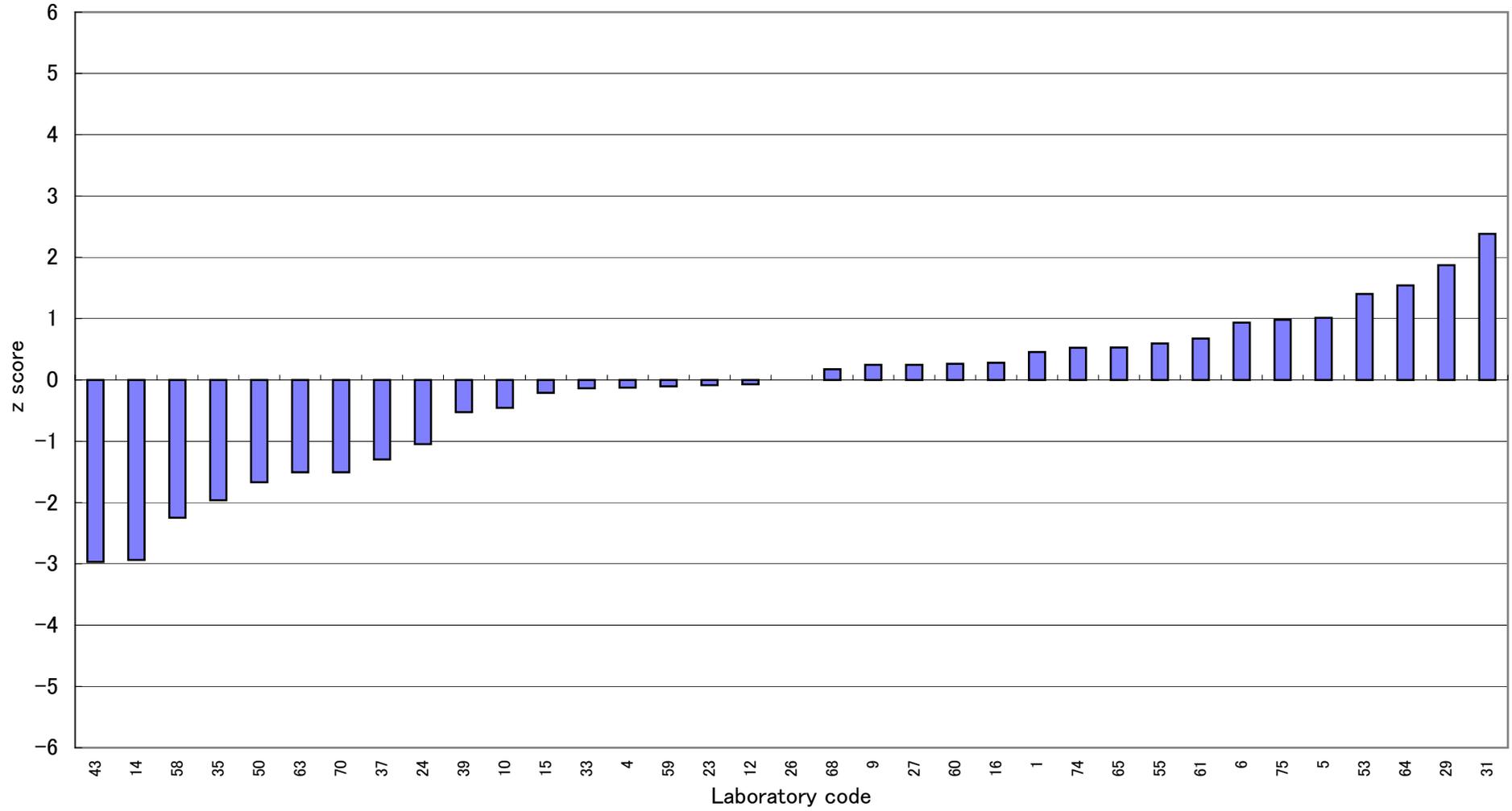
図-1-1-9 CA z score bar chart

10H(高濃度) Hg



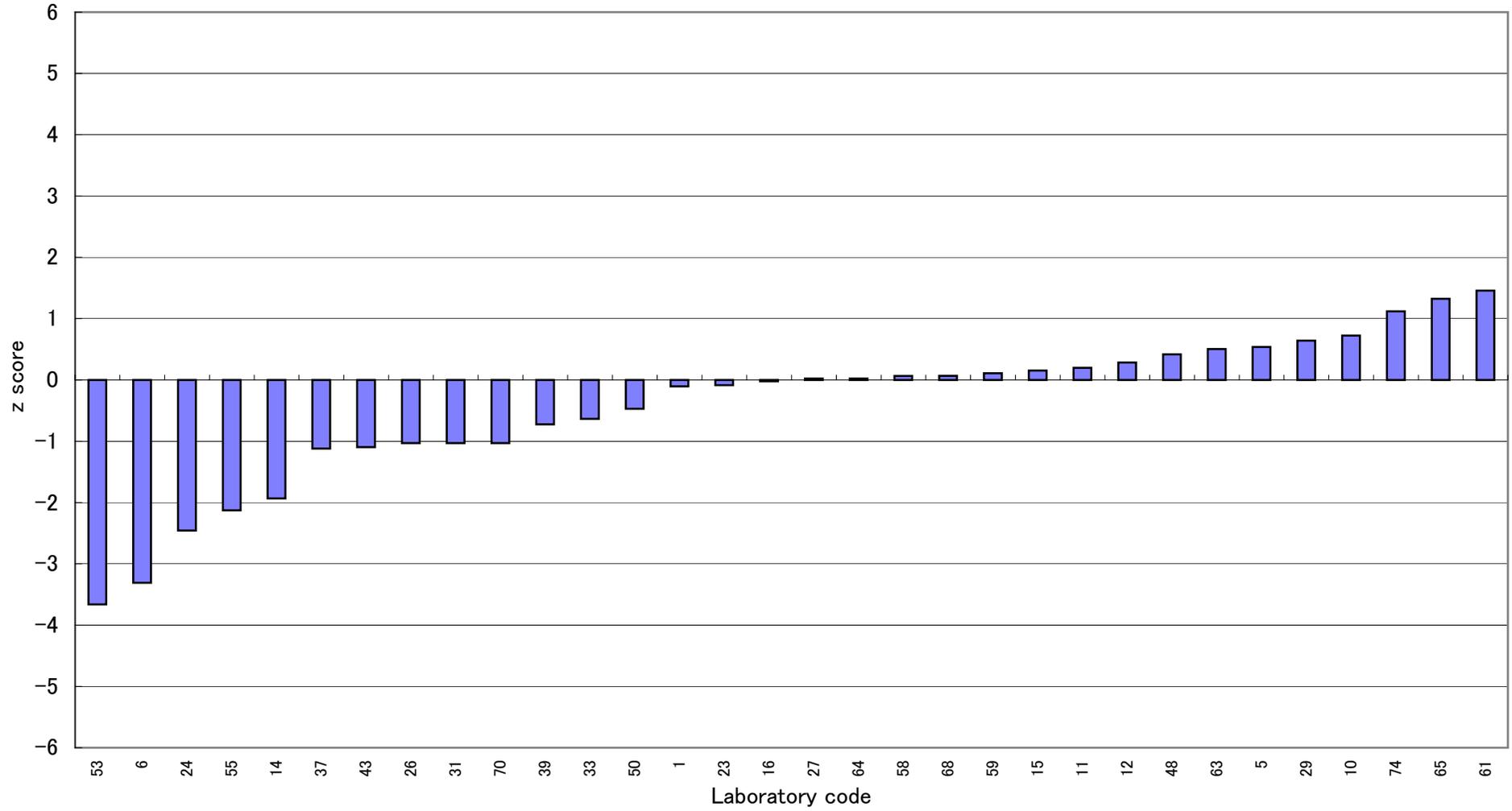
☒-1-1-10 CA z score bar chart

■ 10H(高濃度) Br



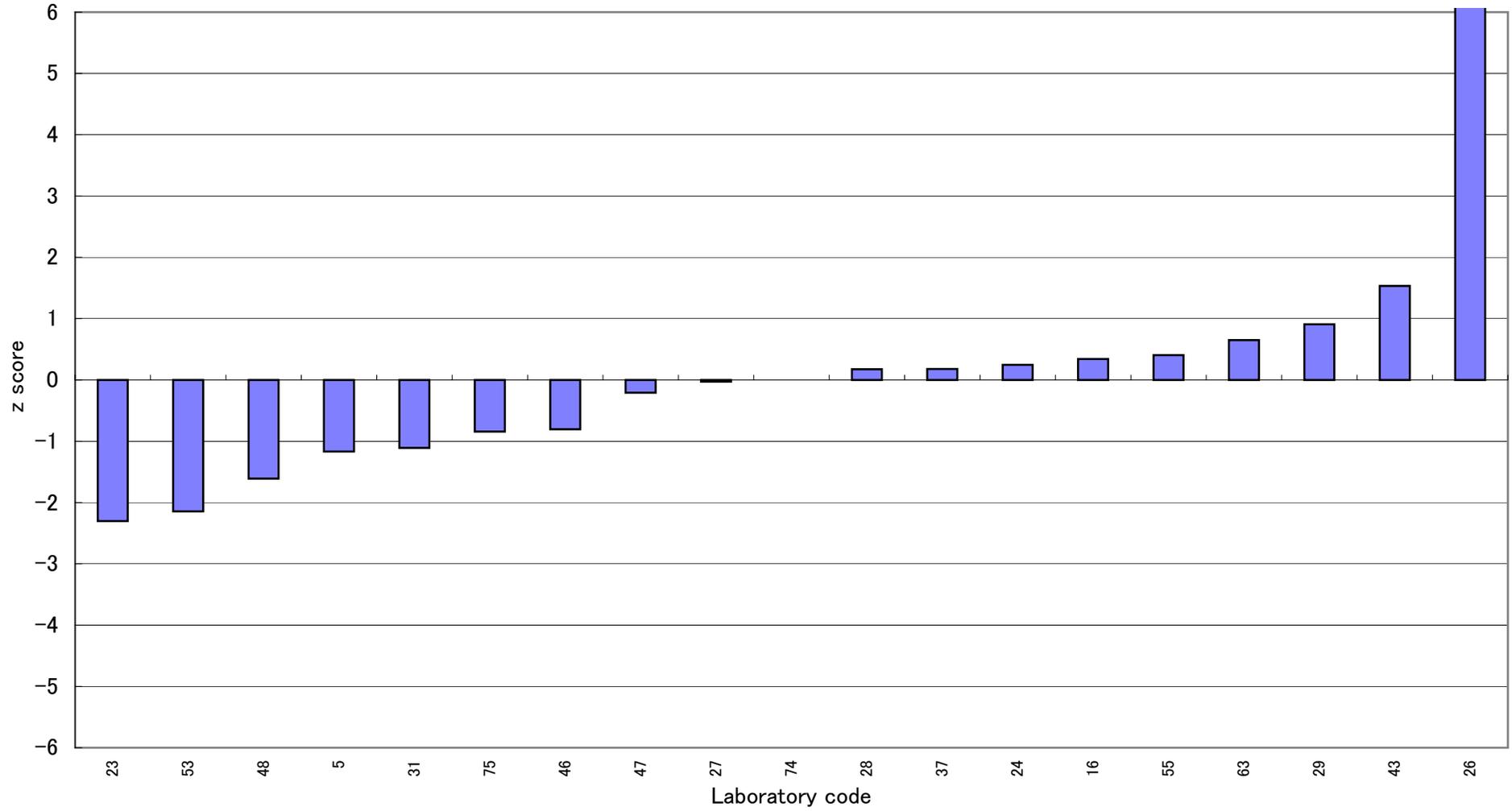
☒-1-1-11 CA z score bar chart

10H CI



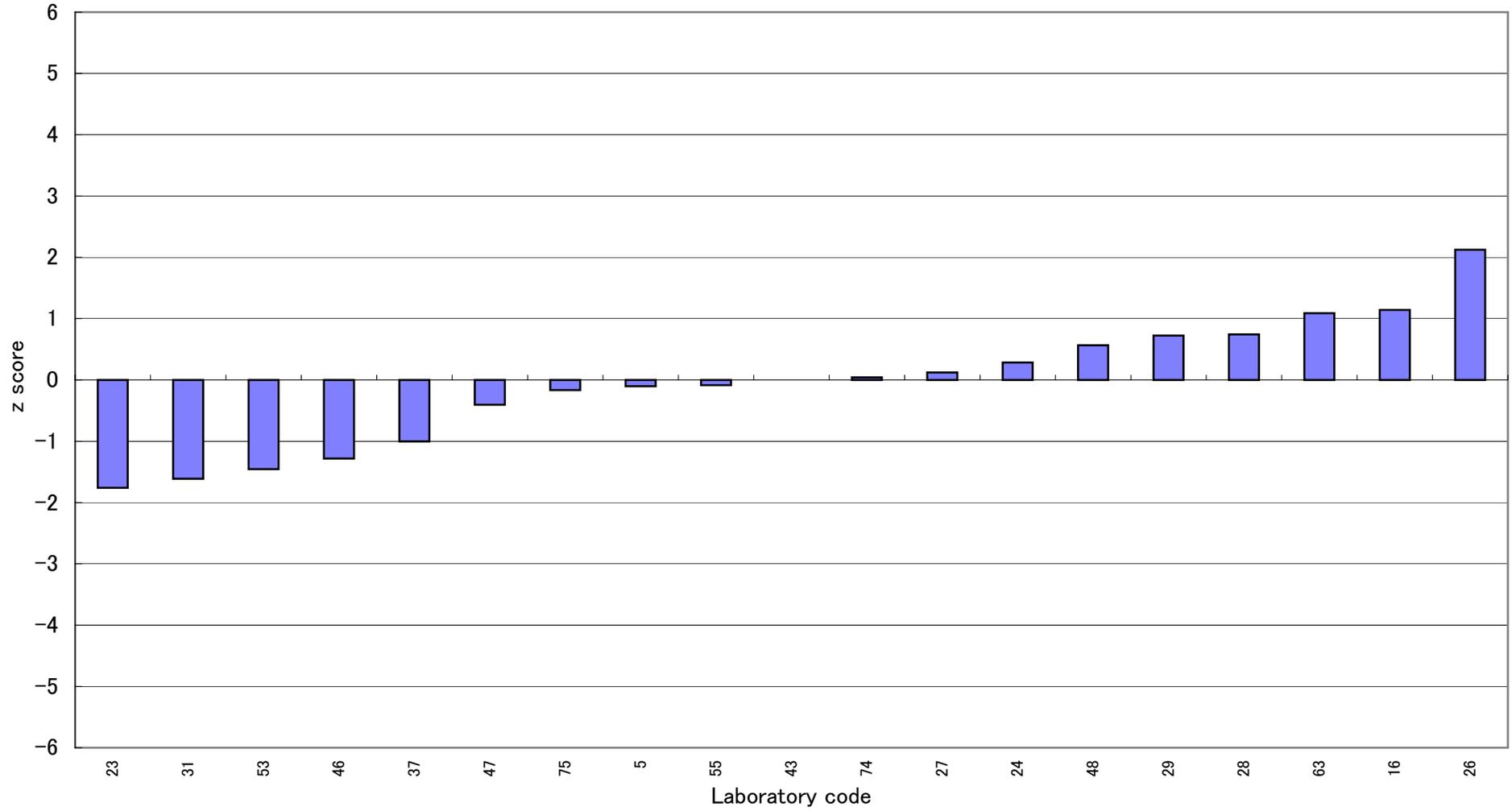
☒-1-1-12 CA z score bar chart

■ 10H(高濃度) Hepta-BDE



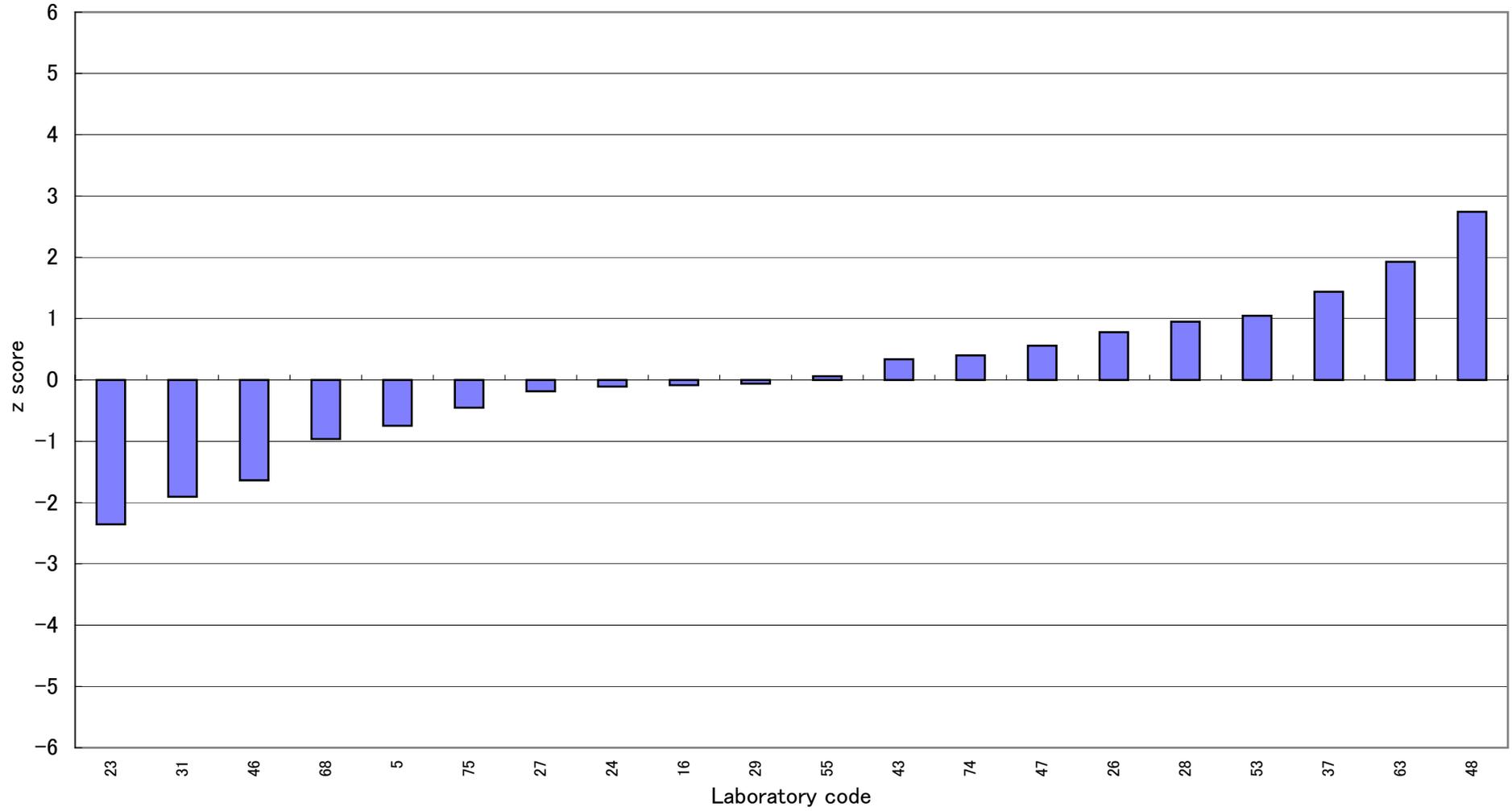
☒-1-1-13 CA z score bar chart

■ 10H(高濃度) Octa-BDE



☒-1-1-14 CA z score bar chart

■ 10H(高濃度) Nona-BDE



☒-1-1-15 CA z score bar chart

■ 10H(高濃度) Deca-BDE

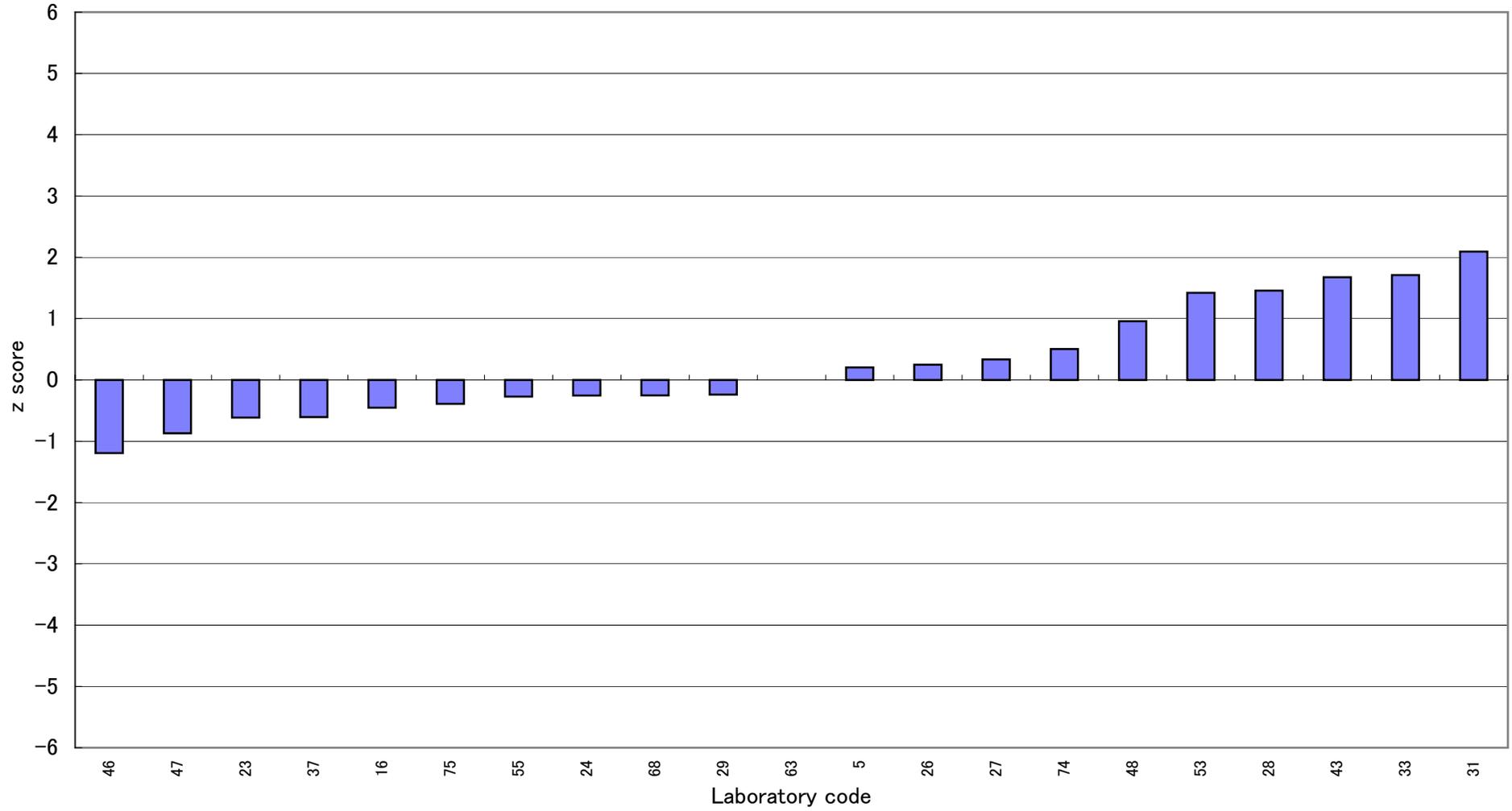


表-1-2

第10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	2	4	6	7	10	13	14	17	23	24	26	29	36	37	39	40	42	46
10LX(低濃度) Pb	74.20	76.21	80.25	80.15	79.45	81.20	79.09	81.23	81.15	77.68	78.30	81.07	99.40	78.65	79.75	76.80	78.60	82.00
robust z score	-1.667	-1.047	0.201	0.170	-0.046	0.494	-0.159	0.502	0.479	-0.593	-0.401	0.454	6.114	-0.293	0.046	-0.865	-0.309	0.741
													#					
10LX(低濃度) Cd	56.40	50.66	50.15	53.30	52.25	49.10	50.73	52.30	50.85	51.10	50.85	50.61	57.50	51.90	49.65	50.65	49.70	
robust z score	4.918	-0.460	-0.937	2.014	1.030	-1.920	-0.393	1.077	-0.281	-0.052	-0.281	-0.506	5.949	0.703	-1.405	-0.468	-1.358	
	#												#					
10LX(低濃度) Cr	41.20	35.86	38.90	38.00	40.90	39.45	40.99		40.00	38.87	37.65	40.62	37.05	40.30	40.50	39.85	38.35	40.65
robust z score	0.546	-1.864	-0.492	-0.898	0.411	-0.244	0.451		0.005	-0.505	-1.056	0.282	-1.326	0.140	0.230	-0.063	-0.740	0.298
10LX(低濃度) Hg	47.55	47.32	50.55	44.50	51.20	53.00	51.51		49.25	49.06	51.25	48.92	62.30	48.15	49.35	45.80	48.45	
robust z score	-0.718	-0.812	0.513	-1.970	0.780	1.519	0.907		-0.021	-0.099	0.800	-0.156	5.336	-0.472	0.021	-1.437	-0.349	
													#					
10LX(低濃度) Br	130.50	150.23	155.65	143.30	142.00	132.50			143.00	146.32	150.00	156.30	196.18	143.50	140.00	140.70	170.20	
robust z score	-1.279	0.403	0.865	-0.188	-0.298	-1.108			-0.213	0.069	0.384	0.921	4.320	-0.170	-0.469	-0.409	2.106	
													#					
10HX(高濃度) Pb	141.10	138.13	141.10	141.05	149.50	150.50	149.93		152.00	146.13	149.00	146.90	167.90	149.50	146.00	144.40	149.50	154.00
robust z score	-1.453	-1.999	-1.453	-1.463	0.092	0.276	0.170		0.552	-0.528	0.000	-0.386	3.477	0.092	-0.552	-0.846	0.092	0.920
													#					
10HX(高濃度) Cd	203.60	174.91	192.25	186.70	193.00	179.50	183.23		185.00	186.50	186.50	181.85	204.55	185.00	186.50	159.80	180.10	
robust z score	2.015	-1.366	0.677	0.024	0.766	-0.825	-0.385		-0.177	-0.001	0.000	-0.548	2.127	-0.177	0.000	-3.146	-0.754	
																#		
10HX(高濃度) Cr	165.90	174.17	152.00	174.20	168.50	168.00	173.44		171.50	178.73	169.50	168.35	158.95	170.50	170.50	159.15	172.70	174.00
robust z score	-0.766	0.612	-3.081	0.616	-0.333	-0.416	0.489		0.167	1.370	-0.167	-0.358	-1.924	0.000	0.000	-1.890	0.366	0.583
			#															
10HX(高濃度) Hg	119.00	111.83	122.05	123.00	124.50	125.50	125.23		129.00	122.55	125.00	114.15	153.80	119.50	124.50	109.25	119.95	
robust z score	-0.620	-1.881	-0.084	0.084	0.347	0.523	0.476		1.138	0.004	0.435	-1.472	5.498	-0.532	0.347	-2.334	-0.453	
													#					
10HX(高濃度) Br	215.60	248.34	253.55	235.15	245.00	214.50			231.00	246.41	258.00	246.50	329.25	240.50	232.00	236.25	290.30	
robust z score	-1.153	0.529	0.796	-0.149	0.357	-1.210			-0.362	0.429	1.025	0.434	4.685	0.126	-0.311	-0.092	2.684	
													#					

表-1-2

第10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	47	48	50	51	52	53	57	58	60	63	65	66	68	69	71	72	78	80
10LX(低濃度) Pb	72.95	71.05	80.51	82.99	82.07	80.65	81.87	70.80	79.35	81.60	79.31	91.20	66.50	77.40	127.45	76.90	84.60	68.50
robust z score	-2.053	-2.640	0.281	1.046	0.763	0.324	0.700	-2.717	-0.077	0.618	-0.090	3.582	-4.045	-0.679	14.775	-0.834	1.544	-3.427
												#	#		#			#
10LX(低濃度) Cd	51.15	51.40	51.01	51.24	50.67	50.20	51.30	52.05	49.20	51.85	49.45	44.95	52.00	52.00	54.85	52.05	61.80	61.50
