

# 開発成果報告書

## 有害金属成分化学分析用 プラスチック認証標準物質

JSAC 0601-3

JSAC 0602-3

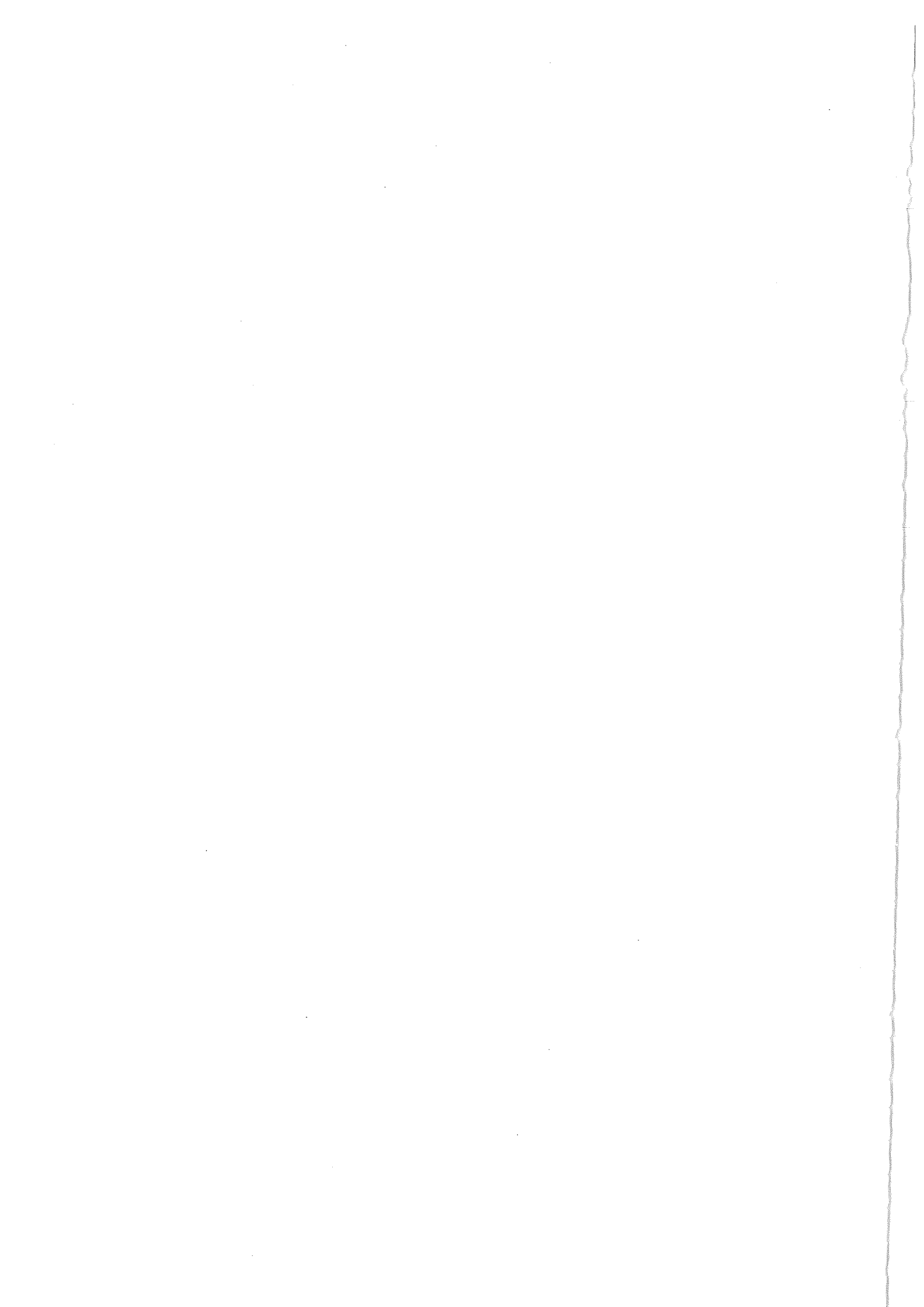
2008年4月

社団法人 日本分析化学会

# 目次

ページ

1. はじめに	1
2. 標準物質候補の作製	1
2.1 原料	2
2.2 標準物質候補の調製	2
2.2.1 プラスチック平板の調製と破碎	2
2.2.2 標準物質候補の均質性	2
3. 認証値決定のための共同実験	4
3.1 共同実験方法	5
3.2 分析方法	5
4. 分析結果及びその統計的評価（認証値及び不確かさの決定）	6
4.1 報告データ	9
4.2 ロバスト法 $\sigma$ スコアによる異常値の棄却	9
4.3 含有率の値付のための基礎データ	10
4.4 標準物質の認証値と不確かさの決定	11
4.5 認証値の決定	12
4.6 認証値表の利用の仕方	13
4.6.1 所間標準偏差を利用する場合	14
4.6.2 認証値の不確かさを利用する場合	14
5. 認証書	16
6. おわりに	16
文献	16
付属資料リスト	17
1) 有害金属成分化学分析用プラスチック標準物質作製のための第3次共同実験実施要領	
2) 共同実験結果報告シート	
3) 認証書 JSAC 0601-3 プラスチック標準物質 有害金属成分化学分析用	
4) 認証書 JSAC 0602-3 プラスチック標準物質 有害金属成分化学分析用	



## 1. はじめに

欧州連合(EU)のRoHS指令規制とともに、最近では中国・韓国版RoHS法の制定、環境負荷低減に伴う「グリーン調達」などが注目をされるようになり、また、化学物質の分析方法の標準化などの動きがあり、それらに関連して有害金属含有プラスチック標準物質の需要が高まりつつある。これを受け(社)日本分析化学会は共同実験方式による認証標準物質の開発に着手し、有害金属成分分析用プラスチック標準物質の第2ロット<sup>1)</sup>を作製し頒布を行ってきたが、在庫がなくなってしまった。

そこで、第3ロットを作製するために第1ロットで設立したプラスチック標準物質作製委員会(表1)のもとで有害金属成分分析用プラスチック標準物質(Pb、Cd、Cr、Hg含有、チップ状)の作製のため2007年3月から標準物質候補を製造し、2007年12月から認証値を決定するための共同実験を開始した。参加20試験機関に分析試料を配付して共同実験を実施して、分析結果は2008年1月に回収し統計処理後、認証値を決定した。

以下にその経過を報告する。

表1 有害金属成分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	稲本 勇	(株)日鐵テクノリサーチ 解析センター
委員	石橋 耀一	JFEテクノリサーチ(株) マネジメント支援部
委員	川瀬 晃	エスアイアイ・ナノテクノロジー(株) 応用技術部
委員	鶴田 暁	環境テクノス(株)
委員	須藤 和冬	(株)三井化学分析センター 市原分析部
委員	中井 泉	東京理科大学 理学部
委員	野呂 純二	(株)日産アーク 研究部
委員	長谷川 幹男	(株)住化分析センター 千葉事業所
委員	坂東 篤	(株)堀場製作所 分析センター
委員	小野 昭紘	(社)日本分析化学会
オブザーバー	中野 和彦	現 大阪市立大学大学院 (元 明治大学理工学部)
オブザーバー	日置 昭治	(独)産業技術総合研究所 計測標準研究部門
オブザーバー	高田 芳矩	(財)日本分析センター
事務局	柿田 和俊	(社)日本分析化学会
事務局	滝本 憲一	(社)日本分析化学会

## 2. 標準物質候補の作製

### 2.1 原料

プラスチック基材は、不飽和ポリエステル(商品名 クリアーポリエステル、(株)エポック製)を用い、この基材に添加する金属化合物を有機溶媒に溶解したものを添加することにより金属含量組成が均質な試料片を容易な操作で調製することができる。なお、BCR標準物質(現 European Reference Material、ERM標準物質)などのように、ポリエチレンなどを基材とするものは、加熱・混合・成型など複雑な工程を必要とし、均質化に工夫が必要である。

添加する金属成分としては、鉛がテトラフェニル鉛、カドミウムがシクロヘキサンプチ

レートカドミウム、クロムがアセチルアセトネートクロム(III)、水銀がシクロヘキサンプチレート水銀の有機金属錯体を用いた。クロムについてはRoHS指令では、6価クロムを規制対象としているが、実試料中の6価クロムを定量する方法は現在精度に問題があるように思われるので、本標準物質では3価のクロムとして添加した。現状では、3価クロムを定量して標準物質で得られる値と比較することになるが、6価クロム量はそれより小さい値になるので、安全サイドの結果となる。

## 2.2 標準物質候補の調製

### 2.2.1 プラスチック平板の調製と破碎

#### a) 平板の調製

使用する不飽和ポリエステル対して所定の濃度となるように、テトラフェニル鉛、シクロヘキサンプチレートカドミウム、アセチルアセトネートクロム(III)、シクロヘキサンプチレート水銀を秤り取りトルエンに溶解した。これを不飽和ポリエステルに添加し均一になるまで十分に攪拌して溶解した後、硬化剤メチルエチルイソブチルケトンパーオキシド(商品名 パーメックN、(株)エポック製)を加えて攪拌混合した後、型枠に流し込んだ。型枠は52 cm×52 cm×4 mm(深さ)のアルミニウム製枠をガラス板上に置いたもので、これに同溶液を手早く流し込み、6~12時間以上放置し硬化させた。低含有率用(JSAC 0601-3)としてPb 10 µg/g、Cd 5 µg/g、Cr 10 µg/g及びHg 1 µg/g含有を目標としたポリエステル板19枚(約21 kg)を、また高含有率用(JSAC 0602-3)としてPb 100 µg/g、Cd 50 µg/g、Cr 100 µg/g及びHg 10 µg/g含有を目標としたポリエステル板19枚(約21 kg)をそれぞれ作製した。

#### b) 破碎

得られた平板にカッターで5 cm角程度の筋目を入れ、手作業で折ったものを逐次1.5mm口径のステンレス鋼製のスクリーンを装着した鋼製破碎機(セイシン社製 オリエンTMIL VM-16)に投入して破碎し、スクリーンから放出されたものを採取した。その後、ステンレス鋼製篩で篩い分けを行った。試料の粒度は第1ロット作製時に行った検討結果<sup>2)</sup>に基づいて、粒度としては1mm目篩通過0.5mm目篩上のものを取り、容量17Lのポリプロピレン製容器に入れ、密閉して人力で20分間回転を繰り返して混合し均質化を図った。

### 2.2.2 標準物質候補の均質性

a) 2.2.1 b)で均質化した低・高含有率用試料(JSAC 0601-3、JSAC 0602-3)について、それぞれ容量110mLの褐色ガラス瓶に50gずつ充填して、243本(約12kg)作製した後、このうちからそれぞれ無作為に10本の瓶を抜き取った。各瓶から試料を秤り取り、Cd、Cr及びPbの独立2回の分析(n=2)を行った。20個の試料の分析順序は乱数表を使って無作為の順序で行った。Hgについては、第1ロットの経験からCd、Cr及びPbの結果から推定できると考え省略した。

b) この均質性試験における試料の前処理及び分析の方法は、開放系酸分解-誘導結合プラズマ発光分光分析法(ICP-AES法)によった。なお、本試験の実施箇所は1試験機関で行った。

c) 均質性試験分析結果と統計計算した結果を表2と図1に示した。下記の式によって瓶

内標準偏差（併行標準偏差）、瓶間標準偏差及びその合成標準偏差を求めた。  
ここで、表 2 及び図 1 に示した  $s_r$ 、 $s_b$ 、 $s_{b+r}$  はつぎのように表記される。

