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 7408-a
No. +++

人工尿（ネオニコチノイド系農薬分析用）

Neonicotinoid Pesticides in Artificial Urine

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人工尿であり、尿中ネオニコチノイド系農薬の定量において、分析の精度管理、及び分析方法や分析装置の妥当性確認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。

物質名	CAS番号	認証値 質量分率 (μg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (μg/kg)	分析法*
アセタミプリド (N^1-[(6-クロロ-3-ピリジル)メチル]-N^2-シアノ-N^1-メチルアセトアミジン)	160430-64-8	1.38	0.18	1, 2
チアメトキサム (3-(2-クロロ-1,3-チアゾール-5-イルメチル）-5-メチル-1,3,5-オキサジアジナン-4-イリデン(ニトロ)アミン)	153719-23-4	1.32	0.26	1, 2

*【認証値の決定方法】を参照

【認証値の決定方法】

本標準物質のアセタミプリドとチアメトキサムの認証値は、同位体希釈－液体クロマトグフラフィー／質量分析法（ID-LC/MS）と異なる抽出・クリーンアップ方法とを組み合わせた複数の分析法 (1, 2) によって測定を行い、得られた測定結果を重み付け平均して求めた。ここで、Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe (QuEChERS) 法が分析法 2 として用いられた。

分析方法：

分析法1

［抽出・クリーンアップ］ポリマー系陽イオン交換カートリッジを用いた固相抽出 (SPE)

［LC/MS］カラム：C18、イオン化法：エレクトロスプレーイオン化（ESI）法、測定モード：選択イオンモニタリング (SIM)

分析法2

［抽出］アセトンを用いた振とう抽出

［クリーンアップ］分散固相剤（強陽イオン交換体）を添加して振とう

［LC/MS］カラム：C18、イオン化法：ESI 法、測定モード：SIM

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、当所が純度を評価した、富士フイルム和光純薬株式会社の Traceable Reference Material®

見本

（アセタミプリド）及び TraceSure®（チアメトキサム、チアクロプリド）を調製原料とした校正用標準液を用いた同位体希釈質量分析法により求めた。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。

【参考値】

本標準物質の参考値は以下の通りである。この質量分率は、ID-LC/MSと分析法1を組み合わせた方法によって得られた結果から求めた。参考値の不確かさは、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。

物質名	CAS番号	参考値 質量分率（μg/kg）	拡張不確かさ 質量分率（μg/kg）
チアクロプリド (3-(6-クロロ-3-ピリジルメチル)-1,3-チアゾリジン-2-イリデンシアナミド)	111988-49-9	0.19	0.13

【有効期間】

本標準物質が未開封で下記の【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 3 ヶ月間有効である。

【物質に関する情報】

本標準物質は人工尿（尿素: 2.50×10^{-4} mg/L、塩化ナトリウム: 0.90×10^{-4} mg/L 、無水りん酸水素二ナトリウム: 0.25×10^{-4} mg/L 、塩化アンモニウム: 0.30×10^{-4} mg/L、りん酸水素二カリウム: 0.25×10^{-4} mg/L、クレアチニン: 0.20×10^{-4} mg/L、亜硫酸ナトリウム・七水和物: 0.30×10^{-4} mg/L、残りは水）を原料に用い、分析対象物質をメタノールに溶解して添加することにより調製した。常温では無色透明の液体で、5 g がガラスバイアルに入れられている。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、遮光し、−20 ℃から−30 ℃で清浄な場所に保存すること。

【使用に関する注意事項】

本標準物質は試験研究用であり、生体を用いる試験研究には使用しないこと。使用約 2 時間前に 20 ℃から 25 ℃の環境に置き、自然解凍する（加熱厳禁）。十分に転倒混和し、完全に均質化した後に使用すること。均質性の観点から、1 回の分析に用いる試料量は 2.0 g 以上とする。一度解凍した試料は再凍結して使用してはならない。

【取り扱いにおける注意事項】

保護マスクや保護手袋等を着用すること。本標準物質を、医療行為に直接使用してはならない。内容物と容器の廃棄は、廃掃法[注] を遵守して行うこと。安全データシート（SDS）を参考にして取り扱うこと。

注）廃掃法：廃棄物の処理及び清掃に関する法律

【製造等】

本標準物質は、分析対象物質を添加した人工尿（伊勢久株式会社, JIS T3214）を原料として、富士フイルム和光純薬株式会社において混合による均質化処理を行った後に、ガラスバイアルに小分けしたものである。

【参考情報】

本標準物質は、【認証値の決定方法】の分析法1によると、認証時においてイミダクロプリド（1-(6-クロロ-3-ピリジルメチル)-N-ニトロイミダゾリジン-2-イリデンアミン）を1.47 μg/kg、クロチアニジン（(*E*)-1-(2-クロロ-1,3-チアゾール-5-イルメチル)-3-メチル-2-ニトログアニジン）を1.34 μg/kg、ジノテフラン（1-メチル-2-ニトロ-3-(テトラヒドロ-3-フリルメチル)グアニジン）を12.66 μg/kg、アセタミプリド-N-デスメチル（N^1-[(6-クロロ-3-ピリジル)メチル]-N^2-シアノアセトアミジン）を1.26 μg/kg含有していた。クロチアニジン、ジノテフランとアセタミプリド-N-デスメチルについては、本標準物質の保存条件（【保存に関する注意事項】参照）で、分解が見られたことを確認している。また、ID-LC/MSにより測定したところ、認証時にクレアチニンを1.9 g/kg含有していた。本標準物質の

20 ℃および25 ℃における密度は、認証時にそれぞれ1.0139 g/cm^3、1.0125 g/cm^{3}であった。
国立研究開発法人国立環境研究所において、高親水性逆相水湿潤性ポリマーを充填剤とするSPEおよびID-LC/MS/MSを用いて分析をしたところ、認証時においてニテンピラム（(*E*)-*N*-(6-クロロ-3-ピリジルメチル)-*N*-エチル-*N'*-メチル-2-ニトロビニリデンジアミン）を0.75 µg/kg含有していた。

【生産担当者】
本標準物質の生産に関する技術管理者は羽成修康、生産責任者と値付け担当者は大竹貴光である。

【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、国立研究開発法人　国立環境研究所との共同研究により開発した。

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お問い合わせをお願いします。

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

2020.12.24	安定性モニタリングの結果に基づいて、クロチアニジンの拡張不確かさを変更した。
2021.09.30	安定性モニタリングの結果に基づいて、アセタミプリドとチアメトキサムの認証値の拡張不確かさを変更し、チアクロプリドとクロチアニジンの認証値を削除した。チアクロプリドの値を参考値とし、クロチアニジンの認証時の分析値を参考情報に加えた。
2023.09.28	安定性モニタリングの結果に基づいて、アセタミプリドの認証値の拡張不確かさ及びチアクロプリドの参考値の拡張不確かさを変更した。

見本