The Japan Society for Analytical Chemistry

BUNSEKI KAGAKU Vol. 58, No. 2, pp. 107–112 (2009)
© 2009 The Japan Society for Analytical Chemistry

アナリティカルレポート

誘導結合プラズマ発光分析法による精米中の無機元素測定の試験室間共同試験

堀田　博[1]

1 緒　　言

食品中の主な元素類（カリウム，カルシウム，マグネシウム，鉄，ナトリウム，亜鉛，マンガン，リンなど）は，基本的な栄養素として，日本食品標準成分表に個々の成分含量が記載されている．それらの日本での公定的な分析法は，原子吸光分析法（AAS法）や吸光度の測定によるものとなっている[1)~4)]．これらの測定法では個々の元素を単独で測定するため，複数の元素の測定には元素数に比例する時間を必要とする．そのため，その代替法として多数の元素を同時に測定できるマルチタイプの誘導結合プラズマ発光分析法（ICP-OES法）による測定が普及している．FAPAS｛Food Analytical Performance Assessment Scheme，英国環境食品農業部 Central Science Lab.（CSL）が実施している技能評価試験｝や日本分析化学会が行った技能試験の試験報告書にも，公認（accredited method）されていなくともICP-OES法で行った例が多い．

しかし，現場での原材料や製品の内部的な品質管理にはICP-OES法での測定値が使えるが，公式データとして外部に提出する場合には，ICP-OES法による元素測定の試験所認定を取得しても，公定法的なAAS法で出さねば提出先が納得しない場合もある．これは，食品中のタンパク質を測定する「全窒素測定法」で，公定法であるが手間と時間を要する「ケルダール分析法」と，簡易・迅速に結果が出て内部的な品質管理に使われているが公定法ではなかった「燃焼法」との関係と類似している[5)]．

食品中の元素類の測定法として，ICP-OES法がAAS法の代替法となりうるかは，AAS法で求めた測定値と同等性がある測定値をICP-OES法が出せる妥当な分析法であることが重要である[6)7)]．AAS法とICP-OES法による定量値が統計的に一致するデータを示せることが望ましいが，日本食品標準成分表に載っている8元素をAAS法で測定することは参加試験室への負担が大きく，試験室間共同試験（以後，室間共同試験と略す）による両法の測定値の比較まで行うことは，今回は断念した．

そこで，ICP-OES法による元素類の測定法を日本での食品の公定分析法の一つの候補とすることを目標として，ICP-OES法が食品中の元素類の測定法としての精度や再現性が高く，多くの試験室で適用可能で妥当な分析法であることを示すことが重要である．そのために，同一試料を使った室間共同試験による精度の調査を行った．

一般的な測定法での室間共同試験のAOAC INTERNATIONAL（AOAC）による基準[8)]では，配布試料は5以上，統計的に棄却後の試験室数は8以上が必要とされる．また，HorRat値[9)~11)]により室間共同試験が評価され，その値が0.5～1.5の間にあればその室間共同試験は満足の行くものとされる．

今回の室間共同試験は参加試験室数が7であり，上記の基準に満たなかったが，ICP-OES法による食品中の7元素の測定に関する精度や再現性についてのデータが得られたので，ここに報告する．

2 実　　験

2·1 試　料

室間共同試験に配付した試料は，以下の市販の白米6種類，新潟県産こしひかり（材料I），茨城県産こしひかり（同II），山形県産はえぬき（同III），秋田県産あきたこまち（同IV），北海道産ななつぼし（同V），タイ国産の長粒米（同VI）である．

2·2 試料調製

粉砕はRetch製の超遠心粉砕機で10000 rpm，0.50 mmのスクリーンを付けて行った．

配付用小分け容器は，メタルフリーのポリプロピレン製の65 mL容量のデジチューブ（ジーエルサイエンスより購入）を使用した．

粉砕試料を試料縮分器による縮分を繰り返して約1 kgまで縮分し，その試料を撹拌（かくはん）してフッ素樹脂（パーフルオロアルコキシアルカン，PFA）製スコップで約20 gずつ採取し，配付容器に小分けした．

