

資料 4

残留分析方法の詳細

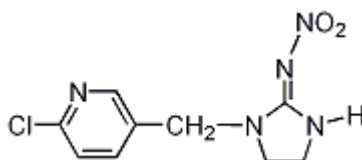
成30年度農薬登録における作物群における作物群の導入のための試験委託事業
(なす)

残留分析詳細① イミダクロプリド

1. 分析対象物質

イミダクロプリド

化学構造式：



化学名：(E)-1-(6-chloro-3-pyridylmethyl)-N-nitroimidazolidin-2-ylideneamine

化学式：C₉H₁₀ClN₅O₂

分子量：255.7

性状：無色結晶，弱い特異臭

融点：144℃

蒸気圧：4×10⁻⁷ mPa (20℃)， 9×10⁻⁷ mPa (25℃)

オクタノール／水分配係数：log P_{OW} = 0.57 (21℃)

溶解性：水0.61g/L (20℃)，ジクロロメタン67 g/L，2-プロパノール2.3 g/L，

トルエン0.69 g/L (以上 20℃) ヘキサン <0.1g/L

安定性：pH 5～11で加水分解に対して安定

出典：The Pesticide Manual 15th Edition

2. 標準品及び試薬

イミダクロプリド標準品：純度99.1% (和光純薬工業製)

アセトニトリル，アセトン，ヘキサン，酢酸エチル：残留農薬試験用 (関東化学製)

メタノール：LC-MS用 (関東化学製)

水：ピュアライトPRA-0015-0V1 (オルガノ製) 及びピュアリックZII (オルガノ製) で精製した水

多孔性ケイソウ土カラム：InertSep K-solute 5mL容 (ジーエルサイエンス製)

積層ミニカラム：ENVI-CarbII/PSA SPE Tube 500mg/300mg/6mL (スペルコ製)

3. 装置及び機器

ミキサー：クイジナート DLC-NXJ2 (クイジナート・アメリカ製)

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS): Xevo TQ-S micro (Waters 製)

データ処理ソフトウェア: MassLynx (Waters 製)

4. 測定機器の操作条件

4.1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム：ACQUITY UPLC HSS T3 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.8 μ m

溶離液：A 液 2mM 酢酸アンモニウム含有メタノール

B 液 2mM 酢酸アンモニウム含有 0.1%ギ酸水溶液

A 液：B 液 (85:15, v/v)

流量：0.3 mL/min

カラム温度：40°C

注入量：2 μ L

保持時間：約 0.8 min

4.2. 質量分析計の操作条件

イオン化法：エレクトロスプレーイオン化法 (ESI)

正モード

コーンガス流量：50 L/h(N₂)

脱溶媒ガス流量：1000L/h(N₂)

脱溶媒ガス温度：500°C

ソースブロック温度：150°C

キャピラリー電圧：1.0kV

コーン電圧：34V

コリンジョン電圧：16V

(コリンジョンガス;Ar)

イオン検出法：MRM 法

モニタリングイオン：プリカーサーイオン；m/z 256.18

プロダクトイオン；m/z 175.05

5. 検量線の作成

イミダクロプリド標準品20.2mgを20mL容メスフラスコに精秤し、アセトンで溶解して1000mg/L標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して20mg/L標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで希釈して0.00005, 0.0001, 0.0002, 0.001及び0.002mg/Lの標準溶液を調製した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ・質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてイミダクロプリドのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng), 縦軸にピーク面積をとって検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、へたを除去し冷凍庫（-20℃設定）に保存した。分析直前にミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6.2. 抽出

均一化した試料20gをはかりとり、アセトニトリル100mLを加え、30分間振とうした。抽出物をろ紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過し、残渣をアセトニトリル50mLで洗い、同様にろ過した。ろ液を合わせアセトニトリルで200mLに定容した。この2mL（試料0.2g相当量）を取り、40℃以下の水浴中で減圧濃縮しアセトニトリルを留去した。

6.3. 多孔性ケイソウ土カラムによる精製

濃縮液に水を加え約4gとした後、塩化ナトリウムを0.5g及びアセトニトリルを0.5mL加え振り混ぜた。この液を多孔性ケイソウ土カラムに流下し5分間放置後、ヘキサン20mLで容器内を洗浄し多孔性ケイソウ土カラムに流下した。さらに、酢酸エチル50mLで同様の操作を繰り返し、全流出液を合わせ取り溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.4. ENVI-Carb/PSA積層ミニカラムによる精製

ENVI-Carb/PSA積層ミニカラムにアセトン及びヘキサン各5mLを順次流下し前処理した。残留物をアセトン／ヘキサン（10:90, v/v）10mLで溶解し積層ミニカラムに流下した。同様の操作を後2回繰り返し行った。次に、アセトン／ヘキサン（80:20, v/v）20mLを積層ミニカラムに流下した。全流出液を合わせ取り溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.5. 定量

残留物を適量のメタノールで溶解した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ・質量分析計に注入してピーク面積を求め、検量線よりイミダクロプリドの重量を求め、試料中の残留濃度を算出した。

7. 定量限界値(LOQ)及び検出限界値(LOD)

定量限界相当量	試料採取量	最終溶液	注入量	定量限界
(ng)	(g)	(mL)	(μL)	(mg/kg)
0.0002	0.2	20	2	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	検出限界 (mg/kg)
0.0001	0.2	20	2	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防高知試料の各無処理試料（中長ナス2点、小ナス2点、米ナス2点）を用いて、定量限界相当（0.01mg/kg）及び1mg/kg添加濃度における回収試験を各6連分析で実施した。なお、各無処理試料は2連分析し、全て定量限界未満であった。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)		回収率 (%)				平均回収率 (%)	RSDr (%)	
日植防 高知	1.0	104	104	102	102	100	100	102	1.5
	0.01	112	111	111	107	102	92	106	7.3

9. 試料分析結果

9.1. 中長ナス（千両）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防茨城	S	散布直後	0.62	0.58	0.04	0.60	5.9
		1	0.85	0.80	0.05	0.82	5.4
		7	0.36	0.34	0.02	0.35	5.1
	標準	散布直後	0.88	0.78	0.10	0.83	10.7
		1	0.76	0.73	0.03	0.74	5.4
		3	0.56	0.56	0.00	0.56	0.0
		7	0.36	0.34	0.02	0.35	5.1
		14	0.09	0.08	0.01	0.08	11.1
	L	散布直後	0.78	0.77	0.01	0.78	1.1
		1	0.63	0.61	0.02	0.62	2.9
		7	0.37	0.37	0.00	0.37	0.0
日植防高知	S	散布直後	0.46	0.42	0.04	0.44	8.1
		1	0.38	0.38	0.00	0.38	0.0
		7	0.22	0.21	0.01	0.22	4.0

日植防宮崎	標準	散布直後	0.43	0.43	0.00	0.43	0.0
		1	0.46	0.40	0.06	0.43	6.2
		3	0.33	0.32	0.01	0.32	2.8
		7	0.21	0.20	0.01	0.20	4.5
		14	0.11	0.09	0.02	0.10	17.8
	L	散布直後	0.51	0.44	0.07	0.48	13.0
		1	0.41	0.40	0.01	0.40	2.2
		7	0.21	0.21	0.00	0.21	0.0
	S	散布直後	0.42	0.37	0.05	0.40	11.1
		1	0.43	0.38	0.05	0.40	11.1
		7	0.16	0.15	0.01	0.16	5.6
	標準	散布直後	0.47	0.45	0.02	0.46	3.9
		1	0.45	0.44	0.01	0.44	2.0
		3	0.38	0.33	0.05	0.36	12.4
		7	0.17	0.17	0.00	0.17	0.0
		14	0.08	0.08	0.00	0.08	0.0
	L	散布直後	0.48	0.46	0.02	0.47	3.8
		1	0.42	0.42	0.00	0.42	0.0
		7	0.21	0.18	0.03	0.20	13.4

9.2. 丸ナス（山形系梵天丸）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防茨城	S	散布直後	0.73	0.69	0.04	0.71	5.0
		1	0.57	0.55	0.02	0.56	3.2
		7	0.13	0.12	0.01	0.12	7.4
	標準	散布直後	0.66	0.65	0.01	0.66	1.3
		1	0.78	0.75	0.03	0.76	3.5
		3	0.49	0.47	0.02	0.48	3.7
		7	0.24	0.21	0.03	0.22	12.1
		14	0.08	0.08	0.00	0.08	0.0

		散布直後	0.62	0.61	0.01	0.62	1.4
	L	1	0.67	0.58	0.09	0.62	12.9
		7	0.19	0.19	0.00	0.19	0.0

9.3.水ナス（絹皮水）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
		散布直後	0.48	0.46	0.02	0.47	3.8
	S	1	0.50	0.46	0.04	0.48	7.4
		7	0.25	0.24	0.01	0.24	3.7
日植防茨城		散布直後	0.48	0.48	0.00	0.48	0.0
		1	0.47	0.42	0.05	0.44	10.1
	標準	3	0.44	0.44	0.00	0.44	0.0
		7	0.30	0.28	0.02	0.29	6.1
		14	0.17	0.16	0.01	0.16	5.6
		散布直後	0.43	0.40	0.03	0.42	6.4
	L	1	0.52	0.46	0.06	0.49	5.4
		7	0.32	0.31	0.01	0.32	2.8

9.4.小ナス（十市小ナス）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
		散布直後	0.28	0.27	0.01	0.28	3.2
	S	1	0.38	0.36	0.02	0.37	4.8
		7	0.29	0.27	0.02	0.28	6.4
日植防高知		散布直後	0.38	0.36	0.02	0.37	4.8
		1	0.38	0.36	0.02	0.37	4.8
	標準	3	0.29	0.27	0.02	0.28	6.4
		7	0.21	0.21	0.00	0.21	0.0
		14	0.08	0.08	0.00	0.08	0.0
		散布直後	0.41	0.39	0.02	0.40	4.5

L	1	0.34	0.34	0.00	0.34	0.0
	7	0.20	0.19	0.01	0.20	4.5

9.5.米ナス（くろわし）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防高知	S	散布直後	0.25	0.23	0.02	0.24	7.4
		1	0.29	0.28	0.01	0.28	3.2
		7	0.14	0.13	0.01	0.14	6.4
	標準	散布直後	0.24	0.22	0.02	0.23	7.7
		1	0.28	0.26	0.02	0.27	6.6
		3	0.23	0.23	0.00	0.23	0.0
		7	0.12	0.11	0.01	0.12	7.4
		14	0.07	0.07	0.00	0.07	0.0
	L	散布直後	0.25	0.23	0.02	0.24	7.4
		1	0.30	0.29	0.01	0.30	3.0
		7	0.15	0.15	0.00	0.15	0.0

9.6.長ナス（筑陽）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防宮崎	S	散布直後	0.50	0.47	0.03	0.48	5.6
		1	0.45	0.45	0.00	0.45	0.0
		7	0.23	0.21	0.02	0.22	8.1
	標準	散布直後	0.47	0.45	0.02	0.46	3.9
		1	0.57	0.53	0.04	0.55	6.5
		3	0.41	0.39	0.02	0.40	4.5
		7	0.27	0.26	0.01	0.26	3.4
		14	0.12	0.11	0.01	0.12	7.4
	L	散布直後	0.54	0.51	0.03	0.52	5.1
		1	0.59	0.58	0.01	0.58	1.5
		7	0.29	0.27	0.02	0.28	6.4

9.7.大長ナス（庄屋大長）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防宮崎	S	散布直後	0.75	0.67	0.08	0.71	10.0
		1	0.73	0.72	0.01	0.72	1.2
		7	0.24	0.23	0.01	0.24	3.7
	標準	散布直後	0.72	0.69	0.03	0.70	3.8
		1	0.71	0.66	0.05	0.68	6.5
		3	0.81	0.75	0.06	0.78	6.8
		7	0.36	0.35	0.01	0.36	2.5
		14	0.17	0.16	0.01	0.16	5.6
	L	散布直後	0.74	0.73	0.01	0.74	1.2
		1	0.86	0.83	0.03	0.84	3.2
		7	0.42	0.40	0.02	0.41	2.2

各試料調製場所における無処理試料の分析結果は定量限界未満（＜0.01mg/kg）

10. 精度管理

「食品衛生検査施設等における検査等の業務の管理の実施について」（平成9年4月1日付け衛食第117号厚生省生活衛生局食品保健課長通知）に基づき、内部精度管理を行った。

管理基準：各圃場の実試料分析と保存安定性試験を行うごとに、各1検体の無処理試料及びイミダクロプリド 0.1mg/kg添加試料（クオリティーコントロール試料）を分析した。その結果、下表に示すように問題は認められなかった。

又、2017年6月実施の食品衛生精度管理比較調査（一般財団法人食品薬品安全センター）におけるZスコアは全てZ<2であった。

分析日*	使用した圃場 (分析試料)	回収率 (%)	無処理区の分析値 (mg/kg)
2019/1/10	日植防高知（千両）	104	<0.01
1/11	日植防高知（千両）	97	<0.01
1/15	日植防高知（十市小ナス）	81	<0.01
1/17	日植防高知（十市小ナス）	99	<0.01
1/21	日植防高知（十市小ナス）	94	<0.01
1/22	日植防高知（くろわし）	103	<0.01

1/23	日植防高知（くろわし）	98	<0.01
1/24	日植防宮崎（千両）	102	<0.01
1/25	日植防宮崎（千両）	97	<0.01
1/30	日植防宮崎（筑陽）	105	<0.01
1/31	日植防宮崎（筑陽）	91	<0.01
2/ 4	日植防宮崎（庄屋大長）	91	<0.01
2/ 5	日植防宮崎（庄屋大長）	90	<0.01
2/ 6	日植防茨城（千両）	111	<0.01
2/ 7	日植防茨城（千両）	94	<0.01
2/ 8	日植防茨城（山形系梵天丸）	95	<0.01
2/12	日植防茨城（山形系梵天丸）	70	<0.01
2/13	日植防茨城（絹皮水）	83	<0.01
2/14	日植防茨城（絹皮水）	96	<0.01
2/15	日植防宮崎（筑陽）	92	<0.01
2/22	日植防茨城（山形系梵天丸）	75	<0.01
2/25	日植防高知_保存安定性 （千両，十市小ナス，くろわし）	106,109,101	<0.01
2/26	日植防宮崎_保存安定性 （千両，筑陽，庄屋大長）	86, 88, 95	<0.01
2/27	日植防茨城_保存安定性 （千両，山形系梵天丸，絹皮水）	91, 71, 87	<0.01

回収試料の添加濃度：0.1 mg/kg

*抽出日を記載

11. 保存安定性確認

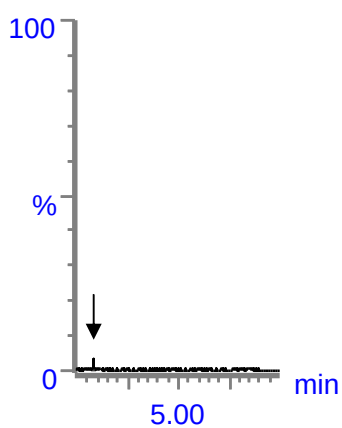
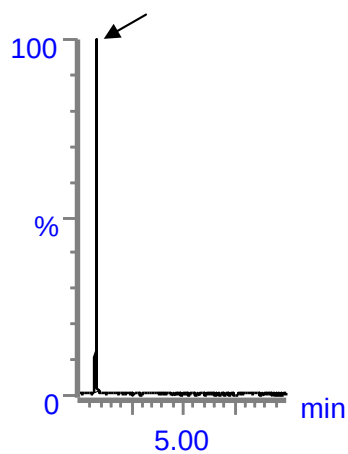
均一化した各無処理試料にイミダクロプリドを添加し，冷凍暗所（－20℃設定）に凍結保存した。一定期間保存した後，同様に分析して回収率を求め，保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

圃場名	供試品種	添加 濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	実試料 最長保管 日数	回収率 (%)		平均 回収率 (%)
日植防 茨城	千両	1	97	61	84	80	82
	山形系梵天丸	1	(2018/11/22-	63	95	83	87
	絹皮水	1	2019/2/27)	68	91	88	90
日植防 高知	千両	1	102	37	95	76	86
	十市小ナス	1	(2018/11/16-	43	85	79	82
	くろわし	1	2019/2/25)	49	88	75	82
日植防 宮崎	千両	1	97	51	96	91	94
	筑陽	1	(2018/11/21-	56	88	85	87
	庄屋大長	1	2019/2/26)	61	101	94	98

付図-1. イミダクロプリドのクロマトグラム（代表例）

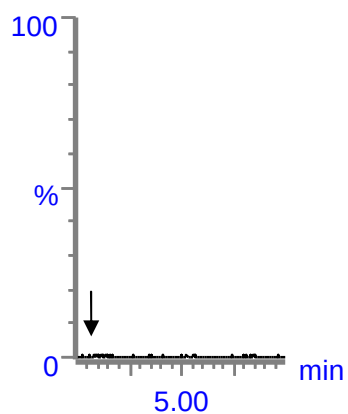
STD 0.004ng (—/2uL/—)

STD 0.002ng (—/2uL/—)

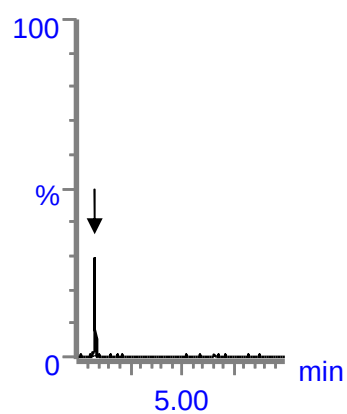


中長ナス／千両（日植防茨城）

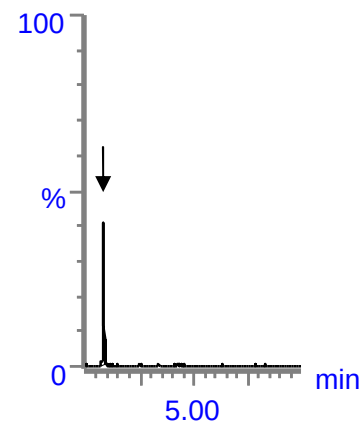
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



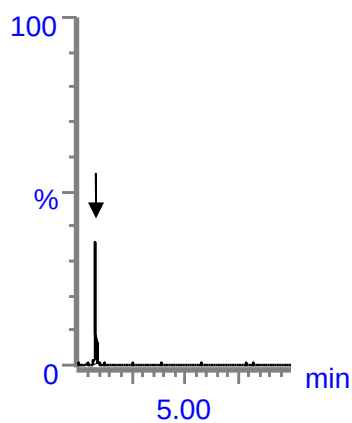
散布直後_S (200mL/2uL/0.2g)



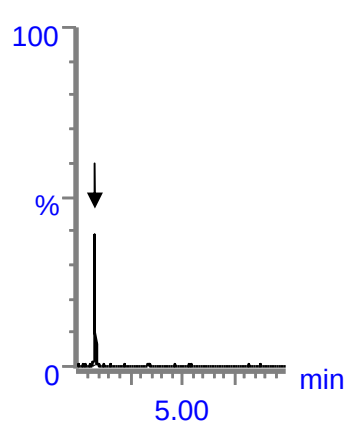
散布直後 (200mL/2uL/0.2g)



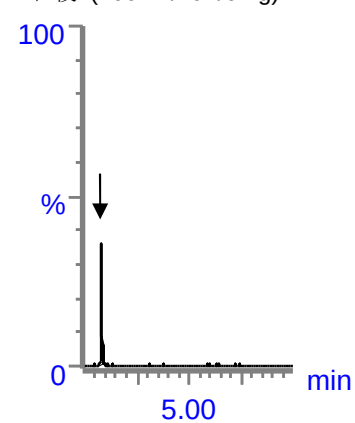
散布直後_L (200mL/2uL/0.2g)



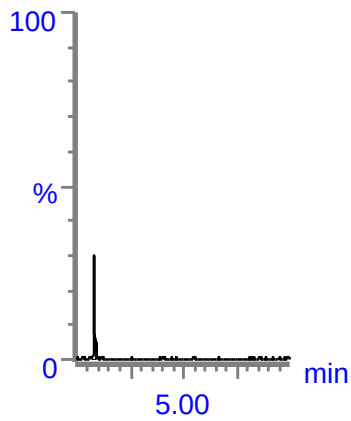
1日後_S (200mL/2uL/0.2g)



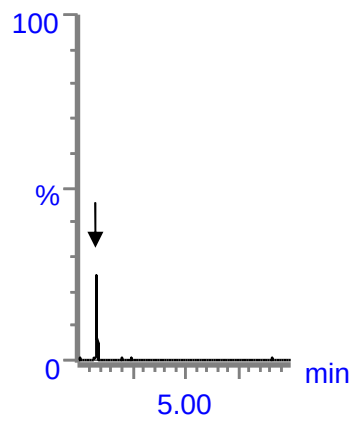
1日後 (200mL/2uL/0.2g)



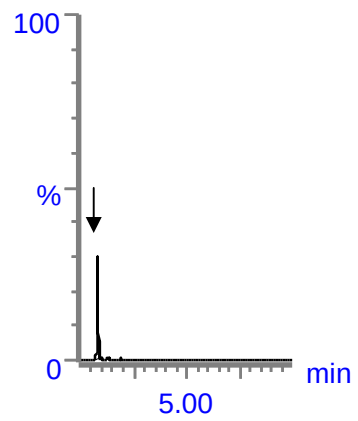
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



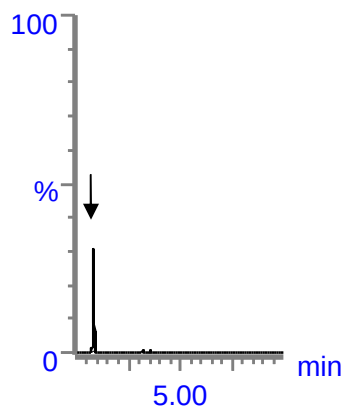
3日後 (200mL/2uL/0.2g)