robust z score	0.000	0.234	-0.132	0.086	-0.452	-0.890	0.142	0.843	-1.827	0.656	-1.593	-5.808	0.796	0.796	3.466	0.843	9.977	9.696
												#			#		#	#
10LX(低濃度) Cr	44.95	47.70	36.81	40.71	35.11	40.95	39.99	43.45	41.85	38.90	39.74	53.10	35.50	39.90	22.45	43.60	57.00	37.50
robust z score	2.238	3.478	-1.436	0.323	-2.200	0.433	0.000	1.561	0.839	-0.492	-0.115	5.915	-2.026	-0.041	-7.913	1.629	7.674	-1.123
		#										#			#		#	
10LX(低濃度) Hg	48.20	46.75	52.37	49.79	48.08	50.25	52.70	47.10	53.25	53.50	47.88	50.55	41.00	49.60	49.05	50.65	56.30	39.50
robust z score	-0.451	-1.047	1.261	0.200	-0.502	0.390	1.394	-0.903	1.621	1.724	-0.583	0.513	-3.407	0.123	-0.103	0.554	2.873	-4.022
													#					#
10LX(低濃度) Br	140.00	127.55	142.41	150.36	173.30	156.00	145.59	135.10	141.00	140.00	148.91	139.50	201.50	138.00	131.80	145.50	175.00	182.00
robust z score	-0.469	-1.530	-0.264	0.415	2.370	0.895	0.007	-0.887	-0.384	-0.469	0.291	-0.511	4.774	-0.639	-1.168	0.000	2.515	3.111
													#					#
10HX(高濃度) Pb	131.50	131.00	149.77	148.39	151.73	153.50	151.25	131.95	150.00	153.50	146.52	166.00	130.50	146.00	243.55	144.00	164.00	145.50
robust z score	-3.220	-3.312	0.142	-0.113	0.503	0.828	0.415	-3.137	0.184	0.828	-0.456	3.128	-3.404	-0.552	17.396	-0.920	2.760	-0.644
	#	#						#				#	#		#			
10HX(高濃度) Cd		176.45	185.99	184.13	187.97	178.50	175.74	192.10	180.50	188.00	188.85	170.00	206.00	188.00	197.55	197.50	220.00	207.50
robust z score		-1.184	-0.060	-0.279	0.173	-0.943	-1.267	0.660	-0.707	0.177	0.277	-1.944	2.297	0.177	1.302	1.296	3.947	2.474
																	#	
10HX(高濃度) Cr	175.00	153.15	165.03	160.13	161.83	167.00	173.31	182.00	178.50	171.50	170.78	192.50	161.50	173.00	166.55	167.00	251.00	146.00
robust z score	0.749	-2.889	-0.912	-1.728	-1.443	-0.583	0.468	1.915	1.332	0.167	0.046	3.664	-1.499	0.416	-0.658	-0.583	13.407	-4.080
												#					#	#
10HX(高濃度) Hg	119.00	113.80	126.67	117.40	125.79	122.50	126.15	117.35	120.50	130.00	115.61	121.50	104.00	123.00	111.20	123.50	143.00	115.00
robust z score	-0.620	-1.534	0.729	-0.902	0.574	-0.004	0.637	-0.910	-0.356	1.314	-1.217	-0.180	-3.257	0.084	-1.991	0.171	3.600	-1.323
													#				#	
10HX(高濃度) Br		215.75	234.48	222.44	274.75	267.50	237.62	225.50	228.00	236.00	238.49	233.50	323.00	221.00	207.35	230.50	280.00	364.00
robust z score		-1.145	-0.183	-0.802	1.885	1.513	-0.022	-0.645	-0.516	-0.105	0.022	-0.234	4.363	-0.876	-1.577	-0.388	2.155	6.469
													#					#

表-1-2

試験所番号	81	83
10LX(低濃度) Pb	96.00	77.05
robust z score	5.064	-0.787
	#	
10LX(低濃度) Cd	55.50	49.85
robust z score	4.075	-1.218
	#	
10LX(低濃度) Cr	119.50	37.95
robust z score	35.872	-0.920
	#	
10LX(低濃度) Hg	59.00	48.35
robust z score	3.981	-0.390
	#	
10LX(低濃度) Br	181.00	150.00
robust z score	3.026	0.384
	#	
10HX(高濃度) Pb	170.50	149.00
robust z score	3.956	0.000
	#	
10HX(高濃度) Cd	205.00	184.00
robust z score	2.180	-0.295
10HX(高濃度) Cr	420.00	169.50
robust z score	41.552	-0.167
	#	
10HX(高濃度) Hg	123.50	123.50
robust z score	0.171	0.171
10HX(高濃度) Br	299.50	242.50
robust z score	3.156	0.229
	#	

表-2-2

第10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>
10LX(低濃度) Pb	38	6	80.893	79.600	1.051	9.940	3.239	1.3	12.3	4.1
		16%								
10LX(低濃度) Cd	37	7	51.938	51.150	0.351	3.198	1.067	0.7	6.2	2.1
		19%								
10LX(低濃度) Cr	37	5	42.319	39.990	0.729	14.058	2.216	1.7	33.2	5.5
		14%								
10LX(低濃度) Hg	36	4	49.778	49.300	0.812	4.198	2.436	1.6	8.4	4.9
		11%								
10LX(低濃度) Br	35	4	150.997	145.500	3.966	18.147	11.731	2.6	12.0	8.1
		11%								
10HX(高濃度) Pb	37	8	150.670	149.000	1.787	18.202	5.435	1.2	12.1	3.6
		22%								
10HX(高濃度) Cd	35	2	188.079	186.500	2.869	11.824	8.488	1.5	6.3	4.6
		6%								
10HX(高濃度) Cr	37	5	177.712	170.500	1.974	43.945	6.005	1.1	24.7	3.5
		14%								
10HX(高濃度) Hg	36	3	121.993	122.525	1.896	8.736	5.688	1.6	7.2	4.6
		8%								
10HX(高濃度) Br	34	4	250.124	238.050	6.678	35.405	19.468	2.7	14.2	8.2
		12%								