[1] 独立行政法人農業・食品産業技術総合研究機構食品総合研究所：305-8642　茨城県つくば市観音台2-1-12

NII-Electronic Library Service

The Japan Society for Analytical Chemistry

Table 1 Result of potassium contents in milled rice for interlaboratory study

Material (milled rice)	Laboratory						
	A	B	C	D	E	F	G
I	872.7	780.2	746.3	818.7	828.1	720.7	823.8
	867.6	783.5	770.2	835.5	802.5	732.6	804.3
II	952.5	848.6	839.3	944.7	903.5	792.2	889.1
	952.7	841.3	852.3	907.3	903.2	815.5	914.0
III	1004	927.5	890.9	960.5	950.5	862.0	997.2
	994.6	926.2	924.8	985.7	967.7	861.9	949.2
IV	893.3	815.4	793.3	874.9	884.6	760.4	918.4
	888.9	808.0	803.1	871.0	850.5	750.4	845.6
V	1000	938.7	891.0	955.7	973.5	860.6	937.4
	1002	900.1	904.9	971.5	943.0	841.6	951.4
VI	645.6	575.5	575.3	638.1	607.5	524.3	603.7
	643.8	573.1	566.3	628.3	599.7	523.9	587.2
Sample Preparation	A ; Microwave Digestion	A ; Microwave Digestion	A ; Microwave Digestion	B ; Wet Digestion	A ; Microwave Digestion	B ; Wet Digestion	A ; Microwave Digestion
ICP-OES used	Varian Vista-PRO	Leeman Labs JICP-PS3000UV	S I I Technology SPS3100	Varian 725-ES	Shimadzu ICPE-9000	Varian Vista-PRO	Varian Vista-PRO
Wave length used for measuring ; 766.491 nm							

2・3 無機成分の測定

均質性を調査する元素類測定用の試料溶液は湿式分解法で調製した[1)12)].

各無機成分の測定はICP-OES（Vista-PRO, Varian, Inc., CA, USA）で行った.

2・4 均質性の確認

6試料それぞれについて，各試験室に配付前に，小分けした10の容器から試料を2点ずつ計20点採取し，試料調製後，ICP-OESによりそれらのカリウム，カルシウム，マグネシウム，亜鉛，マンガン，リン，銅を同時に測定して，文献に従って統計処理し，均質性を確認した[8)9)13)].

2・5 参加試験室

参加試験室は7であった．同一研究所内でも別の研究者が試料調製を行い異なる機種で測定した場合には，別の試験室として扱った．カリウム，カルシウム，マグネシウムの測定は全試験室から測定データを得た．その他の元素の測定は任意としたため，5～6試験室からデータが得られた元素で解析を行った.

2・6 参加試験室の測定機器と試料調製法

測定に用いたICP-OESは，Varian社4機種（Vista PROが3試験室と725-ES），島津製作所（ICPE-9000），Leeman Labs社（JICP-PS3000UV）とエスアイアイ（SII）テクノロジー社（SPS3100）が各1機種であり，試料の調製法はマイクロ波分解法が5試験室，湿式分解法が2試験室であった（Table 1）.

2・7 配付試料の測定方法

同一の試料を各試験室に二つずつ配付し各試料を1回だけ測定する，非明示反復により行った[8)9)14)]．配付試料には3桁（けた）のランダムな数字を付けた.

2・8 プロトコール

参加試験室には試料の取り扱いや分析方法についてのプロトコールを付け，それに従って測定を行った．その要点は以下の通りである.

① 配付試料は白米の粉砕物約20 gずつ12点．各容器に付けた3桁の番号で，結果は報告する.

② 無機成分調製を行う試料量は0.50 g以上使用する.

③ 測定は各試料につき一回だけ行い，測定値は，水分補正しない生データを，有効数字4桁まで，単位はmg/kg（各元素/試料）で報告する.

④ 測定は同一のICP-OESで検量線を作成した同じ日（同一の校正）に行う.

⑤ 測定元素は，カリウム，カルシウム，マグネシウムは必須とし，その他に，リン，亜鉛，マンガン，銅，鉄，ナトリウムなど測定したならば報告する.

⑥ 上記の測定条件以外は，各機関で使っている機器，試薬を使い，通常の測定手順・測定方法で測定する.

⑦ ICP-OESの測定波長は指定しないが，その波長を報告する.

