

石炭灰認証標準物質の安定性評価結果 (第1回)

2015-6-10

1. 安定性試験の方法

(1) 試料の選択

在庫の標準物質から任意の石炭灰認証標準物質 (JSAC 0521, JSAC 0522) 50 g 瓶入り各1本を選択した。

(2) 分析対象成分

原則として認証値の付与された成分とした。

Si, Al, Ca, Mg, Fe, K, Na, P, Sr, Ti, Zn, B, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb, V, As, Hg, Se, F, T-C, T-S (27成分)及び LOI (強熱減量)

(3) 分析方法

共同実験の際に使用した分析方法と同等であることを前提に、前処理方法、分析方法及び LOI は、JIS M 8815「石炭灰およびコークス灰の分析方法」、JIS M8852「セラミックス用高シリカ質原料の化学分析方法」及び JIS M8853「セラミックス用高アルミナ珪酸質原料の化学分析方法」を参考に、独立した2回の分析を行うものとした。

(4) 分析試験所数

付与値を決めた共同実験時の結果から適切な技能を有すると思われる6試験所に依頼した。

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

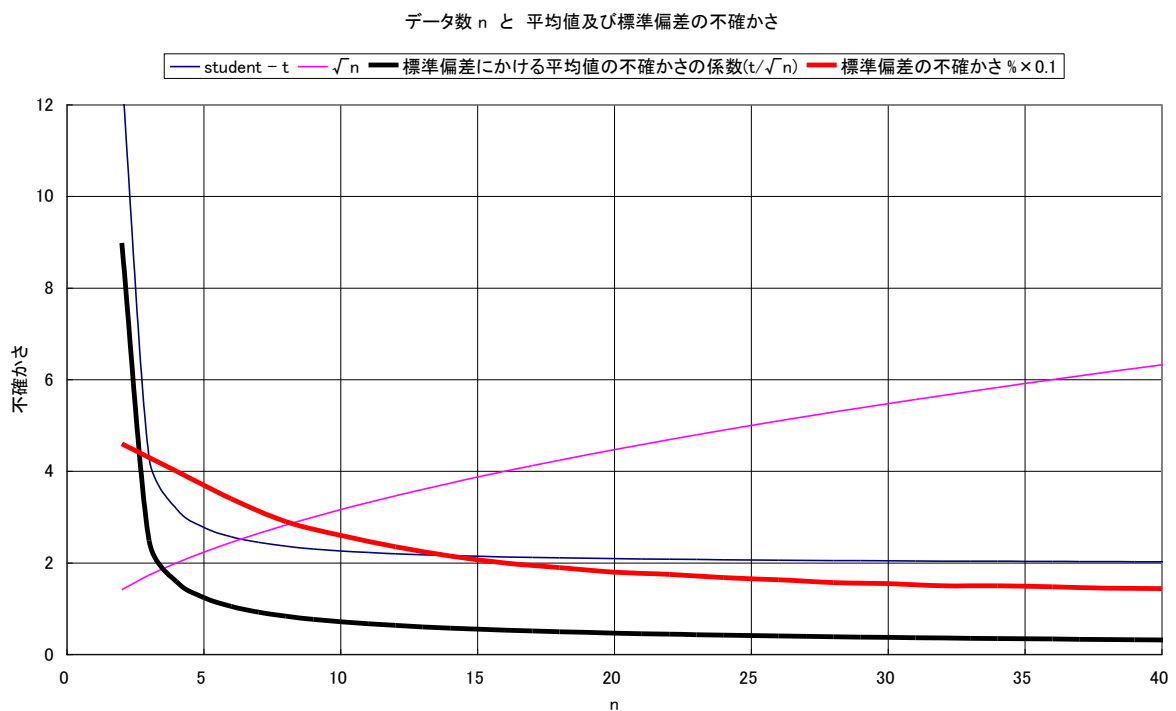


図-1 平均値の不確かさ (黒の太線)

(5). 安定性の評価方法

認証値とその不確かさ及び安定性試験における付与値のその不確かさを使って下記の判定を行う。

En の絶対値 ≤ 1 安定
 En の絶対値 > 1 不安定

但し、

$$En = (x - X) / (U_{95\% x}^2 + U_{95\% X}^2)^{0.5} \dots \dots \dots (B1)$$

ここで

x : 安定性試験付与値

X : 認証値

$U_{95\% x}$: 安定性試験付与値の不確かさ

$U_{95\% X}$: 認証値の不確かさ

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

ここで t : スチューデントの t

SD_R : 所間標準偏差

N : 採用データ数 (試験所数)

2. 分析試料と成分

形状：石炭灰認証標準物質（JSAC 0521, JSAC 0522） 50 g 瓶入り各 1 本。

分析対象：Si, Al, Ca, Mg, Fe, K, Na, P, Sr, Ti, Zn, B, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb, V, As, Hg, Se, F, T-C, T-S (27 成分)及び LOI (強熱減量)

分析成分、濃度(認証値概略) 単位：mg/kg、質量分率 (%) 及び認証時期と経過年数

標準物質名	元素名	濃度	認証共同実験年月/認証年月	経過年数
JSAC 0521	Si	27.16	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Al	13.48	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Ca	1.31	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Mg	0.87	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Fe	3.09	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	K	1.99	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Na	0.48	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	P	0.400	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Sr	0.113	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Ti	0.65	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Zn	137	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	B	148	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Be	3.03	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Cd	(0.46)	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Co	27.8	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Cr	102	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Cu	103	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Mn	315	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Ni	62.8	2008-08 / 2009-01	6
SAC 0521	Pb	54.0	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	V	225	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	As	19.7	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Hg	0.14	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	Se	0.75	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	F	153	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	T-C	12100	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	T-S	660	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0521	LOI	1470	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Si	26.76	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Al	15.20	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Ca	0.93	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Mg	0.36	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Fe	2.92	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	K	0.24	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Na	0.13	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	P	0.146	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Sr	0.122	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Ti	1.03	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Zn	0.0303	2008-08 / 2009-01	6

JSAC 0522	B	85.6	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Be	10.4	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Cd	0.98	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Co	47.4	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Cr	139	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Cu	113	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Mn	240	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Ni	106	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Pb	98.1	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	V	130	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	As	55.2	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Hg	<0.01	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	Se	<0.1	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	F	33	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	T-C	10300	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	T-S	670	2008-08 / 2009-01	6
JSAC 0522	LOI	1.36	2008-08 / 2009-01	6

3. 分析方法

1. (3) の分析方法により、独立した試料採取・分析を2回行い、その平均値を統計処理した。報告数値の桁数は、有効数字5桁目を四捨五入して4桁とした。

4. 参加試験所

・いであ株式会社 環境測定事業部 環境化学部
・株式会社 環境総合テクノス 計測分析所
・株式会社島津テクノリサーチ 試験解析事業部 テクニカルセンター
・東芝環境ソリューション株式会社 分析センター
・中外テクノス株式会社 環境事業本部 本部環境技術センター
・一般社団法人 日本海事検定協会 理化学分析センター 無機チーム

* 1. 参加試験所番号は認証時、共同実験で任意に用いた番号を使用しております。

* 2. 上記試験所の順番と試験所番号は関係がありません。

5. 結果

共同実験の年月：2008年5月～12月

認証年月日：2009年1月13日

ミニ共同実験月：2015年1月～3月

共同実験からの経過年数：6年

表-1に各試験所の測定値を示す。

表-2にEn数を含めた統計指標を示す。

図-1に認証値とその統計指標とともに各試験所の測定値を示す。

6. 評価

・全ての元素でEn絶対値 < 1であり、JSAC 石炭灰認証標準物質は6年間、付与値の不確かさの範囲内で安定であったといえる。

・JSAC 0521-LOI について、En絶対値が1に近いので今後、注視する必要がある。

・JSAC 0521-Co, JSAC 0522-Co について、不確かさの範囲内であるが、低めに出ているので今後、注視する必要がある。

以上

表 1 各試験所報告値

分析所番号	4	8	9	10	12	18
JSAC 0521-Si	27.3	27.0	28.1	27.3	27.0	27.2
z-score	0.410	-1.366	6.147	0.034	-1.673	-0.034
			#			
JSAC 0521-Al	13.33	13.44	13.56	13.65	13.55	13.52
z-score	-2.766	-1.332	0.307	1.605	0.239	-0.239
JSAC 0521-Ca	1.288	1.309	1.312	1.268	1.328	1.322
z-score	-1.156	-0.077	0.077	-2.184	0.918	0.591
JSAC 0521-Mg	0.865	0.891	0.908	0.870	0.857	0.877
z-score	-0.534	1.104	2.181	-0.241	-1.020	0.241
JSAC 0521-Fe	3.1	3.1	3.2	3.0	3.1	3.0
z-score	-0.082	0.375	5.119	-2.885	0.082	-1.369
JSAC 0521-K	2.07	2.01	1.70	2.05	1.99	2.03
z-score	1.283	-0.262	-8.298	0.747	-0.877	0.262
			#			
JSAC 0521-Na	0.48	0.48	0.38	0.46	0.49	0.47
z-score	0.599	0.560	-7.138	-0.826	0.966	-0.560
			#			
JSAC 0521-P	0.40		0.41	0.40	0.40	0.40
z-score	0.000	-93.877	2.815	-0.387	0.962	-0.622
		#				
JSAC 0521-Sr	0.12	0.11	0.12	0.11	0.12	0.11
z-score	0.394	-1.246	0.237	-0.237	1.404	-5.601
						#

分析所番号	4	8	9	10	12	18
JSAC 0521-Ti	0.6	0.6	0.7	0.6	0.7	0.7
z-score	-0.387	-0.813	0.728	-1.221	0.387	1.057
JSAC 0521-Zn	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
z-score	0.584	0.295	-0.295	-1.709	1.256	-1.018
JSAC 0521-B	151.70	153.80	205.70	134.70	152.70	152.30
z-score	-0.644	1.047	42.845	-14.335	0.161	-0.161
			#	#		
JSAC 0521-Be	3.14	3.44	2.99	3.02	3.24	3.31
z-score	-0.287	1.420	-1.155	-0.955	0.287	0.652
JSAC 0521-Cd	0.50	0.43	0.46	0.56	0.50	0.42
z-score	0.468	-1.047	-0.426	1.590	0.426	-1.164
JSAC 0521-Co	25.47	23.16	24.68	21.28	28.10	21.51
z-score	0.623	-0.306	0.306	-1.066	1.683	-0.972
JSAC 0521-Cr	99.175	100.165	104.400	70.050	107.850	105.050
z-score	-0.767	-0.523	0.523	-7.956	1.374	0.683
				#		
JSAC 0521-Cu	105.4	102.7	106.2	86.8	107.5	101.0
z-score	0.408	-0.408	0.630	-5.108	1.015	-0.897
				#		
JSAC 0521-Mn	309.15	331.50	314.40	292.20	312.00	322.45
z-score	-0.517	2.334	0.153	-2.679	-0.153	1.180

分析所番号	4	8	9	10	12	18
JSAC 0521-Ni	64.0	63.1	61.6	58.5	61.0	63.9
z-score	0.872	0.406	-0.406	-2.024	-0.700	0.827
JSAC 0521-Pb	50.38	52.53	52.02	51.14	55.69	52.54
z-score	-2.164	0.291	-0.291	-1.302	3.900	0.303
					#	
JSAC 0521-V	233.7	227.6	228.6	207.7	228.4	229.6
z-score	4.526	-0.783	0.087	-18.146	-0.087	0.957
	#			#		
JSAC 0521-As	19.58	19.41	19.79	15.83	19.78	22.60
z-score	-0.411	-1.073	0.451	-15.456	0.411	11.725
				#		#
JSAC 0521-Hg	0.145	0.115	0.141	0.150	0.144	0.136
z-score	0.427	-5.171	-0.285	1.415	0.285	-1.182
		#				
JSAC 0521-Se		0.845	0.790	0.526	0.817	0.792
z-score	-40.215	2.695	-0.069	-13.513	1.280	0.000
	#			#		
JSAC 0521-F			155.235	148.700		155.450
z-score	-62.047	-62.047	0.000	-2.612	-62.047	0.086
	#	#			#	
JSAC 0521-T-C		11875.0	12265.0	12300.0		12029.0
z-score	-57.850	-1.295	0.562	0.729	-57.850	-0.562
	#				#	
JSAC 0521-T-S	655.2		741.6	686.2		756.1
z-score	-1.186	-14.422	0.560	-0.560	-14.422	0.853
		#			#	

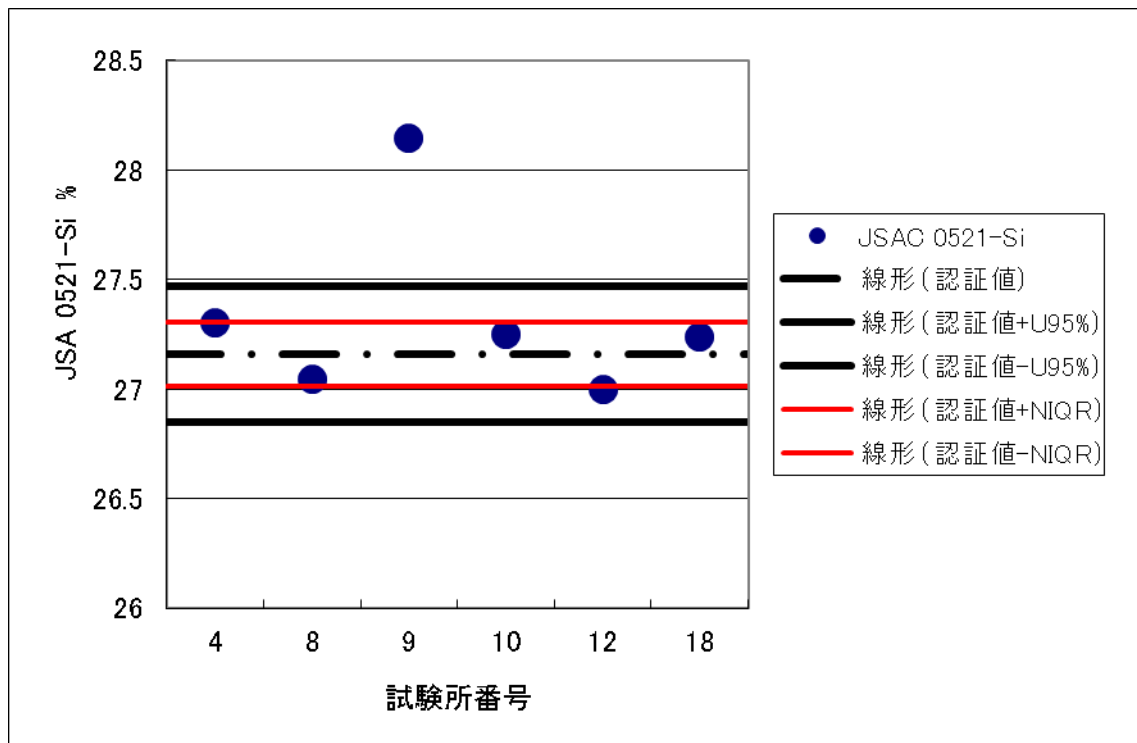
分析所番号	4	8	9	10	12	18
JSAC 0521-LOI	1.60	1.55	1.60	1.49	1.48	1.55
z-score	0.840	-0.028	0.765	-1.015	-1.184	0.028
JSAC 0522-Si	27.440	27.590	29.605	27.495	27.425	27.610
z-score	-0.914	0.424	18.395	-0.424	-1.048	0.602
			#			
JSAC 0522-Al	15.060	15.500	15.325	15.285	14.825	15.345
z-score	-1.477	1.176	0.121	-0.121	-2.894	0.241
JSAC 0522-Ca	0.930	0.944	0.945	0.900	0.941	0.927
z-score	-0.477	0.728	0.804	-3.052	0.477	-0.753
				#		
JSAC 0522-Mg	0.367	0.352	0.379	0.360	0.368	0.363
z-score	0.335	-2.514	2.764	-1.034	0.541	-0.335
JSAC 0522-Fe	2.90	2.93	3.07	2.82	2.91	2.89
z-score	-0.021	1.053	7.030	-3.547	0.021	-0.731
			#	#		
JSAC 0522-K	0.249	0.241	0.204	0.233	0.261	0.242
z-score	0.812	-0.055	-4.370	-0.950	2.204	0.055
			#			
JSAC 0522-Na	0.129	0.138	0.103	0.138	0.124	0.132
z-score	-0.188	0.947	-3.417	0.904	-0.769	0.188
			#			
JSAC 0522-P	0.145		0.160	0.141	0.149	0.143
z-score	0.000	-35.638	3.679	-1.116	0.858	-0.491
		#	#			

分析所番号	4	8	9	10	12	18
JSAC 0522-Sr	0.122	0.119	0.125	0.121	0.120	0.118
z-score	0.753	-0.961	1.841	0.127	-0.127	-1.170
JSAC 0522-Ti	1.023	1.048	1.075	0.987	1.048	1.047
z-score	-1.769	0.018	1.948	-4.320	0.018	-0.018
				#		
JSAC 0522-Zn	0.0290	0.0328	0.0289	0.0304	0.0336	0.0309
z-score	-0.743	0.972	-0.791	-0.124	1.306	0.124
JSAC 0522-B	87.3	91.5	107.5	75.4	83.3	86.8
z-score	0.049	0.950	4.384	-2.513	-0.816	-0.049
			#			
JSAC 0522-Be	10.7	11.2	9.3	10.7	11.1	11.6
z-score	-0.601	0.796	-4.536	-0.601	0.601	2.053
			#			
JSAC 0522-Cd	1.041	1.081	0.981	1.316	1.076	1.052
z-score	-0.880	0.619	-3.099	9.444	0.449	-0.449
			#	#		
JSAC 0522-Co	44.9	42.8	41.6	38.7	56.0	37.5
z-score	0.735	0.168	-0.168	-0.952	3.717	-1.265
					#	
JSAC 0522-Cr	139.4	140.2	134.1	103.3	139.3	139.9
z-score	0.002	0.265	-1.641	-11.174	-0.002	0.157
				#		
JSAC 0522-Cu	117.5	113.5	116.0	99.3	118.7	107.8
z-score	0.468	-0.211	0.211	-2.656	0.674	-1.190

