

# プラスチック認証標準物質中 PBDEs の安定性評価結果（第 1 回）

2016-04-06

## 1. 安定性試験の方法

### (1) 試料の選択

在庫の標準物質 JSAC 0641, JSAC 0642 から任意の 6 組の試料を選択した。

### (2) 分析対象成分

認証値に記載された PBDEs 成分とした。

### (3) 分析方法

共同実験（認証値決定時）と同等の方法とし、具体的には、IEC 62321 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。具体的には、第 7 回から第 10 回のプラスチック技能試験のほぼ全ての PBDEs において、 $z$  スコアが -1 から 1.5 の試験所とした。

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。

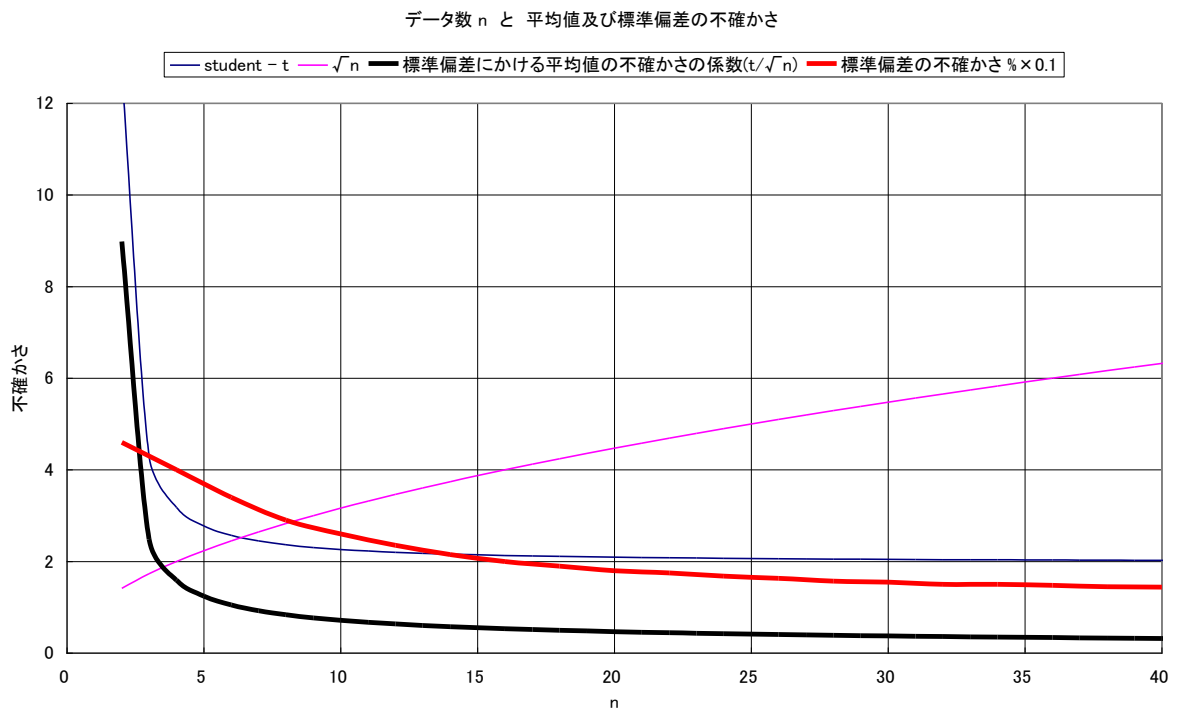


図-1 平均値の不確かさ（黒の太線）

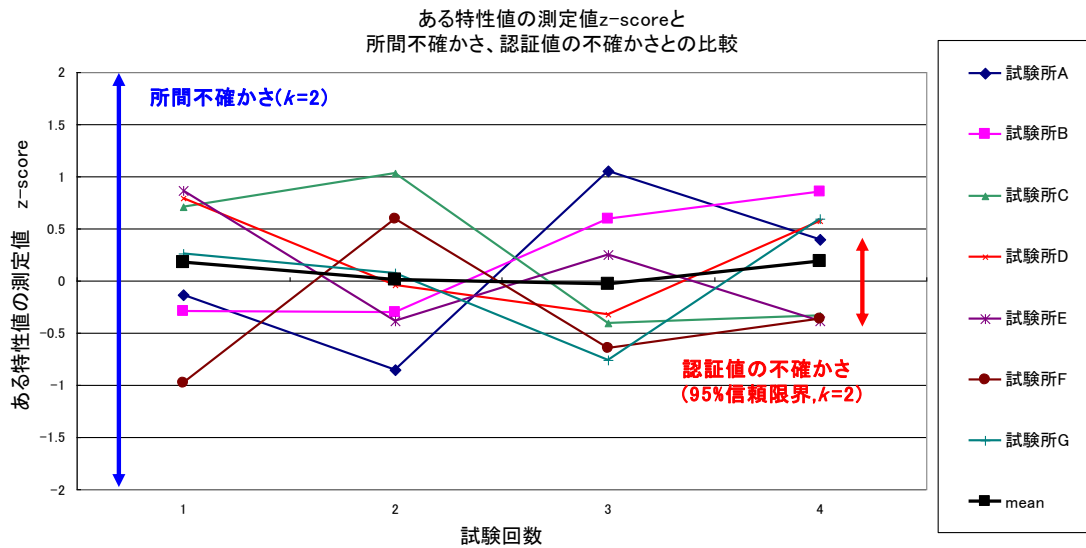


図-2 共同実験における 7 試験所の平均値

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 (表-2 では  $SD$  と表示)
- $N$  : 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：瓶入り粉末状（0.15 mm 以下）

材質：ポリエステル

分析対象成分：認証値記載の PBDEs 成分

### 認証値記載成分と認証値

標準物質名	元素名	認証値	不確かさ	所間標準偏差
JSAC 0641	8 成分	表2参照		
JSAC 0642	6 成分			

## 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

株式会社 産業分析センター
東芝環境ソリューション 株式会社
ユーロフィン・フードアンドプロダクト・テストング 株式会社
日立化成テクノサービス 株式会社 日立事業所
株式会社 東洋検査センター 延岡事業所
株式会社 島津テクノリサーチ

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	認証時共同実験 年月	認証日付	ミニ共同実験 年月	共同実験 からの経 過年数
JSAC 0641	8 成分	2008-10/2009-01	2009-06-08	2015-09	7
JSAC 0642	6 成分	2008-10/2009-01	2009-06-08	2015-09	7

## 6. 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。

## 7. 評価

全ての成分で En 絶対値 < 1 であり、当 JSAC プラスチック標準物質は 7 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-1 プラスチックス中PBDEs 安定性試験結果