⑧ 試料調製方法について，乾式分解，湿式分解，マイク

NII-Electronic Library Service

The Japan Society for Analytical Chemistry

Table 2　Results of interlaboratory study for determination of potassium, magnesium and calcium content in rice samples measured by ICP-OES

Element	Material (milled rice)	No. of Labs.[a)]	Mean/ mg kg^{-1}	S_r	RSD_r, %	S_R	RSD_R, %	Predicted RSD_R, %	HorRat
K	I	7 (0)	799	12	1.52	48	6.04	5.85	1.03
	II	7 (0)	883	14	1.60	53	6.06	5.76	1.05
	III	7 (0)	961	18	1.86	49	5.08	5.69	0.89
	IV	7 (0)	833	11	1.32	53	6.39	5.81	1.10
	V	7 (0)	934	16	1.68	50	5.39	5.71	0.94
	VI	7 (0)	592	6.1	1.03	41	6.93	6.12	1.13
Mg	I	7 (0)	317	8.8	2.79	24	7.48	6.72	1.11
	II	7 (0)	353	9.0	2.56	31	8.71	6.62	1.32
	III	7 (0)	345	6.5	1.87	24	7.02	6.64	1.06
	IV	7 (0)	314	7.8	2.50	26	8.19	6.74	1.22
	V	7 (0)	257	16	6.14	26	9.99	6.94	1.44
	VI	7 (0)	152	3.0	1.98	15	9.80	7.51	1.31
Ca	I	6 (1)	47.4	0.60	1.27	1.6	3.40	8.95	0.38
	II	7 (0)	48.4	1.6	3.39	2.6	5.40	8.92	0.61
	III	7 (0)	53.9	2.2	4.16	3.1	5.78	8.78	0.66
	IV	6 (1)	44.1	0.68	1.55	2.1	4.66	9.05	0.51
	V	6 (1)	40.0	2.4	5.93	2.6	6.46	9.18	0.70
	VI	7 (0)	42.3	1.0	2.40	2.3	5.51	9.11	0.60

a) Retained number after outlier laboratory removed, and number of outlier laboratory in parentheses

ロ波分解等の条件，測定時の希釈の有無などを報告する．

2·9　解析データの選択[8)9)14)]

集計したデータ（Table 1，カリウムのみ例示した）は，コクラン（Cochran）の検定とグラッブス（Grubbs）の検定により，外れ値の検定を行った．

2·10　データ解析

集計データは，外れ値がない場合にはそのまま，外れ値があった場合にはそれを除いたデータを，解析に使用した．

解析は，Microsoft Excel で併行精度（Repeatability）と室間再現精度（Reproducibility）を計算し，「併行相対標準偏差 = RSD_r」や「室間相対標準偏差 = RSD_R」を求めた[14)]．同時に，数多くの共同分析試験から得られた RSD_R から経験的に導き出された $PRSD_R$[15)~17)] も Microsoft Excel で求め，HorRat 値（$RSD_R/PRSD_R$）を計算した[9)~11)]．

3　結果及び考察

3·1　測定法の妥当性について

報告された室間共同試験のデータの解析により，外れ値を検定・棄却し，併行精度標準偏差（S_r）や室間再現精度標準偏差（S_R）などを求めた（Table 1，2，3）．

カリウムの室間共同試験では全試料で 7 試験室のデータが残り，それらの解析により得られた RSD_r と RSD_R は 1.03～1.86% と 5.08～6.93%，HorRat 値は 0.89～1.13 の範囲であった．

マグネシウムでは全試料で 7 試験室のデータが残り，それらの RSD_r と RSD_R は 1.87～6.14% と 7.02～9.99%，HorRat 値は 1.06～1.44 の範囲であった．

カルシウムでは，検定で各 1 試験室が棄却された 3 試料の場合には棄却データ，その他の 3 試料は 7 試験室のデータを使い解析し，RSD_r と RSD_R は 1.27～5.93% と 3.40～6.46%，HorRat 値は 0.38～0.70 の範囲であった．

亜鉛では 6 試験室のデータで解析を行い，RSD_r と RSD_R が 1.21～4.15% と 3.53～5.62%，HorRat 値は 0.32～0.54 の範囲であった．

マンガンでは 5 試験室のデータで解析を行い，RSD_r と RSD_R が 1.06～6.84% と 3.49～7.57%，HorRat 値は 0.30～0.65 の範囲であった．

銅では 5 試験室のデータで解析を行い，RSD_r と RSD_R が 3.23～20.9% と 6.11～23.3%，HorRat 値は 0.41～1.49 の範囲であった．

リンでは 5 試験室のデータで解析を行い，RSD_r と RSD_R が 0.79～1.79% と 6.55～7.85%，HorRat 値は 1.18～1.43 の範囲であった．

室間共同試験の HorRat 値が 0.5～2 までは許容範囲とされ，0.5～1.5 の間にあればその室間共同試験は満足の行くもの，逆に 0.5 以下だと測定値の作為的な操作が行われたのではないか，1.5～2 の場合では配付試料の均質性など何らかの理由があると見なされる[9)~11)]．

