

# プラスチック標準物質中 Br,Cl の安定性評価結果 (第3回)

2015-04-01

## 1. 安定性試験の方法

### (1) 試料の選択

JSAC 653, 654, PT 661-1 標準物質の在庫から番号についてはほぼ均等に共に 7 個の試料を選択した。

### (2) 分析対象成分

認証書・証明書に記載された Br, Cl 成分とした。

### (3) 分析方法

共同実験の際に使用した分析方法と同等であることを前提に、具体的には、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” に従うものとした。

### (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 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不確かさが小さいため。図-1, 図-2 参照。

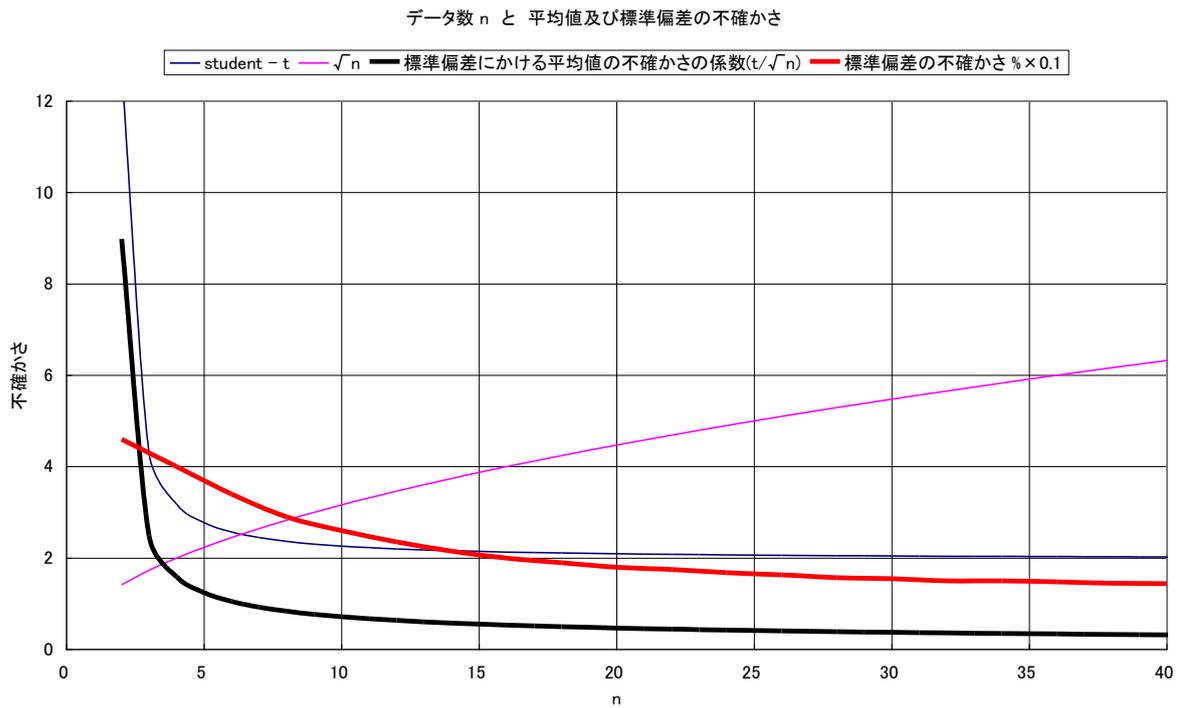


図-1 平均値の不確かさ (黒の太線)