試験所番号	1	2	3	4	5	6
JSAC 0641 Deca	27.2	26.1	25.4	26.2	27.6	29.6
z-score	0.491	-0.540	-1.246	-0.491	0.932	2.870
JSAC 0641 Nona	23.45	19.95	18.34	20.10	20.85	21.74
z-score	2.629	-0.464	-1.891	-0.331	0.331	1.114
JSAC 0641 Octa	43.30	42.20	50.03	45.55	46.85	55.60
z-score	-0.729	-1.005	0.961	-0.163	0.163	2.361
JSAC 0641 Hepta	60.20	58.95	58.05	58.45	57.00	63.10
z-score	1.162	0.194	-0.507	-0.194	-1.317	3.405
JSAC 0641 Hexa	15.45	14.80	12.91	16.85	17.90	16.98
z-score	-0.472	-0.910	-2.187	0.472	1.179	0.556
JSAC 0641 Penta	28.25	29.95	27.99	28.35	29.10	28.06
z-score	-0.084	2.765	-0.519	0.084	1.341	-0.402
JSAC 0641 Tetra	22.60	19.20	18.64	19.05	18.45	22.07
z-score	1.796	0.039	-0.251	-0.039	-0.349	1.522
JSAC 0641 T-Br	170.75		174.90		173.00	180.30
z-score	-1.132		0.336		-0.336	2.247
JSAC 0642 Deca	131.65	143.60	122.35	132.50	139.50	151.98
z-score	-0.548	0.957	-1.719	-0.441	0.441	2.012
JSAC 0642 Nona	127.90	98.45	100.90	109.00	108.00	129.11
z-score	1.277	-0.661	-0.500	0.033	-0.033	1.356
JSAC 0642 Octa	229.85	319.80	316.05	280.00	283.50	329.63
z-score	-2.483	0.711	0.578	-0.702	-0.578	1.060
JSAC 0642 Hepta	426.80	353.35	344.50	363.50	346.00	366.87
z-score	5.071	-0.376	-1.033	0.376	-0.921	0.626
	#					
JSAC 0642 Hexa	88.55	68.80	62.12	77.00	74.80	67.40
z-score	2.597	-0.465	-1.502	0.806	0.465	-0.682
JSAC 0642 T-Br	792.10		800.30		796.50	791.30
z-score	-0.535		1.458		0.535	-0.729

