

# 鉛フリーはんだ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ディスク試料を選択した。

### (2) 分析対象成分

原則として認証値の付与された成分 Pb、Cd、Ag 及び Cu 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、JIS Z 3910 2008 年版「はんだ分析方法」も参考に、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。図-1 参照。

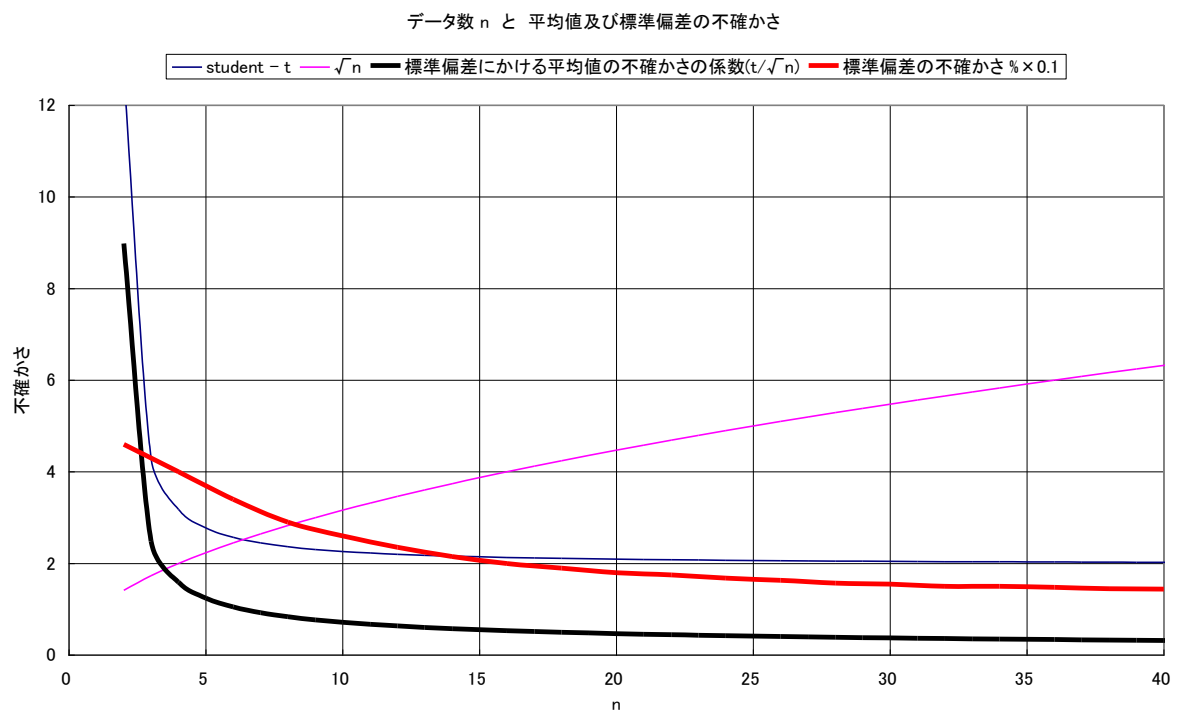


図-1 平均値の不確かさ (黒の太線)

(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  $\leq 1$       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)

## 2. 分析試料と成分

JSAC 0131, JSAC 0132, JSAC 0133, JSAC 0134 (4水準)

金属成分蛍光X線分析用認証標準物質 ディスク状試料

試料形状：30mm 径×2.0mm 厚さ、 各1個

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 0131	Pb	13.9	2009.01/07	6
JSAC 0131	Cd	<3	2009.01/07	6
JSAC 0131	Ag	0.488	2009.01/07	6
JSAC 0131	Cu	0.102	2009.01/07	6
JSAC 0132	Pb	520.9	2009.01/07	6
JSAC 0132	Cd	88.0	2009.01/07	6
JSAC 0132	Ag	2.98	2009.01/07	6
JSAC 0132	Cu	1.01	2009.01/07	6
JSAC 0133	Pb	1022	2009.01/07	6
JSAC 0133	Cd	832	2009.01/07	6
JSAC 0133	Ag	3.41	2009.01/07	6
JSAC 0133	Cu	0.756	2009.01/07	6
JSAC 0134	Pb	2007	2009.01/07	6
JSAC 0134	Cd	1530	2009.01/07	6
JSAC 0134	Ag	3.91	2009.01/07	6
JSAC 0134	Cu	0.513	2009.01/07	6

\* 試料 JSAC 0131 Cd の分析値は参考値です

## 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

・環境テクノ株式会社 企画開発部 企画開発グループ
・株式会社 コベルコ科研 高砂事業所 分析技術室
・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
・株式会社 東海テクノ 環境事業部四日市分析センターラボ Gr
・東芝ナノアナリシス株式会社 化学分析技術センター
・株式会社 東レリサーチセンター 無機分析化学研究部
・株式会社 三井化学分析センター 構造解析研究部

\* 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11月～2009年1月

認証年月日：2009年6月8日

ミニ共同実験月：2015年1月～3月

共同実験からの経過年月：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 鉛フリーはんだ認証標準物質は 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 0132-Cd 濃度について、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	2	4	6	7	11	16	21
JSAC 0131-Pb	14.2	14.5	13.9	13.7	13.2	13.3	14.3
z-score	0.535	1.118	0.000	-0.351	-1.237	-1.062	0.750
JSAC 0131-Ag	0.486	0.492	0.488	0.460	0.485	0.504	0.488
z-score	-0.529	1.154	0.000	-7.990	-0.943	4.527	0.071
				#		#	
JSAC 0131-Cu	0.102	0.100	0.104	0.096	0.100	0.099	0.099
z-score	1.207	0.015	2.506	-2.773	0.000	-0.786	-0.690
JSAC 0132-Pb	522.3	525.6	514.0	525.4	529.2	532.0	537.2
z-score	-0.661	0.000	-2.342	-0.037	0.718	1.282	2.339
JSAC 0132-Cd	86.12	85.53	85.19	86.06	86.22	87.02	84.40
z-score	0.100	-0.882	-1.450	0.000	0.267	1.599	-2.766
JSAC 0132-Ag	2.97	2.97	2.98	2.97	2.97	2.97	2.97
z-score	1.070	-0.083	3.566	-0.594	0.951	0.000	-0.832
			#				
JSAC 0132-Cu	1.00	0.99	1.00	1.00	1.01	0.98	1.00
z-score	0.000	-1.843	-0.180	0.630	1.979	-5.953	0.045
						#	
JSAC 0133-Pb	1020	1013	1011	1019	1018	1011	1048
z-score	0.359	-0.901	-1.348	0.180	0.000	-1.258	5.303
							#
JSAC 0133-Cd	830.3	839.7	847.7	832.7	831.7	861.8	845.1
z-score	-0.897	0.000	0.759	-0.664	-0.764	2.101	0.512
JSAC 0133-Ag	3.43	3.42	3.44	3.39	3.42	3.44	3.36
z-score	0.115	0.000	0.974	-1.503	-0.105	0.974	-2.901