表-1-2*

*中間報告書発行後に受領したもの

試験所番号	47*
10LX(低濃度) Pb	
robust z score	
10LX(低濃度) Cd	
robust z score	
10LX(低濃度) Cr	
robust z score	
10LX(低濃度) Hg	
robust z score	
10LX(低濃度) Br	
robust z score	
10HX(高濃度) Pb	
robust z score	
10HX(高濃度) Cd	
robust z score	
10HX(高濃度) Cr	
robust z score	
10HX(高濃度) Hg	
robust z score	
10HX(高濃度) Br	237.50
robust z score	-0.028

☒-1-2-1 XRF z score bar chart

■ 10LX(低濃度) Pb

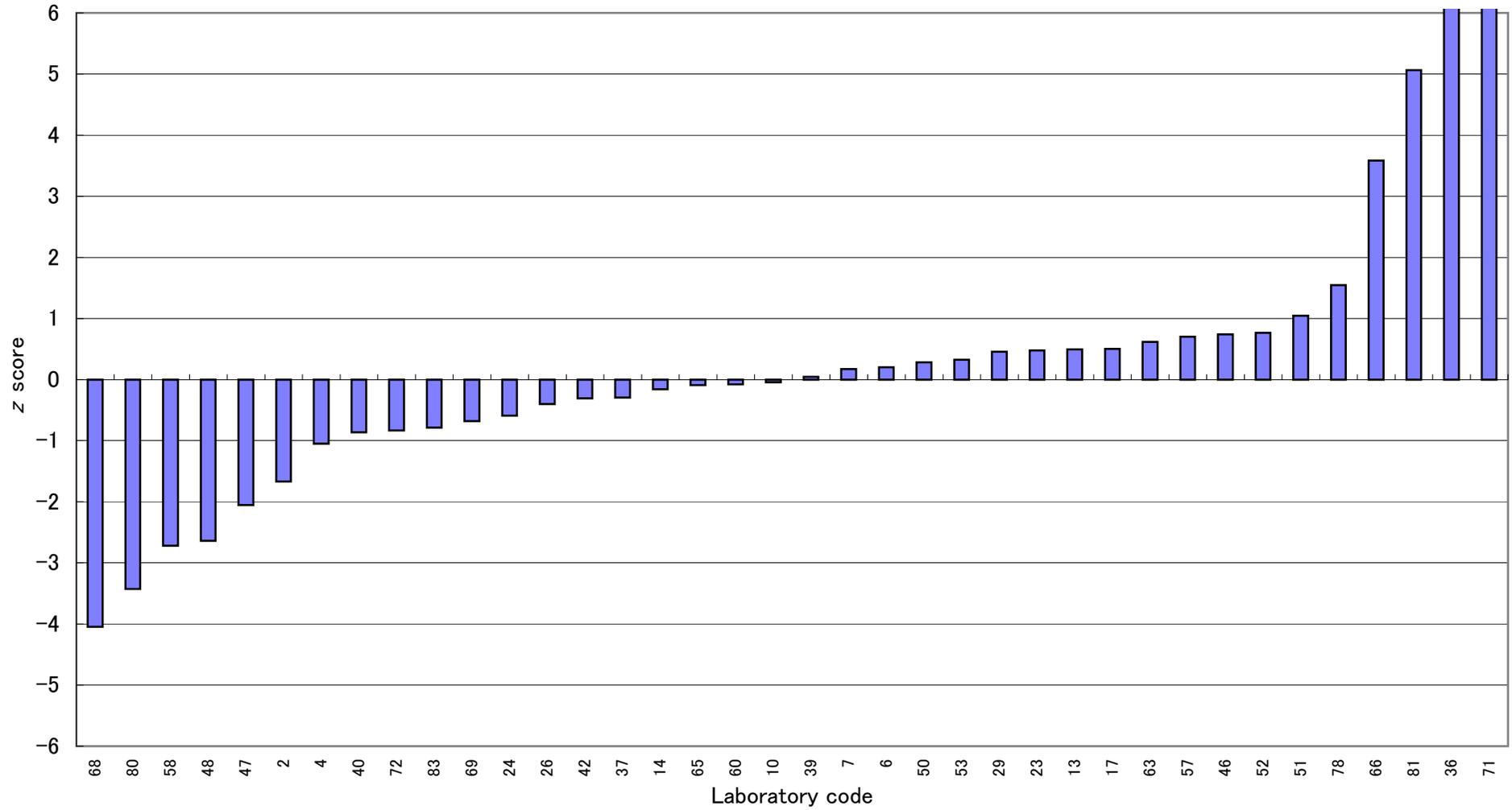
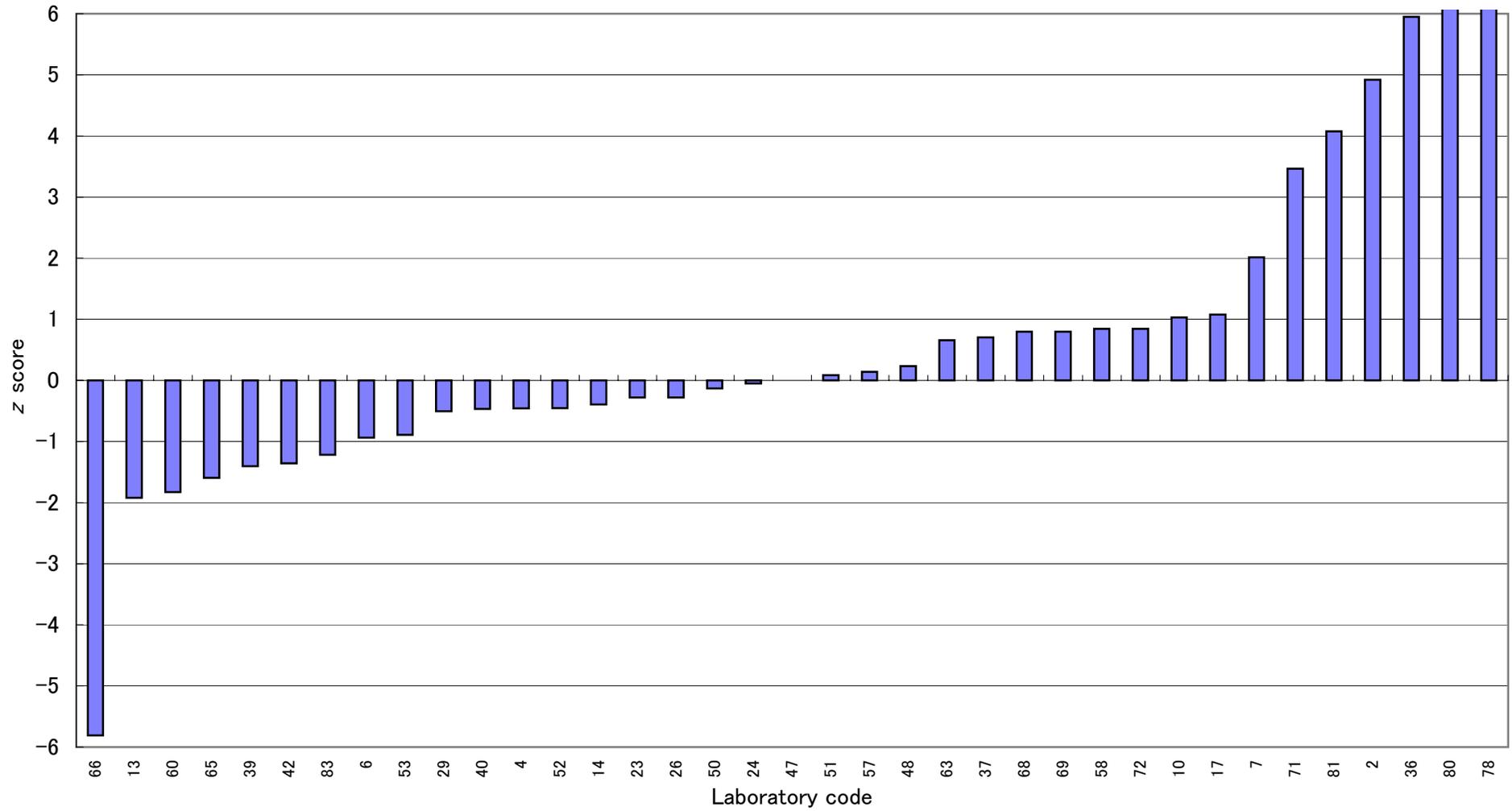