表-2 プラスチックスPBDEs 安定性試験 統計計算結果

	N	$ z  \geq 3$	average	median	U95%*	SD	NIQR	U95%*CV%	CV%clas	CV%rob	認証値	U95%	SD	$\bar{E}_n$
JSAC 0641 Deca	6	0	26.99	26.65	1.38	1.49	1.02	5	6	4	27.2	2.6	4.7	-0.1
		0%												
JSAC 0641 Nona	6	0	20.74	20.48	1.61	1.74	1.13	8	8	6	21.1	2.7	4.8	-0.1
		0%												
JSAC 0641 Octa	6	0	47.25	46.20	4.56	4.93	3.98	10	10	9	46.9	6.6	11.3	0.0
		0%												
JSAC 0641 Hepta	6	1	59.29	58.70	1.98	2.14	1.29	3	3	2	60.0	4.7	7.8	-0.1
		17%												
JSAC 0641 Hexa	6	0	15.81	16.15	1.67	1.81	1.48	11	11	9	16.4	2.0	3.6	-0.2
		0%												
JSAC 0641 Penta	6	0	28.62	28.30	0.71	0.76	0.60	2	3	2	28.2	2.5	6.8	0.2
		0%												
JSAC 0641 Tetra	6	0	20.00	19.13	1.70	1.84	1.93	8	9	10	18.7	2.5	4.1	0.4
		0%												
JSAC 0641 T-Br	4	0	174.74	173.95	3.77	4.08	2.83	2	2	2	170	5	9.4	0.8
		0%												
JSAC 0642 Deca	6	0	136.93	136.00	9.59	10.37	7.94	7	8	6	137	13	21.7	0.0
		0%												
JSAC 0642 Nona	6	0	112.23	108.50	12.25	13.24	15.20	11	12	14	113	15	24.7	0.0
		0%												
JSAC 0642 Octa	6	0	293.14	299.78	34.20	36.98	28.16	12	13	9	287	42	73.5	0.1
		0%												
JSAC 0642 Hepta	6	1	366.84	358.43	28.42	30.73	13.48	8	8	4	361	30	47.1	0.1
		17%												
JSAC 0642 Hexa	6	0	73.11	71.80	8.56	9.26	6.45	12	13	9	75	13	24.2	-0.1
		0%												
JSAC 0642 T-Br	4	0	795.05	794.30	3.87	4.18	4.11	0	1	1	792	12	20.2	0.2
		0%												