<b>JSAC 0133-Cu</b>	<b>0.75</b>	<b>0.75</b>	<b>0.76</b>	<b>0.75</b>	<b>0.76</b>	<b>0.75</b>	<b>0.75</b>
<i>z-score</i>	<b>0.000</b>	<b>-0.377</b>	<b>1.494</b>	<b>0.522</b>	<b>1.537</b>	<b>-0.305</b>	<b>-0.500</b>
<b>JSAC 0134-Pb</b>	<b>2006</b>	<b>1988</b>	<b>1987</b>	<b>1954</b>	<b>2020</b>	<b>1961</b>	<b>2004</b>
<i>z-score</i>	<b>0.768</b>	<b>0.000</b>	<b>-0.080</b>	<b>-1.495</b>	<b>1.356</b>	<b>-1.190</b>	<b>0.660</b>
<b>JSAC 0134-Cd</b>	<b>1537</b>	<b>1544</b>	<b>1558</b>	<b>1516</b>	<b>1530</b>	<b>1559</b>	<b>1513</b>
<i>z-score</i>	<b>0.000</b>	<b>0.348</b>	<b>0.997</b>	<b>-0.997</b>	<b>-0.356</b>	<b>1.045</b>	<b>-1.163</b>
<b>JSAC 0134-Ag</b>	<b>3.93</b>	<b>3.94</b>	<b>3.91</b>	<b>3.88</b>	<b>3.89</b>	<b>3.96</b>	<b>3.87</b>
<i>z-score</i>	<b>0.451</b>	<b>0.747</b>	<b>0.000</b>	<b>-0.942</b>	<b>-0.557</b>	<b>1.234</b>	<b>-1.141</b>
<b>JSAC 0134-Cu</b>	<b>0.513</b>	<b>0.504</b>	<b>0.513</b>	<b>0.505</b>	<b>0.510</b>	<b>0.517</b>	<b>0.514</b>
<i>z-score</i>	<b>0.000</b>	<b>-2.051</b>	<b>0.000</b>	<b>-1.771</b>	<b>-0.594</b>	<b>1.010</b>	<b>0.333</b>

