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 7503-b
No. +++

白米粉末（ひ素化合物・微量元素分析用）

Arsenic Compounds and Trace Elements in White Rice Flour

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ひ素化合物・微量元素分析用白米粉末標準物質であり、白米等穀類中のひ素化合物およびひ素・カドミウム等の微量元素の定量分析において、分析精度管理に用いるほか、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】

本標準物質の認証値は以下の通りである。認証値（乾燥質量換算した質量分率）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。

化合物	CAS番号	認証値 質量分率（mg/kg，ひ素として）	拡張不確かさ 質量分率（mg/kg，ひ素として）
無機ひ素化合物 （亜ひ酸＋ひ酸）	1327-53-3（亜ひ酸） 7778-39-4（ひ酸）	0.153	0.010
ジメチルアルシン酸	75-60-5	0.0111	0.0005

分析方法：

1）[抽出方法] ドライブロックバス / [抽出溶媒] 0.15 mol L^{-1} HNO_3 / [抽出温度] 100 ℃ / [HPLCカラム] CAPCELL PAK C18MG / [測定] HPLC - 誘導結合プラズマ質量分析法（HPLC-ICP-MS）

2) [抽出方法] ドライブロックバス / [抽出溶媒] 0.15 mol L^{-1} HNO_3 / [抽出温度] 100 ℃ / [HPLCカラム] Develosil C30-UG-5 / [測定] HPLC-ICP-MS

3) [抽出方法] ドライブロックバス / [抽出溶媒] 0.05 mol L^{-1} HNO_3 / [抽出温度] 105 ℃ / [HPLCカラム] CAPCELL PAK C18MG / [測定] HPLC-ICP-MS

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）
Zn	25.2	0.8	1, 2, 4
Mn	8.6	0.3	2, 4, 5
Cu	4.15	0.13	1, 2, 4
Fe	3.82	0.17	1, 2, 4
Mo	1.97	0.06	1, 2, 4
Cd	0.448	0.016	1, 2, 4, 5
As	0.164	0.005	2, 3, 5

分析方法：

1) 同位体希釈ICP-MS（四重極型）(ID-ICP-MS（四重極型）)

2) ICP-MS（四重極型）

見本

3) ICP-MS（二重収束型）
4) 誘導結合プラズマ発光分光分析法
5) 黒鉛炉原子吸光分析法
1)および3)の試料溶液化は、硝酸、ふっ化水素酸および過塩素酸を用いたマイクロ波酸分解、それ以外は、硝酸、ふっ化水素酸および過酸化水素を用いたマイクロ波酸分解法による。

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、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標準不確かさの逆数で重み付けして平均することによって求めたものである。ひ素化合物の定量分析は、ドライブロック加熱による希硝酸抽出後に、HPLC-ICP-MS により行った。分析条件としては、異なる加熱温度、硝酸濃度および逆相HPLC カラムを組み合わせた 3 つの条件を適用した。元素の定量分析は上記 1～5 の分析方法によって行った。分析方法の組み合わせは、(1) 一次標準測定法である ID-ICP-MS（四重極型）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とした。
認証値の拡張不確かさは、$U = ku_c$ で表される。ここで u_c は合成標準不確かさであり、(a) 分析方法、(b) 分析方法の違い、(c) 乾燥質量補正、(d) 標準液の濃度、(e) 試料均質性に起因する各標準不確かさを合成した。

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、国際単位系（SI）トレーサブルなNMIJ CRM（7912-a ひ酸水溶液および7913-a ジメチルアルシン酸水溶液）およびJCSS元素標準液を用いて、一次標準測定法である同位体希釈質量分析法および精確さが確認された分析法により求めた。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。したがって、本標準物質の認証値は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。本標準物質に関係する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（https://www.bipm.org/kcdb/）に登録されている。

【有効期間】

本標準物質が下記の【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。

【形状等】

本標準物質は、白米を凍結粉砕した白色粉体であり、約 20 g がガラス製褐色瓶に封入されている。

【均質性】

小分けした 417 本の瓶詰め試料から試料充填順で層別ランダムに 10 本取り出し、ひ素化合物については希硝酸抽出後に HPLC-ICP-MS により定量分析を行い、元素については硝酸、ふっ化水素酸および過酸化水素を用いたマイクロ波酸分解後、ICP-MS（四重極型）により定量分析を行い、それぞれ得られた定量値について分散分析から均質性に起因する不確かさを求めた。評価した均質性に起因する不確かさは、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、遮光し、5 ℃から35 ℃で清浄な場所に保存すること。

【使用に関する注意事項】

(1) 瓶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。
なお、開封後に試料を保管する際は、できる限り吸湿を避けるため、シーリングテープ等で瓶を密封し、シリカゲルデシケーター内で保管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した質量分率で示している。従って、本標準物質を分析する際には水分含量を別途測定し、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。なお、水分含量測定に用いた試料はひ素化合物および微量元素の定量分析に用いてはならない。

見本

① 試料約1.0 gをふたつき秤量瓶に迅速に秤量する。
② 秤量瓶のふたを取り、135 ℃のオーブン内で1.5時間 加熱乾燥する。
③ 加熱終了後、ただちに秤量瓶にふたをし、シリカゲルデシケーター内で30分程度放冷する。
④ 放冷後、秤量し乾燥前後の質量減少分を水分含量として求める。

本標準物質の認証時点での含水率は約8.2 %であった。

(3) 本標準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60 %を超える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 瓶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) 試料均質性の観点から、1回の使用量は0.5 g以上とする。

【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 約 30 kg を原料とし、精米したのち乾燥（60 ℃、8 時間）、凍結粉砕による微粉化、再乾燥（60 ℃、8 時間）および均質化の後、約 20 g となるよう瓶詰めし、アルミラミジップ袋に減圧シーリングしたのち、防カビ対策として ^{60}Co-γ 線照射（約 20 kGy）による滅菌処理を施したものである。原料調達および瓶詰めまでの一連の作業は（株）環境総合テクノス、γ 線照射滅菌処理は（一財）放射線利用振興協会がそれぞれ実施した。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者は稲垣和三、生産責任者は成川知弘、値付け担当者は成川知弘、朱 彦北、宮下振一、有賀智子、小口昌枝、工藤いずみである。

【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。

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/

見本