

プラスチック認証標準物質（チップ状）の 安定性評価結果 (第2回)

2018-07-31

1. 安定性試験の方法

(1) 試料の選択

在庫の標準物質 JSAC 0602-3 から任意の 7 本（瓶）の試料を選択した。

(2) 分析対象成分

認証値の付与された成分 Pb、Cd、Cr 及び Hg とした。

(3) 分析方法

共同実験の際に使用した分析方法と同等の分析方法により、独立した 2 回の分析を行うものとした。IEC 62321 及び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、クロム、水銀及び臭素の化学分析方法”（日化協からの出版物を元に JSAC での共同実験結果を加味したもの）。

報告値の桁数は、有効数字 5 桁目を四捨五入して 4 桁とした

(4) 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 7 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、安定性試験の試験所数を 7 とした。図-1 参照。

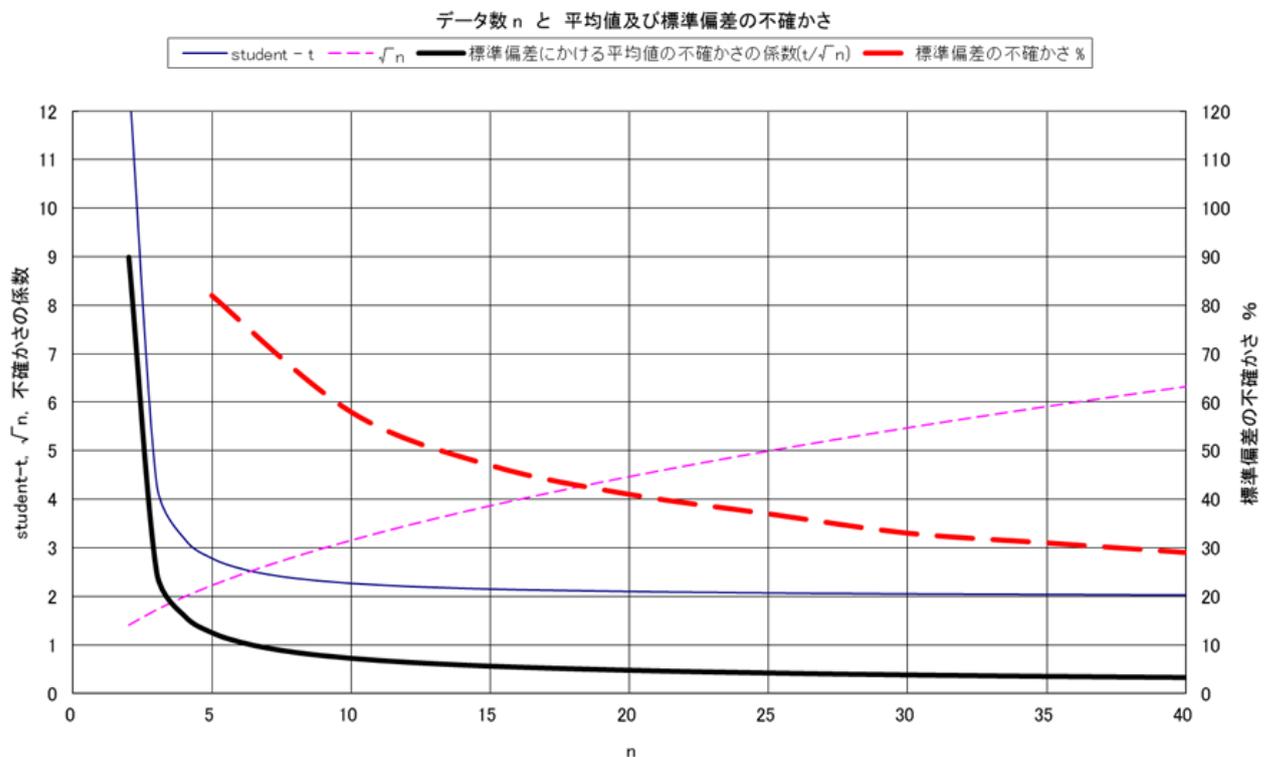


図-1 平均値の不確かさ（黒の太線）

(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。

$$\begin{array}{ll} |En| \leq 1 & \text{安定} \\ |En| > 1 & \text{不安定} \end{array}$$

但し、

$$En = (x - X0) / (U_{95\% x}^2 + U_{95\% X0}^2)^{0.5} \dots \dots \dots (B1)$$

ここで

x : 安定性試験付与値

$X0$: 認証値

$U_{95\% x}$: 安定性試験付与値の不確かさ

$U_{95\% X0}$: 認証値の不確かさ

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

ここで t : スチューデントの t

SD : 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

JSAC 0602-3 (高濃度)