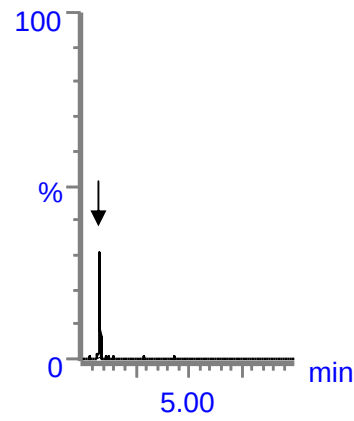
7日後_S (100mL/2uL/0.2g)



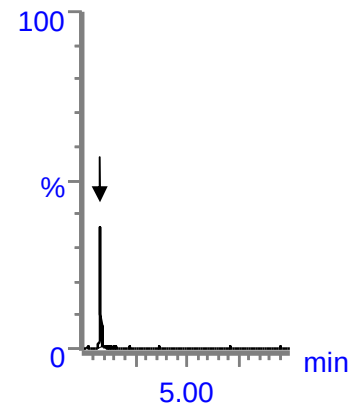
7日後 (100mL/2uL/0.2g)



7日後_L (100mL/2uL/0.2g)

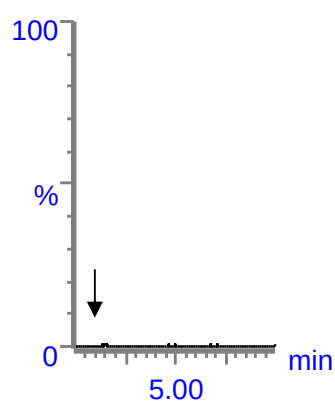


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

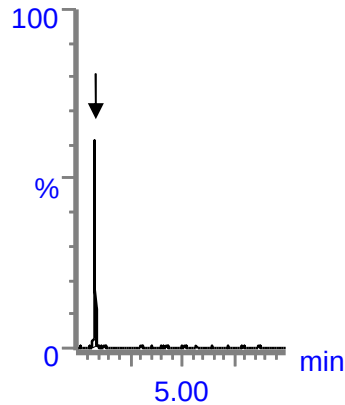


丸ナス／山形系梵天丸（日植防茨城）

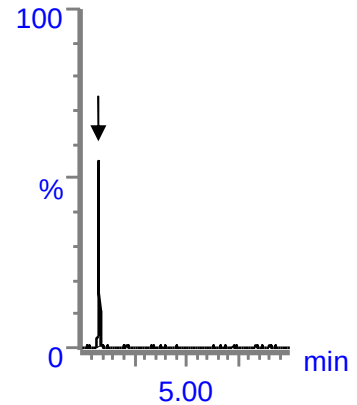
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



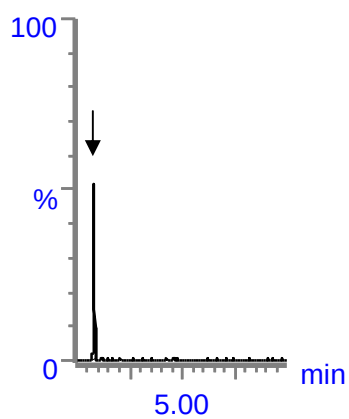
散布直後_S (100mL/2uL/0.2g)



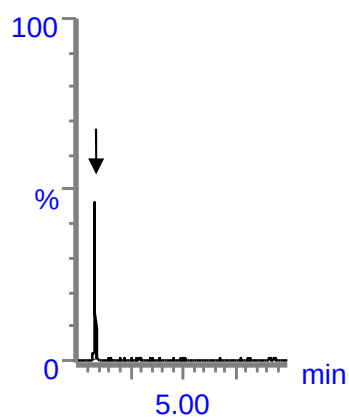
散布直後 (100mL/2uL/0.2g)



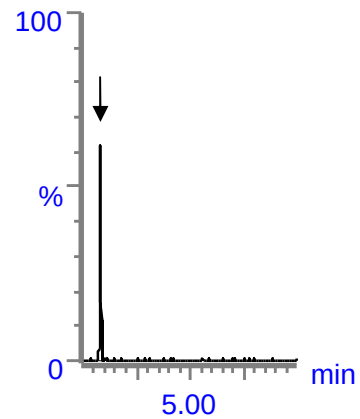
散布直後_L (100mL/2uL/0.2g)



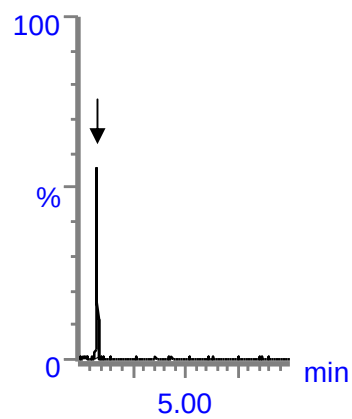
1日後_S (100mL/2uL/0.2g)



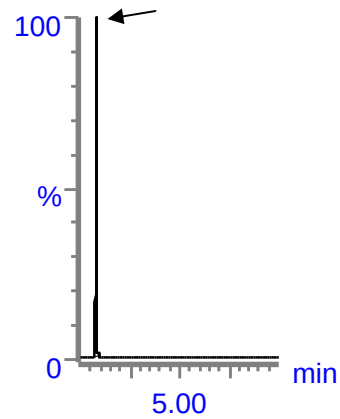
1日後 (100mL/2uL/0.2g)



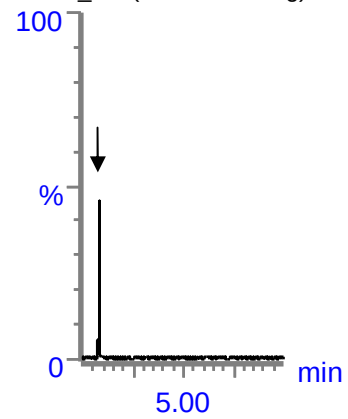
1日後_L (100mL/2uL/0.2g)



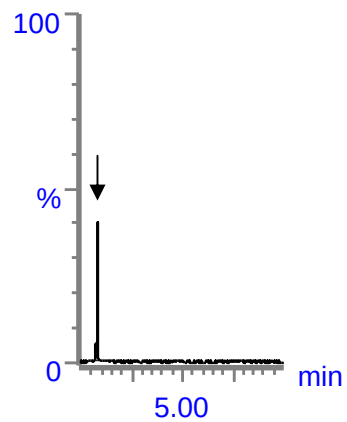
3日後 (20mL/2uL/0.2g)



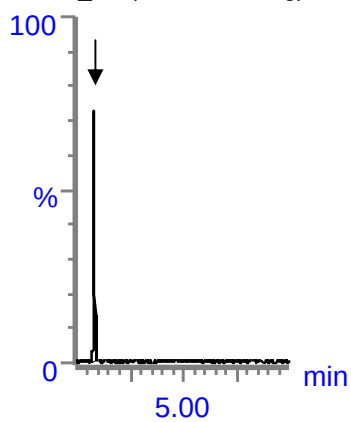
7日後_S (20mL/2uL/0.2g)



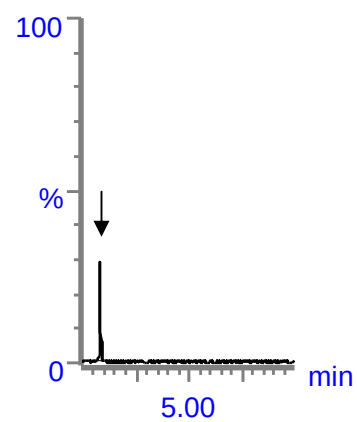
7日後 (40mL/2uL/0.2g)



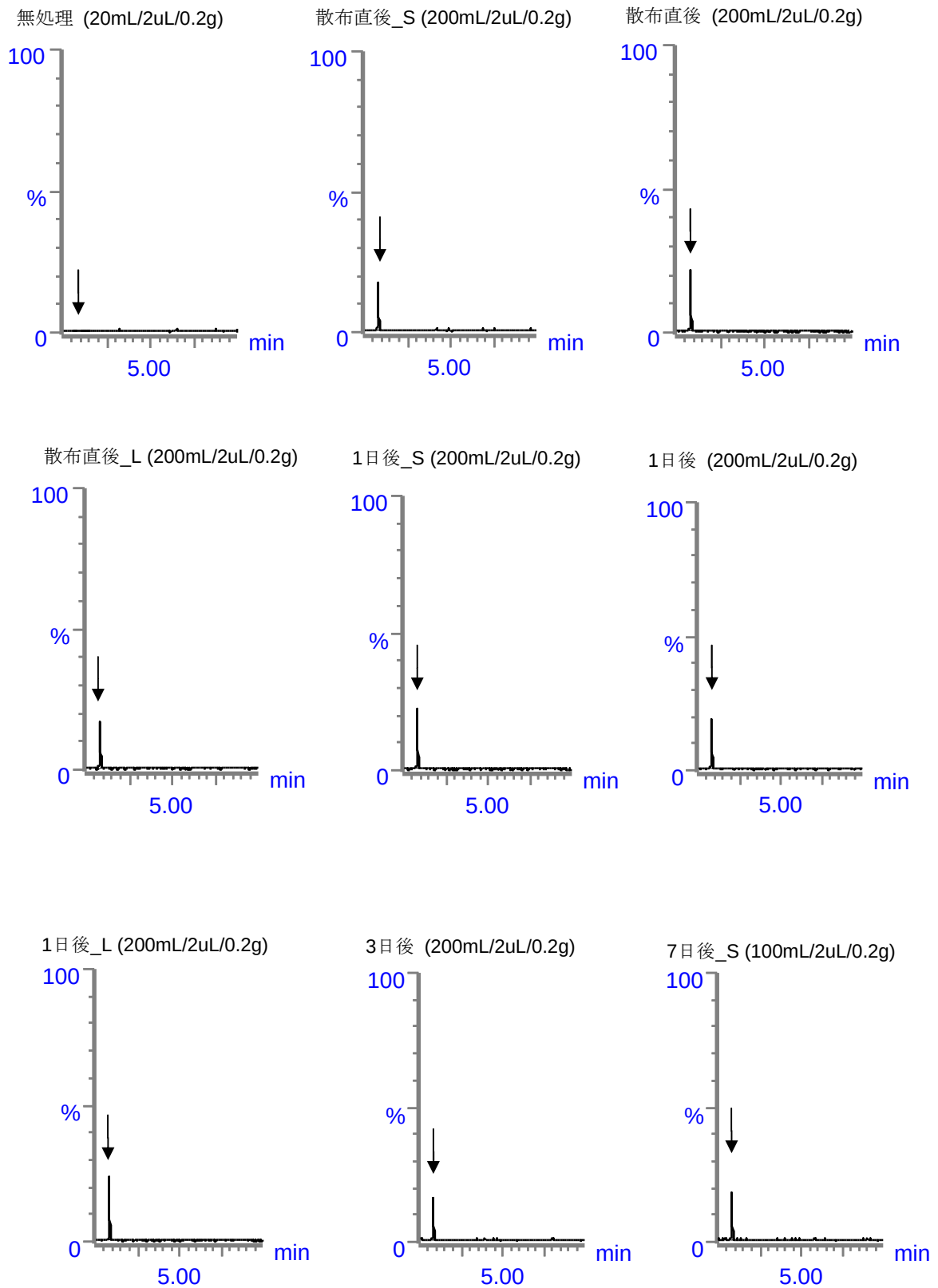
7日後_L (20mL/2uL/0.2g)



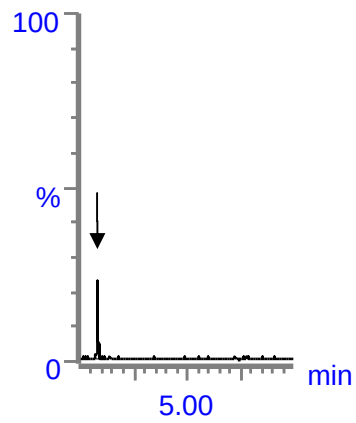
14日後 (20mL/2uL/0.2g)



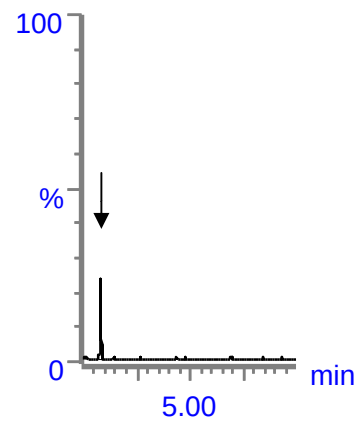
水ナス／絹皮水（日植防茨城）



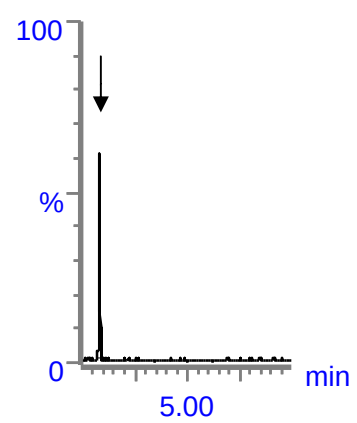
7日後 (100mL/2uL/0.2g)



7日後_L (100mL/2uL/0.2g)

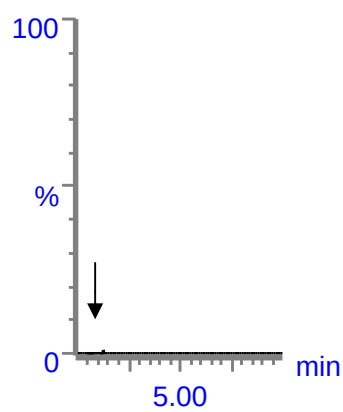


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

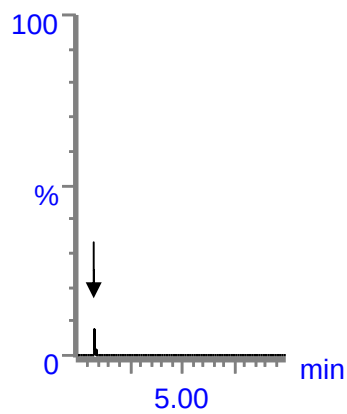


中長ナス／千両（日植防高知）

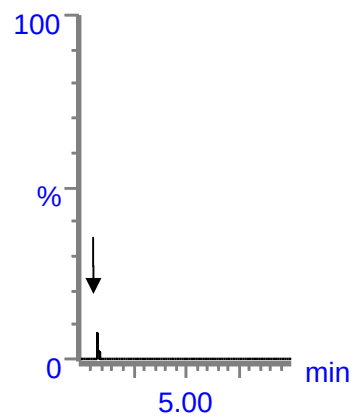
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



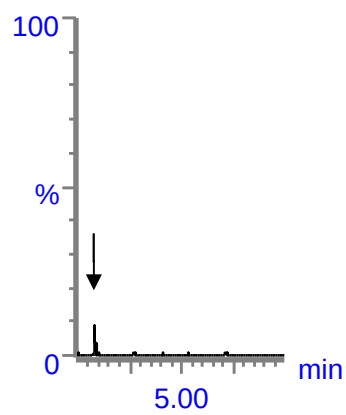
散布直後_S (400mL/2uL/0.2g)



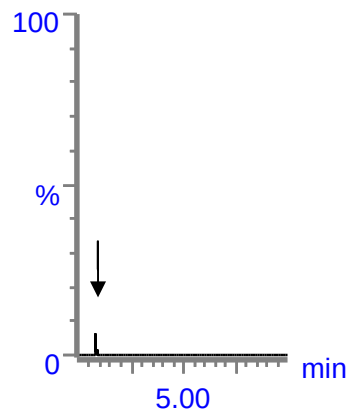
散布直後 (400mL/2uL/0.2g)



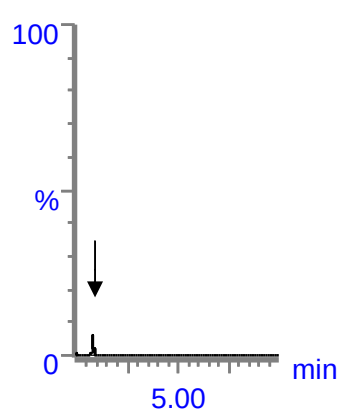
散布直後_L (400mL/2uL/0.2g)



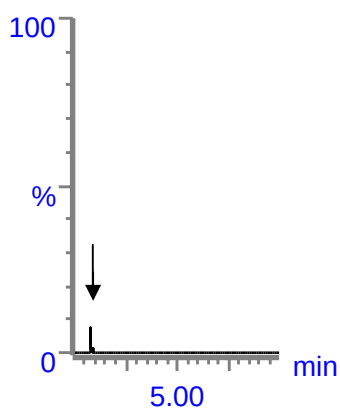
1日後_S (400mL/2uL/0.2g)



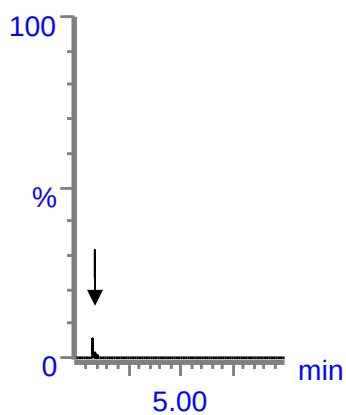
1日後 (400mL/2uL/0.2g)



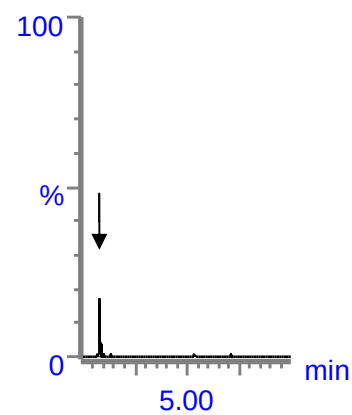
1日後_L (400mL/2uL/0.2g)



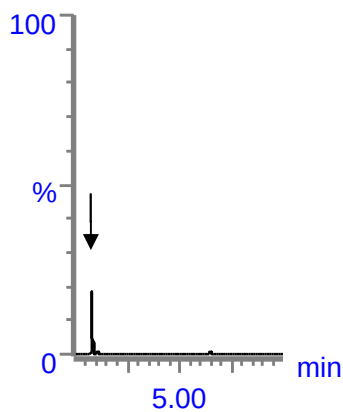
3日後 (400mL/2uL/0.2g)



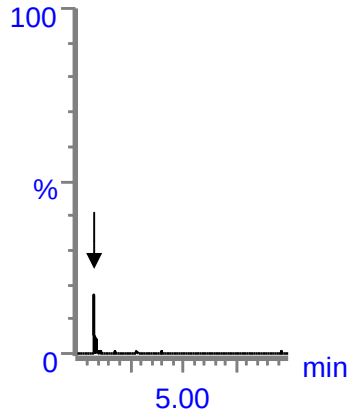
7日後_S (100mL/2uL/0.2g)



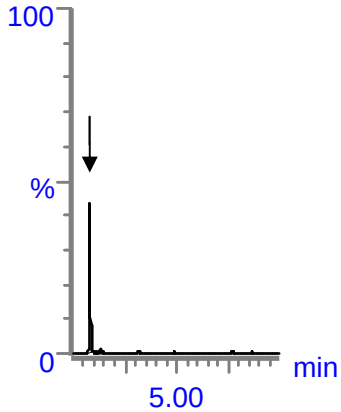
7日後 (100mL/2uL/0.2g)



7日後_L (100mL/2uL/0.2g)

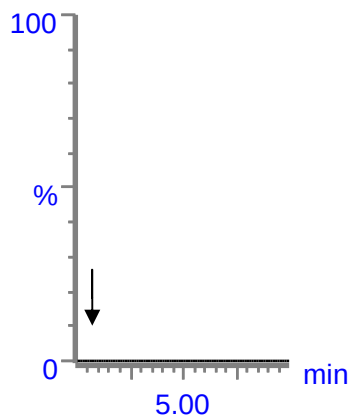


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

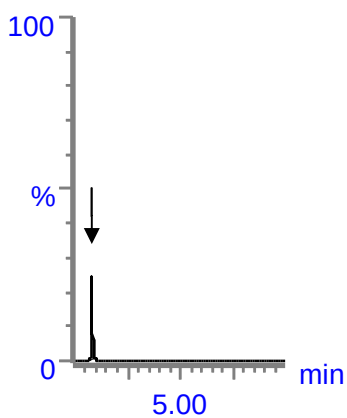


小ナス／十市小ナス（日植防高知）

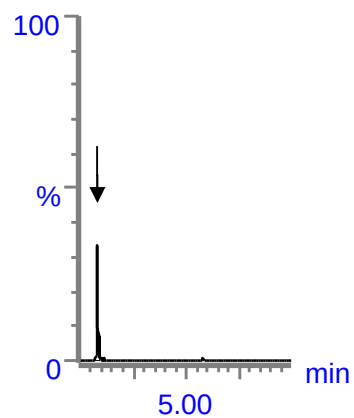
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



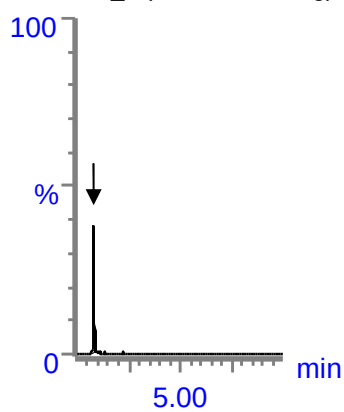
散布直後_S (100mL/2uL/0.2g)