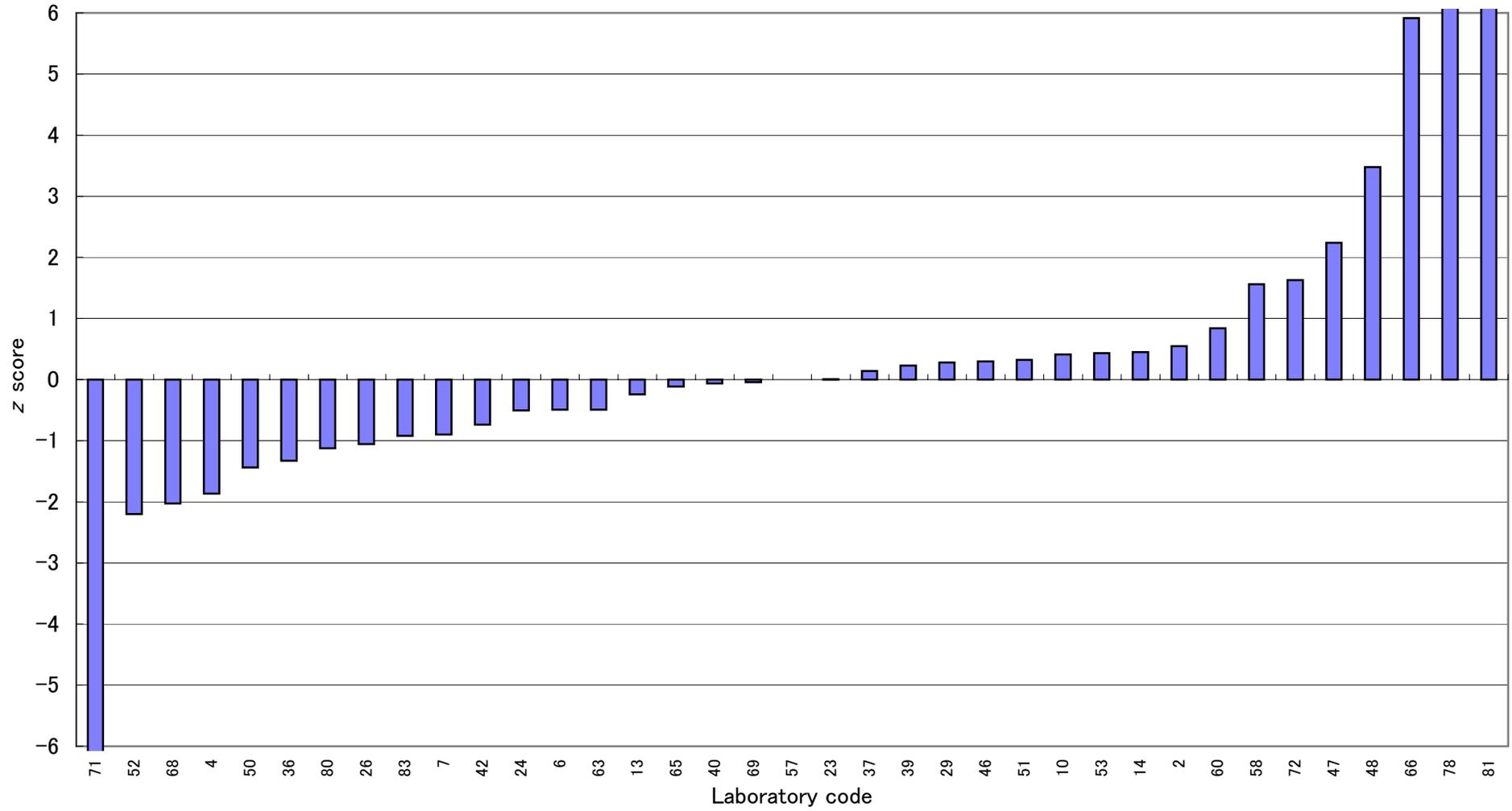
図-1-2-2 XRF z score bar chart

10LX(低濃度) Cd



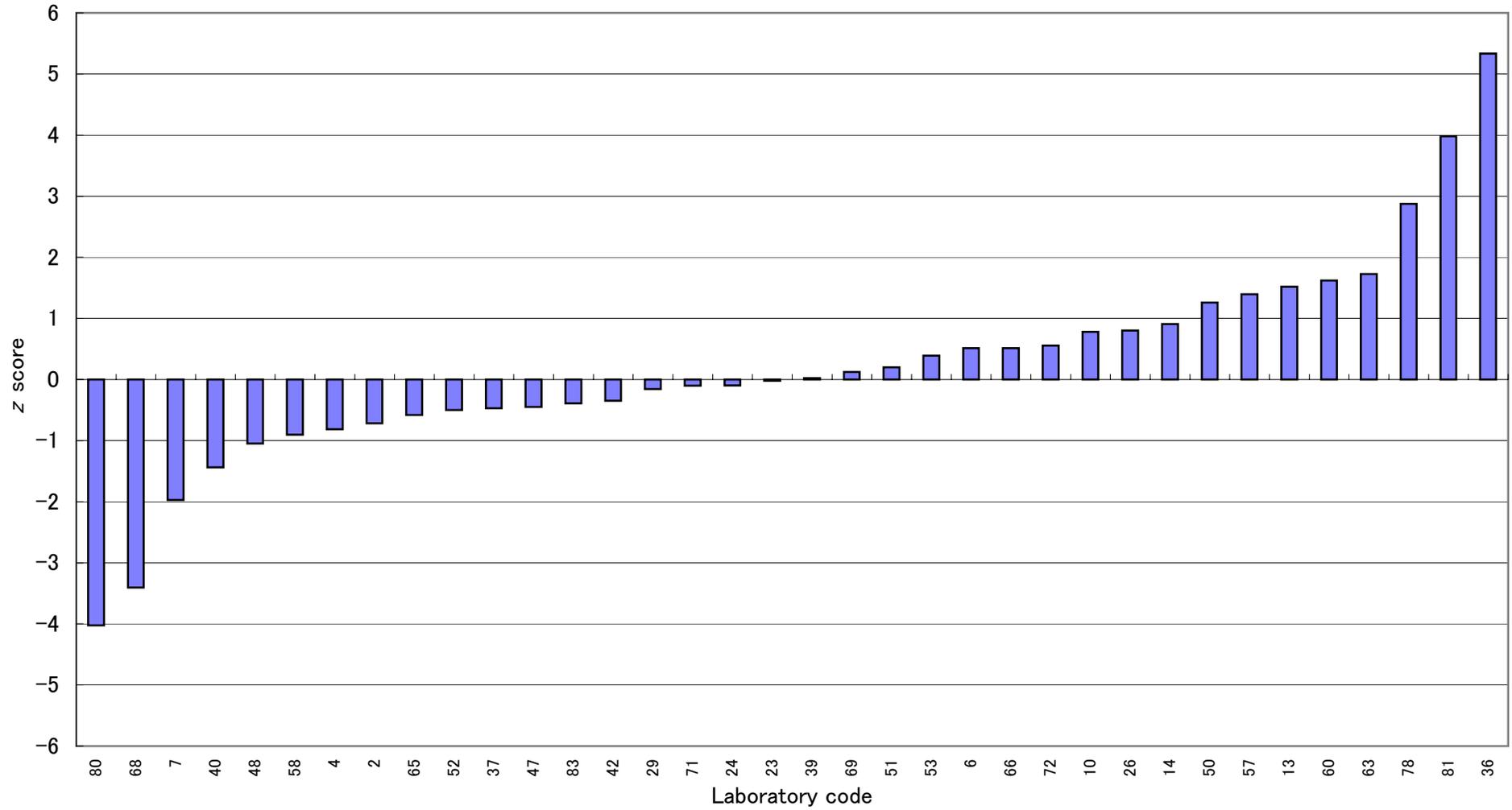
☒-1-2-3 XRF z score bar chart

■ 10LX(低濃度) Cr



☒-1-2-4 XRF z score bar chart

■ 10LX(低濃度) Hg



☒-1-2-5 XRF z score bar chart

■ 10LX(低濃度) Br

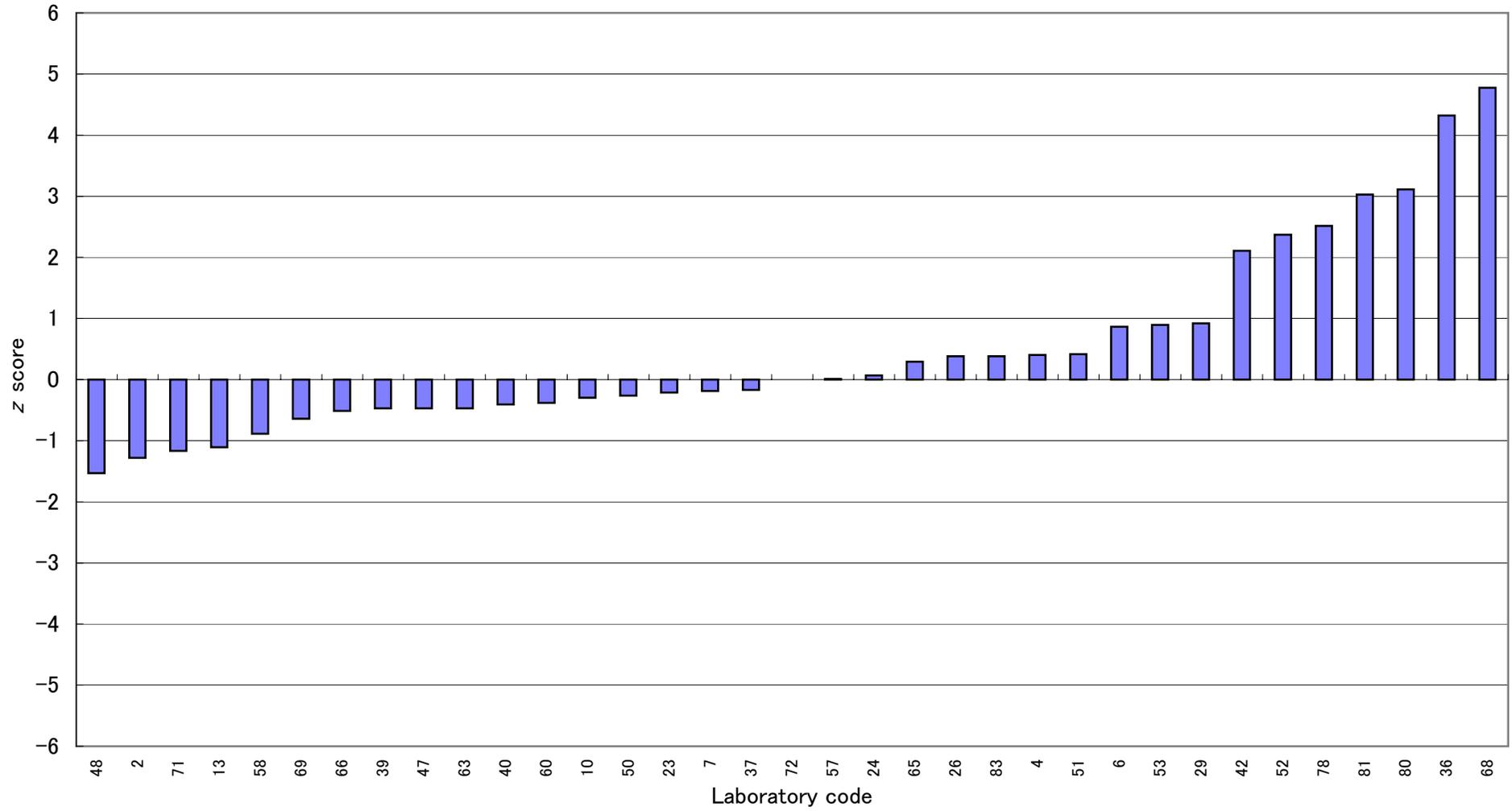


図-1-2-6 XRF z score bar chart

10HX(高濃度) Pb

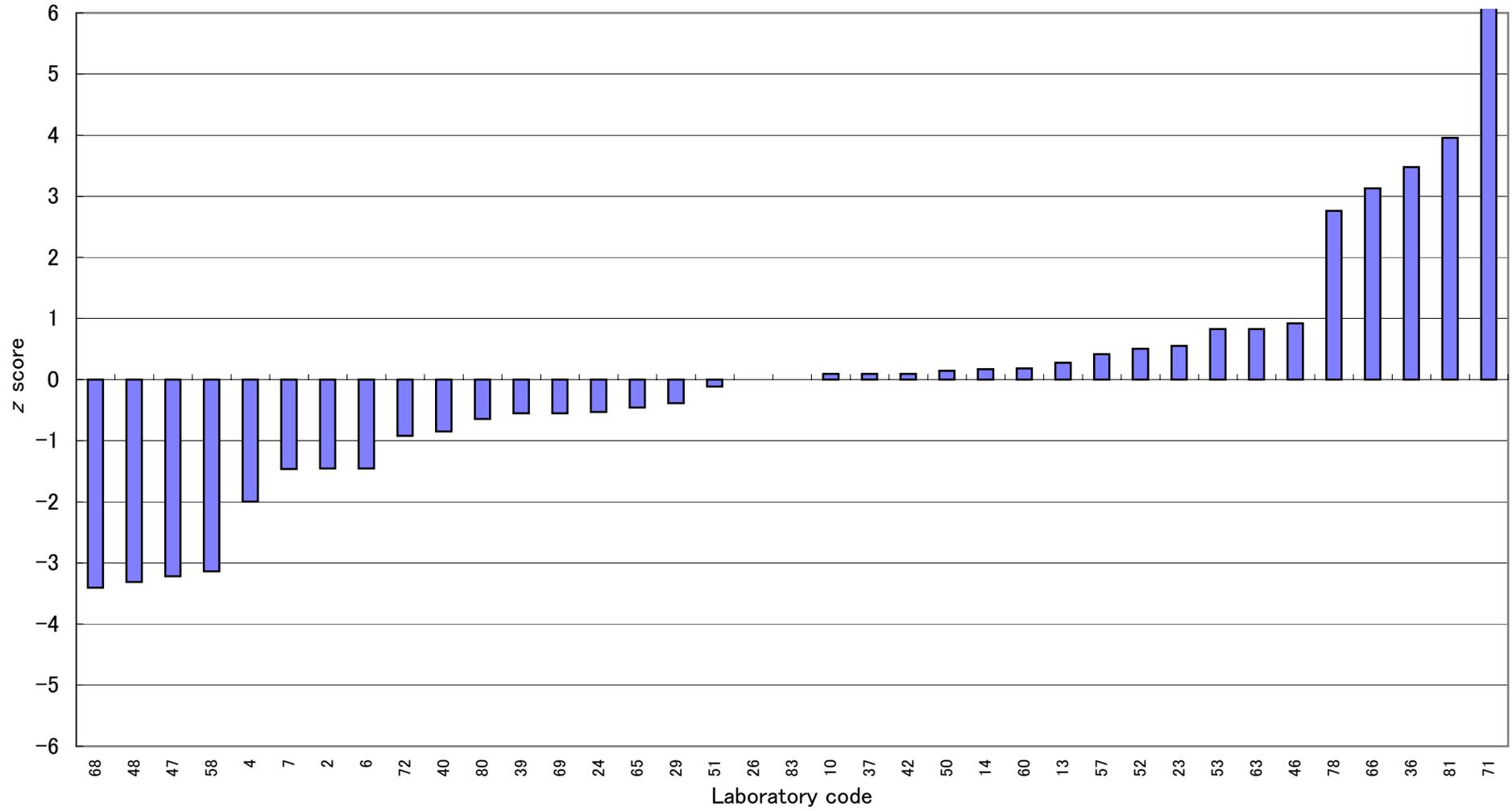


図-1-2-7 XRF z score bar chart

10HX(高濃度) Cd

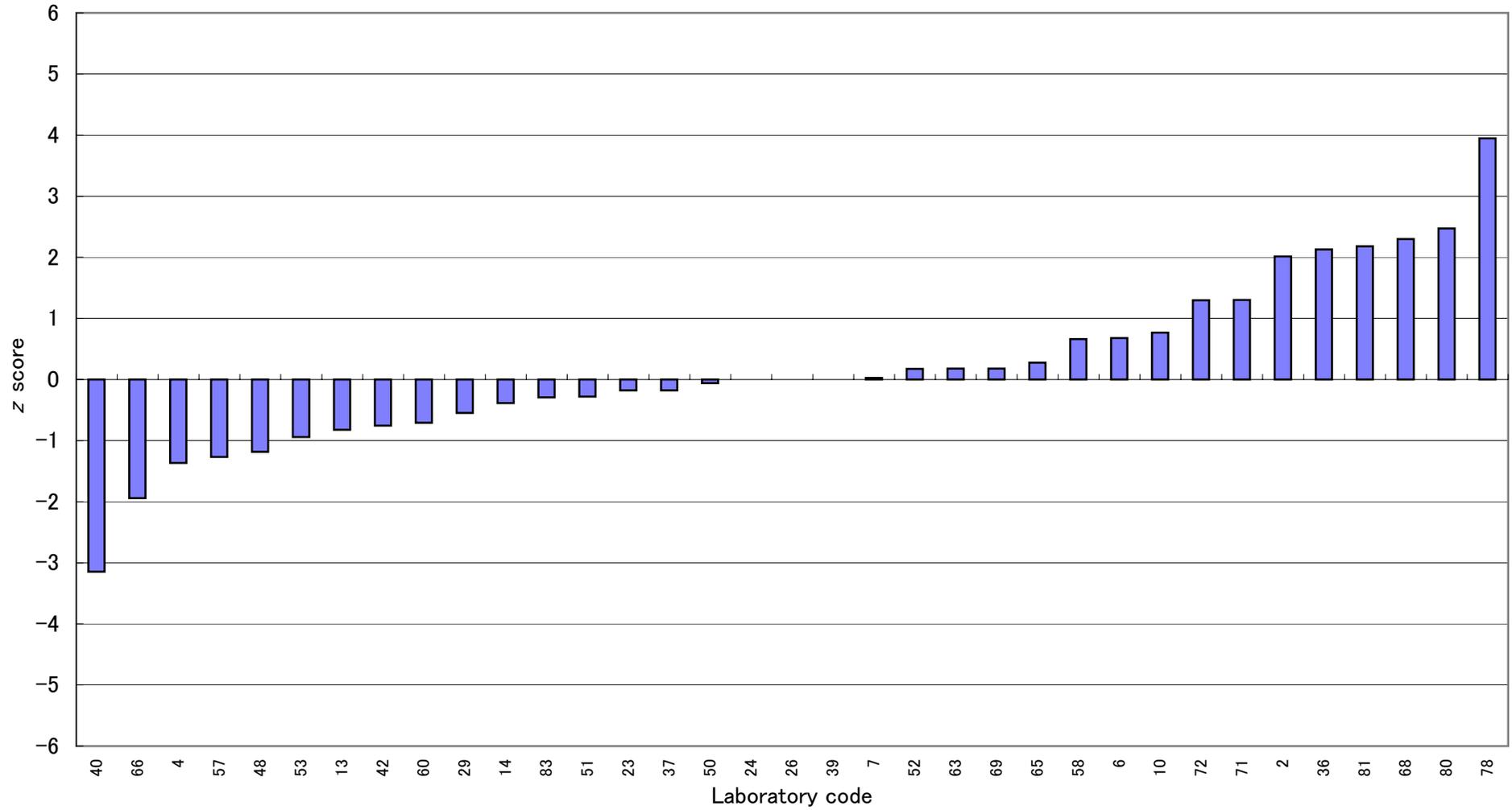
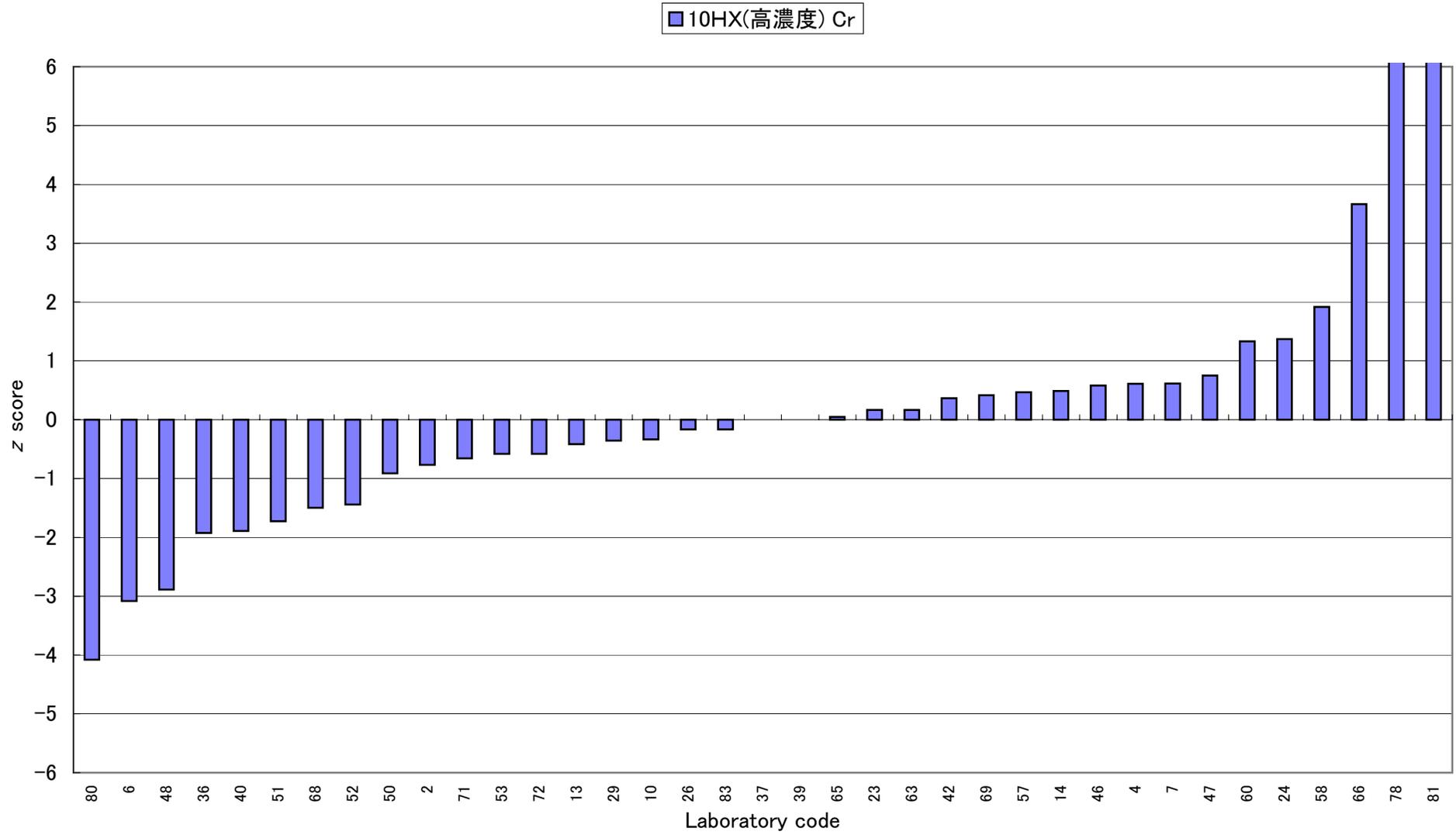