以上の結果から，今回の室間共同試験の 7 元素の HorRat 値はすべて 1.5 以内であり，ICP-OES 法による米中の 7 元素の定量法が満足のいくもの，即ち，十分な測定精度を有する妥当な測定法であることが確認された．

NII-Electronic Library Service

The Japan Society for Analytical Chemistry

Table 3 Results of interlaboratory study for determination of manganese, zinc, copper and phosphorus content in rice samples measured by ICP-OES

Element	Material (milled rice)	No. of Labs.[a)]	Mean/ mg kg^{-1}	S_r	RSD_r, %	S_R	RSD_R, %	Predicted RSD_R, %	HorRat
Zn	I	6 (0)	13.61	0.20	1.45	0.52	3.81	10.8	0.35
	II	6 (0)	17.87	0.33	1.86	0.66	3.70	10.4	0.36
	III	6 (0)	17.76	0.21	1.21	0.63	3.55	10.4	0.34
	IV	6 (0)	17.62	0.54	3.05	0.99	5.62	10.4	0.54
	V	6 (0)	14.54	0.60	4.15	0.65	4.48	10.7	0.42
	VI	6 (0)	12.87	0.19	1.44	0.45	3.53	10.9	0.32
Mn	I	5 (0)	9.15	0.097	1.06	0.37	4.06	11.5	0.35
	II	5 (0)	8.05	0.30	3.75	0.34	4.25	11.7	0.36
	III	5 (0)	11.71	0.24	2.09	0.51	4.34	11.0	0.39
	IV	5 (0)	10.75	0.33	3.08	0.54	5.01	11.2	0.45
	V	4 (1)	8.43	0.58	6.84	0.64	7.57	11.6	0.65
	VI	5 (0)	7.87	0.10	1.32	0.27	3.49	11.7	0.30
Cu	I	5 (0)	1.87	0.084	4.50	0.20	10.5	14.6	0.72
	II	5 (0)	1.64	0.091	5.55	0.10	6.11	14.8	0.41
	III	5 (0)	2.03	0.17	8.27	0.21	10.3	14.4	0.72
	IV	5 (0)	2.30	0.27	11.8	0.34	15.0	14.1	1.06
	V	5 (0)	1.15	0.24	20.9	0.27	23.3	15.7	1.49
	VI	5 (0)	1.19	0.038	3.23	0.16	13.7	15.6	0.88
P	I	5 (0)	1133	13	1.11	74	6.55	5.55	1.18
	II	5 (0)	1155	19	1.67	78	6.77	5.54	1.22
	III	5 (0)	1213	11	0.94	83	6.86	5.49	1.25
	IV	5 (0)	1202	22	1.79	94	7.85	5.50	1.43
	V	5 (0)	1142	12	1.05	79	6.92	5.54	1.25
	VI	5 (0)	823	6.5	0.79	63	7.62	5.82	1.31

a) Abbreviation was same as Table 1

3・2 他の室間共同試験との比較

食品中の無機成分の測定にはICP-OES法が多くの場合に使われているが[18)~20)]，食品中の無機成分の室間共同試験での測定の報告は，ICP-OES法によるものは少なく[22)~25)]，AAS法によるものがほとんどであった[26)~30)]．

これらの中で，R. Suddendofrらの報告[22)]は乳児用調合乳（Infant Formula）のCa，Cu，Fe，Mg，Mn，P，K，Na，ZnのAOACの公定法[31)]として，R. Isaacらの報告[23)]は植物及びペットフード中のB，Ca，Cu，K，Mg，Mn，P，ZnのAOACの公定法[32)]として，ICP-AES法が採用されたものである．しかし，室間共同試験のプロトコール[11)]が出る前の報告であり，参加試験室数も6，棄却方法も異なるが，R. Suddendofrらの報告の各元素のRSD_rとRSD_Rをまとめると，Caでは1.1～7.6%と4.5～8.5%，Cuでは2.6～7.9%と8.2～11.6%，Kでは1.5～5.6%と4.0～6.5%，Mgでは0.7～2.5%と3.9～11.3%，Mnでは1.4～5.3%と2.5～15.5%，Pでは1.2～7.4%と4.7～9.4%，Znでは1.7～13.0%と6.5～15.9%であった．