$s_r$  : 同一試料の 2 回繰り返し測定による併行標準偏差

$s_b$  :  $(s_{b+r}^2 - s_r^2)^{0.5}$  瓶間標準偏差

但し、 $s_b^2$  がマイナス値になる場合はその絶対値の平方根に負号をつけて  $s_b$  とした。

$s_{b+r}$  : 合成標準偏差

瓶内標準偏差  $s_r$  は下記の式によって求められる。

$$s_r^2 = \frac{1}{2 \times 10} \sum_1^{10} (x_{i1} - x_{i2})^2 \dots \dots \dots (1)$$

ここで、 $x_{i1}$  と  $x_{i2}$  はそれぞれ同一瓶内の試料を併行条件で求めた二つの値である。

合成標準偏差  $s_{b+r}$  は下記の式によって求められる。

$$s_{b+r}^2 = \frac{1}{(10-1)} \sum_1^{10} \left( \bar{x}_i - \bar{x} \right)^2 + \frac{s_r^2}{2} \dots \dots \dots (2)$$

$$\text{ここで } \bar{x}_i = \frac{(x_{i1} + x_{i2})}{2}$$

$$= \sum_1^{10} \bar{x}_i$$

$$\bar{x} = \frac{1}{10}$$

瓶間標準偏差  $s_b$  は下記の式によって求められる。

$$s_b^2 = s_{b+r}^2 - s_r^2 \dots \dots \dots (3)$$

表 2 均質性試験結果及び統計計算結果 (1 試験機関、ICP-AES 法による。n = 2)

瓶番号	低含有率						高含有率					
	JSAC 0601-3, Cr		JSAC 0601-3, Cd		JSAC 0601-3, Pb		JSAC 0602-3, Cr		JSAC 0602-3, Cd		JSAC 0602-3, Pb	
	(mg/kg)		(mg/kg)		(mg/kg)		(mg/kg)		(mg/kg)		(mg/kg)	
	分析値1	分析値2	分析値1	分析値2	分析値1	分析値2	分析値1	分析値2	分析値1	分析値2	分析値1	分析値2
1	11.32	11.69	5.12	5.12	12.43	12.43	112.33	112.94	51.18	51.38	112.56	113.71
2	11.19	11.41	5.15	5.19	12.36	12.13	112.15	113.36	51.22	50.94	115.12	115.00
3	11.45	11.72	5.17	5.16	12.70	12.40	112.94	114.03	51.50	50.71	113.60	114.58
4	11.20	11.22	5.12	5.13	12.46	12.59	111.97	112.49	50.93	51.05	115.44	114.88
5	11.03	11.24	5.14	5.14	12.00	12.07	111.55	117.07	51.18	51.18	115.16	112.56
6	11.20	11.35	5.16	5.15	12.36	12.36	116.66	111.43	51.38	51.48	113.71	114.91
7	11.13	11.02	5.17	5.19	12.36	12.34	113.77	113.00	50.66	51.22	114.86	115.12
8	11.39	11.03	5.19	5.15	12.13	12.33	117.17	114.05	50.94	50.83	115.00	115.57
9	11.01	11.54	5.15	5.17	12.13	12.70	112.59	116.95	51.39	50.71	115.14	114.58
10	11.05	11.58	5.12	5.10	12.16	11.92	114.65	112.10	50.91	51.40	115.82	115.62
N	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Average	11.289		5.150		12.318		113.660		51.109		114.648	
$s_r$	0.228		0.014		0.170		2.202		0.298		0.799	
$s_b$ *注	-0.043		0.022		0.135		-1.159		-0.136		0.471	
$s_{b+r}$	0.224		0.026		0.217		1.873		0.265		0.928	
RSD $r$	2.02%		0.27%		1.38%		1.94%		0.58%		0.70%	
RSD $b$	-0.38%		0.43%		1.09%		-1.02%		-0.27%		0.41%	
RSD $b+r$	1.98%		0.51%		1.76%		1.65%		0.52%		0.81%	

\*注 :  $(s_b)^2$  がマイナス値になる場合はその絶対値の平方根に負号をつけて  $s_b$  とした。

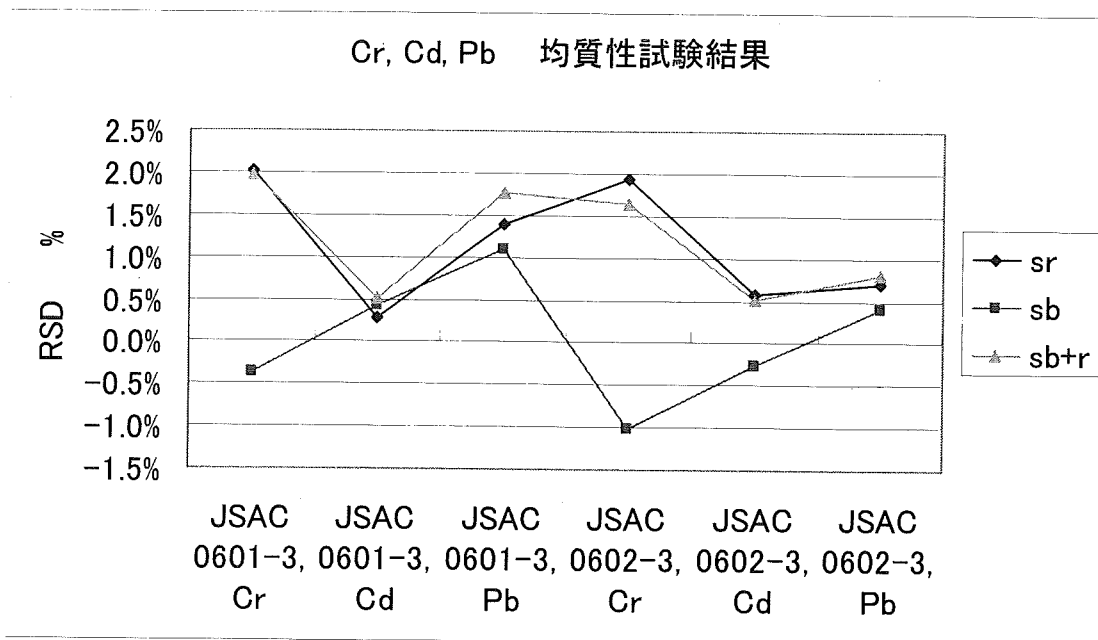


図1 均質性試験結果 (ICP-AES 法)

(1)式で求められる併行標準偏差  $s_r$ と(2)式による  $s_{b+r}$ に含まれる併行標準偏差分はデータ数が少ない( $N=10$ )場合は等しいとは限らない。従って、瓶間標準偏差が小さいと  $s_b^2$  がマイナスになる時がある。この時はその絶対値の平方根に負号をつけて  $s_b$ とした。本標準物質候補の均質性試験結果によれば、瓶間標準偏差はプラスの値と同程度のマイナスの値を示し、分析では検出できないほど小さく、本標準物質候補は十分に均質であることを確認した。

### 3. 認証値決定のための共同実験

#### 3.1 共同実験方法

認証値の決定は共同実験方式によった。参加試験機関については過去の共同実験における実績及び分析業務の専門性を考慮して標準物質作製委員会でリストを作成し、参加案内状を送付する方法選定した。参加した試験機関はつぎの 20 試験機関 (五十音順) である。

- ・ エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社 応用技術部
- ・ 財団法人 化学物質評価研究機構 管理部
- ・ 株式会社 環境技研 技術部
- ・ 環境テクノス株式会社 ひびき研究所
- ・ キヤノン株式会社 取手事業所
- ・ コニカミノルタテクノロジーセンター株式会社 材料技術研究所
- ・ 株式会社 コベルコ科研 応用化学事業部
- ・ 株式会社 島津テクノリサーチ 品質保証部
- ・ 財団法人 上越環境科学センター 検査一課

- ・ 株式会社 住化分析センター 愛媛事業所
- ・ 住友金属テクノロジー株式会社 和歌山事業部
- ・ 株式会社 東海テクノ 環境事業部
- ・ 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 日産アーク 研究部
- ・ 株式会社 ニッテクリサーチ 材料技術部
- ・ 株式会社 日東分析センター 微量組成分析研究室
- ・ 株式会社 分析センター 技術管理本部
- ・ ハリソン東芝ライティング株式会社 開発技術統括部
- ・ 株式会社 堀場製作所 分析センター
- ・ 株式会社 三井化学分析センター 構造解析研究部

### 3.2 分析方法

参加試験機関へチップ状試料 2 種 (低含有率・JSAC 0601-3、高含有率・JSAC 0602-3) を各 10 g ずつ送付し、化学分析方法は配付した共同実験実施要領 (付属資料 1)) に記載した分析方法マニュアル<sup>3)</sup> に準じて独立 2 回繰り返しで Pb、Cd、Cr 及び Hg の 4 成分の成分含有率の報告を求めた。なお、マニュアルに記載されている金属成分の分析方法及び共同実験で実施された主な分析方法の要旨を下記に示した。

#### (1) 密閉系酸分解－誘導結合プラズマ質量分析法

試料を硝酸など適切な試薬でマイクロ波分解した後、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr 及び Hg の  $m/z$  におけるイオン電流を測定し、Pb、Cd、Cr 及び Hg を定量する。

#### (2) 密閉系酸分解－誘導結合プラズマ発光分光分析法

試料を硝酸など適切な試薬でマイクロ波加熱分解した後、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr による発光強度を測定し、Pb、Cd 及び Cr を定量する。

#### (3) 開放系酸分解－誘導結合プラズマ発光分光分析法

試料を硝酸を含む適切な混酸で分解した後、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr による発光強度を測定し、Pb、Cd 及び Cr を定量する。

#### (4) 硫酸炭化・灰化融解－誘導結合プラズマ発光分光分析法

試料を硫酸で炭化し、低温灰化し融解後、適当な酸で抽出したのち、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr による発光強度を測定し、Pb、Cd 及び Cr を定量する。

#### (5) 密閉系酸分解－還元気化原子吸光分析法

試料を硝酸など適切な試薬でマイクロ波分解し、塩化すず (II) を加えて Hg を還元し、この溶液に通気して発生する Hg 蒸気による原子吸光を測定し、Hg を定量する。

#### (6) 還流冷却 / 酸分解－還元気化原子吸光分析法

試料を硝酸、硫酸及び過マンガン酸カリウム溶液で分解する。尿素溶液を加えて残存亜硝酸を分解後、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液を加えて過剰の過マンガン酸カリウムを還元する。塩化すず (II) 溶液を加えて Hg を還元し、この溶液に通気して発生する Hg 蒸気による原子吸光を測定し、Hg を定量する。