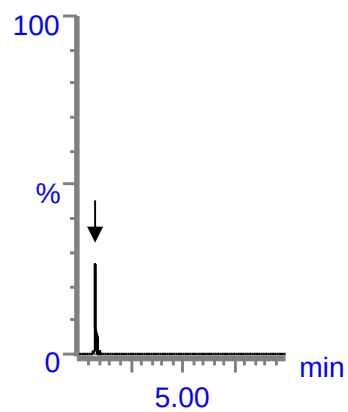
散布直後 (100mL/2uL/0.2g)



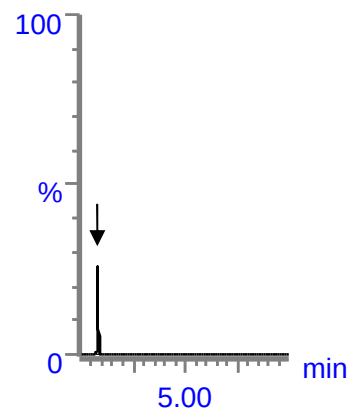
散布直後_L (100mL/2uL/0.2g)



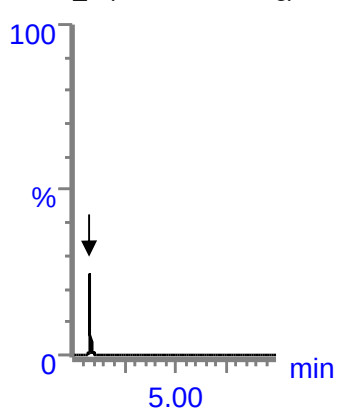
1日後_S (100mL/2uL/0.2g)



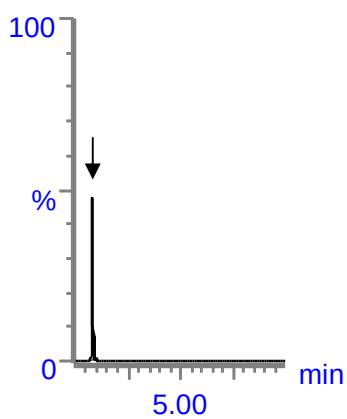
1日後 (100mL/2uL/0.2g)



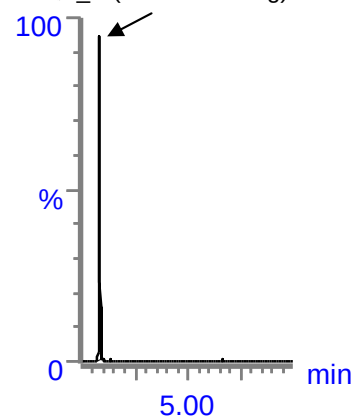
1日後_L (100mL/2uL/0.2g)



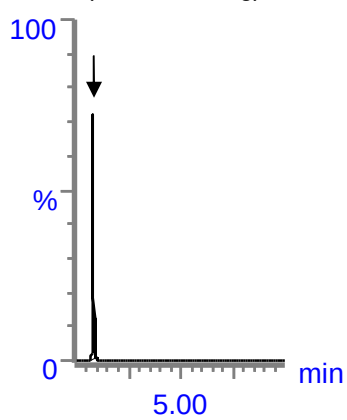
3日後 (40mL/2uL/0.2g)



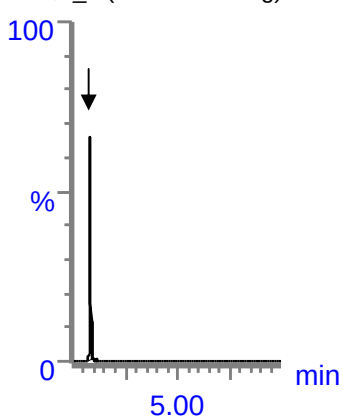
7日後_S (20mL/2uL/0.2g)



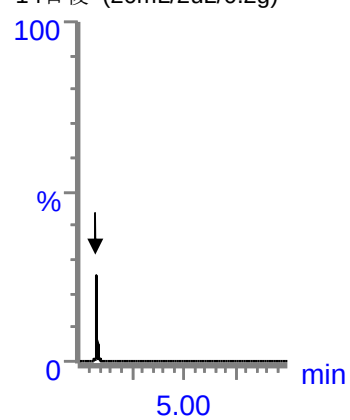
7日後 (20mL/2uL/0.2g)



7日後_L (20mL/2uL/0.2g)

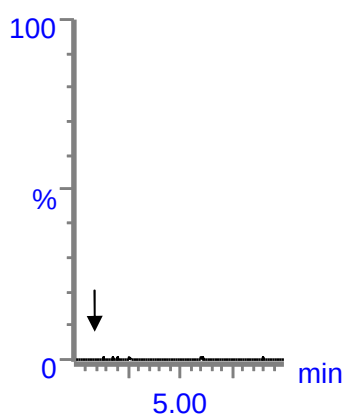


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

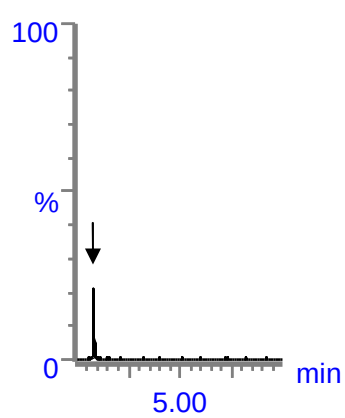


米ナス／くろわし（日植防高知）

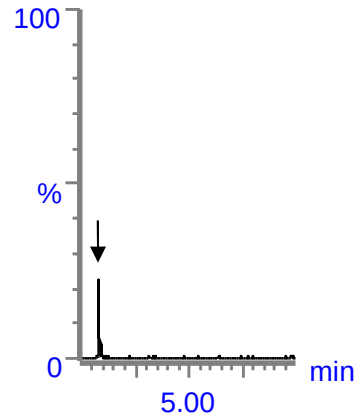
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



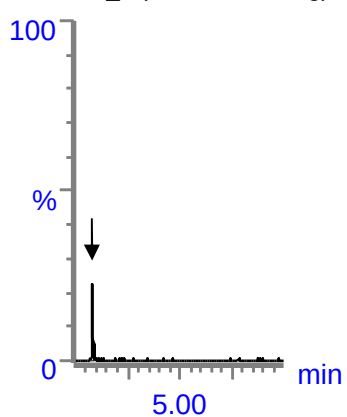
散布直後_S (100mL/2uL/0.2g)



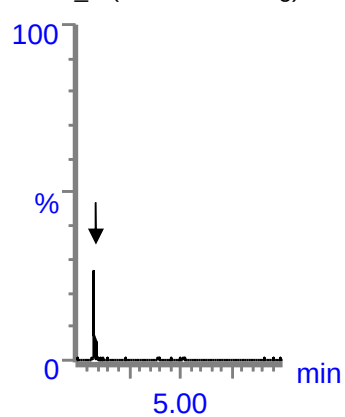
散布直後 (100mL/2uL/0.2g)



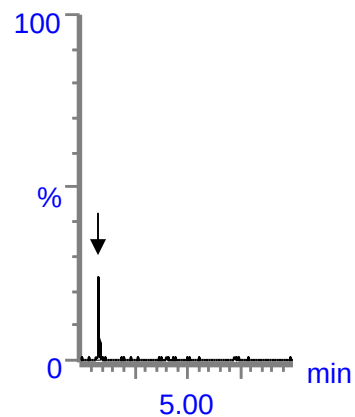
散布直後_L (100mL/2uL/0.2g)



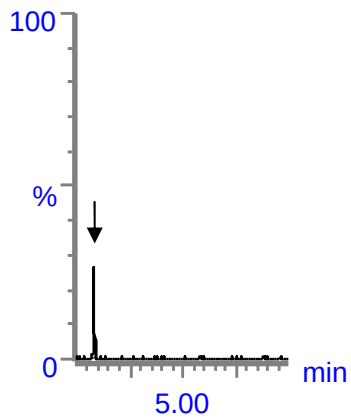
1日後_S (100mL/2uL/0.2g)



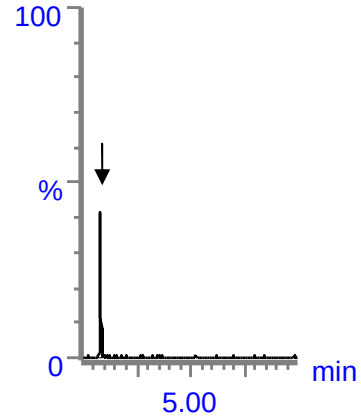
1日後 (100mL/2uL/0.2g)



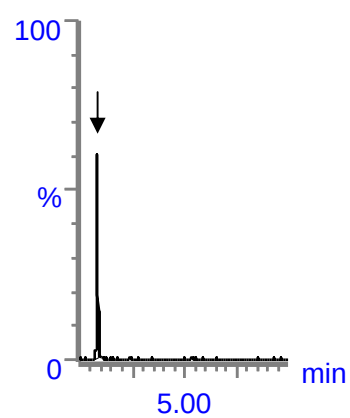
1日後_L (100mL/2uL/0.2g)



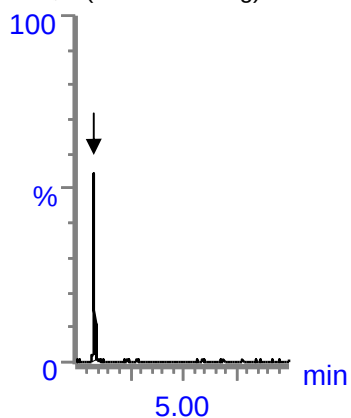
3日後 (50mL/2uL/0.2g)



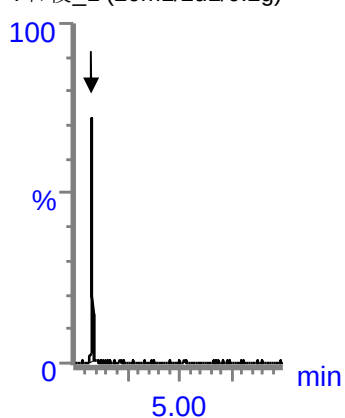
7日後_S (20mL/2uL/0.2g)



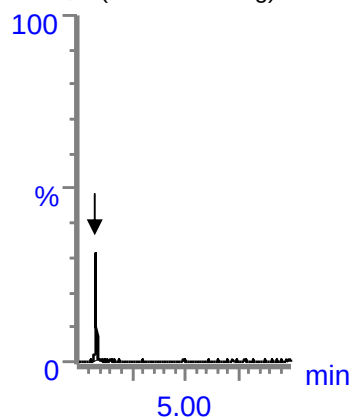
7日後 (20mL/2uL/0.2g)



7日後_L (20mL/2uL/0.2g)

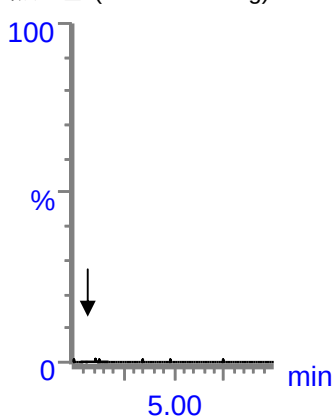


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

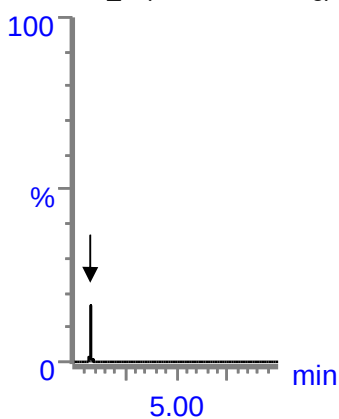


中長ナス／千両（日植防宮崎）

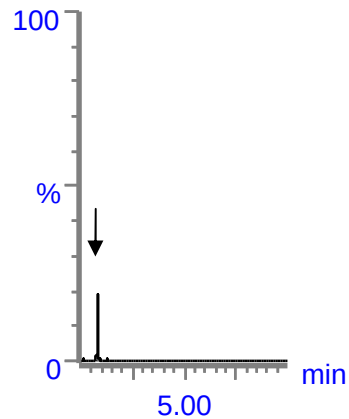
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



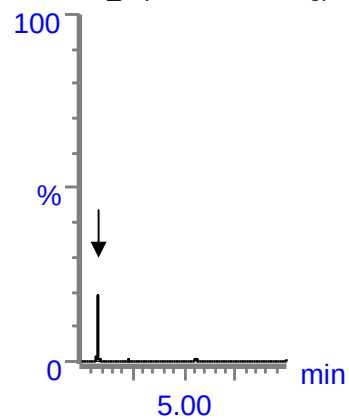
散布直後_S (200mL/2uL/0.2g)



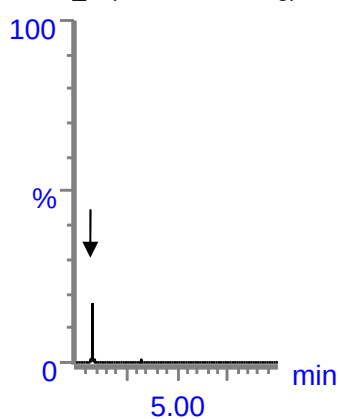
散布直後 (200mL/2uL/0.2g)



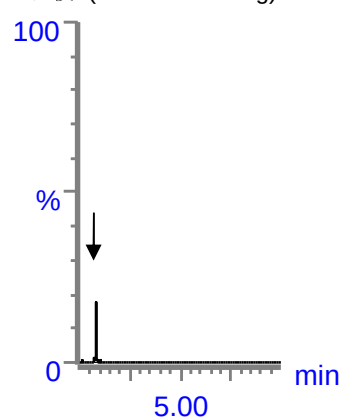
散布直後_L (200mL/2uL/0.2g)



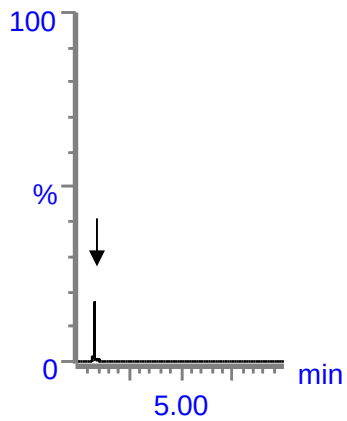
1日後_S (200mL/2uL/0.2g)



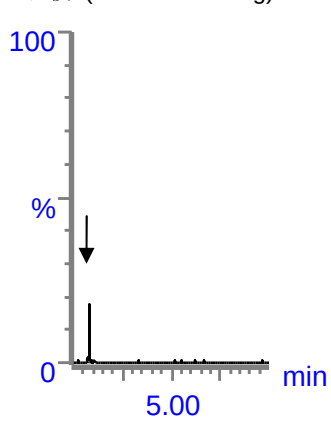
1日後 (200mL/2uL/0.2g)



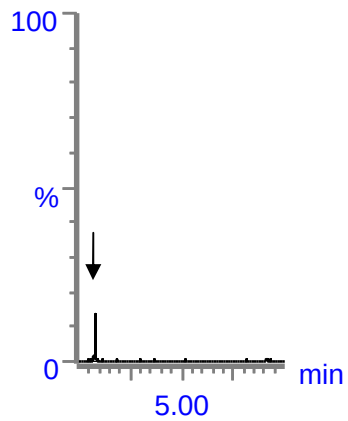
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



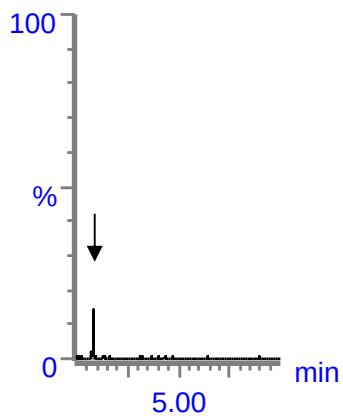
3日後 (200mL/2uL/0.2g)



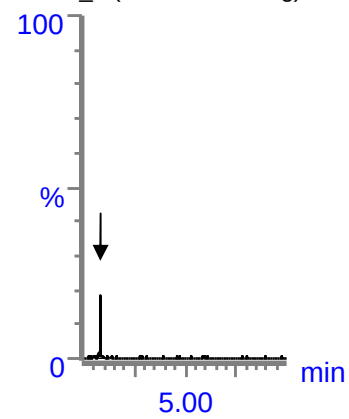
7日後_S (200mL/2uL/0.2g)



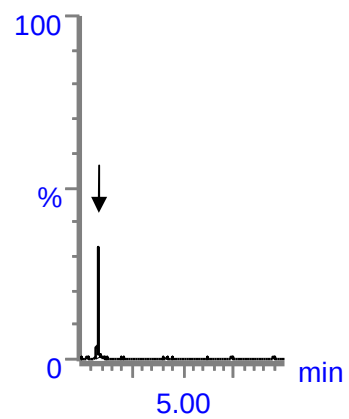
7日後 (200mL/2uL/0.2g)



7日後_L (200mL/2uL/0.2g)

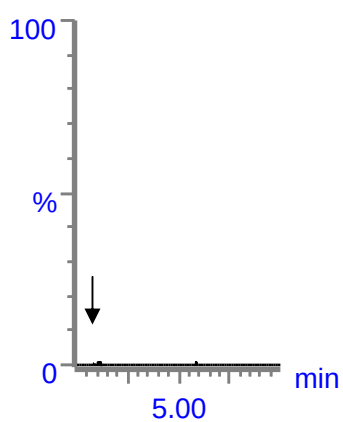


14日後 (200mL/2uL/0.2g)

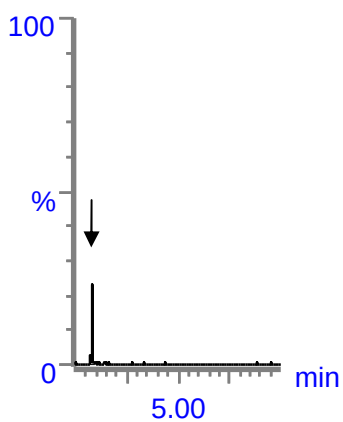


長ナス／筑陽（日植防宮崎）

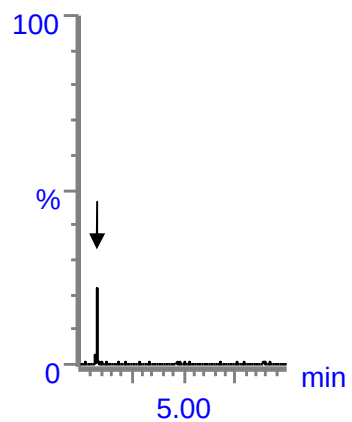
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



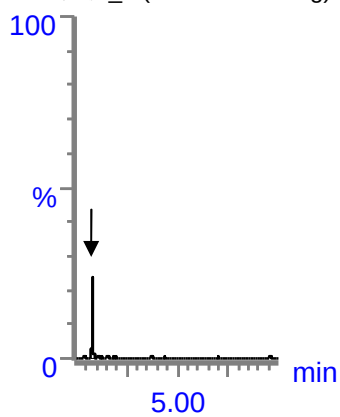
散布直後_S (200mL/2uL/0.2g)



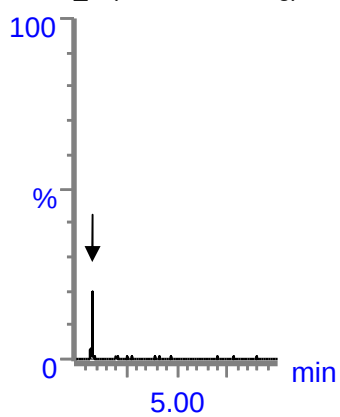
散布直後 (200mL/2uL/0.2g)



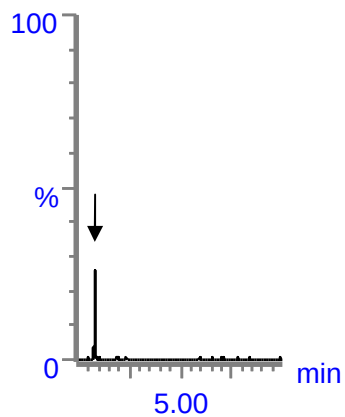
散布直後_L (200mL/2uL/0.2g)



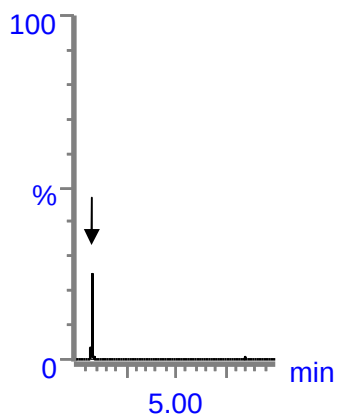
1日後_S (200mL/2uL/0.2g)



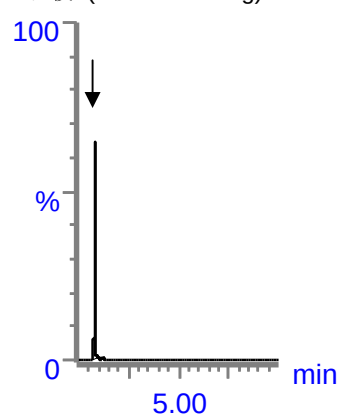
1日後 (200mL/2uL/0.2g)



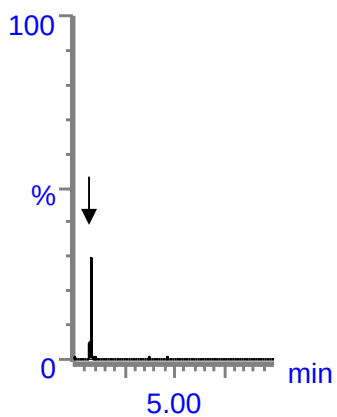
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



