

*The Japan Society for Analytical Chemistry*

公益社団法人 日本分析化学会

## 付与値 証明書

## Reference Material

JSAC PT0661-1, JSAC PT0661-2, JSAC PT0661-3

## プラスチック中の塩素化学分析用管理試料（ディスク状）

本管理試料は、プラスチック中に含まれる塩素の含有率を付与した標準物質<sup>1)</sup>である。その付与値は、日本分析化学会の「プラスチック中有害金属成分分析の技能試験」<sup>2)</sup>で得られた値に基づいている。表1に塩素含有率とその室間標準偏差を示す。

この管理試料はポリエスチル樹脂ディスクと類似した組成を持つプラスチック中の塩素の化学分析にあたり、この管理試料と分析試料を併行して分析し、試料の分析値が妥当であるかどうかを確認するときなどに有用である。

頒布する管理試料は、径40mm、厚さ4mmの透明なポリエスチル樹脂製のディスクであり、1枚ごとにビニール袋におさめてある。

表1 塩素含有率付与値（単位：μg/g）

	Median <sup>注1</sup>	NIQR <sup>注2</sup>	技能試験 参加試験所数
JSAC PT0661-1	127	19	22
JSAC PT0661-2	223	38	30
JSAC PT0661-3	185	11	32

注1 当該技能試験<sup>2)</sup>で得られた結果の Median (メディアン、中央値) を付与値とした。

注2 NIQR は標準化四分位範囲で、当該技能試験<sup>2)</sup>で得られた結果のロバスト法による所間標準偏差であり、室間標準偏差ともいう。

## 使用上の注意

1. 本管理試料は、日本分析化学会規格：JSAC-D1001；2010<sup>3)</sup>の「プラスチックディスク試料の破碎方法」又は類似の方法で粉碎し、外部からの汚染に注意する。
2. 本管理試料の定量は、例えば、以下のような分析方法(日本分析化学会規格：JSAC-D1001；2010<sup>3)</sup>)あるいは各試験機関が日常使用している分析方法による。
  - (1) 石英ガラス管燃焼ーイオンクロマトグラフィー  
試料を、石英ガラス管内で酸素及びアルゴン気流中で燃焼し、発生する燃焼ガスを吸収液に吸収させた後、イオンクロマトグラフを用いてClを定量する。
  - (2) フラスコ燃焼ーイオンクロマトグラフィー  
試料を、酸素を十分に充てんした燃焼フラスコ内で燃焼し、発生する燃焼ガスを吸収液に捕集してから、イオンクロマトグラフでClを定量する。

## 保管上の注意及び安定性試験

### 1. 保管上の注意

冷暗所に保管する。

### 2. 安定性試験

本管理試料(付与値)の安定性試験は、製造後、定期的に実施し、結果が得られ次第、本会会誌あるいはホームページに掲載する。

## 標準物質の調製方法及び均質性試験

### 1. 調製方法

本管理試料の基材にはポリエステルを用い、これに塩素源として 1,3,5-トリクロロベンゼンを溶解したトルエンを用いた。これをガラス板上において内径 40 mm、深さ 5 mm のアルミリング(型枠)中に手早く流し込み、室温で 6 ~ 12 時間放置して硬化させた。成型後のディスクの厚さは約 4 mm である。

### 2. 均質性試験

プラスチック試料の均質性は 本会技能試験品質マニュアル<sup>4)</sup>に従って試験した。本管理試料の中から任意に 10 個を取り出し、蛍光 X 線分析法で 1 個の試料を 2 回分析し、均質であることを確認した<sup>2)</sup>。

## 付与値の決定方法

### 1. 付与値の決定方法

付与値の分析は、日本分析化学会規格: JSAC-D1001;2010<sup>3)</sup>の臭素分析法に準じた。なお、分析方法の詳細は、プラスチック中有害金属成分分析の技能試験報告書<sup>2)</sup>に記載してある。

### 2. 分析技能試験の実施期間

JSAC PT0661-1 は 2012 年 2 月 3 日から 2012 年 5 月 11 日に、JSAC PT0661-2 は 2013 年 2 月 1 日から 2013 年 5 月 10 日に、JSAC PT0661-3 は 2014 年 2 月 3 日から 2014 年 5 月 9 日に分析技能試験を行った。

### 3. 付与値の決定

プラスチック中有害金属成分分析の技能試験に参加した試験機関が報告した結果を集計して、ロバスト法による平均値(メディアン)を付与値と決定した。さらに、ロバストな所間標準偏差(NIQR)を求めて表 1 の付与値に併記した。

**承認日** 2014 年 7 月 18 日

**頒布機関** 公益社団法人 日本分析化学会

**承認責任者** 公益社団法人 日本分析化学会

標準物質委員会

委員長 上本 道久

## プラスチック分析技能試験実行委員会

	氏名	所属
委員長	須藤 和冬	(株)三井化学分析センター
委 員	中野 和彦	(公財)高輝度光科学研究センター
	坂東 篤	(株)堀場製作所 分析センター
	植田 新二	(一財) 化学物質評価研究機構 高分子技術部
	大川 典子	(株)住化分析センター
	鶴田 曜	環境テクノス(株)
事務局	柿田 和俊	(公社)日本分析化学会

## 有害金属分析用プラスチック標準物質作製委員会

	氏名	所属
委員長	中村 利廣	明治大学理工学部
委 員	中井 泉	東京理科大学理学部
委 員	須藤 和冬	(株)三井化学分析センター
委 員	鶴田 曜	環境テクノス(株)
委 員	野呂 純二	(株)日産アーク
委 員	大川 典子	(株)住化分析センター
委 員	坂東 篤	(株)堀場製作所
オバザーバー	中野 和彦	(公財)高輝度光科学研究センター
事務局	岡田 章	(公社)日本分析化学会
事務局	柿田 和俊	(公社)日本分析化学会

## 文献

- 1) 標準物質に関する用語及び定義 : JIS Q 0030-1997
- 2) 日本分析化学会 技能試験報告書 : 第8回プラスチック中有害金属成分分析の技能試験最終報告書 JSAC / PTP - 34 (2012年7月)、第9回プラスチック中有害金属成分分析の技能試験最終報告書 JSAC / PTP - 38 (2013年7月) 及び第10回プラスチック中有害金属成分分析の技能試験最終報告書 JSAC / PTP - 41 (2014年7月)
- 3) 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、“Determination of cadmium, lead, chromium, mercury and bromine in organic chemical materials”(日本分析化学会 2010年2月12日)
- 4) 日本分析化学会 技能試験委員会 : 技能試験品質マニュアル「均質性及び安定性試験実施手順書 (QPC-301)」(改訂版 2007年1月)

問合せ先等 公益社団法人 日本分析化学会

〒141-0031 東京都品川区西五反田1丁目26-2 五反田サンハイツ304号

Tel 03(3490)3351 Fax 03(3490)3572

ホームページ <http://www.jsac.jp/>標準物質のホームページ <http://www.jsac.or.jp/srm/srm.html/>

発行日 : 2014年7月18日