

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 7403-a
No. +++

メカジキ魚肉粉末（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 Swordfish Tissue

本標準物質は、ISO GUIDE 34:2000 および ISO/IEC 17025:2005 に適合するマネジメントシステムに基づき生産されたメカジキ魚肉組織粉末であり、魚類等の生物試料や類似した試料中の微量元素、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 14 元素、アルセノベタイン、メチル水銀についての認証値（乾燥質量換算した質量分率）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。なお、試料乾燥方法は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)
Mn	0.201	0.010	2, 3, 5
Fe	13.1	0.5	1, 2, 4
Cu	1.31	0.04	1, 2, 5
Zn	33.6	1.0	1, 2
As	6.62	0.21	2, 3, 4, 5
Se	2.14	0.11	1, 2
Sr	1.13	0.03	1, 2, 5
Cd	0.159	0.006	1, 2, 3
Hg	5.34	0.14	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	3.57	0.12	4, 6, 7
Mg	1.58	0.04	2, 4, 6
P	14.5	0.4	2, 3, 4
K	26.3	1.1	4, 6, 7
Ca	0.189	0.009	2, 4, 7

分析方法：（試料の分解はマイクロ波加熱酸分解法による。8 の分析方法のみ分解なし。）

- | | |
|----------------------------|---------------------------|
| 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 |

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	6.23	0.21	9, 10
メチル水銀 (Hg として)	—	5.00	0.22	11, 12

分析方法:

- 9) 超音波水抽出法及び高速液体クロマトグラフィー-ICP 質量分析法
- 10) 超音波水抽出法及び同位体希釈-液体クロマトグラフィー-質量分析法
- 11) 超音波アルカリ抽出法及びフェニル誘導体化-同位体希釈-ガスクロマトグラフィー-ICP 質量分析法
- 12) 超音波酸抽出法及びフェニル誘導体化-同位体希釈-ガスクロマトグラフィー-ICP 質量分析法

【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 (NMIJ) において上記の複数の分析方法によって定量分析を行い、得られた定量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いずれかである

- (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他方法の組み合わせ。
- (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起因す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；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。

【国際相互承認】

本認証標準物質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) 附属書 C (<http://kcdb.bipm.org/AppendixC/default.asp>) に登録されている。

【有効期限】

本標準物質の有効期限は、未開封で下記の保存条件のもとで2019年3月31日である。

【形状等】

本標準物質は、魚肉を凍結粉碎した白黄色粉末であり、約10gがガラス製褐色ビンに封入されている。

【均質性】

調製した650本の試料から層別ランダムに10本を取り出し、微量元素(水銀以外)については、マイクロ波加熱酸分解後、ICP 質量分析法または ICP 発光分光分析法で、水銀については加熱気化-金アマルガムトラップ原子吸光分析法によって定量した。アルセノベタインについては、試料から超音波水抽出法で抽出後、高速液体クロマトグラフィー-ICP 質量分析法によって定量した。メチル水銀については、試料から超音波アルカリ抽出法で抽出し、同位体希釈-ガスクロマトグラフィー-ICP 質量分析法によって定量した。その定量値をもとに分散分析から均質性に起因する不確かさを求めた。いずれの元素および化合物についても、求めた不確かさは認証値の不確かさに含まれており、本標準物質は認証値の不確かさの範囲内で均質である。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、5℃から35℃で清浄な場所に遮光して保存する。

【使用に関する注意事項】

- (1) ビン開封の際は汚染に注意し、開封後はできる限り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、開封後はできる限り速やかに使用することが望ましい。
- (3) 本標準物質の認証値はすべて乾燥質量換算濃度で示している。従って、本標準物質を分析する際には水分含量を測定し、定量値を補正する必要がある。水分含量の測定は、以下に指示する方法で行う。
 - ①試料約0.3gを秤量ビンに採取・秤量した後、102℃±5℃のオープン内で6時間加熱乾燥する。
 - ②シリカゲルデシケーター内で放冷後、直ちに秤量する。
 - ③乾燥前後の質量減少分を水分含量とする。
 - ④水分含量測定に用いた試料は、元素及び化合物の定量分析に用いてはならない。なお、認証時点での試料中の含水率は約5%であった。
- (4) 均質性の観点から、微量元素分析に用いる際の試料量は、0.3g以上、ただし水銀の分析には20mg以上、アルセノバタイン分析に用いる際は0.5g以上、メチル水銀分析に用いる際は0.3g以上を推奨する。

【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等を着用することが望ましい。試料廃棄の際には、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)を参考にして取り扱うこと。

【製造等】

本標準物質は、日本近海で捕獲されたメカジキの魚肉組織を原料とし、凍結乾燥、微粉碎化及び均質化の後、約10gずつビン詰めし、γ線照射滅菌処理後、アルミコート袋に減圧シーリングしたものである。候補物質の製造は、以下の協力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、微粉碎化は粉体技研(株)が、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、原料調達及びラベル貼付・アルミコート袋減圧シーリングは(株)アサヒ理化製作所がそれぞれ行った。

【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、稲垣和三、成川知弘、朱彦北、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。

【付記】

本標準物質は、国際度量衡委員会(CIPM)の物質量諮問委員会(CCQM)主催の国際基幹比較CCQM-K43.1メカジキ中のAs, Hg, Se,メチル水銀分析(NMIJ 幹事所)の試料として用いられ、その結果からも、それら微量元素および化合物濃度の認証値の妥当性が確認されている。

2015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 中鉢 良治

本標準物質に関する質問等は以下にご連絡ください。

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://www.nmij.jp/service/C/>

改訂履歴

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。