図-1 の凡例

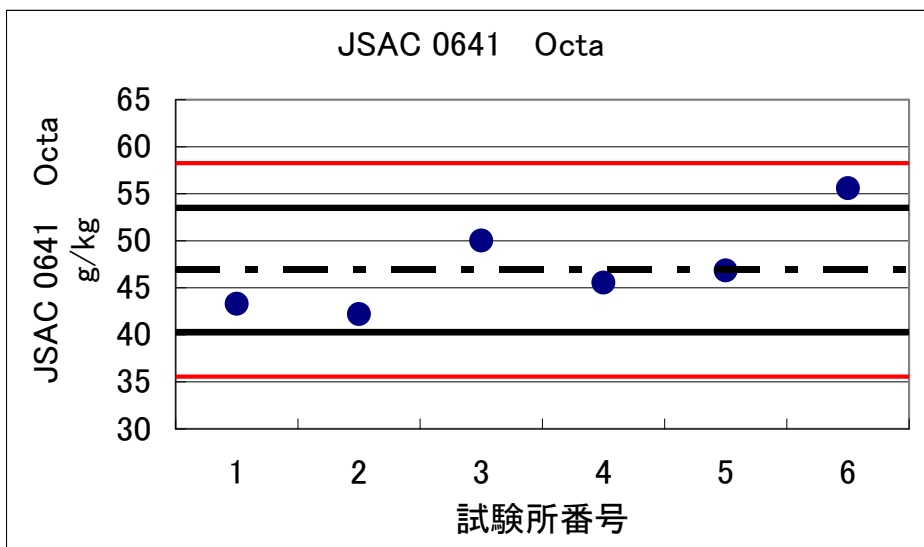
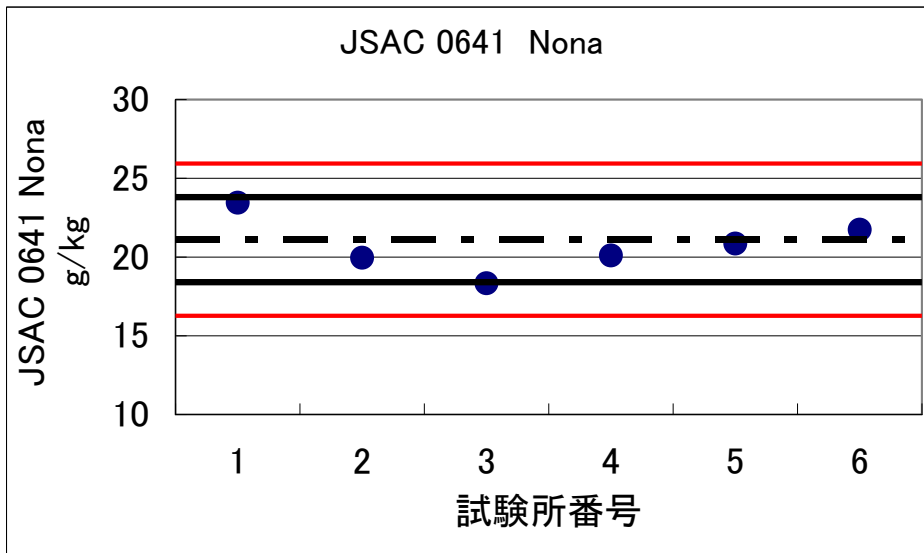
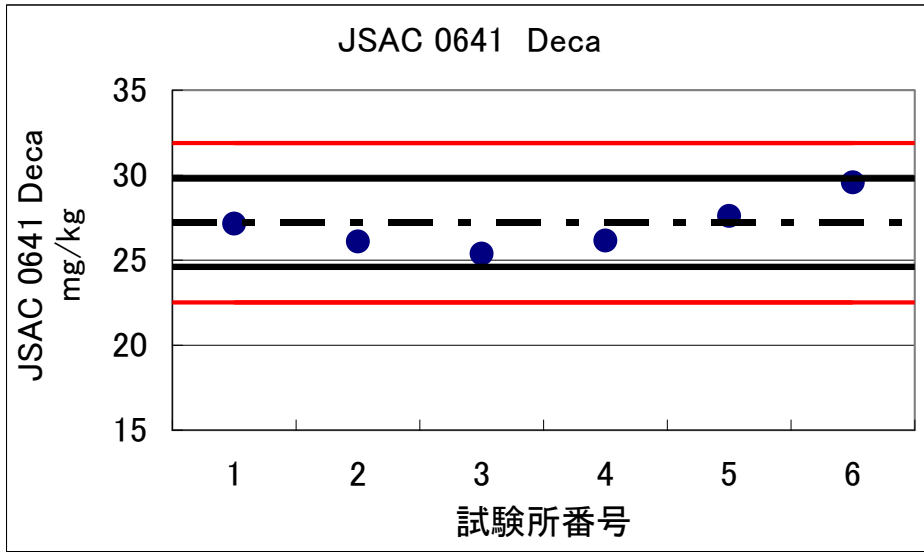
● 安定性試験の各試験所報告値