(7) 加熱気化－金アマルガム原子吸光分析法

試料を加熱し、発生する Hg 蒸気を金アマルガムにした後、再加熱して Hg 蒸気による原子吸光を測定し、Hg を定量する。

(8) その他の方法

還流冷却 / 酸分解－原子吸光法、還流冷却 / 酸分解－誘導結合プラズマ発光分光分析法、還流冷却 / 酸分解－誘導結合プラズマ質量分析法、開放系酸分解－電気加熱方式原子吸光法、開放系酸分解－誘導結合プラズマ質量分析法及び密閉酸系－原子吸光法などである。

4. 分析結果及びその統計的評価（認証値の決定及び不確かさの計算）

4.1 報告データ

各試験機関からの報告値について、2 試料の独立 2 回の分析値の平均値を求め表 3（棄却前）に示した。試験機関が採用した分析成分（Pb,Cd,Cr,Hg）の分解方法及び分析方法は種々あり、分析方法マニュアルに記載した方法も含めて 13 種類で、その結果を表 4 に示した。

表3 有害金属成分化学分析用プラスチック試料の共同実験結果(棄却前) # : ロバスト法 z スコア 絶対値3以上

試験機番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
JSAC 0601-3 Pb	12.9	11.8	9.6	12.9	11.8	11.9	12.1	11.8	11.5	11.7	11.1	12.3	11.9	12.0	11.8	13.2	12.8	11.7	12.5	11.9
z-score	2.380	-0.212	-5.290	2.403	-0.201	0.029	0.522	-0.198	-0.958	-0.356	-1.781	1.003	0.086	0.272	-0.120	2.942	2.104	-0.476	1.393	-0.029
			#																	
JSAC 0601-3 Cd	5.19	4.98	4.56	5.07	4.79	4.96	4.74	4.90	4.93	4.86	5.13	5.15	4.89	4.90	5.23	5.15	5.34	4.99	5.06	5.12
z-score	1.136	-0.048	-2.389	0.469	-1.105	-0.168	-1.375	-0.475	-0.332	-0.717	0.807	0.935	-0.548	-0.498	1.381	0.963	2.017	0.048	0.418	0.793
JSAC 0601-3 Cr	11.41	10.94	9.69	12.01	11.35	10.68	11.39	11.34	11.72	11.10	9.56	11.29	10.84	11.10	11.10	12.12	12.05	10.76	10.51	11.18
z-score	0.618	-0.485	-3.398	2.037	0.489	-1.095	0.582	0.456	1.357	-0.099	-3.702	0.348	-0.708	-0.090	-0.110	2.283	2.131	-0.907	-1.482	0.090
			#								#									
JSAC 0601-3 Hg	1.31	1.35	1.32	1.33	1.39	1.26	1.39	1.23	1.35	1.31	1.31	1.21	1.35	1.31	1.30	0.94		1.24	1.33	1.20
z-score	0.000	0.608	0.172	0.281	1.232	-0.749	1.185	-1.273	0.686	-0.061	-0.078	-1.528	0.639	0.039	-0.094	-5.734		-1.060	0.234	-1.653
																#				
JSAC 0602-3 Pb	111.95	112.35	99.27	115.00	115.90	113.20	104.15	114.31	109.75	110.75	111.10	114.65	111.30	111.74	109.90	115.10	116.50	110.45	111.20	110.55
z-score	0.150	0.289	-4.276	1.214	1.528	0.586	-2.972	0.972	-0.618	-0.269	-0.146	1.092	-0.077	0.077	-0.565	1.249	1.737	-0.374	-0.112	-0.339
			#																	
JSAC 0602-3 Cd	50.865	50.025	44.680	51.075	50.345	48.915	45.590	50.807	51.565	49.006	53.471	51.110	49.305	49.231	51.240	50.705	53.250	49.945	49.900	49.800
z-score	0.510	-0.120	-4.132	0.668	0.120	-0.953	-3.449	0.467	1.036	-0.885	2.466	0.694	-0.661	-0.716	0.792	0.390	2.301	-0.180	-0.214	-0.289
			#				#													
JSAC 0602-3 Cr	115.50	113.40	105.98	115.20	114.95	113.90	106.05	111.50	118.55	111.64	113.69	113.65	109.70	112.00	109.15	111.00	122.00	109.85	109.60	113.40
z-score	0.869	0.218	-2.084	0.776	0.698	0.373	-2.062	-0.373	1.815	-0.327	0.306	0.295	-0.930	-0.218	-1.100	-0.527	2.884	-0.883	-0.961	0.218
JSAC 0602-3 Hg	12.5800	12.1600	11.10	13.1900	12.7800	12.0200	16.6000	12.6965	12.5000	14.7996	12.7500	12.3200	12.4250	12.0600	1.3210	10.9800		10.7900	11.2900	12.0900
z-score	0.328	-0.202	-1.541	1.099	0.581	-0.379	5.405	0.475	0.227	3.131	0.543	0.000	0.133	-0.328	-13.889	-1.692		-1.932	-1.301	-0.290
							#			#					#					

表 4 試料の分解方法及び分析方法

試験機関No	方法区分	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
JSAC 0601-3	Pb	密閉酸	分解方法 ICP-MS 還流酸	分析方法 AA	分解方法 密閉酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 ICP-ABS 還流酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0601-3	Cd	密閉酸	分解方法 ICP-MS 還流酸	分析方法 AA	分解方法 密閉酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 ICP-ABS 還流酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0601-3	Cr	密閉酸	分解方法 ICP-MS 還流酸	分析方法 AA	分解方法 密閉酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 ICP-ABS 還流酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0601-3	Hg	密閉酸	分解方法 ICP-MS その他	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸	分析方法 (H) AA	分解方法 密閉酸	分析方法 その他	分解方法 ICP-ABS 還流酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0602-3	Pb	密閉酸	分解方法 ICP-MS 還流酸	分析方法 AA	分解方法 密閉酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 ICP-ABS 還流酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0602-3	Cd	密閉酸	分解方法 ICP-MS 還流酸	分析方法 AA	分解方法 密閉酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 ICP-ABS 還流酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0602-3	Cr	密閉酸	分解方法 ICP-MS 還流酸	分析方法 AA	分解方法 密閉酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 ICP-ABS 還流酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0602-3	Hg	密閉酸	分解方法 ICP-MS その他	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸	分析方法 (H) AA	分解方法 密閉酸	分析方法 その他	分解方法 ICP-ABS 還流酸	分析方法 (A) AA	分解方法 密閉酸

試験機関No	方法区分	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
JSAC 0601-3	Pb	開放酸	分解方法 ICP-AES 開放酸	分析方法 ICP-AES	分解方法 ICP-AES 硫酸炭・灰化	分析方法 AA	分解方法 ICP-AES 硫酸炭・灰化	分析方法 還流酸	分解方法 ICP-AES 開放酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0601-3	Cd	開放酸	分解方法 ICP-AES 開放酸	分析方法 ICP-AES	分解方法 ICP-AES 硫酸炭・灰化	分析方法 AA	分解方法 ICP-AES 硫酸炭・灰化	分析方法 還流酸	分解方法 ICP-AES 開放酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0601-3	Cr	開放酸	分解方法 ICP-AES 開放酸	分析方法 ICP-AES	分解方法 ICP-AES 硫酸炭・灰化	分析方法 AA	分解方法 ICP-AES 硫酸炭・灰化	分析方法 還流酸	分解方法 ICP-AES 開放酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0601-3	Hg	加熱酸化	分解方法 (H) AA 密閉酸	分析方法 (H) AA	分解方法 (H) AA	分析方法 無し	分解方法 還流酸	分析方法 ICP-AES 還流酸	分解方法 (H) AA	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0602-3	Pb	開放酸	分解方法 ICP-AES 開放酸	分析方法 ICP-AES	分解方法 ICP-AES 硫酸炭・灰化	分析方法 AA	分解方法 ICP-AES 硫酸炭・灰化	分析方法 還流酸	分解方法 ICP-AES 開放酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0602-3	Cd	開放酸	分解方法 ICP-AES 開放酸	分析方法 ICP-AES	分解方法 ICP-AES 硫酸炭・灰化	分析方法 AA	分解方法 ICP-AES 硫酸炭・灰化	分析方法 還流酸	分解方法 ICP-AES 開放酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0602-3	Cr	開放酸	分解方法 ICP-AES 開放酸	分析方法 ICP-AES	分解方法 ICP-AES 硫酸炭・灰化	分析方法 AA	分解方法 ICP-AES 硫酸炭・灰化	分析方法 還流酸	分解方法 ICP-AES 開放酸	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸
JSAC 0602-3	Hg	加熱酸化	分解方法 (H) AA 密閉酸	分析方法 (H) AA	分解方法 (H) AA	分析方法 無し	分解方法 還流酸	分析方法 ICP-AES 還流酸	分解方法 (H) AA	分析方法 ICP-MS	分解方法 密閉酸

分解方法

- (1) 還流酸または還冷酸(還流冷却/酸分解)
- (2) 開放酸(開放系酸分解)
- (3) 密閉酸(密閉系酸分解)
- (4) その他

分析方法

- (1) AA (還元酸化・原子吸光法)
- (2) ICP-AES (誘導結合プラズマ発光分光分析法)
- (3) ICP-MS (誘導結合プラズマ質量分析法)
- (4) ET-AAS (電気加熱方式原子吸光法)
- (5) その他

注： Lab. 17：

Cd, Pb, Crの酸分解には、発煙硝酸、硝酸、過塩素酸を順に使用した。

Hg 分析方法は、衛生試験法注解の「一般試験法—水銀—金アマルガム原子吸光光度法による定量」によった。

Cd, Pb, Crの前処理方法については、試料を白金るつばに秤取りし、硫酸を加えてホットプレート、バーナー、電気炉の順で加熱灰化

を行った。灰化物にりん酸を加えてバーナーで加熱分解し、放冷後、希硝酸を加えて加温溶解し、希硝酸で定容した。

アルミナナ乳鉢微粉砕法。

メノウ乳鉢微粉砕法。

Lab. 19：

Lab. 7：

Lab. 20：

Lab. 20：

#### 4.2 ロバスト法 zスコアによる異常値の棄却

共同実験結果の統計計算においては、異常値を見分け、それを除外したうえで平均値や標準偏差を求めることが必要である。当共同実験結果の統計計算においてはまずロバスト法 zスコアを計算してその絶対値が 3 以上となったものを異常値とみなし、作製委員会で総合的に判断してそれを除いたのち統計計算を行った。異常値とみなされた値は、zスコア欄に # マークを付与し、平均値とともに表 3 に示した。

ロバスト法 zスコアは各試験機関の平均値の、全体の平均値からの隔たりを標準偏差に相当する *NIQR* で除した値であり、下式で表される。

$$z = (\text{試験機関平均値} - \text{メディアン}) / \text{NIQR} \quad \dots \dots \dots (4)$$

