

国立研究開発法人 産業技術総合研究所
計量標準総合センター 標準物質認証書



認証標準物質

NMIJ CRM 7402-a
No. +++

タラ魚肉粉末（微量元素・アルセノベタイン・メチル水銀分析用）

Trace Elements, Arsenobetaine and Methylmercury in Cod Fish Tissue

本標準物質は、ISO 17034 及び ISO/IEC 17025 の要求事項に適合するマネジメントシステムに基づき生産されたタラ魚肉組織粉末であり、生物試料や類似した試料中の微量金属元素、有機ヒ素化合物の一種であるアルセノベタイン、及びメチル水銀の定量において、分析の精度管理に用いる他、分析方法や分析装置の妥当性確認等に用いることができる。

【認証値】

本標準物質の認証値（乾燥質量換算の濃度）は以下の通りである。認証値の不確かさは、合成標準不確かさと包含係数 $k=2$ から決定された拡張不確かさであり、約95%の信頼の水準をもつと推定される区間の半分の幅を表す。乾燥方法は本認証書に記載された方法による。

元素	認証値 質量分率 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)	分析方法 (下記参照)
Cr	0.72	0.09	1, 2, 3, 5
Mn	0.41	0.03	2, 3, 5
Fe	11.2	0.9	1, 2, 5
Ni	0.38	0.05	1, 2, 3, 5
Cu	1.25	0.07	1, 2, 5
Zn	21.3	1.5	1, 2, 4
As	36.7	1.8	2, 3, 4, 5
Se	1.8	0.2	1, 2, 5
Hg	0.61	0.02	1, 2, 8

元素	認証値 質量分率 (g/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (g/kg)	分析方法 (下記参照)
Na	3.6	0.2	4, 6, 7
Mg	1.34	0.03	2, 4, 6
K	22.3	1.0	4, 6, 7
Ca	0.52	0.05	4, 6, 7

分析方法：

- | | |
|----------------------------|---------------------------|
| 1) 同位体希釈誘導結合プラズマ(ICP)質量分析法 | 2) ICP質量分析法 |
| 3) 高分解能ICP質量分析法 | 4) ICP発光分光分析法 |
| 5) 黒鉛炉原子吸光分析法 | 6) フレーム原子吸光分析法 |
| 7) 炎光度法 | 8) 加熱気化-金アマルガムトラップ原子吸光分析法 |

(試料の分解はマイクロ波酸分解法による。8の分析方法のみ分解なし)

化合物	CAS番号	認証値 質量分率 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)	分析方法 (下記参照)
アルセノベタイン (Asとして)	64436-13-1	35.5	1.8	9, 10
メチル水銀 (Hgとして)	—	0.58	0.02	11, 12, 13

分析方法:

- 9) 水超音波抽出法と高速液体クロマトグラフィー-ICP質量分析法の組み合わせ
- 10) 水超音波抽出法と同位体希釈-液体クロマトグラフィー-質量分析法の組み合わせ
- 11) アルカリ超音波抽出法とフェニル誘導体化及び同位体希釈-ガスクロマトグラフィー(GC)-ICP質量分析法の組み合わせ
- 12) アルカリ超音波抽出法とエチル誘導体化及び同位体希釈-GC-ICP質量分析法の組み合わせ
- 13) 酸超音波抽出法とフェニル誘導体化及び同位体希釈-GC-ICP質量分析法の組み合わせ

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、産業技術総合研究所計量標準総合センターにおいて上記の複数の分析方法によって測定を行い、得られた測定結果を各々の合成標準不確かさの逆数で重み付けして平均することにより決定した。分析方法の組み合わせは以下のとおりである。

- (1) 一次標準測定法である同位体希釈-ICP質量分析法と精確さが確認された参照分析法の組み合わせ。
- (2) 精確さが確認された分析法の3つ以上の組み合わせ。

認証値の不確かさは、各分析方法、分析方法の違い、及び試料の均質性に関わる不確かさを合成し、包含係数 $k=2$ として決定された拡張不確かさである。

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値決定のための分析に用いた校正用標準液は、以下のとおりである。

- (1) 微量元素：JCSS 元素標準液
- (2) アルセノベタイン：NMIJ CRM 7901-a アルセノベタイン水溶液 (JCSS 元素標準液を介して国際単位系 (SI) にトレーサブル)
- (3) メチル水銀：NMIJにおいてJCSS水銀標準液を基準として濃度を決定したメチル水銀溶液

上記に加え、同位体希釈-ICP質量分析法及び精確さが確認された分析法により得られた定量値からそれぞれの認証値を決定しており、SIにトレーサブルである。なお、標準液の希釈などは、JCSS校正された天秤を用いた質量比混合法によって行った。

【国際相互承認】

本認証標準物質 (元素) の認証値はメートル条約下の国際相互承認取決め (CIPM MRA) に基づいて国際的な同等性が認められている。本標準物質に関するNMIJの校正測定能力 (CMC) は国際度量衡局 (BIPM) の基幹比較データベース (KCDB) (<https://www.bipm.org/kcdb/>) に登録されている。