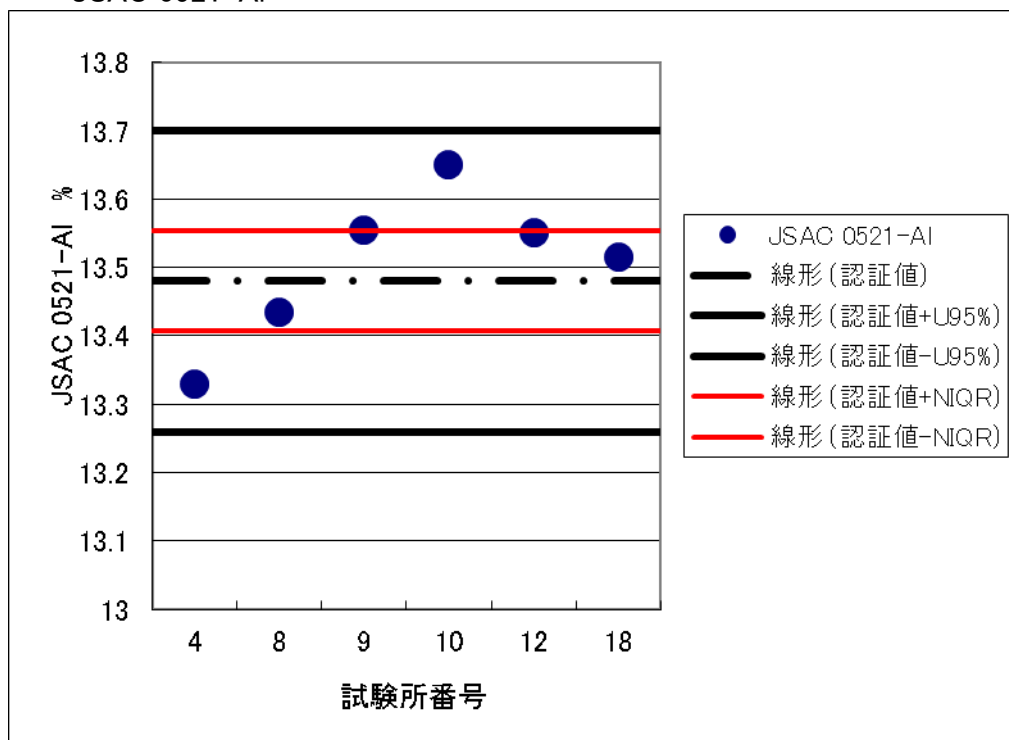
分析所番号	4	8	9	10	12	18
JSAC 0522-Mn	232.2	242.8	234.2	220.4	241.6	233.6
z-score	-0.316	1.674	0.052	-2.552	1.448	-0.052
JSAC 0522-Ni	107.5	106.0	103.8	102.3	105.3	103.0
z-score	1.557	0.750	-0.395	-1.163	0.395	-0.785
JSAC 0522-Pb	96.6	92.1	99.1	94.7	98.4	99.7
z-score	-0.330	-1.946	0.578	-1.001	0.330	0.792
JSAC 0522-V	134.4	135.8	132.0	118.1	127.9	134.7
z-score	0.291	0.612	-0.291	-3.583	-1.254	0.351
				#		
JSAC 0522-As	52.1	58.0	55.8	46.1	56.5	60.9
z-score	-1.199	0.530	-0.104	-2.979	0.104	1.399
JSAC 0522-Hg			0.002		0.007	0.002
z-score	-1.040	-1.040	0.000	-1.040	2.653	-0.045
JSAC 0522-Se			0.051			0.087
z-score	-5.161	-5.161	-1.349	-5.161	-5.161	1.349
	#	#		#	#	
JSAC 0522-F			34.0			39.7
z-score	-17.314	-17.314	-1.349	-17.314	-17.314	1.349
	#	#		#	#	
JSAC 0522-T-C		10120.0	10390.0	11050.0		10173.0
z-score	-35.091	-0.551	0.370	2.623	-35.091	-0.370
	#				#	

分析所番号	4	8	9	10	12	18
JSAC 0522-T-S	693.5		747.5	703.9		796.5
z-score	-0.743	-16.744	0.503	-0.503	-16.744	1.635
		#			#	
JSAC 0522-LOI	1.360	1.349	1.378	1.343	1.324	1.350
z-score	1.102	-0.076	2.863	-0.646	-2.518	0.076

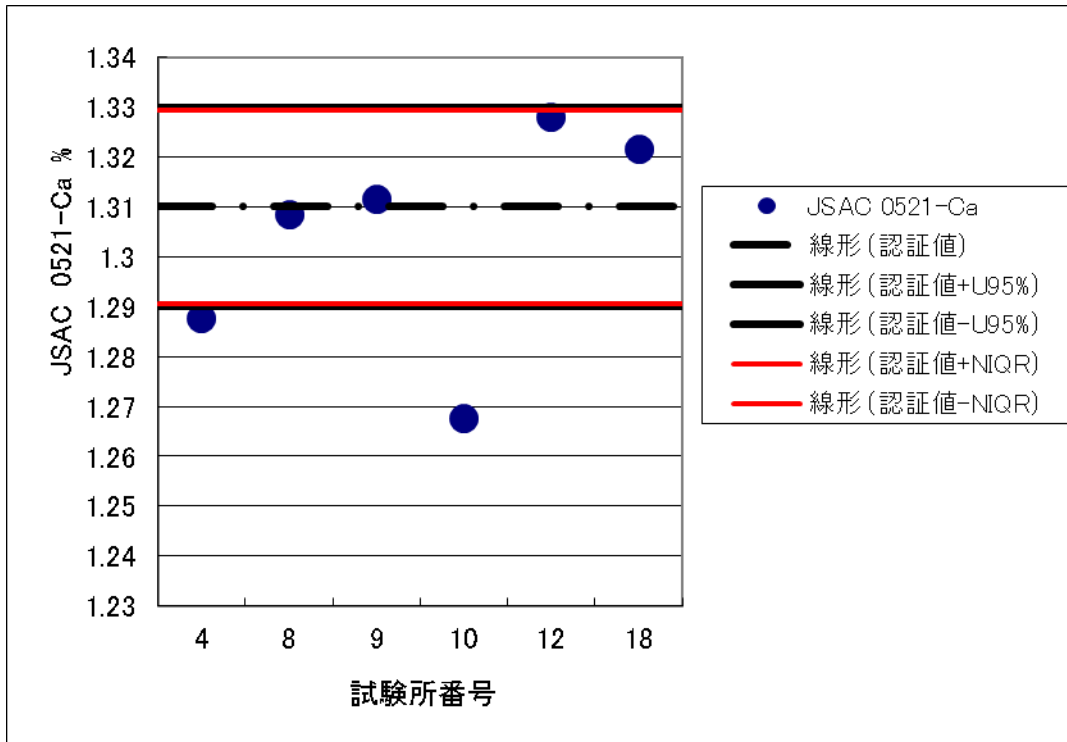
図1 石炭灰認証標準物質安定性試験結果：認証値と安定性試験の値
JSAC 0521-Si