ここで

メディアン (ロバスト法) : 中央値 (*Median*)。全体のデータ数が偶数のときは二つの中央値の平均値。

*NIQR* : normalized interquartile range. 正規化四分位範囲。  $IQR \times 0.7413$ 。  
*IQR* (interquartile range、四分位範囲) は上四分位数と下四分位数の差。  
正規分布の場合、*NIQR* は従来法の標準偏差に一致する。

#### 4.3 含有率の値付けのための基礎データ

表 3 に示した共同実験分析結果 (棄却前) の異常値の削除を行った後、平均値の計算及び不確かさ、室間 (所間) 標準偏差等の計算を行った結果を表 5 (棄却後) に示す。平均値、不確かさ、標準偏差の計算は従来法の統計手法によった。

ここで用いた項目とその意味や計算方法などについて下記に記した。

- (1) *N*: 不満足なデータを削除した後の、最終的な統計計算に使用したデータ数。
- (2) *Average*: 採用したデータの平均値。平均値の不確かさが示された有効桁までを含有率の値として採用した。
- (3) *Median*: ロバスト法による中央値 (従来法の平均値に相当)
- (4)  $U_{95\%}$ : 採用したデータの平均値の不確かさ。  $t \times SD / \sqrt{N}$
- (5) *SD*: 採用したデータの平均値の標準偏差。
- (6) *NIQR*: ロバスト法による正規化された四分位範囲 (従来法の標準偏差に相当)。
- (7)  $U_{95\%}CV\%$ :  $U_{95\%} / \text{Average}$  を % 表示した。
- (8)  $CV\%_{\text{clas}}$ :  $SD / \text{Average}$  を % 表示した。相対標準偏差 *RSD* に同じ。
- (9)  $CV\%_{\text{rob}}$ :  $NIQR / \text{Median}$  を % 表示した。
- (10) ロバスト zスコア = (各試験機関の値 - *Median*) / *NIQR*。但し、異常値を削除する前の値を使用した。

表5 有害金属成分化学分析用プラスチック試料の共同実験結果の統計計算結果

試験機関番号	N	$ z  \geq 3$	average	median	U95%	SD	NIQR	U95%CV%	CV%clas	CV%rob
JSAC 0601-3 Pb	19	1	12.08	11.90	0.26	0.55	0.45	2	5	4
z-score		5%								
JSAC 0601-3 Cd	20	0	5.00	4.99	0.09	0.18	0.18	2	4	4
z-score		0%								
JSAC 0601-3 Cr	18	2	11.27	11.24	0.23	0.47	0.32	2	4	3
z-score		11%								
JSAC 0601-3 Hg	18	1	1.30	1.31	0.03	0.06	0.05	2	4	4
z-score		6%								
JSAC 0602-3 Pb	19	1	112.10	111.74	1.38	2.86	2.84	1	3	3
z-score		5%								
JSAC 0602-3 Cd	18	2	50.59	50.53	0.64	1.29	0.95	1	3	2
z-score		11%								
JSAC 0602-3 Cr	20	0	112.54	112.70	1.79	3.83	3.22	2	3	3
z-score		0%								
JSAC 0602-3 Hg	16	3	12.11	12.24	0.38	0.71	0.57	3	6	5
z-score		19%								

#### 4.4 標準物質の認証値と不確かさの決定

認証標準物質の不確かさについて、ISO Guide 35-1989に次のように述べられている。すなわち、認証標準物質の不確かさになる要素としては、

- 1) 物質の不均一さによるもの
- 2) 測定誤差によるもの
- 3) 試験機関、分析者や分析方法によるもの
- 4) 実験データや統計計算がなくても、経験や判断に基づくものを挙げている。

また、認証標準物質の生産者は、常にあらゆる種類の使用者にも留意しなければならないため、ひとつの形式の記述事項だけを用いることはできない。潜在的使用者も含めて参考になるすべての情報を含むことが必要であると記されている。

不確かさの記述の例としては

##### (1) 平均値の95%信頼限界

Laplace (ラプラス) の中心極限定理によると、いかなる分布でもその標本平均値は、標本数  $N$  が大きくなるにつれて標準偏差  $(SD)/\sqrt{N}$  の正規分布に近づく。また、自由度  $(N-1)$  により分布の形が変わる  $t$  分布表による考えかたによると、不確かさは  $t \times SD/\sqrt{N}$  で表される。表6に示したように  $t$  は  $t$  分布表による確率で、有意水準5%でデータ数が十分多い場合は  $t=1.96$  と正規分布と等しくなる。ISO Guide 31-1981では、認証値の不確かさとしてこの値を記述するよう推奨していた。ISO Guide 31-2000ではこの記述はないが、GUM(Guide to the expression of uncertainty in measurement)-1995の4.2.3 NOTE 1は上式を使うことを推奨している。また、 $SD$ は多数の試験所による共同実験のため、GUMに述べられたType Bの不確かさもすべて含んでいると考えた。平均値の不確かさを表すために標準偏差に乗ずる係数 ( $t$  分布、95%信頼限界)は表6による。

(2) 試験機関全体の標準偏差（所間又は室間標準偏差）

標準物質の使用者自身のニーズに基づいて別の不確かさが計算できるよう試験機関全体の標準偏差（所間又は室間標準偏差）も表示した。2×SD, 3×SDが必要な場合は、使用者が自らの値から計算を行うことができる。平均値の不確かさの桁までの表示を行った。

表6 分布表

自由度 $n$	$N$	$t$	$\sqrt{N}$	$t/\sqrt{N}$
1	2	12.7060	1.414	8.9845
2	3	4.3080	1.732	2.4872
3	4	3.1820	2.000	1.5910
4	5	2.7760	2.236	1.2415
5	6	2.5710	2.449	1.0496
6	7	2.4470	2.646	0.9249
7	8	2.3650	2.828	0.8362
8	9	2.3060	3.000	0.7687
9	10	2.2620	3.162	0.7153
10	11	2.2280	3.317	0.6718
11	12	2.2010	3.464	0.6354
12	13	2.1790	3.606	0.6043
13	14	2.1600	3.742	0.5773
14	15	2.1450	3.873	0.5538
15	16	2.1310	4.000	0.5328
20	21	2.0860	4.583	0.4552
25	26	2.0600	5.099	0.4040
30	31	2.0420	5.568	0.3668
40	41	2.0210	6.403	0.3156
60	61	2.0000	7.810	0.2561

自由度  $n = N - 1$

#### 4.5 認証値の決定

4.3による統計計算結果にもとずいて、平均値を認証値と決定した。4.4に従って算出した不確かさと所間標準偏差 (SD) を併記した。また、認証値を下記のように表記した。

平均値 (Average) ± 不確かさ ( $U_{95\%}$ )

さらに、それぞれの標準物質の記号名称を「有害金属成分化学分析用認証標準物質 JSAC 0601-3, JSAC 00602-3」とした。認証値を表7に示す。認証値と不確かさ及び SD は小数点以下1桁として表示した。ただし、低含有率 JSAC 0601-3のHgのみ小数点以下2桁とした。

表7 JSAC 0601-3, JSAC 0602-3 有害金属成分分析用プラスチック標準物質の認証値

標準物質 番号	成分	認証値 ± 不確かさ 注1) μg/g	所間標準 偏差 注2) (SD) μg/g	採用 データ数 (N)	分析方法 本文 3.2 分析方法 参照
JSAC 0601-3	Pb	12.1 ± 0.3	0.6	19	(1),(2),(3),(4), (5),(6),(8)
	Cd	5.0 ± 0.1	0.2	20	(1),(2),(3),(4), (6)
	Cr	11.3 ± 0.2	0.5	18	(1),(2),(3),(4), (6),(8)
	Hg	1.31 ± 0.03	0.06	18	(1),(6),(7),(8)
JSAC 0602-3	Pb	112.1 ± 1.4	2.9	19	(1),(2),(3),(4), (5),(6),(8)
	Cd	50.6 ± 0.6	1.3	18	(1),(2),(3),(4), (6),(8)
	Cr	112.5 ± 1.8	3.8	20	(1),(2),(3),(4), (6),(8)
	Hg	12.1 ± 0.4	0.7	16	(1),(6),(7),(8)

注1) 不確かさは認証値決定のための共同実験で得られた平均値の95%信頼限界( $U_{95\%}$ )であり、 $(t \times SD) / \sqrt{N}$  で計算した ( $t$ :  $t$  分布表による)。

注2) 標準物質の使用者がその分析値を評価するとき、上記の不確かさのほか、 $SD$  を考慮するのが妥当である (本認証書付録参照)。

#### 4.6 認証値表の利用の仕方

この認証標準物質には認証値の不確かさと所間(室間)標準偏差とが表示されている。所間標準偏差は認証値決定のために参加した試験機関(異常値を除いた後)の分析値の平均値(認証値)を基準として求めた標準偏差である。認証値±の後に記された不確かさは、平均値(認証値)の95%信頼限界( $U_{95\%}$ )の値で下記の式で求められる。

$$U_{95\%} = t \times SD / \sqrt{N} \dots \dots \dots (5)$$

ここで

- $t$  :  $t$  分布表による
- $SD$  : 所間標準偏差
- $N$  : 採用データ数(参加試験機関数)

不確かさと所間標準偏差の違いを  $N$  が 20 の場合を例として図 2 に示す。図中で曲線 a は、平均値を 0 の位置とし、 $SD$  を 1 とし、その  $SD$  を  $\sigma$  とし求めた正規分布である。曲線 b は、 $N$  が 20 の場合に  $t=2.093$  であるため、 $U_{95\%}(=2\sigma)$  が約 0.470 となり、平均値を 0 の位置とし、 $U_{95\%}$  の 1/2 を  $\sigma$  とし描いた正規分布である。なお、図中の横軸は  $SD$  の倍数  $k$  を目盛りとした。

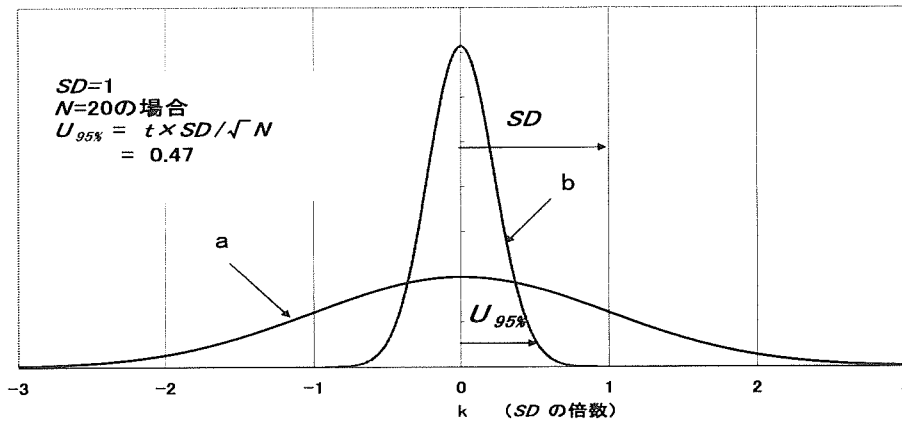


図2  $SD$ と  $U_{95\%}$  の  $1/2$  を標準偏差  $\sigma$  として描いた正規分布

この図における  $U_{95\%}$  の分布は、共同実験における平均値の不確かさの分布であるので、この標準物質のユーザーがそれを分析した場合にその結果がこの不確かさの範囲に入ることを要求するものではない。

