

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 7511-a
No. +++

大豆粉末（微量元素分析用）

Trace Elements in Soybean

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大豆粉末であり、豆類やそれに類似した試料中の微量元素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 8 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。認証値の拡張不確かさは、合成標準不確かさと包含係数 $k=2$ から決定された値であり、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)
Ca	2.76	0.08	1, 5, 7, 8
K	18.6	0.8	5, 7, 8
Mg	2.74	0.10	1, 5, 7
P	7.4	0.5	1, 3, 5

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)
Cd	0.147	0.009	1, 2, 4, 5, 6
Cu	11.8	0.5	1, 2, 5, 6
Fe	69.1	2.4	1, 2, 5, 6
Zn	57.8	1.7	1, 2, 5

分析方法： 1) 誘導結合プラズマ質量分析法（四重極型）（ICP-MS（四重極型））
2) 同位体希釈誘導結合プラズマ質量分析法（四重極型）（ID-ICP-MS（四重極型））
3) 誘導結合プラズマ質量分析法（二重収束型）（ICP-MS（二重収束型））
4) 同位体希釈誘導結合プラズマ質量分析法（二重収束型）（ID-ICP-MS（二重収束型））
5) 誘導結合プラズマ発光分光分析法（ICP-OES）
6) 黒鉛炉原子吸光分析法
7) フレーム原子吸光分析法
8) 炎光光度分析法
(いずれの分析方法でも試料の分解は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、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質量分析法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) 分析方法の違い、(c) 乾燥質量補正、(d) 標準液の濃度、(e) 試料前処理、(f) 試料均質性に起因する各不確かさを合成して求めた。

【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、ID-ICP-MS（四重極型）および精確さが確認された分析方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。すべての検量線溶液および試料溶液はJCSS 校正された天秤を用いて質量比混合により調製した。

【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（<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、大豆を粉碎した茶白色粉体であり、約30gがガラス製褐色瓶に封入されている。

【均質性】

作製した300本の瓶詰め試料から瓶詰め順に基いて層別ランダムに抜き出した10本の試料について、マイクロ波酸分解後、ICP-MS（四重極型）またはICP-OESによりそれぞれ定量分析を行い、その定量値をもとに分散分析から均質性に関する不確かさを評価した。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) 使用の際は室温で静かに振り混ぜてから開封すること。また、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こと。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。
 - ① 試料約1.0gを秤量瓶に迅速に秤量した後、85℃のオープン内で12時間から16時間乾燥する。
 - ② シリカゲルデシケーター内で30分間放冷後、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。

なお、認証時点での含水率は約3.5%(質量分率)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併行して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0.5g以上とする。

【取り扱いにおける注意事項】

試験・研究の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、廃棄物の処理およ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、「アジア地域における標準物質開発ネットワークの構築」ACRM (Asia Collaboration on Reference Materials) の活動の一環として、韓国の国家計量標準研究所 Korea Research Institute of Standards and Science (KRISS) によって調製された。食用大豆を原料とし、洗浄、微粉化、乾燥、均質化、瓶詰め (約 30 g) および ⁶⁰Co ガンマ線 (20 kGy) 滅菌処理は KRISS が行った。ラベル貼付および減圧シーリングは NMIJ で行った。その後の均質性評価と値付けを含む全ての過程を NMIJ が行った。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者は日置昭治、生産責任者は成川知弘、値付け担当者は成川知弘、朱彦北、稲垣和三、宮下振一、成島いずみ、小口昌枝である。

【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/>**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。
2020.09.17 【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。
国際相互承認の項目を追記した。