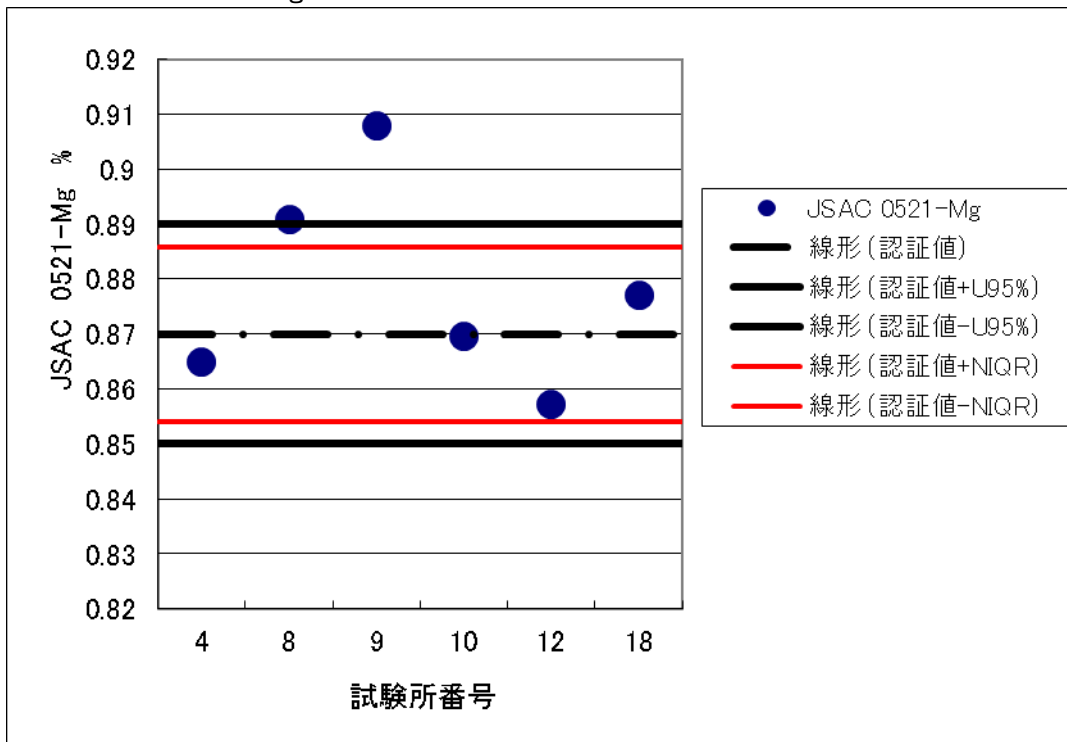
JSAC 0521-AI



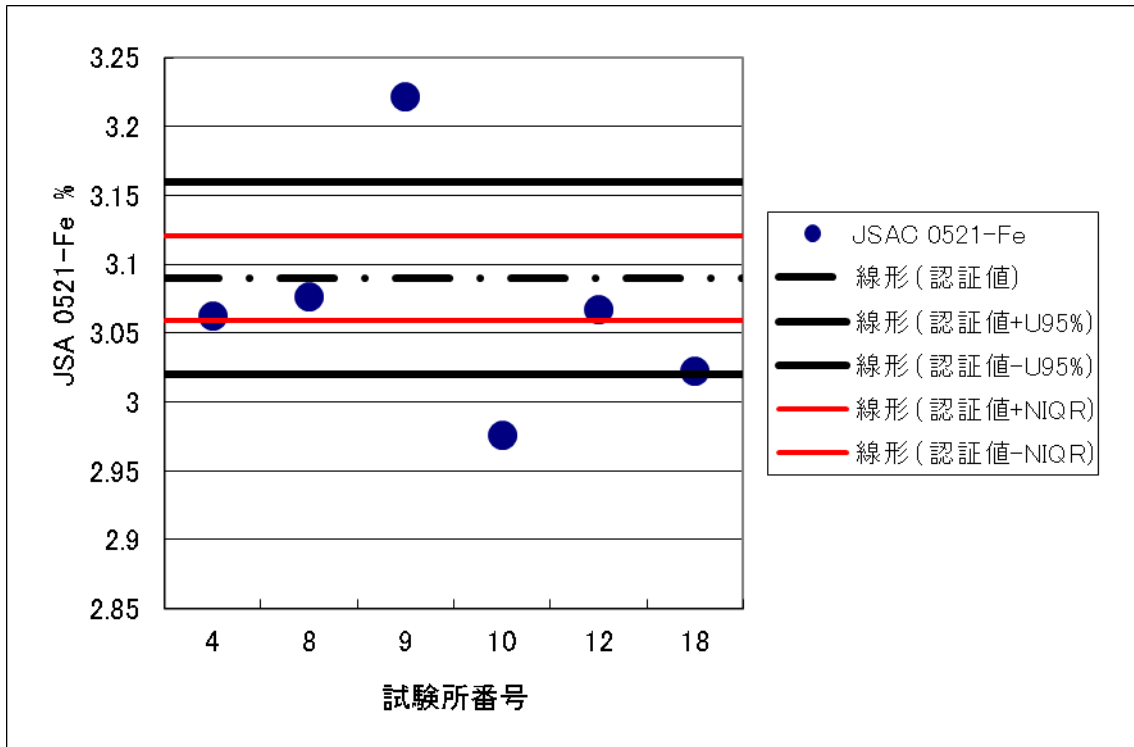
JSAC 0521-Ca



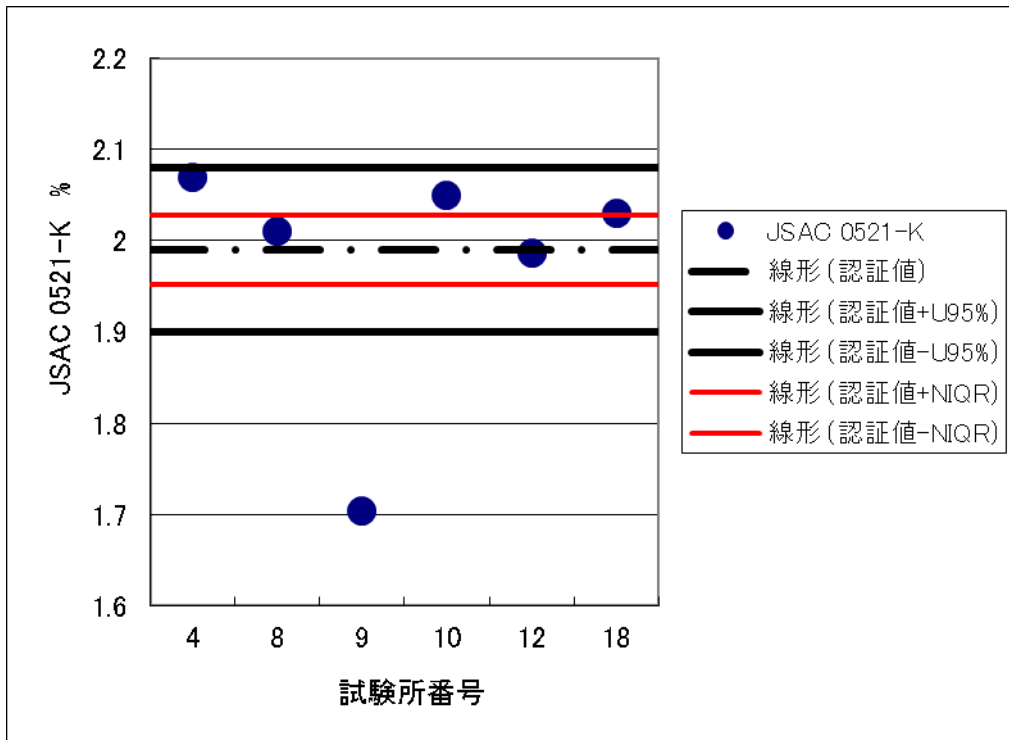
JSAC 0521-Mg



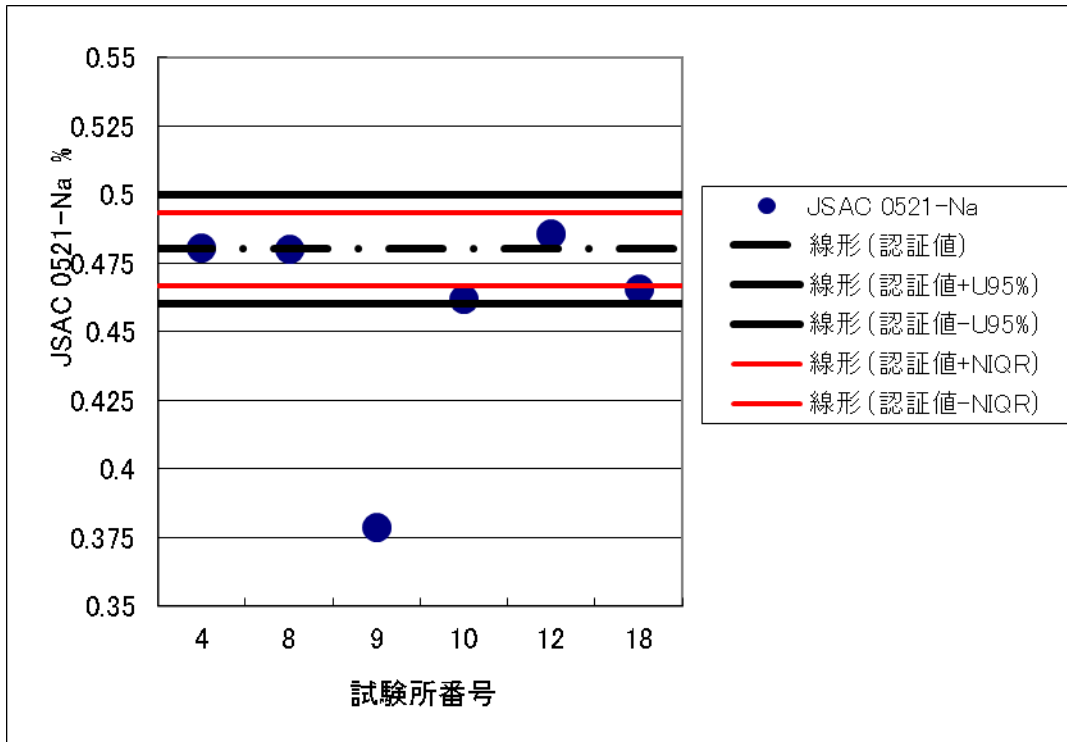
JSAC 0521-Fe



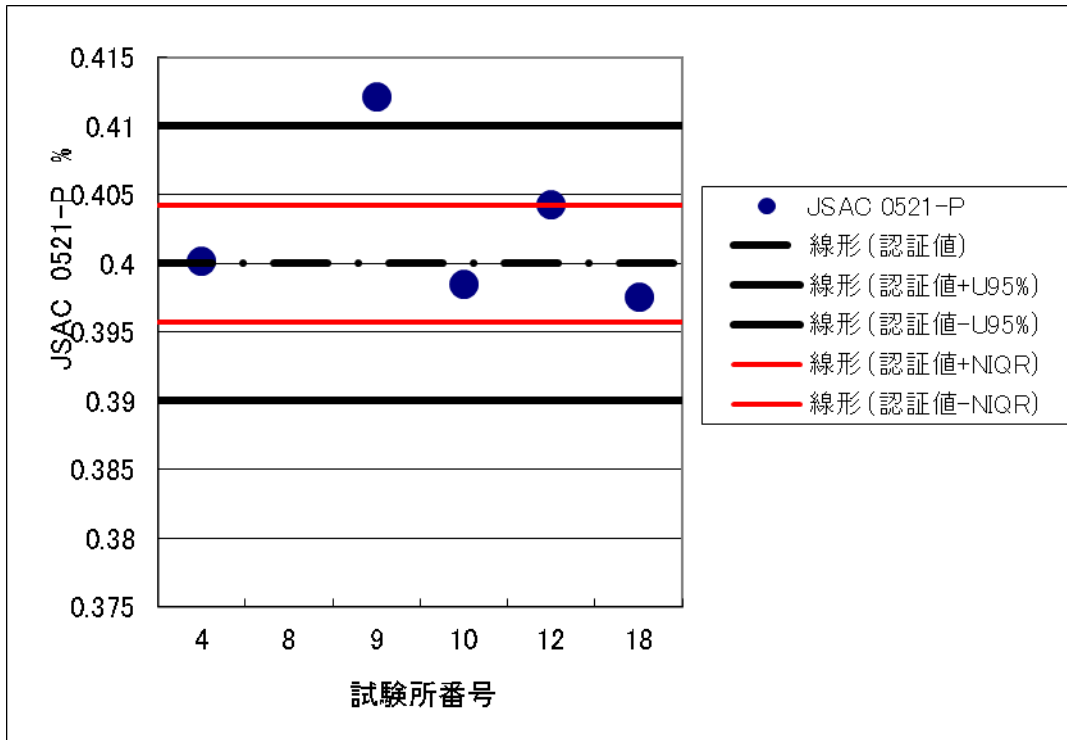
JSAC 0521-K



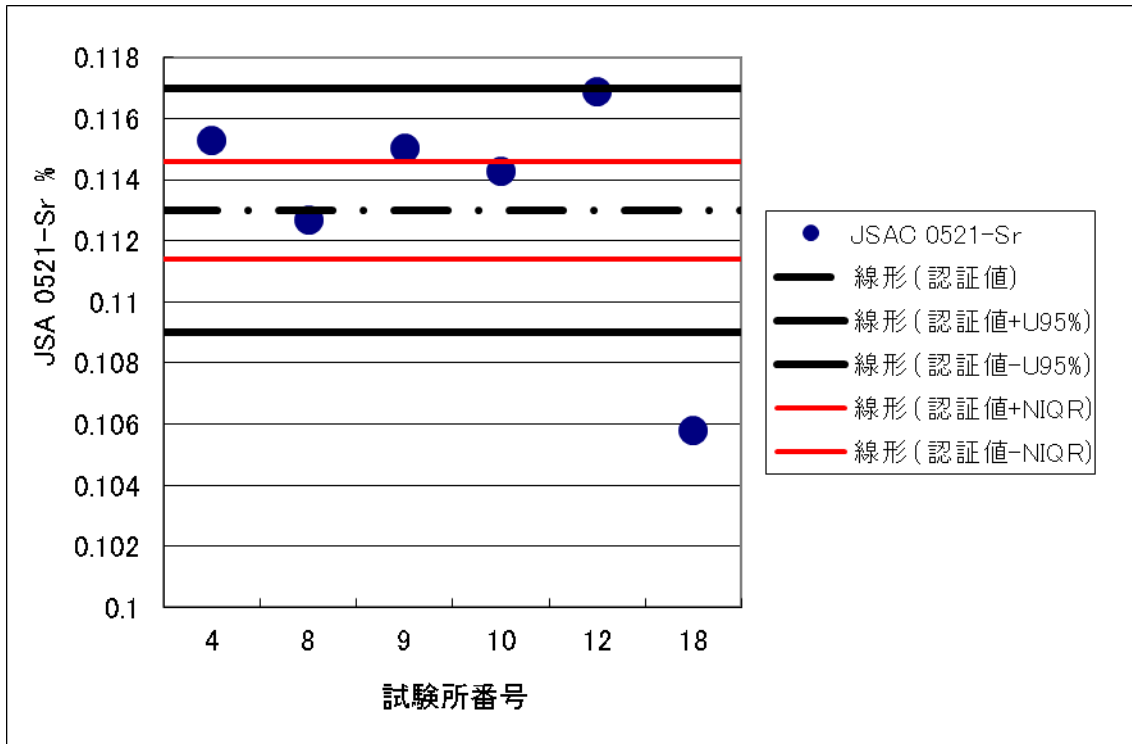
JSAC 0521-Na



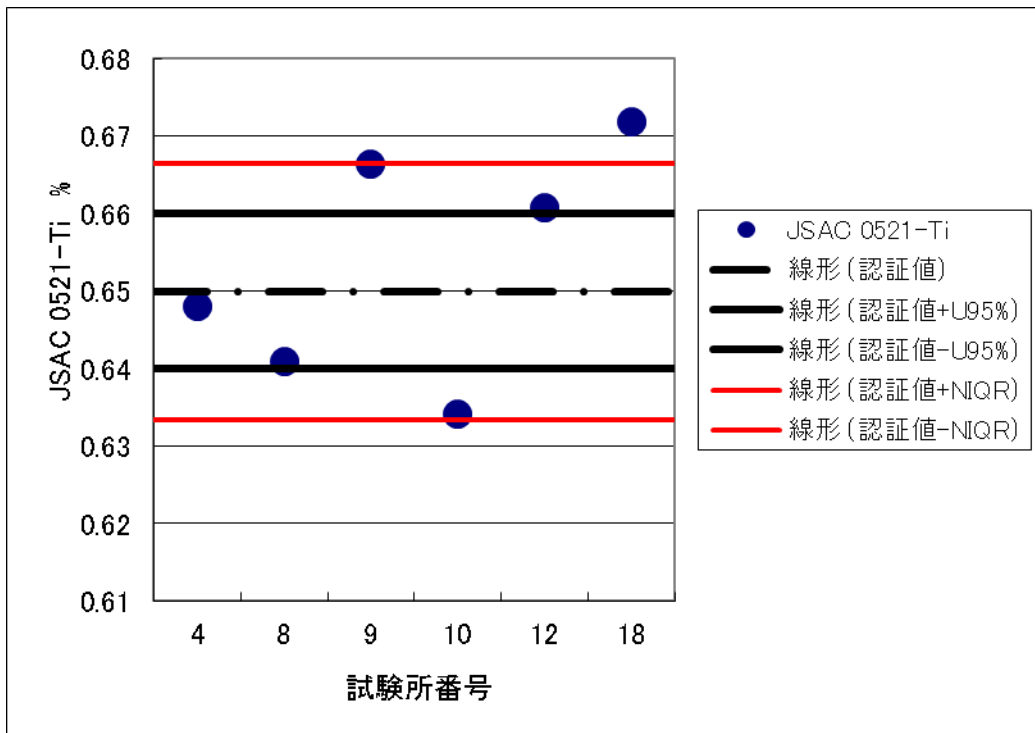
JSAC 0521-P



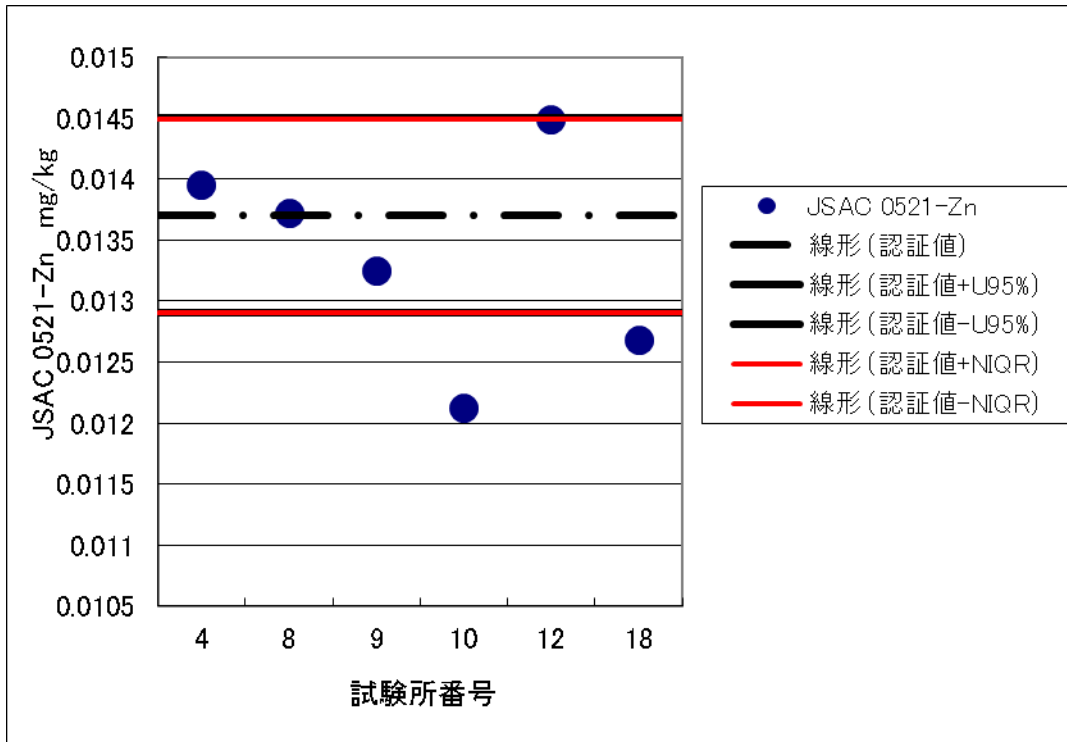
JSAC 0521-Sr



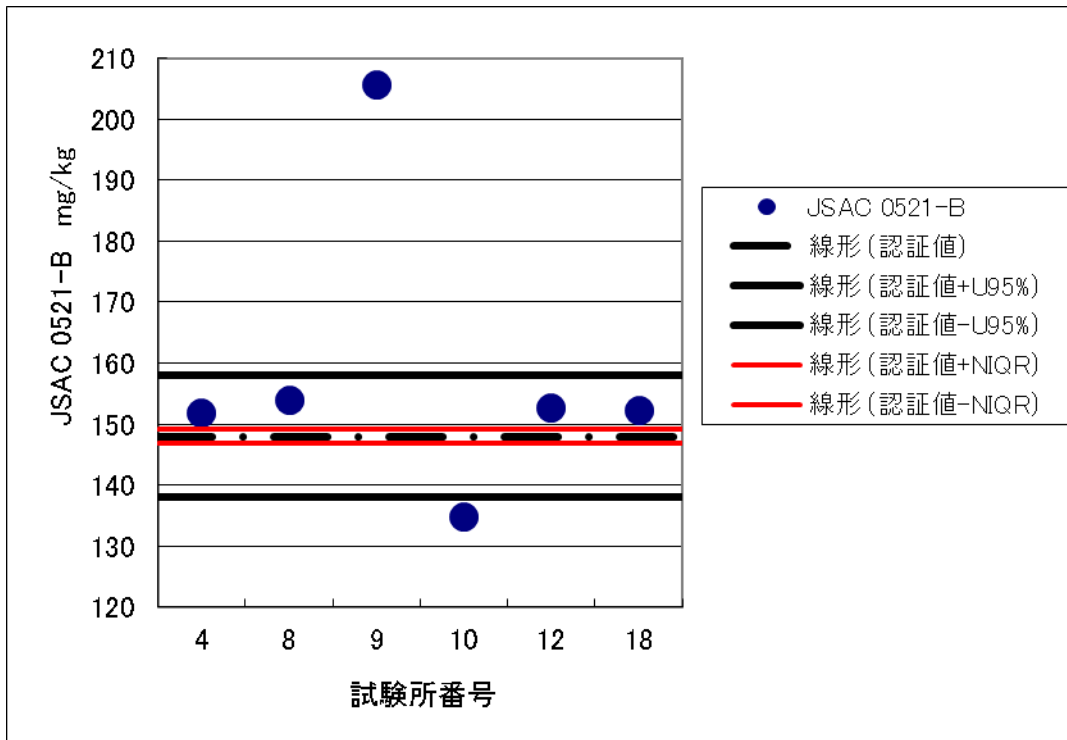