L. Jorhemらの報告[24)]は食品中のPb，Cd，Zn，Cu，FeのAOACの公定法[33)]として採用されているAAS法による報告で，その中に同じ試料をICP-OES法とAAS法で測定した結果を比較したデータがある．参加試験室数が5以下と少ないが，Znの含有量が4.25～189 mg/kg（AAS法では4.50～182 mg/kg）で，RSD_Rは2.7～18.7%（同，2.04～9.3%），Cuの含有が0.263～107 mg/kg（同，0.241～108 mg/kg）で，RSD_Rは3.9～12.2%（同，3.7～39%）であった．このデータは，ICP-OES法がAAS法と同等の精度を持つことも示している．

これらのデータと今回の室間共同試験の結果を比較すると，各元素のRSD_rとRSD_Rはほぼ同じ範囲にあり，今回のICP-OES法による精米中の7元素の定量法も十分な測定精度を有する妥当な測定法であることを示している．

また，今回の試験で，亜鉛とマンガンでは5試料，銅でも1試料でHorRat値が，測定値を作為的に操作したと疑われる0.5以下の値となった[9)11)]．しかし，このような例として，全窒素を測定するケルダール法では室間共同試験のHorRat値がほぼ0.5以下になる[34)35)]．これは，ケルダール法が異なる測定者による定量値に大きな違いがない，再現性の高い分析法であることを示す値であると考えるのが妥当である．今回の室間共同試験で0.5以下のHorRat値が多く出ているのは，値の操作ではなく，ICP-OES法が，測定者が異なっても測定値に大きな差が出ない，再現性の高い測定法であることを示している．

本試験室間共同試験の参加し測定値を報告して頂いた，福島県農業総合センター生産環境部，㈱農業環境技術研究所，財務省関税中央分析所第2分析室，㈱農林水産消費安全技術センター神戸センター技術研究課，㈱島津製作所分析計測事業部とマイルストーンゼネラル㈱，東海物産㈱の担当者の皆様方に感謝いたします．

