

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 7502-a
No. +++

白米粉末（微量元素分析用Cd濃度レベルⅡ）

Trace Elements in White Rice Flour (Cd Level II)

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白米粉末であり、穀類やそれに類似した試料中の微量元素およ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】

本標準物質中の微量元素17元素、無機ひ素化合物及びジメチルアルシノ酸についての認証値（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。

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	0.075	0.013	2, 3
Mn	11.2	0.4	3, 5, 6
Fe	4.48	0.20	1, 3, 5, 6
Ni	0.390	0.022	1, 3
Cu	3.02	0.11	1, 3, 6
Zn	26.0	0.9	1, 3, 6
As	0.109	0.005	3, 4, 6
Rb	1.77	0.07	1, 3
Sr	0.068	0.003	1, 3
Mo	0.79	0.03	1, 3
Cd	0.548	0.020	1, 3, 6
Pb	0.0043	0.0006	2, 3
Na	5.8	0.8	5, 7, 8
Mg	560	21	3, 5, 7
P	1800	90	3, 4, 5
K	1430	50	5, 7, 8
Ca	60	3	3, 5, 8

分析方法： 1) 同位体希釈-ICP質量分析法 2) 同位体希釈-高分解能ICP質量分析法
3) ICP質量分析法 4) 高分解能ICP質量分析法
5) ICP発光分光分析法 6) 黒鉛炉原子吸光分析法
7) フレーム原子吸光分析法 8) 炎光度法
(試料溶液化法はマイクロ波酸分解法もしくは乾式灰化法による。)

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)
無機ひ素化合物 (亜ひ素+ひ素) (ひ素として)	1327-53-3 (亜ひ素) 7778-39-4 (ひ素)	0.098	0.006
ジメチルアルシン酸 (ひ素として)	75-60-5	0.0129	0.0010

分析方法：

- 9) [抽出方法] ドライブロックバス / [抽出溶媒] 0.15 mol L⁻¹ HNO₃ / [抽出温度] 100 °C /
[HPLCカラム] CAPCELL PAK C18MG / [測定] 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
- 10) [抽出方法] ドライブロックバス / [抽出溶媒] 0.15 mol L⁻¹ HNO₃ / [抽出温度] 100 °C /
[HPLCカラム] Shim-pack VP-C8 / [測定] 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
- 11) [抽出方法] ドライブロックバス / [抽出溶媒] 0.0015 mol L⁻¹ HNO₃ / [抽出温度] 100 °C /
[HPLCカラム] CAPCELL PAK C18MG / [測定] 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

【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)標準液の濃度、(e)乾燥質量補正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、JCSS 元素標準液を用いた同位体希釈-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。

ひ素化合物に関してはJCSS 元素標準液、NMIJ CRM (7912-a ひ素水溶液および7913-a ジメチルアルシン酸水溶液) を用いて、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、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。

【有効期間】

本標準物質が未開封かつ下記の【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 2023 年 3 月 31 日まで有効である。

【形状等】

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

【均質性】

作製した 650 本の瓶詰め試料から層別ランダムに抜き出した 10 本の試料に関して、微量元素に関してはマイクロ波酸分解後、ICP-MS により、ひ素化合物に関しては抽出後に HPLC-ICP-MS により、それぞれ定量分析を行い、それらの定量値に基づき均質性を評価した。いずれ元素及びひ素化合物についても、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、遮光し、5℃から35℃で清浄な場所に保存する。

【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速やかに使用することが望ましい。
- (2) 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 0.5 g を秤量ビンに迅速に秤量した後、95℃のオープン内で12～16 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とし、水分含量を求める。
 - ④ 水分含量測定に用いた試料は微量元素の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10.5%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を注意すること。
 - ① 湿度が高い環境（湿度60%以上）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玄米を原料とし、精米、微粉化、乾燥及び均質化の後、約20g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。原料調達及び瓶詰めまでの一連の作業は、(株)環境総合テクノスが、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、生産責任者は稲垣和三、値付け担当者は稲垣和三、成川知弘、朱彦北、神保康二郎、成島いずみである。

【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、経済産業省委託事業平成18年及び19年度中小企業技術調査委託費（中小企業知的基盤整備）「食品分析精度管理用標準物質の研究開発」の成果を用いて製造したものである。

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

- 2015.01.07 無機ヒ素化合物およびジメチルアルシン酸の質量分率を認証値として追加した。
- 2015.01.07 国際相互承認に関する項目を追記した。
- 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。
- 2022.03.31 認証項目を見直した。