JSAC 0521-Ti



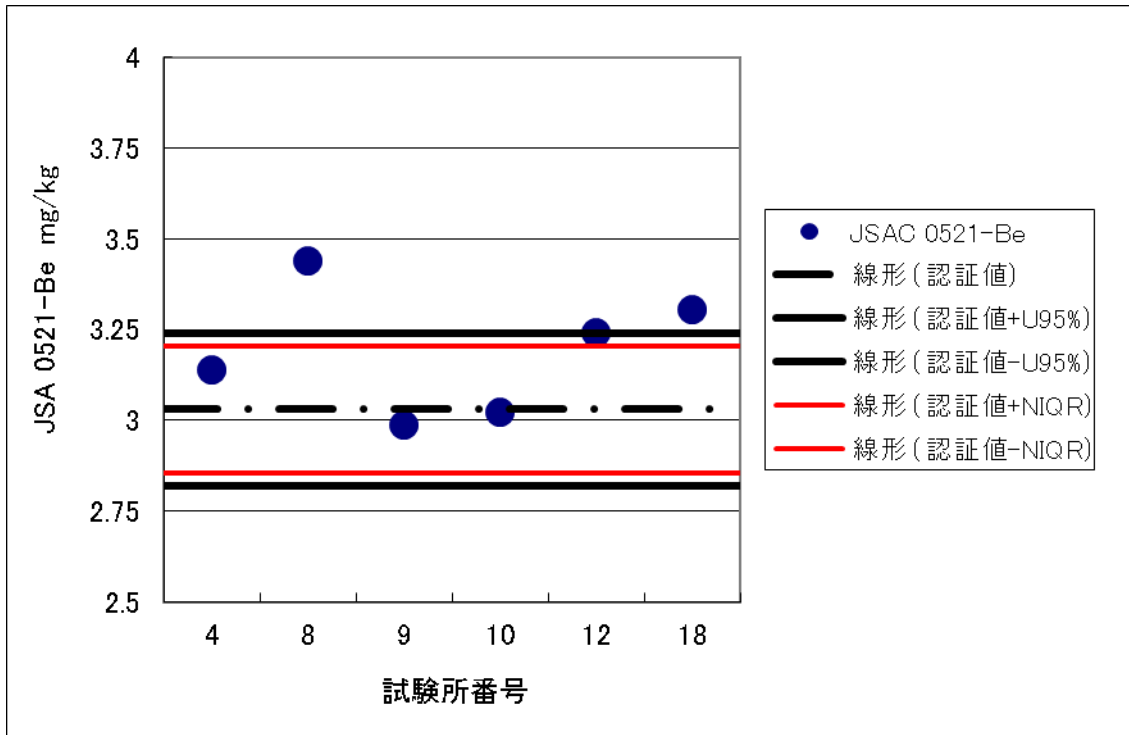
JSAC 0521-Zn



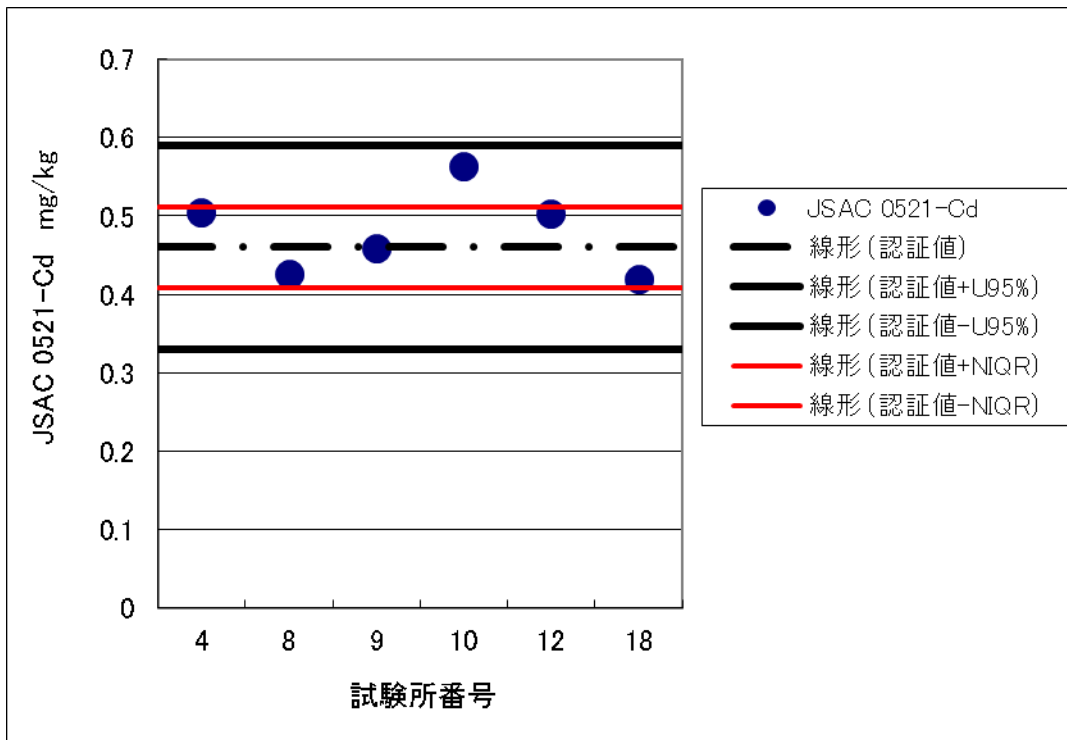
JSAC 0521-B



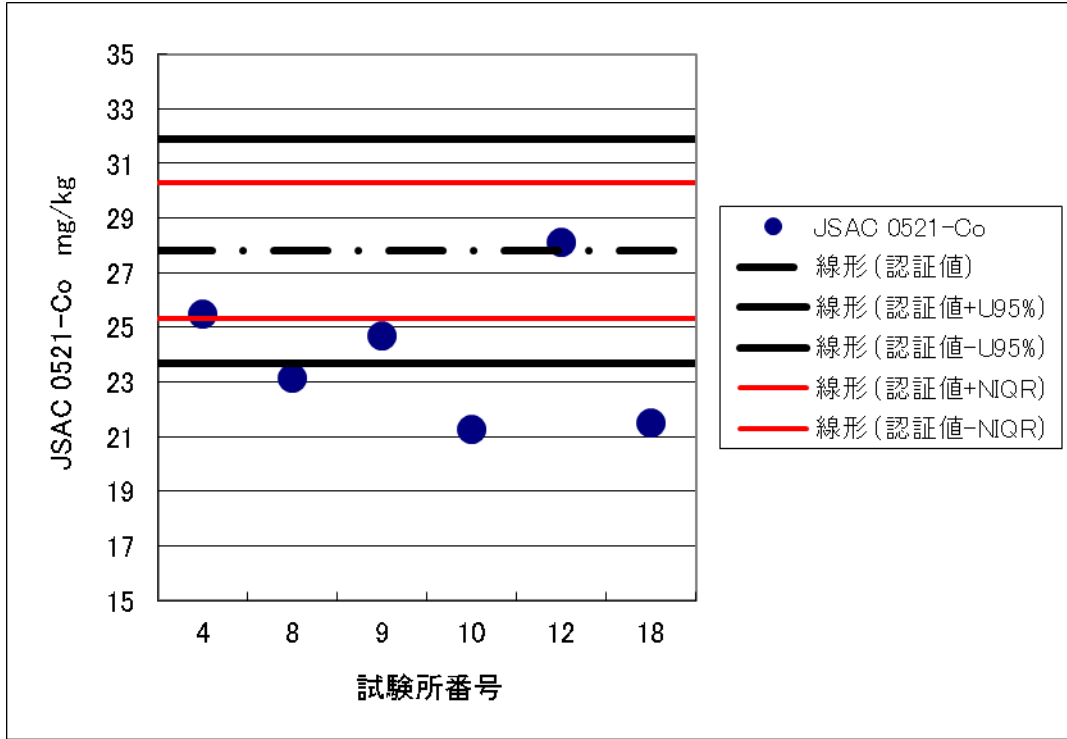
JSAC 0521-Be



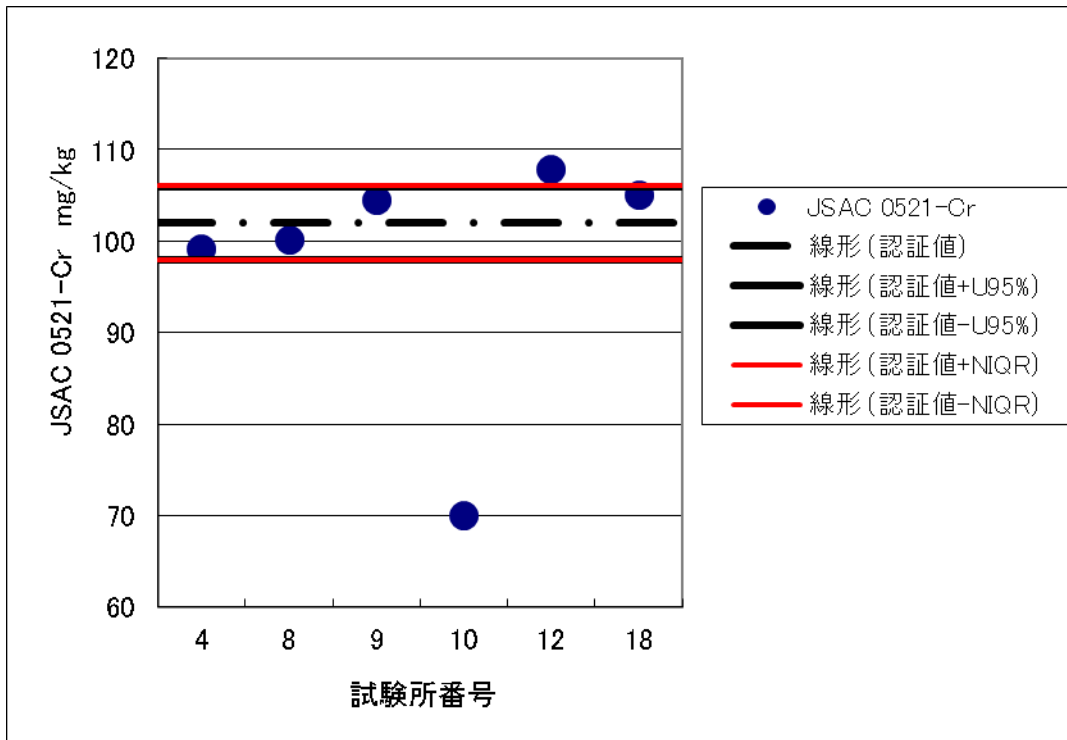
JSAC 0521-Cd



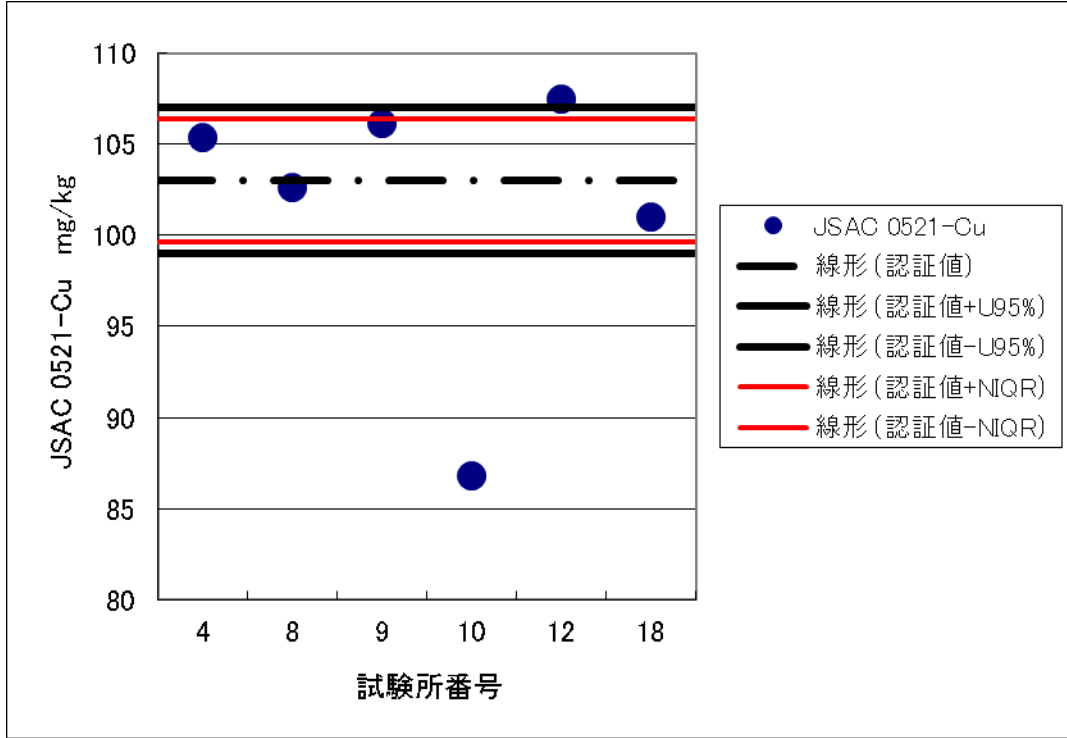
JSAC 0521-Co



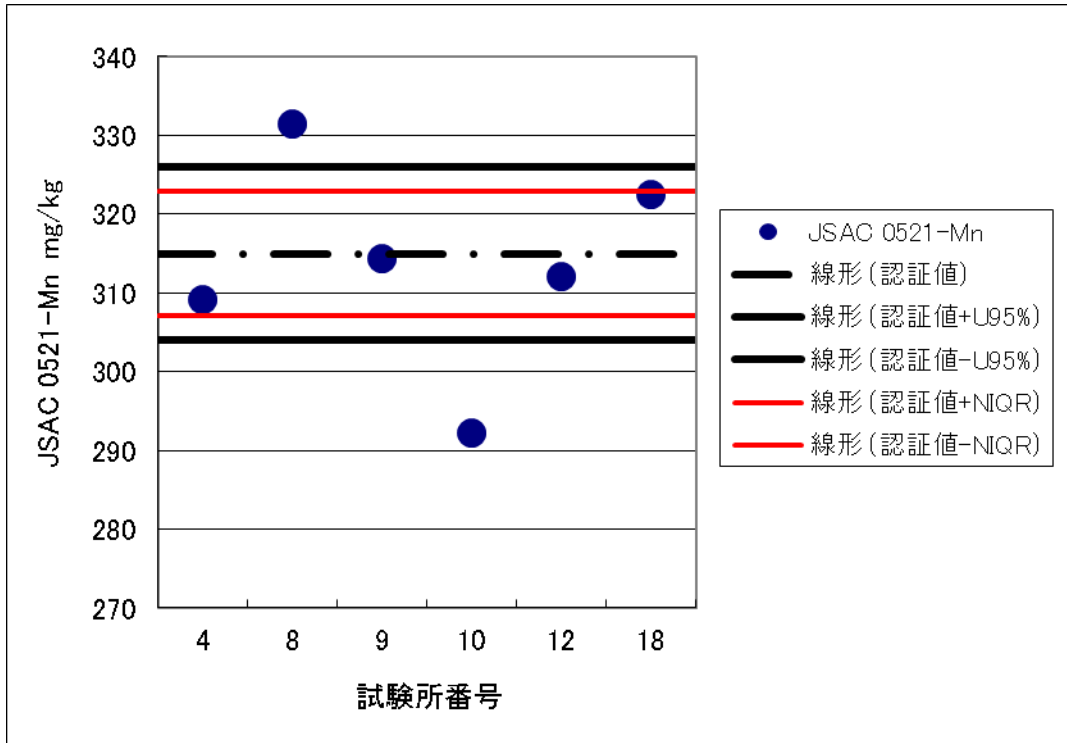
JSAC 0521-Cr



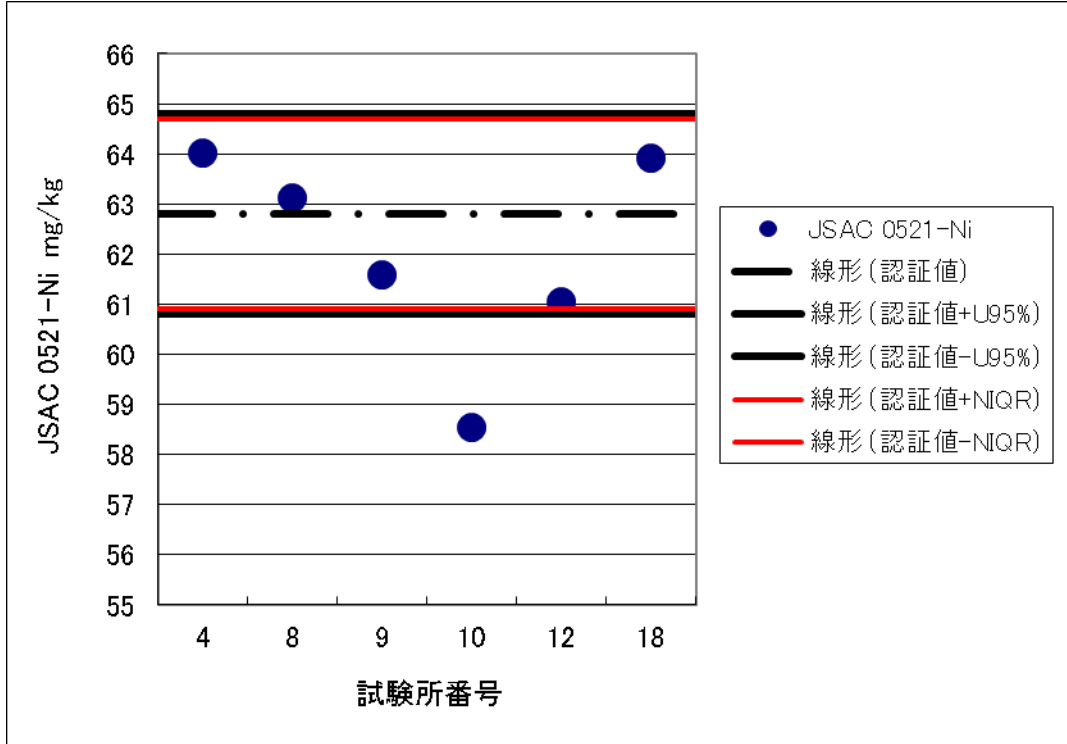
JSAC 0521-Cu



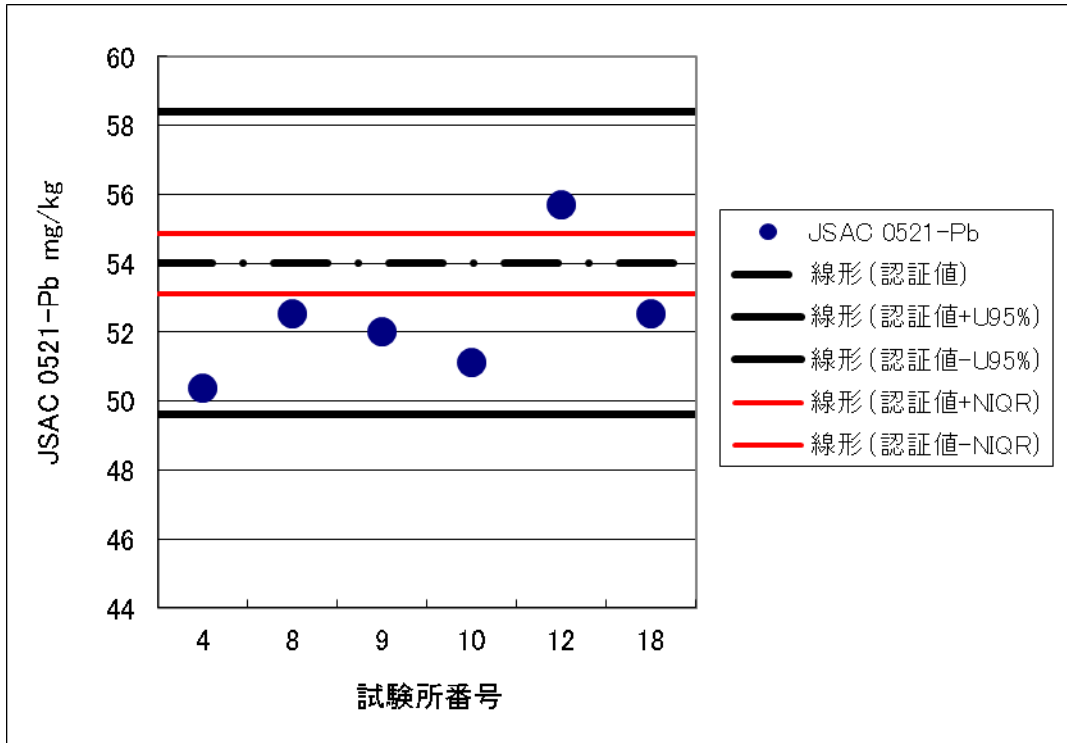
JSAC 0521-Mn