図-1-2-8 XRF z score bar chart



☒-1-2-9 XRF z score bar chart

■ 10HX(高濃度) Hg

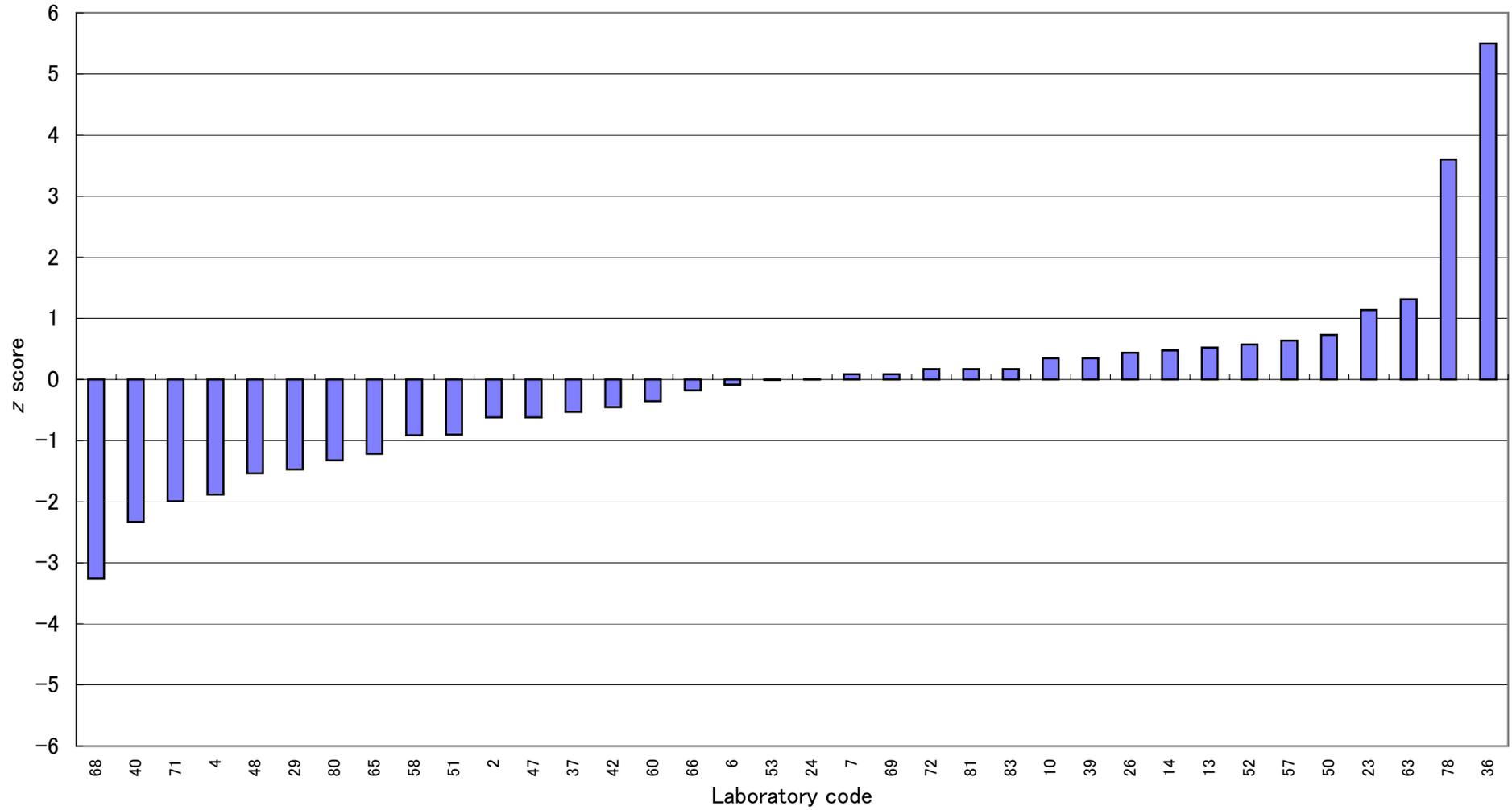
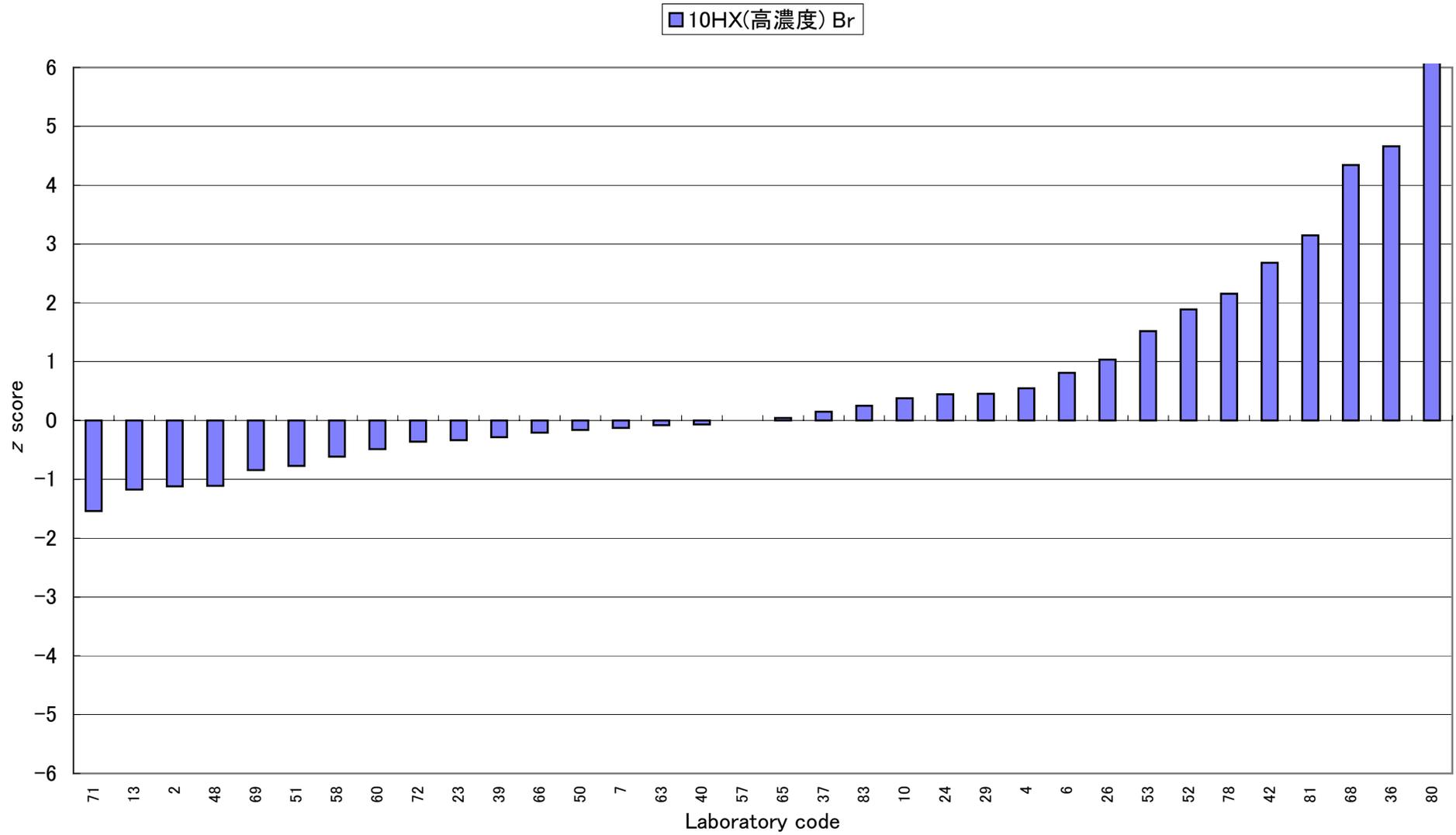


図-1-2-10 XRF z score bar chart



試験所番号	2	4	6	7	10	13	14	17	23	24	26	29	36	37	39	40
10LX(低濃度) Pb	74.20	76.21	80.25	80.15	79.45	81.20	79.09	81.23	81.15	77.68	78.30	81.07	99.40	78.65	79.75	76.80
robust z score	-2.898	-2.064	-0.384	-0.426	-0.717	0.010	-0.869	0.021	-0.010	-1.452	-1.195	-0.044	7.573	-1.049	-0.592	-1.818
													#			
10LX(低濃度) Cd	56.40	50.66	50.15	53.30	52.25	49.10	50.73	52.30	50.85	51.10	50.85	50.61	57.50	51.90	49.65	50.65
robust z score	3.946	-0.056	-0.411	1.785	1.053	-1.143	-0.007	1.088	0.077	0.248	0.077	-0.091	4.713	0.809	-0.760	-0.063
	#												#			
10LX(低濃度) Cr	41.20	35.86	38.90	38.00	40.90	39.45	40.99		40.00	38.87	37.65	40.62	37.05	40.30	40.50	39.85
robust z score	0.276	-4.631	-1.837	-2.664	0.000	-1.332	0.083		-0.827	-1.865	-2.986	-0.262	-3.537	-0.551	-0.367	-0.965
		#											#			
10LX(低濃度) Hg	47.55	47.32	50.55	44.50	51.20	53.00	51.51		49.25	49.06	51.25	48.92	62.30	48.15	49.35	45.80
robust z score	-1.042	-1.158	0.483	-2.591	0.813	1.728	0.970		-0.178	-0.274	0.838	-0.346	6.453	-0.737	-0.127	-1.931
													#			
10LX(低濃度) Br	130.50	150.23	155.65	143.30	142.00	132.50			143.00	146.32	150.00	156.30	196.18	143.50	140.00	140.70
robust z score	-0.841	0.542	0.922	0.056	-0.035	-0.701			0.035	0.267	0.526	0.967	3.762	0.070	-0.175	-0.126
													#			

表-1-3

第10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:化学分析のメディアン・NIQRによる評価)

試験所番号	42	46	47	48	50	51	52	53	57	58	60	63	65	66	68	69
10LX(低濃度) Pb	78.60	82.00	72.95	71.05	80.51	82.99	82.07	80.65	81.87	70.80	79.35	81.60	79.31	91.20	66.50	77.40
robust z score	-1.070	0.343	-3.418	-4.207	-0.276	0.754	0.373	-0.218	0.288	-4.311	-0.758	0.177	-0.775	4.166	-6.098	-1.569
			#	#						#				#	#	
10LX(低濃度) Cd	49.70		51.15	51.40	51.01	51.24	50.67	50.20	51.30	52.05	49.20	51.85	49.45	44.95	52.00	52.00
robust z score	-0.725		0.286	0.460	0.188	0.350	-0.050	-0.377	0.391	0.913	-1.074	0.774	-0.899	-4.037	0.879	0.879
														#		
10LX(低濃度) Cr	38.35	40.65	44.95	47.70	36.81	40.71	35.11	40.95	39.99	43.45	41.85	38.90	39.74	53.10	35.50	39.90
robust z score	-2.343	-0.230	3.720	6.247	-3.760	-0.178	-5.315	0.046	-0.836	2.343	0.873	-1.837	-1.070	11.207	-4.961	-0.919
			#	#	#		#							#	#	
10LX(低濃度) Hg	48.45		48.20	46.75	52.37	49.79	48.08	50.25	52.70	47.10	53.25	53.50	47.88	50.55	41.00	49.60
robust z score	-0.584		-0.711	-1.448	1.409	0.096	-0.773	0.330	1.573	-1.270	1.855	1.982	-0.874	0.483	-4.370	0.000
															#	
10LX(低濃度) Br	170.20		140.00	127.55	142.41	150.36	173.30	156.00	145.59	135.10	141.00	140.00	148.91	139.50	201.50	138.00
robust z score	1.941		-0.175	-1.048	-0.007	0.551	2.159	0.946	0.216	-0.519	-0.105	-0.175	0.449	-0.210	4.135	-0.315
															#	

表-1-3

試験所番号	78	80	81	83
10LX(低濃度) Pb	84.60	68.50	96.00	77.05
robust z score	1.559	-5.935	6.866	-1.955
	#	#	#	
10LX(低濃度) Cd	61.80	61.50	55.50	49.85
robust z score	8.117	7.897	3.510	-0.622
	#	#	#	
10LX(低濃度) Cr	57.00	37.50	119.50	37.95
robust z score	14.790	-3.123	72.205	-2.710
	#	#	#	
10LX(低濃度) Hg	56.30	39.50	59.00	48.35
robust z score	3.404	-5.132	4.776	-0.635
	#	#	#	
10LX(低濃度) Br	175.00	182.00	181.00	150.00
robust z score	2.278	2.768	2.698	0.526

表-2-3 第10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	N	z ≥3	化分median	化分NIQR
10LX(低濃度) Pb	38	10	81.25	2.15
		26%		
10LX(低濃度) Cd	37	7	50.70	1.37
		19%		
10LX(低濃度) Cr	37	12	40.90	1.09
		32%		
10LX(低濃度) Hg	36	5	49.60	1.97
		14%		
10LX(低濃度) Br	35	2	142.50	14.27
		6%		

化学分析		蛍光X線分析		En
median	U95%*	median	U95%*	
81.25	0.50	79.60	1.05	-1.42
50.70	0.32	51.15	0.35	0.95
40.90	0.26	39.99	0.73	-1.17
49.60	0.49	49.30	0.81	-0.32
142.50	4.82	145.50	3.97	0.48

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、全ての成分で 5% 以下である。試験所数は少ないが、他のマトリックス標準物質では、その差が 10% を超えるものが多い。

表-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
median の単位：μg/g

	標準物質	Pb	Cd	Cr	Hg	Br
XRF-median	ポリエステル	46.5	30.8	43.2	66.4	136.5
	ABS	42.0	31.0	40.7	65.0	128.4
	ポリエチレン	47.0	34.4	40.6	67.2	142.0
	ポリ塩化ビニール	56.9	29.8	43.1	66.3	122.9
CA-median		47.7	30.6	43.9	65.0	130.2
(XRF-CA)/CA	ポリエステル	-0.02	0.00	-0.02	0.02	0.05
	ABS	-0.12	0.01	-0.07	0.00	-0.01
	ポリエチレン	-0.02	0.12	-0.08	0.03	0.09
	ポリ塩化ビニール	0.19	-0.03	-0.02	0.02	-0.06

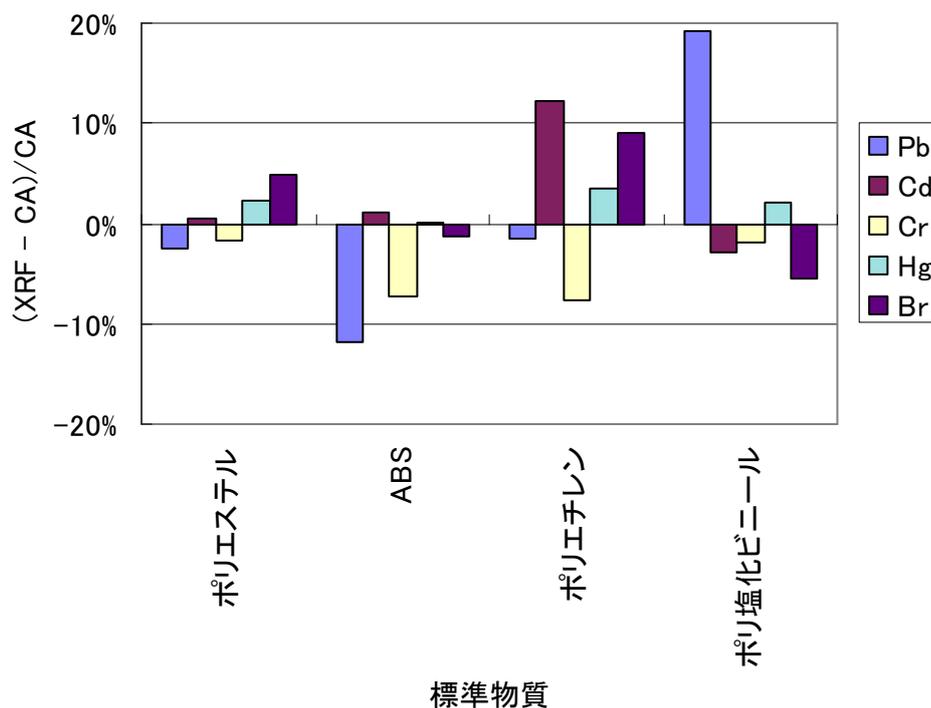


図-3 使用した標準物質別蛍光 X 線分析 (XRF) と化学分析 (CA) の平均値の比較

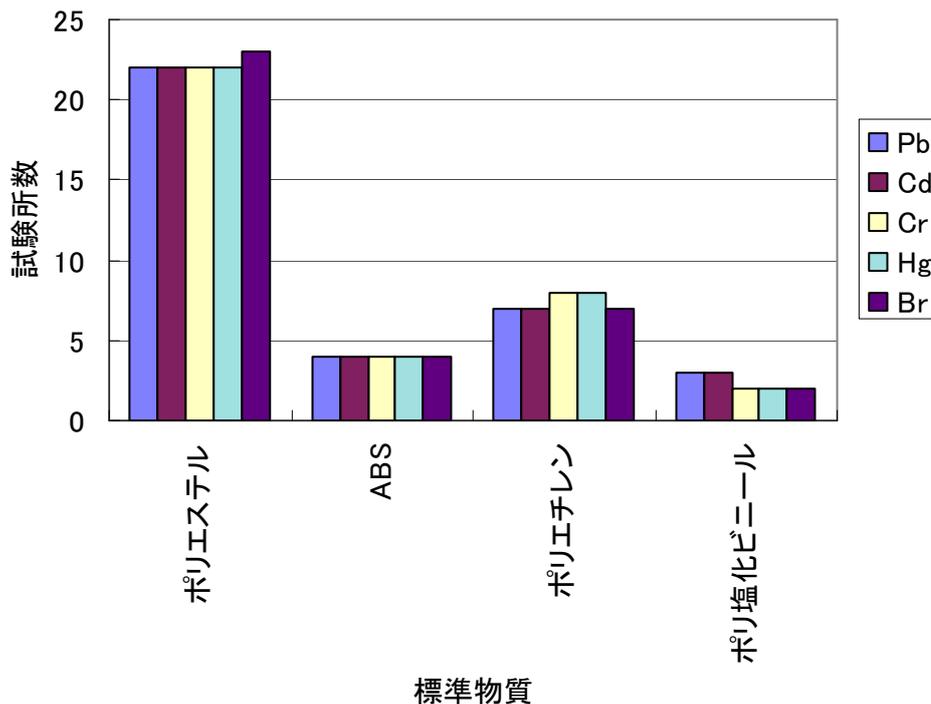


図-4 蛍光 X 線分析 (XRF) で各標準物質を使用した試験所数

(2) 第 6 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ようなであった。(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やっている。(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 X 線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く、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ようなものである。

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 μ 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、留意点は下記のようなものです。

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

験が必要である。

- ② 蛍光 X 線 (XRF) のメディアンと、より基準的な分析法である ICP 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、場合によってはフッ素、ヨウ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)

