

アナリティカルレポート

有害金属成分分析用プラスチック認証標準物質
JSAC 0601-1, JSAC 0602-1 の開発

中野 和彦^{®1,2,3}, 中村 利廣^{1,4}, 中井 泉^{1,5}, 川瀬 晃^{1,6}, 今井 眞^{1,7},
長谷川幹男^{1,7}, 石橋 耀一^{1,8}, 稲本 勇^{1,9}, 須藤 和冬^{1,10}, 古崎 勝^{1,11},
鶴田 暁^{1,11}, 小野 昭紘¹, 柿田 和俊¹, 坂田 衛¹

1 緒 言

近年のプラスチック製品の安全性を巡る大きな動向の一つが、2003年に欧州連合(EU)で制定された、使用済みの家電電子機器の回収・リサイクル指令案であるWEEE(Waste Electrical and Electronic Equipment)指令¹⁾、及び2006年6月以降に上市するすべての電気電子機器の材料や構成部品に含まれるPb, Cd, Cr(VI), Hg及び臭素系難燃剤〔ポリ臭素化ジフェニル(PBB), ポリ臭素化ジフェニルエーテル(PBDE)〕の使用を制限したRoHS(Restrictions on Hazardous Substance)指令²⁾である。RoHS指令の適用範囲は、一部の除外項目を除いたほぼすべての製品に及んでおり、当然、材料成分となるプラスチックも適用対象となる。WEEE/RoHS指令は、欧州諸国の問題に限られたものでなく、欧州を市場としている我が国においても極めて重大な問題となっており、現在プラスチック製品に含まれる有害物質の分析の需要が急速に拡大している。

プラスチック中の有害物質の分析は、酸分解やマイクロ

波分解を行った後に誘導結合プラズマ(ICP)発光分光法や原子吸光法で行うのが一般的であるが、分析値や分析方法の信頼性・妥当性を評価するためには標準物質が不可欠である。現在、認証値が保証されているプラスチック標準物質としては、Cdを一定量含むポリエチレン標準物質VDA 001-004³⁾と、As, Br, Cd, Cl, Cr, Hg, Pb, Sを一定量含むポリエチレン標準物質BCR 680, BCR 681^{4)~7)}が頒布されている。また、日本国内でも幾つかの機関が重金属を含む標準物質の頒布を行っているが、含有元素の種類や含有率範囲などで不十分な状況と言える⁸⁾。

日本分析化学会では、このような状況に対応するために、20の共同実験機関の協力の下、ポリエステルをマトリックスとしたPb, Cd, Cr, Hgを含む化学分析用のプラスチック標準物質、JSAC 0601-1(低含有率)及びJSAC 0602-1(高含有率)の開発及び認証を行った。

2 標準物質の作製と均質性の確認

これまで頒布されているプラスチック標準物質は、プラスチック粉末に金属顔料等を添加・加熱混合を繰り返して作製を行う方法が一般的である。これに対し本標準物質では、液状のプラスチック基材に、有機溶剤で溶解した金属試薬を添加・かくはんして標準物質を作製する方法⁹⁾¹⁰⁾を採用した。この標準物質調製法は、プラスチック原料に、有機金属試薬の有機溶剤溶液を溶解することで、含有金属の均質性が保証された試験片を得ることができる。また本調製方法は、BCRプラスチック標準物質のように加熱混合・成型などの工程を必要とせず、試料調製の簡便さも改善したものである。

2・1 標準物質の作製

試料調製は環境テクノスにおいて行われた。標準物質の調製方法を以下に示す。

Step 1: 有機金属化合物のクロム(III)アセチルアセトネート(ACROS製, 純度97%), カドミウムシクロヘキサンプチレート(ACROS製, Cd含有率24%),

¹ 社団法人日本分析化学会有害成分分析用プラスチック標準物質作製小委員会: 141-0031 東京都品川区西五反田1-26-2 五反田サンハイツ304

² 大阪府立大学大学院工学研究科: 558-8585 大阪府大阪市住吉区杉本3-3-138

³ PRESTO-JST: 332-0012 埼玉県川口市本町4-1-8

⁴ 明治大学理工学部応用化学科: 214-8571 神奈川県川崎市多摩区東三田1-1-1

⁵ 東京理科大学理学部応用化学科: 162-8601 東京都新宿区神楽坂1-3

⁶ エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社: 104-0041 東京都中央区新富2-15-5 RB築地ビル