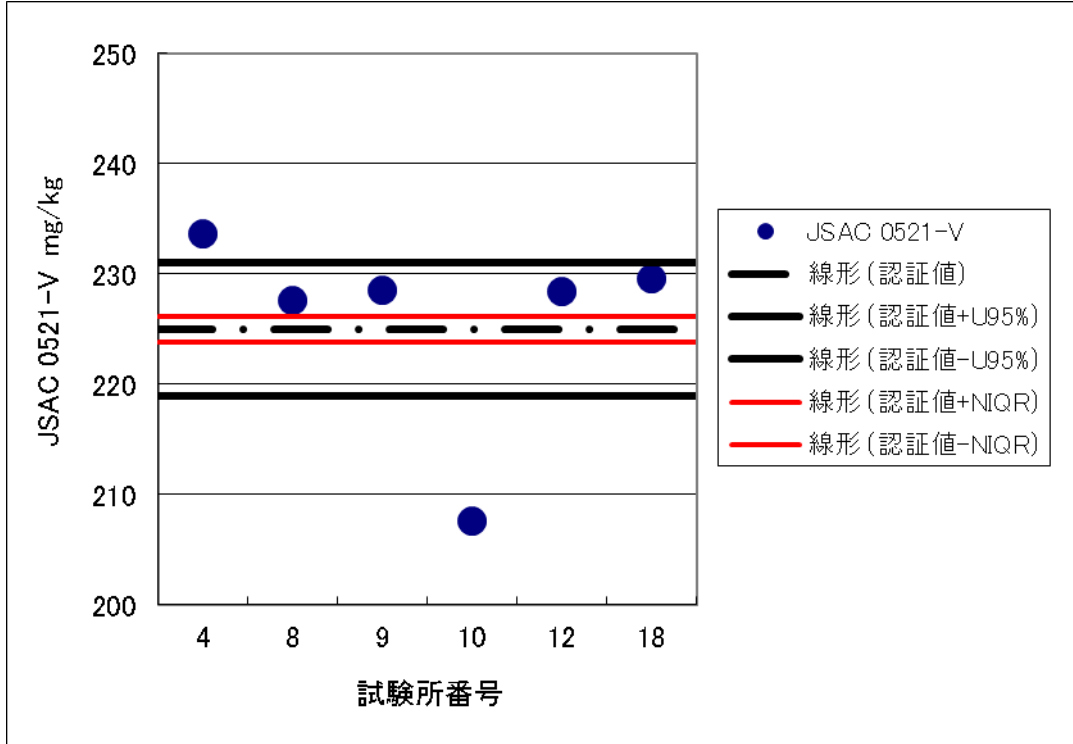
JSAC 0521-Ni



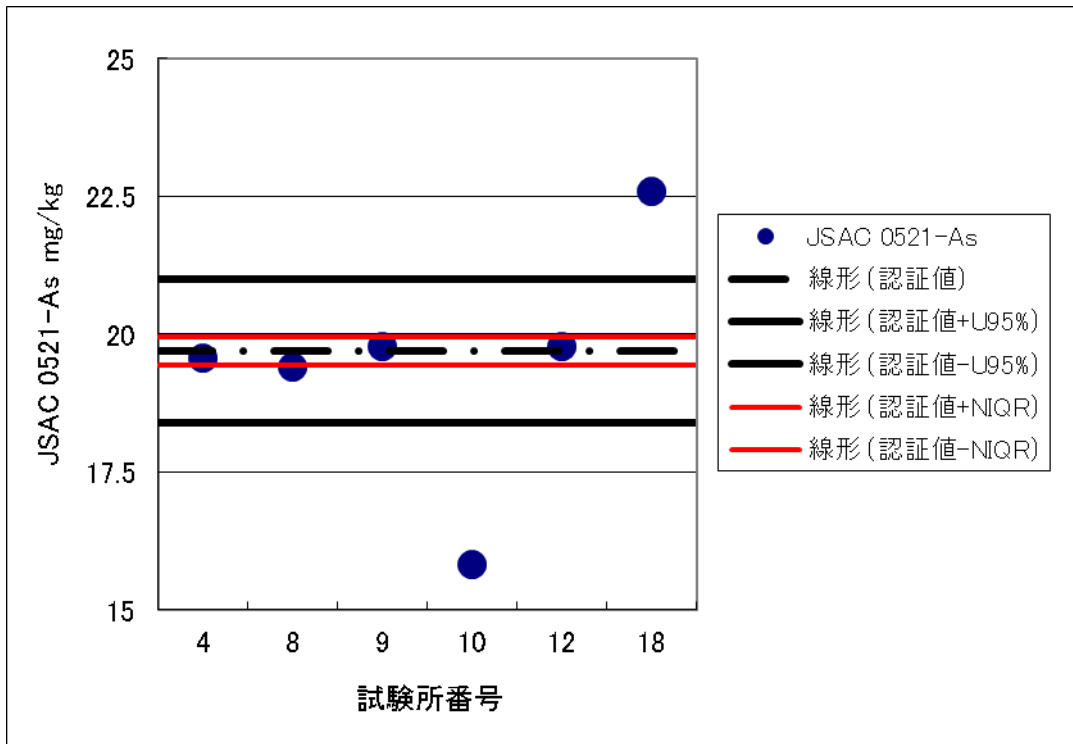
JSAC 0521-Pb



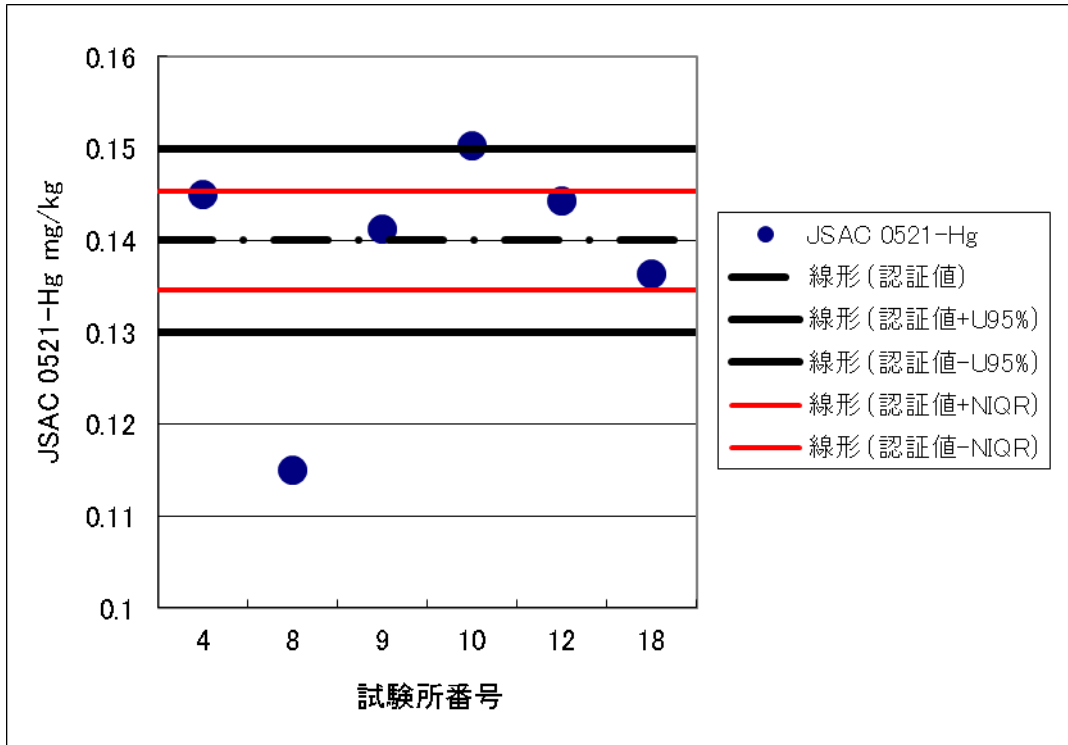
JSAC 0521-V



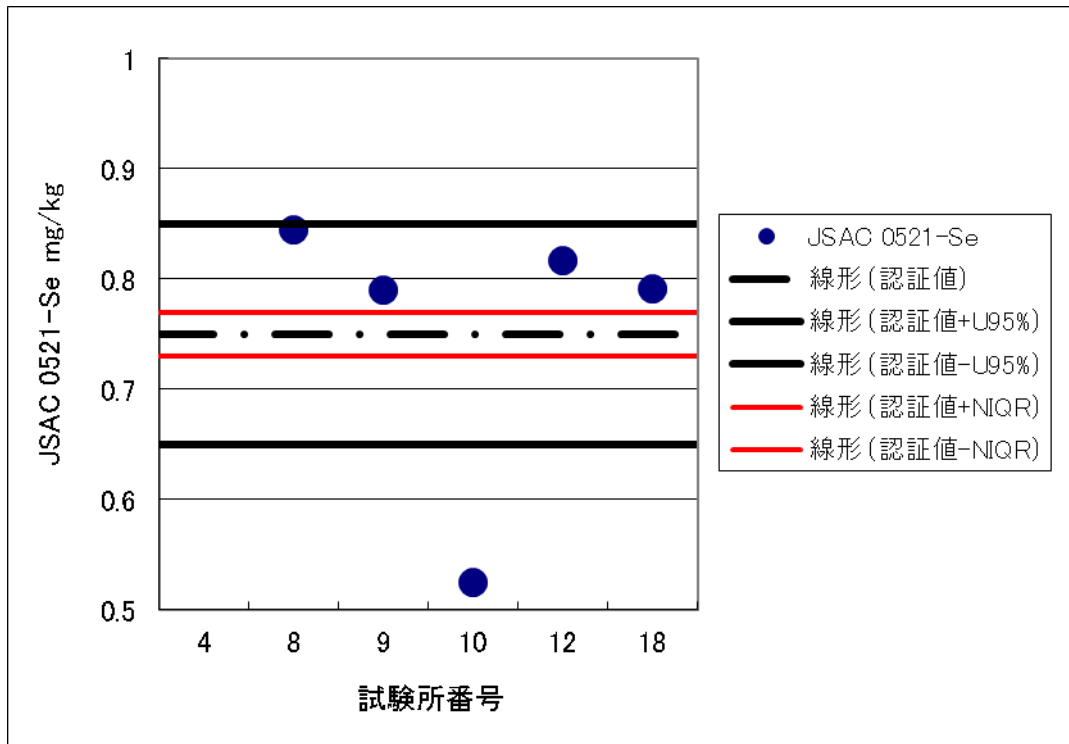
JSAC 0521-As



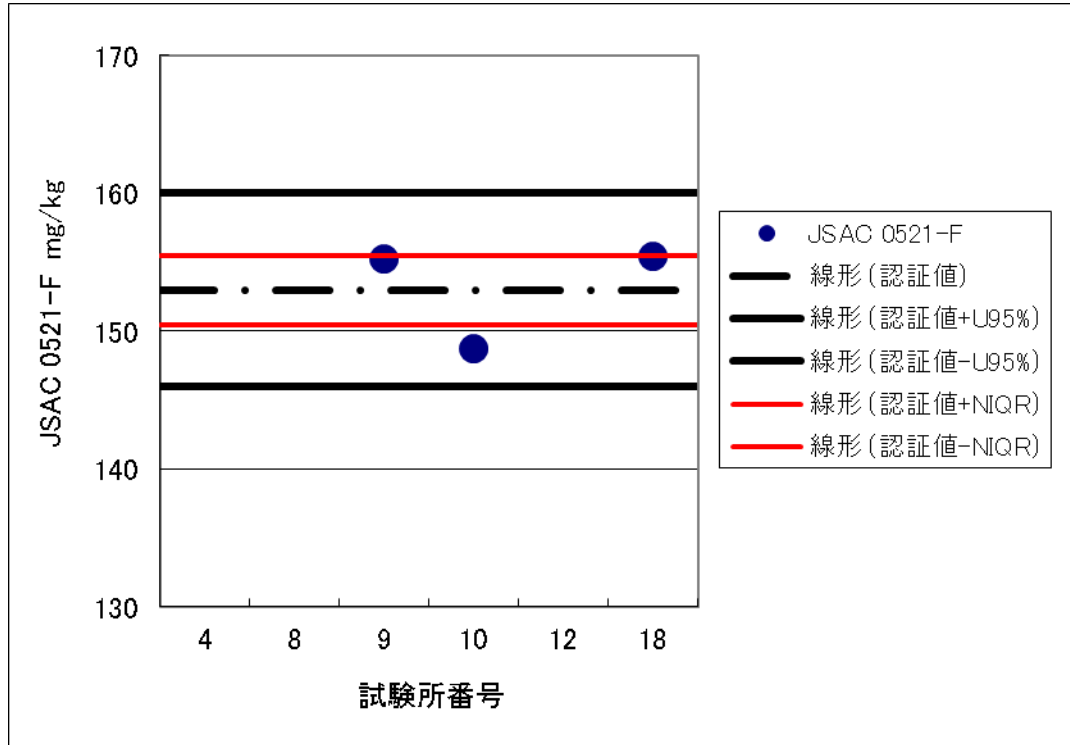
JSAC 0521-Hg



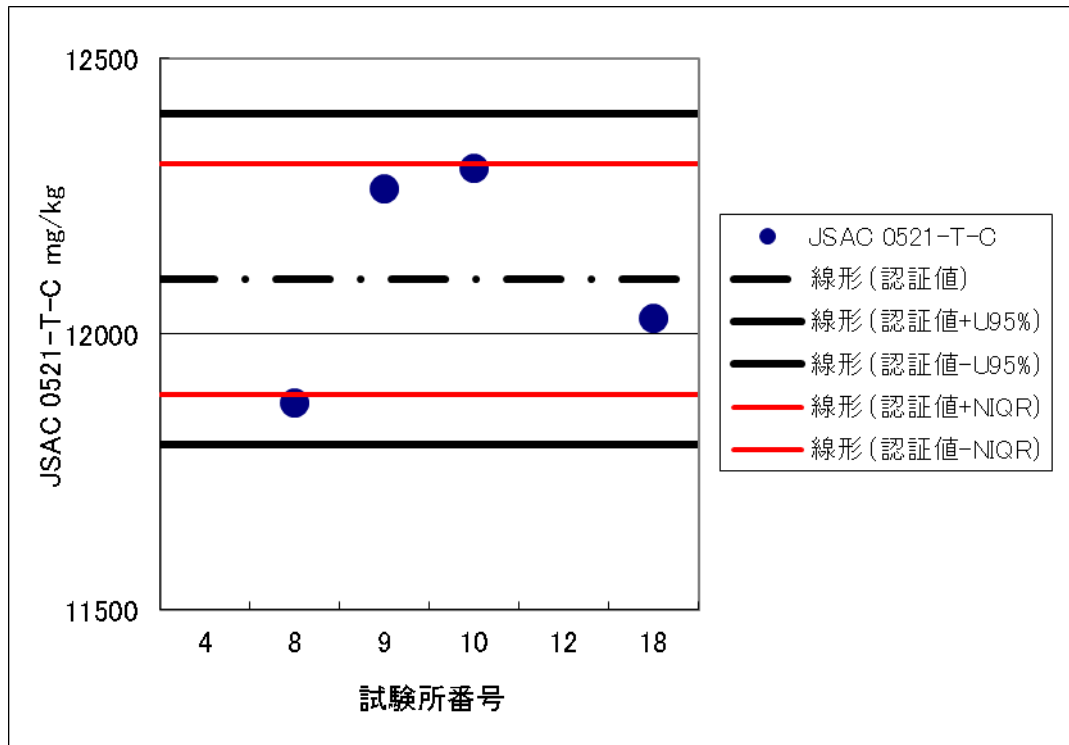
JSAC 0521-Se



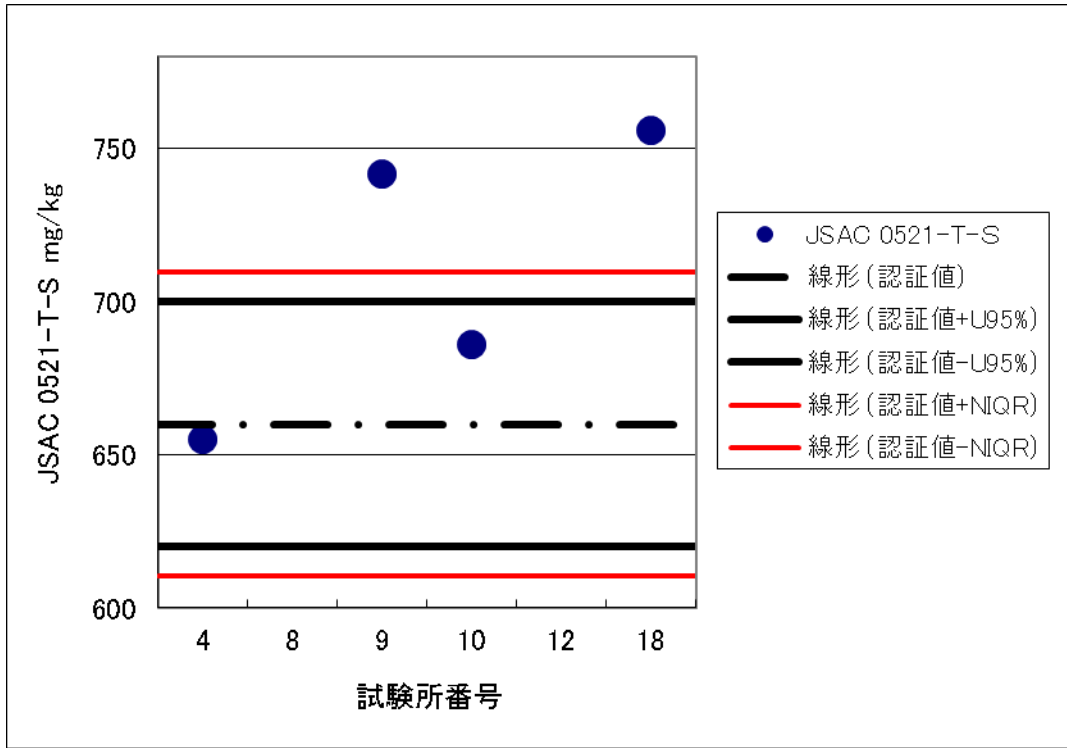
JSAC 0521-F



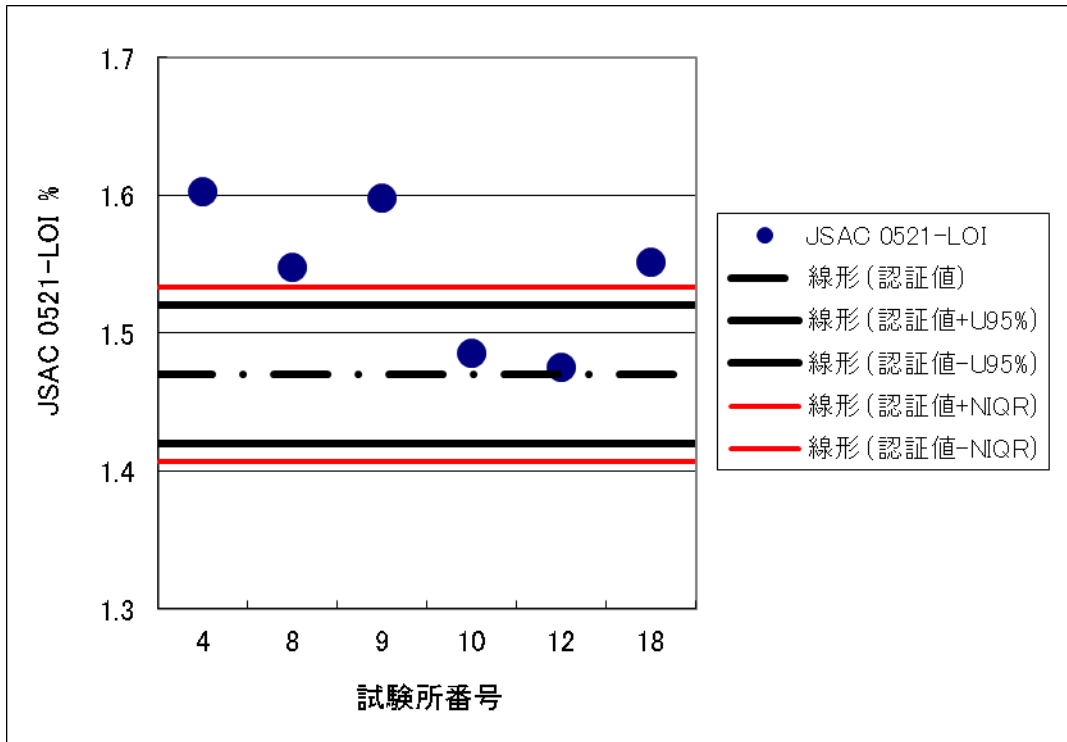
JSAC 0521-T-C



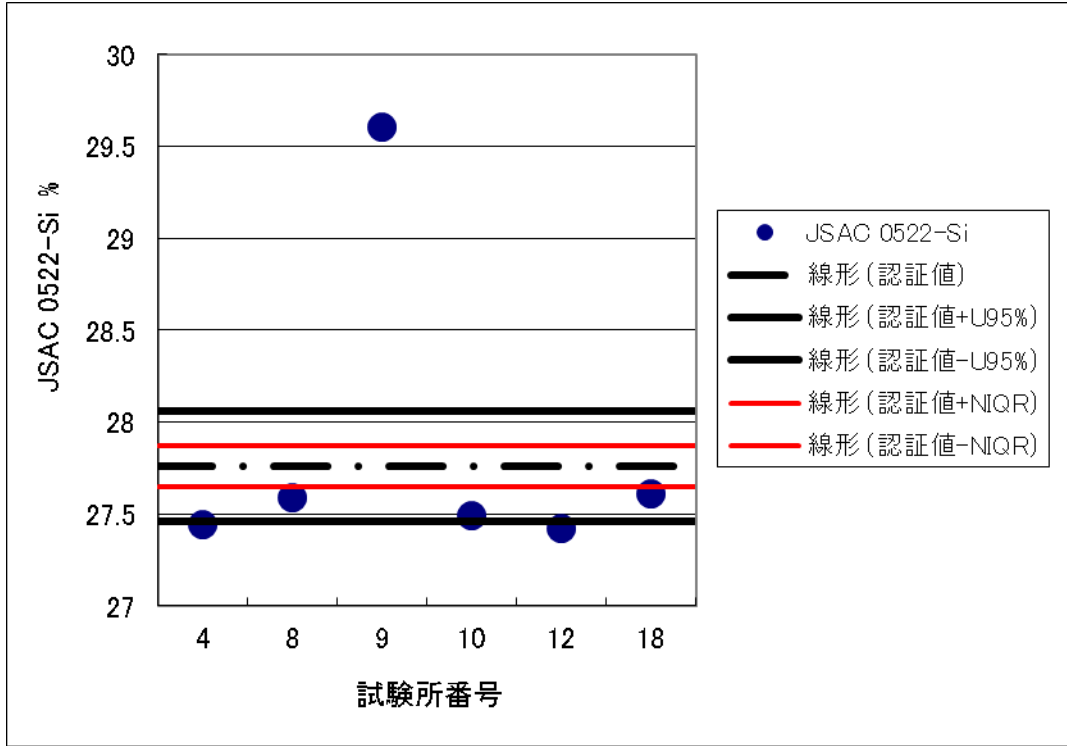
