

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 7405-a
No. +++

ひじき粉末（微量元素・ひ素化合物分析用）

Trace Elements and Arsenic Compounds in Seaweed (Hijiki)

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ひじき粉末であり、藻類やそれに類似した試料中の微量元素及びひ素化合物の定量分析における分析精度管理に用いる他、分析方法あるいは分析装置の妥当性確認等に用いることができる。

【認証値】

本標準物質中の 18 元素についての認証値（乾燥質量換算した質量分率）は以下の通りである。また、水抽出による水溶性ひ素の認証値（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 (g/kg) | 拡張不確かさ 質量分率 (g/kg) | 分析方法 (下記参照) |
|----|--------------------|-----------------------|----------------|
| Na | 16.2 | 0.2 | 4, 6, 7 |
| K | 47.5 | 0.7 | 4, 6, 7 |
| Mg | 6.79 | 0.10 | 1, 4, 6 |
| Ca | 15.2 | 0.3 | 1, 4, 6, 7 |
| Sr | 1.47 | 0.04 | 1, 2, 4, 5 |
| P | 1.01 | 0.03 | 1, 3, 4 |

| 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) |
|----|---------------------|------------------------|----------------|
| Al | 147 | 7 | 1, 4, 5 |
| As | 35.8 | 0.9 | 1, 3, 4, 5 |
| Ba | 14.6 | 0.3 | 1, 2 |
| Cd | 0.79 | 0.02 | 1, 2, 5 |
| Co | 1.07 | 0.06 | 1, 3, 4, 5 |
| Cr | 3.4 | 0.1 | 2, 3, 4 |
| Cu | 1.55 | 0.07 | 1, 2, 4, 5 |
| Fe | 311 | 11 | 1, 2, 4, 5 |
| Mn | 14.1 | 0.7 | 1, 4, 5 |
| Ni | 2.2 | 0.1 | 1, 2, 4 |
| Pb | 0.43 | 0.03 | 1, 2, 4 |
| Zn | 13.4 | 0.5 | 1, 2, 4 |

分析方法： 1) 誘導結合プラズマ質量分析法 (ICP-MS) 2) 同位体希釈-ICP-MS
3) 高分解能ICP-MS 4) ICP発光分光分析法 (ICP-OES)

- 5) 黒鉛炉原子吸光分析法
6) フレーム原子吸光分析法
7) 炎光光度分析法
(いずれの方法でも試料の分解はマイクロ波酸分解法による。)

| 化合物 | 認証値 質量分率 (mg/kg) | 拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg) |
|-------------|---------------------|------------------------|
| ひ酸 (As として) | 10.1 | 0.5 |

分析方法: 水によって抽出される水溶性ひ酸を高速液体クロマトグラフィー-誘導結合プラズマ質量分析法 (HPLC-ICP-MS)を用いた、下記3つの分析条件によって定量した。

- 分析条件1 超音波水抽出 / 逆相カラム
分析条件2 マイクロ波水抽出: 温度60 °C / 逆相カラム
分析条件3 マイクロ波水抽出: 温度60 °C / 陰イオン交換カラム

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、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個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で求めた。分析方法の組み合わせは、(1)一次標準測定法である同位体希釈-ICP-MS と精確さが確認された他方法の組み合わせ、もしくは(2)精確さおよび妥当性が確認された分析方法 3 つ以上の組み合わせである。

認証値の不確かさは、(a) 分析方法、(b) 分析法の違い、(c) 試料均質性、(d) 標準液に起因する各不確かさを合成し、包含係数 $k=2$ として求め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は、微量元素に関しては JCSS 元素標準液を用い、同位体希釈-ICP-MS 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算出したものであり、国際単位系 (SI) にトレーサブルである。また、ひ酸に関しては NMIJ CRM 7912-a ひ酸水溶液標準物質を用い、妥当性が確認された分析法により得られた定量値から算出した。

【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2021年3月31日である。

【形状等】

本標準物質は、ひじきを凍結粉碎した褐色粉体であり、約20gがガラス製褐色ビンに封入されている。

【均質性】

作製した400本の瓶詰め試料から層別ランダムに抜き出した10本の試料について、微量元素に関してはマイクロ波酸分解後、ICP-MS または ICP-OES により、ひ酸に関しては超音波抽出後、HPLC-ICP-MS によりそれぞれ定量分析を行い、その定量値をもとに均質性を評価した。いずれの元素及び化合物についても、均質性を反映した試料間の濃度のばらつきを評価し、認証値の不確かさに加えた。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、5 °C から 35 °C 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】

- ビン開封の際は汚染に注意し、開封後はできる限り速やかに使用することが望ましい。
- 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。
 - 試料約1.0gを秤量ビンに迅速に秤量した後、85 °Cのオープン内で12-16時間加熱乾燥する。
 - 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とし、水分含量を求める。
 - ④ 水分含量測定に用いた試料は定量分析に用いてはならない。
なお、認証時点での含水率は約5.7%であった。
- (3) 本物質は吸湿性が高いことから、試料秤量の際には以下の点に注意すること。
- ① 湿度が高い環境で秤量しないこと。
 - ② 試料秤量作業はできる限り迅速に行うこと。
 - ③ ビンを開封したまま放置しないこと。また、試料を外気にさらす時間をできる限り少なくすること。
 - ④ 分析のための秤量と同時に乾燥質量補正のための秤量を行うこと。
- (4) 均質性の観点から、定量分析における試料秤量は0.5 g 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。開封の際には怪我などに注意すること。試料取り扱い時には、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、日本国内で収穫されたひじきを原料とし、洗浄、微粉化、乾燥及び均質化の後、約20 g となるようビン詰め及び減圧シーリングしたものである。なお、本標準物質は、減圧シーリング後に、防カビ対策として γ 線照射滅菌処理を施してある。候補物質の製造は、本センター委託により以下の協力機関により行われた。洗浄、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。

【参考情報】

本標準物質に含有される水銀の濃度(乾燥質量換算)を参考情報とする。マイクロ波酸分解による試料前処理を行い、同位体希釈-高分解能ICP-MSで分析した結果、水銀濃度は0.043 mg/kgであった。

【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、生産責任者は成川知弘、値付け担当者は成川知弘、稲垣和三、朱彦北、黒岩貴芳、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】

「アジア地域における標準物質開発ネットワークの構築」(平成21~22年)の成果として日本、韓国、中国の標準研究室(それぞれNMIJ、KRISS、NIM)で構築された"ACRM (Asian Collaboration on Reference Materials)"で実施された共同分析試験(Trace elements in Seaweed (Hijiki))においても本標準物質の微量元素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://unit.aist.go.jp/qualmanmet/refmate/>

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。