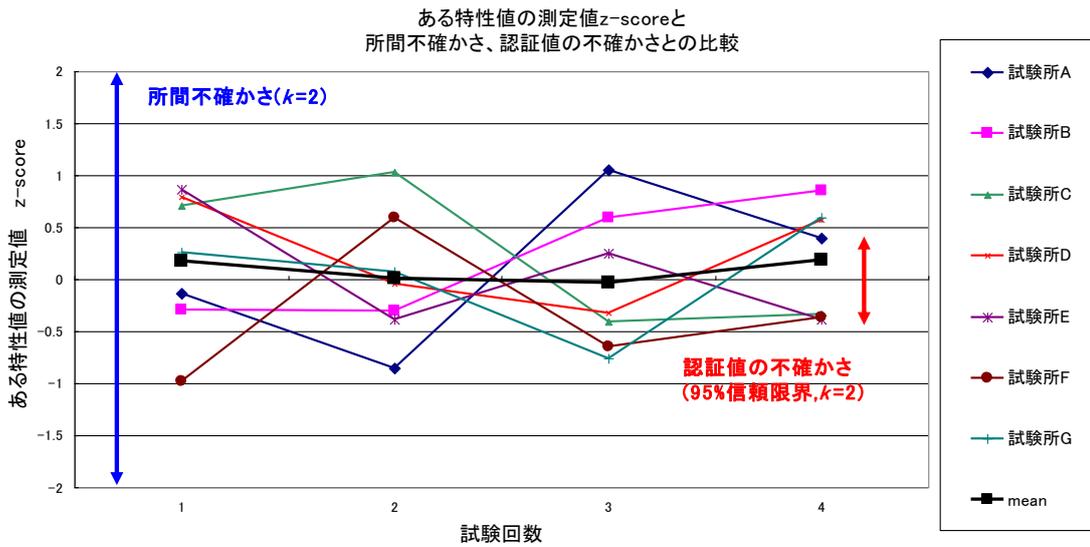


図-2 共同実験における 7 試験所の平均値

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  
 認を行うが、今回は  $U_x < U_X$  のため計算を行わなかった。

## 2. 分析試料と成分

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

分析対象性分：(全) Br, (全) Cl

認証書・証明書記載成分と付与値

単位：μg/g

標準物質名	元素名	認証値/ 付与値	不確かさ	所間標準偏差
JSAC 653	Br	292.6	7.9	30.6
JSAC 654	Br	595.0	15.0	56.0
JSAC PT 661-1	Cl	127.5	8.0	37.7

## 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。

## 4. 参加試験所

・ (株) 分析センター
・ コニカミノルタ (株) 開発統括本部 分析・シミュレーションセンター 分析技術室
・ (一財) 化学物質評価研究機構 東京事業所
・ (株) 東レリサーチセンター無機分析化学研究部
・ (株) 島津テクノリサーチ
・ 東邦化研 (株) 環境分析センター
・ (株) 三井化学分析センター 構造解析研究部

注：上記試験所の順番と試験所番号は無関係です。

## 5. 履歴

標準物質名	元素名	認証共同実験年 月	認証・証明書 日付	当該ミニ共同実 験年月	共同実 験からの 経過年 数
JSAC 653	Br	2006-12/2007-04	2007-07-31	2015-01/03	8
JSAC 654	Br	2006-12/2007-04	2007-07-31	2015-01/03	8
JSAC PT 661-1	Cl	2012-02/2012-07 技能試験	2012-07-20	2015-01/03	3

## 5. 結果

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 プラスチック標準物質は Br が 8 年間、Cl は 3 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。



