

# プラスチック標準物質の安定性評価結果

2008-03-06

## 1. 安定性試験の方法

### (1) 試料の選択

在庫の標準物質 JSAC 0602-2 から任意の 6 個（本・瓶）の試料を選択した。

### (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。

### (3) 分析方法

原則として共同実験の際に使用した分析方法とした。

### (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 試験所の平均値はばらつきが少ないため。図-1, 図-2 参照。

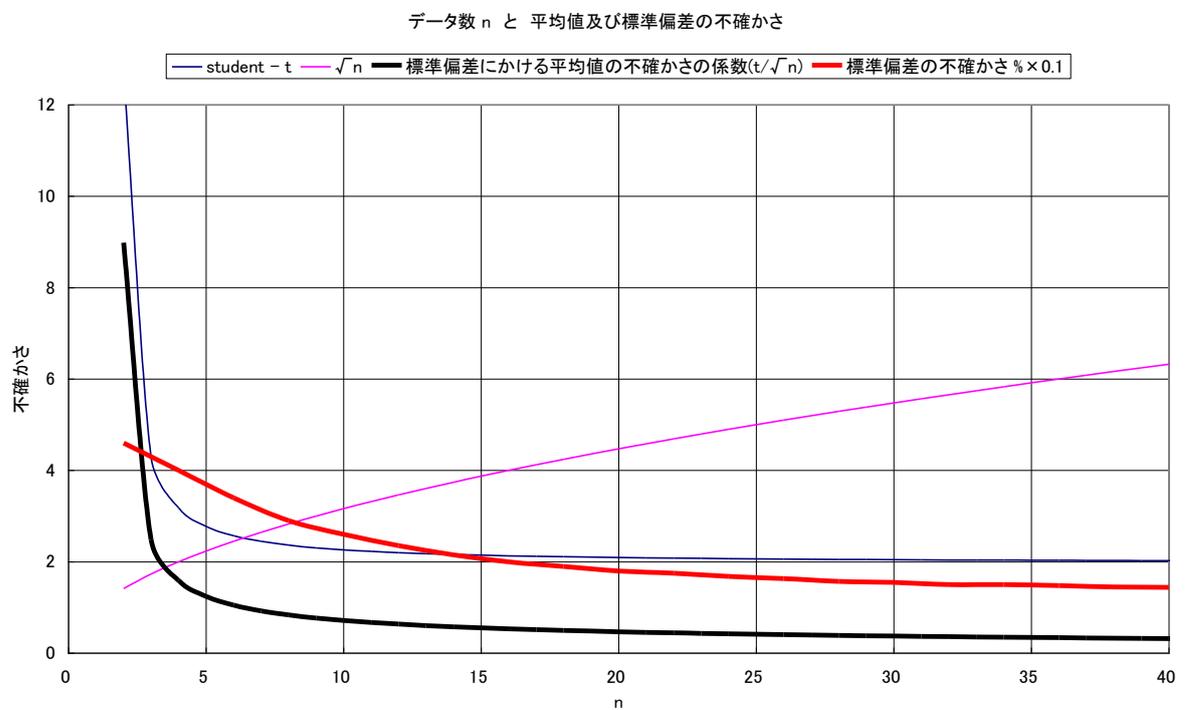


図-1 平均値の不確かさ (黒の太線)

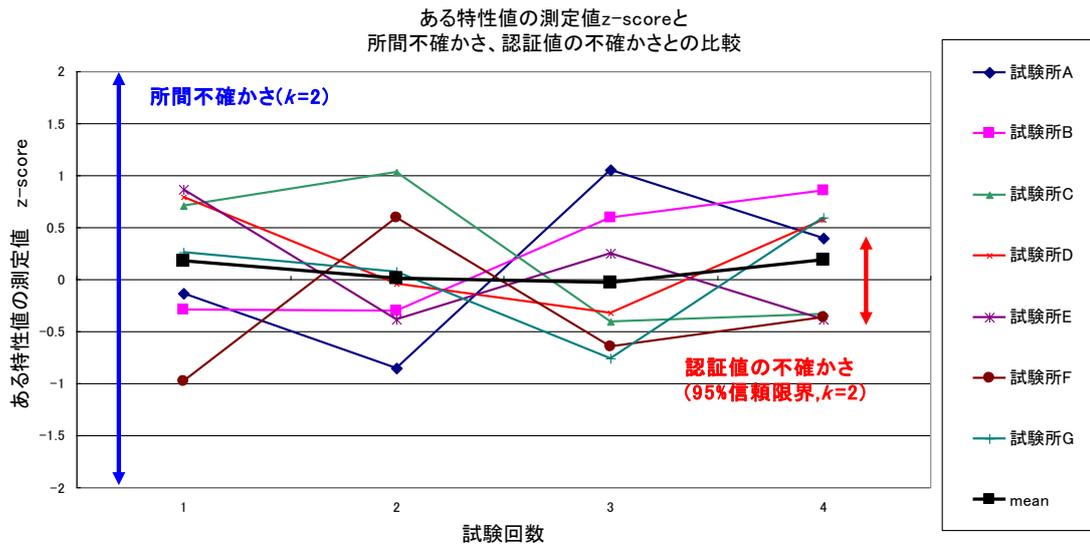


図-2 共同実験における 7 試験所の平均値

5. 安定性の評価

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  $\leq 1$       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)