⁷ 株式会社住化分析センター千葉事業所: 299-0266 千葉県袖ヶ浦市北袖9-1

⁸ JFEテクノロジー株式会社: 210-0855 神奈川県川崎市川崎区南渡辺町1-1

⁹ 株式会社日鐵テクノロジー: 293-0011 千葉県富津市新富20-1

¹⁰ 株式会社三井化学分析センター: 299-0108 千葉県市原市千種海岸3

¹¹ 環境テクノス株式会社: 804-0003 福岡県北九州市戸畑区中原新町2-4

Table 1 Target concentrations of Pb, Cd, Cr and Hg for JSAC 0601-1, 0602-1

	Target concentration/mg kg ⁻¹			
	Pb	Cd	Cr	Hg
JSAC 0601-1	10	5	10	1
JSAC 0602-1	100	50	100	10

テトラフェニル鉛 (ACROS 製, 純度 97%) 及び水銀シクロヘキサンプチレート (ACROS 製, 純度 99%) をひょう量し, トルエン 700 g に溶解した (括弧内容ラベル表示).

Step 2: ポリエステル基材 (エポック製: クリアポリエステル) 8 kg をはかり取り, これに前記トルエン溶液を加え, 容量 171 のポリプロピレン製容器中で 20 分間かくはんした. このとき Pb, Cr, Hg の含有量は, Table 1 に示した値になるよう調製した.

Step 3: Step 2 で調製した混合液に硬化剤を添加・かくはんした後, ガラス製の型枠に流し込み室温で 12 時間放置し硬化させて, 50 cm 平方, 3 mm 厚の平板を作製した.

Step 4: Step 3 で得られた平板にカッターナイフで 5 cm 目程度となるよう縦横の筋を入れ, 手作業で折ったものを逐次, 普通鋼製カッターミル (セイシン製: オリエンタミル VM-16, 固定歯-ハイスピード鋼) で粉砕し, 排出スクリーンから排出されたものをステンレス鋼製のふるいでふるい分けを行い, 0.5~1 mm のものを選別した.

Step 5: 得られた破砕物を容量 171 のポリプロピレン容器に入れ, ふたをして容器を 20 分間反転を繰り返して均質化を図った. 混合後, 容量 110 ml の褐色ガラス瓶に 50 g ずつ充填して最終製品とした. 調製した標準物質の数は, 低含有率用 (JSAC 0601-1) で 96 本, 高含有率用 (JSAC 0602-1) で 109 本である.

2.2 破砕物の粒度調整

標準物質は, 化学分析における前処理の観点から見ればその粒度は細かいほうがよい. しかし, ポリエステルの場合, 粉末状にまで粉砕を行うと静電帯電を起こしやすくなり試料の取り扱いが困難となる. このため標準物質の粒度は, ある程度の大きさの破砕物に調整することとした. 破砕した標準物質を目開きが 0.5, 1.0 及び 1.4 mm のステンレス製のふるいによりふるい分けを行い作業性と収量を検討した結果, 1.4 mm 目ふるいストップで 0.1 mass%, 1.4 mm 目ふるい通過 1.0 mm 目ふるいストップで 11.4 mass%, 1.0 mm 目ふるい通過 0.5 mm 目ふるいストップで 74.4 mass%, 0.5 mm 目ふるい通過で 14.1 mass% となり,

破砕物の収量としては 1.0 mm 目ふるい通過 0.5 mm 目ふるいストップのものが最大となった.

2.3 破砕工程からのクロムの汚染

標準物質の破砕にはカッターミルを用いているため, 破砕工程において Fe や Cr などの汚染が生じるおそれがある. Fe は認証対象ではないので問題はないが, Cr 含有量の低い標準物質においては, Cr 汚染が問題となる可能性がある. このため破砕工程からの Cr の汚染を確認するために下記の試験を行った.

金属を添加しないポリエステル平板 (20 cm × 20 cm × 3 mm 厚) を作製し, ステンレス製及び普通鋼性のカッターミルによりそれぞれ破砕を行った. 破砕した試料を酸分解した後, 誘導結合プラズマ原子発光分析法 (ICP-AES) で分析を行い, Fe 及び Cr を定量した. また, 比較のため磁性乳鉢による破砕も併せて行い, Fe と Cr の汚染を確認したところ以下の結果を示した.

(a) 磁性乳鉢による破砕: Cr 0.2 µg/g 未満, Fe: 0.46 µg/g.

(b) ステンレス製カッターミルによる破砕: 1.4 mm 目ふるい通過 1 mm 目ふるいストップ, Cr 1.44 µg/g. 1 mm 目ふるい通過 0.5 mm 目ふるいストップ, Cr 0.70 µg/g.

