

# 環境標準試料

NIES No.10 玄米粉末  
(RICE FLOUR-UNPOLISHED)

—保証値、取り扱い法等について—

見

1989年5月

国立公害研究所

玄米粉末標準試料は、米の微量元素を定量する際に、本試料を用いて分析値および分析方法の正確さが評価できることを目的として、国立公害研究所において研究開発中の環境標準試料である。本標準試料は、カドミウムの濃度が異なる3種類の試料（Cd 低, 中, 高レベル）で一組となっている。玄米粉末標準試料は元素含有量に関する標準試料であり、現時点では、13元素に対して保証値（certified value）および9元素に対して参考値（reference value）が定められている。

## I. 玄米粉末標準試料の保証値

	保証値		
	Cd 低レベル	Cd 中レベル	Cd 高レベル
常量元素	重量パーセント†		
リン a. c. h	0.340±0.007	0.315±0.006	0.335±0.008
カリウム a. b. c. f	0.280±0.008	0.245±0.010	0.275±0.010
マグネシウム a. c. f	0.134±0.008	0.131±0.006	0.125±0.008
微量元素	μg/g †		
カルシウム a. c. f	93±3	78±3	95±2
マンガン a. c. f	34.7±1.8	31.5±1.6	40.1±2.0
亜鉛 a. c. d. e. f. g	25.2±0.8	22.3±0.9	23.1±0.8
鉄 a. c. f. g	12.7±0.7	13.4±0.9	11.4±0.8
ナトリウム a. b. c. f	10.2±0.3	17.8±0.4	14.0±0.4
ルビジウム b. f. g.	4.5±0.3	3.3±0.3	5.7±0.3
銅 a. c. d. e. f. g. h	3.5±0.3	3.3±0.2	4.1±0.3
モリブデン c. e. f	0.35±0.05	0.42±0.05	1.6±0.1
ニッケル a. c. d. g	0.19±0.03	0.39±0.04	0.30±0.03
カドミウム a. c. d. e. f. h	0.023±0.003	0.32±0.02	1.82±0.06

† 乾燥重量当り。乾燥方法については、試料取り扱い法を参照すること

### 2. 用いられた分析方法

a 原子吸光分析法, b 炎光光度分析法, c 誘導結合プラズマ発光分析法, d 同位体希釈質量分析法（表面電離法）, e 同位体希釈質量分析法（ICP-MS）, f 中性子放射化分析法, g 陽子励起X線分析法, h 吸光光度法.

玄米粉末標準試料の保証値は、表に示した分析方法による5～20個の分析値に基づいて決定されており、各元素に対して少なくとも3種類の原理が異なった分析方法が用いられている。保証値の範囲は、すべての分析値の標準偏差の2倍および各分析方法ごとの平均値の95%信頼限界を含む範囲として決定されており、測定誤差および分析方法間のかたよりを含む。なお、玄米粉末標準試料に関する研究は現在も進行中であり、表に示した保証値は1989年5月におけるものである。

## II. 玄米粉末標準試料の参考値

参 考 値			
	Cd 低レベル	Cd 中レベル	Cd 高レベル
	$\mu\text{g/g} \dagger$	$\mu\text{g/g} \dagger$	$\mu\text{g/g} \dagger$
塩素	260	310	230
アルミニウム	3	2	1.5
臭素	0.3	0.5	0.5
ストロンチウム	0.3	0.3	0.2
ヒ素	0.17	0.11	0.15
クロム	0.07	0.22	0.08
セレン	0.06	0.02	0.07
コバルト	0.02	0.02	0.007
水銀	0.004	0.003	0.005

† 乾燥重量当り

## III. 玄米粉末標準試料の取り扱い法

### 1. 試料の乾燥方法

玄米粉末標準試料の保証値と参考値は、乾燥重量を基礎として表わされている。本試料を電気乾燥器中で、85℃、4時間乾燥させ、シリカゲルデシケーター中で約30分間放冷後、秤量して乾燥重量とすること。水分減量は約5%である。但し、乾燥過程で揮散の起こる可能性がある元素（水銀、セレンなど）を分析する際には、本試料を乾燥させることなく分析に用い、後で水分含量の補正を行うこと。

