

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 7504-a
No. +++玄米粉末（残留農薬分析用）
Pesticides in Unpolished Rice

本標準物質は、ISO 17034 及び ISO/IEC 17025 の要求事項に適合するマネジメントシステムに基づき生産されたものであり、玄米やそれに類似した試料中の農薬（フェニトロチオン、エトフェンプロックス）の定量において、分析の精度管理、およ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（乾燥質量換算の濃度）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 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)
フェニトロチオン (チオリン酸 O,O-ジメチル-O-(3-メチル-4-ニトロフェニル))	122-14-5	0.109	0.017
エトフェンプロックス (2-(4-エトキシフェニル)-2-メチルプロピル=3-フェノキシベンジル=エーテル)	80844-07-1	0.19	0.05

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、同位体希釈-ガスクロマトグラフィー/質量分析法 (ID-GC/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方法によって測定を行い、得られた測定結果を算術平均し求めたものである。

分析方法：

分析法 1

[加圧流体抽出] アセトニトリルにより 130 °C (10 MPa) で 10 分間抽出を 2 回繰り返す

[クリーンアップ] グラファイトカーボンブラック/アミノプロピルシリル化シリカゲル固相抽出

[GC/MS] カラム：DB-5ms、注入モード：オンカラム、イオン化法：電子衝撃イオン化 (EI) 法、
測定モード：選択イオン検出法 (SIM)

分析法 2

[加圧流体抽出] アセトニトリルにより 130 °C (10 MPa) で 10 分間抽出を 2 回繰り返す

[クリーンアップ] グラファイトカーボンブラック/アミノプロピルシリル化シリカゲル固相抽出

[GC/MS] カラム：DB-35ms、注入モード：スプリットレス、イオン化法：EI 法、測定モード：SIM

分析法 3

[ホモジナイズ抽出] アセトニトリルにより 2 分間抽出を 2 回繰り返す

[クリーンアップ] オクタデシルシリル化シリカゲル固相抽出及びグラファイトカーボンブラック
／アミノプロピルシリル化シリカゲル固相抽出

[GC/MS] カラム：DB-35ms、注入モード：スプリットレス、イオン化法：EI 法、測定モード：SIM

分析法 4

[ホモジナイズ抽出] アセトニトリルにより 2 分間抽出を 2 回繰り返す

[クリーンアップ] オクタデシルシリル化シリカゲル固相抽出及びグラファイトカーボンブラック
／アミノプロピルシリル化シリカゲル固相抽出

[LC/MS] カラム：Acquity BEH C18、イオン化法：ドーパント支援大気圧光イオン化法（ドーパント：アセトン）、測定モード：選択イオン検出法（SIR）

分析法 5

[アセトン振とう抽出] アセトンにより 30 分間

[クリーンアップ] フロリジル固相抽出

[GC/MS] カラム：DB-5ms、注入モード：オンカラム、イオン化法：EI 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、産業技術総合研究所計量標準総合センター（NMIJ）で高純度農薬の純度を決定し、これ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ものであり、国際単位系（SI）にトレーサブルである。

【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取決め（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）の基幹比較データベース（KCDB）附属書 C（<http://kcdb.bipm.org/AppendixC/default.asp>）に登録されている。

【有効期間】

本認証書は下記の【保存に関する注意事項】のもとで、出荷日から 3 ヶ月間有効である。

【形状等】

本標準物質は、玄米を凍結粉碎した乳白色粉末であり、褐色ガラス容器に約 25 g が瓶詰めされている。

【均質性】

作製した 330 本の試料から層別してランダムに選んだ 10 本の試料中の認証対象農薬の含有量を測定し、分散分析により均質性を評価した。均質性に起因する不確かさは、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、-30 °C 程度で清浄な場所に保存すること。

【使用に関する注意事項】**(1) 分析に用いる試料量**

均質性の観点から 1 回の分析に用いる試料量は 3 g 以上を推奨する。

(2) 水分含量（乾燥質量）の求め方

認証値はすべて乾燥質量換算の濃度で示している。従って、成分測定時に試料の水分含量を測定し、測定値を補正する必要がある。水分含量の測定方法は以下を指定する。

① 試料約 1 g を採取及び秤量した後、95 °C のオープン内で 12 時間加熱する。

② シリカゲルデシケーター内で放冷後、秤量する。

上記における乾燥前後の質量減少分を水分とする。なお、およその水分含量は 13 % である。

水分含量測定に用いた試料は、農薬の測定に使用してはならない。

(3) 秤量

本標準物質を秤量する場合には、室温に戻してから行うこと。

【取り扱いに関する注意事項】

保護マスクや保護手袋等を着用し、安全データシート（SDS）を参考にして取り扱うこと。内容物と容器の処理は、廃棄物の処理及び清掃に関する法律に準拠して行うこと。

【製造等】

本標準物質は、日本国内で散布農薬が残留するように栽培された玄米を原料とした。これを微粉化、乾燥、及び均質化した後、約25gずつ褐色ガラス瓶に瓶詰めし、滅菌のためにガンマ線を照射（15kGy）した。

【協力機関】

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で行われた。乾燥、混合および瓶詰めは株式会社環境総合テクノスが、微粉化は粉体技研株式会社が、γ線照射滅菌処理は財団法人放射線利用振興協会が行った。

【参考情報】

本標準物質は、認証時において、フサライド（4,5,6,7-テトラクロロフタリド）を0.09 mg/kg、イソプロチオラン（ジイソプロピル-1,3-ジチオラン-2-イリデン-マロネート）を1.3 mg/kg含有していた。イソプロチオランについては、本標準物質の保存条件（【保存に関する注意事項】参照）で、ゆるやかな分解傾向があることを確認している。またカドミウムの定量分析を行った結果、5.2 μg/kg含有していた。それぞれの濃度（質量分率）は、乾燥質量あたりで記した。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者は鎗田孝、生産責任者は大竹貴光、値付け担当者は大竹貴光、鎗田孝、伊藤信靖、青柳嘉枝、松尾真由美、羽成修康、大塚聡子、稲垣和三である。

【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、経済産業省委託事業平成18年及び19年度中小企業技術調査委託費（中小企業知的基盤整備）「食品分析精度管理用標準物質の研究開発」の成果を用いて製造したものである。

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://unit.aist.go.jp/qualmanmet/refmate/>

改訂履歴

2012.02.01 安定性モニタリングの結果に基づいて有効期間を変更し、出荷日から3ヶ月間とした。

2012.02.01 国際相互承認の項目を追加した。

2015.04.01 組織名称等の変更に伴い、関連する記載内容を変更した。