

令和7年度 厚生労働科学研究費補助金（食品の安全確保推進研究事業）

食品衛生検査施設等の検査の信頼性確保に関する研究

研究分担報告書

重金属類試験法の改良と妥当性評価に関する研究

研究代表者	渡辺 卓穂	（一財）食品薬品安全センター秦野研究所	副所長
研究分担者	新矢 将尚	（地独）大阪健康安全基盤研究所	課長
研究協力者	油谷 藍子	（地独）大阪健康安全基盤研究所	主任研究員
研究協力者	村野 晃一	（地独）大阪健康安全基盤研究所	主任研究員
研究協力者	村上 太郎	（地独）大阪健康安全基盤研究所	主任研究員

研究要旨

食品中の重金属の基準値としては、食品衛生法において、米（玄米及び精米）中のカドミウムが0.4 mg/kg以下、清涼飲料水の規格では、ヒ素及び鉛は検出してはならないとされている。一方、諸外国では鉛やヒ素、カドミウム等の重金属類の食品への汚染防止や低減対策が進められており、コーデックス委員会が設定している基準値は日本のものより低く、対象とする食品も多くなっている。そのため、食品の輸出促進に向けては海外基準を考慮した、重金属類に関する食品の安全性確保が重要な課題となっている。食品中の重金属類試験については、マイクロウェーブ分解－誘導結合プラズマ（ICP）質量分析法が迅速に多元素を分析できるため有用であり、これまでに本分析法を適用して、食品中の重金属類の最適分析条件の検討と、認証標準物質を用いて分析妥当性の確認を行ってきた。また、Pb、Cd、Asの濃度レベルがきわめて低かったことから、市販粉末肉の精度管理試料への適用可能性を確認した。今年度は、2種類の市販粉末肉を用いて、スプレードライ法によるパイロットスタディ用試料の作製方法を検討し、本分析法により作製試料の品質評価を行った。

鶏肉パウダーを基材とした作製試料は、回収量が少なく、作製時の画分間で濃度のばらつきが大きかったことから、パイロットスタディには不適と考えられた。一方、鶏むね肉パウダーを基材とした作製試料は、良好な均質性が得られ、Pb、Cd、Asのいずれも試料濃度の分布は設定値付近に集中しており、パイロットスタディへの適用が可能と考えられた。ただし、As測定時の内標準元素に用いるYがスプレードライ操作中に混入していたことが疑われたため、内標準元素をRhに変えることで作製試料の品質評価は満足された。

また、内標準元素の変更にともない、前年度に行った認証標準物質（Bovine Liver、Pig Kidney、Bovine Muscle）による分析妥当性を再評価したところ、測定した元素濃度は認証値とほぼ一致し、真度、併行精度および室内再現精度は目標値を満たしていた。

今後は鶏むね肉パウダーを基材とし、今年度作製した試料の安定性評価とパイロットスタディの実施を検討するとともに、スケールアップしたパイロットスタディの体系を確立して実施する予定である。

A. 研究目的

日本において、食品中の金属に関する成分規格は、米のカドミウム（Cd）、清涼飲料水および粉末清涼飲料のヒ素（As）、鉛（Pb）およびスズ（Sn）がある。また、残留農薬基準として青果物の一部についてAsおよびPbの基準値が設定されている。一方、諸外国ではPbやAs、Cdといった重金属類の食品への汚染防止や低減対策が進められており、コーデックス委員会が設定している基準値は日本のものより低く、対象とする食品も多くなっている。そのため、食品の輸出促進に向けては海外基準を考慮した、重金属類に関する食品の安全性確保が、重要な課題である。

食品中の重金属類を分析する上で、現状の告示試験法では試料の酸分解を開放系で行うため、前処理に長い時間を要する。また測定法についても、比色法や原子吸光光度法を用いた元素ごとの方法が定められており、複数の元素を同時に分析することができないため労力を要する。食品中の重金属類試験については、マイクロウェーブ（MW）分解－誘導結合プラズマ質量分析計（ICP-MS）法が、迅速に多元素を分析できるため非常に有用であり、すでに欧米では採用されている^{1,2)}。

本課題では、これまでMW分解－ICP-MS法を適用して、食品中の重金属類の最適分析条件の検討と、分析妥当性の評価を行っており、本分析法により市販粉末肉の精度管理試料への適用可能性を確認している。今年度は、2種類の粉末肉を用いて、食品薬品安全センター秦野研究所において開発されたスプレードライヤ法によるパイロットスタディ用試料の作製方法を検討し、