JSAC 0521-T-S



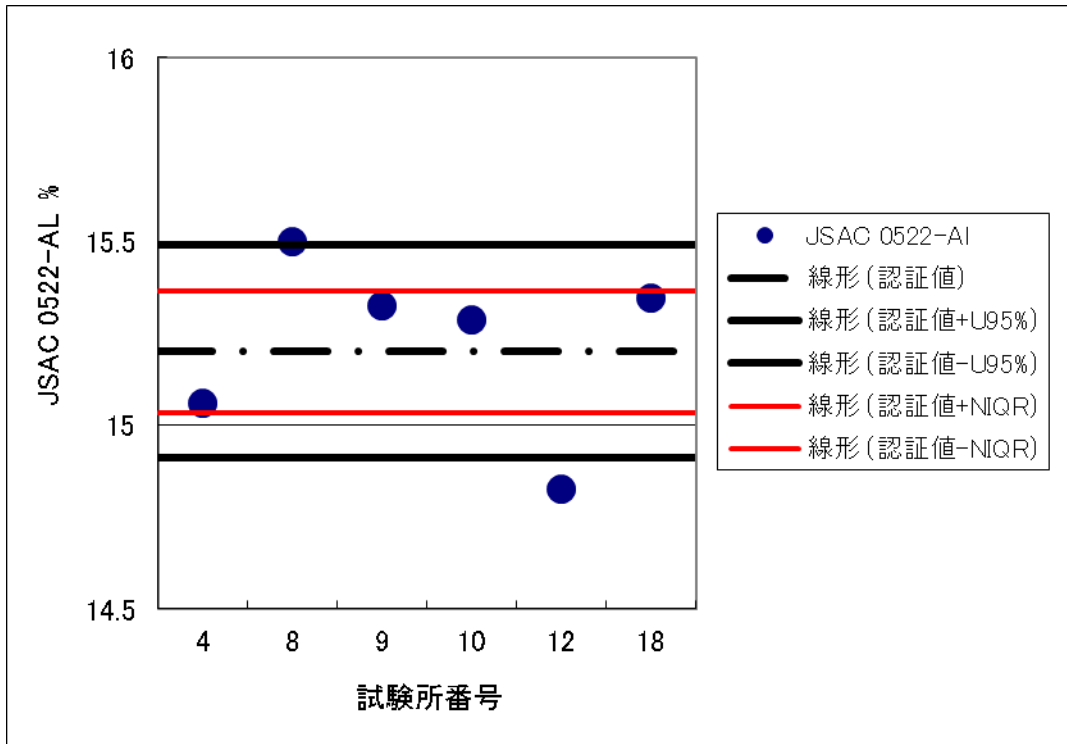
JSAC 0521-LOI



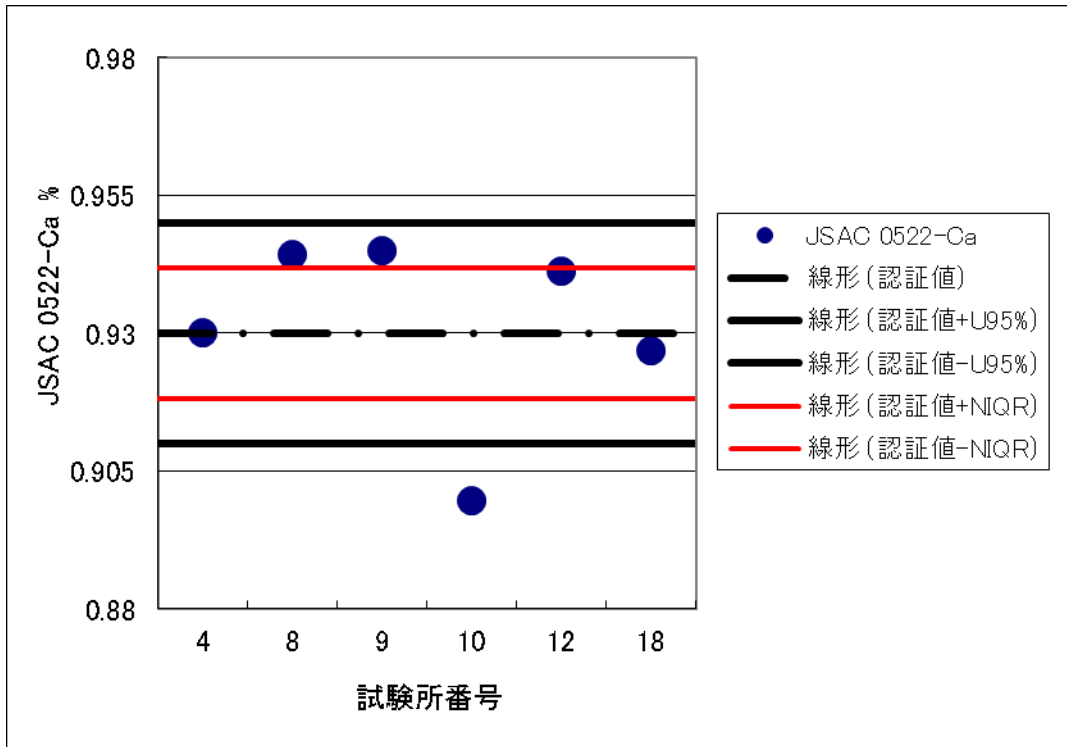
JSAC 0522-Si



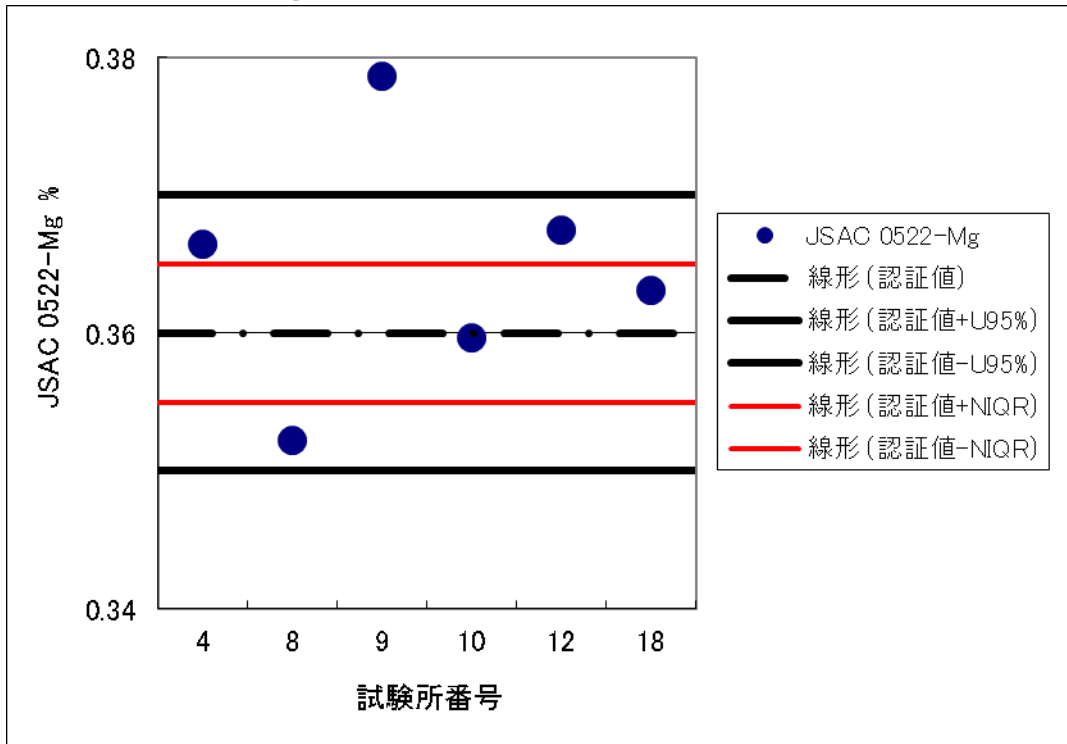
JSAC 0522-Al



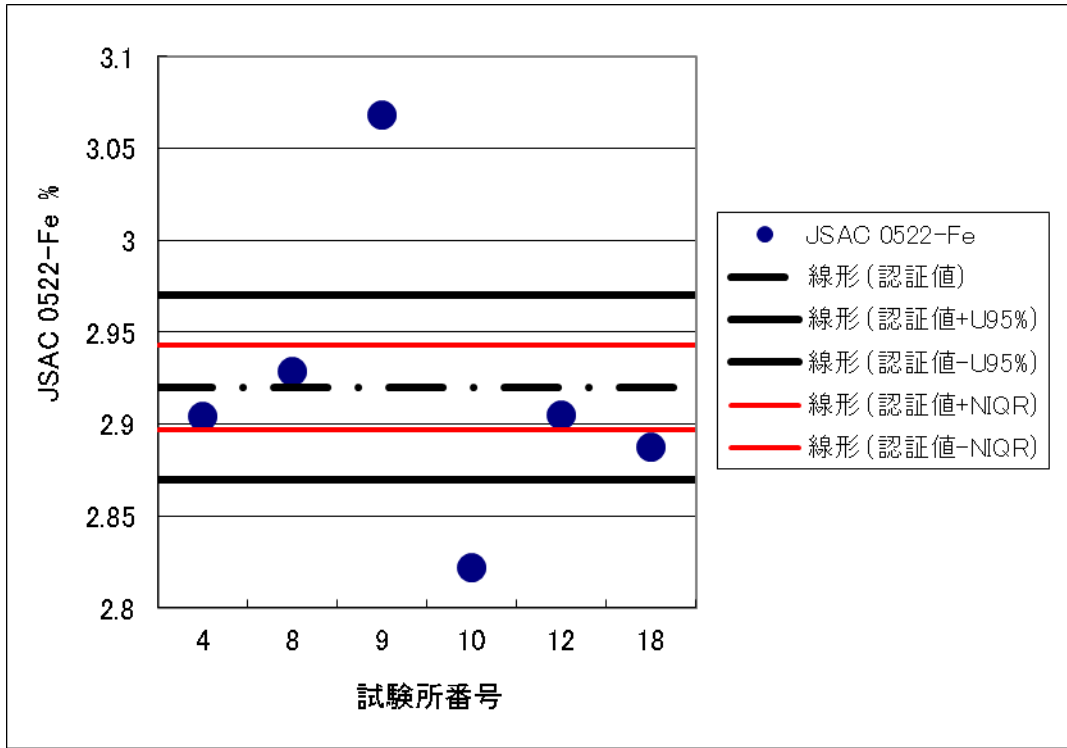
JSAC 0522-Ca



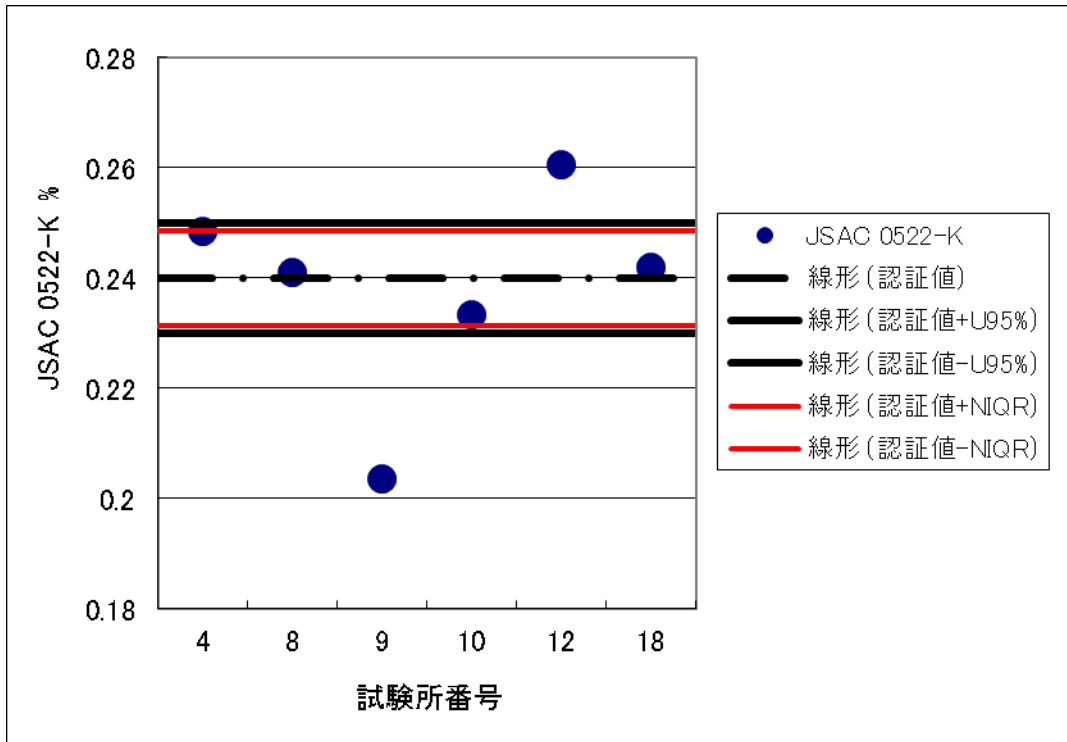
JSAC 0522-Mg



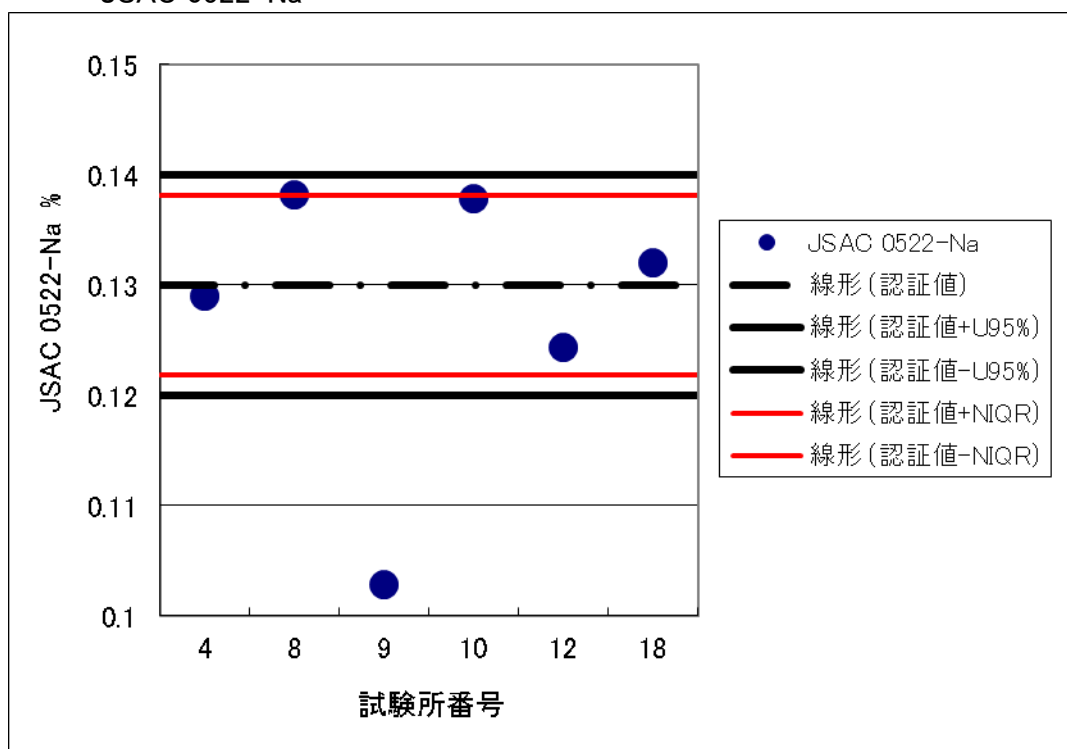
JSAC 0522-Fe



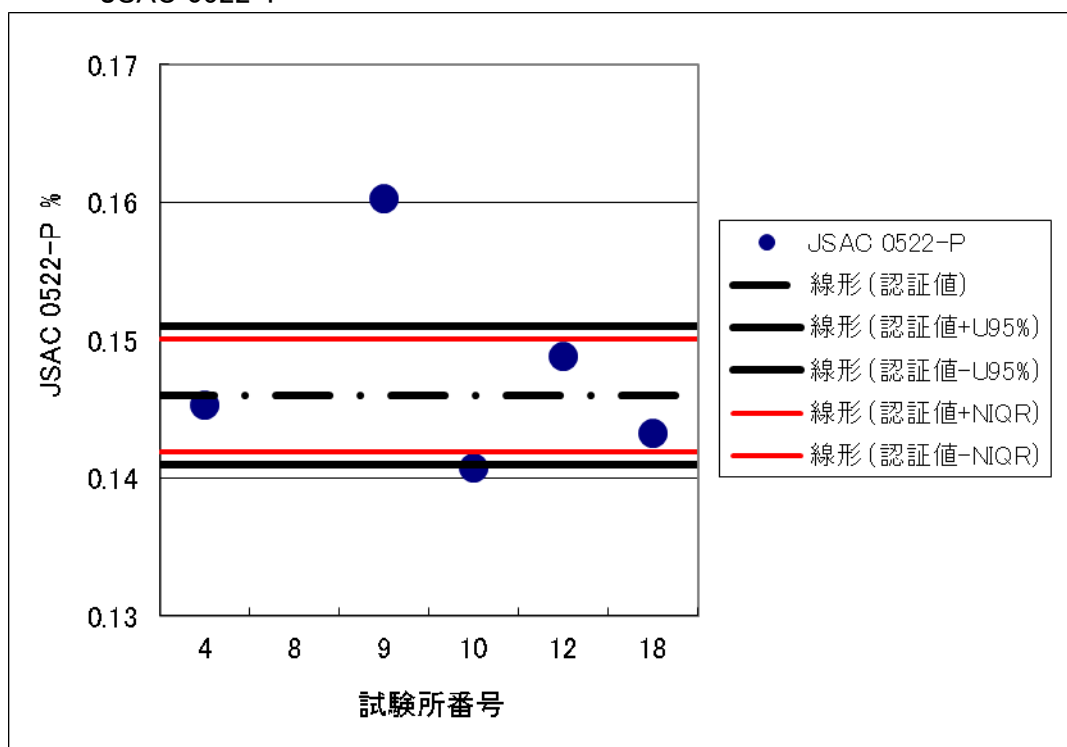
JSAC 0522-K



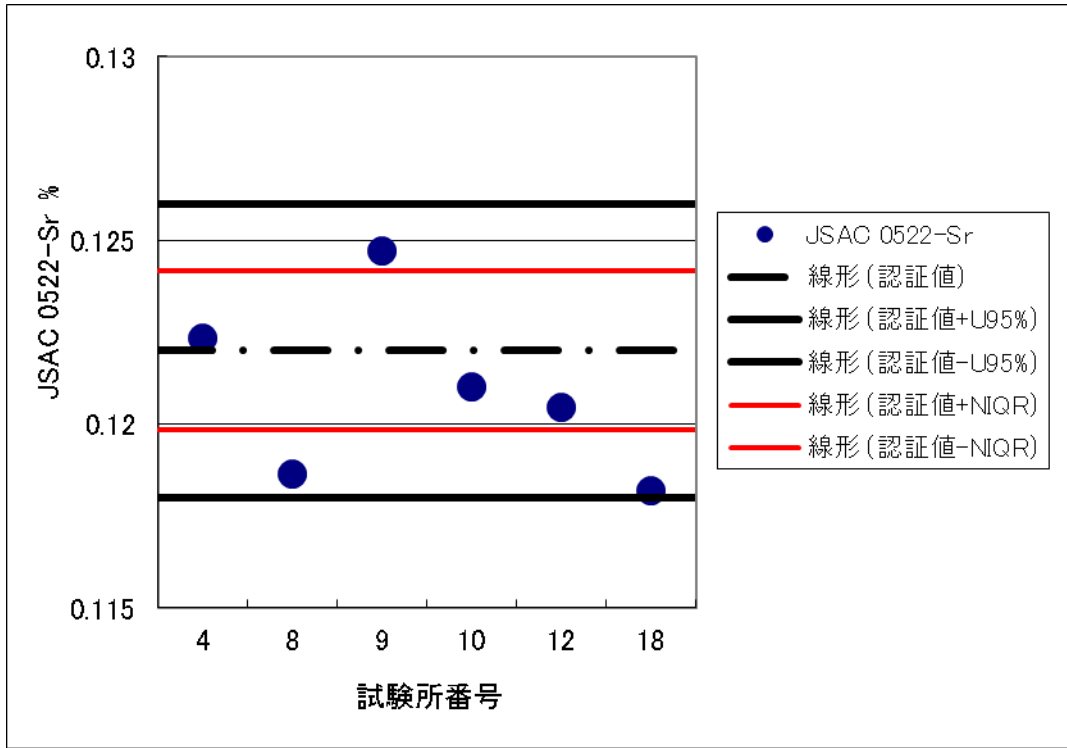
JSAC 0522-Na