2014-07-09

	氏名	所属
委員長	松本 保輔	(一財)化学物質評価研究機構 化学標準部
	鹿籠 康行	アジレント・テクノロジー(株) 技術部
	津上 昌平	(一社)日本環境測定分析協会
	須藤 和冬	(株)三井化学分析センター
	津越 敬寿	(独)産業技術総合研究所
	浅田 正三	(独)製品評価技術基盤機構
	国村 信祐	東京理科大学工学部工業化学科
オブザーバー	保坂 守男	(公財)日本適合性認定協会
	山村 英夫	(独)製品評価技術基盤機構 認定センター
	山澤 賢	(一財)化学物質評価研究機構 化学標準部
事務局	阿部 健一	(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

2014-07-09

	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)高輝度光科学研究センター
	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
	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

参考資料 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ンプチレート、クロムはクロム(Ⅲ)アセチルアセトネート、水銀は水銀シクロヘキサンプチレートの有機金属化合物、臭素は、試料 L, HX にはテトラプ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 10L 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 10L については表 A-1 及び図 A-1 に、高濃度試料 10H (蛍光 X 線分析用低濃度試料 10LX) 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 10HX 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、10HX 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。10HX 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 (10L)

均質性試験結果 10L		2014-01-09										単位: $\mu\text{g/g}$	
成分→	10L-Hg	10L-Hg	10L-Cd	10L-Cd	10L-Pb	10L-Pb	10L-Cr	10L-Cr	10L-Br	10L-Br	10L-Pb	10L-Pb	
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		化学分析(酸分解→ICP-AES)		
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	測定1	測定2	
10L-1	8.226	8.275	9.48	9.51	5.208	4.919	8.953	9.054	17.617	18.643	4.69	4.86	
10L-2	8.105	8.376	9.31	9.64	4.400	4.637	9.090	8.817	18.573	18.444	4.74	4.66	
10L-3	8.302	8.207	9.60	9.46	4.528	4.877	8.589	8.516	17.957	18.116	4.69	4.76	
10L-4	8.366	8.333	9.51	9.45	4.451	4.752	8.646	8.588	17.993	18.259	4.98	4.91	
10L-5	8.428	8.238	9.45	9.57	4.550	4.921	8.738	9.512	17.838	18.495	4.77	4.94	
10L-6	8.154	8.299	-	-	4.426	5.006	8.654	8.813	18.657	18.628	-	-	
10L-7	8.400	8.175	-	-	5.045	4.879	8.948	9.344	17.679	18.458	-	-	
10L-8	8.122	8.282	-	-	4.871	5.363	9.231	8.953	18.110	18.362	-	-	
10L-9	7.785	8.428	-	-	4.031	4.223	8.434	9.302	17.600	18.133	-	-	
10L-10	8.063	8.310	-	-	4.781	4.838	8.765	8.651	17.953	18.154	-	-	
Average	8.2437		9.4980		4.7353		8.8799		18.1835		4.8000		
	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	
sr	0.1862	2.26%	0.1207	1.27%	0.2213	4.67%	0.2931	3.30%	0.3600	1.98%	0.086719	1.81%	
sb+r	0.1496	1.82%	0.0887	0.93%	0.2606	5.50%	0.3001	3.38%	0.3434	1.89%	0.119502	2.49%	
sb	-0.1109	-1.35%	-0.0819	-0.86%	0.1376	2.91%	0.0644	0.73%	-0.1083	-0.60%	0.082222	1.71%	

*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。

均質性試験の NIQR	0.420	0.340	0.350	0.430	2.030
sb+r/NIQR	0.356	0.261	0.745	0.698	0.169
sb/NIQR	-0.264	-0.241	0.393	0.150	-0.053

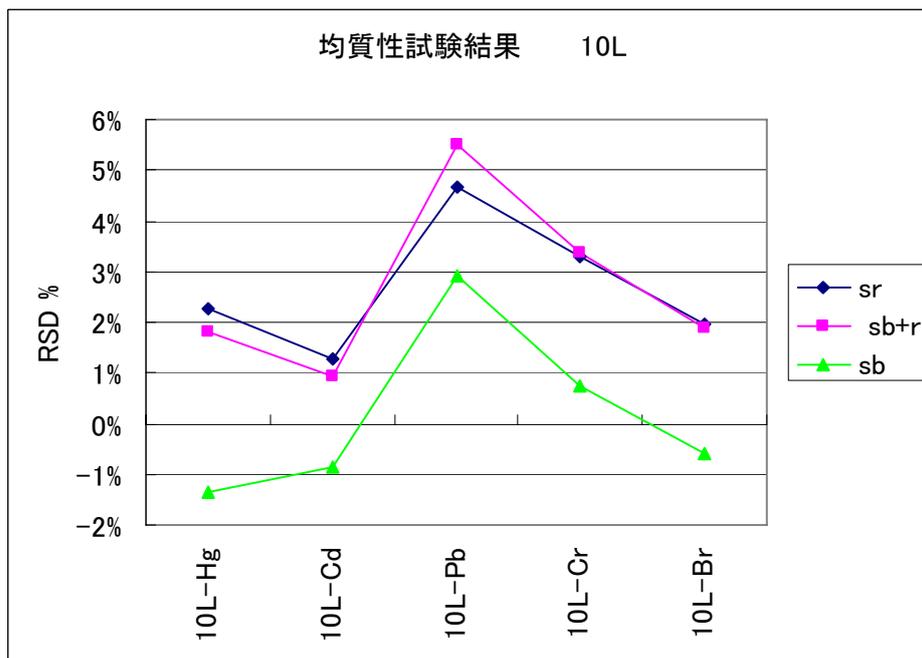


図-A1 化学分析用試料 均質性試験結果 (10L)

表-A2 化学分析及び蛍光X線分析用試料 均質性試験結果 (10H, 10LX)

均質性試験結果 10LX & 10H 2014-01-09		単位: $\mu\text{g/g}$, Clはkcps										
成分→	10LX&10 H-Hg	10LX&10 H-Hg	10LX&10 H-Cd	10LX&10 H-Cd	10LX&10 H-Pb	10LX&10 H-Pb	10LX&10 H-Cr	10LX&10 H-Cr	10LX&10 H-Br	10LX&10 H-Br	10LX&10 H-Cl	10LX&10 H-Cl
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	測定1	測定2
10LX&10H-1	56.65	56.53	56.65	56.53	81.11	81.04	40.41	40.13	137.83	136.75	1.1098	1.1145
10LX&10H-2	57.44	56.68	57.44	56.68	80.36	81.11	39.80	40.14	136.28	138.01	1.1300	1.1256
10LX&10H-3	57.26	56.43	57.26	56.43	81.69	81.42	39.89	40.78	137.09	137.68	1.1379	1.1370
10LX&10H-4	56.59	54.81	56.59	54.81	81.05	81.07	40.32	40.16	136.57	138.09	1.1330	1.1261
10LX&10H-5	57.07	56.38	57.07	56.38	81.20	81.03	40.45	40.35	137.40	138.01	1.1238	1.1145
10LX&10H-6	55.97	56.70	55.97	56.70	80.47	81.54	39.69	40.36	136.20	138.00	1.1118	1.1085
10LX&10H-7	55.27	55.91	55.27	55.91	80.98	80.72	40.45	40.05	136.10	137.41	1.1121	1.1063
10LX&10H-8	56.49	56.48	56.49	56.48	80.84	80.70	40.05	40.44	136.46	136.40	1.1407	1.1072
10LX&10H-9	56.91	56.35	56.91	56.35	81.07	81.51	40.54	40.55	139.22	138.97	1.1120	1.1249
10LX&10H-10	56.69	56.75	56.69	56.75	81.75	81.88	40.12	40.16	138.41	138.72	1.1196	1.1062
Average	56.468		56.468		81.127		40.242		137.480		1.1201	
	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)
sr	0.556	0.98%	0.556	0.98%	0.325	0.40%	0.299	0.74%	0.784	0.57%	0.009	0.82%
sb+r	0.618	1.09%	0.618	1.09%	0.413	0.51%	0.271	0.67%	0.975	0.71%	0.011	1.02%
sb	0.269	0.48%	0.269	0.48%	0.256	0.32%	-0.126	-0.31%	0.579	0.42%	0.007	0.61%

*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)	1.97		1.37		2.15		1.09		14.27			
sb+r/NIQR	0.314		0.451		0.192		0.248		0.068			
sb/NIQR	0.136		0.196		0.119		-0.116		0.041			

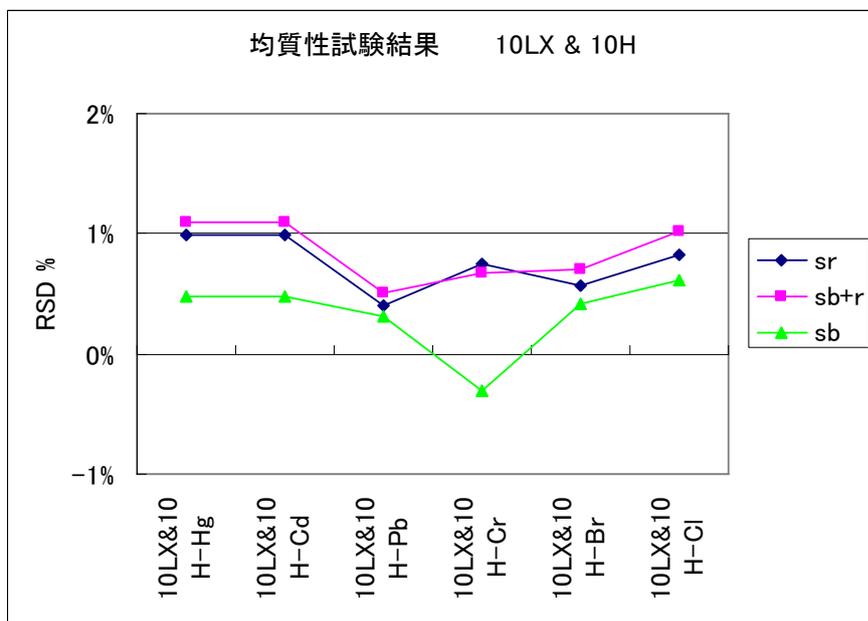


図-A2 化学分析用及び蛍光X線分析用試料 均質性試験結果(10H, 10LX)

表-A3 蛍光X線分析用試料 均質性試験結果 (10HX)
均質性試験結果 10HX 2014-01-09

成分→	10HX-Hg		10HX-Cd		10HX-Pb		10HX-Cr		10HX-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
10HX-1	134.57	133.01	174.57	178.74	151.40	150.93	170.02	169.63	217.92	217.03
10HX-2	134.69	135.69	173.21	175.33	152.15	152.34	171.04	171.55	220.78	219.81
10HX-3	132.21	133.80	175.98	176.02	150.91	150.61	169.12	170.92	217.82	217.36
10HX-4	133.72	134.89	174.67	178.72	150.84	150.97	169.55	169.47	216.77	217.90
10HX-5	133.26	133.31	177.55	180.39	150.37	150.52	168.43	170.08	218.12	217.72
10HX-6	133.58	133.49	175.87	176.62	151.36	151.67	168.45	169.38	218.78	220.51
10HX-7	134.27	133.37	177.07	178.52	151.62	152.00	170.18	169.78	218.35	219.40
10HX-8	133.02	134.89	175.00	177.32	151.73	150.55	170.70	171.94	216.95	218.25
10HX-9	136.42	133.24	172.16	176.64	152.04	152.14	171.31	172.65	219.60	219.64
10HX-10	133.11	134.18	178.75	178.35	152.10	152.26	172.91	173.04	219.79	219.78
Average	133.936		176.574		151.426		170.508		218.614	
	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)
sr	1.0702	0.80%	1.9317	1.09%	0.3205	0.21%	0.7334	0.43%	0.6771	0.31%
sb+r	1.0129	0.76%	2.0708	1.17%	0.6770	0.45%	1.4157	0.83%	1.2425	0.57%
sb	-0.3455	-0.26%	0.7460	0.42%	0.5963	0.39%	1.2110	0.71%	1.0418	0.48%

*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	5.435		8.488		5.435		6.005		19.468	
sb+r/NIQR	0.186		0.244		0.125		0.236		0.064	
sb/NIQR	-0.064		0.088		0.110		0.202		0.054	

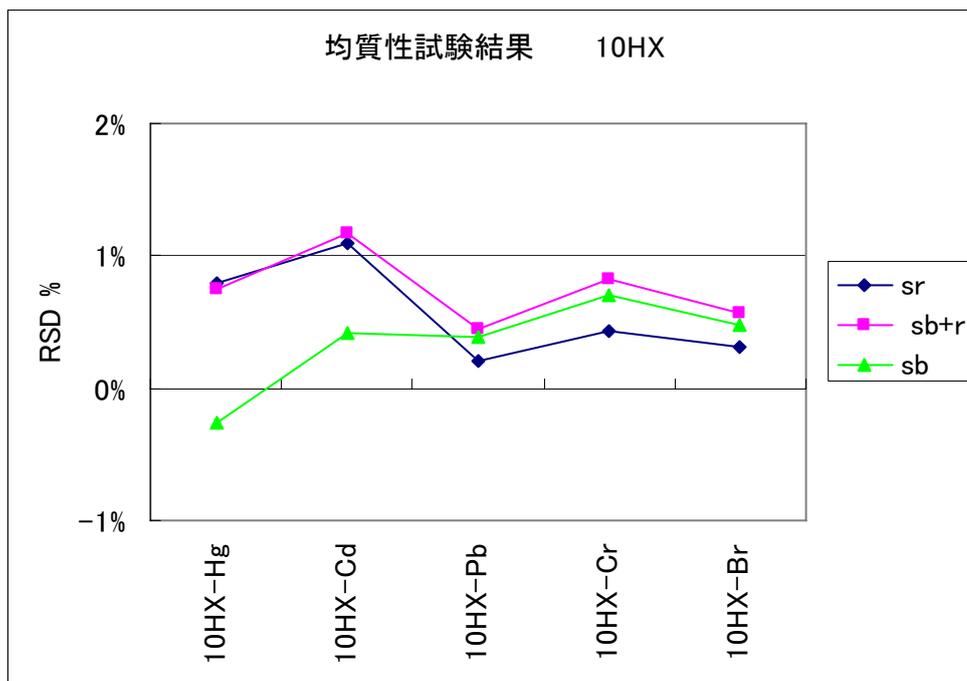


図-A3 蛍光X線分析用試料 均質性試験結果 (10HX)

表-A4 蛍光X線分析用試料 均質性試験結果 (10HX) 再試験

均質性試験結果 10HX 2014-06-16

成分→	10HX-Hg		10HX-Cd		10HX-Pb		10HX-Cr		10HX-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
10HX-1	132.53	131.24	179.22	175.76	150.65	150.69	168.28	170.34	217.42	217.77
10HX-2	132.48	135.28	183.77	180.70	152.15	150.82	171.24	170.44	219.59	218.39
10HX-3	133.84	132.30	177.39	178.01	151.57	150.03	170.36	170.38	218.60	218.26
10HX-4	132.87	134.01	177.55	179.92	150.32	151.13	170.23	171.14	216.42	218.10
10HX-5	133.84	132.67	179.65	178.62	150.63	150.59	169.28	169.02	217.26	217.35
10HX-6	132.84	132.14	180.94	179.18	150.83	151.21	170.48	169.68	216.47	218.46
10HX-7	132.52	136.61	182.37	181.10	150.20	152.42	169.85	173.31	217.88	219.60
10HX-8	132.98	132.76	180.32	181.41	150.76	150.48	170.90	171.31	218.16	218.15
10HX-9	134.08	134.90	178.51	183.91	151.12	152.03	172.07	172.53	220.32	220.28
10HX-10	133.51	131.73	175.89	179.76	150.51	150.85	172.85	169.86	220.61	218.46
Average	133.2565		179.699		150.9495		170.6775		218.378	
	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)	s	RSD(CV)
sr	1.3351	1.00%	1.9811	1.10%	0.7381	0.49%	1.1771	0.69%	0.8959	0.41%
sb+r	1.2796	0.96%	2.2521	1.25%	0.6422	0.43%	1.2912	0.76%	1.2042	0.55%
sb	-0.3812	-0.29%	1.0710	0.60%	-0.3638	-0.24%	0.5307	0.31%	0.8046	0.37%

*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	5.688		8.488		5.435		6.005		19.663	
sb+r/NIQR	0.225		0.265		0.118		0.215		0.061	
sb/NIQR	-0.067		0.126		-0.067		0.088		0.041	