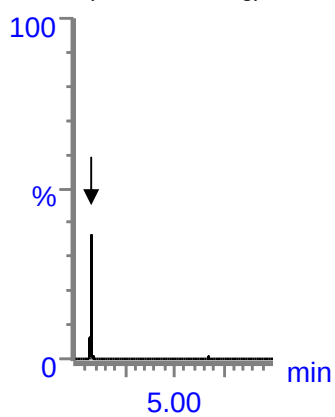
3日後 (50mL/2uL/0.2g)



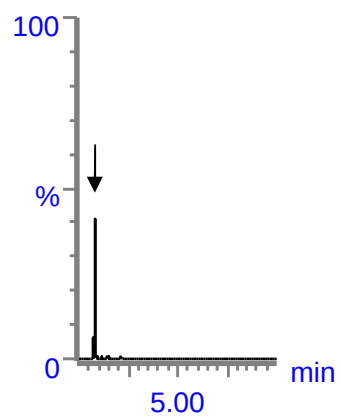
7日後_S (60mL/2uL/0.2g)



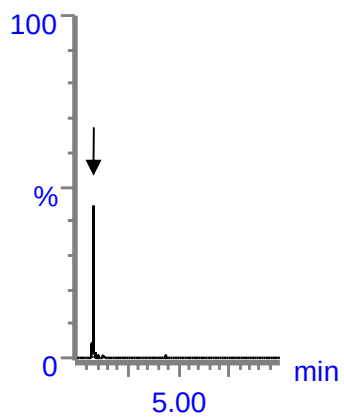
7日後 (60mL/2uL/0.2g)



7日後_L (60mL/2uL/0.2g)

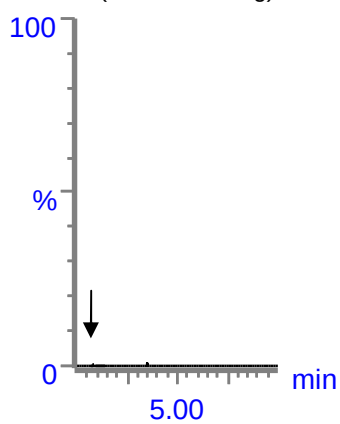


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

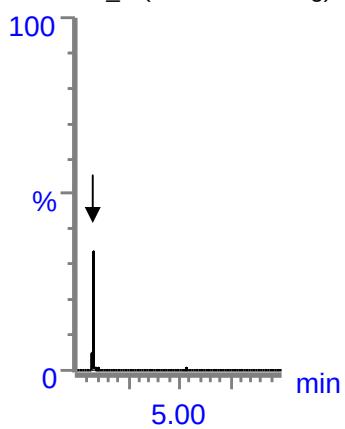


大長ナス／庄屋大長（日植防宮崎）

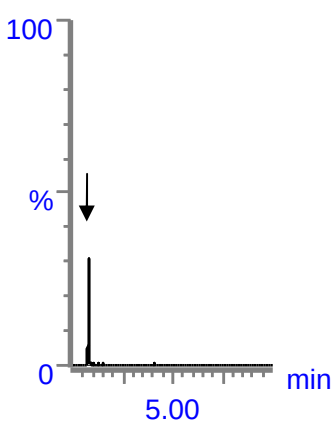
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



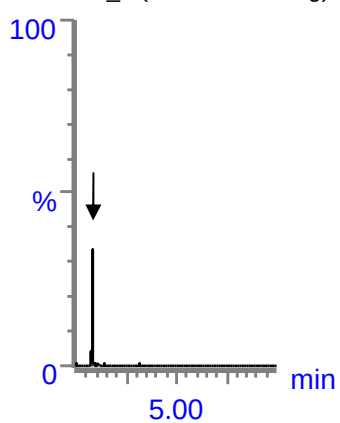
散布直後_S (200mL/2uL/0.2g)



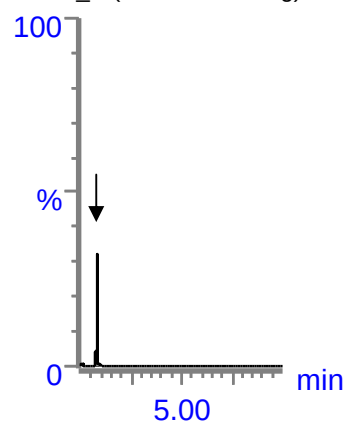
散布直後 (200mL/2uL/0.2g)



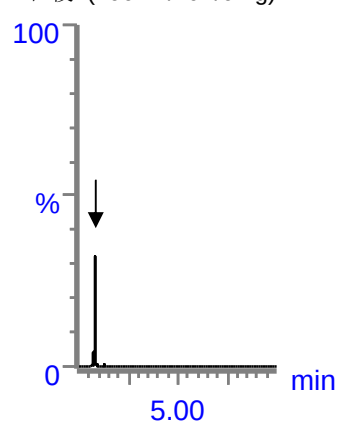
散布直後_L (200mL/2uL/0.2g)



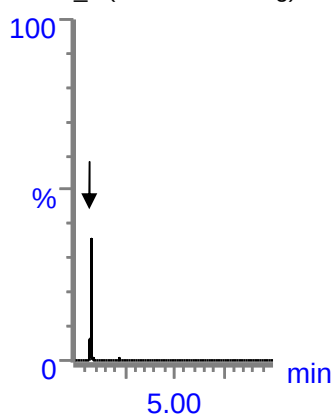
1日後_S (200mL/2uL/0.2g)



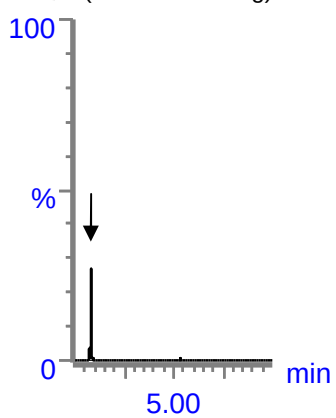
1日後 (200mL/2uL/0.2g)



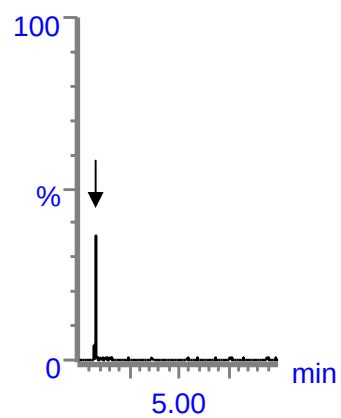
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



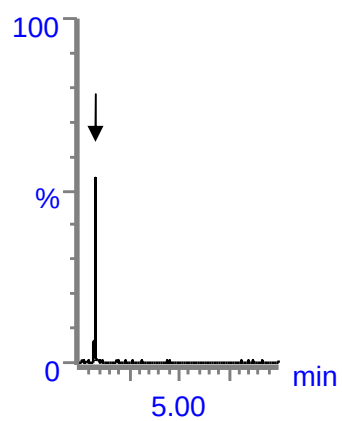
3日後 (200mL/2uL/0.2g)



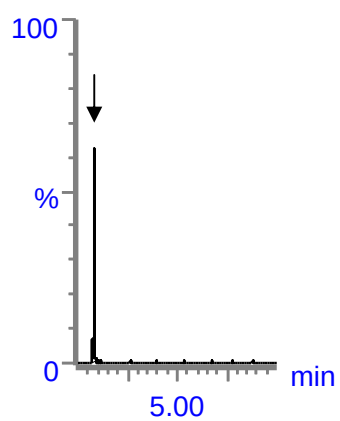
7日後_S (60mL/2uL/0.2g)



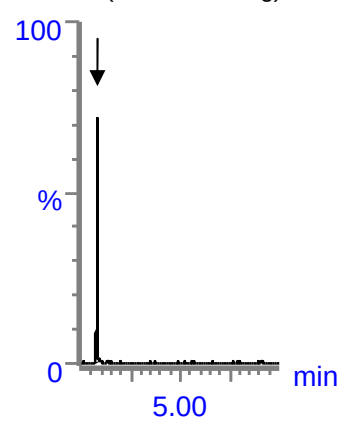
7日後 (60mL/2uL/0.2g)



7日後_L (60mL/2uL/0.2g)



14日後 (20mL/2uL/0.2g)

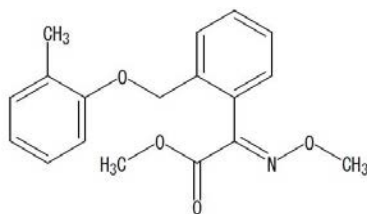


残留分析詳細② クレソキシムメチル

1. 分析対象物質

クレソキシムメチル

化学構造式：



化学名：methyl(*E*)-methoxyimino[2-(tolylloxymethyl)phenyl]acetate

化学式：C₁₈H₁₉NO₄

分子量：313.4

性状：白色結晶，かすかな芳香臭

融点：101.6°C — 102.5°C

蒸気圧：2.3×10⁻³mPa(20°C)

オクタノール／水分配係数：log P=3.4(25°C)

溶解性：水 2mg/L，メタノール 14.9g/L，アセトン 217g/L，

ジクロロメタン 939g/L，n-ヘプタン 1.72g/L，アセトン 877g/L，

メタノール 49g/L（以上 20°C）

安定性：310°Cで分解

加水分解半減期：7時間(pH9)，34日(pH7)，比較的安定(pH5)

出典：The Pesticide Manual 15th Edition

2. 標準品及び試薬

クレソキシムメチル標準品：純97.36%（Dr.Ehrenstorfer製）

アセトニトリル，アセトン，ヘキサン，酢酸エチル：残留農薬試験用（関東化学製）

メタノール：LC-MS 用（関東化学製）

水：ピュアライト PRA-0015-0V1（オカノ製）及びピュリック ZII（オカノ製）で精製した水

多孔性ケイソウ土カラム：InertSep K-solute 5mL 容（ジーエルサイエンス製）

積層ミニカラム：ENVI-CarbII/PSA SPE Tube 500mg/300mg/6mL（スperlコ製）

3. 装置及び機器

ミキサー：クイジナート DLC-NXJ2（クイジナート・アメリカ製）

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS)：Xevo TQ-S micro(Waters 製)

データ処理ソフトウェア：MassLynx(Waters 製)

4. 測定機器の操作条件

4.1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム： ACQUITY UPLC HSS T3 (waters 製)

内径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.8 μ m

溶離液： A 液 2mM 酢酸アンモニウム含有メタノール

B 液 2mM 酢酸アンモニウム含有 0.1%ギ酸水溶液

A 液：B 液 (85:15, v/v)

流量： 0.3 mL/min

カラム温度：40°C

注入量：2 μ L

保持時間：約 1.4 min

4.2. 質量分析計の操作条件

イオン化法：エレクトロスプレーイオン化法 (ESI)

正モード

コーンガス流量：50 L/h(N₂)

脱溶媒ガス流量：1000L/h(N₂)

脱溶媒ガス温度：500°C

ソースブロック温度：150°C

キャピラリー電圧：1.0kV

コーン電圧：22V

コリンジョン電圧：6V

(コリンジョンガス;Ar)

イオン検出法：MRM 法

モニタリングイオン：プリカーサーイオン；m/z 314.162

プロダクトイオン；m/z 267.14

5. 検量線の作成

クレソキシムメチル標準品20.5mgを20mL容メスフラスコに精秤し、アセトンで溶解して1000mg/L標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して20mg/L標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで希釈して0.00005, 0.0001, 0.0002, 0.001及び0.002mg/Lの標準溶液を調製した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ・質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてクレソキシムメチルのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng), 縦軸にピーク面積をとって検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、へたを除去し冷凍庫（-20℃設定）に保存した。分析直前にミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6.2. 抽出

均一化した試料20gをはかりとり、アセトニトリル100mLを加え、30分間振とうした。抽出物をろ紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過し、残渣をアセトニトリル50mLで洗い、同様にろ過した。ろ液を合わせアセトニトリルで200mLに定容した。この2mL（試料0.2g相当量）を取り、40℃以下の水浴中で減圧濃縮しアセトニトリルを留去した。

6.3. 多孔性ケイソウ土カラムによる精製

濃縮液に水を加え約4gとした後、塩化ナトリウムを0.5g及びアセトニトリルを0.5mL加え振り混ぜた。この液を多孔性ケイソウ土カラムに流下し5分間放置後、ヘキサン20mLで容器内を洗浄し多孔性ケイソウ土カラムに流下した。さらに、酢酸エチル50mLで同様の操作を繰り返し、全流出液を合わせ取り溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.4. ENVI-Carb/PSA積層ミニカラムによる精製

ENVI-Carb/PSA積層ミニカラムにアセトン及びヘキサン各5mLを順次流下し前処理した。残留物をアセトン／ヘキサン（10:90, v/v）10mLで溶解し積層ミニカラムに流下した。同様の操作を2回繰り返し行った。次に、アセトン／ヘキサン（80:20, v/v）20mLを積層ミニカラムに流下した。全流出液を合わせ取り溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.5. 定量

残留物を適量のメタノールで溶解した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ・質量分析計に注入してピーク面積を求め、検量線よりクレソキシムメチルの重量を求め、試料中の残留濃度を算出した。

7. 定量限界値(LOQ)及び検出限界値(LOD)

定量限界相当量	試料採取量	最終溶液	注入量	定量限界
(ng)	(g)	(mL)	(μL)	(mg/kg)
0.0002	0.2	20	2	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	検出限界 (mg/kg)
0.0001	0.2	20	2	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防高知試料の各無処理試料（中長ナス2点、小ナス2点、米ナス2点）を用いて、定量限界相当（0.01mg/kg）及び1mg/kg添加濃度における回収試験を各6連分析で実施した。又実試料が1mg/kgを超えた試料については、各無処理試料を用いて2mg/kg添加濃度における回収試験を各2連分析（計8点）で追加実施した。なお、各無処理試料は2連分析し、全て定量限界未満であった。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)						平均回収率 (%)	RSDr (%)
*	2.0	99	98	95	93			93	4.5
		92	91	91	86				
日植防 高 知	1.0	101	101	101	101	100	99	101	0.8
	0.01	105	103	103	102	100	100	102	1.9

*日植防茨城 中長ナス、丸ナス、水ナス及び日植防宮崎 大長ナス

9. 試料分析結果

9.1. 中長ナス（千両）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防茨城	S	散布直後	0.82	0.77	0.05	0.80	5.6
		1	1.10	1.09	0.01	1.10	0.8
		7	0.36	0.34	0.02	0.35	2.5
	標準	散布直後	1.30	1.29	0.01	1.30	0.7
		1	1.17	1.16	0.01	1.16	0.8
		3	0.70	0.67	0.03	0.68	3.9
		7	0.41	0.40	0.01	0.40	2.2
		14	0.07	0.06	0.01	0.06	14.8
	L	散布直後	1.09	1.06	0.03	1.07	2.5
		1	0.89	0.87	0.02	0.88	2.0
		7	0.37	0.34	0.03	0.36	7.4

日植防高知	S	散布直後	0.28	0.28	0.00	0.28	0.0
		1	0.29	0.27	0.02	0.28	6.4
		7	0.12	0.11	0.01	0.12	7.4
	標準	散布直後	0.38	0.34	0.04	0.36	9.9
		1	0.33	0.32	0.01	0.32	2.8
		3	0.25	0.25	0.00	0.25	0.0
		7	0.12	0.11	0.01	0.12	7.4
		14	0.03	0.03	0.00	0.03	0.0
	L	散布直後	0.33	0.32	0.01	0.32	2.8
		1	0.25	0.23	0.02	0.24	7.4
		7	0.11	0.10	0.01	0.10	8.9
	S	散布直後	0.51	0.50	0.01	0.50	1.8
		1	0.43	0.42	0.01	0.42	2.1
		7	0.10	0.09	0.01	0.10	8.9
日植防宮崎	標準	散布直後	0.59	0.56	0.03	0.58	4.6
		1	0.55	0.53	0.02	0.54	3.3
		3	0.37	0.37	0.00	0.37	0.0
		7	0.13	0.12	0.01	0.12	7.9
		14	0.06	0.06	0.00	0.06	0.0
	L	散布直後	0.56	0.53	0.03	0.54	4.9
		1	0.68	0.61	0.07	0.64	9.7
		7	0.13	0.13	0.00	0.13	0.0

9.2. 丸ナス（山形系梵天丸）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防茨城	S	散布直後	0.86	0.85	0.01	0.86	1.0
		1	0.66	0.64	0.02	0.65	2.7
		7	0.19	0.19	0.00	0.19	0.0
		散布直後	0.98	0.97	0.01	0.98	0.9
		1	1.10	1.08	0.02	1.09	1.6

標準	3	0.46	0.44	0.02	0.45	4.0
	7	0.19	0.17	0.02	0.18	9.9
	14	0.02	0.02	0.00	0.02	0.0
散布直後		0.87	0.86	0.01	0.86	1.0
L	1	0.90	0.89	0.01	0.90	1.0
	7	0.16	0.16	0.00	0.16	0.0

9.3.水ナス（絹皮水）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防茨城	S	散布直後	0.86	0.75	0.11	0.80	12.2
		1	0.71	0.69	0.02	0.70	2.5
		7	0.34	0.33	0.01	0.34	2.6
	標準	散布直後	0.94	0.89	0.05	0.92	4.8
		1	1.09	0.96	0.13	1.02	11.3
		3	0.75	0.67	0.08	0.71	10.0
		7	0.46	0.44	0.01	0.45	2.0
		14	0.16	0.15	0.01	0.16	5.6
		散布直後	0.82	0.79	0.03	0.80	3.3
	L	1	1.10	1.10	0.00	1.10	0.0
		7	0.46	0.46	0.00	0.46	0.0

9.4.小ナス（十市小ナス）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防高知	S	散布直後	0.29	0.28	0.01	0.28	3.2
		1	0.37	0.36	0.01	0.36	2.5
		7	0.14	0.14	0.00	0.14	0.0
	標準	散布直後	0.46	0.44	0.02	0.45	4.0
		1	0.51	0.49	0.02	0.50	3.6
		3	0.26	0.24	0.02	0.25	7.1

		7	0.13	0.11	0.02	0.12	14.4
		14	0.02	0.02	0.00	0.02	0.0
		散布直後	0.43	0.41	0.02	0.42	4.2
	L	1	0.44	0.38	0.06	0.41	6.5
		7	0.10	0.10	0.00	0.10	0.0

9.5.米ナス（くろわし）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
		散布直後	0.26	0.26	0.00	0.26	0.0
	S	1	0.31	0.28	0.03	0.30	8.9
		7	0.11	0.11	0.00	0.11	0.0
		散布直後	0.24	0.24	0.00	0.24	0.0
		1	0.27	0.26	0.01	0.26	3.4
日植防高知	標準	3	0.21	0.20	0.01	0.20	4.5
		7	0.08	0.08	0.00	0.08	0.0
		14	0.03	0.03	0.00	0.03	0.0
		散布直後	0.29	0.29	0.00	0.29	0.0
	L	1	0.31	0.31	0.00	0.31	0.0
		7	0.09	0.08	0.01	0.08	11.1

9.6.長ナス（筑陽）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
		散布直後	0.75	0.73	0.02	0.74	2.4
	S	1	0.60	0.58	0.02	0.59	1.5
		7	0.20	0.18	0.02	0.19	9.4
日植防宮崎		散布直後	0.69	0.64	0.05	0.66	6.7
		1	0.85	0.81	0.04	0.83	4.3
	標準	3	0.63	0.62	0.01	0.62	1.4
		7	0.25	0.23	0.02	0.24	7.4

		14	0.05	0.05	0.00	0.05	0.0
		散布直後	0.65	0.60	0.05	0.62	7.2
	L	1	0.86	0.77	0.09	0.82	9.8
		7	0.26	0.25	0.01	0.26	3.4

9.7.大長ナス（庄屋大長）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
		散布直後	1.14	1.03	0.11	1.08	9.1
	S	1	0.99	0.93	0.06	0.96	5.6
		7	0.16	0.15	0.01	0.16	5.6
		散布直後	1.13	1.11	0.02	1.12	0.8
		1	1.13	1.09	0.04	1.11	3.2
日植防宮崎	標準	3	0.99	0.99	0.00	0.99	0.0
		7	0.37	0.35	0.02	0.36	4.9
		14	0.12	0.12	0.00	0.12	0.0
		散布直後	1.17	1.12	0.05	1.14	3.9
	L	1	1.20	1.17	0.03	1.18	2.3
		7	0.46	0.46	0.00	0.46	0.0

各試料調製場所における無処理試料の分析結果は定量限界未満（＜0.01mg/kg）

10. 精度管理

「食品衛生検査施設等における検査等の業務の管理の実施について」（平成9年4月1日付け衛食第117号厚生省生活衛生局食品保健課長通知）に基づき、内部精度管理を行った。

管理基準：各圃場の実試料分析と保存安定性試験を行うごとに、各1検体の無処理試料及びクレソキシムメチル 0.1mg/kg添加試料（クオリティーコントロール試料）を分析した。その結果、下表に示すように問題は認められなかった。