(c) 普通鋼製カッターミルによる破砕: 1.4 mm 目ふるい通過 1 mm 目ふるいストップ, Cr 0.86 µg/g, Fe 12.7 µg/g. 1 mm 目ふるい通過 0.5 mm 目ふるいストップ, Cr 0.60 µg/g, Fe 18.2 µg/g.

これらの結果より, 普通鋼性カッターミルで 1 mm 目ふるい通過 0.5 mm 目ふるいストップのものが Cr の汚染が最も低いことが確認された. このことより本標準物質においては, 普通鋼性カッターミルにより破砕を行うこととした.

2.4 均質性の確認

調製した製品から充填順の離れた瓶を 11 本任意に抜き取り, それぞれの瓶につき Cd 及び Cr の独立 2 回の分析を行った. 分析は試料 0.5 g を酸分解した後, ICP 発光分析法によった. 各試料瓶について独立 2 回, 合計 22 回の分析値を基に平均値, 標準偏差, 相対標準偏差を求めるとともに, 分散分析検定 (ANOVA test) を実施した. 結果を Table 2 に示す. 分析結果の相対標準偏差は Cd で 1.4% (JSAC 0601-1), 0.95% (JSAC 0602-1), Cr で 1.5% (JSAC 0601-1), 1.1% (JSAC 0602-1) であり, 分散分析検定の結果についても *F* 値が危険率 5% の臨界値 (2.85) を超えたものはないため, 試料の均質性に問題はないものと判断した. また, Pb 及び Hg に関しては, 分解法の違いやコストの点から省略した. しかしながら, 本標準物質

Table 2 Test results on homogeneity of JSAC 0601-1 and JSAC 0602-1 for Cd and Cr

	JSAC 0601-1		JSAC 0602-1	
	Cd	Cr	Cd	Cr
Ave. ^{a)} /mg kg ⁻¹	4.89	10.1	47.0	100.8
SD ^{b)} /mg kg ⁻¹	0.069	0.15	0.45	1.1
RSD ^{c)} , %	1.4	1.5	0.95	1.1
N ^{d)}	22	22	22	22
F ^{e)}	1.24	1.38	1.3	2.04

a) Ave.: Average; b) SD: Standard deviation ($n = 22$); c) RSD: Relative standard deviations ($n = 22$); d) N: Number of analyses; e) F: F values

と同様の方法で調製した蛍光 X 線分析用プラスチック標準物質 JSAC 0601~0615¹¹⁾及び JSAC 0621~0625¹²⁾に関してはその均質性が確認されており, 本標準物質においても均質性に問題はないものと考えられる。

3 認証値決定のための共同実験

3.1 共同実験の方法

認証値の決定方法は, ISO Guide 35-1989 に準拠した共同実験方式で行った。共同実験では, 各水準の標準物質から任意に 2 本の瓶を選び, それぞれの瓶の内容を 2 等分したもの, すなわち計 4 本の瓶を各試験所に送付し, 化学分析による含有率の報告を求めた。また, 化学分析法は, 経済産業省の委託事業として日本化学工業協会が作成した「化学製品中の特定微量金属成分測定法の標準化」¹³⁾に準拠した。以下に分析法及び試料の分解法の概要を示す。また, 参加試験機関が用いた分析法及び試料分解法の詳細は, 「有害金属成分化学分析用プラスチック標準物質開発成果報告書」¹⁴⁾に記載した。

3.2 分析法

共同実験においては, 参加試験機関において以下の分析法が用いられた。

- (i) 還元気化原子吸光法 (CVAAS)
- (ii) ICP-AES
- (iii) ICP-MS
- (iv) 電気加熱方式原子吸光法 (ETAAS)

3.3 試料分解法

共同実験における試料分解は, 以下の分解法から参加機関が選択して用いた。

(i) 還流冷却酸分解: 試料を硝酸, 硫酸及び過マンガン酸カリウムで分解する。尿素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を加えて過剰の過マンガン酸カリウムを還元する。

(ii) 開放系酸分解: 試料を硫酸, 硝酸及び過酸化水素

で分解する。

(iii) 密閉系酸分解

分解 A: 硝酸を用いてマイクロ波分解を実施し, 溶液化する。

分解 B: 混酸 (硝酸+フッ化水素酸) を用いてマイクロ波分解した後, ホウ酸を加え, フッ化水素酸をマスキングし, 溶液化する (分解 A で分解困難な試料に適用)。