表2 安定性試験の統計指標

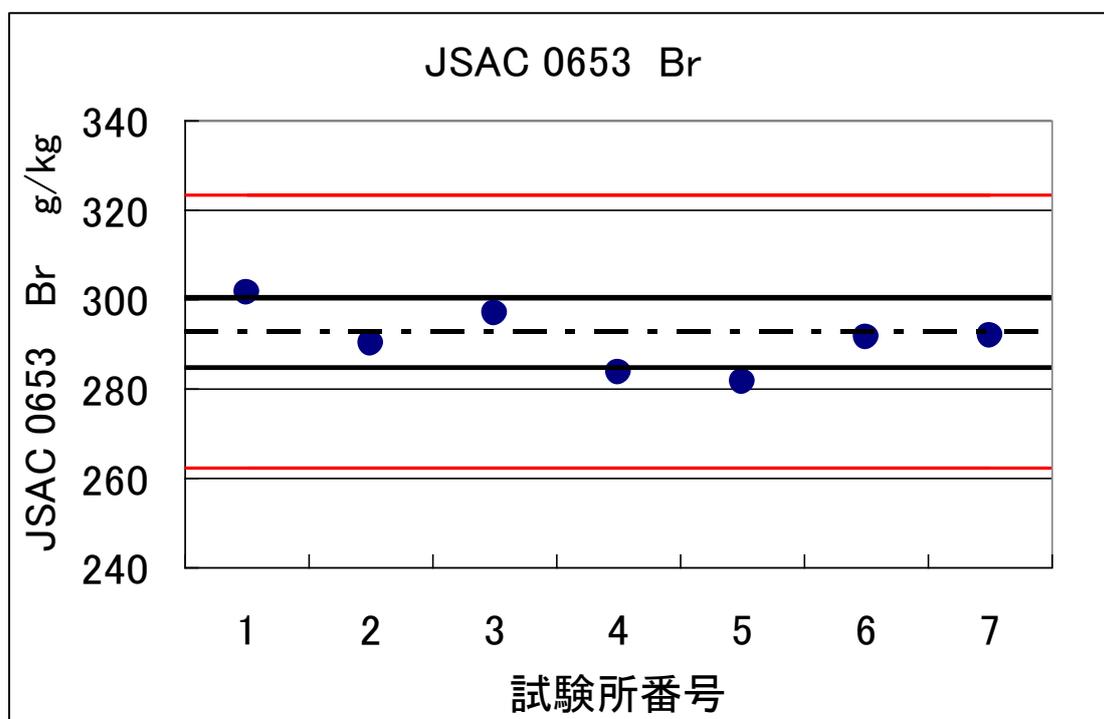
	N	$ z  \geq 3$	average	median	U95%*	SD	NIQR	U95%* CV%	CV% Clas.	CV% Rob.
JSAC 0653 Br	7	0	290.87	291.30	6.48	7.00	5.64	2	2	2
z-score		0%								
JSAC 0654 Br	7	0	584.64	586.16	13.46	14.55	13.40	2	2	2
z-score		0%								
JSAC PT 0661-1 CI	7	0	128.28	127.00	4.03	4.36	3.73	3	3	3
z-score		0%								

認証値 (付与値)	不確かさ	NIQR	En
292.6	7.9	30.6	-0.2
595.0	15.0	56.0	-0.5
127.5	8.0	37.7	0.1