又、2017年6月実施の食品衛生精度管理比較調査（一般財団法人食品薬品安全センター）におけるZスコアは全てZ<2であった。

分析日*	使用した圃場 (分析試料)	回収率 (%)	無処理区の分析値 (mg/kg)
2019/1/10	日植防高知（千両）	91	<0.01

1/11	日植防高知（千両）	93	<0.01
1/15	日植防高知（十市小ナス）	88	<0.01
1/17	日植防高知（十市小ナス）	102	<0.01
1/21	日植防高知（十市小ナス）	92	<0.01
1/22	日植防高知（くろわし）	103	<0.01
1/23	日植防高知（くろわし）	94	<0.01
1/24	日植防宮崎（千両）	97	<0.01
1/25	日植防宮崎（千両）	98	<0.01
1/30	日植防宮崎（筑陽）	99	<0.01
1/31	日植防宮崎（筑陽）	109	<0.01
2/ 1	日植防宮崎（庄屋大長）	105	<0.01
2/ 4	日植防宮崎（庄屋大長）	93	<0.01
2/ 5	日植防宮崎（庄屋大長）	92	<0.01
2/ 6	日植防茨城（千両）	112	<0.01
2/ 7	日植防茨城（千両）	96	<0.01
2/ 8	日植防茨城（山形系梵天丸）	95	<0.01
2/12	日植防茨城（山形系梵天丸）	102	<0.01
2/13	日植防茨城（絹皮水）	95	<0.01
2/14	日植防茨城（絹皮水）	96	<0.01
2/22	日植防茨城（山形系梵天丸）	96	<0.01
2/25	日植防高知_保存安定性 （千両，十市小ナス，くろわし）	104, 103, 97	<0.01
2/26	日植防宮崎_保存安定性 （千両，筑陽，庄屋大長）	84, 89, 94	<0.01
2/27	日植防茨城_保存安定性 （千両，山形系梵天丸，絹皮水）	102, 79, 104	<0.01

回収試料の添加濃度：0.1 mg/kg

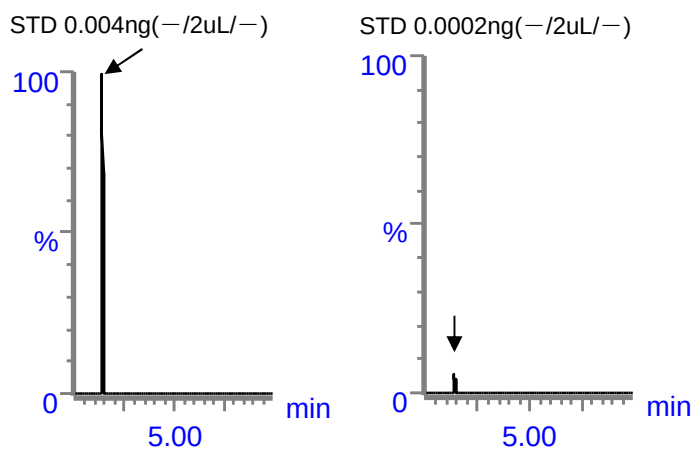
*抽出日を記載

11. 保存安定性確認

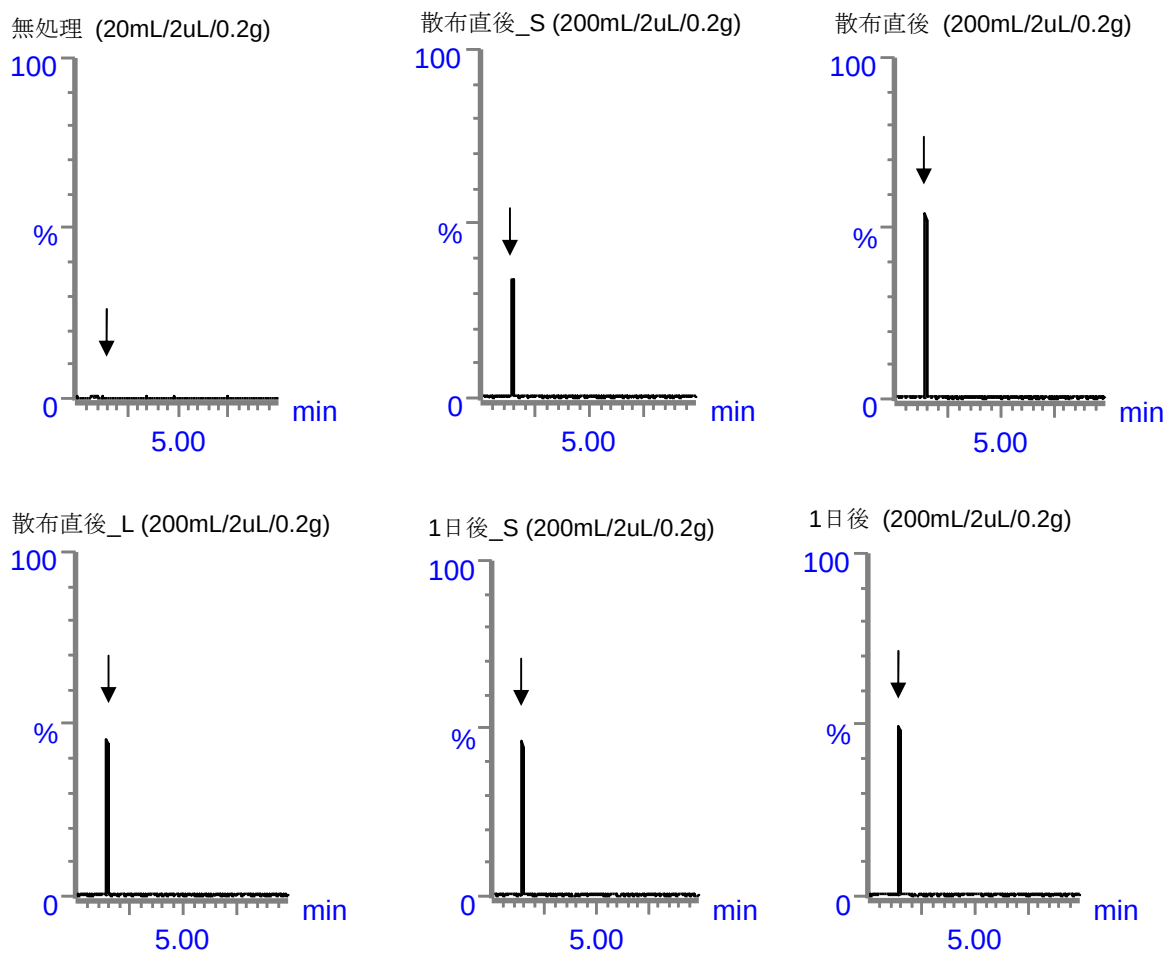
均一化した各無処理試料にクレソキシムメチルを添加し，冷凍暗所（－20℃設定）に凍結保存した。一定期間保存した後，同様に分析して回収率を求め，保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

圃場名	供試品種	添加 濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	実試料 最長保管 日数	回収率 (%)		平均 回収率 (%)
日植防 茨城	千両	1	97	61	101	94	98
	山形系梵天丸	1	(2018/11/22-	63	105	97	101
	絹皮水	1	2019/2/27)	68	102	76	89
日植防 高知	千両	1	102	37	101	70	86
	十市小ナス	1	(2018/11/16-	43	96	70	83
	くろわし	1	2019/2/25)	49	83	80	82
日植防 宮崎	千両	1	97	51	91	89	90
	筑陽	1	(2018/11/21-	56	93	87	90
	庄屋大長	1	2019/2/26)	61	96	88	92

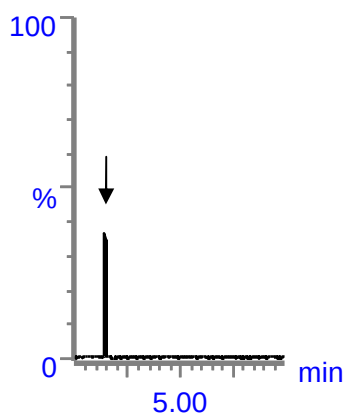
付図-1. クレソキシムメチルのクロマトグラム（代表例）



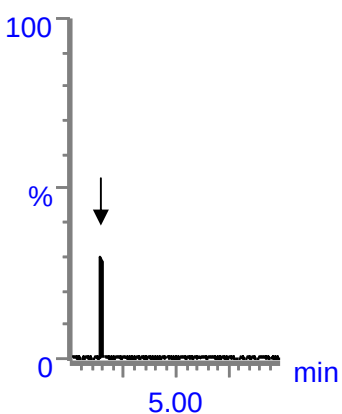
中長ナス／千両（日植防茨城）



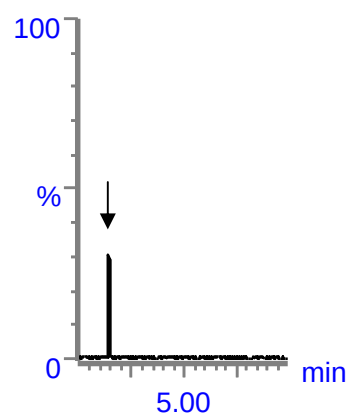
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



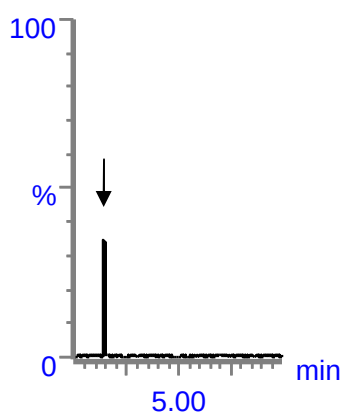
3日後 (200mL/2uL/0.2g)



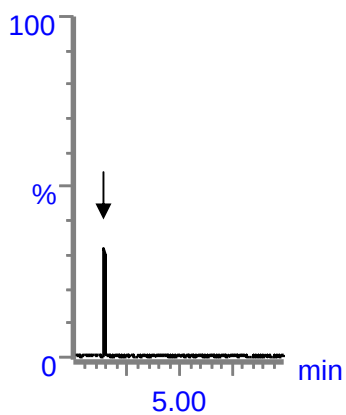
7日後_S (100mL/2uL/0.2g)



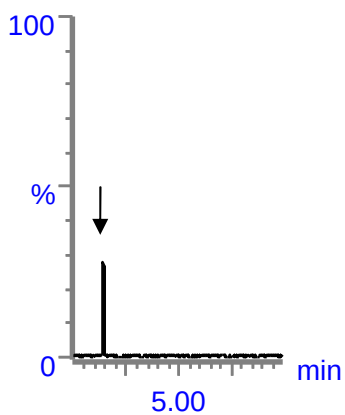
7日後 (100mL/2uL/0.2g)



7日後_L (100mL/2uL/0.2g)

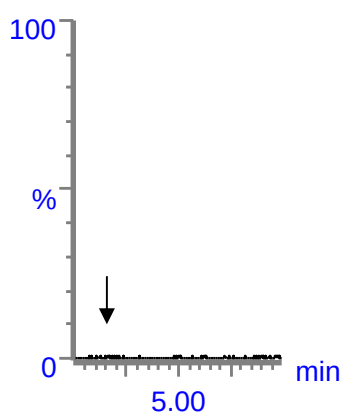


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

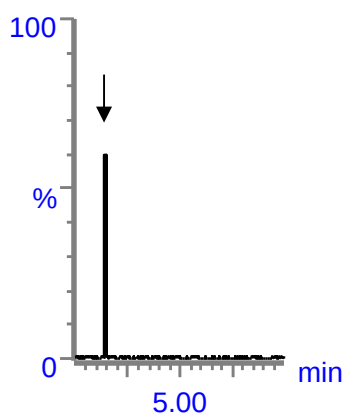


丸ナス／山形系梵天丸（日植防茨城）

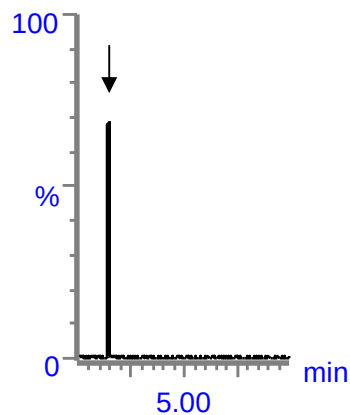
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



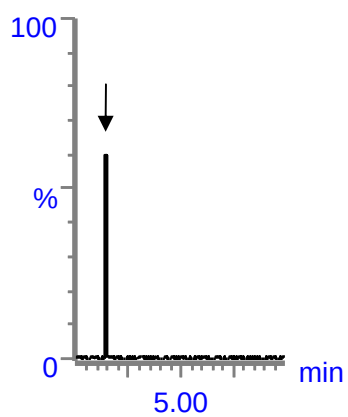
散布直後_S (100mL/2uL/0.2g)



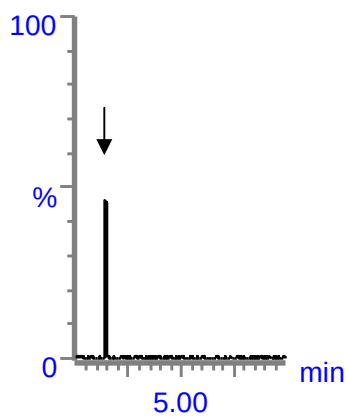
散布直後 (100mL/2uL/0.2g)



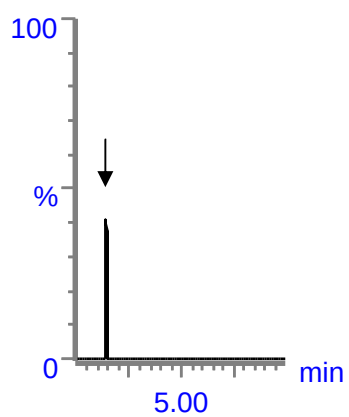
散布直後_L (100mL/2uL/0.2g)



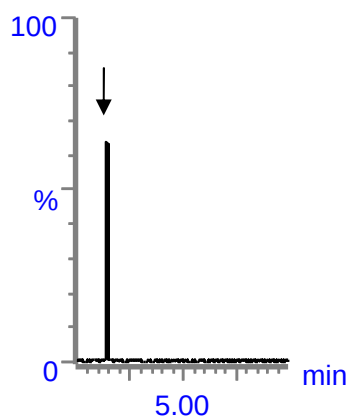
1日後_S (100mL/2uL/0.2g)



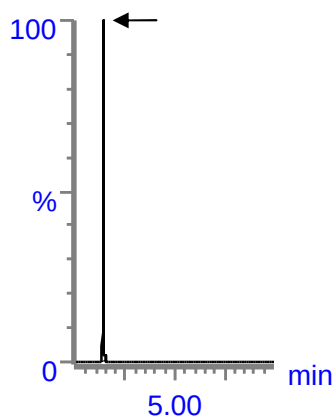
1日後 (100mL/2uL/0.2g)



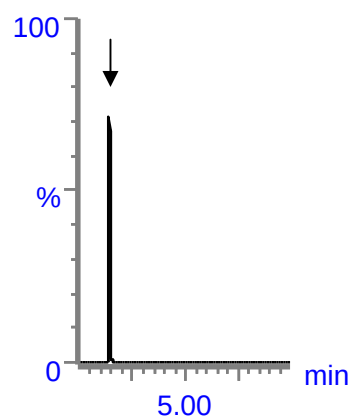
1日後_L (100mL/2uL/0.2g)



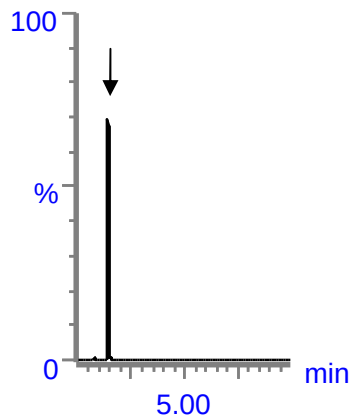
3日後 (20mL/2uL/0.2g)



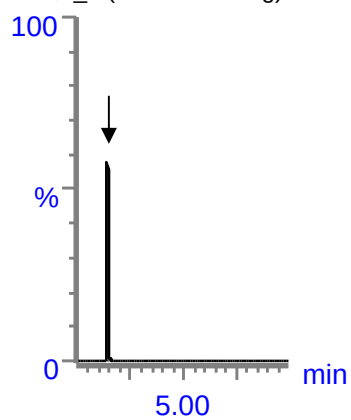
7日後_S (20mL/2uL/0.2g)



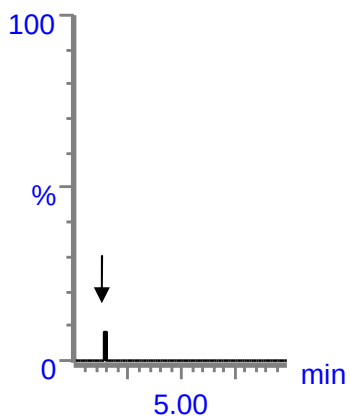
7日後 (20mL/2uL/0.2g)



7日後_L (20mL/2uL/0.2g)

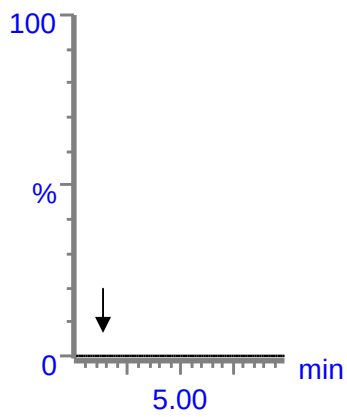


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

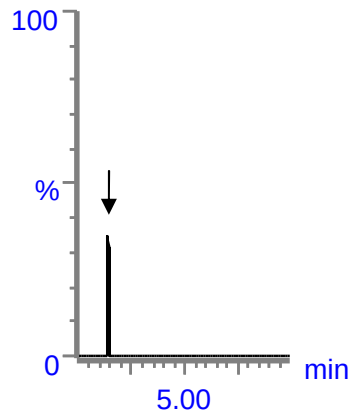


水ナス／絹皮水（日植防茨城）

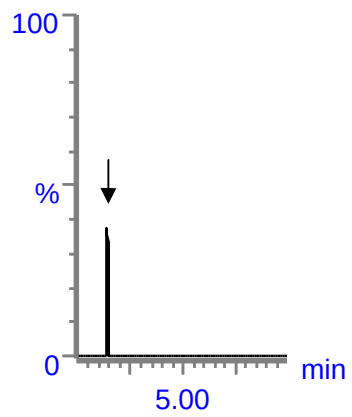
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



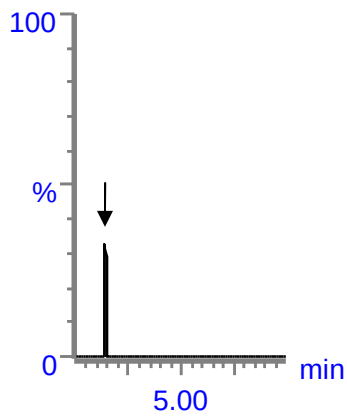
散布直後_S (200mL/2uL/0.2g)



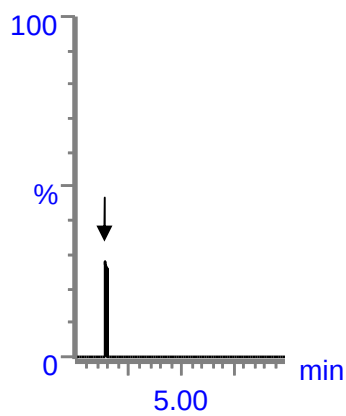
散布直後 (200mL/2uL/0.2g)



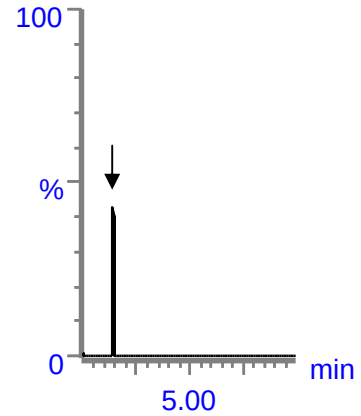
散布直後_L (200mL/2uL/0.2g)



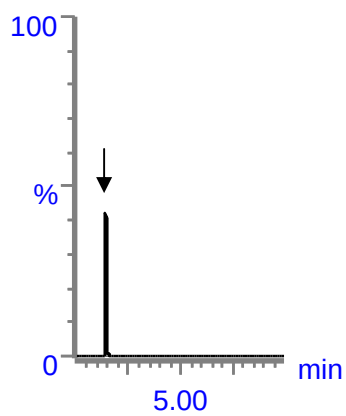
1日後_S (200mL/2uL/0.2g)



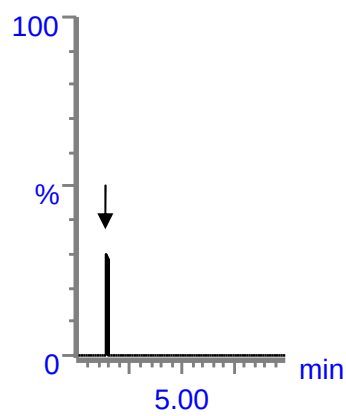
1日後 (200mL/2uL/0.2g)



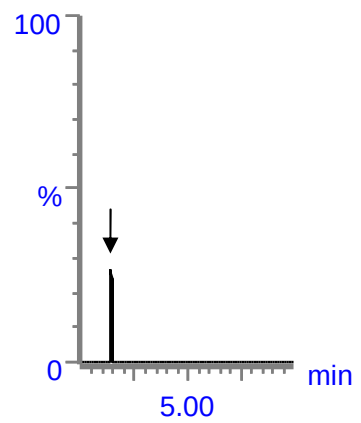
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



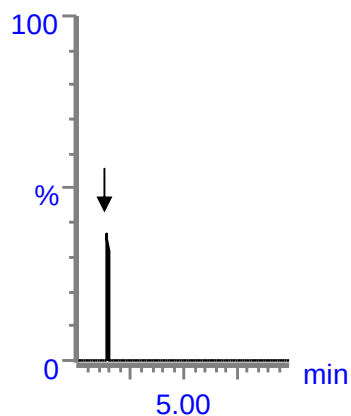
3日後 (200mL/2uL/0.2g)



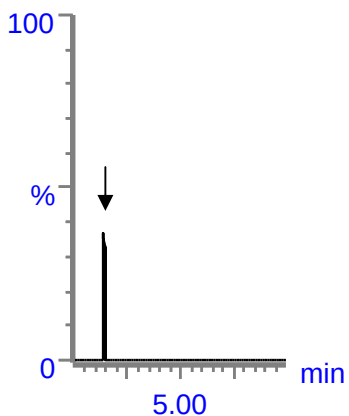
7日後_S (100mL/2uL/0.2g)