MW分解－ICP-MS法により作製試料の品質評価を行った。また、ヒ素測定時の内標準元素を複数選択した場合の分析妥当性を確認した。

B. 方法

1. 試料

1.1. パイロットスタディ向け検討試料

1.1.1. 試料基材および試薬

試料基材として、2種類の市販粉末肉（鶏肉を粉末にした無添加パウダー食品、鶏肉パウダーおよび鶏むね肉パウダー）を用いた。Pb、Cd、Asの標準品として、いずれも関東化学製の1000mg/L標準液を用いた。硝酸は関東化学製の硝酸1.38（有害金属測定用）を用いた。添加用標準溶液の調製には日本薬局方注射用水（光製薬製）、試料調製には日本薬局方精製水（小堺製薬製）を使用した。

1.1.2. 検討試料の作製

硝酸を0.01mol/Lになるよう希釈して調製した希硝酸にPb、Cd、Asの各標準溶液を添加し、そこへ粉末肉500gを加えて10%懸濁液を5L作製した。これを一晩攪拌したのち、スプレードライヤ（大川原化工機）に供した。試料の作製濃度は、Pbについて0.10mg/kg、Cdについて0.05mg/kg、Asについては0.50mg/kgに設定した。これらの検討試料は、渡辺班（課題1）より供与された。

1.2. 認証標準物質

前年度と同じく、肉由来の認証標準物質として、牛の肝臓 “Bovine Liver”（NIST製 SRM1577c）、豚の腎臓 “Pig Kidney”（IRMM製ERM-BB186）、牛の筋

肉 “Bovine Muscle” (IRMM 製 ERM-BB184) を使用した。

2 分析用試薬

次に示す試薬を用いた。

35 元素混合標準溶液：SPEX 社製 XSTC-622B、各元素 10mg/L

イットリウム (Y)、ロジウム (Rh)、インジウム (In)、タリウム (Tl) 標準溶液：関東化学製、各 1000 mg/L

硝酸：富士フイルム和光純薬製 有害金属測定用 (純度 60%)、および関東化学製 ウルトラピュア (純度 60~62%)

過酸化水素水：関東化学製 ウルトラピュア (純度 30~32%)

検量線用標準溶液は、35 元素混合標準溶液を 0.1mol/L 硝酸を用いて 0.05 ~ 1000 µg/L となるように調製した。

内部標準元素溶液は、Y、Rh、In、Tl の各標準溶液を適宜混合し、0.1 mol/L 硝酸を用いて 50 µg/L となるように調製した。試験溶液への添加はペリスタルティックポンプによる自動添加とした。

これらの溶液は超純水 (メルク社製超純水製造装置 Milli-Q® IQ 7003) を用いて調製した。

3 試料の前処理

3.1. MW 分解装置

アントンパールジャパン社製 Multiwave Pro を用いた。スプレードライ試料および認証標準物質は粉末状であるため、粉碎操作は行わずにそのまま使用した。

3.2. 試験溶液の調製

それぞれの試料について、0.5 g をテフロン製分解容器に採り、有害金属測定用硝酸 7 mL、過酸化水素水 1 mL を加え、MW 分解装置により加熱分解した。加熱プログラムは、装置のアプリケーションを参考にして、800 W (Ramp: 10 min) – 800 W (Hold: 40 min) とした。この試料分解液を室温まで冷却後、超純水を加えて 50 mL とし試験原液とした。これを超純水で 2 倍、10 倍希釈したもの、0.1 mol/L 硝酸で 100 倍、500 倍希釈したものを試験溶液とした。これらの試験溶液は、50 mL ポリプロピレン製チューブ (ジーエルサイエンス社製 DigiTUBEs) を用いて調製・保管した。

4. 試料の測定

4.1. ICP-MS

アジレントテクノロジー社製 Agilent 7850 ICP-MS を用いた。

4.2. 測定条件

4.2.1. 標準モード (No Gas モード)

高周波出力：1.55 kW

プラズマガス流量：Ar 15.0 L/min

補助ガス流量：Ar 0.9 L/min

キャリアーガス流量：Ar 1.03 L/min

ネブライザポンプ回転速度：0.1 rpm

測定数：3 points/peak

積分時間：1.0 sec/point (Mn 及び Sr については 0.1 sec/point)