#### 4.6.1 所間標準偏差を利用する場合

一般に、試験機関において標準物質を分析すると、認証値との差が所間標準偏差の2倍以内にあることが望ましい。これは、例えば技能試験で  $z$  スコアの絶対値が2以下に入ることと同等である。

$$z \text{ スコア} = (\text{試験機関の値} - \text{認証値}) / \text{所間標準偏差} \dots \dots \dots (6)$$

7 試験機関 (A~G) が4回にわたり実施した共同実験結果の  $z$  スコアの例を図3、図4に示す。図3はある類似の測定の4回にわたる共同実験において、結果が良好であった7 試験機関 (A~G) の測定値の  $z$  スコア値と試験回数との関係をそのままプロットしたものである。いずれの試験機関も  $z$  スコアの絶対値が2以下であるが、必ずしも認証値の不確かさの範囲内には入っていない。



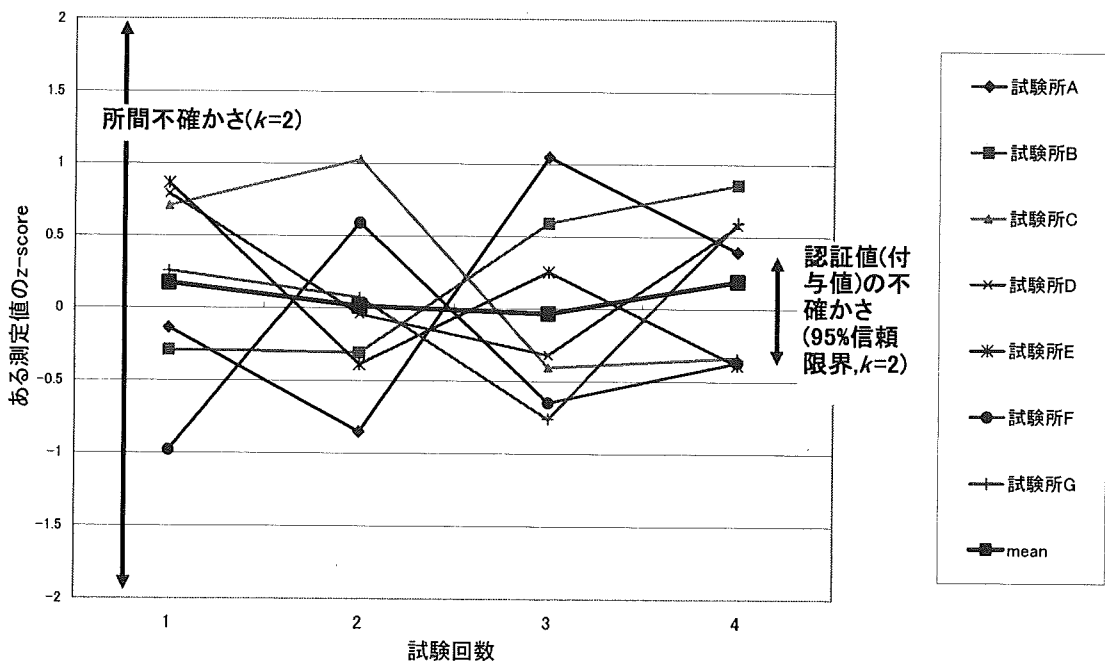


図3 共同実験における各試験機関のある測定値のzスコアの例

4.6.2 認証値の不確かさを利用する場合

しかし、一つの試験機関で長期間にわたり、分析を行なった場合の累積平均値は認証値との差が所間標準偏差の2倍以内にあるだけでは不十分で、95%信頼限界（不確かさ）内に入ることが望ましい。そうでない場合は、その試験機関はバイアスを持っていると考えるのが妥当である。これらに関して、試験機関における長期（月単位又は年単位）にわたる測定値の平均値と認証値を比較するには  $En$  値を使用するのが便利である。

$$En = (x - X) / (U_x^2 + U_X^2)^{0.5} \dots \dots \dots (7)$$

- ここで
- $x$  : 試験機関の値
  - $X$  : 認証値
  - $U_x$  : 試験機関の値の不確かさ
  - $U_X$  : 認証値の不確かさ

試験機関の値の不確かさは、下記の式で求めることができる。

$$U_x = U_{x95\%} = t \times SD_{WR} / \sqrt{N} \dots \dots \dots (8)$$

ここで

$t$  :  $t$  分布表による

$SD_{WR}$  : 所内標準偏差

$N$  : 採用データ数

注 : 標準物質の分析は、定期的に行う必要があるとともに特に良好な条件みを選ぶのではなく、通常の作業条件を網羅する各種条件を選んで実施する必要がある。

参考 :  $N$ ,  $t$ ,  $\sqrt{N}$  及び  $t/\sqrt{N}$  の関係については、表 6 を参照。

また認証値の不確かさは室間標準偏差を $\sqrt{N}$ で除しているため、試料の不均質性に相当する不確かさより小さいこともあり得る。同一瓶内の非常に接近した試料を併行条件で分析したとき異なった値を示すが、この違いは試料の不均一性と分析そのもののばらつきよって生じるものであり、これを分別することはできない。従って、多くの試料を分析してその平均値と不確かさを求め、認証値とその不確かさとの比較から、分析の精確さを確かめることが必要である。

図 4 は図 3 と同じ試験機関の測定値の  $z$  スコア値と試験回数を示すが、試験回数ごとの  $z$  スコアの累積平均値をプロットしたものである。いずれの試験機関も 3~4 回以降の累積平均値は付与値の不確かさの範囲内にあり、これらの試験機関にはバイアスがないことがわかる。

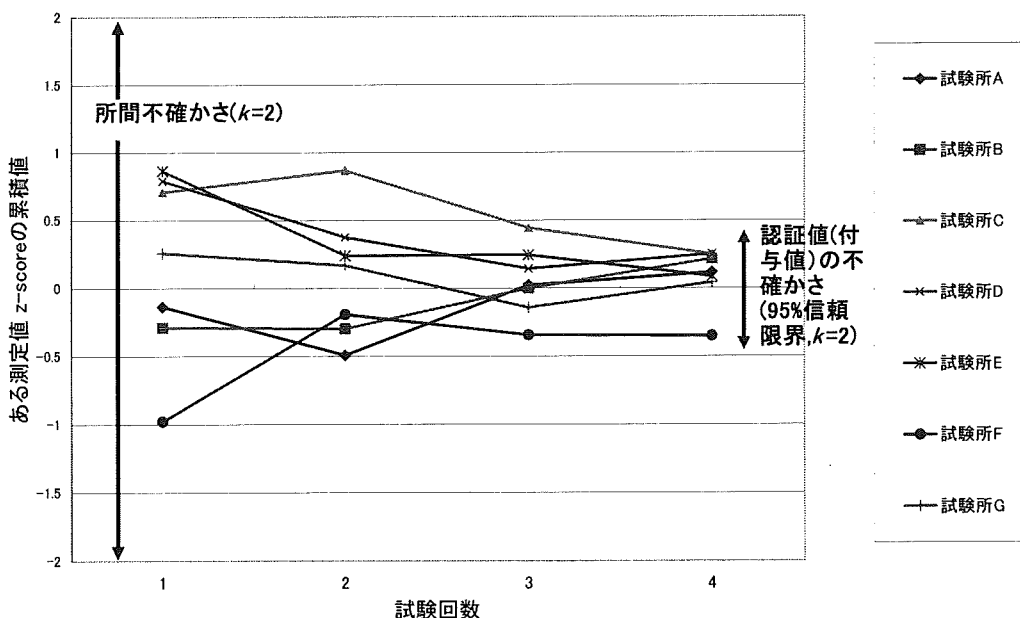


図 4 共同実験における各試験機関のある測定値の  $z$  スコア累積値の例

## 5. 認証書

以上の結果より JSAC 0601-3、JSAC 0602-3 の認証書を付属資料 3)、4)のように作成した。

## 6. おわりに

ここに有害金属成分化学分析用プラスチック標準物質、JSAC 0601-3 並びに JSAC 0602-3)を第3ロットとして再度製作した。ここで用いられた製作手法は溶液試料を原料とする方法であり、製品の均質性を保証するすぐれた手法である。

RoHS 指令規制や環境負荷低減化関連及び化学物質の分析方法の標準化などの動きがあり、その対策としての分析需要は今後大きく成長することが予想されている。その分析値は国際間及び企業間取引で参照される機会が多いと思われ、分析値の信頼性は十分に担保されなければならない。そのような場ではこの認証標準物質は有効な役割を果たす。

作製計画の立案と検討、製品の試作、そして共同実験への参加、データ解析その他多くの面でこの開発事業を支えていただいた関係者各位に深く謝意を表す。

## 文 献

- 1) 日本分析化学会編：開発成果報告書「有害金属成分化学分析用プラスチック標準物質 JSAC 0601-2、JSAC 0602-2 2005年8月 社団法人 日本分析化学会
- 2) 日本分析化学会編：開発成果報告書「有害金属成分化学分析用プラスチック標準物質 JSAC 0601-1、JSAC 0602-1 2004年12月 社団法人 日本分析化学会
- 3) 日本分析化学会編：プラスチック中 Cd,Pb,Cr,Hg,Br の化学分析方法マニュアル 2007年8月 社団法人 日本分析化学会

以 上

有害金属成分化学分析用プラスチック標準物質  
作製のための第3次共同実験実施要領

(社)日本分析化学会  
プラスチック標準物質作製委員会  
委員長 中村 利廣

1. 分析試料  
JSAC 0601-3 (低含有率) 約 10 g 入り 1 本  
JSAC 0602-3 (高含有率) 約 10 g 入り 1 本  
化学分析用で、いずれもポリエステル破砕品 (粒度 : 0.5 mm ~ 1.0 mm)。
2. 分析対象元素  
Cd, Cr, Pb 及び Hg
3. 分析方法  
化学分析方法は、通常実施している分析方法で行なう。なお、使用した分析方法を報告書に記載して下さい。参考までに本学会推奨法『プラスチック中 Cd,Pb,Cr,Hg,Br の化学分析方法マニュアル』を同封します。
4. 分析回数  
(1) JSAC 0601-3 について、独立した 2 回の分析を行う。  
(2) JSAC 0602-3 について、独立した 2 回の分析を行う。
5. 分析結果の報告  
(1) 報告数値の桁数は、有効数字 5 桁目を四捨五入して 4 桁とする (統計処理のため)。  
(2) 分析結果を、採用した分析方法とともに別途送付する電子ファイルの分析結果報告シートに記入し、その電子ファイルを E-メールに添付して (aono@jsac.or.jp) までお送りください。
6. 報告期限  
2008年1月28日(月) 着