有害金属成分化学分析用プラスチック認証標準物質 チップ状試料

試料形状：0.5～1 mm 径に粉碎したチップ状

分析成分、濃度(認証値)、不確かさ及び所間標準偏差 単位：μg/g

標準物質名	元素名	濃度(X_0)	認証値の不確かさ ($U_{95\%X_0}$)	所間標準偏差 (SD_{X_0})
JSAC 0602-3	Pb	112.0	1.4	2.9
JSAC 0602-3	Cd	50.4	0.5	1.1
JSAC 0602-3	Cr	112.6	1.8	3.8
JSAC 0602-3	Hg	12.1	0.6	1.1

* 1. (5) B1 式参照

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。報告値の桁数は、有効数字5桁目を四捨五入して4桁とした。

Hgについては、2016年にJSAC 0624で実施した安定性試験で、低値を示した試験所があり、その原因が試料前処理時の飛散と考えられた(ウェブ掲載報告書：2017-03(安環3-2))。そのため今回は、密閉酸分解+マイクロ波加熱分解による前処理を用いるよう依頼した。但し、加熱気化金アマルガム原子吸光分析法で実施した1試験所については密閉系とみなして採用した。試験所各試験機関の前処理方法ならびに分析方法については、表-3に示す。

4. 参加試験所

・SGS ジャパン 株式会社 コンシューマー&リテールサービス ケミカルラボラトリー
・一般財団法人 化学物質評価研究機構 東京事業所 環境技術部
・クリタ分析センター 株式会社 試験一部 分析一課
・コニカミノルタ 株式会社 開発統括本部 要素技術開発センター
・株式会社 島津テクノリサーチ 試験解析事業部 分析計測センター
・東レテクノ 株式会社 環境科学技術部 材料分析室 無機G
・株式会社 分析センター 第一技術研究所 分析技術部

* 1. 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：2007年12月～2008年1月

認証年月日：2008年3月27日

ミニ共同実験月：2018年4月～6月

共同実験からの経過年月：10年

6. ミニ共同実験結果と考察

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。

表-3に試験機関ごとの前処理方法と分析方法を示す。

図-2～5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。

・ミニ共同実験を行った7試験所のうち、z-score が3を超える点が2点あったが、 $|En| \leq 1$ であり、認証値を与える共同実験値と有意差は認められなかった。

・Hg の分析法について、今回実施した分析方法間での有意差は認められなかった。

7. 結論

・全ての元素 (Pb, Cd, Cr, Hg) で $|En| \leq 1$ であり、JSAC 有害金属成分化学分析用プラスチック認証標準物質は10年間、認証値の不確かさの範囲内で安定であったといえる。

以上

表3 各試験機関の前処理方法と分析方法

試験所No	1		3		5		6		7		8		9	
方法区分	試料前処理方法	分析方法	試料前処理方法	分析方法	試料前処理方法	分析方法	試料前処理方法	分析方法	試料前処理方法	分析方法	試料前処理方法	分析方法	試料前処理方法	分析方法
JSAC 0602-3-Pb	酸分解法A + マイクロ波加熱分解	ICP-MS	酸分解法A + マイクロ波加熱分解	ICP-MS	半密閉酸循環分解装置 加熱温度230℃ 30時間	ICP-AES	開放酸	ICP-AES	酸分解法A	ICP-MS	密閉酸分解法 + マイクロ波加熱分解	ICP-AES	酸分解法A + マイクロ波加熱分解	ICP-AES
JSAC 0602-3-Cd	酸分解法A + マイクロ波加熱分解	ICP-MS	酸分解法A + マイクロ波加熱分解	ICP-MS	半密閉酸循環分解装置 加熱温度230℃ 30時間	ICP-AES	開放酸	ICP-AES	酸分解法A	ICP-MS	密閉酸分解法 + マイクロ波加熱分解	ICP-AES	酸分解法A + マイクロ波加熱分解	ICP-AES
JSAC 0602-3-Cr	酸分解法A + マイクロ波加熱分解	ICP-MS	酸分解法A + マイクロ波加熱分解	ICP-MS	半密閉酸循環分解装置 加熱温度230℃ 30時間	ICP-AES	開放酸	ICP-AES	酸分解法A	ICP-MS	密閉酸分解法 + マイクロ波加熱分解	ICP-AES	酸分解法A + マイクロ波加熱分解	ICP-AES
JSAC 0602-3-Hg	酸分解法A + マイクロ波加熱分解	ICP-MS	酸分解法B + マイクロ波加熱分解	CV-AAS	半密閉酸循環分解装置 加熱温度230℃ 30時間	CV-AAS	マイクロ波加熱分解	ICP-MS	酸分解法A	ICP-MS	湿式前処理なし	TD(G)-AAS	酸分解法A + マイクロ波加熱分解	CV-AAS