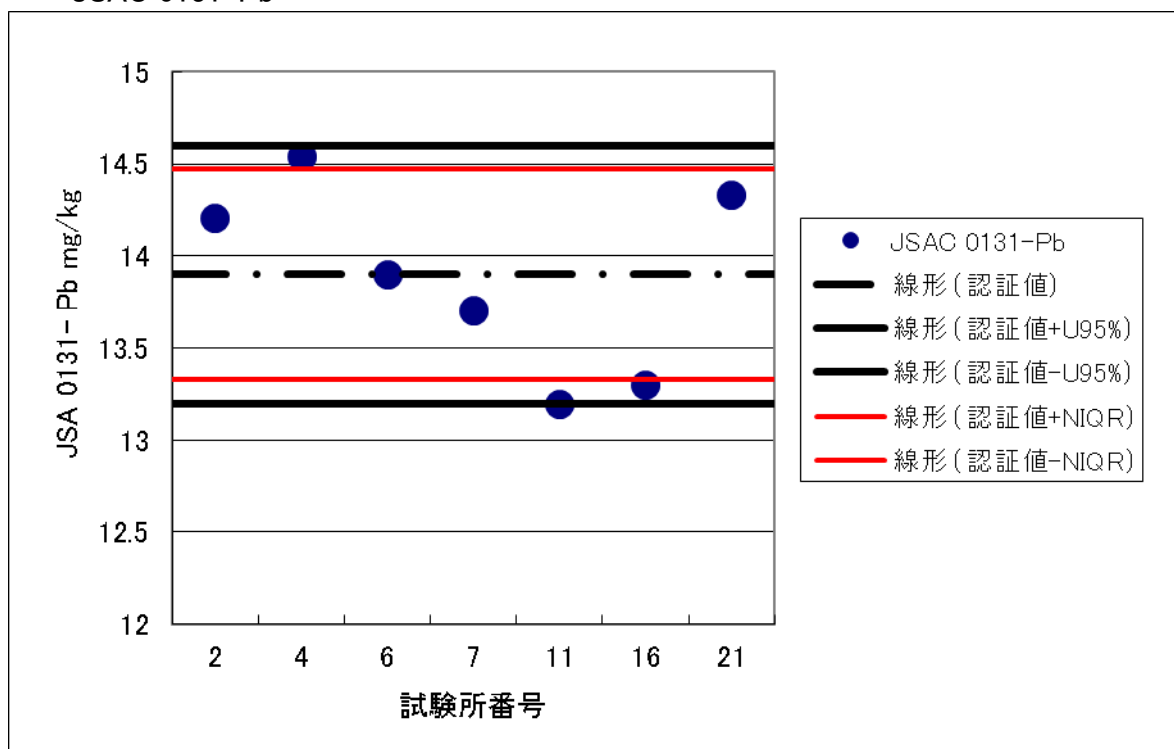


<b>JSAC 0134-Cd</b>	<b>7</b>	<b>0</b>	<b>1536.62</b>	<b>1537.00</b>	<b>17.20</b>	<b>18.6</b>	<b>21.06</b>	<b>1.12</b>	<b>1.21</b>	<b>1.37</b>
<i>z-score</i>		<b>0%</b>								
<b>JSAC 0134-Ag</b>	<b>7</b>	<b>0</b>	<b>3.91</b>	<b>3.91</b>	<b>0.031</b>	<b>0.034</b>	<b>0.038</b>	<b>0.80</b>	<b>0.86</b>	<b>0.96</b>
<i>z-score</i>		<b>0%</b>								
<b>JSAC 0134-Cu</b>	<b>7</b>	<b>0</b>	<b>0.51</b>	<b>0.51</b>	<b>0.004</b>	<b>0.005</b>	<b>0.004</b>	<b>0.85</b>	<b>0.92</b>	<b>0.82</b>
<i>z-score</i>		<b>0%</b>								

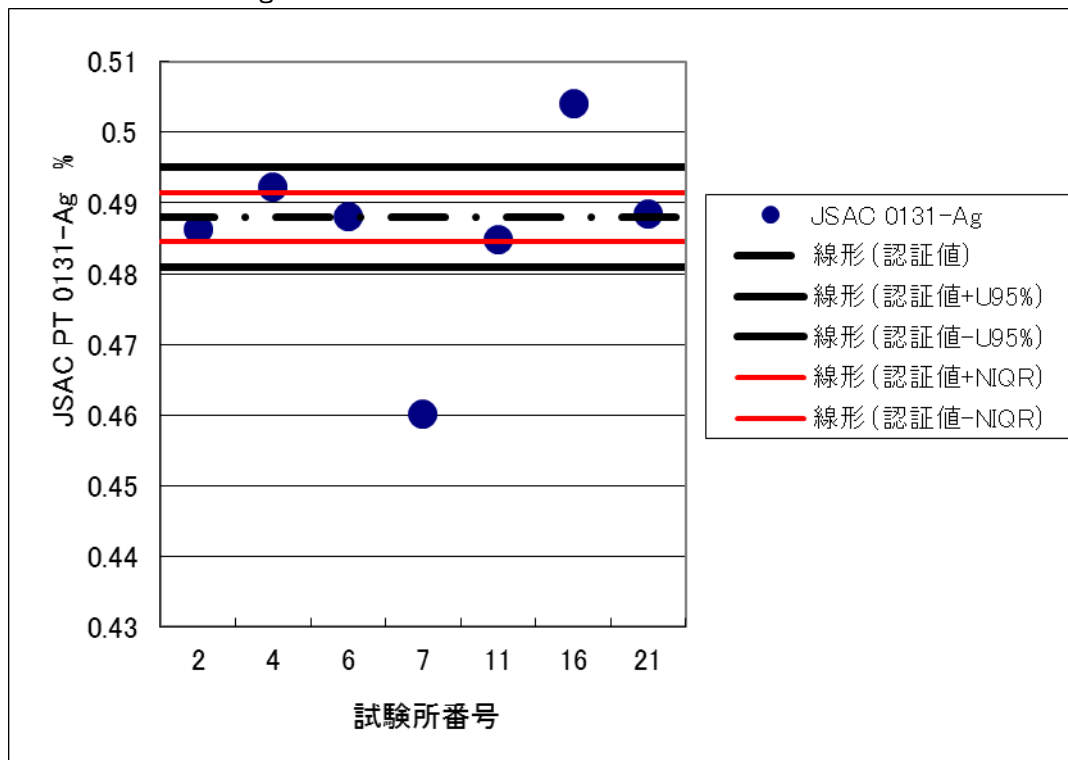
<b>1530</b>	<b>17.0</b>	<b>0.274</b>
<b>3.91</b>	<b>0.03</b>	<b>0.043</b>
<b>0.513</b>	<b>0.009</b>	<b>-0.220</b>



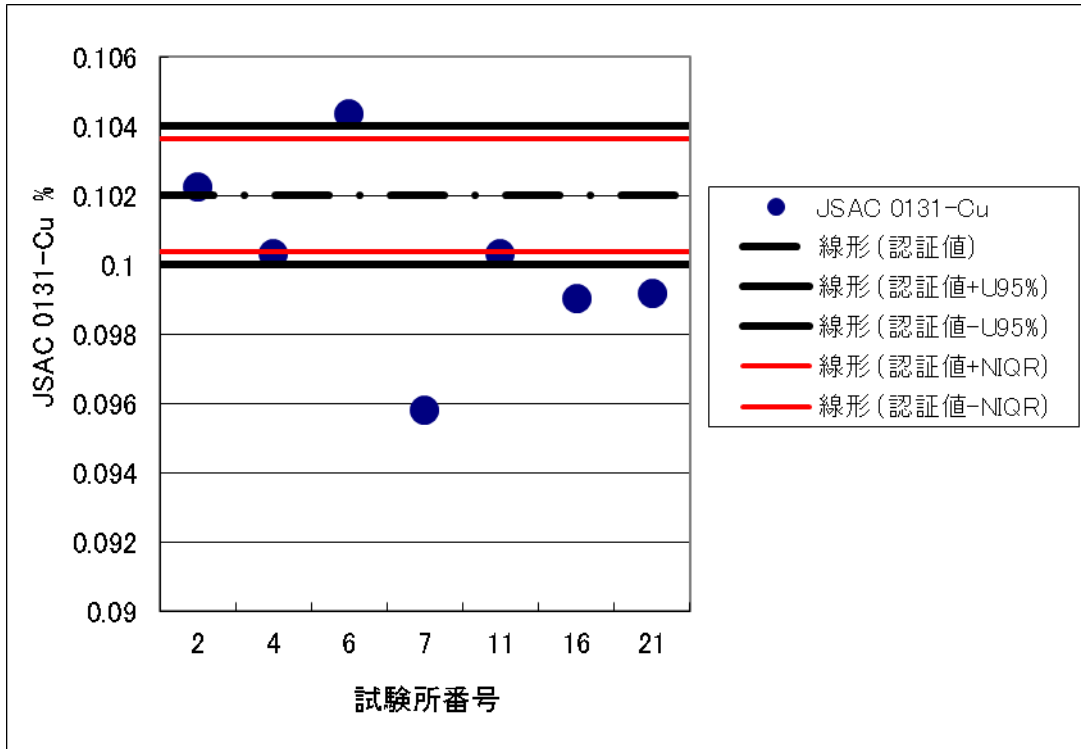
図1 鉛フリーはんだ認証標準物質安定性試験結果：認証値と安定性試験の値  
JSAC 0131-Pb