参考までに試料作製時の目標含有率を下記に示す。

(単位 :  $\mu\text{g} / \text{g}$ )

	Pb	Cd	Cr	Hg
JSAC 0601-3	10	5	10	1
JSAC 0602-3	100	50	100	10

問合せ先

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

(社)日本分析化学会 社会貢献活動部門事務局 小野昭紘

E-mail : aono@jsac.or.jp TEL : 03-3490-3352 FAX : 03-3490-3572

付属資料 2)

有害金属成分化学分析用プラスチック標準物質  
第3次共同実験結果 報告シート

年 月 日

試験機関名			
連絡担当者	部課名	氏名	Tel
			Fax
			E-mail

1. 分析結果

(単位:  $\mu\text{g/g}$ )

試料番号	元素	目標含有率	分析 1	分析 2	破碎方法 (注*)	抽出方法 (注*)	分析方法 (注*)
JSAC 0601-3	Pb	10					
	Cd	5					
	Cr	10					
	Hg	1					
JSAC 0602-3	Pb	100					
	Cd	50					
	Cr	100					
	Hg	10					

2. 化学分析方法 (注\*)

試料の前処理方法及び分析方法については、下記の略称を記入して下さい。

試料破碎方法

- (1) アルミナ乳鉢・乳棒による打撃粉碎法 → アルミナ乳鉢
- (2) フィルムを用いる破碎・切断法 → フィルム
- (3) 機械切削法 → 機械
- (4) 凍結破碎法 → 凍結
- (5) その他 → 名称を記入

試料前処理方法

- (1) 密閉系酸分解 → 密閉酸
- (2) 開放系酸分解 → 開放酸
- (3) 硫酸炭化・灰化融解 → 硫酸炭・灰化
- (4) 還流冷却/酸分解 → 還冷酸
- (5) その他 → 名称を記入

分析方法

- (1) 誘導結合プラズマ発光分光分析法 → ICP-AES
- (2) 誘導結合プラズマ質量分析法 → ICP-MS
- (3) 還元気化原子吸光分析法 → (H) AA
- (4) 金アマルガム原子吸光分析法 → (A) AA
- (5) 電気加熱方式原子吸光分析法 → ET-AAS
- (6) その他 → 名称を記入

3. 分析方法の変更点その他コメントを記入ください(記入欄が不足する場合は別紙に記入下さい)。

The Japan Society for Analytical Chemistry

日本分析化学会

認 証 書

Certified Reference Material  
JSAC 0601-3

プラスチック認証標準物質  
有害金属成分化学分析用

本標準物質は、微量の鉛 (Pb)、カドミウム (Cd)、クロム (Cr)及び水銀 (Hg) の含有率が認証されたチップ状のポリエステル樹脂である。表 1 にその含有率の認証値を示す。

本標準物質は、プラスチック成型品等に含まれるこれらの金属成分の化学分析に当り、分析試料と本標準物質とを併行して分析し、得られた分析値を認証値と比較して妥当であるかどうかを判断するのに有用である。本標準物質は、ポリエステル樹脂を 0.5 mm～1 mm に破碎したチップ状のものであり、荷姿は 50 g 入り褐色ガラス瓶で、瓶は紙箱に収納されている。

表 1 認証値 (成分含有率)

成分	認証値 ± 不確かさ <sup>注1)</sup> μg / g	所間標準偏差 <sup>注2)</sup> (SD) μg / g	採用 データ数 (N)	分析方法 本文 認証値の決定方法 1. 参照
Pb	12.1 ± 0.3	0.6	19	(1),(2),(3),(4),(5), (6),(8)
Cd	5.0 ± 0.1	0.2	20	(1),(2),(3),(4),(6)
Cr	11.3 ± 0.2	0.5	18	(1),(2),(3),(4),(6), (8)
Hg	1.31 ± 0.03	0.06	18	(1),(6),(7),(8)

注 1) 不確かさは認証値決定のための共同実験で得られた平均値の 95%信頼限界 ( $U_{95\%}$ )であり、 $(t \times SD) \div \sqrt{N}$  で計算した ( $t$ :  $t$  分布表による)。

注 2) 標準物質の使用者がその分析値を評価するとき、上記の不確かさのほか、SD を考慮するのが妥当である (本認証書付録参照)。

使用上の注意

1. 標準物質を扱うときには、汚染を避けるために十分な注意が必要である。
2. 容器中に残量があるときは容器の口を開けたまま放置せず、直ちに栓をする。
3. 標準物質を容器から取り出して、いったん葉包紙上や他の容器に移した標準物質は元の容器に戻さない。

4. 本標準物質は、毒物及び劇物取締法における毒物・劇物 (Hg の化合物) を添加しているため、取り扱いに注意する。

#### 保管上の注意及び認証値の安定性

1. 標準物質は冷暗所に保管する。容器外部からの汚染を防ぐためには、容器を箱あるいはプラスチックフィルムバッグに入れておくのが安全である。
2. 冷暗所で保存すれば、特性値に変化は起こらないと考えられるが、安定性又は有効期限については今後定期的に安定性試験を実施し、結果が得られ次第、本学会誌・ホームページなどで報告する。

#### 標準物質の調製方法及び均質性の確認

1. 有機金属錯体のテトラフェニル鉛、シクロヘキサンプチレートカドミウム、アセチルアセトネートクロム (Ⅲ) 及びシクロヘキサンプチレート水銀を所要量秤量してトルエンに溶解した。ポリエステル基材 (不飽和ポリエステル粉末、商品名: クリアーポリエステル、エポック社製) を秤りとり、これに前記トルエン溶液を加え、十分攪拌した。この混合液に硬化剤 (メチルエチルイソブチルケトンパーオキサイド、商品名: パーメック N、エポック社製) を加え、約 50 cm 平方、深さ 4 mm の型に流して 6~12 時間放置して硬化させ、板を作製した。硬化後、板にカッターナイフで筋を入れ、折って小片として普通鋼製カッターミル (固定刃、回転刃はハイスピード鋼) で破碎し、排出スクリーンから排出されたものをステンレス鋼篩で篩い、1 mm 目通過-0.5 mm 目ストップのものを採取した。得られた破碎物を集めてポリプロピレン容器 (17 L) に入れ、ふたをして容器を回転して均質化を図った。
2. 試料は、褐色ガラス瓶 243 本に 50 g ずつ充填後、10 本の瓶から 2 回分析用に秤り取り、それぞれ酸分解後、誘導結合プラズマ発光分光分析法により Pb、Cd 及び Cr の各成分を分析し、均質性試験を行なった。その結果によれば、瓶間標準偏差はプラスの値と同程度のマイナスの値を示し、分析では検出できないほど小さく、十分に均質であることを確認した。

#### 認証値の決定方法

認証値は、下記の 20 の試験機関による共同実験結果を統計的に処理して得られたものである。すなわち、作製した試料を参加 20 試験機関に配付し、同時に配付した分析方法マニュアル<sup>文献 1)</sup> に準じて独立 2 回繰り返して 4 成分 (Pb, Cd, Cr, Hg) の成分含有率を求めた。マニュアルに記載されている金属成分の分析方法及び共同実験で実施された主な分析方法の要旨を下記に示した。詳細は本標準物質の開発成果報告書<sup>文献 2)</sup> に示した。

##### 1. 分析方法の要旨

###### (1) 密閉系酸分解-誘導結合プラズマ質量分析法

試料を硝酸など適切な試薬でマイクロ波分解した後、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr 及び Hg の  $m/z$  におけるイオン電流を測定し、Pb、Cd、Cr 及び Hg を定量する。

###### (2) 密閉系酸分解-誘導結合プラズマ発光分光分析法

試料を硝酸など適切な試薬でマイクロ波加熱分解した後、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr による発光強度を測定し、Pb、Cd 及び Cr を定量する。

###### (3) 開放系酸分解-誘導結合プラズマ発光分光分析法

試料を硝酸を含む適切な混酸で分解した後、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr による発光強度を測定し、Pb、Cd 及び Cr を定量する。

- (4) 硫酸炭化・灰化融解－誘導結合プラズマ発光分光分析法  
試料を硫酸で炭化し、低温灰化し融解後、適当な酸で抽出したのち、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Crによる発光強度を測定し、Pb、Cd及びCrを定量する。
- (5) 密閉系酸分解－還元気化原子吸光分析法  
試料を硝酸など適切な試薬でマイクロ波分解し、塩化すず(Ⅱ)を加えてHgを還元し、この溶液に通気して発生するHg蒸気による原子吸光を測定し、Hgを定量する。
- (6) 還流冷却 / 酸分解－還元気化原子吸光分析法  
試料を硝酸、硫酸及び過マンガン酸カリウム溶液で分解する。尿素溶液を加えて残存亜硝酸を分解後、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液を加えて過剰の過マンガン酸カリウムを還元する。塩化すず(Ⅱ)溶液を加えてHgを還元し、この溶液に通気して発生するHg蒸気による原子吸光を測定し、Hgを定量する。
- (7) 加熱気化－金アマルガム原子吸光分析法  
試料を加熱し、発生するHg蒸気を金アマルガムにした後、再加熱してHg蒸気による原子吸光を測定し、Hgを定量する。
- (8) その他の方法

## 2. 共同実験の実施期間

共同実験は 2007 年 12 月から 2008 年 1 月の間で行った。

## 3. 測定値の評価と認証値の決定

報告された 20 試験機関の分析値についてロバスト法  $z$  スコアを計算し、その絶対値が 3 以上となるデータを異常値として棄却した。その後、通常の統計手法によって平均値、95% 信頼限界( $U_{95\%}$ 、不確かさ)、 $SD$  を求めて表 1 に示す認証値とした。

## 認証日付

2008 年 3 月 27 日

## 認証値決定に協力した試験機関 (五十音順)

- ・ エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社 応用技術部
- ・ 財団法人 化学物質評価研究機構 管理部
- ・ 株式会社 環境技研 技術部
- ・ 環境テクノス株式会社 ひびき研究所
- ・ キヤノン株式会社 取手事業所
- ・ コニカミノルタテクノロジーセンター株式会社 材料技術研究所
- ・ 株式会社 コベルコ科研 応用化学事業部
- ・ 株式会社 島津テクノリサーチ 品質保証部
- ・ 財団法人 上越環境科学センター 検査一課
- ・ 株式会社 住化分析センター 愛媛事業所
- ・ 住友金属テクノロジー株式会社 和歌山事業部
- ・ 株式会社 東海テクノ 環境事業部
- ・ 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 日産アーク 研究部
- ・ 株式会社 ニッテクリサーチ 材料技術部
- ・ 株式会社 日東分析センター 微量組成分析研究室
- ・ 株式会社 分析センター 技術管理本部
- ・ ハリソン東芝ライティング株式会社 開発技術統括部



- ・ 株式会社 堀場製作所 分析センター
- ・ 株式会社 三井化学分析センター 構造解析研究部

以上 20 試験機関

生産及び頒布機関 社団法人 日本分析化学会

調製機関 環境テクノ株式会社 (北九州市戸畑区中原新町 2 番 4 号)