測定質量数：表 1、2、4 ~ 6 に記載

4.2.2. コリジョンモード (He モード)

コリジョンガス流量：

He 4.3 mL/min

測定元素・質量数：表 4 ~ 6 に記載

4.2.3. リアクションモード (H₂ モード)

リアクションガス流量：

H₂ 6.0 mL/min

測定元素・質量数：表4に記載

4.3. 定量

検量線用標準溶液および試験溶液をICP-MSで測定した。Pbの測定にはTlを、Cdの測定にはInを、Asその他の測定にはYまたはRhを内標準元素に用い、内標準法で定量した。

4.4. 水分含量の測定と補正

水分含量の測定には、加熱乾燥にヤマト科学社製温乾燥機DVS403、秤量にメトラー・トレド社製電子天秤ME204T/00を使用した。予め加熱、放冷したアルミカップに粉末肉試料2 gを秤量し、135 °C、2時間乾燥して放冷後に秤量した。

5. 調査試料の品質評価

鶏むね肉より作製したスプレードライ試料について、均質性確認試験を行った。分析試料は10容器とし、作製した調査試料全体から代表となるように、作製数量を10で除し、おおよそ得られた数の倍数ずつ系統的に抽出した。均質性の確認は、Journal of AOAC International, Vol. 76, No. 4, 926-940 (1993) の方法に従い、一元配置分散分析 (F検定) により評価した。

6. 妥当性評価

3種類の認証標準物質中の元素を測定し、分析法の妥当性評価を実施した。分析者2名が併行数2で3日間の枝分かれ試験で実施した。「食品中の金属に関する試験法の妥当性評価ガイドライン」³⁾ に従って、一元

配置の分散分析により真度、併行精度および室内再現精度を求めた。

(倫理面への配慮)

食品の安全に関する研究であり、倫理面への配慮を必要としなかった。実験者および環境への配慮として、強酸の取扱いや排気は酸ドラフト内で行った。

C. D. 研究結果および考察

1. 鶏肉パウダーを基材とする検討試料 (試作試料1) の評価

1.1. 試料作製

鶏肉パウダーを基材として重金属類検査用試料の作製を検討した (試作試料1)。これまで行われてきたスプレードライ試験は穀物や野菜を基材として10~20%の懸濁液で良好に作製できていたが、鶏肉パウダーは脂質を含むため10%懸濁液でも粘性が高く、粒子径が不安定であり、また作製された試料の乾燥が不完全であった。このため、試料の大半は装置の壁に付着し、回収量は著しく少なかった。スプレードライヤの噴霧開始から30分で回収したものを画分1、次の2時間で回収したものを画分2、さらに2時間30分で回収したものを画分3として、得られた試料量を表1に示す。また、装置の壁に付着したのも払い落として分析に供した (払い落とし品)。

1.2. 試料の均質性

これらの試料の均質性を確認するために、それぞれの画分を約15gずつに分注し、画分1は1本、画分2は5本、画分3は2本、払い落とし品は12本の分割試料を得て、それぞれ分析 (n=2) した。ただし、払い落とし品

は12本のうち無作為に選んだ5本を分析に供した。

分析結果を表1に示すとともに、試作試料1の各元素含有量の分布を図1に示す。試料は画分ごとで色や状態、分析値も異なっており、特に画分1はいずれの元素も設定値から大きく外れていた。一方、各画分内においては、分析値について試料間では有意な差は認められなかった。いずれの試料画分も回収量が少なく、画分間で濃度のばらつきが大きかったことから、使用した鶏肉パウダーはパイロットスタディ用試料の基材としては不適と考えられた。

2. 鶏むね肉パウダーを基材とする検討試料（試作試料2）の評価

2.1. 試料作製

鶏肉パウダーは鶏のどの部位を使用しているか不明であったため、脂肪分が少ない部位であるむね肉を原料としていることが明らかな粉末肉を基材として、スプレードライ試料を作製した（試作試料2）。試作1回目比べて脂質が少なかったため、比較的安定して試料が作製され、スプレードライの噴霧開始直後と噴霧終了後の雑製品を除き、30分ごとに回収された5ロットで合計385gの試料が得られた。これらを混合攪拌して均一化処理を行い、360gを回収した。