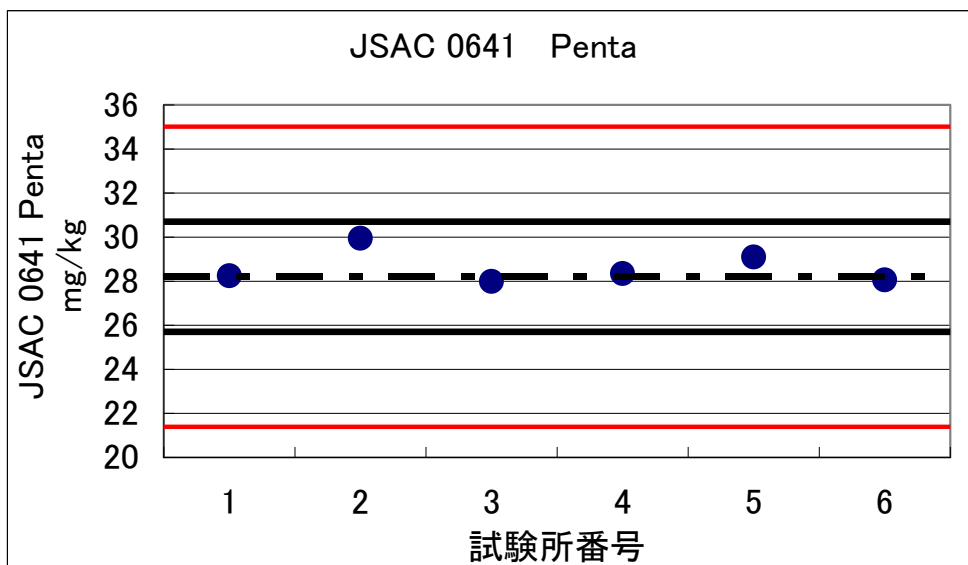
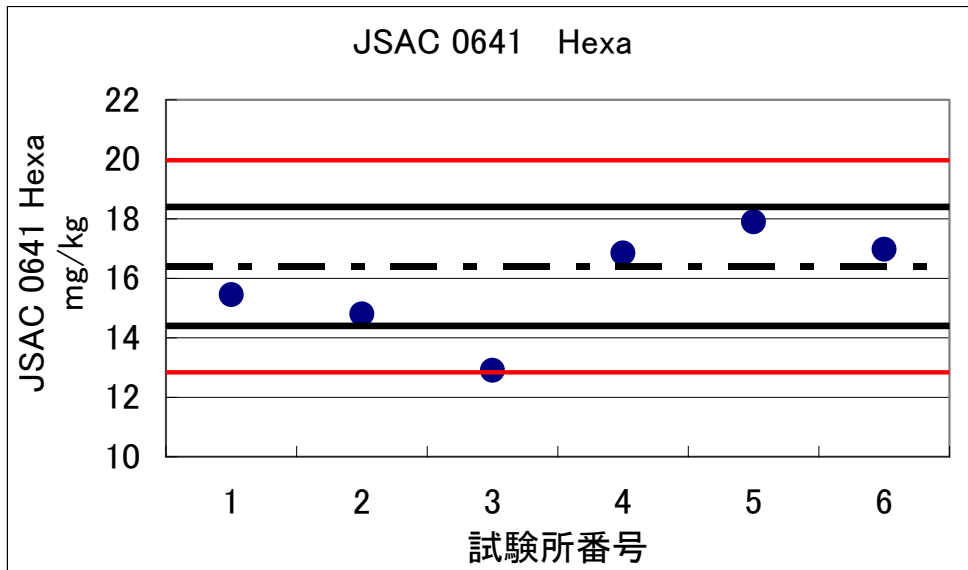
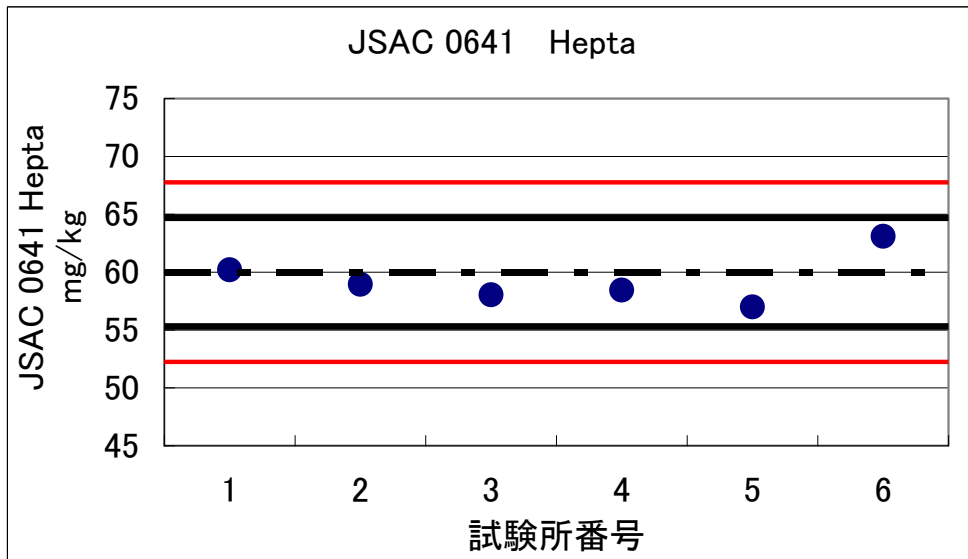
— · — · — 認証値