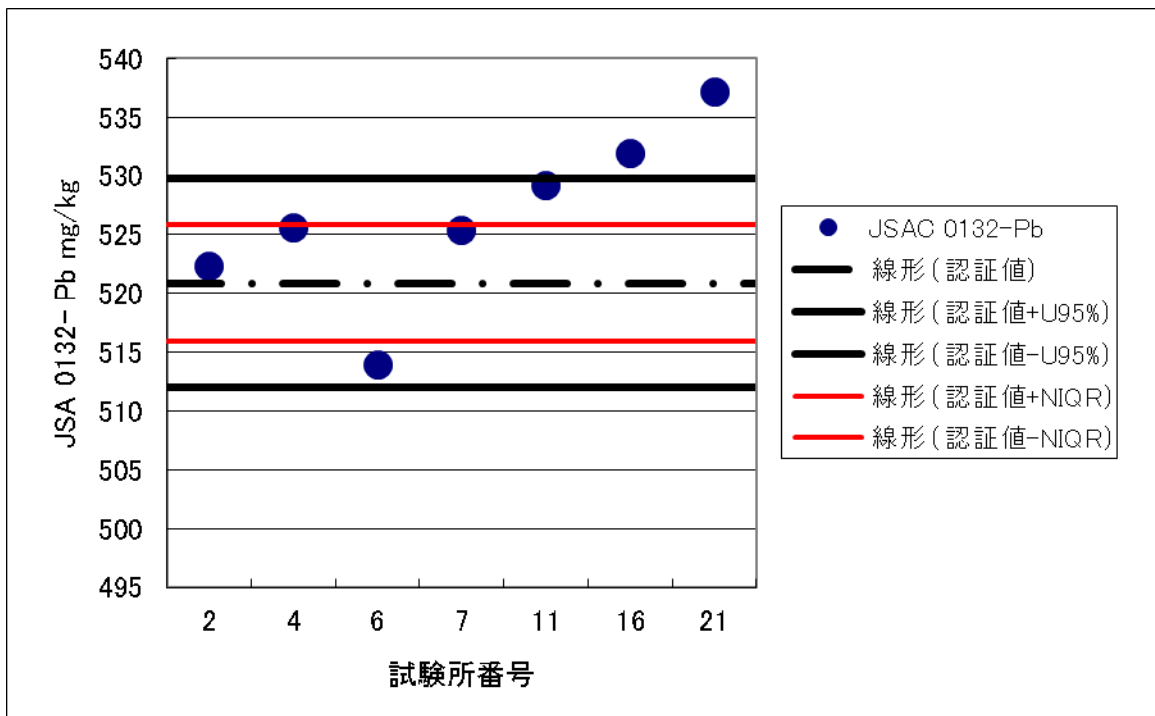
JSAC 0131-Ag



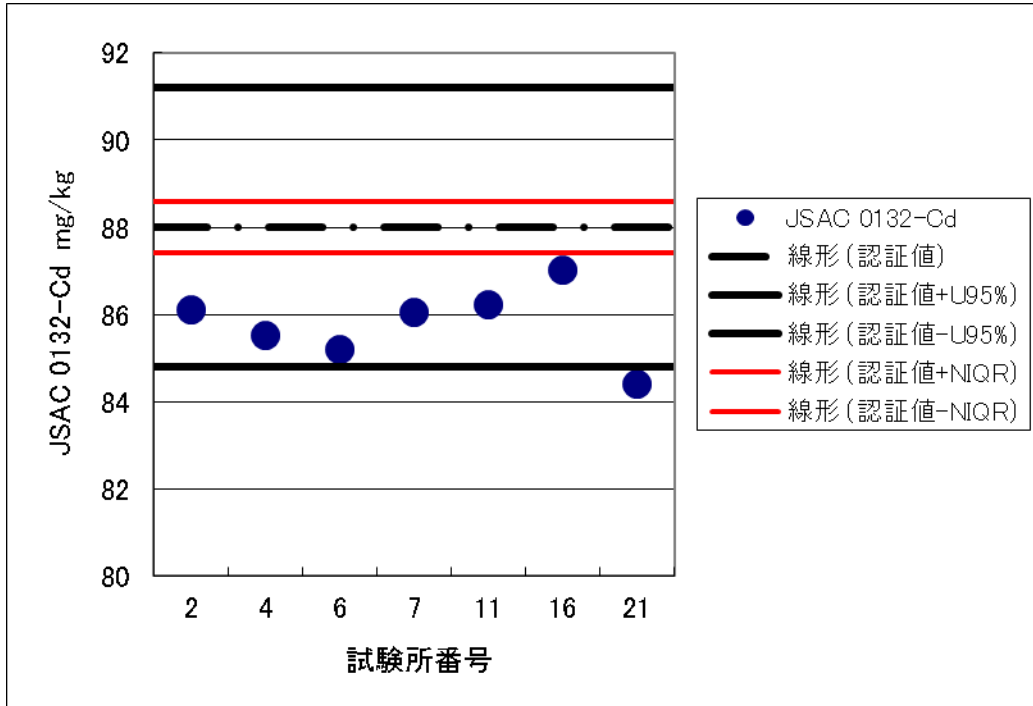
JSAC 0131-Cu



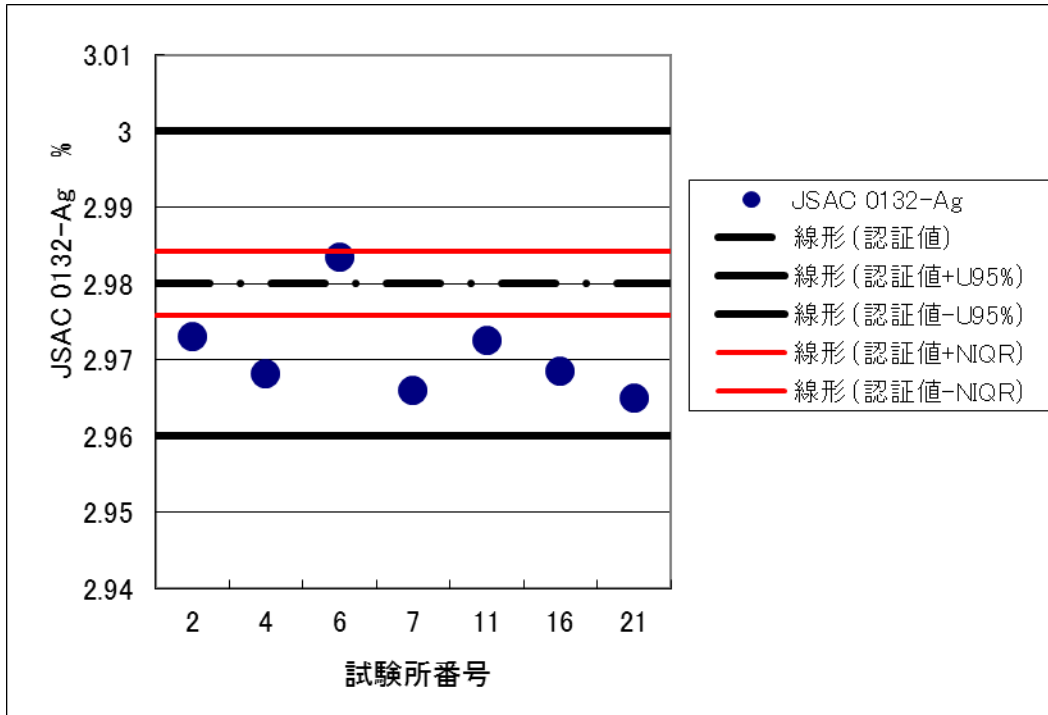