2.2. 試料の均質性

回収した試料を約10gずつ35本に分注して、パイロットスタディ向け検討試料とした。試料の均質性を確認するために、作製数量35を10で除し、得られた数の倍数ずつに系統的に10本を抽出し、それぞれ分析

(n=2) に供した。

ところが、As測定の際にスプレードライ試料では内標準に用いるYの応答値が高くなっており、図2に示すように、測定試料の希釈倍率に応じてYが計測されていた（MW分解した試料溶液を2倍希釈した溶液では、10倍希釈した溶液の約5倍多くYが含まれていた）ことが判明した。この現象（スプレードライ試料のY応答値は標準溶液や操作ブランク溶液より高かった）は試作試料1でも確認されており、基材そのものの分析時には確認されなかったことから、スプレードライ操作中にYが混入していたことが疑われた。

Yの影響を排除するために、内標準元素をYからRhに変更して分析を行ったところ、図3に示すようにAs濃度は設定濃度に近い分布を示した。そのため、As測定時の内標準元素をRhに変更して分析した結果を表2に示す。Pb、Cd、Asのいずれも設定値に近い値を示し、ばらつきも小さかった。

また、均質性の確認を一元配置分散分析により評価した結果、表3に示すようにPb、CdおよびAsの試料中濃度は、評価基準であるF値（分散比）<F境界値かつP値>0.05を満たし、いずれの元素においても均質であると判断された。

2.3. 試作試料1との比較

試作試料2の各元素含有量の分布を図1に併せて示す。ただし、As測定時の内標準元素は、試作試料1（図の左側）ではY、試作試料2（図の右側）ではRhを使用した。いずれの元素も、試作試料2では試作試料1のどの画分よりも設定値に近い値を示し、ばらつきも概ね小さかったことから、パイ

ロットスタディ用試料の基材には鶏むね肉パウダーが適していると考えられた。

3. 内標準元素の変更にともなう分析妥当性の再評価

前年度は内標準元素にRhを使用していなかったため、YをRhに変更して肉由来の認証標準物質を再分析し、その分析妥当性を確認した。

3.1. Bovine Liver (SRM1577c)

Bovine Liverの分析および妥当性評価の結果を表4に示す。KとCrを除く15元素については、真度、併行精度、室内再現精度の目標値を満たしていた。Kについては室内再現精度が、Crについては真度、併行精度、室内再現精度のいずれもが目標値を満たさなかった。前年度にYを内標準に用いた際にはCrの妥当性はきわめて良好であったが、RhはYに比べてイオン化ポテンシャルが高く、マトリックスによっては応答値のばらつきが大きくなることがあるため、Crの測定においてRhを内標準元素に用いる場合には、内標準元素の変更も含めて今後の検討が必要と考えられる。

3.2. Pig Kidney (ERM-BB186)

Pig Kidneyの分析および妥当性評価の結果を表5に示す。認証値のある8元素すべてにおいて、真度、併行精度、室内再現精度の目標値を満たしていた。さらにFe、CuおよびPbについては、測定値が認証値の不確かさ範囲内に入っており、きわめて良好な結果であった。

3.3. Bovine Muscle (ERM-BB184)

Bovine Muscleの分析および妥当性評価の結果を表6に示す。Cdを除く7元素において、真度、併行精度、室内再現精度の目標値を満たしていた。そのうち、Mn、Fe、Zn、As、Seについては、測定値が認証値の不確かさ範囲内に入っており、きわめて良好な結果であった。Cdについては認証値が定量下限を下回っていたため、評価を行っていない。低濃度のCdを分析するためには、供試する試料量や希釈倍率の検討が必要と考えられる。

E. 結論

本課題では、MW分解-ICP-MSによる食品中の重金属類にかかる精度管理試料への適用を目標としている。今年度は、2種類の市販肉試料を用いて、スプレードライ法によるパイロットスタディ用試料の作製方法を検討した。

鶏肉パウダーを基材として作製した試作試料1は、回収量が少なく、作製時の画分間で濃度のばらつきが大きかったことから、パイロットスタディには不適と考えられた。一方、鶏むね肉パウダーを基材として作製した試作試料2は、良好な均質性が得られ、対象元素（海外で規制値が設定されているPb、Cd、As）のいずれも試料濃度の分布は設定値付近に集中しており、パイロットスタディへの適用が可能と考えられた。ただし、As測定時の内標準元素に用いられるYがスプレードライ操作中に混入していたことが疑われたため、内標準元素をRhに変えることで試作試料の品質評価は満足されたが、今後はスプレードライ条件や装置の検証も必要であると考えられる。