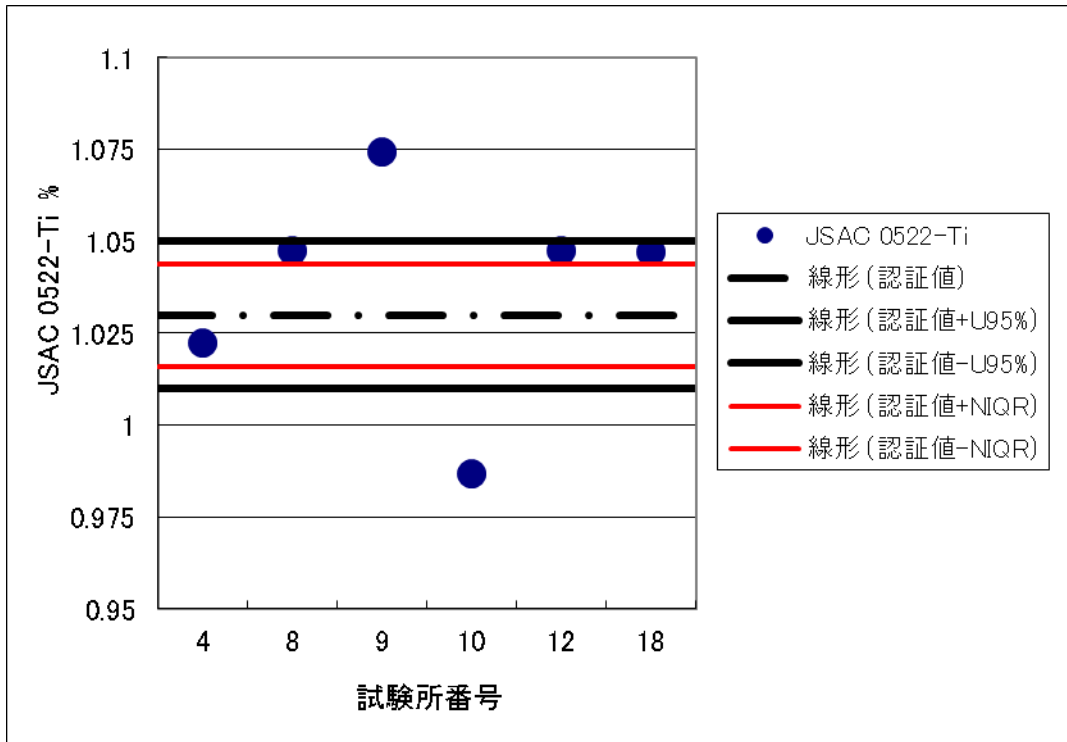
JSAC 0522-P



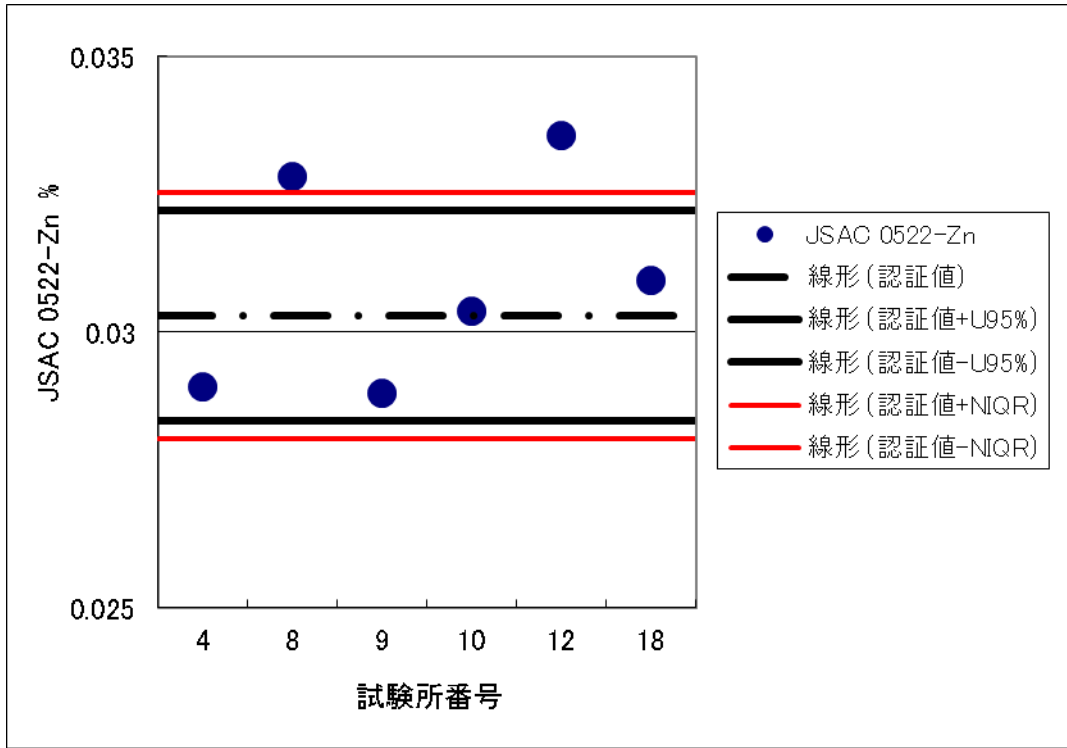
JSAC 0522-Sr



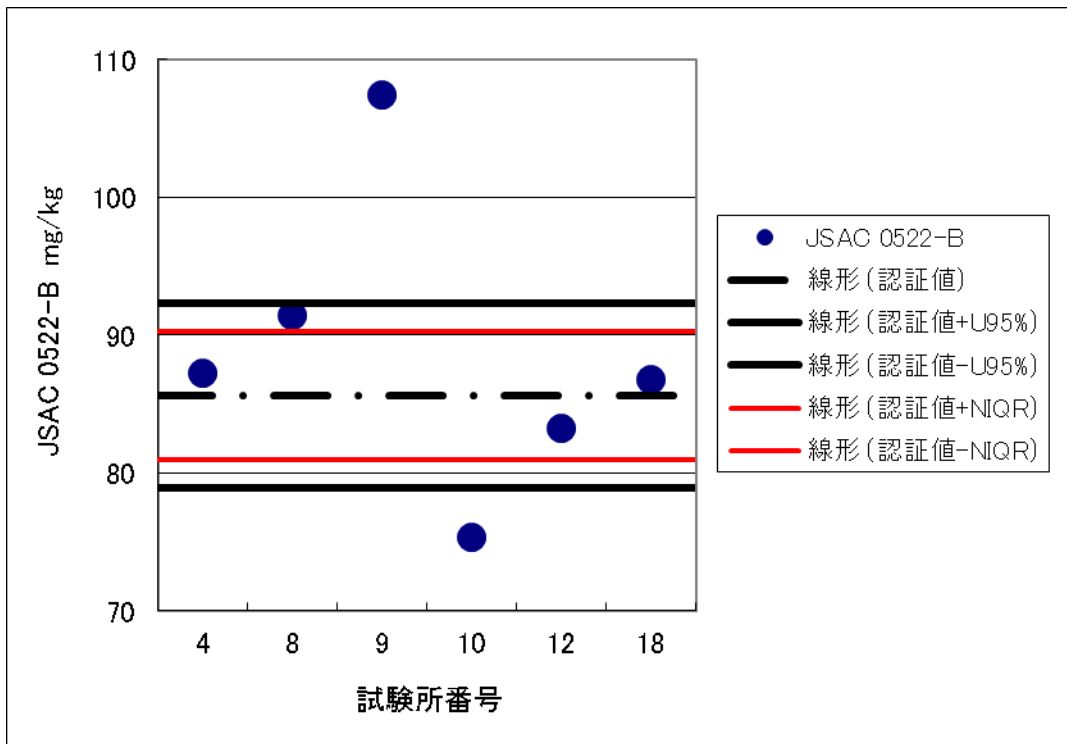
JSAC 0522-Ti



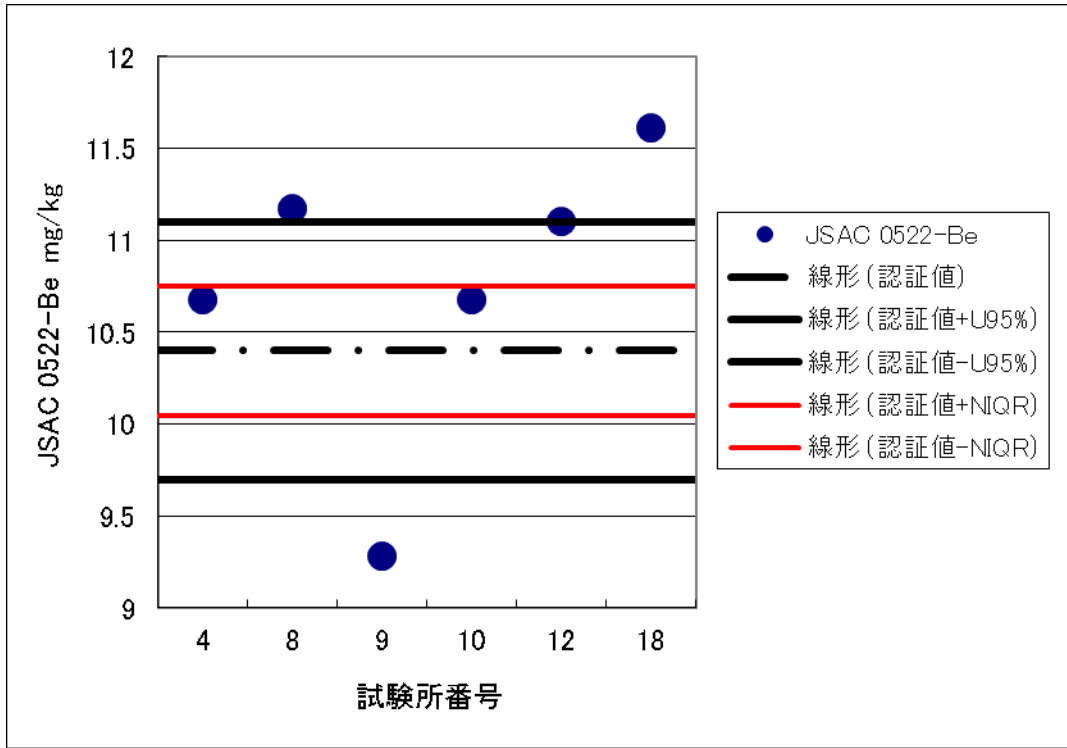
JSAC 0522-Zn



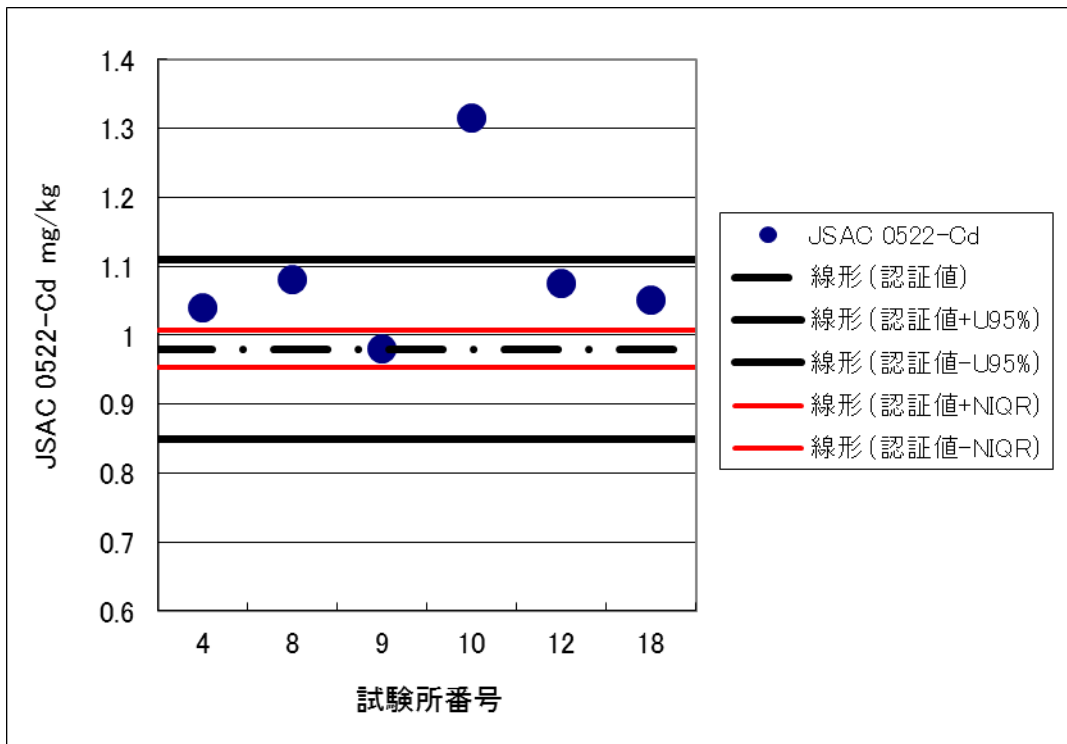
JSAC 0522-B



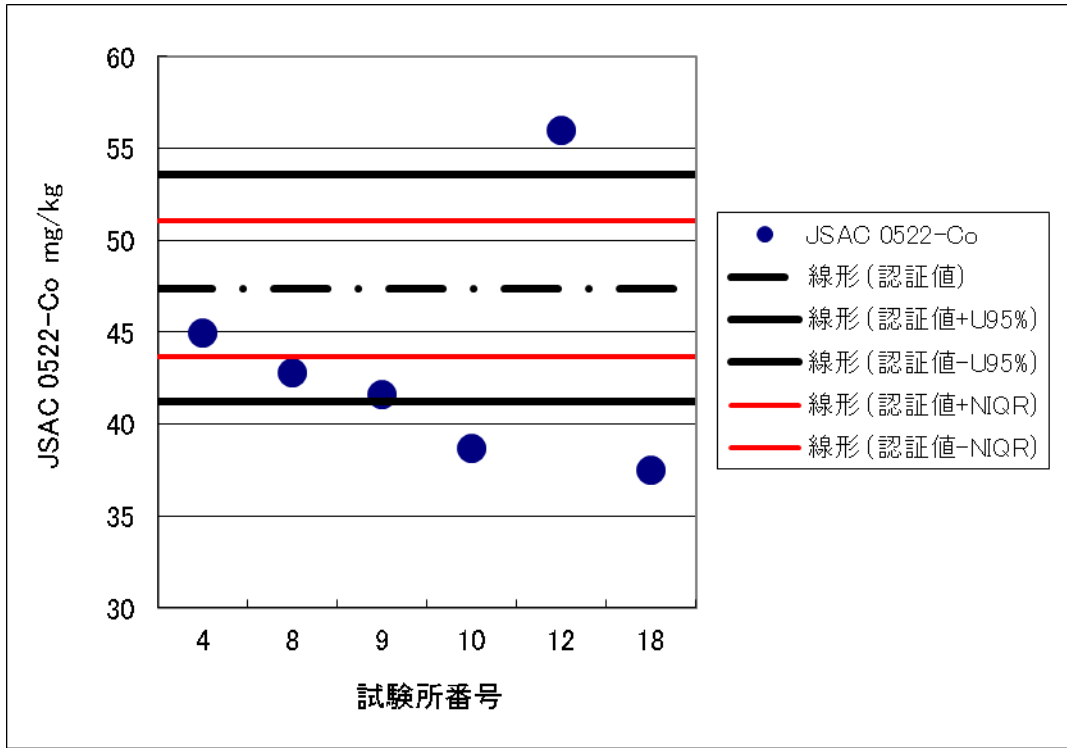
JSAC 0522-Be



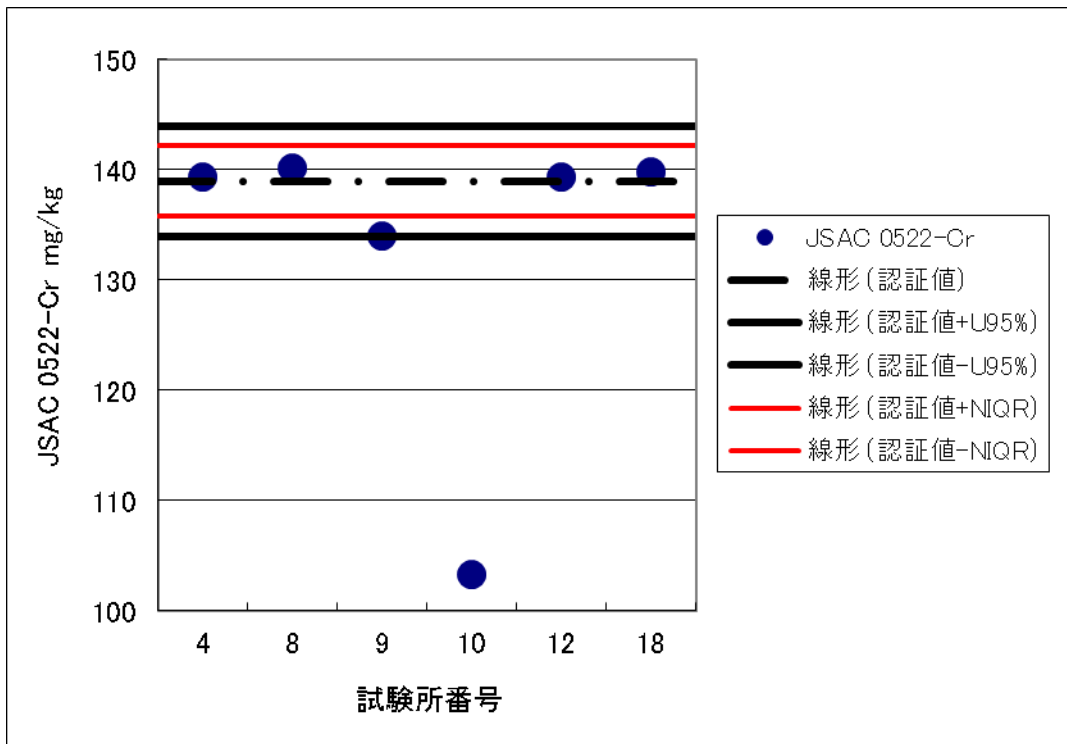
JSAC 0522-Cd



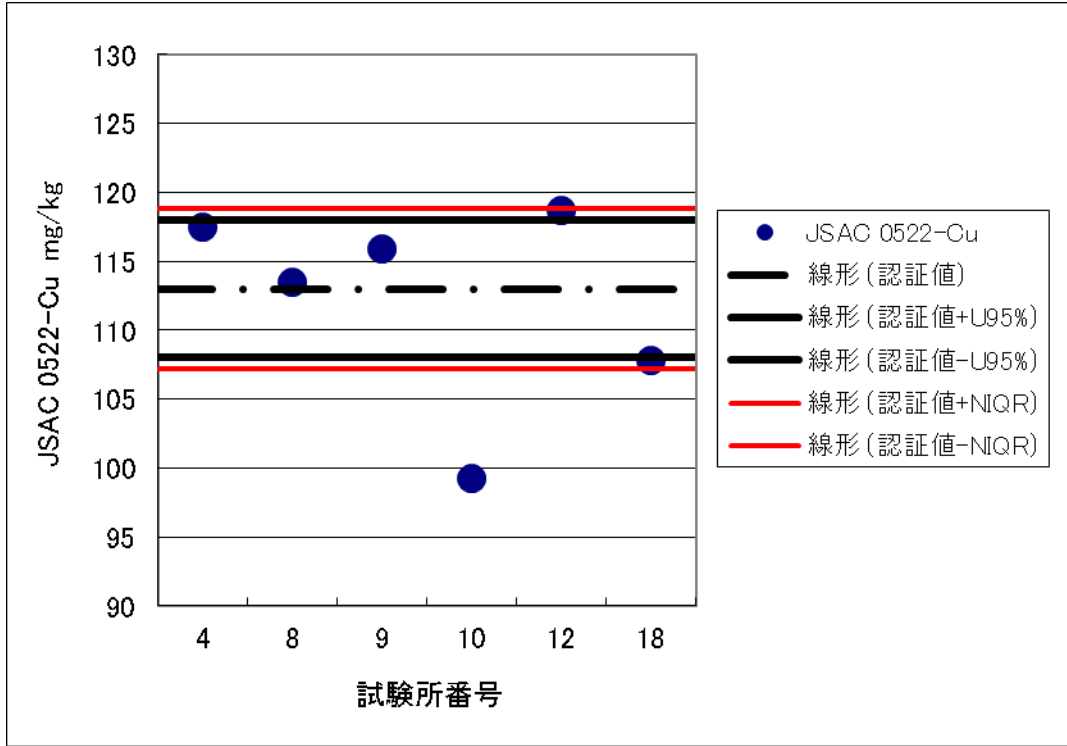
JSAC 0522-Co



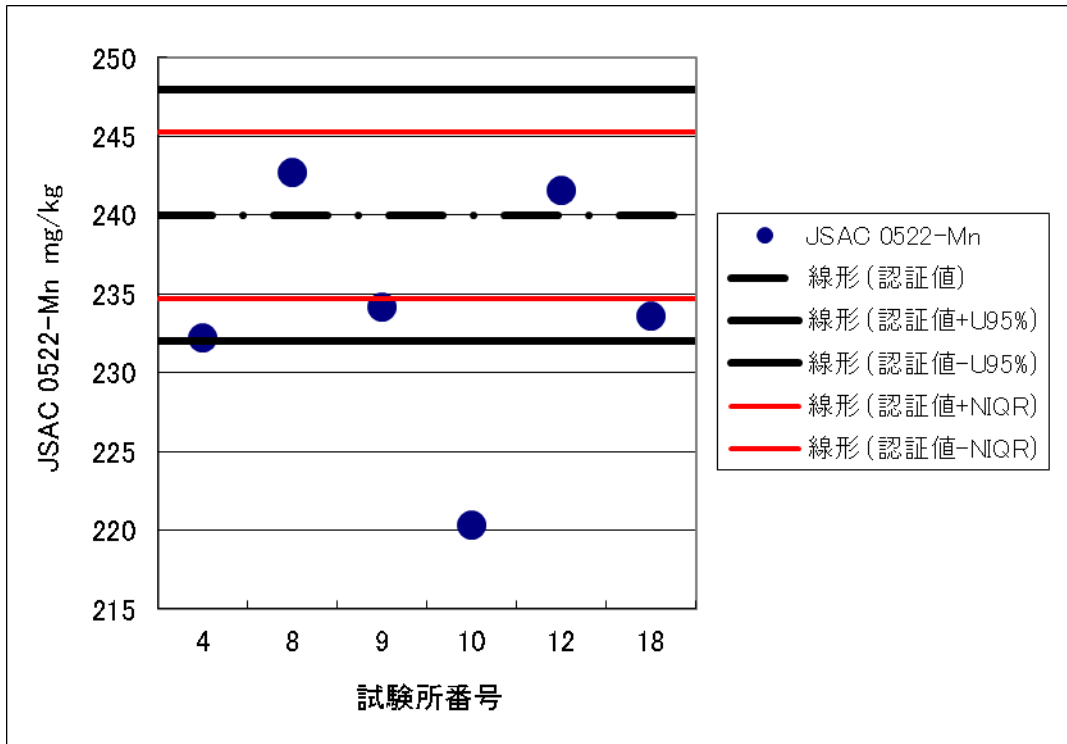