JSAC 0132-Pb



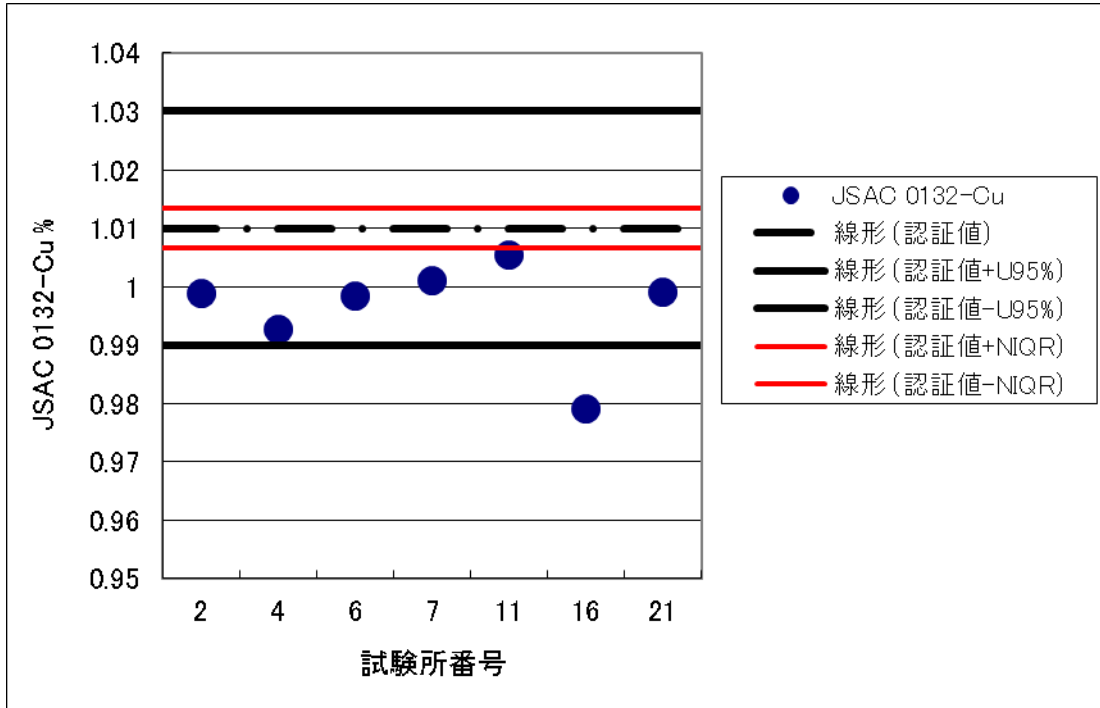
JSAC 0132-Cd



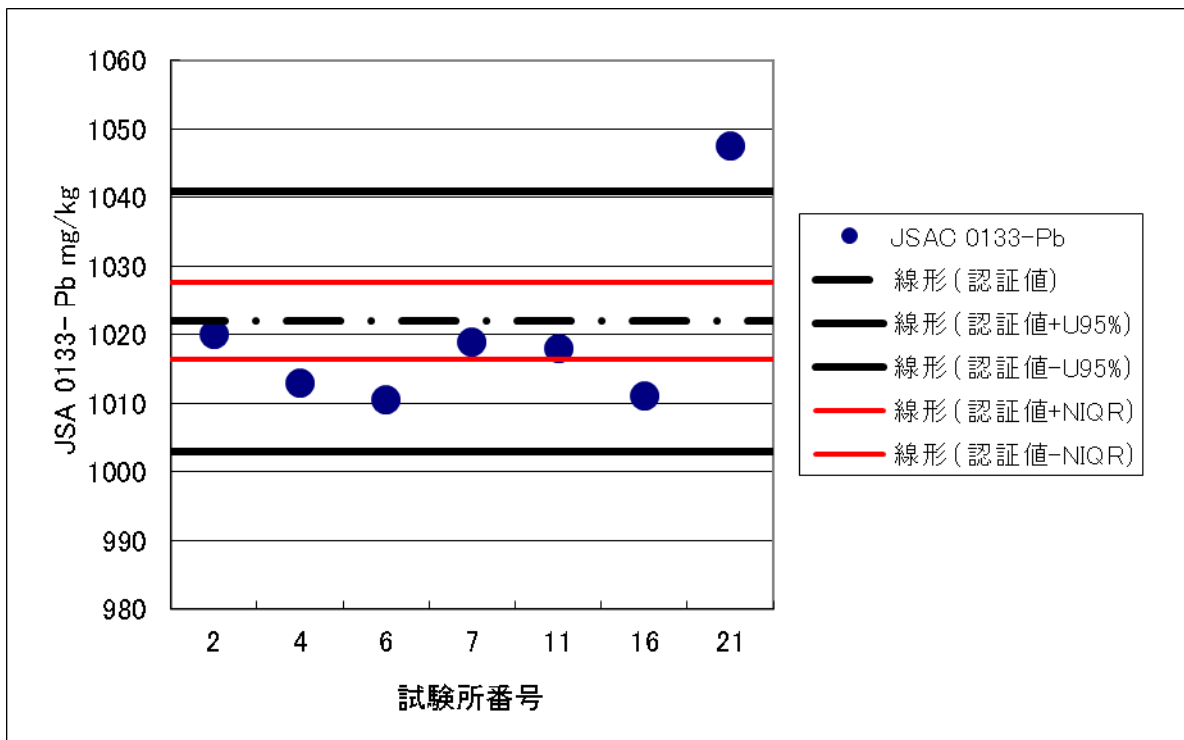