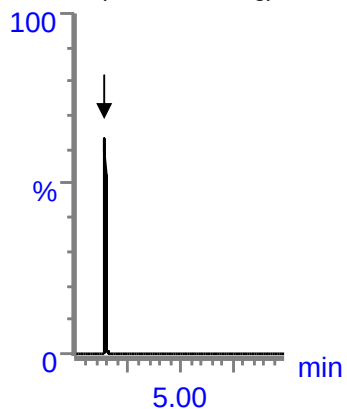
7日後 (100mL/2uL/0.2g)



7日後_L (100mL/2uL/0.2g)

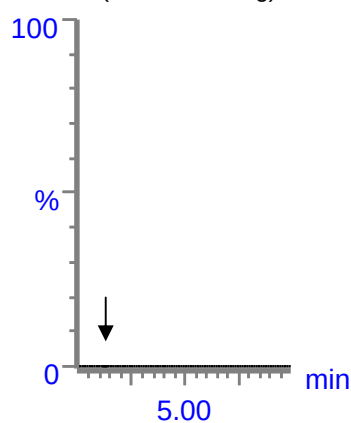


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

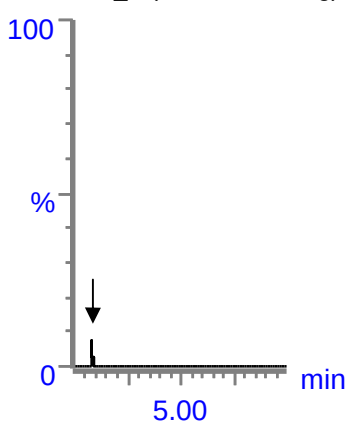


中長ナス／千両（日植防高知）

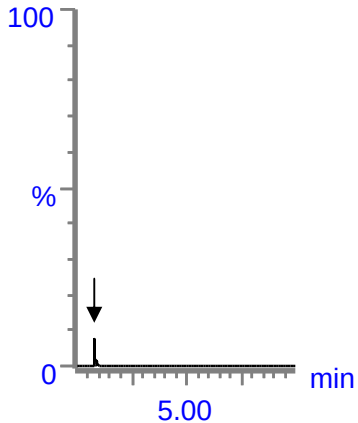
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



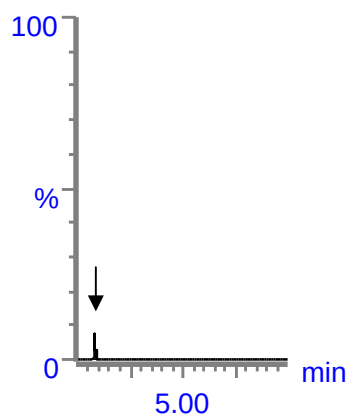
散布直後_S (400mL/2uL/0.2g)



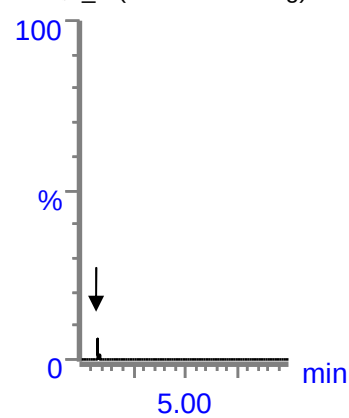
散布直後 (400mL/2uL/0.2g)



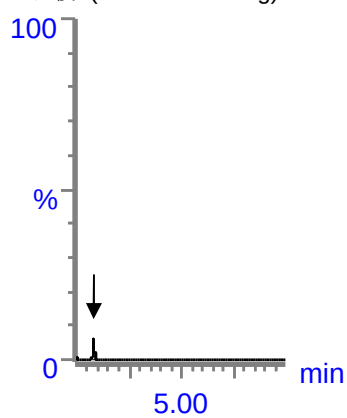
散布直後_L (400mL/2uL/0.2g)



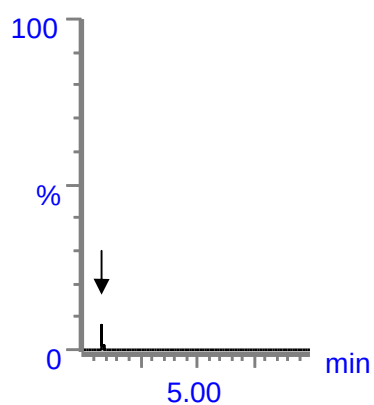
1日後_S (400mL/2uL/0.2g)



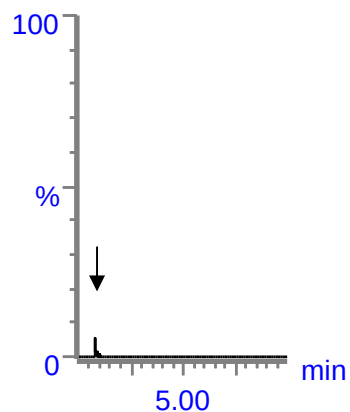
1日後 (400mL/2uL/0.2g)



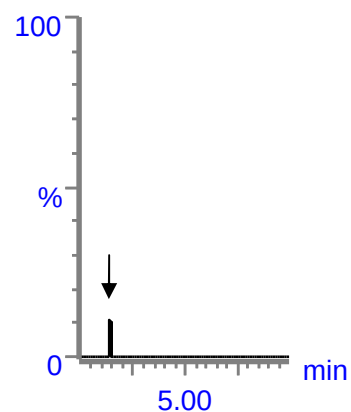
1日後_L (400mL/2uL/0.2g)



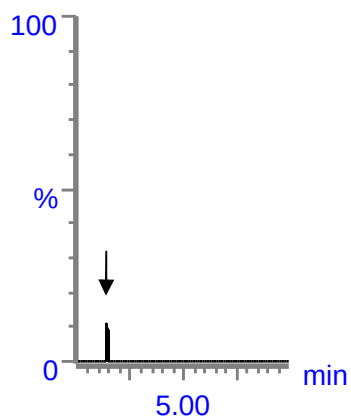
3日後 (400mL/2uL/0.2g)



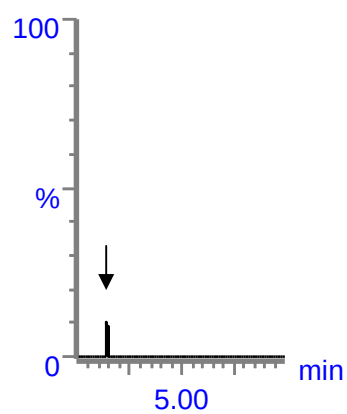
7日後_S (100mL/2uL/0.2g)



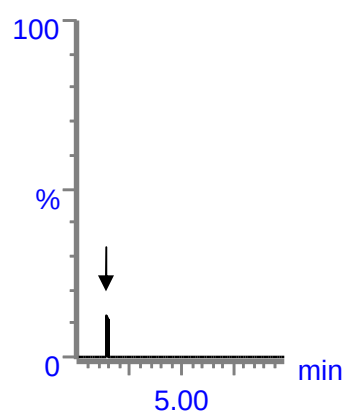
7日後 (100mL/2uL/0.2g)



7日後_L (100mL/2uL/0.2g)

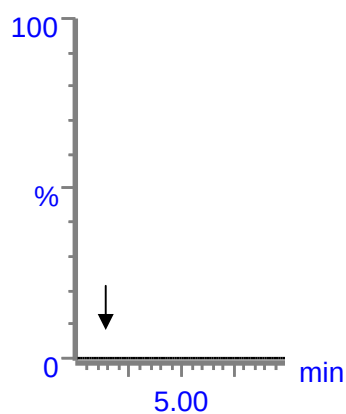


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

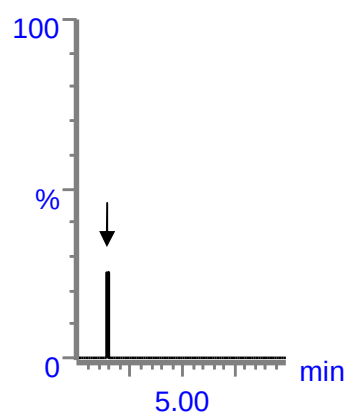


小ナス／十市小ナス（日植防高知）

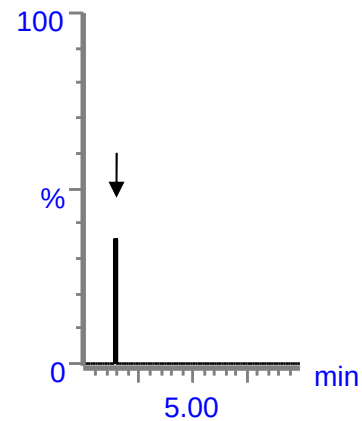
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



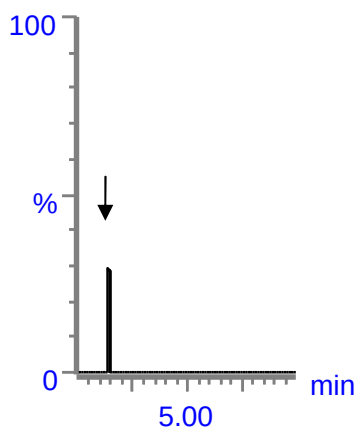
1日後_S (100mL/2uL/0.2g)



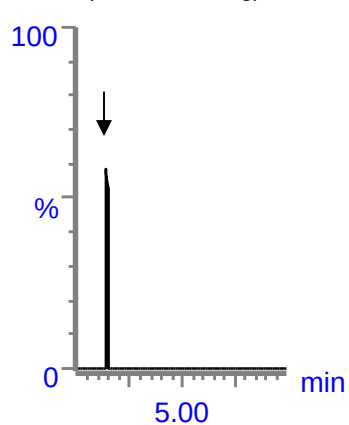
1日後 (100mL/2uL/0.2g)



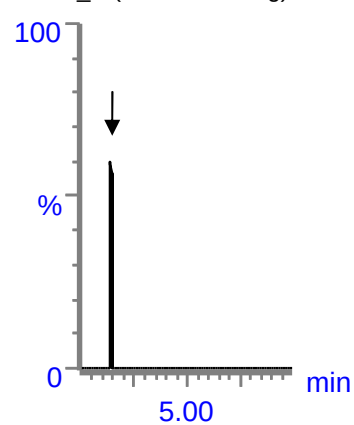
1日後_L (100mL/2uL/0.2g)



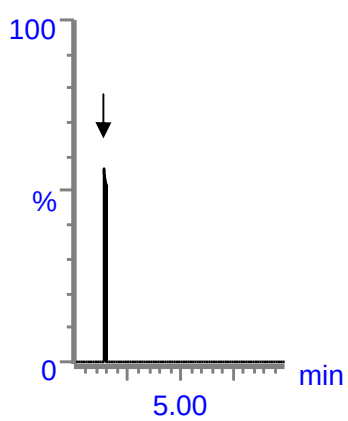
3日後 (40mL/2uL/0.2g)



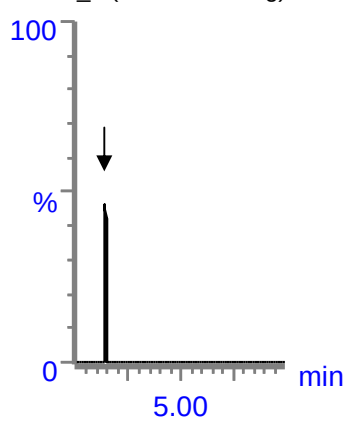
7日後_S (20mL/2uL/0.2g)



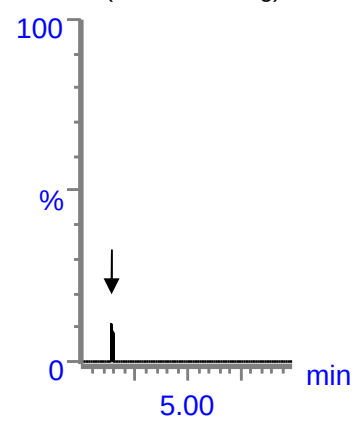
7日後 (20mL/2uL/0.2g)



7日後_L (20mL/2uL/0.2g)

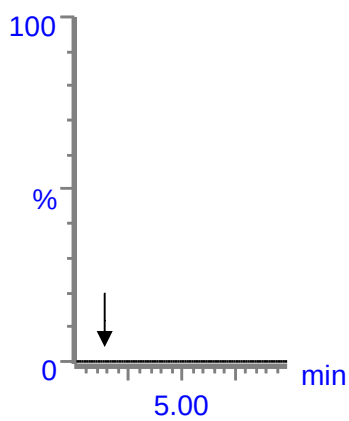


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

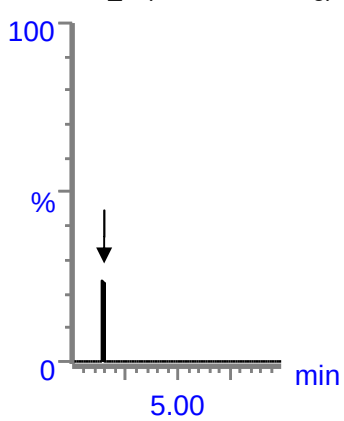


米ナス／くろわし（日植防高知）

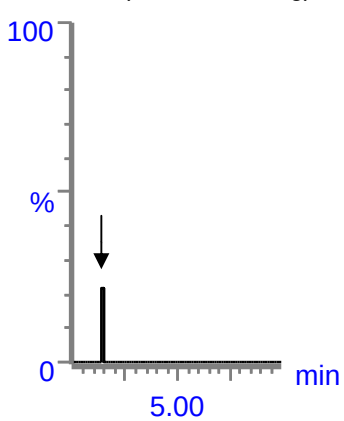
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



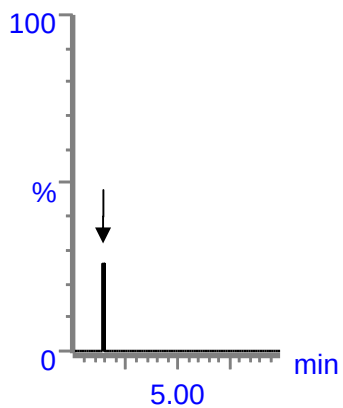
散布直後_S (100mL/2uL/0.2g)



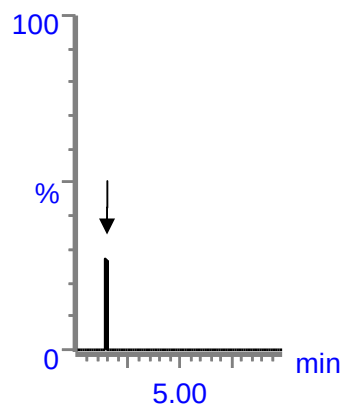
散布直後 (100mL/2uL/0.2g)



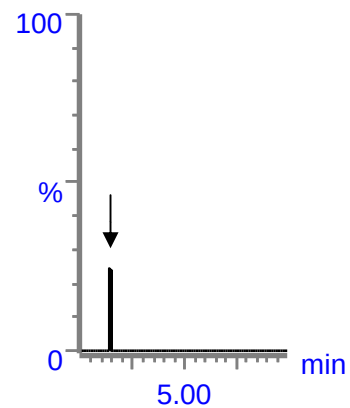
散布直後_L (100mL/2uL/0.2g)



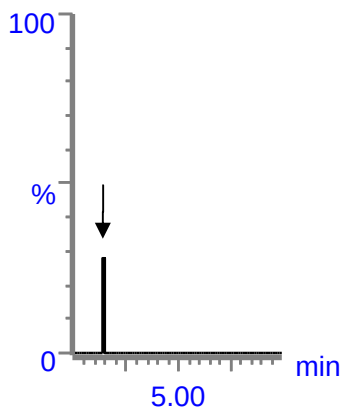
1日後_S (100mL/2uL/0.2g)



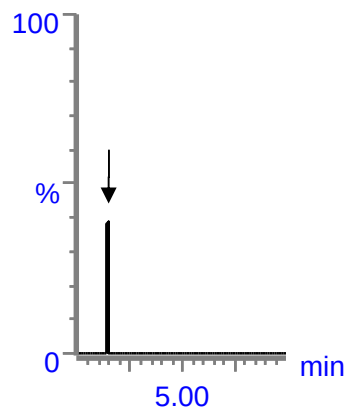
1日後 (100mL/2uL/0.2g)



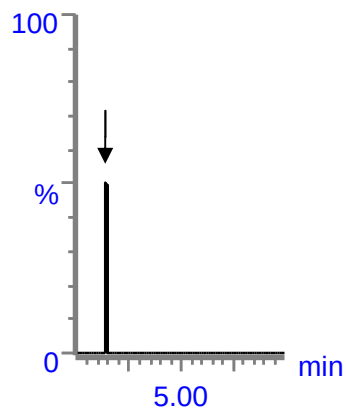
1日後_L (100mL/2uL/0.2g)



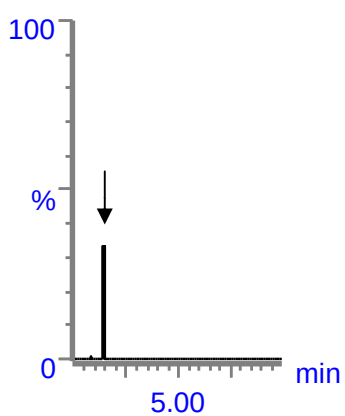
3日後 (50mL/2uL/0.2g)



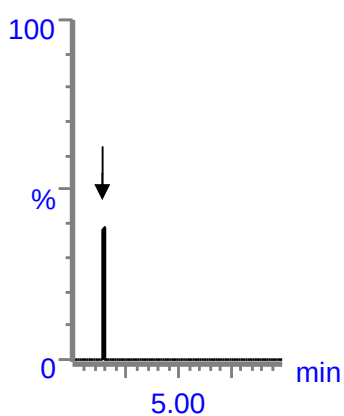
7日後_S (20mL/2uL/0.2g)



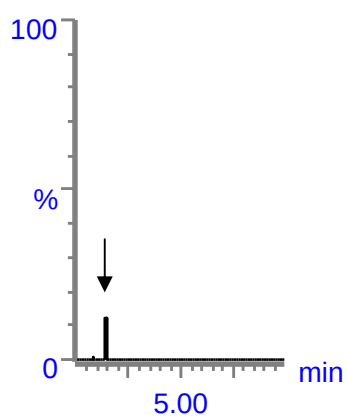
7日後 (20mL/2uL/0.2g)



7日後_L (20mL/2uL/0.2g)

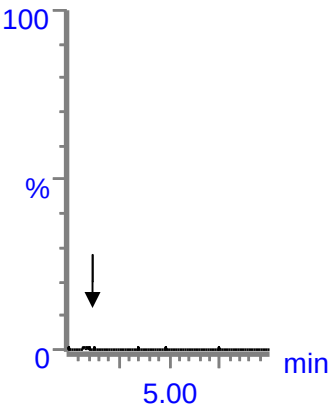


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

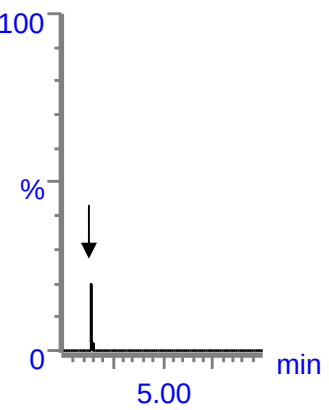


中長ナス／千両（日植防宮崎）

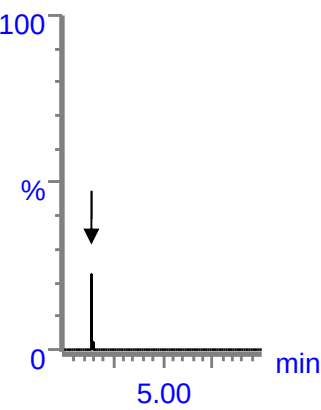
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



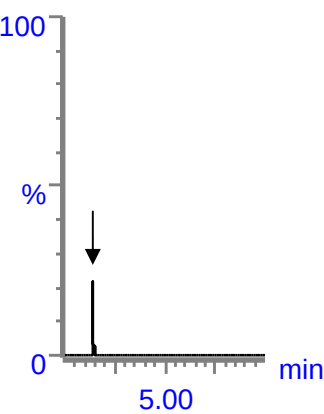
散布直後_S (200mL/2uL/0.2g)



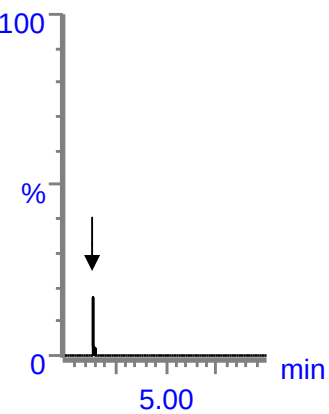
散布直後 (200mL/2uL/0.2g)



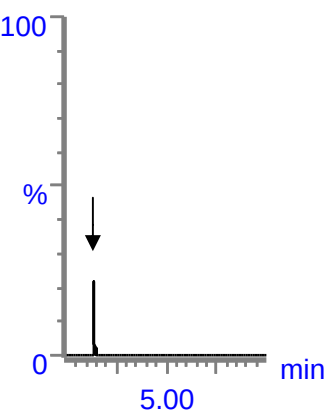
散布直後_L (200mL/2uL/0.2g)



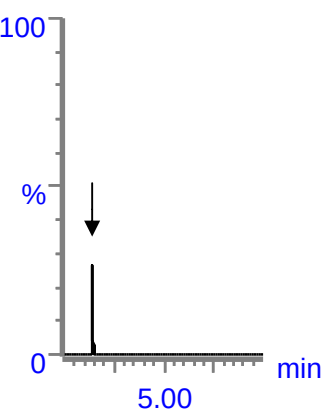
1日後_S (200mL/2uL/0.2g)