分解 C: 混酸 (硝酸+フッ化水素酸) を用いてマイクロ波分解し, 分解溶液を蒸発乾固する。析出した残留有機物に混酸 (硝酸+過塩素酸) を加え, 更にマイクロ波分解し, 分解溶液を蒸発乾固する。引き続き, 硝酸を用いてマイクロ波分解を実施し, 溶液化する (分解 A 及び分解 B で分解困難な試料に適用。ただし, Hg は揮散により損失するため適用外とする)。

3.4 共同実験参加機関

共同実験には以下に示す 20 の試験機関が参加した (五十音順)。

- (1) イビデンエンジニアリング(株)環境技術事業部,
- (2) エスアイアイ・ナノテクノロジー(株)応用技術部,
- (3) 財化学物質評価研究機構環境技術部,
- (4) (株)環境管理センター分析センター,
- (5) (株)環境技研,
- (6) 環境テクノス(株)びき研究所,
- (7) (株)コベルコ科研環境化学事業部,
- (8) 独産業技術総合研究所計測標準研究部門,
- (9) JFE テクノリサーチ(株)分析評価事業部,
- (10) (株)住化分析センター愛媛事業所,
- (11) 住友金属テクノロジー(株)和歌山事業部,
- (12) 中外テクノス(株)環境技術センター,
- (13) (株)東海テクノ環境事業部,
- (14) (株)東レリサーチセンター無機分析化学研究部,
- (15) (株)ニッテクリサーチ材料技術部,
- (16) (株)日鐵テクノリサーチ解析センター,
- (17) 日本総研(株),
- (18) 財日本品質保証機構関西環境試験所,
- (19) (株)分析センター,
- (20) (株)三井化学分析センター構造解析研究部。

4 分析結果の評価と認証値の決定

4.1 報告値の確認

測定機関の報告値は, 配布した各水準 4 本の瓶について, 併行条件による分析によって得られた 4 点の値を報告値として採用した。Fig. 1 に各試験所と採用した分析法を縦軸に, 試験所の報告値の平均値に 1 SD のエラーバーを付けたものを横軸にプロットしたものを示す。なお, 図中縦軸の試験所番号は, 3.4 の共同実験参加機関の番号に対応したものではない。この結果, 分析方法の違いによる報告値の偏りは見られず, いずれもほぼ正規分布となる結果を示した。