認証責任者 社団法人 日本分析化学会  
標準物質委員会  
委員長 保母 敏行

作業委員会： 有害金属成分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	石橋 耀一	JFE テクノリサーチ(株) マネジメント支援部
委員	稲本 勇	(株) 日鐵テクノリサーチ 解析センター
委員	川瀬 晃	エスアイアイ・ナノテクノロジー(株) 応用技術部
委員	鶴田 暁	環境テクノ(株)
委員	須藤 和冬	(株) 三井化学分析センター 市原分析部
委員	中井 泉	東京理科大学 理学部
委員	野呂 純二	(株) 日産アーク 研究部
委員	長谷川 幹男	(株) 住化分析センター 千葉事業所
委員	坂東 篤	(株) 堀場製作所 分析センター
委員	小野 昭紘	(社) 日本分析化学会
オブザーバー	中野 和彦	現 大阪市立大学大学院 (元 明治大学理工学部)
オブザーバー	日置 昭治	(独) 産業技術総合研究所 計測標準研究部門
オブザーバー	高田 芳矩	(財) 日本分析センター
事務局	柿田 和俊	(社) 日本分析化学会
事務局	滝本 憲一	(社) 日本分析化学会

## 文献

- 1) 日本分析化学会編：プラスチック中 Cd,Pb,Cr,Hg,Br の化学分析方法マニュアル  
2007年8月 社団法人 日本分析化学会
- 2) 日本分析化学会編：開発成果報告書「有害金属成分化学分析用プラスチック標準物質 JSAC 0601-3、JSAC 0602-3 2008年4月 社団法人 日本分析化学会

問合せ先 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

付録： 認証値の不確かさと所間標準偏差について

—その利用上の注意—

この認証書には認証値の不確かさと所間（室間）標準偏差（SD）とが示されている。所間標準偏差は認証値決定のために共同実験に参加した試験機関の測定値（異常値を除いた後）の平均値を基準として求めた標準偏差である。

認証値の後に±を付けて記された不確かさは、平均値（認証値）の95%信頼限界（ $U_{95\%}$ ）の値で、下記の式から求めたものである。

$$U_{95\%} = t \times SD / \sqrt{N} \dots\dots\dots (1)$$

ここで  $t$  :  $t$  分布表による

$SD$  : 所間標準偏差

$N$  : データを採用した試験機関数

不確かさと所間標準偏差の違いを  $N$  が 20 の場合を例として下図に示す。図中で曲線 a は、平均値を 0 の位置とし、 $SD$  を 1 とし、その  $SD$  を  $\sigma$  とし求めた正規分布である。曲線 b は、 $N$  が 20 の場合に  $t = 2.093$  であるため、 $U_{95\%} (= 2\sigma)$  が 約 0.47 となり、平均値を 0 の位置とし、 $U_{95\%}$  の 1/2 を  $\sigma$  とし描いた正規分布である。なお、図中の横軸は  $SD$  の倍数  $k$  を目盛りとした。

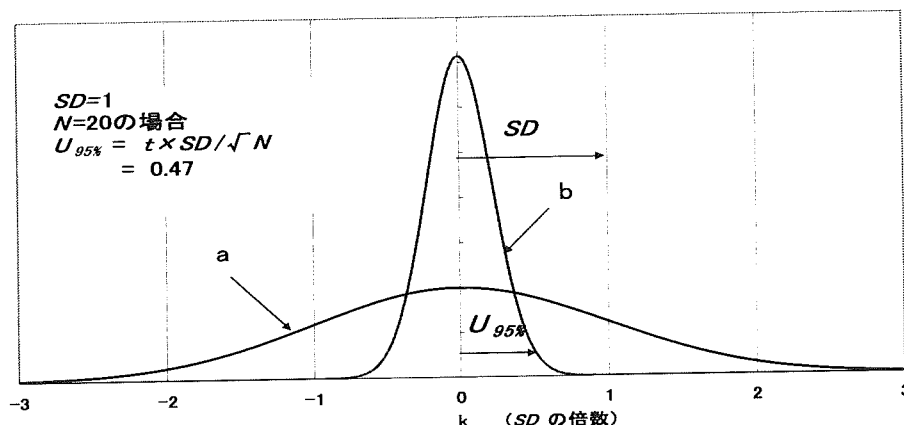


図  $SD$  と  $U_{95\%}$  の 1/2 を標準偏差  $\sigma$  とし描いた正規分布

この図における  $U_{95\%}$  の分布は、共同実験における平均値（認証値）の不確かさの分布であるので、この標準物質のユーザーがそれを分析した場合にその結果がこの不確かさの範囲に入ることを要求するものではない。

一般に、試験機関において標準物質を分析したとき、その結果と認証値との差は所間標準偏差の 2 倍 ( $2SD$ ) 以内にあることが望ましい。これは技能試験において次の(2)式で求める  $z$  スコアの絶対値が 2 以下に入ることと同等である。

$$z \text{ スコア} = (\text{試験機関の得た値} - \text{認証値}) / SD \dots\dots\dots (2)$$

しかしながら、試験機関において長期間にわたり繰り返し分析を行った場合の累積平均値と認証値との差（バイアス）は  $U_{95\%}$ （不確かさ）以内であることが望ましい。

The Japan Society for Analytical Chemistry

日本分析化学会

認 証 書

Certified Reference Material  
JSAC 0602-3

プラスチック認証標準物質  
有害金属成分化学分析用

本標準物質は、微量の鉛 (Pb)、カドミウム (Cd)、クロム (Cr)及び水銀 (Hg) の含有率が認証されたチップ状のポリエステル樹脂である。表 1 にその含有率の認証値を示す。

本標準物質は、プラスチック成型品等に含まれるこれらの金属成分の化学分析に当り、分析試料と本標準物質とを併行して分析し、得られた分析値を認証値と比較して妥当であるかどうかを判断するのに有用である。本標準物質は、ポリエステル樹脂を 0.5 mm~1 mm に破碎したチップ状のものであり、荷姿は 50 g 入り褐色ガラス瓶で、瓶は紙箱に収納されている。

表 1 認証値 (成分含有率)

成分	認証値 ± 不確かさ <sup>注1)</sup> μg / g	所間標準偏差 <sup>注2)</sup> (SD) μg / g	採用 データ数 (N)	分析方法 本文 認証値の決定方法 1. 参照
Pb	112.1 ± 1.4	2.9	19	(1),(2),(3),(4),(5), (6),(8)
Cd	50.6 ± 0.6	1.3	18	(1),(2),(3),(4),(6), (8)
Cr	112.5 ± 1.8	3.8	20	(1),(2),(3),(4),(6), (8)
Hg	12.1 ± 0.4	0.7	16	(1),(6),(7),(8)

注 1) 不確かさは認証値決定のための共同実験で得られた平均値の 95%信頼限界 ( $U_{95\%}$ )であり、 $(t \times SD) \div \sqrt{N}$  で計算した ( $t$ :  $t$  分布表による)。

注 2) 標準物質の使用者がその分析値を評価するとき、上記の不確かさのほか、SD を考慮するのが妥当である (本認証書付録参照)。

使用上の注意

1. 標準物質を扱うときには、汚染を避けるために十分な注意が必要である。
2. 容器中に残量があるときは容器の口を開けたまま放置せず、直ちに栓をする。
3. 標準物質を容器から取り出して、いったん葉包紙上や他の容器に移した標準物質は元の容器中に戻さない。

4. 本標準物質は、毒物及び劇物取締法における毒物・劇物 (Hg の化合物) を添加しているため、取り扱いに注意する。

### 保管上の注意及び認証値の安定性

1. 標準物質は冷暗所に保管する。容器外部からの汚染を防ぐためには、容器を箱あるいはプラスチックフィルムバッグに入れておくのが安全である。
2. 冷暗所で保存すれば、特性値に変化は起こらないと考えられるが、安定性又は有効期限については今後定期的に安定性試験を実施し、結果が得られ次第、本学会誌・ホームページなどで報告する。

### 標準物質の調製方法及び均質性の確認

1. 有機金属錯体のテトラフェニル鉛、シクロヘキサンプチレートカドミウム、アセチルアセトネートクロム (III) 及びシクロヘキサンプチレート水銀を所要量秤量してトルエンに溶解した。ポリエステル基材 (不飽和ポリエステル粉末、商品名: クリアーポリエステル、エポック社製) を秤りとり、これに前記トルエン溶液を加え、十分攪拌した。この混合液に硬化剤 (メチルエチルイソブチルケトンパーオキサイド、商品名: パーメック N、エポック社製) を加え、約 50 cm 平方、深さ 4 mm の型に流して 6 ~ 12 時間放置して硬化させ、板を作製した。硬化後、板にカッターナイフで筋を入れ、折って小片として普通鋼製カッターミル (固定刃、回転刃はハイスピード鋼) で破碎し、排出スクリーンから排出されたものをステンレス鋼篩で篩い、1 mm ~ 0.5 mm のものを採取した。得られた破碎物を集めてポリプロピレン容器 (17 L) に入れ、ふたをして容器を回転して均質化を図った。
2. 試料は、褐色ガラス瓶 243 本に 50 g ずつ充填後、10 本の瓶から 2 回分析用に秤り取り、それぞれ酸分解後、誘導結合プラズマ発光分光分析法により Pb、Cd 及び Cr の各成分を分析し、均質性試験を行なった。その結果によれば、瓶間標準偏差はプラスの値と同程度のマイナスの値を示し、分析では検出できないほど小さく、十分に均質であることを確認した。

### 認証値の決定方法

認証値は、下記の 20 の試験機関による共同実験結果を統計的に処理して得られたものである。すなわち、作製した試料を参加 20 試験機関に配付し、同時に配付した分析方法マニュアル<sup>文献 1)</sup> に準じて独立 2 回繰り返して 4 成分 (Pb, Cd, Cr, Hg) の成分含有率を求めた。マニュアルに記載されている金属成分の分析方法及び共同実験で実施された主な分析方法の要旨を下記に示した。詳細は本標準物質の開発成果報告書<sup>文献 2)</sup> に示した。

#### 1. 分析方法の要旨

##### (1) 密閉系酸分解—誘導結合プラズマ質量分析法

試料を硝酸など適切な試薬でマイクロ波分解した後、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr 及び Hg の  $m/z$  におけるイオン電流を測定し、Pb、Cd、Cr 及び Hg を定量する。

##### (2) 密閉系酸分解—誘導結合プラズマ発光分光分析法

試料を硝酸など適切な試薬でマイクロ波加熱分解した後、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr による発光強度を測定し、Pb、Cd 及び Cr を定量する。

##### (3) 開放系酸分解—誘導結合プラズマ発光分光分析法

試料を硝酸を含む適切な混酸で分解した後、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Cr による発光強度を測定し、Pb、Cd 及び Cr を定量する。