$U_x$  (安定性試験付与値の不確かさ) は必ずしも  $U_X$  (認証値の不確かさ) に等しくないの  
 で、 $U_x = U_X$  として計算したものを  $En'$  として併記し、認証値の不確かさでの安定性の確  
 認を行った。

## 2. 分析試料

プラスチック標準物質 (JSAC 0602-2)

各試験所 チップ状 50 g 入り褐色ガラス瓶 1 本。

認証共同実験は 2005 年 4 月から 5 月の間に行われたもの。

認証日は 2005 年 6 月 30 日である。

## 3. 分析成分

(1) Pb, Cd, Cr, Hg

(2) 検量線作成用の標準物質は各試験所の手持ち標準物質を使用した。

## 4. 分析方法

「化学製品中の特定微量金属成分測定法の標準化」 経済産業省委託・(社)日本化学工業協会作成 に順じた方法。

## 5. 分析

分析方法それぞれについて、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。

## 6. 参加試験所

(株)ニッテクリサーチ 材料技術部 化学分析課

(株)住化分析センター 愛媛事業所 無機化学G

三井化学分析センター 構造解析研究部 岩国解析G

(株)島津テクノリサーチ 品質保証部

(株)分析センター 技術管理本部

(財)化学物質評価研究機構 管理部 信頼性保証課

## 7. 結果

2008 年 1 月下旬に 6 試験所による共同実験を行った。

表-1 に各試験所の分析値を示す。

表-2 に統計指標を示す。

表-3, 図-1 に  $E_n$  を示す。

注：表中の試験所番号は認証共同実験時の番号と同じである。上記 6. の試験所順位とは無関係である。

## 8. 評価

全ての元素で  $E_n$  絶対値  $\leq 1$  であり、プラスチック標準物質 JSAC 0602-2 は 3 年若 (2 年 8 ヶ月) 付与値の不確かさの範囲内で安定であったといえる。

以上



表1 各試験所報告値

分析所番号	2	4	7	8	11	13
JSAC 0602-2 Pb	108.7	112.9	107.7	110.3	109.7	109.0
z-score	-0.657	3.433	-1.583	0.930	0.317	-0.317
		#				
JSAC 0602-2 Cd	51.54	53.14	50.54	51.36	51.60	51.73
z-score	-0.130	7.413	-4.883	-0.967	0.130	0.745
		#	#			
JSAC 0602-2 Cr	108.65	110.85	104.90	108.32	110.45	108.50
z-score	0.062	1.877	-3.032	-0.210	1.547	-0.062
			#			
JSAC 0602-2 Hg	12.38	13.67	12.55	12.41	12.43	13.26
z-score	-0.219	2.406	0.127	-0.153	-0.127	1.561

表2 安定性試験の統計指標

	N	$ z  \geq 3$	average	median	U95%*	SD	NIQR	U95%*CV%	CV%clas	CV%rob
JSAC 0602-2 Pb	6	1	109.69	109.33	1.87	1.78	1.03	2	2	1
z-score		17%								
JSAC 0602-2 Cd	6	2	51.65	51.57	0.88	0.84	0.21	2	2	0
z-score		33%								
JSAC 0602-2 Cr	6	1	108.61	108.58	2.21	2.11	1.21	2	2	1
z-score		17%								
JSAC 0602-2 Hg	6	0	12.78	12.49	0.57	0.55	0.49	4	4	4
z-score		0%								

表3 プラスチック標準物質安定性試験結果：En 数による認証値との比較

	安定性試験		認証値		En	En'
	average	U95x	認証値	U95X		
JSAC 0602-2 Pb	109.688	1.869	109.279	1.643	0.164	0.176
JSAC 0602-2 Cd	51.649	0.885	51.680	0.603	-0.029	-0.037
JSAC 0602-2 Cr	108.612	2.215	108.780	2.249	-0.053	-0.053
JSAC 0602-2 Hg	12.782	0.573	12.365	0.450	0.572	0.656

図1 プラスチック標準物質安定性試験結果：En 数による認証値との比較