NII-Electronic Library Service

The Japan Society for Analytical Chemistry

また，本試験室間共同試験の実施に当たり，協力して頂いたバリアンテクノロジーズジャパンリミテッドの内田正美様に感謝いたします．

文　献

1) 日本食品科学工学会新・食品分析法編集委員会編："新・食品分析法"，第2章無機成分，p. 119 (1999)，(光琳)．
2) 財団法人日本食品分析センター編："分析実務者が書いた五訂日本食品標準成分表分析マニュアルの解説"，Ⅷ 無機質，p. 90 (2001)，(中央法規)．
3) 五訂増補日本食品標準成分表分析マニュアル，文部科学省科学技術・学術審査会資源調査分科会食品成分委員会資料，第2章無機質，p. 37 (2005)，(国立印刷局)．
4) 財団法人日本食品分析センター編："分析実務者が書いた五訂日本食品標準成分表分析マニュアルの解説"，誘導結合プラズマ発光分析法，p. 289 (2006)，(中央法規)．
5) 堀田　博：分析化学 (*Bunseki Kagaku*)，**55**，323 (2006)．
6) G. Bellomonte, A. Costantini, S. Giammarioli : *J. AOAC Int.*, **70**, 227 (1987).
7) R. C. Bicsak : *J. AOAC Int.*, **76**, 780 (1993).
8) W. Horwitz : *Pure & Appl. Chem.*, **67**, 331 (1995).
9) ㈱農研機構食品総合研究所ホームページ，<http://www.nfri.affrc.go.jp/yakudachi/datosei/index.html>．
10) F. McClure, J. K. Lee : *J. AOAC Int.*, **86**, 1056 (2003).
11) W. Horwitz (Ed) : "*Official Methods of Analysis of AOAC International*" 18th ED, Appendix D, p. 9 (2005), (AOAC Int., Gaithersburg, MD, USA.).
12) 有山　薫，堀田　博，安井明美：分析化学 (*Bunseki Kagaku*)，**52**，969 (2003)．
13) T. Fearn, M. Thompson : *Analyst*, **126**, 1414 (2001).
14) 日本規格協会編："JISハンドブック 57 品質管理 2004"，測定方法及び測定結果の精確さ (真度及び精度) ―第2部：標準測定方法の併行精度及び再現精度を求めるための基本的方法，p. 269 (2004) (日本規格協会)．
15) 安井明美：日本食品科学工学会誌，**54**，356 (2007)．
16) W. Horwitz, L. R. Kamps, K. W. Boyer : *J. AOAC Int.*, **63**, 1344 (1980).
17) M. Thompson : *Analyst*, **125**, 385 (2000).
18) D-H Sun, L. K. Waters, T. P. Mawhinney : *J. AOAC Int.*, **83**, 1218 (2000).
19) M. Rose, M. Knaggs, L. Owen, M. Baxter : *J. Anal. At. Spectrom.*, **16**, 1101 (2001).
20) J. Yoshinaga, M. Morita, M. Yukawa, K. Shiraishi, H. Kawamura : *J. AOAC Int.*, **84**, 1202 (2001).
21) 堀田　博：食糧―その科学と技術― No. 46, 2. 一般成分，無機元素ほか，p. 139 (2008)，㈱農研機構食品総合研究所ホームページ)，<http://nfri.naro.affrc.go.jp/guidance/kankobutu/kanko_sou46.html>．
22) R. Suddendofr, K. Cook : *J. AOAC Int.*, **67**, 985 (1984).
23) R. Isaac, W. C. Johnson : *J. AOAC Int.*, **68**, 499 (1985).
24) L. Jorhem, J. Engman : *J. AOAC Int.*, **83**, 1189 (2000).
25) W. Horwitz (Ed) : "*Official Methods of Analysis of AOAC International*" 18th ED, Ch 9, p. 46 (2005).
26) L. Jorhem : *J. AOAC Int.*, **76**, 798 (1993).
27) R. M. Pollman : *J. AOAC Int.*, **74**, 27-31 (1991).
28) K. K. Cook : *J. AOAC Int.*, **80**, 834 (1997).
29) L. Jorhem : *J. AOAC Int.*, **83**, 1204 (2000).
30) K. Julshamn, P. Lea, H. S. Norli : *J. AOAC Int.*, **88**, 1212 (2005).
31) W. Horwitz (Ed) : "*Official Methods of Analysis of AOAC International*" 18th ED, Ch 50, p. 17 (2005).
32) W. Horwitz (Ed) : "*Official Methods of Analysis of AOAC International*" 18th ED, Ch 3, p. 4 (2005).
33) W. Horwitz (Ed) : "*Official Methods of Analysis of AOAC International*" 18th ED, Ch 9, p. 16 (2005).
34) J. M. Lynch, D. M. Barbano, J. R. Fleming : *J. AOAC Int.*, **85**, 445 (2002).
35) S. Nozawa, A. Hakoda, K. Sakaida, T. Suzuki, A. Yasui : *Anal. Sci.*, **21**, 1129 (2005).

NII-Electronic Library Service

The Japan Society for Analytical Chemistry

Collaboratory Study for Determination of Inorganic Elements in Milled Rice Measured by ICP-OES

Hiroshi HORITA[1]

[1] National Food Research Institute, National Agricultural and Food Research Organization, 2-1-12, Kannondai, Tsukuba-shi, Ibaraki 305-8642

(Received 19 September 2008, Accepted 13 December 2008)

The potassium, calcium, magnesium zinc, manganese, copper and phosphorus contents of 6 milled rice samples were measured by the ICP-OES method in cooperation with 5～7 laboratories in Japan. According to the protocol that determined the measuring conditions *etc.*, 6 milled blind replicate rice samples were measured, and single result of the contents (mg/kg, as received) of seven elements were reported. The data from which the maximum of one laboratory's data were removed by Cochran and Grubbs outlier test, and an analysis of the variance were carried out. The range of analysis values for six samples calculated from collaborative trial was as follows, RSD_r (the relative standard deviation of repeatability), RSD_R (the relative standard deviation of reproductibity) and HorRat values of potassium were 1.03～1.86%, 5.08～6.93% and 0.89～1.13, respectively ; those of magnesium were 1.87～6.14%, 7.02～9.99% and 1.06～1.44, respectively ; and those of calcium were 1.27～5.93%, 3.40～6.46% and 0.38～0.70, respectively. The HorRat values of zinc, manganese, copper and phosphorus were 0.32～0.54, 0.30～0.65, 0.41～1.49 and 1.18～1.43, respectively. The HorRat values of all the elements (potassium, calcium, magnesium, zinc, manganese, phosphorus and copper) being lower than 1.5, showed that the measured results of this collaborative trial were satisfying. Moreover, the results for RSD_R and RSD_r of this trial showed the validity of the measuring method of the inorganic element content in milled rice by the ICP-OES method.

Keywords : inorganic element ; ICP-OES ; collaboratory study ; HorRat ; rice.

NII-Electronic Library Service