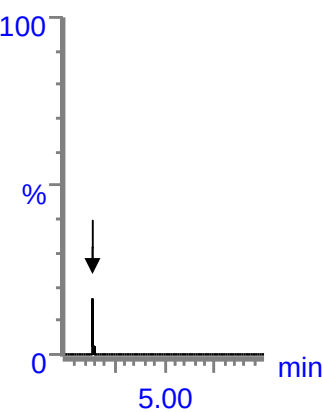
1日後 (200mL/2uL/0.2g)



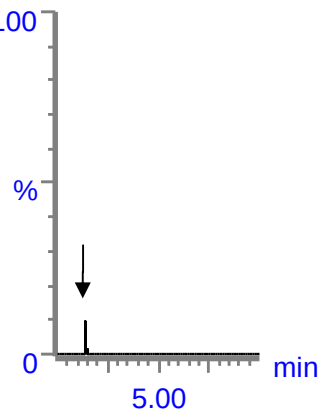
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



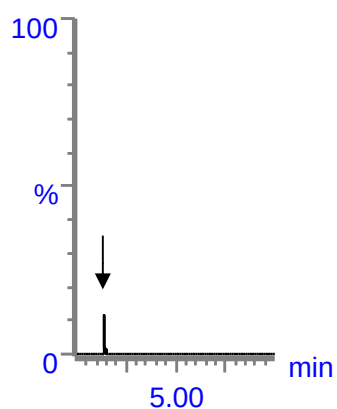
3日後 (200mL/2uL/0.2g)



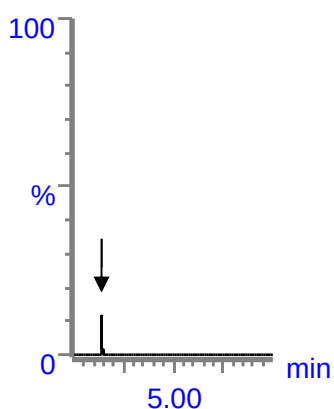
7日後_S (200mL/2uL/0.2g)



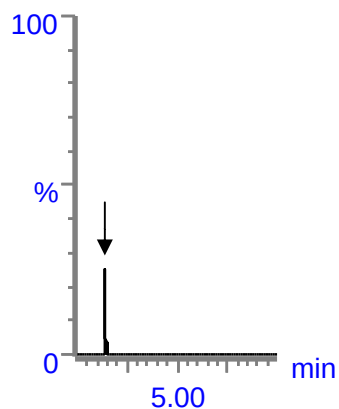
7日後 (200mL/2uL/0.2g)



7日後_L (200mL/2uL/0.2g)

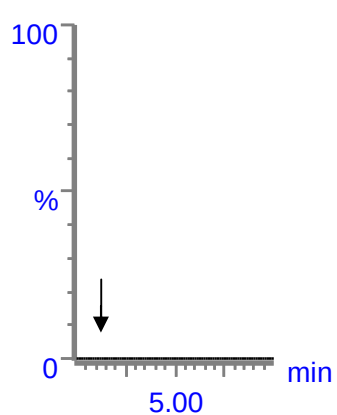


14日後 (200mL/2uL/0.2g)

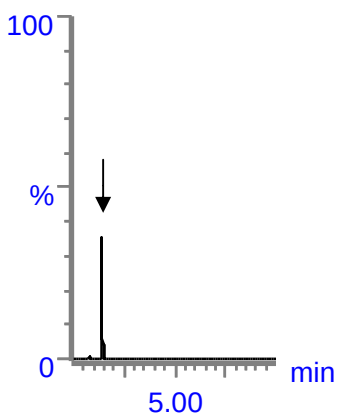


長ナス／筑陽（日植防宮崎）

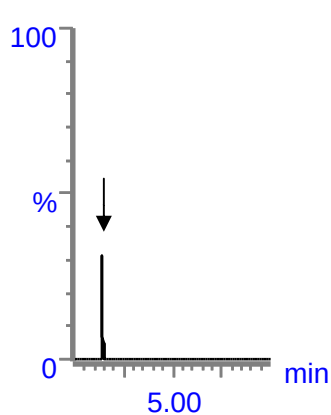
無処理 (200mL/2uL/0.2g)



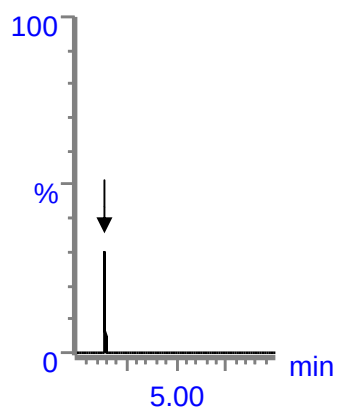
散布直後_S (200mL/2uL/0.2g)



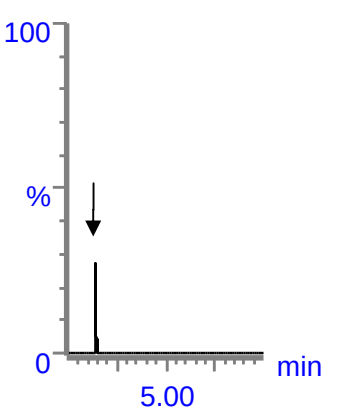
散布直後 (200mL/2uL/0.2g)



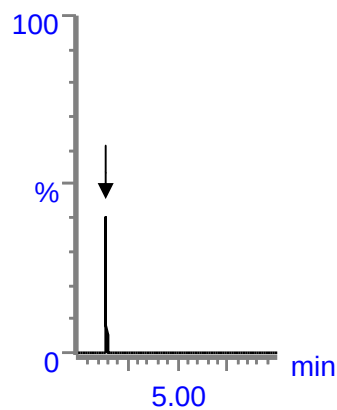
散布直後_L (200mL/2uL/0.2g)



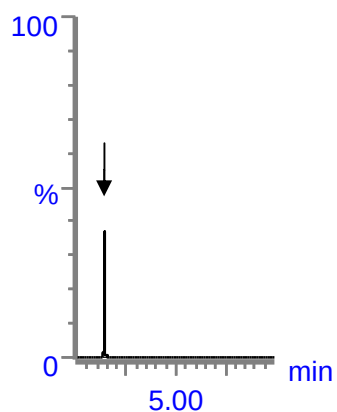
1日後_S (200mL/2uL/0.2g)



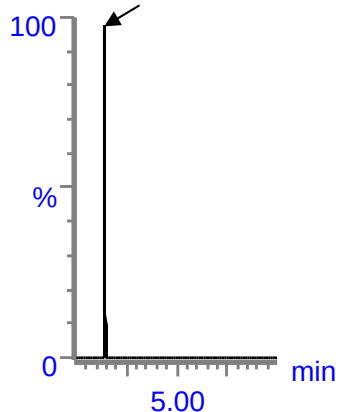
1日後 (200mL/2uL/0.2g)



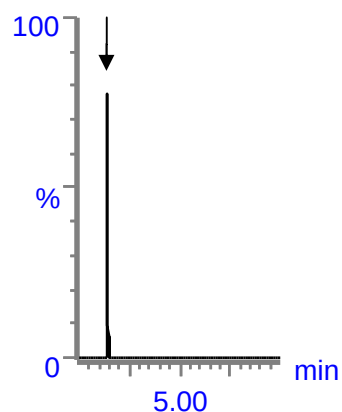
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



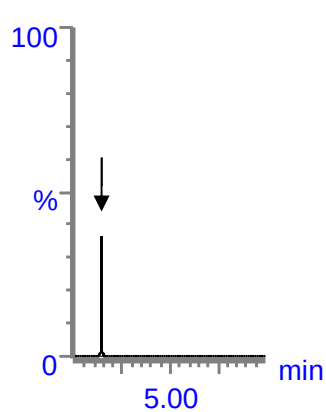
3日後 (50mL/2uL/0.2g)



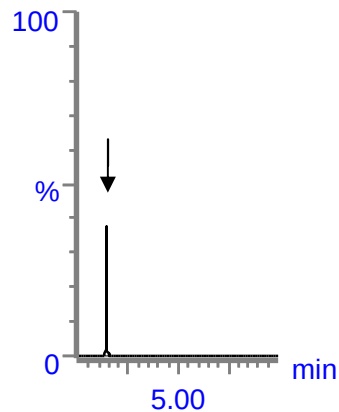
7日後_S (20mL/2uL/0.2g)



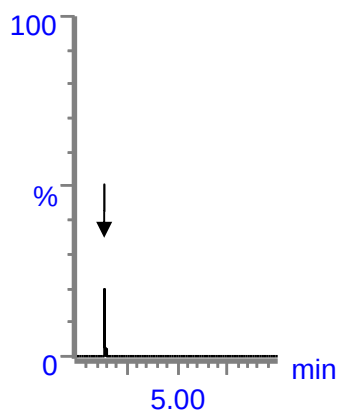
7日後 (60mL/2uL/0.2g)



7日後_L (60mL/2uL/0.2g)

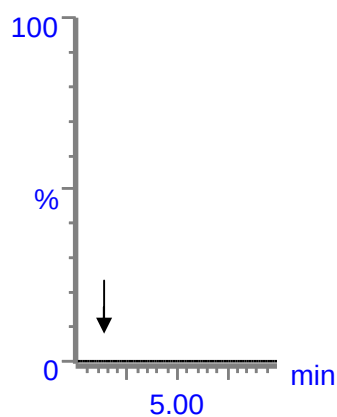


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

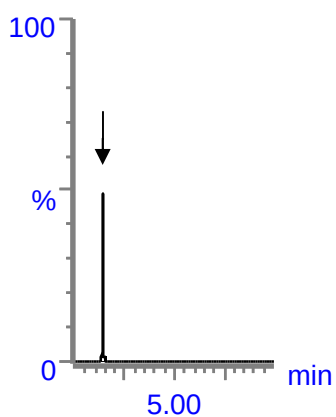


大長ナス／庄屋大長（日植防宮崎）

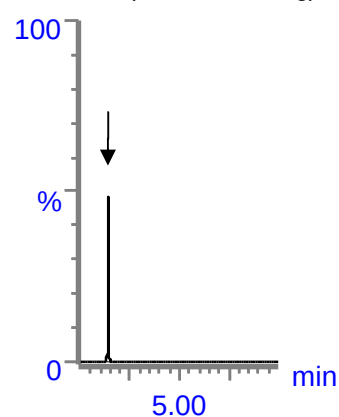
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



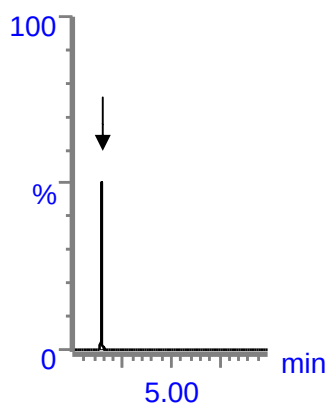
散布直後_S (200mL/2uL/0.2g)



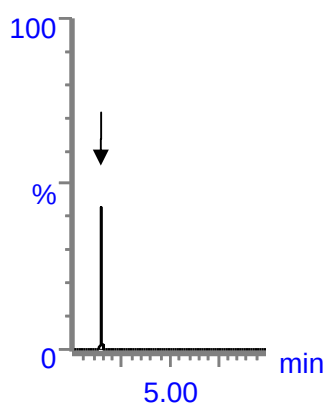
散布直後 (200mL/2uL/0.2g)



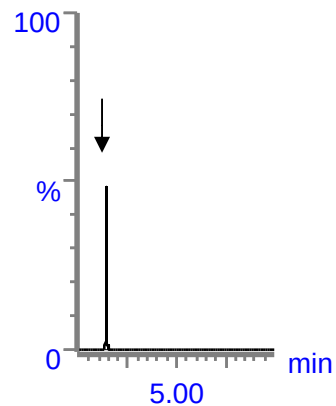
散布直後_L (200mL/2uL/0.2g)



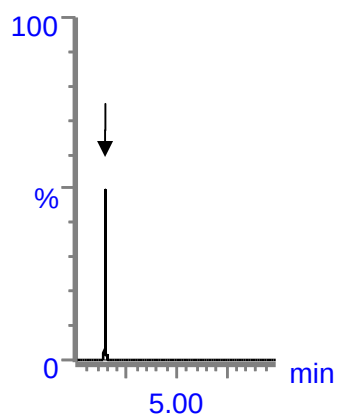
1日後_S (200mL/2uL/0.2g)



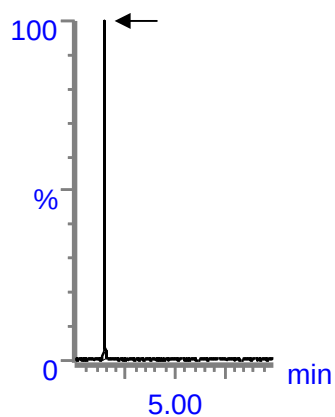
1日後 (200mL/2uL/0.2g)



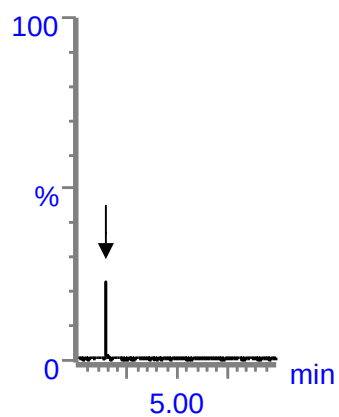
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



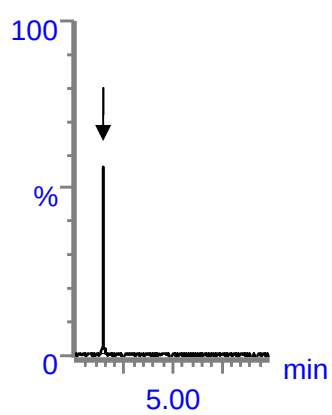
3日後 (100mL/2uL/0.2g)



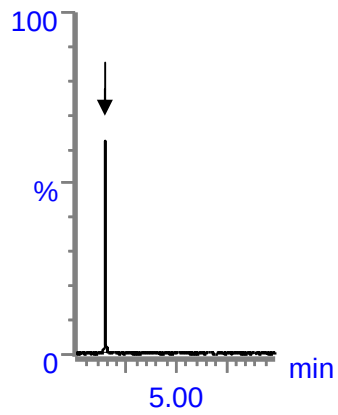
7日後_S (60mL/2uL/0.2g)



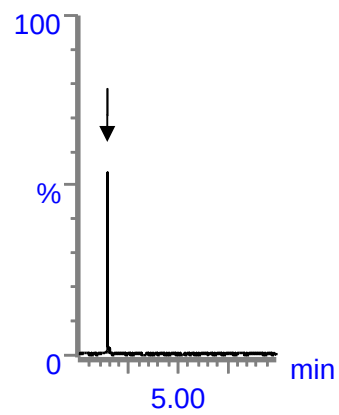
7日後 (60mL/2uL/0.2g)



7日後_L (60mL/2uL/0.2g)



14日後 (20mL/2uL/0.2g)

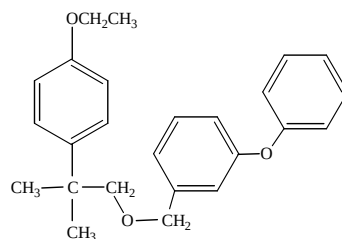


残留分析詳細③ エトフェンプロックス

1. 分析対象物質

エトフェンプロックス

化学構造式：



化学名：2-(4-ethoxyphenyl)-2-methylpropyl 3-phenoxybenzyl ether

化学式：C₂₅H₂₈O₃

分子量：376.5

性状：白色結晶

融点：37.4±0.1°C

蒸気圧：8.13×10⁻⁷Pa(25°C)

オクタノール／水分配係数：log P=6.9(20°C)

溶解性：水 22.5µg/L, ヘキサン 667g/L, トルエン 862g/L,

ジクロロメタン 924g/L, アセトン 877g/L, メタノール 49g/L (以上 20°C)

安定性：熱に安定

加水分解半減期(25°C)：1年以上(pH5, pH7, pH9)

水中光分解性半減期：4.7日 (緩衝液, 25°C), 7.9日 (自然水, 25°C)

出典：The Pesticide Manual 15th Edition

2. 標準品及び試薬

エトフェンプロックス標準品：純度 99.09% (Dr.Ehrenstorfer 製)

アセトニトリル, アセトン, ヘキサン, 酢酸エチル：残留農薬試験用 (関東化学製)

メタノール：LC-MS 用 (関東化学製)

水：ピュアライト PRA-0015-0V1 (オルガノ製) 及びピュリック ZII (オルガノ製) で精製した水

多孔性ケイソウ土カラム：InertSep K-solute 5mL 容 (ジーエルサイエンス製)

積層ミニカラム：ENVI-CarbII/PSA SPE Tube 500mg/300mg/6mL (スペルコ製)

3. 装置及び機器

ミキサー：クイジナート DLC-NXJ2 (クイジナート・アメリカ製)

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS)：Xevo TQ-S micro(Waters 製)

データ処理ソフトウェア：MassLynx(Waters 製)

4. 測定機器の操作条件

4.1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム：ACQUITY UPLC HSS T3 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.8 μ m

溶離液：A 液 2mM 酢酸アンモニウム含有メタノール

B 液 2mM 酢酸アンモニウム含有 0.1%ギ酸水溶液

A 液：B 液 (85:15, v/v)

流量：0.3 mL/min

カラム温度：40°C

注入量：2 μ L

保持時間：約 5.6 min

4.2. 質量分析計の操作条件

イオン化法：エレクトロスプレーイオン化法 (ESI)

正モード

コーンガス流量：50 L/h(N₂)

脱溶媒ガス流量：1000L/h(N₂)

脱溶媒ガス温度：500°C

ソースブロック温度：150°C

キャピラリー電圧：1.0kV

コーン電圧：4V

コリンジョン電圧：8V

(コリンジョンガス;Ar)

イオン検出法：MRM 法

モニタリングイオン：プリカーサーイオン；m/z 394.24

プロダクトイオン；359.14

5. 検量線の作成

エトフェンプロックス標準品20.2mgを20mL容メスフラスコに精秤し、アセトンで溶解して1000mg/L標準原液を調製した。これらの原液をアセトンで希釈して20mg/L標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで希釈して0.00005, 0.0001, 0.0002, 0.001及び0.002mg/Lの標準溶液を調製した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ・質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてエトフェンプロックスのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng), 縦軸にピーク面積をとって検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、へたを除去し冷凍庫（-20℃設定）に保存した。分析直前にミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6.2. 抽出

均一化した試料20gをはかりとり、アセトニトリル100mLを加え、30分間振とうした。抽出物をろ紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過し、残渣をアセトニトリル50mLで洗い、同様にろ過した。ろ液を合わせアセトニトリルで200mLに定容した。この2mL（試料0.2g相当量）を取り、40℃以下の水浴中で減圧濃縮しアセトニトリルを留去した。

6.3. 多孔性ケイソウ土カラムによる精製

濃縮液に水を加え約4gとした後、塩化ナトリウムを0.5g及びアセトニトリルを0.5mL加え振り混ぜた。この液を多孔性ケイソウ土カラムに流下し5分間放置後、ヘキサン20mLで容器内を洗浄し多孔性ケイソウ土カラムに流下した。さらに、酢酸エチル50mLで同様の操作を繰り返し、全流出液を合わせ取り溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.4. ENVI-Carb/PSA積層ミニカラムによる精製

ENVI-Carb/PSA積層ミニカラムにアセトン及びヘキサン各5mLを順次流下し前処理した。残留物をアセトン／ヘキサン（10:90, v/v）10mLで溶解し積層ミニカラムに流下した。同様の操作を後2回繰り返し行った。次に、アセトン／ヘキサン（80:20, v/v）20mLを積層ミニカラムに流下した。全流出液を合わせ取り溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.5. 定量

残留物を適量のメタノールで溶解した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ・質量分析計に注入してピーク面積を求め、検量線よりエトフェンプロックスの重量を求め、試料中の残留濃度を算出した。

7. 定量限界値(LOQ)及び検出限界値(LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.0002	0.2	20	2	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	検出限界 (mg/kg)
0.0001	0.2	20	2	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防高知試料の各無処理試料（中長ナス2点、小ナス2点、米ナス2点）を用いて、定量限界相当（0.01mg/kg）及び1mg/kg添加濃度における回収試験を各6連分析で実施した。又実試料が1mg/kgを超えた試料については、各無処理試料を用いて2mg/kg添加濃度における回収試験を各2連分析（計8点）で追加実施した。なお、各無処理試料は2連分析し、全て定量限界未満であった。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)				平均回収率 (%)		RSDr (%)	
*	2.0	107	106	99	95	95		9.1	
		93	93	86	83				
日植防 高知	1.0	92	90	89	88	88	85	89	2.6
	0.01	101	98	84	83	77	67	85	15.1

*日植防茨城 中長ナス、丸ナス、水ナス及び日植防宮崎 大長ナス

9. 試料分析結果

9.1. 中長ナス（千両）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防茨城	S	散布直後	0.60	0.60	0.00	0.60	0.0
		1	0.94	0.92	0.02	0.93	1.9
		7	0.42	0.39	0.03	0.40	6.7
	標準	散布直後	0.97	0.97	0.00	0.97	0.0
		1	0.85	0.84	0.01	0.84	1.1
		3	0.77	0.74	0.03	0.76	3.5
		7	0.46	0.44	0.02	0.45	4.0
		14	0.10	0.08	0.02	0.09	19.8
	L	散布直後	0.94	0.93	0.01	0.94	0.9
		1	0.88	0.86	0.02	0.87	2.0

