

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 7507-a  
No. +++



ネギ粉末（残留農薬分析用）  
Pesticides in Green Onion

本標準物質は、ISO GUIDE 34:2009 及び ISO/IEC 17025:2005 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、ネギやそれに類似した試料中の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】

本標準物質中の5種類の農薬の認証値は以下の通りである。認証値の拡張不確かさは、合成標準不確かさと包含係数 $k=2$ から決定された値であり、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示す。

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)	分析方法 (次項参照)
ダイアジノン (チオりん酸O,O-ジエチル-O-(2-イソプロピル-6-メチル-4ピリミジニル))	333-41-5	0.96	0.12	1, 2
フェニトロチオン (チオりん酸O,O-ジメチル-O-(3-メチル-4-ニトロフェニル))	122-14-5	4.41	0.26	1, 2
ペルメトリン (3-フェノキシベンジル=3-(2,2-ジクロロビニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシラート)	52645-53-1	7.14	0.58	1, 3
シベルメトリン (アルファ-シアノ-3-フェノキシベンジル=3-(2,2-ジクロロビニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシラート)	52315-07-8	3.98	0.39	1, 3
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	13.93	0.85	1, 3

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、同位体希釈ーガスクロマトグラフィー/質量分析法 (ID-GC/MS) と抽出・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重み付け平均し求めたものである。

なお、抽出・クリーンアップ方法は「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」（平成17年1月24日食安発第0124001号）別添の試験法に準拠したものである。

分析方法：

分析法1

【抽出】アセトニトリルを用いたホモジナイズ抽出

【クリーンアップ】上記抽出液に塩化ナトリウムとりん酸緩衝液 (pH 7.0) を添加して振とうした後、アセトニトリル層を脱水しアセトニトリル/トルエン (3:1) 混液に転溶したものを、グラファイトカーボンブラック/アミノプロピル化シリカゲルカートリッジを用いて固相抽出

【GC/MS】カラム：DB-5MS、注入モード：スプリットレス、イオン化法：電子イオン化 (EI) 法、測定モード：選択イオンモニタリング (SIM)

分析法2

【抽出】アセトンを用いたホモジナイズ抽出

【クリーンアップ】上記抽出液に飽和塩化ナトリウム水溶液と酢酸エチル/ヘキサン (1:4) 混液を添加して振とう後、酢酸エチル/ヘキサン層を脱水してアセトン/ヘキサン (1:1) 混液に転溶したものを、シリカゲルカートリッジを用いて固相抽出

【GC/MS】カラム：DB-17MS、注入モード：オンカラム、イオン化法：EI 法、測定モード：SIM

分析法3

【抽出】アセトンを用いたホモジナイズ抽出

【クリーンアップ】上記抽出液に10%塩化ナトリウム水溶液とヘキサンを添加して振とう後、ヘキサン層を脱水、乾固及びヘキサンに再溶解したものを、フロリジルカートリッジを用いて固相抽出

【GC/MS】カラム：DB-35MS (ペルメトリン及びエトフェンプロックス測定時) 又は DB-17MS (シペルメトリン測定時)、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。

【有効期間】

本標準物質が下記の【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。

【形状等】

本標準物質は、ネギを凍結乾燥後に粉碎した緑色粉末であり、褐色ガラス容器に約3gが瓶詰めされている。

【均質性】

作製した200個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確認した。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℃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】

本標準物質は常温に戻してから開封し、開封後は速やかに使用すること。均質性の観点から1回の分析に用いる試料量は0.2g以上を推奨する。必要な場合、試料量の10倍程度の水を添加して使用してもよい。ただし、添加後の農薬の分解に注意すること。

【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、散布農薬が残留するように栽培されたネギを原料とした。これを細切、凍結乾燥、粉碎及び均質化した後、約3g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。

**【参考情報】**

105℃から110℃で24時間加熱することによって求めた本標準物質の含水率は約8%である。

**【協力機関】**

候補物質の製造の一部と輸送安定性の評価は、NMIJの委託により株式会社環境総合テクノスが行った。また、均質性の評価は、NMIJの委託により財団法人日本食品分析センターが行った。

**【生産担当者】**

本標準物質の生産に関する技術管理者は沼田雅彦、生産責任者は鎗田孝、値付け担当者は大竹貴光、鎗田孝、青柳嘉枝、黒田陽子である。

**【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、農林水産省が実施した平成21年及び22年度新たな農林水産政策を推進する実用技術開発事業「輸出農産物・食品中残留農薬検査の分析精度確保のための認証標準物質開発」において開発されたものである。

2015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 中鉢 良治

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://www.nmij.jp/service/C/>

**改訂履歴**

- |            |  |
|------------|--|
| 2012.03.30 | 安定性モニタリングの結果に基づいて、ダイアジノン、フェニトロチオン、ペルメトリン、シペルメトリンの不確かさを変更した。      |
| 2015.01.07 | 安定性モニタリングの結果に基づいて、ペルメトリン、シペルメトリンの不確かさと、エトフェンプロックスの認証値と不確かさを変更した。 |
| 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。                                       |