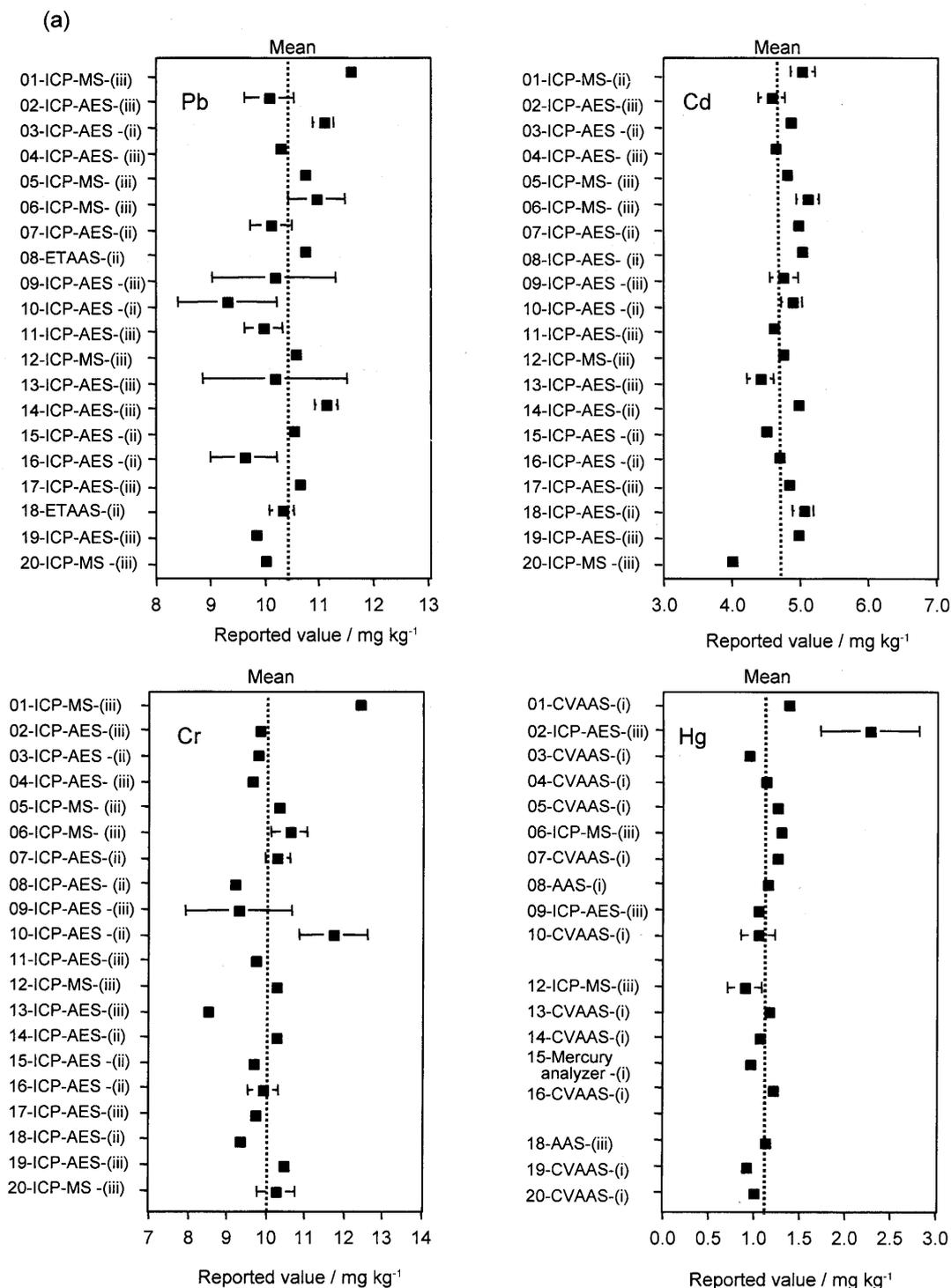


Fig. 1 Distribution of analytical data reported from 20 laboratories with 1 SD error bar for Pb, Cd, Cr and Hg in JSAC 0601-1 (a) and JSAC 0602-1 (b)

The dotted shows the mean value of whole data. The mark ■ without error bar means the length of the bar is within the width of ■. (i): Cold vapor acid digestion; (ii) Opened-system acid digestion; (iii) Closed-system acid digestion