ICP-MSの内標準元素をYからRhへ変更

したことにしたが、前年度に行った3種の肉由来認証標準物質（Bovine Liver、Pig Kidney、Bovine Muscle）による分析妥当性を再評価した。いずれの認証標準物質においても、測定した元素濃度は認証値とほぼ一致し、真度、併行精度および室内再現精度は目標値を満たしていた。ただし、Bovine Liver中のKおよびCr、ならびにBovine Muscle中のCdにおいては目標値を満たさなかった。外部精度管理において多元素を設定する場合には、それぞれの濃度範囲に留意し、内標準元素の選択も含めて、引き続き検討を行う必要がある。

今後は試作試料2を用いてパイロットスタディの実施を検討するとともに、試料の安定性についても確認する予定である。また、今年度に使用した装置より大型のスプレードライヤを用いて、スケールアップしたパイロットスタディの体系を確立して実施するとともに、スプレードライ条件の検証を行う予定である。日本では食肉の輸出額は年々増加傾向にあるため、輸出実績のある肉試料の精度管理試料を作製することは、輸出促進に向けた食品の安全性確保につながるものと考えられる。

F. 健康危険情報

なし

G. 研究発表

1. 論文発表

なし

2. 学会発表

油谷藍子, 村野晃一, 村上太郎, 新矢将尚:
マイクロウェーブ分解-ICP-MS法による食

肉等元素分析法の妥当性評価, 日本食品衛生学会第121回学術講演会, 東京 (2025)

H. 知的所有権の取得状況

1. 特許取得

なし

2. 実用新案登録

なし

3. その他

なし

参考文献

1) US FDA. Elemental Analysis Manual 4.7, Version 1.2, 2020

2) BS EN 17851:2023, 2023

3) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知「食品中の金属に関する試験法の妥当性評価ガイドラインについて」平成 20 年 9 月 26 日食安発第 0926001 号

表 1 試作試料1の回収量および分析結果

元素	質量数 (<i>m/z</i>)	測定モード	内標準元素 (質量数 <i>m/z</i>)	設定濃度 (mg/kg)	払い落し品 (mg/kg)	画分1 (mg/kg)	画分2 (mg/kg)	画分3 (mg/kg)
As	75	No Gas	Y (89)	0.50	0.383 ± 0.028	0.143	0.461 ± 0.037	0.499 ± 0.008
Cd	111	No Gas	In (115)	0.05	0.052 ± 0.002	0.037	0.058 ± 0.001	0.063 ± 0.001
Pb	208	No Gas	Tl (205)	0.10	0.100 ± 0.006	0.113	0.118 ± 0.001	0.122 ± 0.002
試 料 回 収 量 :					187 g	4 g	72 g	26 g

分析値は、平均±標準偏差

表 2 試作試料2の回収量および分析結果

元素	質量数 (<i>m/z</i>)	測定モード	内標準元素 (質量数 <i>m/z</i>)	設定濃度 (mg/kg)	スプレードライ品 (mg/kg)
As	75	No Gas	Rh (103)	0.50	0.507 ± 0.009
Cd	111	No Gas	In (115)	0.05	0.051 ± 0.001
Pb	208	No Gas	Tl (205)	0.10	0.100 ± 0.002
試 料 回 収 量 :				360 g	

分析値は、平均±標準偏差

表 3 試作試料2の均質性確認試験結果

	As	Cd	Pb
	(No Gas)	(No Gas)	(No Gas)
設定濃度 (mg/kg)	0.50	0.05	0.10
平均濃度 (mg/kg)	0.508	0.051	0.103
標準偏差 (mg/kg)	0.008	0.001	0.002
相対標準偏差 (%)	1.56	1.52	2.20
F値	2.27	1.05	0.77
P-値	0.11	0.47	0.65
F境界線	3.02	3.02	3.02