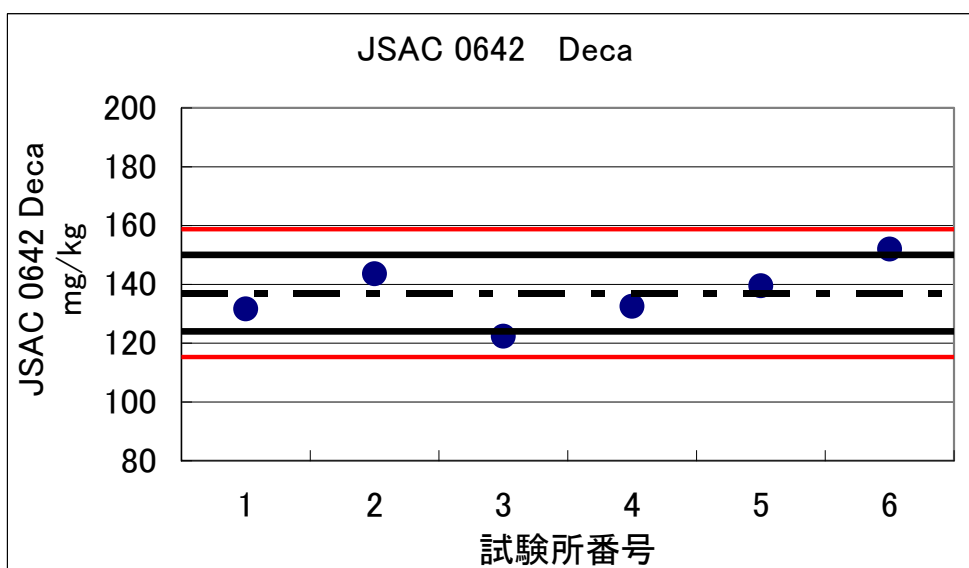
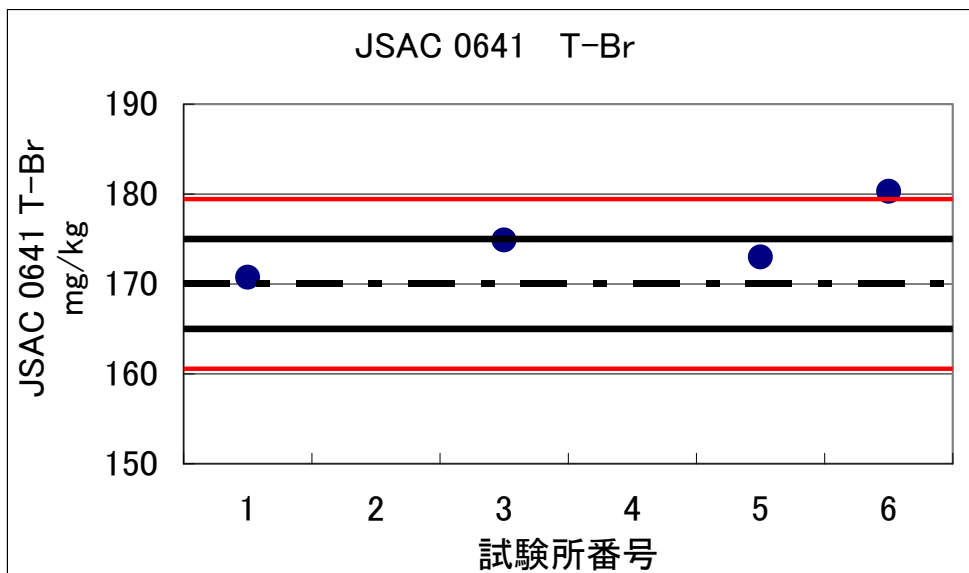
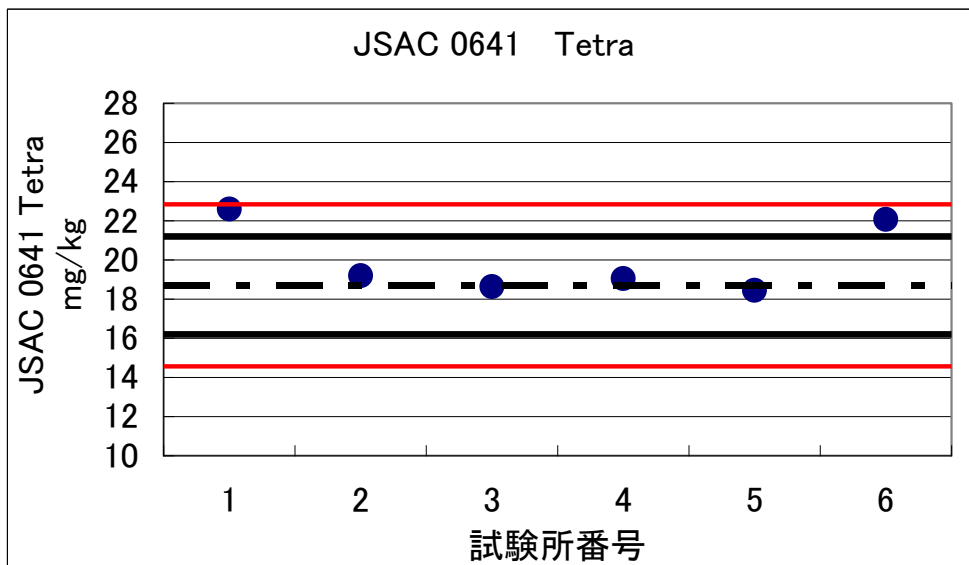
———— 認証値±認証値の不確かさ ( $SD_R$ )

———— 認証値±2×共同実験時空間標準偏差 ( $U_{95\%} = t \times SD_R / \sqrt{N}$ )