図1 プラスチック標準物質安定性試験結果：認証値と安定性試験の値

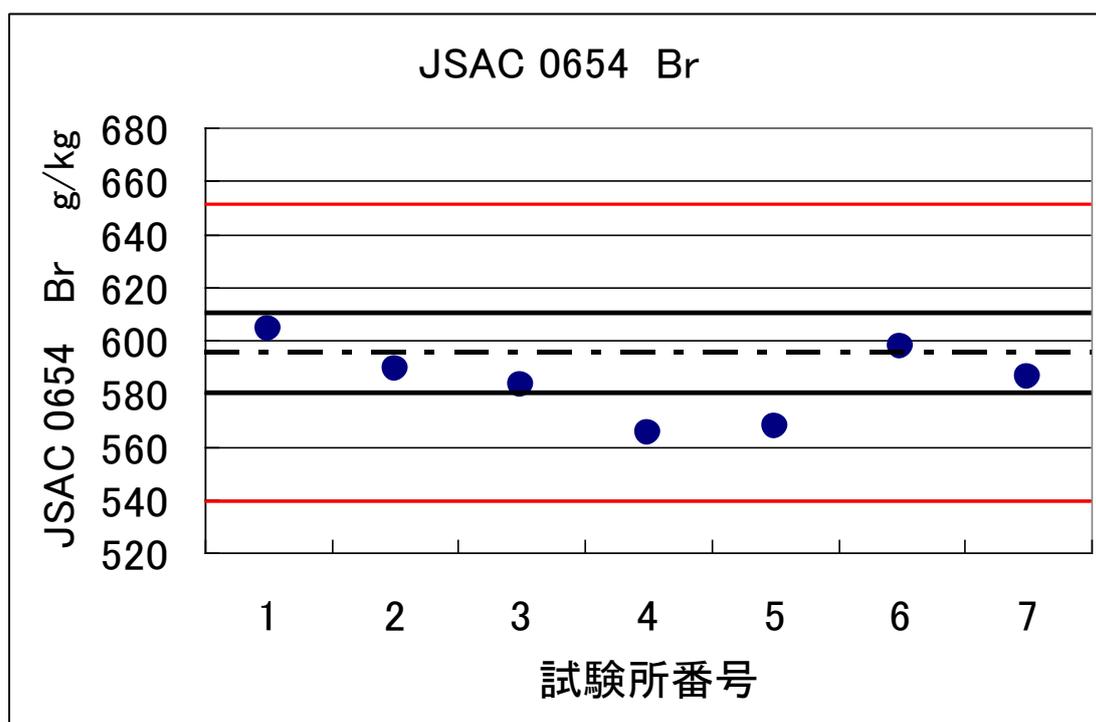
JSAC 0653 Br

●各試験所の測定値 — — 認証値 ———— 認証値±不確かさ ———— 認証値±認証共同実験 NIQR

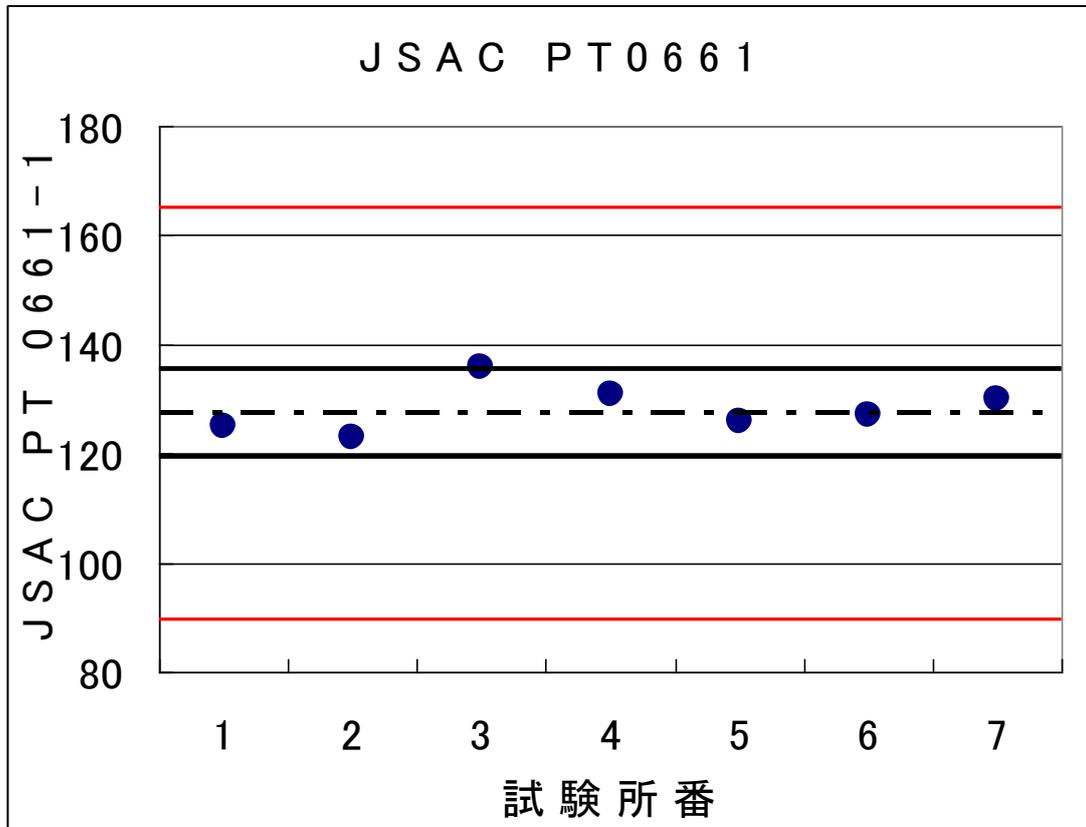


JSAC 0654 Br

●各試験所の測定値 — — 認証値 ———— 認証値±不確かさ ———— 認証値±認証共同実験 NIQR



●各試験所の測定値 — 付与値 — 付与値±不確かさ — 付与値±技能試験 NIQR



以上

\*\*\*\*\*

(公社) 日本分析化学会  
標準物質委員会 事務局  
〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2  
五反田サンハイツ 304

TEL : 03-3490-3351

FAX : 03-3490-3572

E-mail : [crmpt@ml.jsac.or.jp](mailto:crmpt@ml.jsac.or.jp)

web site : JSAC→検索 <http://www.jsac.jp>

\*\*\*\*\*