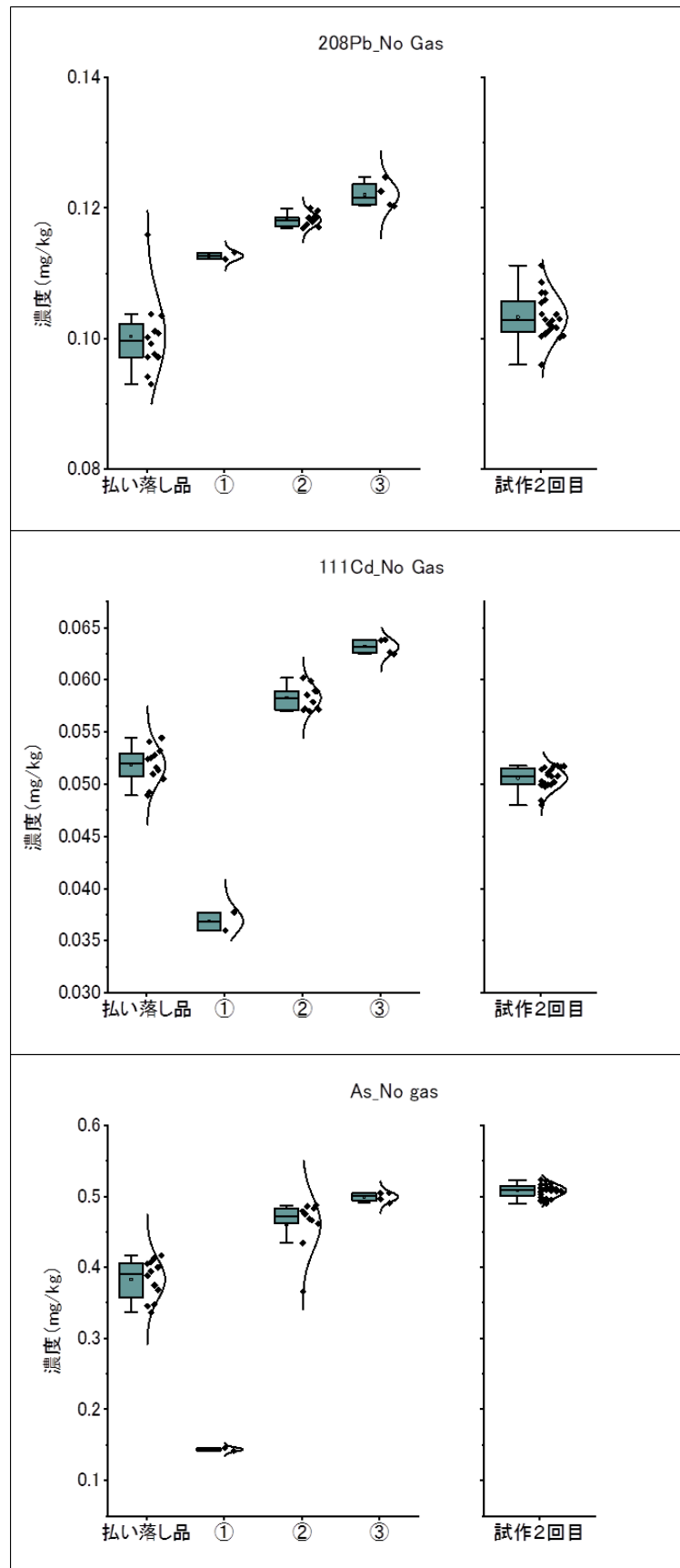


図 1 試作試料1(各図左側、丸数字は画分)および試作試料2(同右側)の各元素濃度の分布

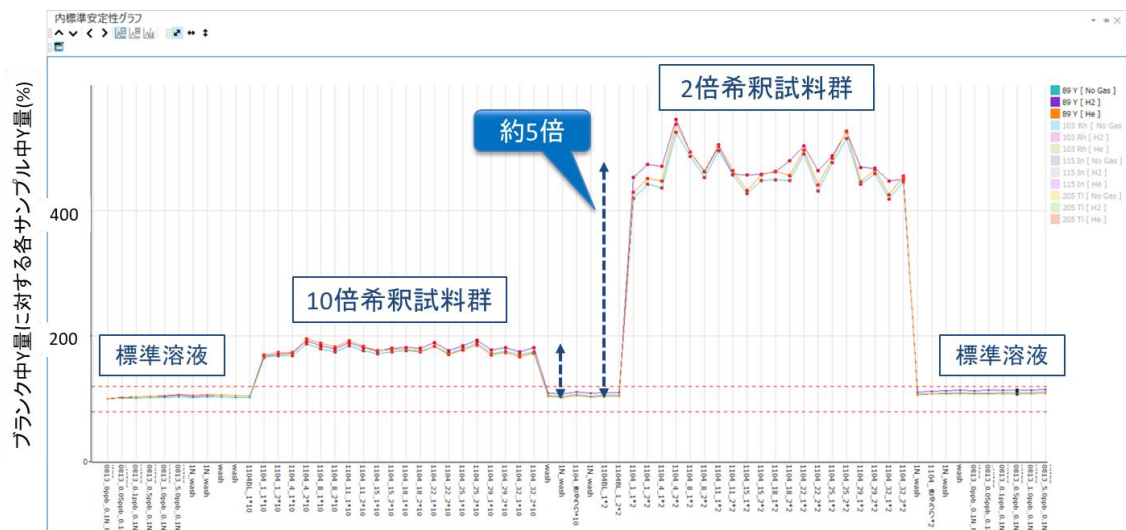


図2 試作試料2のAs測定時（No Gasモード）におけるYの挙動

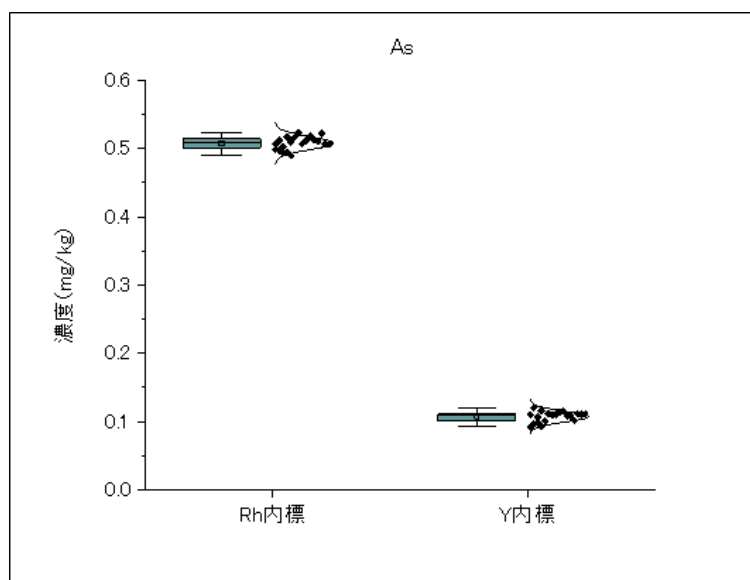


図3 内標準元素の違いによる試作試料2のAs濃度分布（No Gasモード）

表4 Bovine Liver の妥当性再評価結果

主要元素	質量数 (<i>m/z</i>)	測定 モード	内標準 元素 (<i>m/z</i>)	認証値 (%)		測定値(総平均) (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内 再現精度 (%)	判定
Na	23	He	Rh (103)	0.2033	± 0.0064	<u>0.2059</u>	101	3.3	11.1	◎
P*	31	He	Rh (103)	1.175	± 0.027	<u>1.149</u>	98	2.5	15.1	◎
K	39	He	Rh (103)	1.023	± 0.064	1.093	107	4.9	18.4	×