JSAC 0132-Ag



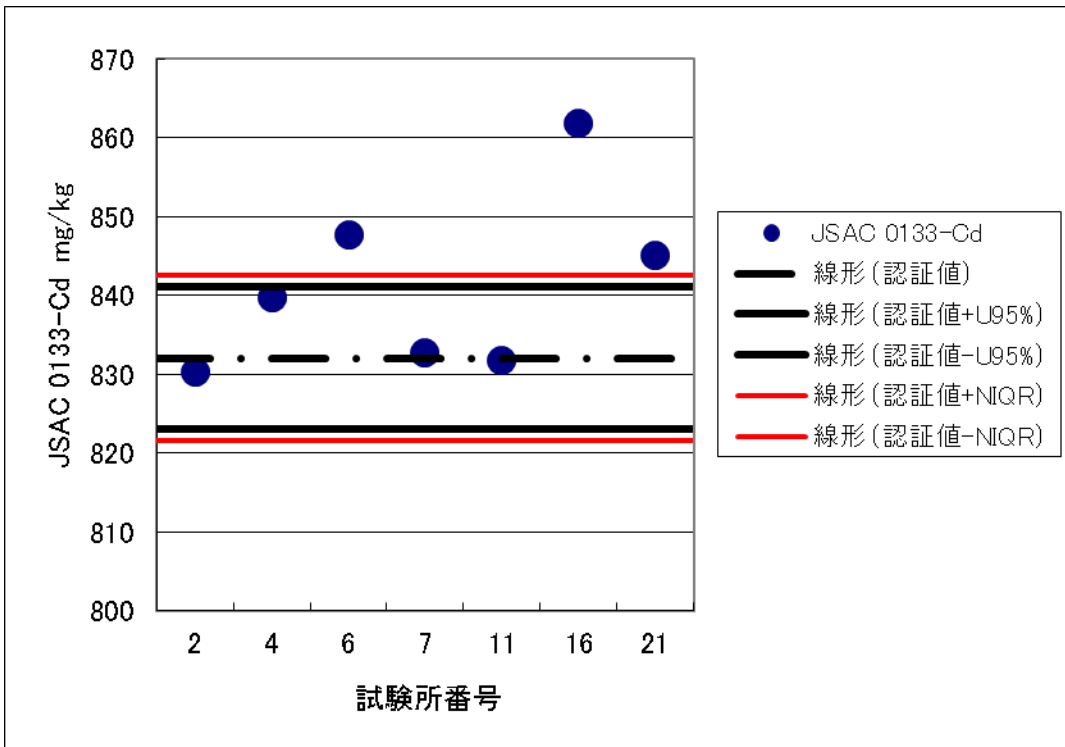
JSAC 0132-Cu



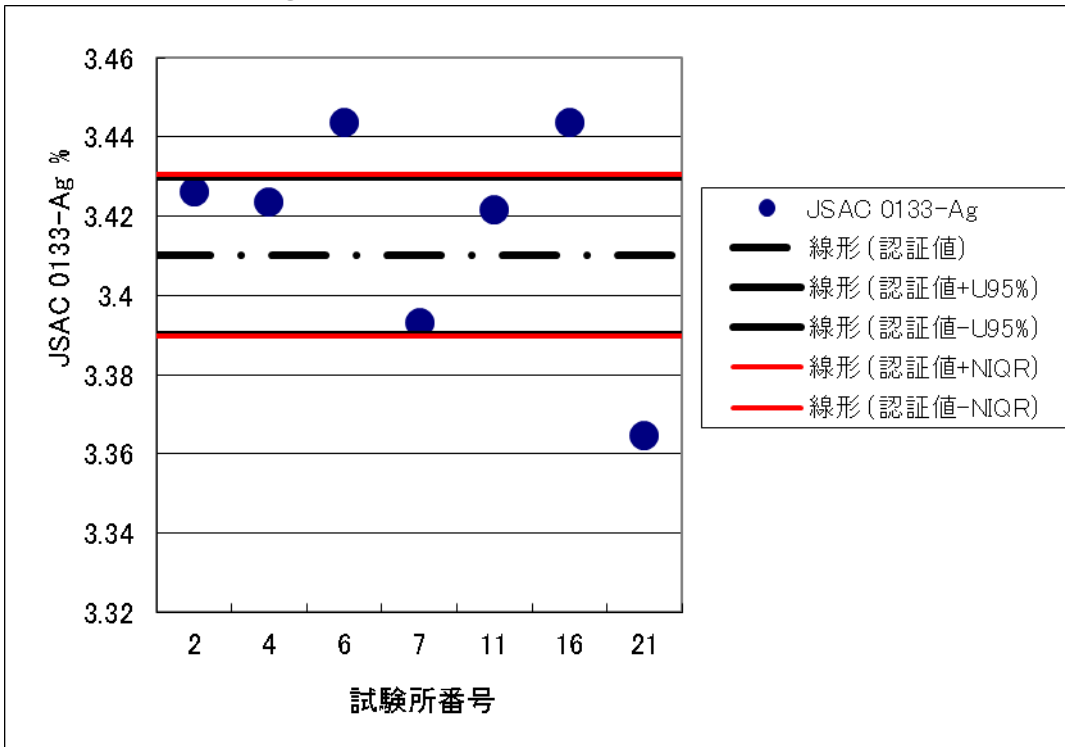
JSAC 0133-Pb