- (4) 硫酸炭化・灰化融解－誘導結合プラズマ発光分光分析法  
試料を硫酸で炭化し、低温灰化し融解後、適当な酸で抽出したのち、溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、Pb、Cd、Crによる発光強度を測定し、Pb、Cd及びCrを定量する。
- (5) 密閉系酸分解－還元気化原子吸光分析法  
試料を硝酸など適切な試薬でマイクロ波分解し、塩化すず(Ⅱ)を加えてHgを還元し、この溶液に通気して発生するHg蒸気による原子吸光を測定し、Hgを定量する。
- (6) 還流冷却 / 酸分解－還元気化原子吸光分析法  
試料を硝酸、硫酸及び過マンガン酸カリウム溶液で分解する。尿素溶液を加えて残存亜硝酸を分解後、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液を加えて過剰の過マンガン酸カリウムを還元する。塩化すず(Ⅱ)溶液を加えてHgを還元し、この溶液に通気して発生するHg蒸気による原子吸光を測定し、Hgを定量する。
- (7) 加熱気化－金アマルガム原子吸光分析法  
試料を加熱し、発生するHg蒸気を金アマルガムにした後、再加熱してHg蒸気による原子吸光を測定し、Hgを定量する。
- (8) その他の方法

## 2. 共同実験の実施期間

共同実験は 2007 年 12 月から 2008 年 1 月の間で行った。

## 3. 測定値の評価と認証値の決定

報告された 20 試験機関の分析値についてロバスト法  $z$  スコアを計算し、その絶対値が 3 以上となるデータを異常値として棄却した。その後、通常の統計手法によって平均値、95% 信頼限界( $U_{95\%}$ 、不確かさ)、 $SD$  を求めて表 1 に示す認証値とした。

## 認証日付

2008 年 3 月 27 日

## 認証値決定に協力した試験機関 (五十音順)

- ・ エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社 応用技術部
- ・ 財団法人 化学物質評価研究機構 管理部
- ・ 株式会社 環境技研 技術部
- ・ 環境テクノス株式会社 ひびき研究所
- ・ キヤノン株式会社 取手事業所
- ・ コニカミノルタテクノロジーセンター株式会社 材料技術研究所
- ・ 株式会社 コベルコ科研 応用化学事業部
- ・ 株式会社 島津テクノリサーチ 品質保証部
- ・ 財団法人 上越環境科学センター 検査一課
- ・ 株式会社 住化分析センター 愛媛事業所
- ・ 住友金属テクノロジー株式会社 和歌山事業部
- ・ 株式会社 東海テクノ 環境事業部
- ・ 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 日産アーク 研究部
- ・ 株式会社 ニッテクリサーチ 材料技術部
- ・ 株式会社 日東分析センター 微量組成分析研究室
- ・ 株式会社 分析センター 技術管理本部
- ・ ハリソン東芝ライティング株式会社 開発技術統括部

- ・ 株式会社 堀場製作所 分析センター
- ・ 株式会社 三井化学分析センター 構造解析研究部

以上 20 試験機関

生産及び頒布機関 社団法人 日本分析化学会

調製機関 環境テクノス株式会社 (北九州市戸畑区中原新町 2 番 4 号)

認証責任者 社団法人 日本分析化学会  
標準物質委員会  
委員長 保母 敏行

作業委員会： 有害金属成分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	石橋 耀一	JFE テクノリサーチ(株) マネジメント支援部
委員	稲本 勇	(株) 日鐵テクノリサーチ 解析センター
委員	川瀬 晃	エスアイアイ・ナノテクノロジー(株) 応用技術部
委員	鶴田 暁	環境テクノス (株)
委員	須藤 和冬	(株) 三井化学分析センター 市原分析部
委員	中井 泉	東京理科大学 理学部
委員	野呂 純二	(株) 日産アーク 研究部
委員	長谷川 幹男	(株) 住化分析センター 千葉事業所
委員	坂東 篤	(株) 堀場製作所 分析センター
委員	小野 昭紘	(社) 日本分析化学会
オブザーバー	中野 和彦	現 大阪市立大学大学院 (元 明治大学理工学部)
オブザーバー	日置 昭治	(独) 産業技術総合研究所 計測標準研究部門
オブザーバー	高田 芳矩	(財) 日本分析センター
事務局	柿田 和俊	(社) 日本分析化学会
事務局	滝本 憲一	(社) 日本分析化学会

## 文献

- 1) 日本分析化学会編：プラスチック中 Cd,Pb,Cr,Hg,Br の化学分析方法マニュアル  
2007年8月 社団法人 日本分析化学会
- 2) 日本分析化学会編：開発成果報告書「有害金属成分化学分析用プラスチック標準物質 JSAC 0601-3、JSAC 0602-3 2008年4月 社団法人 日本分析化学会

問合せ先 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

# 付録： 認証値の不確かさと所間標準偏差について

## －その利用上の注意－

この認証書には認証値の不確かさと所間（室間）標準偏差（SD）とが示されている。所間標準偏差は認証値決定のために共同実験に参加した試験機関の測定値（異常値を除いた後）の平均値を基準として求めた標準偏差である。

認証値の後に±を付けて記された不確かさは、平均値（認証値）の95%信頼限界（ $U_{95\%}$ ）の値で、下記の式から求めたものである。

$$U_{95\%} = t \times SD / \sqrt{N} \dots \dots \dots (1)$$

ここで  $t$  :  $t$  分布表による

$SD$  : 所間標準偏差

$N$  : データを採用した試験機関数

不確かさと所間標準偏差の違いを  $N$  が 20 の場合を例として下図に示す。図中で曲線 a は、平均値を 0 の位置とし、 $SD$  を 1 とし、その  $SD$  を  $\sigma$  とし求めた正規分布である。曲線 b は、 $N$  が 20 の場合に  $t = 2.093$  であるため、 $U_{95\%}(=2\sigma)$  が 約 0.47 となり、平均値を 0 の位置とし、 $U_{95\%}$  の 1/2 を  $\sigma$  とし描いた正規分布である。なお、図中の横軸は  $SD$  の倍数  $k$  を目盛りとした。

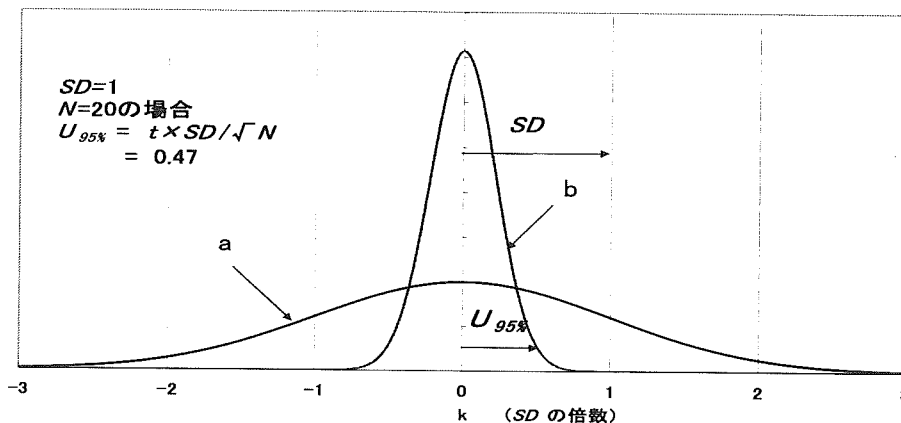


図  $SD$  と  $U_{95\%}$  の 1/2 を標準偏差  $\sigma$  とし描いた正規分布

この図における  $U_{95\%}$  の分布は、共同実験における平均値（認証値）の不確かさの分布であるので、この標準物質のユーザーがそれを分析した場合にその結果がこの不確かさの範囲に入ることを要求するものではない。

一般に、試験機関において標準物質を分析したとき、その結果と認証値との差は所間標準偏差の 2 倍 ( $2SD$ ) 以内にあることが望ましい。これは技能試験において次の(2)式で求める  $z$  スコアの絶対値が 2 以下に入ることと同等である。

$$z \text{ スコア} = (\text{試験機関の得た値} - \text{認証値}) / SD \dots \dots \dots (2)$$

しかしながら、試験機関において長期間にわたり繰り返し分析を行った場合の累積平均値と認証値との差（バイアス）は  $U_{95\%}$ （不確かさ）以内であることが望ましい。

日本分析化学会 / 標準物質委員会 (2008年)

	氏名	所属
委員長	保母 敏行	東京都立大学名誉教授
委員	朝海 敏昭	(独) 製品評価技術基盤機構 化学物質管理センター
委員	飯田 芳男	成蹊大学名誉教授
委員	石橋 耀一	JFE テクノリサーチ (株) マネジメント支援部
委員	垣内 隆	京都大学大学院 工学研究科
委員	川瀬 晃	エスアイアイ・ナノテクノロジー (株) 応用技術部
委員	北森 武彦	東京大学大学院 工学研究科
委員	渡會 仁	大阪大学大学院 理学研究科
委員	中村 利廣	明治大学 理工学部
委員	平井 昭司	武蔵工業大学 工学部
委員	藤本 京子	JFE テクノリサーチ (株) 分析・物性研究部
委員	松田りえ子	国立医薬品食品衛生研究所 食品部
委員	松本 保輔	(財) 化学物質評価研究機構 化学標準部
委員	安井 明美	(独) 農業・食品産業技術総合研究機構 食品総合研究所
委員	鎗田 孝	(独) 産業技術総合研究所 計測標準研究部門
委員	小野 昭紘	(社) 日本分析化学会
委員	木村 宗明	(社) 日本分析化学会
事務局	柿田 和俊	(社) 日本分析化学会
事務局	坂田 衛	(社) 日本分析化学会
事務局	滝本 憲一	(社) 日本分析化学会

有害金属成分化学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	稲本 勇	(株) 日鐵テクノリサーチ 解析センター
委員	石橋 耀一	JFE テクノリサーチ (株) マネジメント支援部
委員	川瀬 晃	エスアイアイ・ナノテクノロジー (株) 応用技術部
委員	鶴田 暁	環境テクノス (株)
委員	須藤 和冬	(株) 三井化学分析センター 市原分析部
委員	中井 泉	東京理科大学 理学部
委員	野呂 純二	(株) 日産アーク 研究部
委員	長谷川 幹男	(株) 住化分析センター 千葉事業所
委員	坂東 篤	(株) 堀場製作所 分析センター
委員	小野 昭紘	(社) 日本分析化学会
ワーカー	中野 和彦	現 大阪市立大学大学院 (元 明治大学理工学部)
ワーカー	日置 昭治	(独) 産業技術総合研究所 計測標準研究部門
ワーカー	高田 芳矩	(財) 日本分析センター
事務局	柿田 和俊	(社) 日本分析化学会
事務局	滝本 憲一	(社) 日本分析化学会

編集兼発行人 社団法人 日本分析化学会 2008年4月16日 印刷 発行  
 印刷所 〒113-0033 東京都文京区本郷2-5-2 福々印刷株式会社  
 発行所 〒141-0031 東京都品川区西五反田1-26-2 五反田サンハイツ304号  
 社団法人 日本分析化学会  
 電話：03-3490-3351 FAX：03-3490-3572  
 URL：http://www.jsac.or.jp/