主要元素	質量数 (<i>m/z</i>)	測定 モード	内標準 元素 (<i>m/z</i>)	認証値 (mg/kg)		測定値(総平均) (mg/kg)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内 再現精度 (%)	判定
Mg	24	He	Rh (103)	620	± 42	<u>607</u>	98	3.2	11	◎
Ca	40	H2	Rh (103)	131	± 10	<u>135</u>	103	3.2	3.9	◎

微量元素	質量数 (<i>m/z</i>)	測定 モード	内標準 元素 (<i>m/z</i>)	認証値 (mg/kg)		測定値(総平均) (mg/kg)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内 再現精度 (%)	判定
Mn	55	He	Rh (103)	10.46	± 0.47	<u>10.20</u>	97	2.8	6.6	◎
Fe	56	He	Rh (103)	197.94	± 0.65	193.60	98	3.5	15.4	○
Co	59	He	Rh (103)	0.300	± 0.018	<u>0.299</u>	100	3.4	4.0	◎
Cu	63	No Gas	Rh (103)	275.2	± 4.6	<u>273.3</u>	99	3.1	4.0	◎
Zn	66	No Gas	Rh (103)	181.1	± 1.0	179.3	99	3.3	3.5	○
Se	78	He	Rh (103)	2.031	± 0.045	1.898	93	4.4	9.5	○