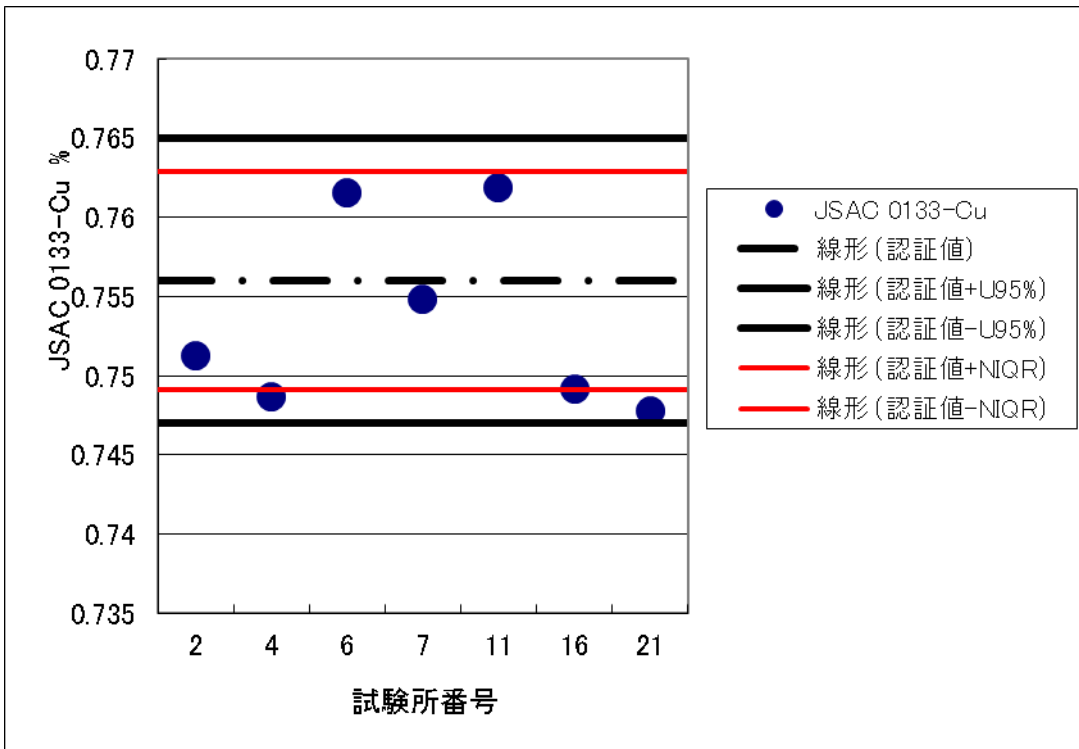
JSAC 0133-Cd



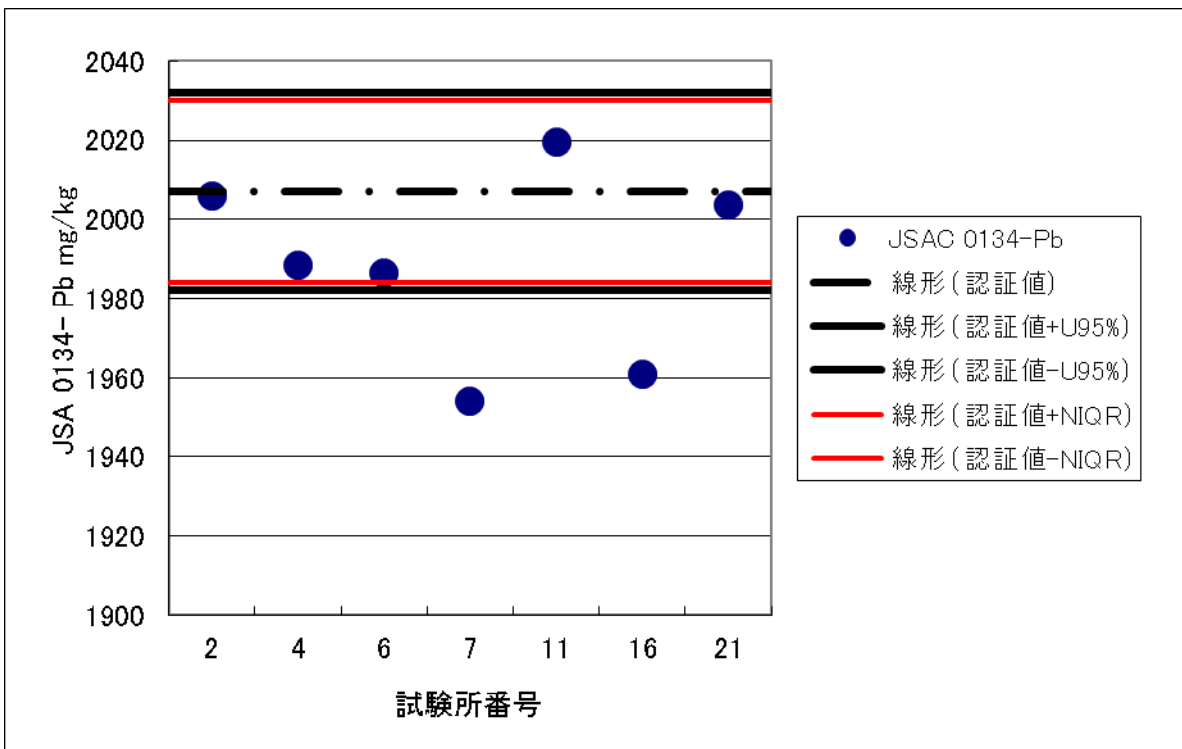
JSAC 0133-Ag



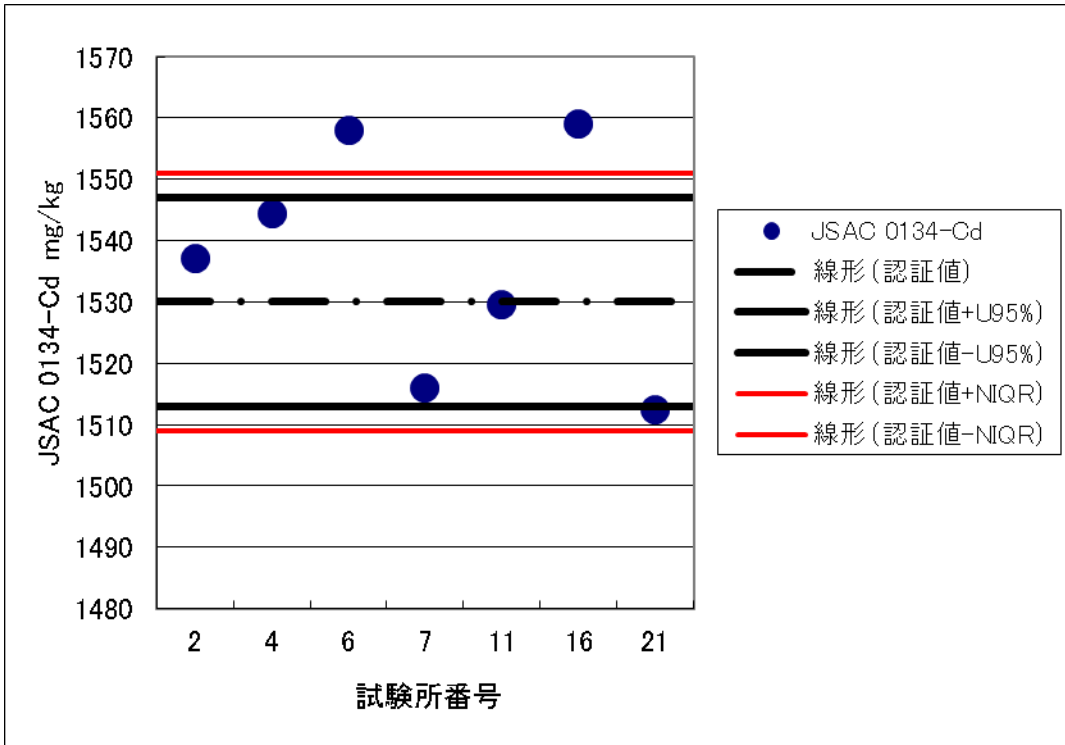