continued on p. 803

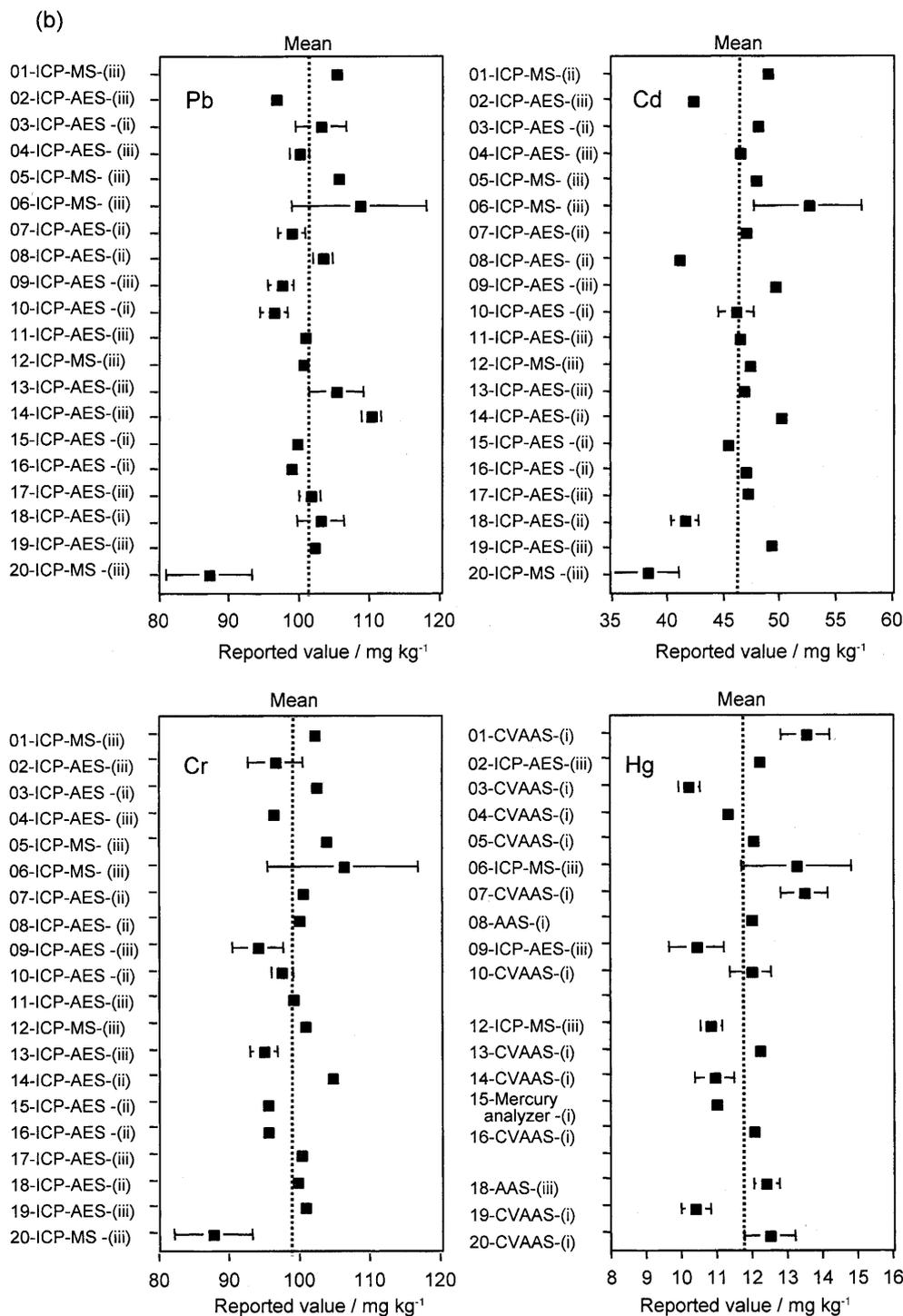


Fig. 1 (continued)

4・2 ロバスト法 z スコアによる異常値の棄却

本共同実験結果の統計計算では、ロバスト法 z スコアによって異常値を棄却した後、平均値と標準偏差を求めた。ロバスト法 z スコアとは、各測定機関全体の平均値からの隔たりを、標準偏差に相当する NIQR (normalized interquartile range) で除した値であり、次式で示される。

$$z = (\text{各測定機関の平均値} - \text{median}) / \text{NIQR}$$

ここで、median: 全体の中央値 (全体数が偶数の場合は二つの中央値の平均値)。NIQR: $\text{IQR} \times 0.7143$ 。IQR: 上四分位数と下四分位数の差 (四分位範囲)、正規分布の場合、NIQR は標準偏差に一致。

報告された 20 試験所の報告値についてロバスト法 z ス

Table 3 Statistical analysis of the analytical results of Pb, Cd, Cr and Hg in JSAC 0601-1 and 0602-1 (Unit: mg kg⁻¹)

	Element	N	Average	Median	U _{95%}	SD	NIQR	U _{95%} CV%	CV% classical	CV% robust
JSAC 0601-1	Pb	20	10.4	10.3	0.3	0.5	0.5	2.5	5.3	4.8
	Cd	19	4.8	4.8	0.1	0.2	0.2	2.0	4.1	4.9
	Cr	18	9.8	9.8	0.3	0.5	0.5	2.7	5.4	4.8
	Hg	17	1.1	1.1	0.1	0.1	0.2	6.5	12.7	13.5
JSAC 0602-1	Pb	19	102.0	101.6	1.8	3.8	3.7	1.8	3.7	3.6
	Cd	16	47.2	47.1	1.0	1.8	1.3	2.1	3.9	2.7
	Cr	19	99.8	100.2	1.7	3.4	3.7	1.7	3.4	3.7
	Hg	18	11.8	12.0	0.5	1.0	1.0	4.4	8.8	8.7

Table 4 Certified values of Pb, Cd, Cr and Hg in JSAC 0601-1 and 0602-1

	Element	No. of data accepted (N)	Certified value/ mg kg ⁻¹	SD/ mg kg ⁻¹
JSAC 0601-1	Pb	20	10.4 ± 0.3	0.5
	Cd	19	4.8 ± 0.1	0.2
	Cr	18	9.8 ± 0.3	0.5
	Hg	17	1.1 ± 0.1	0.1
JSAC 0602-1	Pb	19	102.0 ± 1.8	3.8
	Cd	16	47.2 ± 1.0	1.8
	Cr	19	99.8 ± 1.7	3.4
	Hg	18	11.8 ± 0.5	1.0

コアを計算し、 z スコアの絶対値が3以上となる報告値を異常値として棄却した。その結果、JSAC 0601-1ではCdで1つ、Crで2つ、Hgで1つの報告値を、JSAC 0602-1ではPbで1つ、Cdで4つ、Crで1つ報告値をそれぞれ棄却した。