【有効期間】

本標準物質が未開封で下記の【保存に関する注意事項】の条件で保存された場合、本認証書は出荷日から1年間有効である。

【物質に関する情報】

本標準物質は、目開き 250 μm のふるいを通過した淡黄色の魚肉粉末であり、ガラス製褐色ビンに封入されている。内容量は 10 g である。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、遮光し、5 $^{\circ}\text{C}$ から 35 $^{\circ}\text{C}$ で清浄な場所に保存すること。

【使用に関する注意事項】

- (1) ビン開封の際は汚染に注意し、開封後は密閉した状態で保存しなければならない。
- (2) 開封後の試料の保存安定性については確認されていないので、開封後は速やかに使用することが望ましい。
- (3) 認証値と参考値はすべて乾燥質量換算の濃度で示している。従って、試料測定の際には試料の水分含量を測定し、測定値を補正する必要がある。水分含量の測定方法は以下を指示する。
 - ①試料約0.3 gを採取及び秤量した後、102 °C±5 °Cのオーブン内で6時間加熱する。
 - ②シリカゲルデシケーター内で放冷後、秤量する。上記における乾燥前後の質量減少分を水分とする。なお、認証時点での試料中の含水率は約9.5%であった。水分含量測定に用いた試料は、微量元素、アルセノバタイン及びメチル水銀の測定に使用してはならない。
- (4) 均質性の観点から、微量元素分析に用いる際は、0.3 g以上、ただし水銀の分析には20 mg以上、アルセノバタイン分析に用いる際は0.5 g以上、メチル水銀分析に用いる場合は0.3 g以上の使用を推奨する。

【取り扱いにおける注意事項】

研究目的以外には使用しないこと。試料の取り扱い時には、保護マスクや保護手袋を着用することが望ましい。試料の廃棄の際には、廃棄物の処理及び清掃に関する法律を遵守すること。安全データシート（SDS）を参考にし、取り扱うこと。

【製造等】

本標準物質は、日本近海で捕獲されたタラを解体し、得られた魚肉組織を凍結乾燥、微粉碎化及び均質化した後、10 g ずつビン詰めし、 γ 線照射滅菌処理したものである。製造は、以下の機関により行われた。解体、凍結乾燥、均質化、ビン詰めは(財)日本分析センターが行った。微粉碎化は粉体技研(株)が行った。 γ 線照射滅菌処理は(財)放射線利用振興協会高崎事業所が行った。輸送、ラベル貼付、アルミコート袋真空パック作業は(株)アサヒ理化製作所が行った。

【参考情報】

本標準物質に含有される下記の元素の認証時点での濃度（乾燥質量換算）を参考情報とする。

元素	Al	Co	Sr	Mo	Cd	Sb	Pb	P
濃度	5 mg/kg	0.04 mg/kg	2 mg/kg	0.01 mg/kg	0.009 mg/kg	0.02 mg/kg	0.04 mg/kg	12 g/kg

分析は、ICP質量分析法及び高分解能ICP質量分析法（PはICP発光分光分析法のみ）によって行った。また、高速液体クロマトグラフィー-ICP質量分析法でヒ素化合物の化学形態分析を行った結果、認証時点において、抽出された総ヒ素量に対して、テトラメチルアルソニウム（TeMA）が約0.75%、アルセノコリン（AsC）が約0.5%、ジメチルアルシン酸（DMAA）が約0.25%、トリメチルアルシンオキシド（TMAO）が約0.25%（いずれの値もAsをモニターしたクロマトグラムの総ピーク面積に対する相対値）確認された。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者は千葉光一、生産責任者は黒岩貴芳、値付け担当者は黒岩貴芳、成川知弘、稲垣和三、恵山栄、成島いずみ、神保康二郎である。

【情報の入手】

本標準物質に関して認証値の変更等、重要な改訂があった場合、下記ホームページから「標準物質ユーザー登録」を行った購入者に通知する。なお、本標準物質に関する技術情報は、下記連絡先より入手できる。

【認証書の複製について】

本認証書を複製する場合は、複製であることが明瞭にわかるようにしなければならない。

2020年4月1日

国立研究開発法人 産業技術総合研究所
理事長 石村 和彦

本標準物質に関する質問等は以下にお問い合わせをお願いします。

国立研究開発法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター
計量標準普及センター 標準物質認証管理室
〒305-8563 茨城県つくば市梅園 1-1-1

電話：029-861-4059、ファックス：029-861-4009、ホームページ：<https://unit.aist.go.jp/qualmanmet/refmate/>

改訂履歴

- 2009.08.04 アルセノベタイン濃度を再評価した結果に基づいて認証値を修正し、再認証した。
- 2010.03.30 有効期限を2011.03.31から2016.03.31に延長した。
- 2014.10.01 【有効期限】を【有効期間】とし、有効期間を出荷日から1年間とした。
- 2015.04.01 組織名称等の変更に伴い、関連する記載内容を変更した。