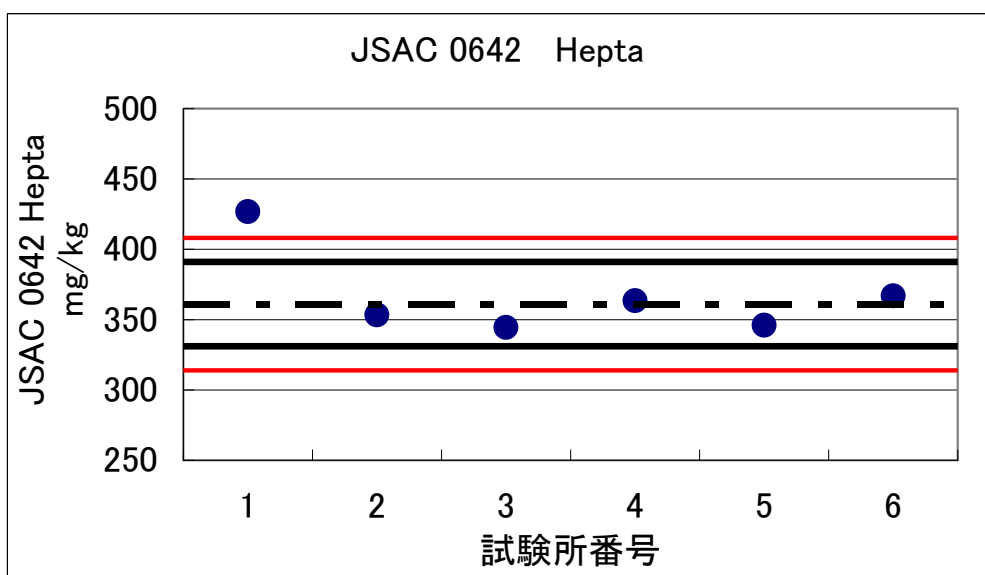
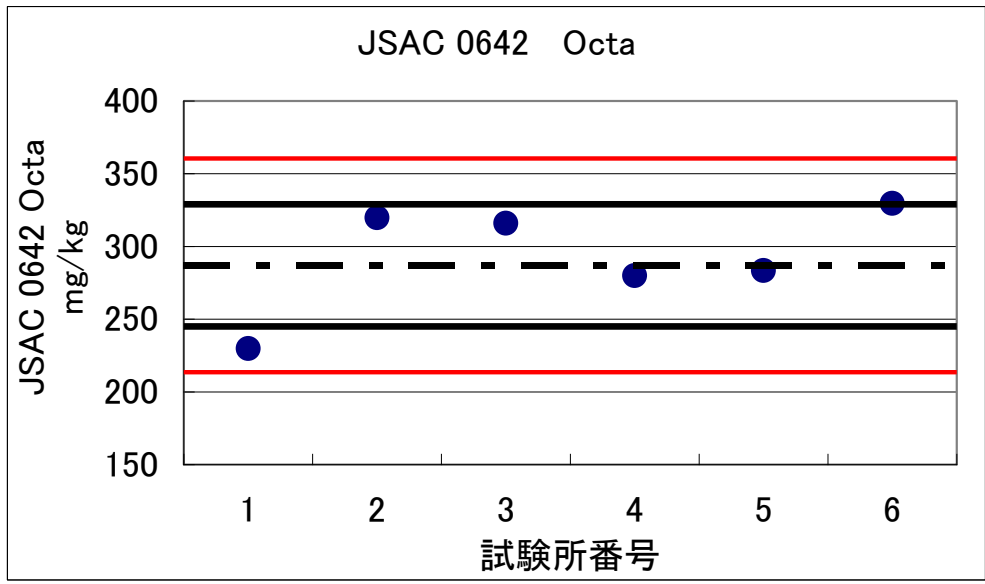
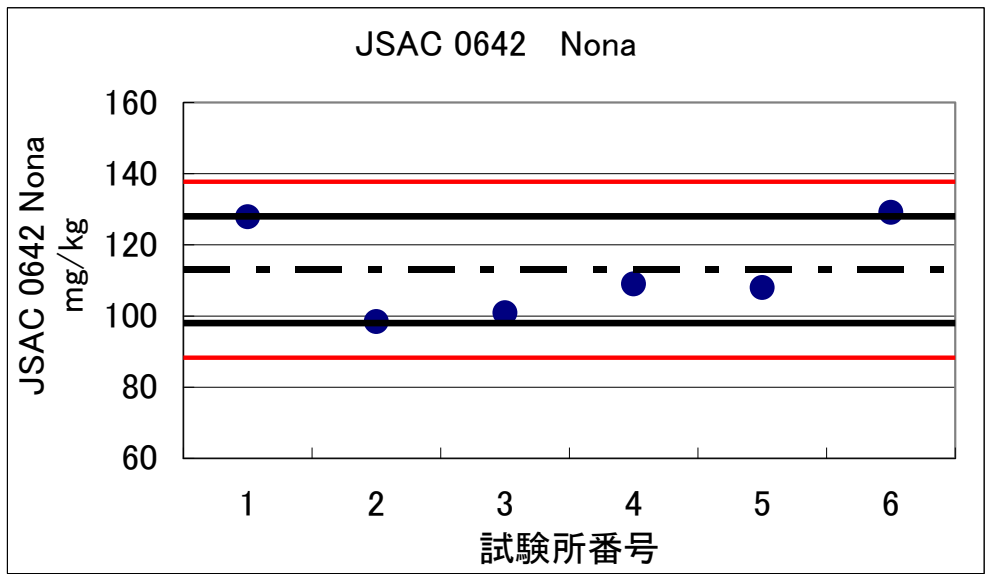
図-1