4.3 標準物質の認証値の不確かさの決定

$|z| \geq 3$ の報告値を異常値として棄却した後、通常の統計計算手法によって平均値、認証値の不確かさ及び標準偏差を計算した。標準物質の認証値の不確かさは、Studentの t 分布の考え方に従って、次式で表される95%信頼区間($U_{95\%}$)で決定した。

$$U_{95\%} = t \times SD / \sqrt{N}$$

ここで、 t : Studentの t (有意水準5%でデータ数が十分に多い場合は $t = 1.96$ になる)、 SD : 所間標準偏差、 N : 採用報告値数(試験所数)。

また、本共同実験結果より、標準物質の使用者自身の測定値の z スコアが計算できるように、共同実験の標準偏差(所間標準偏差)も併せて表示した。平均値、不確かさ及び所間標準偏差の結果をTable 3に示す。ここで用いた項目と計算式については以下のとおりである。

(1) N : 棄却後の採用した報告値のうち、最終的な統計計算に使用した報告値数。

(2) Average: 採用した報告値の平均値。平均値の不確かさが示された有効けたまでを認証値として採用した。

(3) median: ロバスト法による中央値(従来法の平均値に相当する)。

(4) $U_{95\%}$: 採用した報告値の平均値の不確かさ。 $t \times SD / \sqrt{N}$

(5) SD : 採用した報告値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) $U_{95\%} CV\%$: $U_{95\%}/Average$ を%で表示。

(8) $CV\% classical$: $SD/Average$ を%で表示。

(9) $CV\% robust$: $NIQR/median$ を%で表示。

(10) ロバスト z スコア: (各所の値 - median)。

また、本標準物質における不確かさの要因としては、分析方法における系統的な誤差の他、(i) 標準物質自体の均質性、(ii) 測定時における光学的及び化学的干渉、(iii) 試料分解時における不溶解成分の残存及び揮散等が挙げられる。とりわけ本標準物質は、試料の分解が難しいプラスチックを主成分とするため、試料分解時の不溶解成分の残存及び揮散による誤差が大きいものと考えられる。

4.4 認証値の決定

Table 3のAverageと $U_{95\%}$ を用い、 $Average \pm U_{95\%}$ (小数点1けた)を標準物質の認証値とした。Pb, Cd, Cr,

Hg の認証値及び認証値の不確かさの有効数字は, 化学分析の真度と精度を考慮し小数点1けたとした. 決定した認証値を Table 4 に示す.

5 結 言

日本分析化学会は, WEEE/RoHS 指令に対応した Pb, Cd, Cr, Hg 分析用プラスチック標準物質の開発・認証を行った. ここで用いられた標準物質作製方法は, 溶液試料を原料とする方法であり, 製品の均質性に優れた方法である. 本標準物質はプラスチックに含まれる有害金属分析において大きな貢献が期待される. なお, 本標準物質は, 蛍光 X 線分析用プラスチック標準物質 (JSAC 0611~0615) とともに日本分析化学会より頒布されている.

本標準物質の開発にご協力いただいた共同実験参加機関に対しては甚大なる敬意を表す.

文 献

- 1) Directive 2002/96/EC (2003).
- 2) Directive 2002/95/EC (2003).
- 3) J. Pauwels, A. Lamberty, P. De Bièvre, K.-H. Grobecker, C. Bauspies: *Fresenius' J. Anal. Chem.*, **349**, 409 (1994).
- 4) W. Van Borm, A. Lamberty, P. Quevauviller: *Fresenius' J. Anal. Chem.*, **365**, 361 (1999).
- 5) A. Lamberty, W. Van Borm, P. Quevauviller: *Fresenius' J. Anal. Chem.*, **370**, 811 (2001).
- 6) P. Quevauviller: *Trend Anal. Chem.*, **20**, 446 (2001).
- 7) A. Lamberty, W. Van Borm, P. Quevauviller: EUR 19450 - The certification of the mass fractions of As, Br, Cd, Cl, Cr, Hg, Pb and S.
- 8) 中野和彦, 中村利廣: *ぶんせき (Bunseki)*, **2005**, 685.
- 9) K. Nakano, T. Nakamura: *X-Ray Spectrom.*, **32**, 452 (2003).
- 10) 中野和彦, 本村和子, 松野京子, 中村利廣: X 線分析の進歩, **35**, 101 (2004).
- 11) 中野和彦, 中村利廣, 中井 泉, 川瀬 晃, 今井 眞, 長谷川幹男, 石橋耀一, 稲本 勇, 須藤和冬, 古崎 勝, 鶴田 暁, 本間 寿, 小野昭紘, 柿田和俊, 坂田 衛: *分析化学 (Bunseki Kagaku)*, **55**, 501 (2006).
- 12) K. Nakano, T. Nakamura, I. Nakai, A. Kawase, M. Imai, M. Hasegawa, Y. Ishibashi, I. INamoto, K. Sudou, M. Kozaki, A. Turuta, A. Ono, K. Kakita, M. Sakata: *Anal. Sci.*, **22**, 1265 (2006).
- 13) 化学製品中の特定微量金属成分測定法の標準化: 平成 15 年度経済産業省委託事業成果, (日本化学工業協会).
- 14) 有害金属成分化学分析用プラスチック標準物質開発成果報告書, (2004), (日本分析化学会).