(試料前処理方法) 酸分解法 A, B は、学会規格 JSAC D1001 6 d) 密閉酸分解法の区分による。

(分析方法)

- ICP-MS : ICP 質量分析法
- ICP-AES : ICP 発光分光分析法
- CV-AAS : 還元気化原子吸光分析法
- TD(G)-AAS : 加熱気化金アマルガム原子吸光分析法

図2 プラスチック認証標準物質（チップ状）安定性試験結果
 認証値と安定性試験の値

JSAC 0602-3-Pb

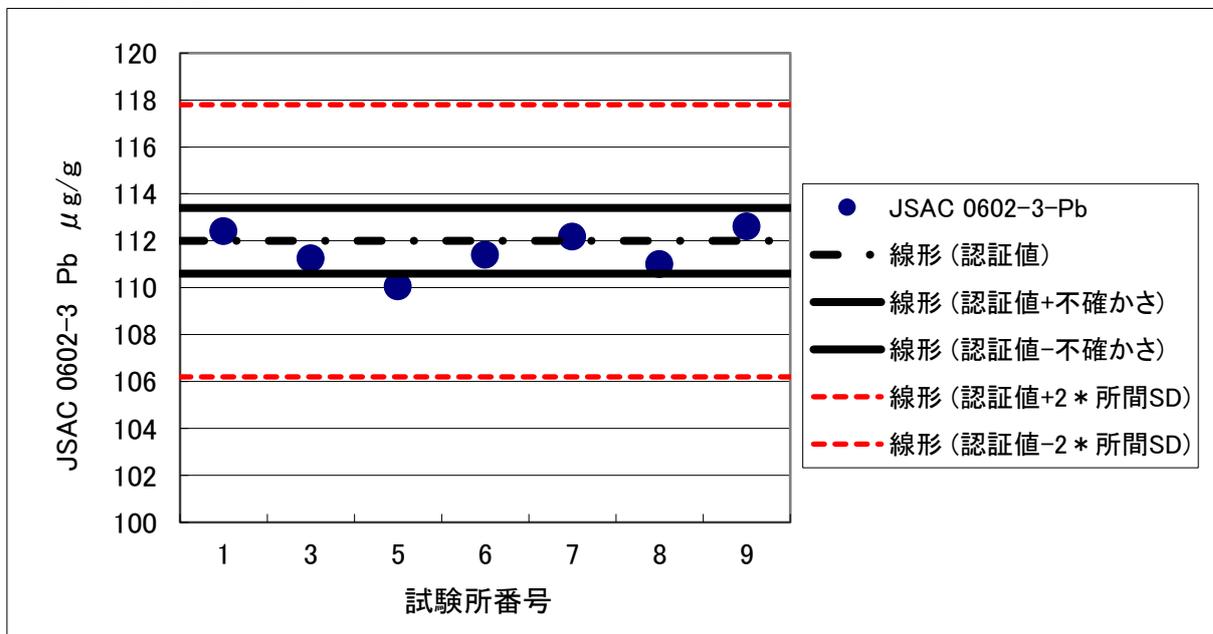