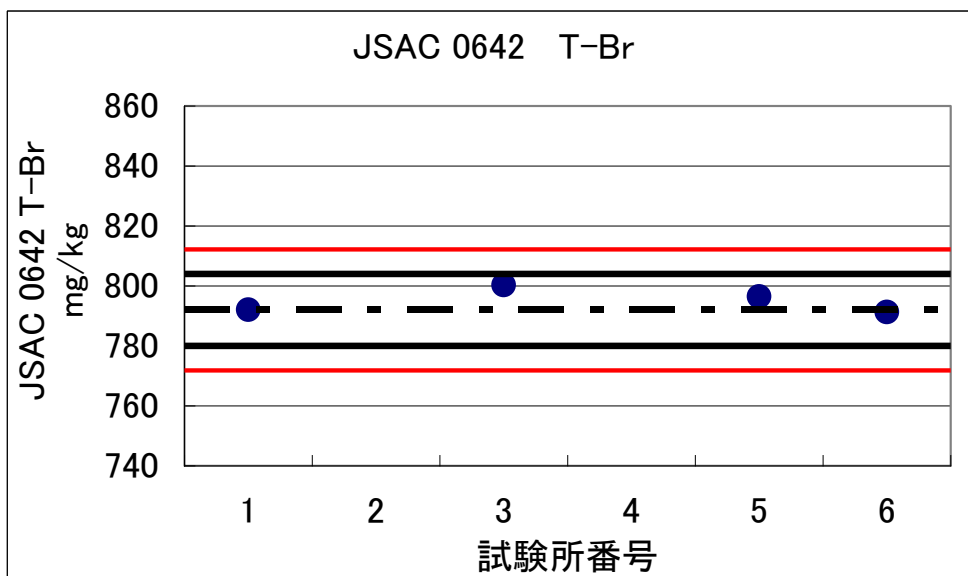
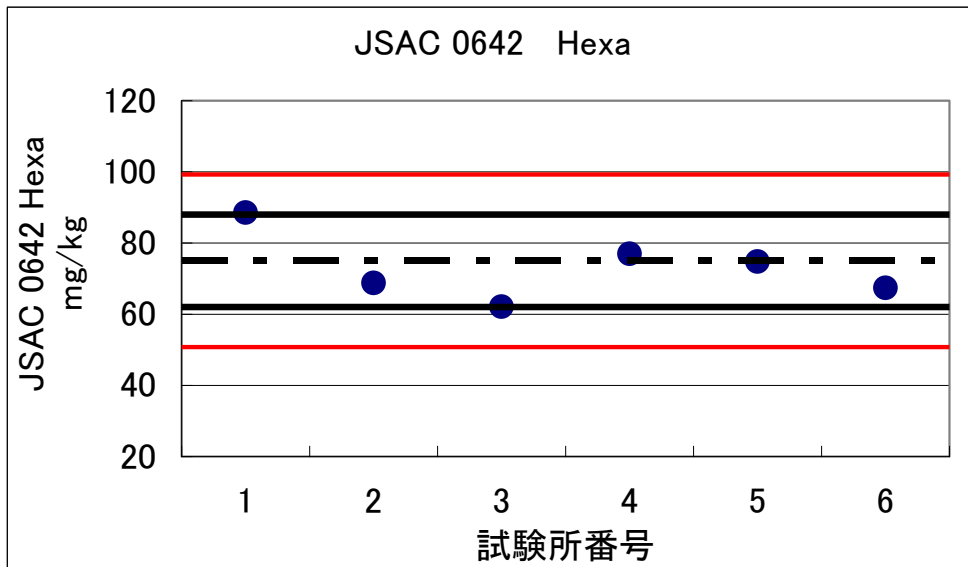












以上

\*\*\*\*\*  
(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>  
\*\*\*\*\*