

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 7512-a
No. +++

ミルク粉末(微量元素分析用)

Trace Elements in Milk Powder

本標準物質は、ISO 17034 及び ISO / IEC 17025 の要求事項に適合したマネジメントシステムに基づいて生産されたミルク粉末であり、ミルク粉末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(g/kg)	拡張不確かさ 質量分率(g/kg)	分析方法 (下記参照)
Ca	8.65	0.38	2, 3, 4, 6, 7
Fe	0.104	0.007	1, 2, 4
K	8.41	0.33	2, 4, 6, 7
Mg	0.819	0.024	2, 3, 4, 6
Na	1.87	0.09	2, 3, 4, 6, 7
P	5.62	0.23	2, 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)
Ba	0.449	0.013	1, 2, 3
Cu	4.66	0.23	1, 2, 3, 5
Mn	0.931	0.032	2, 3, 5
Mo	0.223	0.012	1, 2, 3
Rb	8.93	0.31	1, 2, 3
Sr	5.88	0.20	1, 2, 3
Zn	41.3	1.4	1, 2, 3, 4

- 分析方法： 1. 同位体希釈誘導結合プラズマ質量分析法
2. 誘導結合プラズマ質量分析法
3. 高分解能誘導結合プラズマ質量分析法
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
6. フレーム原子吸光分析法
7. フレーム原子発光分析法

(試料の溶液化について、1~3は「硝酸-過酸化水素-ふっ化水素酸」、4~7は「硝酸-過塩素酸-ふっ化水素酸」を用いてマイクロ波酸分解法により行った。)

【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ものである。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) 試料均質性、(d) 乾燥質量補正、(e) 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、国際単位系 (SI) にトレーサブルな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ものである。なお、標準液や測定用試料液の調製は、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国際単位系 (SI) にトレーサブルである。

【国際相互承認】

本認証標準物質の認証値は、メートル条約下の国際相互承認取決め (CIPMMRA) 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) (<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。

【物質に関する情報】

本標準物質は、乳白色のミルク粉体であり、約40 g がガラス製褐色瓶に封入されている。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、遮光し、5°Cから35°C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。
- (2) 均質性の観点から、試料秤量前に瓶を上下5回以上振ることと、定量分析に用いる試料量は0.3 g 以上であることを推奨する。
- (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0.3 g を秤量瓶に迅速に秤量した後、65°Cのオープン内で15時間から25 時間加熱乾燥する。
 - 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。
 - 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 (質量分率) は約2.2%であった。
- (4) 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、秤量した試料は速やかに分析操作に供すること。

【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。

【製造等】

本標準物質は、6ヶ月の乳児用調製粉乳を韓国標準科学研究院 (KRISS) において、微粉化、乾燥及び均質化し

た後、約40gとなるように瓶詰め及び減圧シーリングしたものである。なお、本標準質は、瓶詰後に、防かび対策として γ 線照射（25 kGy ^{60}Co ）滅菌処理を施してある。

【参考情報】

本標準物質に含有される下記元素の濃度（乾燥質量換算）を参考情報とする。なお、試料前処理はマイクロ波酸分解を行った。

元素	元素濃度 質量分率($\mu\text{g}/\text{kg}$)	分析法 (認証値用分析法参照)
As	2.1	3
Cd	0.2	3
Cr	1.3	3
Pb	0.3	3
Y	64	2,3

【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、生産責任者は朱彦北、値付け担当者は朱彦北、成川知弘、宮下振一、黒岩貴芳、稲垣和三、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。

【付記】

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」(平成20-23年)の成果であり、日本、韓国、中国の標準研究所(それぞれ NMIJ, KRISS, NIM)において構築された“ACRM (Asian Collaboration on Reference Materials)”で実施された共同分析試験 (Trace Elements in Milk Powder) においても、認証値の妥当性が確認されている。

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。

2021.03.25 【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。