微量元素	質量数 (<i>m/z</i>)	測定 モード	内標準 元素 (<i>m/z</i>)	認証値 (μg/kg)		測定値(総平均) (μg/kg)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内 再現精度 (%)	判定
V	51	He	Rh (103)	8.17	± 0.66	9.22	113	5.8	13	○
Cr	52	He	Rh (103)	53	± 14	71	134	15.4	18	×
As	75	No Gas	Rh (103)	19.6	± 1.4	<u>20.3</u>	104	5.6	6.4	◎
Sr	88	No Gas	Rh (103)	95.3	± 4.2	<u>94.0</u>	99	3.4	3.5	◎
Cd	111	No Gas	In (115)	97.0	± 1.4	102.6	106	5.4	6.9	○
Pb	208	No Gas	Tl (205)	62.8	± 1.00	59.4	95	2.5	4.9	○

妥当性判定基準：

0.01<濃度(mg/kg)≦0.1 … 真度：80～120%，併行精度<15%，室内精度<20%

0.1<濃度(mg/kg)≦10 … 真度：80～110%，併行精度<10%，室内精度<15%

10<濃度(mg/kg) … 真度：90～110%，併行精度<10%，室内精度<15%

判定基準を満たすものは○，さらに測定値が認証値の不確かさ範囲内に入っているもの（下線）については◎とした。

* P については参考値

表5 Pig kidney の妥当性再評価結果

微量元素	質量数 (<i>m/z</i>)	測定 モード	内標準 元素 (<i>m/z</i>)	認証値 (mg/kg)		測定値(総平均) (mg/kg)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内 再現精度 (%)	判定
Mn	55	He	Rh (103)	7.26	± 0.25	6.95	96	0.9	10.2	○
Fe	56	He	Rh (103)	255	± 13	<u>245</u>	96	1.6	8.7	◎
Cu	63	No Gas	Rh (103)	36.5	± 1.8	34.0	93	1.9	5.1	○
Zn	66	No Gas	Rh (103)	134	± 5.0	128	95	2.1	4.8	○
Se	78	He	Rh (103)	10.3	± 0.9	9.38	91	4.7	14.7	○
Cd	111	No Gas	In (115)	1.09	± 0.05	1.03	94	2.3	4.2	○
Pb	208	No Gas	Tl (205)	0.040	± 0.005	<u>0.037</u>	93	2.4	7.2	◎

妥当性判定基準：

0.01<濃度(mg/kg)≦0.1 … 真度：80～120%，併行精度<15%，室内精度<20%

0.1<濃度(mg/kg)≦10 … 真度：80～110%，併行精度<10%，室内精度<15%

10<濃度(mg/kg) … 真度：90～110%，併行精度<10%，室内精度<15%

判定基準を満たすものは○，さらに測定値が認証値の不確かさ範囲内に入っているもの（下線）については◎とした。

表6 Bovine muscle の妥当性再評価結果

微量元素	質量数 (<i>m/z</i>)	測定 モード	内標準 元素 (<i>m/z</i>)	認証値 (mg/kg)		測定値(総平均) (mg/kg)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内 再現精度 (%)	判定
Mn	55	He	Rh (103)	0.276	± 0.013	<u>0.281</u>	102	1.9	6.0	◎
Fe	56	He	Rh (103)	75	± 4	<u>75</u>	100	2.1	4.6	◎
Cu	63	No Gas	Rh (103)	2.31	± 0.09	2.20	95	3.1	4.0	○
Zn	66	No Gas	Rh (103)	146	± 7.0	<u>142</u>	97	1.9	2.2	◎
As	75	No Gas	Rh (103)	0.0234	± 0.0026	<u>0.022</u>	94	3.3	5.0	◎
Se	78	He	Rh (103)	0.45	± 0.04	<u>0.44</u>	97	4.3	11.3	◎

妥当性判定基準：

0.01<濃度(mg/kg)≦0.1 … 真度：80～120%，併行精度<15%，室内精度<20%

0.1<濃度(mg/kg)≦10 … 真度：80～110%，併行精度<10%，室内精度<15%

10<濃度(mg/kg) … 真度：90～110%，併行精度<10%，室内精度<15%

判定基準を満たすものは○，さらに測定値が認証値の不確かさ範囲内に入っているもの（下線）については◎とした。