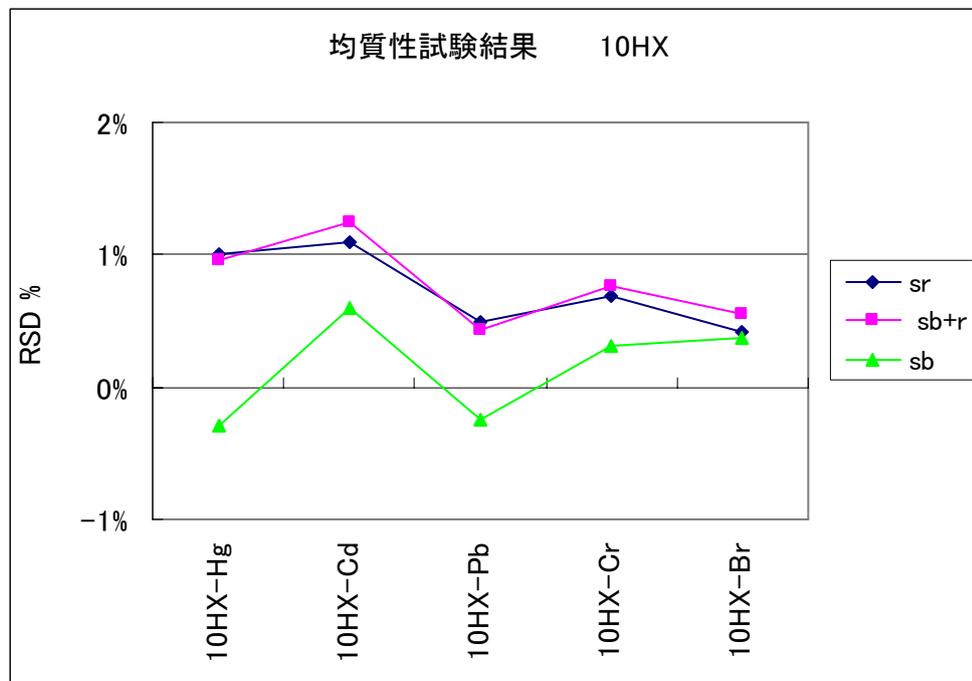


図-A3 蛍光X線分析用試料 均質性試験結果 (10HX) 再試験

参考資料 B

各試験所の分析条件

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

表B.1 化学分析方法と条件

試験機関番号	1			2			3			4			5		
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	ニッパ	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES	切断	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES
Cd	ニッパ	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES	切断	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES
Cr	ニッパ	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES	切断	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES
Hg	ニッパ	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES	切断	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES
Br	ニッパ	石英管	IC							フィルム	石英管	IC	凍結粉碎	石英管	IC
Cl													ニッパ	石英管	IC
試験機関番号	6			7			8			9			10		
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-MS	凍結粉砕法	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES			
Cd	フィルム	密閉酸	ICP-MS	凍結粉砕法	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES			
Cr	フィルム	密閉酸	ICP-MS	凍結粉砕法	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES			
Hg	フィルム	密閉酸	ICP-MS	凍結粉砕法	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	(H)AA	アルミナ乳鉢	密閉酸	(H)AA			
Br	フィルム	石英管	IC										フィルム	石英管	IC
Cl	ニッパ	石英管	IC	アルミナ乳鉢	石英管	IC				アルミナ乳鉢	石英管	IC			
試験機関番号	11			12			13			14			15		
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-MS	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	凍結粉砕	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-MS
Cd				凍結粉砕	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	凍結粉砕	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-MS
Cr				凍結粉砕	開放酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	凍結粉砕	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-MS
Hg				凍結粉砕	密閉酸	(H)AA	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	凍結粉砕	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-MS
Br				凍結粉砕	石英管	IC				凍結粉砕	ポンプ燃焼	IC	フィルム	石英管	IC
Cl	フィルム	石英管	IC										フィルム	石英管	IC
試験機関番号	16			17			18			19			20		
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	凍結粉砕法	密閉酸	ICP-AES	凍結粉砕法	密閉酸	ICP-MS	凍結粉砕	硫酸炭・灰化	方式原子吸光	切断	開放酸	その他(AAS)
Cd	フィルム	密閉酸	ICP-AES	凍結粉砕法	密閉酸	ICP-AES	凍結粉砕法	密閉酸	ICP-MS	凍結粉砕	硫酸炭・灰化	方式原子吸光	切断	開放酸	その他(AAS)
Cr	フィルム	密閉酸	ICP-AES				凍結粉砕法	密閉酸	ICP-MS	凍結粉砕	密閉酸	ICP-MS	切断	開放酸	その他(AAS)
Hg	フィルム	密閉酸	ICP-AES				凍結粉砕法	密閉酸	(H)AA	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	切断	開放酸	(H)AA
Br	フィルム	石英管	IC												
Cl	切断法	石英管	IC				フィルム	石英管	IC				凍結粉砕法	熱加水分解	IC
試験機関番号	21			22			23			24			25		
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	切断法	硫酸炭・灰化	フィルム原子吸光	機械	開放酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	還流酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	切断法	密閉酸	ICP-AES
Cd	切断法	硫酸炭・灰化	フィルム原子吸光	機械	開放酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	還流酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	切断法	密閉酸	ICP-AES
Cr				機械	開放酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	還流酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	切断法	密閉酸	ICP-AES
Hg							アルミナ乳鉢	加熱気化	(A)AA	フィルム	密閉酸	(H)AA	切断法	密閉酸	ICP-AES
Br							アルミナ乳鉢	石英管	IC	フィルム	石英管	IC			
Cl	フィルム	石英管	IC				凍結粉砕	石英管	IC	凍結粉砕法	石英管	IC			
試験機関番号	26			27			28			29			30		
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-MS	フィルム	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-MS
Cd	フィルム	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	FL-AAS	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	ICP-MS
Cr	フィルム	密閉酸	ICP-MS	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-MS	フィルム	密閉酸	ICP-MS
Hg	フィルム	加熱気化	(A)AA	フィルム	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	(H)AA	フィルム	密閉酸	ICP-MS	フィルム	密閉酸	(H)AA
Br	フィルム	石英管	IC	フィルム	石英管	IC				フィルム	石英管	IC			
Cl							フィルム	石英管	IC				アルミナ乳鉢	石英管	IC

表B.1 化学分析方法と条件

試験機関番号	31			32			33			34			35		
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	凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	フィルム→凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	凍結破碎アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES
Cd	凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	フィルム→凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	凍結破碎アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES
Cr	凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	フィルム→凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	凍結破碎アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES
Hg	凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	フィルム→凍結粉碎	密閉酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	(H)AA				凍結破碎アルミナ乳鉢	密閉酸	(H)AA
Br	凍結粉碎	石英管	IC				切断法	石英管	IC				凍結破碎アルミナ乳鉢	石英管	IC
Cl										フィルム	石英管	IC			
試験機関番号	36			37			38			39			41		
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	セラミックニッパで細かく切断	密閉酸	ICP-MS	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES	3	1	2	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	凍結破碎	密閉酸	ICP-MS
Cd	セラミックニッパで細かく切断	密閉酸	ICP-MS	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES	3	1	2	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	凍結破碎	密閉酸	ICP-MS
Cr	セラミックニッパで細かく切断	密閉酸	ICP-MS	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES	3	1	2	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	凍結破碎	密閉酸	ICP-MS
Hg	セラミックニッパで細かく切断	密閉酸	(H)AA	凍結粉碎	密閉酸	(H)AA	3	1	2	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	凍結破碎	密閉酸	ICP-MS
Br				ニッパで切断	フラスコ	IC				アルミナ乳鉢	石英管	ICP-MS			
Cl	凍結粉碎	石英管	IC				3	oxygen bomb combustion	5						
試験機関番号	42			43			44			45			46		
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	密閉酸	ICP-AES	3	1	2	冷凍粉碎	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Cd	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	3	1	2	冷凍粉碎	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Cr	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	3	1	2	冷凍粉碎	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Hg				3	-	Direct mercury analyzer	冷凍粉碎	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Br				3	oxygen bomb combustion	5									
Cl				切断法	石英管	IC	フィルム	ポンプ燃焼法	IC				アルミナ乳鉢	石英管	IC
試験機関番号	47			48			49			50			51		
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							はさみによる	密閉酸	ICP-AES	1	1	2	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Cd							同上	密閉酸	ICP-AES	1	1	2	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Cr							同上	密閉酸	ICP-AES	1	1	2	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Hg							同上	密閉酸	ICP-AES	1	1	2	フィルム	密閉酸	ICP-AES
Br										1	7	5			
Cl															
試験機関番号	52			53			54			55			56		
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	機械	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	硫酸炭・灰化	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-MS	ニッパ切断	密閉酸	フーネス原子吸光分析法
Cd	機械	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	硫酸炭・灰化	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-AES	ニッパ切断	密閉酸	フーネス原子吸光分析法
Cr	機械	密閉酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	硫酸炭・灰化	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-MS	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-MS	ニッパ切断	密閉酸	フーネス原子吸光分析法
Hg				アルミナ乳鉢	還冷酸	(H)AA	フィルム	密閉酸	ICP-MS	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-MS	ニッパ切断	密閉酸	(A)AA
Br				アルミナ乳鉢	フラスコ	IC				凍結粉碎法	ポンプ燃焼	IC			
Cl	1	7	5	凍結粉碎	ポンプ燃焼	IC							ニッパで切断	フラスコ	IC
試験機関番号	57			58			59			60			61		
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				ナイフで切削	密閉酸	ICP-AES	切断法	開放酸	ETAAS	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	硫酸炭・灰化	ICP-AES
Cd				ナイフで切削	密閉酸	ICP-AES	切断法	開放酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	硫酸炭・灰化	ICP-AES
Cr				ナイフで切削	密閉酸	ICP-AES	切断法	開放酸	ICP-AES	アルミナ乳鉢	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	硫酸炭・灰化	ICP-AES
Hg				ナイフで切削	密閉酸	(H)AA	切断法	加熱酸化	(A)AA	アルミナ乳鉢	密閉酸	(H)AA	アルミナ乳鉢	還冷酸	(H)AA
Br				ニッパで切断	フラスコ	IC	切断法	石英管	IC	アルミナ乳鉢	石英管	IC	アルミナ乳鉢	石英管	IC
Cl				フィルム	フラスコ	IC									

表B.1 化学分析方法と条件

試験機関番号	62			63			64			65			66		
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	切断法	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	ニッパ	開放酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	ICP-AES	セラミックナイフ切断法	密閉酸	ICP-MS
Cd	切断法	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	ニッパ	開放酸	ICP-MS	切断法	密閉酸	ICP-AES	セラミックナイフ切断法	密閉酸	ICP-MS
Cr	切断法	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	ICP-AES	ニッパ	開放酸	ICP-AES	切断法	密閉酸	ICP-AES	セラミックナイフ切断法	密閉酸	ICP-MS
Hg	切断法	密閉酸	ICP-AES	フィルム	密閉酸	(H)AA	ニッパ	加熱酸化	(A)AA	切断法	密閉酸	ICP-AES	セラミックナイフ切断法	還冷酸	(H)AA
Br				フィルム	石英管	IC	ニッパ	石英管	IC	切断法	石英管	IC			
Cl				凍結粉碎	石英管	IC	ニッパで切断	フラスコ	IC	フィルム	フラスコ	IC	アルミナ乳鉢	ポンベ式質量法	IC
試験機関番号	67			68			69			70			72		
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	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎	密閉酸	その他(AAS)				凍結粉碎法	密閉酸	ICP-AES
Cd	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎	密閉酸	その他(AAS)	凍結破碎	開放酸	AA	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-AES
Cr	アルミナ乳鉢	開放酸	ICP-AES	凍結粉碎	密閉酸	ICP-AES	凍結粉碎	密閉酸	その他(AAS)				凍結粉碎法	密閉酸	ICP-AES
Hg				凍結粉碎	密閉酸	(H)AA				凍結破碎	還冷酸	(H)AA	凍結粉碎法	密閉酸	ICP-MS
Br				凍結粉碎	石英管	IC				凍結破碎	ポンプ燃焼	IC			
Cl	凍結粉碎	ポンプ法	IC												
試験機関番号	73			74			75			76			77		
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-MS	機械	密閉酸	ICP-MS	(2)	(1)	(1)	鋏	密閉酸	ICP-MS	フィルム	開放酸	ICP-AES
Cd	フィルム	密閉酸	ICP-MS	機械	密閉酸	ICP-MS	(2)	(1)	(1)	鋏	密閉酸	ICP-MS	フィルム	開放酸	ICP-AES
Cr	フィルム	密閉酸	ICP-MS	機械	密閉酸	ICP-MS	(2)	(1)	(1)	鋏	密閉酸	ICP-MS	フィルム	開放酸	ICP-AES
Hg	フィルム	密閉酸	ICP-MS	機械	密閉酸	(H)AA	(2)	(5)	(4)	鋏	密閉酸	ICP-MS	アルミナ乳鉢	還冷酸	(H)AA
Br				機械	石英管	IC	(2)	(6)	(5)						
Cl							アルミナ乳鉢	石英管	IC						
試験機関番号	79			80			83								
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				機械	密閉酸	ICP-AES	機械	密閉酸	ICP-MS						
Cd	(2)	(4)EN1122	(2)	機械	密閉酸	ICP-AES	機械	密閉酸	ICP-MS						
Cr							機械	密閉酸	ICP-MS						
Hg							機械	密閉酸	ICP-MS						
Br															
Cl	フィルム	石英管	IC												

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	その他の分析条件
5	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	
16	トルエンソックスレー抽出法	GC/MS	DB-5HT 長さ 15m 膜厚 0.10 μm 内径 0.25mm	Accu Standard	Hepta-BDE:2 Octa-BDE:3 Nona-BDE:1 Deca-BDE:1	
23	<p>試料採取(0.02g) ↓ 溶解(硫酸) ↓ ←内標準物質添加(50ng) 抽出 Hexane 1mL × 3回 ↓ 水洗 超純粋 × 1回 ↓ Hexane層脱水および濃縮 ↓ シリカゲルカラム処理 ↓ 溶出溶媒: Hexane ↓ 濃縮(100 μL)</p>	<p>GC/MS-SIM法 GC: 7890(アジレント) オープン温度: 60°C → 10°C/min → 320°C 注入口温度: 300°C インターフェース温度: 300°C キャリアーガス: ヘリウム 1.5mL/min MS: 5975(アジレント) イオン源温度: 300°C 検出モード: SIM モニターイオン Hepta: 561.6 Octa: 641.5 Nona: 721.4 Deca: 799.7 (内標準物質) 13C-Octa: 653.6 13C-Deca: 811.7</p>	<p>カラム ENV-5MS(関東化学) 15 m × 0.25 mm I.D. × 0.10 μm Filmthickness</p>	<p>•AccuStandard Inc. •WELLINGTON LABORATORIES</p>	<p>Hepta-BDE: 1 Octa-BDE: 3 Nona-BDE: 1 Deca-BDE: 1</p>	<p>定量計算: RF法 (Hepta, Octa, Nonaは13C-Octaを、 Decaは13C-Decaを内標準物質とし た)</p>

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	その他の分析条件
24	超音波抽出	GC/MS法	DB-5HT(15mX0.25 μ mX1.0 mm)	Accu Standard	Hepta-BDE: Octa-BDE: Nona-BDE: Deca-BDE:	
26	凍結粉碎-ソックスレー抽出	GC/MS	DB-1HT (0.25mm \times 15m, 0.1 μ m)	Accustanard, WELLINGTON	Hepta-BDE: 7以 上 Octa-BDE: 4以 上 Nona-BDE: 3 Deca-BDE: 1	
27	凍結粉碎、ソックスレー抽出法	IEC 62321 Annex A	Elite-5MS 0.25mm \times 15m \times 0.1 μ m	CIL	Hepta-BDE:3 Octa-BDE:3 Nona-BDE:2 Deca-BDE:1	
28	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 \times 0.25mm 膜厚0.10 μ m	AccuStandard社製	Hepta-BDE: 4 Octa-BDE: 3 Nona-BDE: 3 Deca-BDE: 1	
29	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	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	

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	その他の分析条件
33	ソックスレー抽出法	GC-MS	VF-5ms 15m×0.25mm 0.10 μm	BDE-209S アキュスタンダード	Hepta-BDE: - Octa-BDE: - Nona-BDE: - Deca-BDE: 1	
37	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	
43	soxhlet extraction	IEC 62321	DB5MS 15m x 0.25mm x 0.25um	JSAC 0641	Hepta-BDE: 72.57 Octa-BDE: 48.92 Nona-BDE: 24.14 Deca-BDE: 60.09	
46	超音波抽出	GC-MS	DB-5HT:Agilent製 長さ:15m 内径:0.25mm 膜厚:0.1 μm	AccuStandard,Inc	Hepta-BDE: 1 Octa-BDE: 5 Nona-BDE: 2 Deca-BDE: 1	
47						
48						
53	ソックスレー抽出(トルエン) → 多層シリカゲルカラム	HRGC/LRMS分析 GC/MSシステム 型番: 6890N/5975 MSD (アジレント・テクノロジー(株))	phenomenex ZB-5 15m×0.25mm (膜厚: 0.25 μm)	Wellington Laboratories Inc.	Hepta-BDE:3 Octa-BDE:4 Nona-BDE:2 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	その他の分析条件
55	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: Octa-BDE: Nona-BDE: Deca-BDE:	
63	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: 7 Octa-BDE: 4 Nona-BDE: 3 Deca-BDE: 1	
68	超音波により抽出した。	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 : (2) Octa-BDE: (3) Nona-BDE: (2) Deca-BDE: (1)	
74	ソックスレー抽出	GC/MS	Ultra ALLOY-PBDE Length: 15m I.D.: 0.25mm Film: 0.05 μ m	Wellington	Hepta-BDE: 2 Octa-BDE: 4 Nona-BDE: 2 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	その他の分析条件
75	(3)機械切削法 液体窒素による凍結粉碎	(8)その他 ソックスレー抽出 抽出溶媒:トルエン	DB-5MS (長さ:15m、内径 0.25mm、膜圧:0.1um)	Wellington製	Hepta-BDE:個別 定量3種 Octa- BDE:個別定量2 種 Nona-BDE:個別 定量2種 Deca-BDE:1種 Hepta-BDE、 Octa-BDE、 Nona-BDEは、個 別定量した異性 体と、その他全て の異性体の合算 値を同族体定量 値として報告して いる。	