Preparation and Certification of the New Certified Reference Materials,
Plastics (JSAC 0601-1, JSAC 0602-1) for Determination of
Hazardous Metal Constituents

Kazuhiko NAKANO^{1,2,3}, Toshihiro NAKAMURA^{1,4}, Izumi NAKAI^{1,5}, Akira KAWASE^{1,6}, Makoto IMAI^{1,7},
Mikio HASEGAWA^{1,7}, Yohichi ISHIBASHI^{1,8}, Isamu INAMOTO^{1,9}, Kazuhuyu SUDOU^{1,10}, Masaru KOZAKI^{1,11},
Akira TURUTA^{1,11}, Akihiro ONO¹, Kazutoshi KAKITA¹ and Mamoru SAKATA¹

¹ The committee for the plastic CRMs for hazardous metals in The Japan Society for Analytical Chemistry, 1-26-2, Nishigotanda, Shinagawa-ku, Tokyo 141-0031

² Department of Applied Chemistry, Graduate School of Engineering, Osaka City University, 3-3-138, Sugimoto, Sumiyoshi-ku, Osaka-shi, Osaka 558-8585

³ PRESTO, JST, 4-1-8, Honcho, Kawaguchi-shi, Saitama 332-0012

⁴ Department of Applied Chemistry, Meiji University, 1-1-1, Higashimita, Tama-ku, Kawasaki-shi, Kanagawa 214-8571

⁵ Department of Applied Chemistry, Tokyo University of Science, 1-3, Kagurazaka, Shinjuku-ku, Tokyo 162-8601

⁶ SII NanoTechnology Inc., RBM Tsukiji Bldg., 2-15-5, Shintomi, Chuo-ku, Tokyo 104-0041

⁷ Sumika Chemical Analysis Service, Ltd., 9-1, Kitasode, Sodegaura-shi, Chiba 299-0266

⁸ JFE Techno-Research Corporation, 1-1, Minamiwatarida-cho, Kawasaki-ku, Kawasaki-shi, Kanagawa 210-0855

⁹ Nippon Steel Technoreserch Corporation, 20-1, Shintomi, Futtsu-shi, Chiba 293-0011

¹⁰ Mitsui Chemical Analysis & Consulting Service Inc., 3, Chigusakaigan, Ichihara-shi, Chiba 299-0108

¹¹ Environmental Technology Service Co. Ltd., 2-4, Nakaharashinmachi, Tobata-ku, Kitakyusyu-shi, Fukuoka 804-0003

(Received 25 January 2006, Accepted 2 June 2006)

The Japan Society for Analytical Chemistry has developed new plastic certified reference materials (CRMs) for the analysis of four hazardous elements (Pb, Cd, Cr and Hg) in plastics to ensure the quality control of analyses. These CRMs (named as JSAC 0601-1 and 0602-1) were prepared by leading a raw material liquid of polyester resin mixed with hardener and organometallic compounds into a flat mold. The obtained plastics plates were crushed in a chip form by a mill, and sieved to obtain 0.5~1 mm size pieces. An interlaboratory comparison study was performed with the participation of 20 laboratories. *z*-scores of the robust method were applied for a statistical analysis. The certified uncertainties were determined at the confidence levels of 95%. These presented CRMs are the first reference materials for plastics in Japan for the analysis of hazardous metals contained in plastics, and are expected to be useful for the quality assurance and quality control of trace metals in plastics.

Keywords : plastics; certified reference materials; chip form; interlaboratory comparison study; hazardous elements (Pb, Cd, Cr, Hg).