### 2. 試料の採取量

玄米粉末標準試料の均質性を保つため、一回の試料採取量は少なくとも400mgをとること。分析方法によっては少量の試料を使わざるを得ない場合があるが、試料採取量が少ないことによる不均質性の問題は現在までのところ報告されていない。本標準試料は容器の壁などに静電気により吸着しやすいので、秤量操作の時は必要に応じて静電気除去器などを使用すること。

### 3. 試料の分解法

玄米粉末標準試料の保証値および参考値は、試料の完全分解に基づいて表わされている。本試料は少量のケイ酸物質を含むので、少量のフッ化水素酸を用いてこれを溶解すること。

### 4. 試料の保存法

玄米粉末標準試料は配布されたビン中に保存し、使用後は密栓して、室温でデシケーター中に保存すること。試料の採取操作などにおいて、試料の汚染を起こさないよう注意すること。

#### IV. 玄米粉末標準試料の調製および均質性

玄米粉末標準試料の調製には、次の3種類の玄米（昭和60年産）を使用した。

- ① Cd低レベル コシヒカリ 茨城県筑波町産、② Cd中レベル コシヒカリ 千葉県成東町産、③ Cd高レベル トヨニシキ 秋田県十文字町産（汚染米）

玄米はロータースピードミルで粉碎し、0.5 mmのふるいを通した後、80℃で4時間乾燥した。一回の操作を1.5 kg程度の玄米について行い、これを繰り返して各60 kgの試料を粉碎した。玄米粉末（60 kg）はV型混合機中で2時間混合し、均質化した試料を硝酸で洗浄したガラスビン中に約60 gずつ充填した（1000本）。

玄米粉末標準試料の均質性をチェックするため、1000本のロットから5本のびんをランダムに選び、各びんから5試料を取って、酸分解後、原子吸光法でCd, Zn, Mn, Cu, Feを定量して均質性を推定した。分析値を分散分析した結果、3種類の玄米粉末それぞれについて、びん間のバラツキは相対標準偏差としていずれも1%以下であり、玄米粉末試料は標準試料として十分に均質であると考えられる。

（追記）

玄米粉末標準試料の3種類共に、1 μg/g程度の鉛を含んでいる。これは、調製時に粉砕器から汚染したものであり、大量調製を行うためにローターミルの使用が止むをえなかった。

#### V. 分析協力者

玄米粉末標準試料の保証値を決定するにあたっては、次の方々から提供していただいた分析値を使用した。

一国雅己（東京工大・総合理工）、鎌田政明（鹿児島大・理）、鈴木俊雄（新潟大・理）、谷崎良之（東京都アイソトープ総合研）、西川泰治（近畿大・理工）、浜口博（日本分析センター）、室住正世（室蘭工大・工）、小山睦夫（京都大・原子炉実験所）、飯田忠三（名古屋工大・共通講座）、厚谷郁夫（北見工大）、本間廉三（山形大・農）、高城裕之（神奈川県衛生研）、平井昭司（武蔵工大・原子力研究所）、桐山哲也（鹿児島大・教育）、山崎素直（東京大・農）、熊丸尚宏（広島大・理）、浅見輝男（茨城大・農）、奥谷忠雄（日本大・理工）

#### VI. 分析値の送付依頼

国立公害研究所では、玄米粉末標準試料の品質の追跡調査を行い、また保証値と参考値の質を更に向上させるため、玄米粉末標準試料を分析された方から分析値の送付をお願いしている。分析値の送付先および玄米粉末標準試料全般に関する連絡先は下記の通りである。

〒305 茨城県つくば市小野川16-2 TEL 0298-51-6111

国立公害研究所 計測技術部 森田昌敏、岡本研作