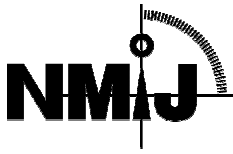


国立研究開発法人 産業技術総合研究所  
計量標準総合センター 標準物質認証書



認証標準物質

NMIJ CRM 7509-a  
No. +++

大豆粉末（残留農薬分析用）

Pesticides in Soybean

本標準物質は、ISO GUIDE 34:2009 および 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、大豆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示す。

物質名	CAS 番号	認証値 質量分率 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	拡張不確かさ 質量分率 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	分析方法 (次項参照)
ダイアジノン (チオリン酸 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	21.7	2.2	1, 2
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	88	12	1, 2
クロルピリホス (O,O-ジエチル-O-3,5,6-トリクロロ-2-ピリジルホスホロチオエート)	2921-88-2	11.1	2.1	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	20.1	4.6	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オクタデシルシリル化シリカゲルカートリッジを用いて固相抽出し、得られた溶出液を脱水及びアセトニトリル／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／アミノプロピルシリル

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、脱水した酢酸エチル/ヘキサン層にヘキサンとヘキサン飽和アセトニトリルを添加して振とうし、得られたアセトニトリル層をアセトン/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-35MS、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、脱水したヘキサン層にヘキサンとヘキサン飽和アセトニトリルを添加して振とうし、得られたアセトニトリル層をヘキサンに転溶したものを、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、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。

#### 【形状等】

本標準物質は、薄い黄色の粉末であり、褐色ガラス容器に約 10 g が瓶詰めされている。

#### 【均質性】

作製した 208 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】

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 1 g 以上を推奨する。

#### 【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大豆を原料とした。これを凍結粉碎及び混合した後に、約10gずつを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】**

候補物質の製造の一部は、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の委託により一般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、値付け担当者は鎗田孝、大竹貴光、青柳嘉枝、黒田陽子である。

**【情報の入手】**

本標準物質に関し、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～23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**

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。

2017.01.11 安定性モニタリングの結果に基づいて、拡張不確かさを変更した。