

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 7533- a  
No. +++



玄米粉末（ひ素化合物・微量元素分析用）

Arsenic Compounds and Trace Elements in Brown Rice Flour

本標準物質は、ISO GUIDE 34:2009 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素化合物・微量元素分析用玄米粉末標準物質であり、玄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。なお、試料乾燥は本認証書に記載された方法による。

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 (亜ひ素酸+ひ素酸)	1327-53-3 (亜ひ素酸) 7778-39-4 (ひ素酸)	0.530	0.016
ジメチルアルシン酸	75-60-5	0.092	0.004

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)
Mg	1375	19	2, 3, 4, 5
Ca	104.2	1.8	2, 3, 4, 5
Mn	23.7	0.4	2, 3, 4, 6
Fe	13.6	0.3	1, 2, 4
Cu	4.29	0.07	1, 2, 4
Zn	29.2	0.8	1, 2, 4
As	0.63	0.02	2, 3, 6
Cd	0.273	0.007	1, 2, 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) マイクロ波プラズマ発光分光分析法
- 6) 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、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) 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 4 つの条件を適用した。元素の定量分析は上記 1) から 6) 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同位体希釈誘導結合プラズマ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) にトレーサブルな 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) 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ものであり、SI にトレーサブルである。なお、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。

**【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協定 (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、玄米を凍結粉碎した茶白色粉体であり、約 20 g がガラス製褐色瓶に封入されている。

**【均質性】**

作製した 1000 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、誘導結合プラズマ質量分析法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。求めた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 °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。

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。

- ① 試料約 0.5 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 °C のオープン内で 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9.0%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0.5g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）に従って取り扱うこと。

#### 【製造方法等】

本標準物質は、日本国内で収穫された玄米のうち、カドミウム濃度が0.2 mg/kg から0.4 mg/kg のもの約30 kg を原料とし、乾燥（60℃、8時間）、凍結粉碎による微粉化、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<sup>60</sup>Co-γ線照射（約20 kGy）による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って行われた。原料調達および瓶詰めまでの一連の作業は（株）環境総合テクノスが、γ線照射滅菌処理は（一財）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稲垣和三、生産責任者は宮下振一、値付け担当者は宮下振一、成川知弘、Edith Valle-Moya\*、朱彦北、小口昌枝、工藤いずみである。

\* メキシコ計量センター（CENAM）

#### 【情報の入手】

本標準物質に関し、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】

本標準物質の開発は、メキシコ計量センター（CENAM）との間で締結された「度量衡及び計測標準に関する研究協力覚書（MoU）」（2011年から2015年）に基づいて実施された「Specific program: Toxic metals in unpolished rice: version 13 Dec. 2011」の一環として行われたものである。本programのCENAMからの参画者は、Ms. Maria del Rocio Arvizu Torres 及びMs. Edith Valle-Moya であり、Ms. Edith Valle-Moya が本標準物質の値付け担当者として参加した。

2016年3月9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://www.nmij.jp/service/C/