JSAC 0522-Cr



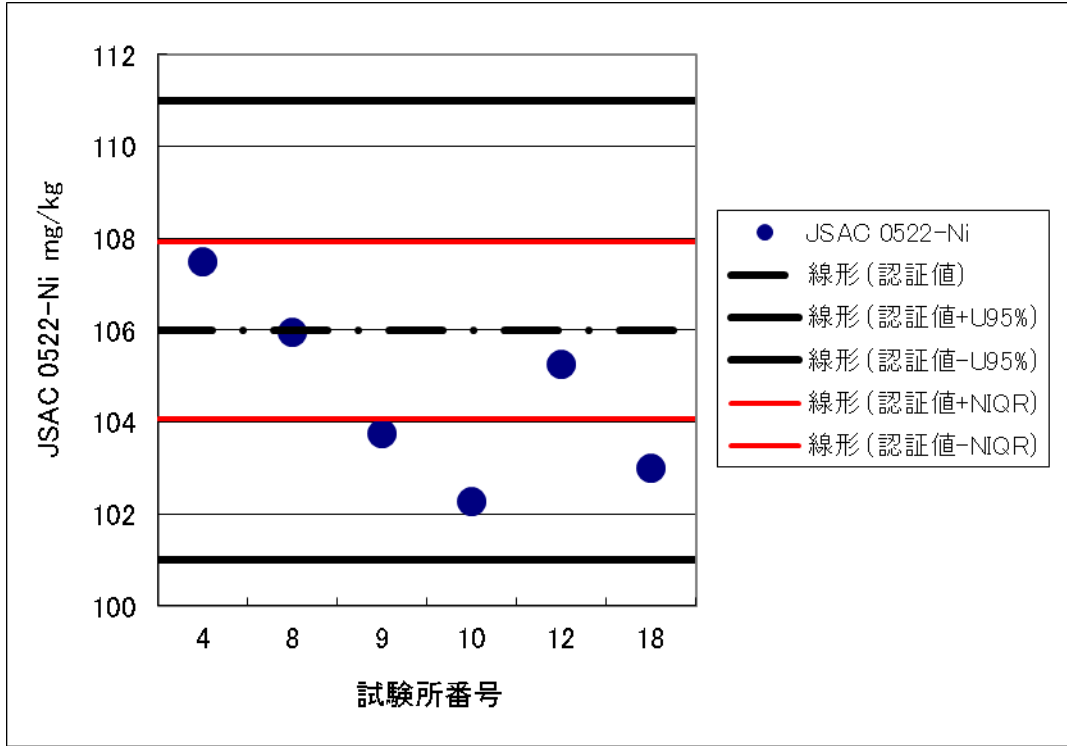
JSAC 0522-Cu



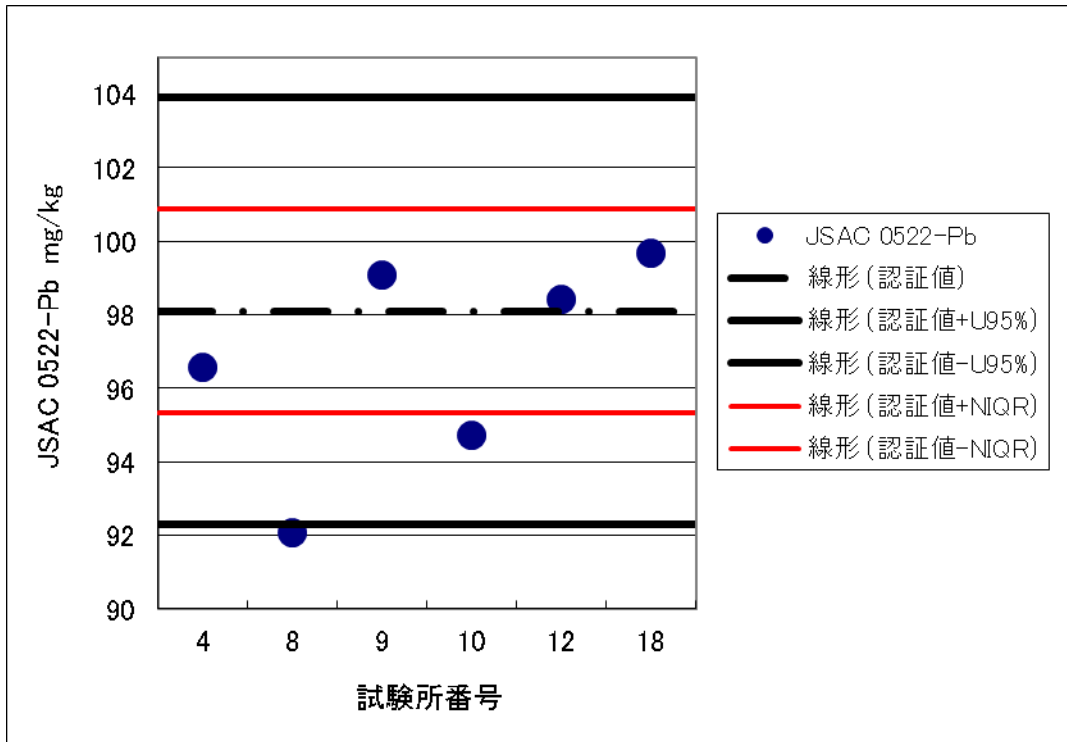
JSAC 0522-Mn



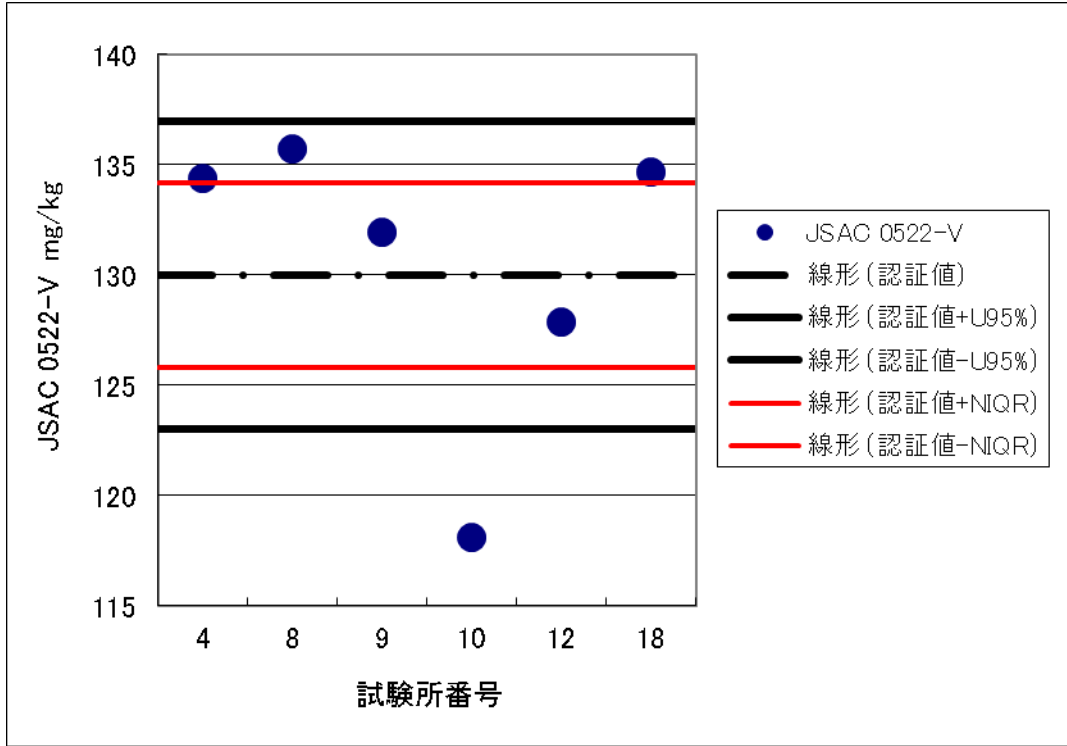
JSAC 0522-Ni



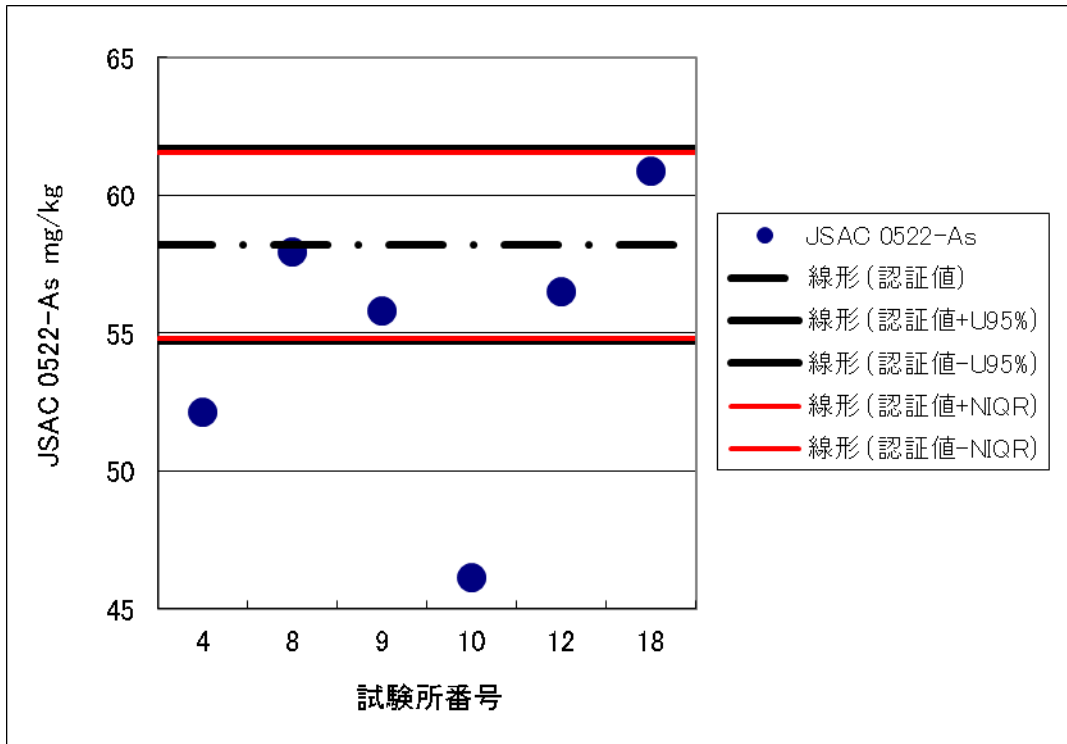
JSAC 0522-Pb



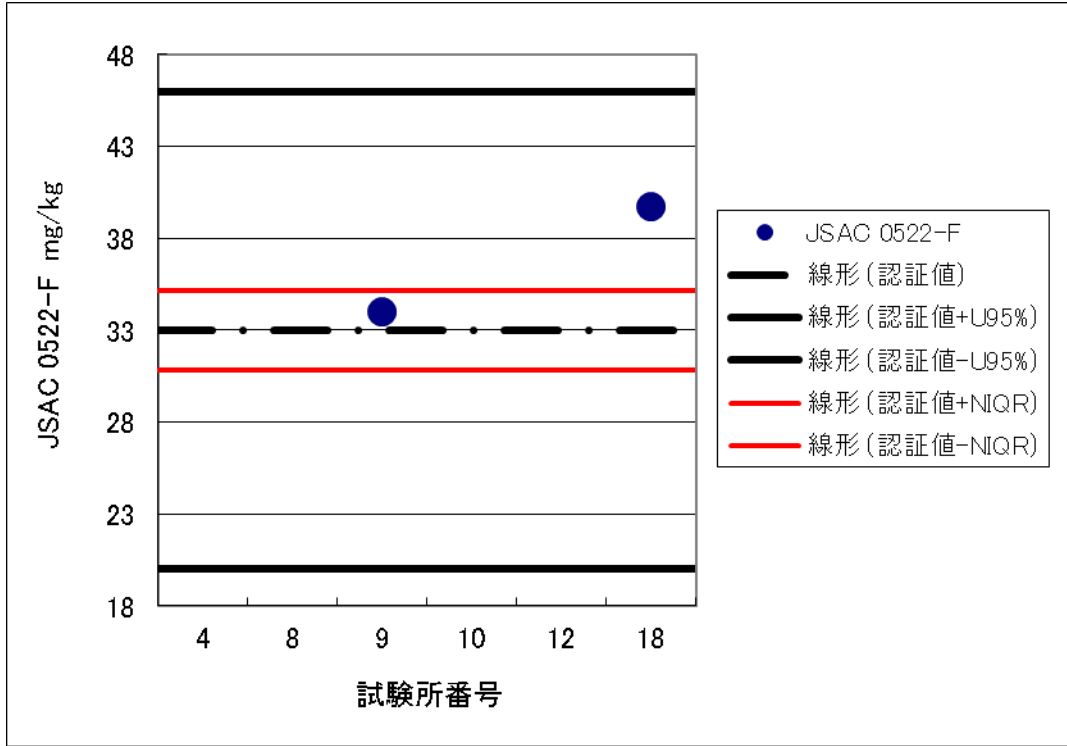
JSAC 0522-V



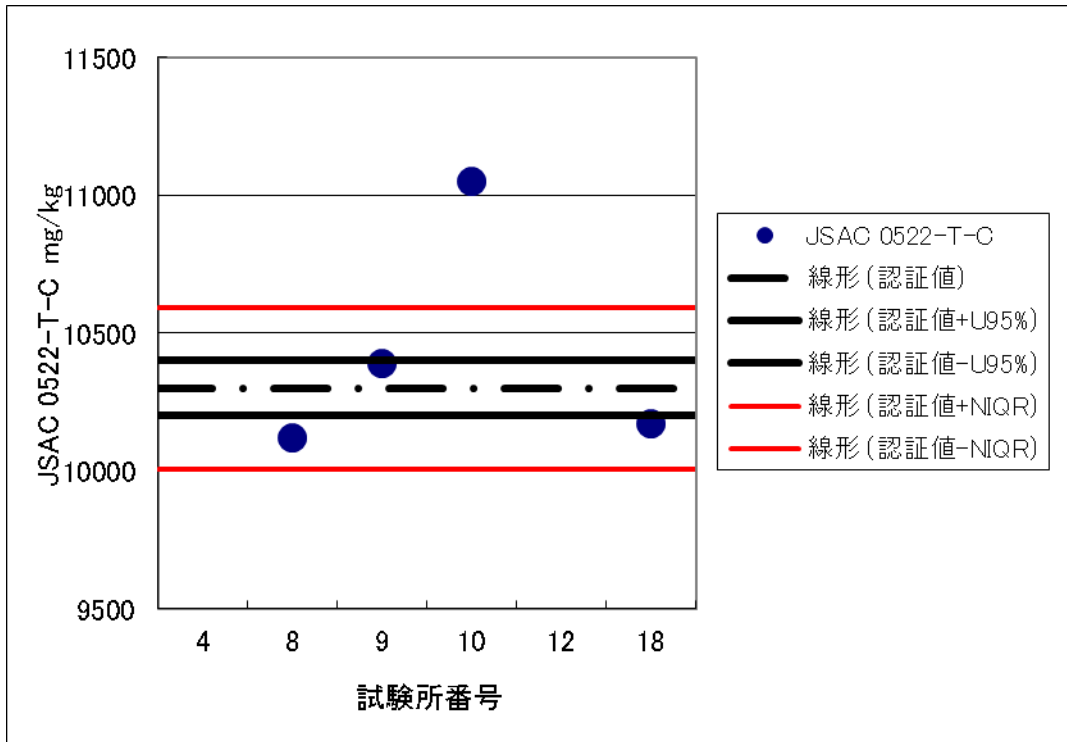
JSAC 0522-As



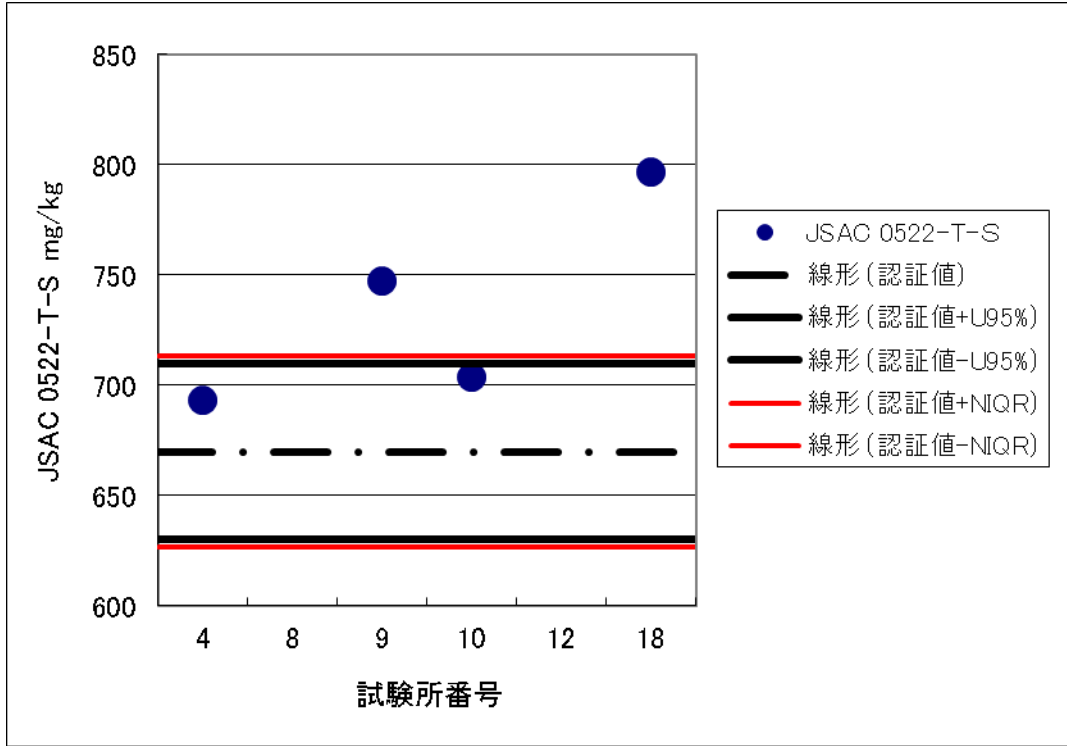
JSAC 0522-F



JSAC 0522-T-C



JSAC 0522-T-S



JSAC 0522-LOI