表B.3 泉分析方法と条件

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	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)
2	Pb	EDX	L α 、L β	ロジウム	50 kV	120	Hg、Br	大気	1	1	4	2
	Cd	EDX	K α	ロジウム	50 kV	150	無	大気	1	1	4	2
	Cr	EDX	K α	ロジウム	50 kV	320	無	大気	0.61	1	4	2
	Hg	EDX	L α 、L β	ロジウム	50 kV	120	Pb、Br	大気	1	1	4	2
	Br	EDX	K α 、K β	ロジウム	50 kV	120	Pb、Hg	大気	1	1	4	2
4	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
6	Pb	EDX	L β	Rh	50kV	180	Br,Hg	大気			3)	2mm
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	180	なし	大気			3)	2mm
	Cr	EDX	K α	Rh	50kV	180	なし	大気			3)	2mm
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	180	Pb,Br	大気			3)	2mm
	Br	EDX	K α	Rh	50kV	180	Pb,Hg	大気			3)	2mm
7	Pb	EDX	PbL α	Rh	50kV	300	Hg	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	CdK α	Rh	50kV	300	-	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	CrK α	Rh	30kV	300	-	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	HgL α	Rh	50kV	300	Pb	大気	1	1	3	4
	Br											
10	Pb	EDX	L α	Rh	50kV	600	なし	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	900	なし	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	15kV	600	なし	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	600	なし	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K α	Rh	50kV	60	なし	大気	1	1	3	4
13	Pb	EDX	L α	Rhターゲット	50(kV)	200	Cd,Cr	大気			3)	4
	Cd	EDX	K α	Rhターゲット	50(kV)	200	Pb,Cr	大気			3)	4
	Cr	EDX	K α	Rhターゲット	15(kV)	200	Pb,Cd	大気			3)	4
	Hg	EDX	L α	Rhターゲット	50(kV)	200		大気			3)	4
	Br	EDX	K β	Rhターゲット	50(kV)	200		大気			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	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)
14	Pb	WDX	L α	Rh	60 kV	20	Cd,Cr	真空	1	1	1	4
	Cd	WDX	K α	Rh	60 kV	20	Pb,Cr	真空	1	1	1	4
	Cr	WDX	K α	Rh	60 kV	20	Pb,Cd	真空	1	1	1	4
	Hg	WDX	L α	Rh	30 kV	20	無	真空	1	1	1	4
	Br											
17	Pb	EDX	L α	Rh	50kv	300	Cd	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kv	300	Pb	大気	1	1	3	4
	Cr											
	Hg											
	Br											
23	Pb	WDX	L α	Rh	60	60	Cd,Cr,Br	真空	1	1	3	4
	Cd	WDX	K α	Rh	60	60	Pb,Cr,Br	真空	1	1	3	4
	Cr	WDX	K α	Rh	60	60	Pb,Cd,Br	真空	1	1	3	4
	Hg	WDX	L α	Rh	50	60	無	真空	1	1	3	4
	Br	WDX	K α	Rh	60	60	Pb,Cd,Cr	真空	1	1	3	4
24	Pb	EDX	L β	R h	50	300	B r , H g	大気	有	有	4	2
	Cd	EDX	K α	R h	50	300	なし	大気	有	有	4	2
	Cr	EDX	K α	R h	50	300	なし	大気	有	有	4	2
	Hg	EDX	L β	R h	50	300	B r , P b	大気	有	有	4	2
	Br	EDX	K α	R h	50	300	P b , H g	大気	有	有	4	2
26	Pb	EDX	L	Rh	50keV	400	Hg,Br	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K	Rh	50keV	400	なし	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K	Rh	50keV	400	なし	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L	Rh	50keV	400	Pb,Br	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K	Rh	50keV	400	Pb,Hg	大気	1	1	3	4
29	Pb	EDX	L α	Rh	50	200	Hg,Br	大気	1	1	3)	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50	200	---	大気	1	1	3)	4
	Cr	EDX	K α	Rh	15	200	---	大気	1	1	3)	4
	Hg	EDX	K α	Rh	50	200	Pb,Br	大気	1	1	3)	4
	Br	EDX	K α	Rh	50	200	Pb,Hg	大気	1	1	3)	4
36	Pb	EDX	PbLa	Oxford XTF5011A	50	100		大気			1	4
	Cd	EDX	CdKa	Oxford XTF5011A	50	100		大気			1	4
	Cr	EDX	CrKa	Oxford XTF5011A	50	100		大気			1	4
	Hg	EDX	HgLa	Oxford XTF5011A	50	100		大気			1	4
	Br	EDX	BrKa	Oxford XTF5011A	50	100		大気			1	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	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)
37	Pb	EDX	L α 、L β	Rh	50 k v	100 s	Cd,Cr	大気	自動補正	自動補正	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50 k v	100 s	Pb,Cr	大気	自動補正	自動補正	3	4
	Cr	EDX	K α 、K β	Rh	50 k v	100 s	Cd,Pb	大気	自動補正	自動補正	3	4
	Hg	EDX	L α 、L β	Rh	50 k v	100 s	-	大気	自動補正	自動補正	3	4
	Br	EDX	K α 、K β	Rh	50 k v	100 s	-	大気	自動補正	自動補正	3	4
39	Pb	EDX	La	Rh	50	300	-	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	Ka	Rh	50	300	-	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	Ka	Rh	50	300	-	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	La	Rh	50	300	-	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	Ka	Rh	50	300	-	大気	1	1	3	4
40	Pb	EDX	L α	Rh	50kV	100	Br,Hg	真空	0.81	無し	1)	5
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	100	無し	真空	0.8	無し	1)	5
	Cr	EDX	K α	Rh	30kV	100	無し	真空	0.83	無し	1)	5
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	100	Pb,Br	真空	0.74	無し	1)	5
	Br	EDX	K α	Rh	50kV	100	Pb,Hg	真空	0.77	無し	1)	5
42	Pb	EDX	L α	Rh	50KeV	300	Hg/Br	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50KeV	300	なし	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	15KeV	300	なし	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50KeV	300	Pb/Br	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K α	Rh	50KeV	300	Hg/Pb	大気	1	1	3	4
46	Pb	EDX	L α ,L β	Rh	50kV	300	Br, Hg	大気	1	1	3	4
	Cd											
	Cr	EDX	K α ,K β	Rh	50kV	300	なし	大気	1	1	3	4
	Hg											
	Br											
47	Pb											
	Cd											
	Cr											
	Hg											
	Br											
48	Pb											
	Cd											
	Cr											
	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	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)
50	Pb	EDX	L α	Rh	50kV	100	5元素同時	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	500	5元素同時	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	30kV	500	5元素同時	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	100	5元素同時	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K α	Rh	50kV	100	5元素同時	大気	1	1	3	4
51	Pb	EDX	L α	Rh	50kV	300	Hg,Br	大気	1	1	3	5
	Cd	EDX	K α	Rh	50kV	300		大気	1	1	3	5
	Cr	EDX	K α	Rh	50kV	300		大気	1	1	3	5
	Hg	EDX	L α	Rh	50kV	300	Pb,Br	大気	1	1	3	5
	Br	EDX	K β	Rh	50kV	300	Pb,Hg	大気	1	1	3	5
52	Pb	EDX	L α	Rh	50 k V	300	無	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50 k V	300	無	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	50 k V	300	無	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50 k V	300	無	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K α	Rh	50 k V	300	無	大気	1	1	3	4
53	Pb	2	L α	Rh	50	100	Cd,Cr,Hg	大気	1	1	3	4
	Cd	2	K α	Rh	50	100	Pb,Cr,Hg	大気	1	1	3	4
	Cr	2	K α	Rh	30	100	Pb,Cd,Hg	大気	1	1	3	4
	Hg	2	L α	Rh	50	100	Pb,Cd,Cr	大気	1	1	3	4
	Br	2	K α	Rh	50	100	-	大気	1	1	3	4
57	Pb	WDX	L α	Rh	45kV	400	Cr,Hg	真空	1	1	3	4
	Cd	WDX	K α	Rh	60kV	200	なし	真空	1	1	3	4
	Cr	WDX	K α	Rh	45kV	400	Pb、Hg	真空	1	1	3	4
	Hg	WDX	L α	Rh	45kV	400	Pb,Cr	真空	1	1	3	4
	Br	WDX	K α	Rh	45kV	400	なし	真空	1	1	3	4
58	Pb	EDX	L α	Rh	50 k V	60	Hg、Br	大気	有(自動)	有(自動)	4)	2
	Cd	EDX	K α	Rh	50 k V	120		大気	有(自動)	有(自動)	4)	2
	Cr	EDX	K α	Rh	30 k V	120		大気	有(自動)	有(自動)	4)	2
	Hg	EDX	L α	Rh	50 k V	60	Pb、Br	大気	有(自動)	有(自動)	4)	2
	Br	EDX	L α	Rh	50 k V	60	Pb、Hg	大気	有(自動)	有(自動)	4)	2
60	Pb	EDX	Pb-L α	Rh	50kV	500	Hg,Br	真空	なし	なし	3)	4
	Cd	EDX	Cd-k α	Rh	50kV	500	-	真空	なし	なし	3)	4
	Cr	EDX	Cr-k α	Rh	15kV	500	-	真空	なし	なし	3)	4
	Hg	EDX	Hg-L α	Rh	50kV	500	Pb,Br	真空	なし	なし	3)	4
	Br	EDX	Br-k α	Rh	50kV	500	Pb,Hg	真空	なし	なし	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	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)
63	Pb	EDX	L α	Rh	50 kV	180	-	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Rh	50 kV	180	-	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Rh	50 kV	180	-	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Rh	50 kV	180	-	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	K α	Rh	50 kV	180	-	大気	1	1	3	4
65	Pb	EDX	La	Rh	50kV	100	Hg、Br	大気	1	1	3	4
	Cd	EDX	Ka	Rh	50kV	100	なし	大気	1	1	3	4
	Cr	EDX	Ka	Rh	15kV	100	なし	大気	1	1	3	4
	Hg	EDX	La	Rh	50kV	100	Pb、Br	大気	1	1	3	4
	Br	EDX	Ka	Rh	50kV	100	Pb、Hg	大気	1	1	3	4
66	Pb	2	L	Be	50kv	90	Hg,Br	大気	1	1	3	4
	Cd	2	K	Be	50kv	100	なし	大気	1	1	3	4
	Cr	2	K	Be	50kv	120	なし	大気	1	1	3	4
	Hg	2	L	Be	50kv	90	Pb,Br	大気	1	1	3	4
	Br	2	K	Be	50kv	90	Pb,Hg	大気	1	1	3	4
68	Pb	2	L α	Rh	50 kV		Hg,Br	大気	-	-	1,2	2
	Cd	2	K α	Rh	50 kV		-	大気	-	-	1,2	2
	Cr	2	K α	Rh	15 kV		Cl	大気	-	-	1,2	2
	Hg	2	L α	Rh	50 kV		Pb,Br	大気	-	-	1,2	2
	Br	2	K β	Rh	50 kV		Pb,Hg	大気	-	-	1,2	2
69	Pb	EDX	L α	Gd	自動(100kv)	180	Hg	真空	1	1	3	4
	Cd	EDX	K α	Gd	自動(100kv)	180	無し	真空	1	1	3	4
	Cr	EDX	K α	Gd	自動(40kv)	180	無し	真空	1	1	3	4
	Hg	EDX	L α	Gd	自動(100kv)	180	Pb	真空	1	1	3	4
	Br	EDX	L α	Gd	自動(100kv)	180	無し	真空	1	1	3	4
71	Pb	EDX	L α	R h	50kV	100	5元素同時	大気			2	2
	Cd	EDX	K α	R h	50kV	100	5元素同時	大気			2	2
	Cr	EDX	K α	R h	50kV	100	5元素同時	大気			1	2
	Hg	EDX	L α	R h	50kV	100	5元素同時	大気			1	2
	Br	EDX	K α	R h	50kV	100	5元素同時	大気			1	2
72	Pb	EDX	Pb-K α	Rh	50	100	Br Hg	常圧大気			1	4
	Cd	EDX	Cd-K α	Rh	50	100		常圧大気			1	4
	Cr	EDX	Cr-K α	Rh	30	100		常圧大気			1	4
	Hg	EDX	Hg-K α	Rh	50	100	Br Pb	常圧大気			1	4
	Br	EDX	Br-K α	Rh	50	100	Br Hg	常圧大気			1	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	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	使用した
											標準物質 材質**	標準物 質厚み (mm)
78	Pb	EDX	L α	S c-W	100K v	100	5 元素同時	真空	あり	あり		
	Cd	EDX	K α	S c-W	100K v	100	5 元素同時	真空	あり	あり		
	Cr	EDX	K α	S c-W	100K v	100	5 元素同時	真空	あり	あり		
	Hg	EDX	L α	S c-W	100K v	100	5 元素同時	真空	あり	あり		
	Br	EDX	K α	S c-W	100K v	100	5 元素同時	真空	あり	あり		
80	Pb	EDX	L α	Rhターゲット	50kV	10	—	大気	—	—	1)	4.05
	Cd	EDX	K α	Rhターゲット	50kV	10	—	大気	—	—	1)	4.05
	Cr	EDX	K α	Rhターゲット	15kV	10	—	大気	—	—	1)	4.05
	Hg	EDX	L α	Rhターゲット	50kV	10	—	大気	—	—	1)	4.05
	Br	EDX	K β	Rhターゲット	50kV	10	—	大気	—	—	1)	4.05
81	Pb	2	L α (10.55keV)	Rh管球	50	59	Hg、Br	真空			1	
	Cd	2	K α (23.11keV)	Rh管球	50	119		真空			1	
	Cr	2	K α (5.41keV)	Rh管球	50	59		真空			1	
	Hg	2	L α (9.99keV)	Rh管球	50	59	Pb、Br	真空			1	
	Br	2	K α (11.91keV)	Rh管球	50	59	Pb、Hg	真空			1	
83	Pb	EDX 2)	L α	Pd	50kv	400	Cd, Cr, Hg, Br	大気	1	1	°リエステル 3	4
	Cd	EDX 2)	K α	Pd	50kv	400	Pb, Cr, Hg, Br	大気	1	1	°リエステル 3	4
	Cr	EDX 2)	K α	Pd	50kv	400	Pb, Cd, Hg, Br	大気	1	1	°リエステル 3	4
	Hg	EDX 2)	L α	Pd	50kv	400	Pb, Cd, Cr, Br	大気	1	1	°リエステル 3	4
	Br	EDX 2)	K α	Pd	50kv	400	Pb, Cd, Cr, Hg	大気	1	1	°リエステル 3	4

第10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： 10 L（低濃度）、	記号： 10 H（高濃度）	計 2 個
蛍光X線分析用試料	記号： 10 LX（低濃度）、	記号： 10 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)。

Cl 及び PBDEs は、10 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碎した後、化学分析方法によって分析し、各成分含有率を求める。試料の破碎方法は、添付資料の「プラスチックディスク試料の破碎方法」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 10H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。材質補正などが無い場合は、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。厚み補正が無い場合は、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-Lβ 線は、多くの樹脂に難燃剤として含まれている Br の Kα 線と Kβ 線の間位置するため、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 Kα 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-Kα 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+Lβ 線のサムピークが Cd-Kα 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-Kα 線のサムピークが Cd-Kα 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-Kα 線を用いる。塩化ビニール試料の場合は、CL-Kα 線のサムピークが Cr-Kα 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-Kβ 線は、多くの樹脂に難燃剤として含まれる Br-Kα 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 → ダウンロードは 2 月 10 日頃から可能となります。

日本分析化学会ホームページ (<http://www.jsac.jp> → 学会の事業 → 技能試験 → 「第 10 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。従来はメールに添付して送付いただきましたが、今回より変更しますのでご注意ください。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、2014 年 5 月 9 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：2014 年 5 月 9 日（金）

中間報告書の発行送付：2014 年 6 月 13 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：2014 年 7 月 18 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、あらかじめご了承下さい。

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/IEC17043 に基づく技能試験報告書
第 10 回プラスチック中有害金属成分分析
最終報告書
2014 年 7 月 18 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
技能試験委員会
電話：03-3490-3351
FAX：03-3490-3572

©2014 社団法人日本分析化学会