JSAC 0133-Cu



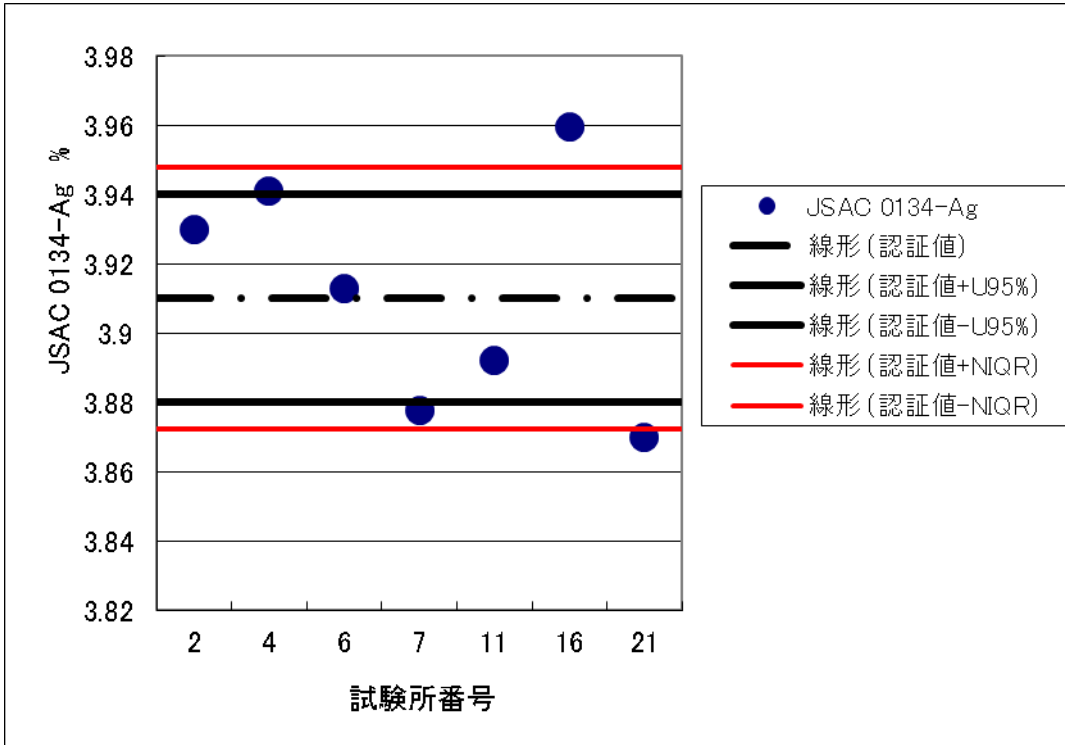
JSAC 0134-Pb



JSAC 0134-Cd



JSAC 0134-Ag



### JSAC 0134-Cu