図3 プラスチック認証標準物質（チップ状）安定性試験結果
 認証値と安定性試験の値

JSAC 0602-3-Cd

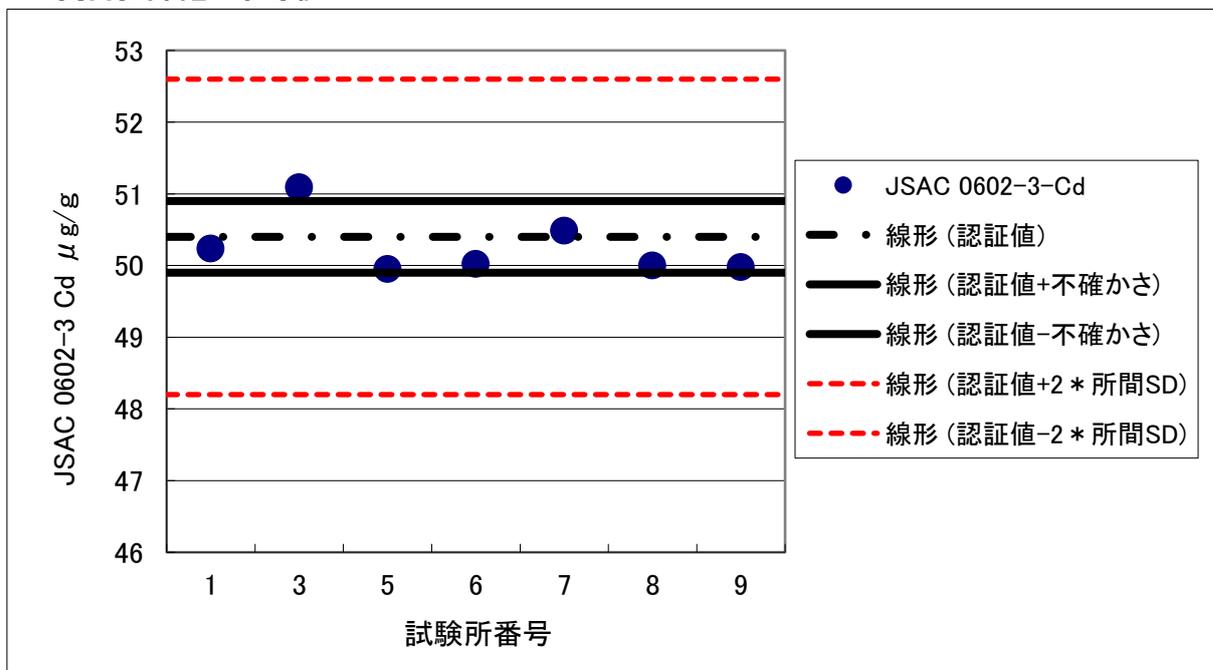


図4 プラスチック認証標準物質（チップ状）安定性試験結果
 認証値と安定性試験の値

JSAC 0602-3-Cr

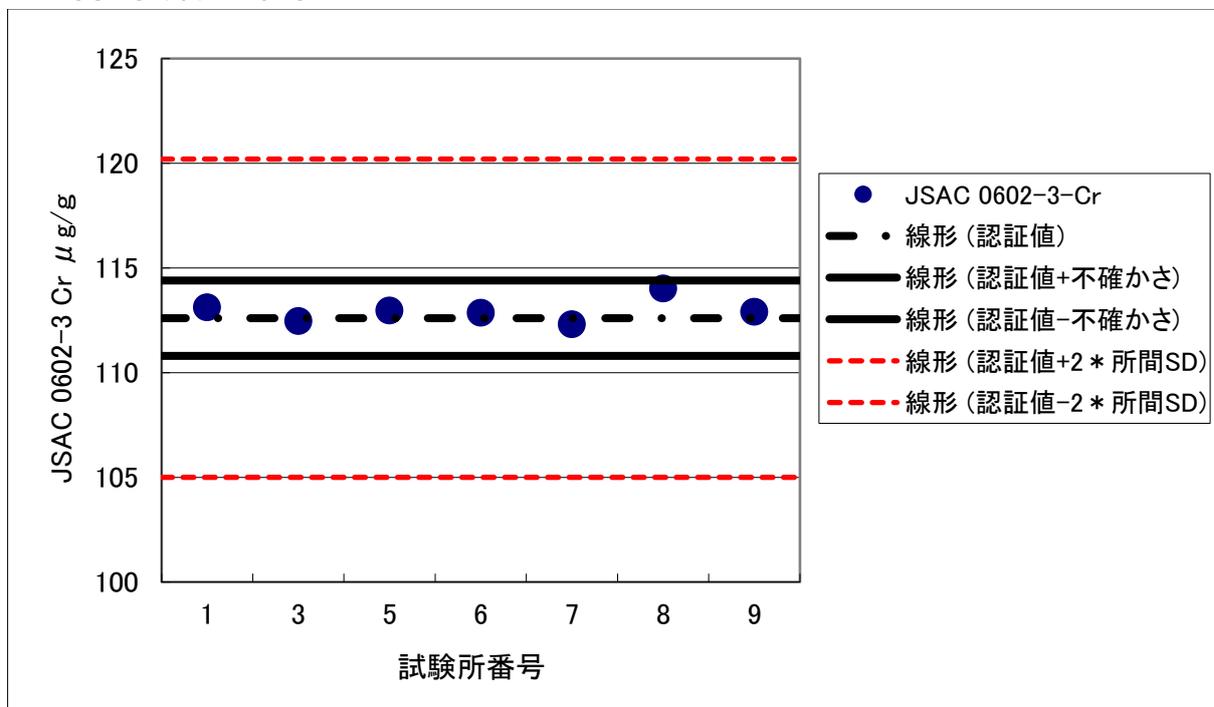


図5 プラスチック認証標準物質（チップ状）安定性試験結果
 認証値と安定性試験の値

JSAC 0602-3-Hg