		7	0.47	0.46	0.01	0.46	1.9
		散布直後	0.42	0.41	0.01	0.42	2.1
	S	1	0.20	0.20	0.00	0.20	0.0
		7	0.13	0.12	0.01	0.12	7.4
		散布直後	0.23	0.20	0.03	0.22	12.1
		1	0.27	0.25	0.02	0.26	6.8
日植防高知	標準	3	0.26	0.23	0.03	0.24	11.1
		7	0.11	0.11	0.00	0.11	0.0
		14	0.03	0.03	0.00	0.03	0.0
		散布直後	0.30	0.26	0.04	0.28	12.7
	L	1	0.25	0.23	0.02	0.24	7.4
		7	0.11	0.10	0.01	0.10	8.1
		散布直後	0.29	0.28	0.01	0.28	3.2
	S	1	0.31	0.27	0.04	0.29	6.1
		7	0.06	0.05	0.01	0.06	14.8
		散布直後	0.40	0.35	0.05	0.38	11.7
		1	0.45	0.40	0.05	0.42	10.6
日植防宮崎	標準	3	0.26	0.25	0.01	0.26	3.4
		7	0.07	0.06	0.01	0.06	14.8
		14	0.03	0.03	0.00	0.03	0.0
		散布直後	0.36	0.33	0.03	0.34	7.9
	L	1	0.42	0.36	0.06	0.39	13.7
		7	0.09	0.07	0.02	0.08	22.3

9.2. 丸ナス（山形系梵天丸）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
		散布直後	0.83	0.78	0.05	0.80	5.6
日植防茨城	S	1	0.61	0.60	0.01	0.60	1.5
		7	0.21	0.21	0.00	0.21	0.0
		散布直後	0.88	0.87	0.01	0.88	1.0

標準	1	1.05	0.96	0.09	1.00	8.0
	3	0.40	0.35	0.05	0.38	11.7
	7	0.18	0.16	0.02	0.17	10.5
	14	0.03	0.02	0.01	0.02	44.5
L	散布直後	0.65	0.60	0.05	0.62	7.2
	1	0.76	0.71	0.05	0.74	6.0
	7	0.17	0.17	0.00	0.17	0.0

9.3.水ナス（絹皮水）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防茨城	S	散布直後	0.69	0.67	0.02	0.68	3.7
		1	0.64	0.56	0.08	0.60	11.9
		7	0.30	0.28	0.02	0.29	6.1
	標準	散布直後	0.80	0.71	0.09	0.76	10.5
		1	1.05	0.98	0.07	1.02	6.1
		3	0.68	0.65	0.03	0.66	4.0
		7	0.40	0.39	0.01	0.40	2.2
		14	0.13	0.12	0.01	0.12	7.4
	L	散布直後	0.89	0.81	0.08	0.85	8.4
		1	0.97	0.93	0.04	0.95	3.7
		7	0.44	0.43	0.01	0.44	2.0

9.4.小ナス（十市小ナス）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防高知	S	散布直後	0.24	0.24	0.00	0.24	0.0
		1	0.16	0.15	0.01	0.16	5.6
		7	0.15	0.14	0.01	0.14	6.4
	標準	散布直後	0.40	0.36	0.04	0.38	9.4
		1	0.22	0.19	0.03	0.20	13.4

	標準	3	0.25	0.23	0.02	0.24	7.4
		7	0.13	0.13	0.00	0.13	0.0
		14	0.03	0.01	0.02	0.02	89.0
	散布直後		0.37	0.36	0.01	0.36	2.5
	L	1	0.45	0.39	0.06	0.42	12.7
		7	0.10	0.09	0.01	0.10	8.9

9.5.米ナス（くろわし）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防高知	S	散布直後	0.29	0.28	0.01	0.28	3.2
		1	0.37	0.36	0.01	0.36	2.5
		7	0.12	0.11	0.01	0.12	7.4
		散布直後	0.25	0.24	0.01	0.24	3.7
		1	0.36	0.34	0.02	0.35	5.1
		3	0.25	0.23	0.02	0.24	7.4
	標準	7	0.09	0.07	0.02	0.08	22.3
		14	0.02	0.02	0.00	0.02	0.0
		散布直後	0.29	0.27	0.02	0.28	6.4
		1	0.34	0.33	0.01	0.34	2.6
		7	0.13	0.13	0.00	0.13	0.0

9.6.長ナス（筑陽）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
日植防宮崎	S	散布直後	0.56	0.52	0.04	0.54	6.6
		1	0.56	0.51	0.05	0.54	8.4
		7	0.14	0.14	0.00	0.14	0.0
	標準	散布直後	0.61	0.59	0.02	0.60	3.0
		1	0.66	0.63	0.03	0.64	4.2
		3	0.39	0.35	0.04	0.37	9.6

		7	0.19	0.18	0.01	0.18	4.9
		14	0.03	0.03	0.00	0.03	0.0
		散布直後	0.64	0.64	0.00	0.64	0.0
	L	1	0.54	0.51	0.03	0.52	5.1
		7	0.20	0.17	0.03	0.18	14.8

9.7.大長ナス（庄屋大長）

試料調製 場所	サイズ	経過日数 (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	R	平均値 (mg/kg)	RSDr (%)
		散布直後	0.82	0.75	0.07	0.78	8.0
	S	1	0.88	0.80	0.08	0.84	8.5
		7	0.11	0.09	0.02	0.10	17.8
		散布直後	0.95	0.91	0.04	0.93	3.8
		1	1.00	0.99	0.10	0.95	4.7
日植防宮崎	標準	3	0.90	0.80	0.10	0.85	10.5
		7	0.25	0.22	0.03	0.24	11.1
		14	0.10	0.09	0.01	0.10	8.9
		散布直後	1.17	1.05	0.12	1.11	2.4
	L	1	1.15	1.09	0.06	1.12	2.4
		7	0.38	0.36	0.02	0.37	4.8

各試料調製場所における無処理試料の分析結果は定量限界未満（＜0.01mg/kg）

10. 精度管理

「食品衛生検査施設等における検査等の業務の管理の実施について」（平成9年4月1日付け衛食第117号厚生省生活衛生局食品保健課長通知）に基づき、内部精度管理を行った。

管理基準：各圃場の実試料分析と保存安定性試験を行うごとに、各1検体の無処理試料及びエトフェンプロックス 0.1mg/kg添加試料（クオリティーコントロール試料）を分析した。その結果、下表に示すように問題は認められなかった。

又、2017年6月実施の食品衛生精度管理比較調査（一般財団法人食品薬品安全センター）におけるZスコアは全てZ<2であった。

分析日*	使用した圃場 (分析試料)	回収率 (%)	無処理区の分析値 (mg/kg)
2019/1/10	日植防高知 (千両)	104	< 0.01
1/11	日植防高知 (千両)	89	< 0.01
1/15	日植防高知 (十市小ナス)	95	< 0.01
1/16	日植防高知 (千両)	102	< 0.01
1/17	日植防高知 (十市小ナス)	94	< 0.01
1/21	日植防高知 (十市小ナス)	94	< 0.01
1/22	日植防高知 (くろわし)	103	< 0.01
1/23	日植防高知 (くろわし)	104	< 0.01
1/24	日植防宮崎 (千両)	99	< 0.01
1/25	日植防宮崎 (千両)	111	< 0.01
1/30	日植防宮崎 (筑陽)	90	< 0.01
1/31	日植防宮崎 (筑陽)	92	< 0.01
2/ 1	日植防宮崎 (庄屋大長)	113	< 0.01
2/ 4	日植防宮崎 (庄屋大長)	104	< 0.01
2/ 5	日植防宮崎 (庄屋大長)	89	< 0.01
2/ 6	日植防茨城 (千両)	120	< 0.01
2/ 7	日植防茨城 (千両)	118	< 0.01
2/ 8	日植防茨城 (山形系梵天丸)	112	< 0.01
2/12	日植防茨城 (山形系梵天丸)	111	< 0.01
2/13	日植防茨城 (絹皮水)	114	< 0.01
2/14	日植防茨城 (絹皮水)	95	< 0.01
2/15	日植防宮崎 (筑陽)	87	< 0.01
2/22	日植防茨城 (山形系梵天丸)	115	< 0.01
2/25	日植防高知_保存安定性 (千両, 十市小ナス, くろわし)	102, 109, 96	< 0.01
2/26	日植防宮崎_保存安定性 (千両, 筑陽, 庄屋大長)	97, 94, 96	< 0.01
2/27	日植防茨城_保存安定性 (千両, 山形系梵天丸, 絹皮水)	88, 115, 108	< 0.01

回収試料の添加濃度 : 0.1 mg/kg

*抽出日を記載

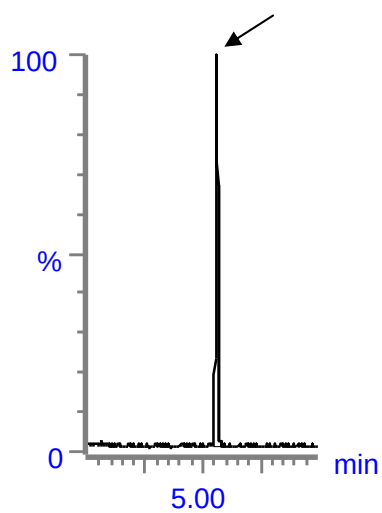
11. 保存安定性確認

均一化した各無処理試料にエトフェンプロックスを添加し，冷凍暗所（－20℃設定）に凍結保存した。一定期間保存した後，同様に分析して回収率を求め，保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

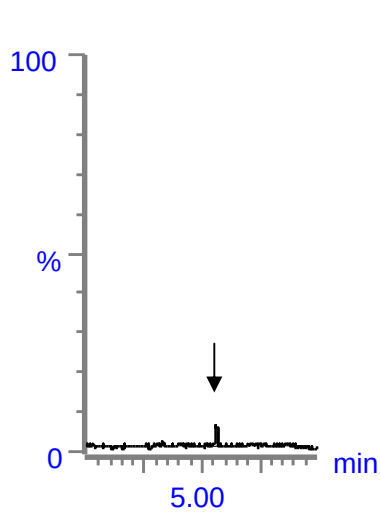
圃場名	供試品種	添加 濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	実試料 最長保管 日数	回収率 (%)		平均 回収率 (%)
日植防 茨城	千両	1	97	61	100	82	91
	山形系梵天丸	1	(2018/11/22-	63	102	75	89
	絹皮水	1	2019/2/27)	68	112	105	109
日植防 高知	千両	1	102	37	88	76	81
	十市小ナス	1	(2018/11/16-	43	96	73	82
	くろわし	1	2019/2/25)	49	93	90	92
日植防 宮崎	千両	1	97	51	70	70	70
	筑陽	1	(2018/11/21-	56	87	73	80
	庄屋大長	1	2019/2/26)	61	93	85	89

付図-1. エトフェンプロックスのクロマトグラム（代表例）

STD 0.004ng (—/2uL/—)

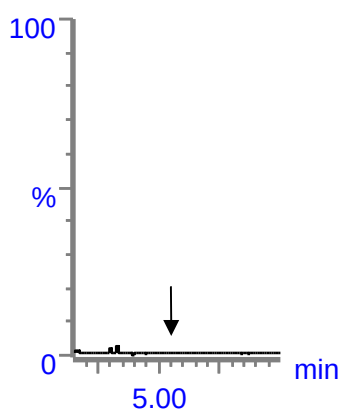


STD 0.0002ng (—/2uL/—)

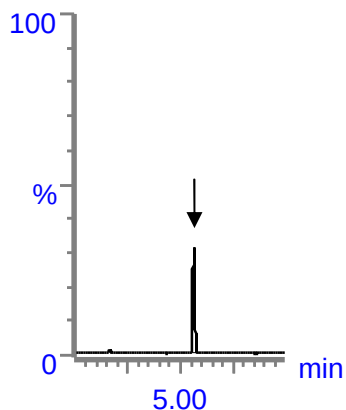


中長ナス／千両（日植防茨城）

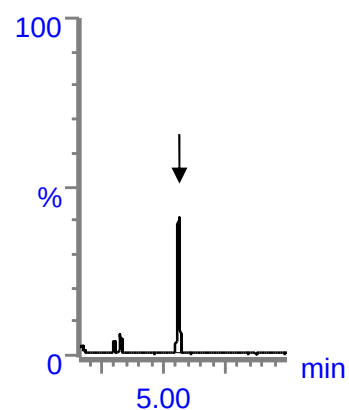
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



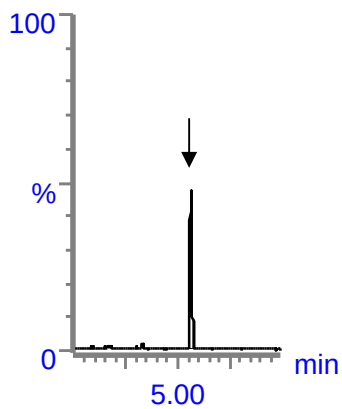
処理直後_S (200mL/2uL/0.2g)



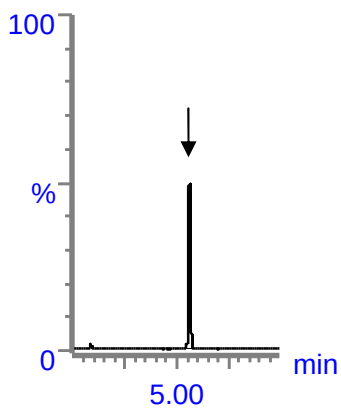
処理直後 (200mL/2uL/0.2g)



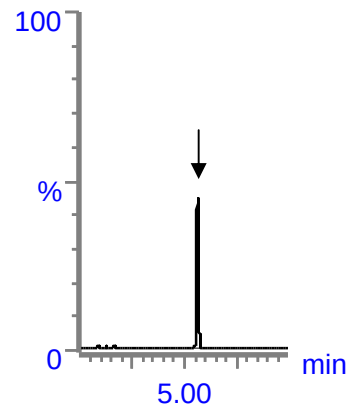
処理直後_L (200mL/2uL/0.2g)



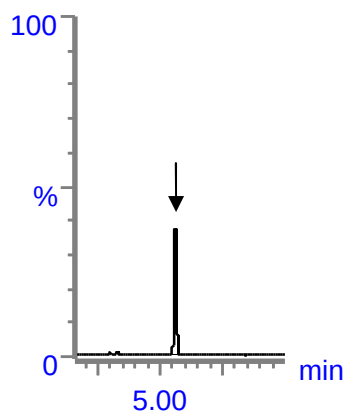
1日後_S (200mL/2uL/0.2g)



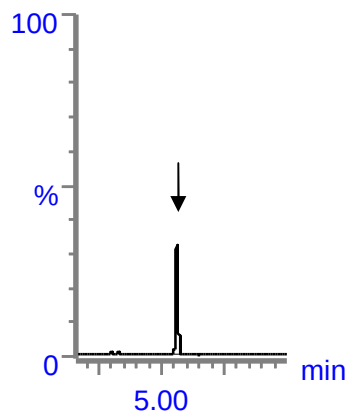
1日後 (200mL/2uL/0.2g)



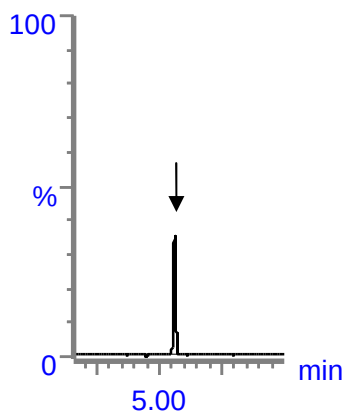
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



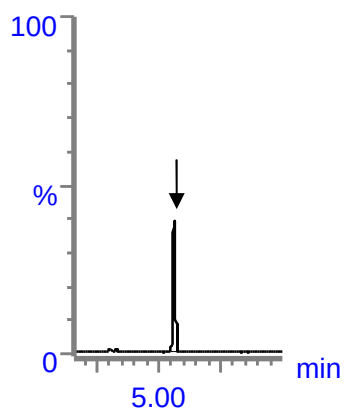
3日後 (200mL/2uL/0.2g)



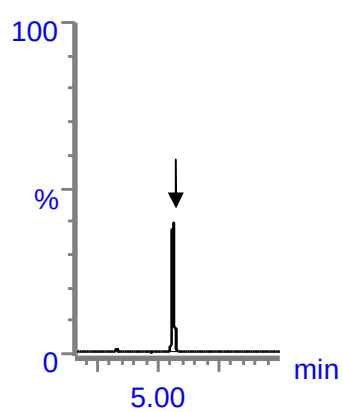
7日後_S (100mL/2uL/0.2g)



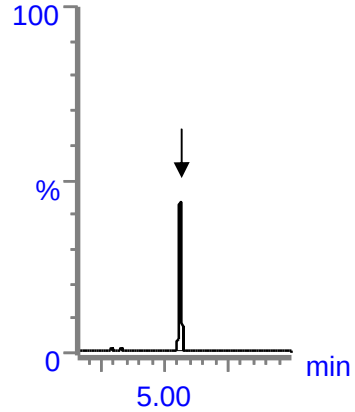
7日後 (100mL/2uL/0.2g)



7日後_L (100mL/2uL/0.2g)

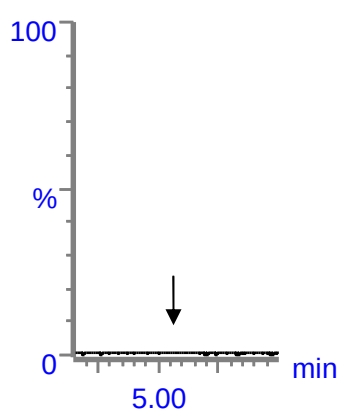


14日後_L (20mL/2uL/0.2g)

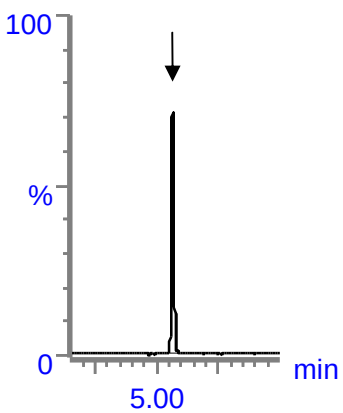


丸ナス／山形系梵天丸（日植防茨城）

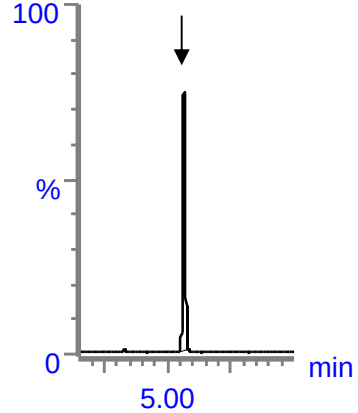
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



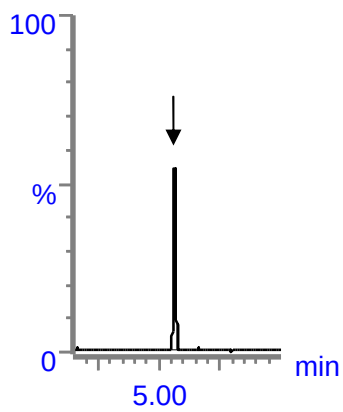
処理直後_S (100mL/2uL/0.2g)



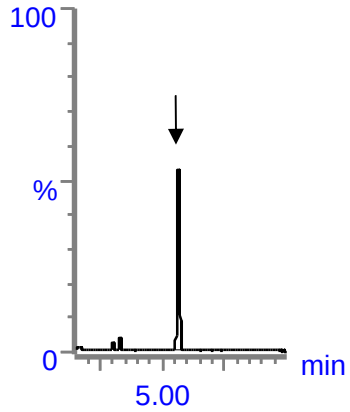
処理直後 (100mL/2uL/0.2g)



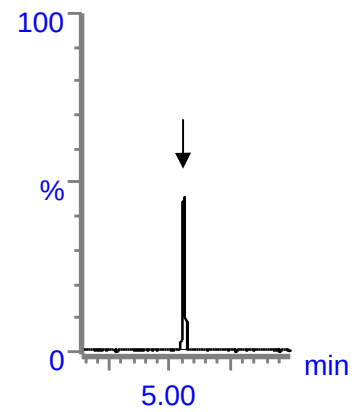
処理直後_L (100mL/2uL/0.2g)



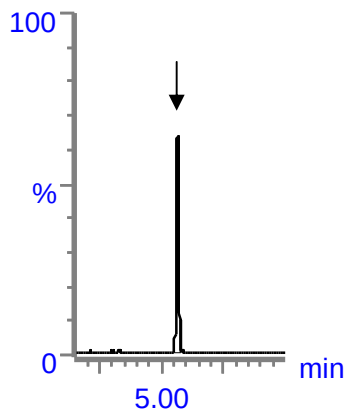
1日後_S (100mL/2uL/0.2g)



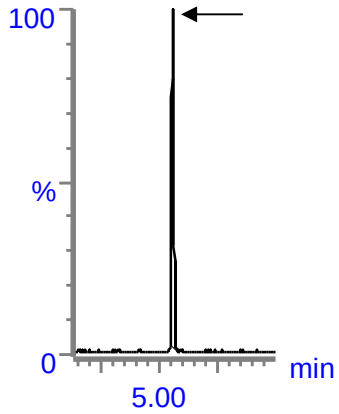
1日後 (100mL/2uL/0.2g)



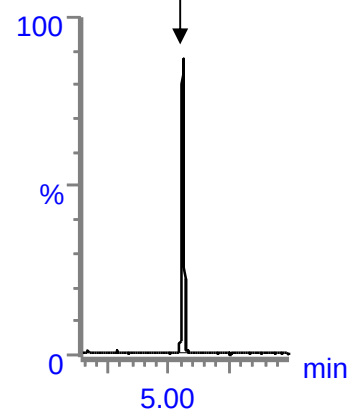
1日後_L (100mL/2uL/0.2g)



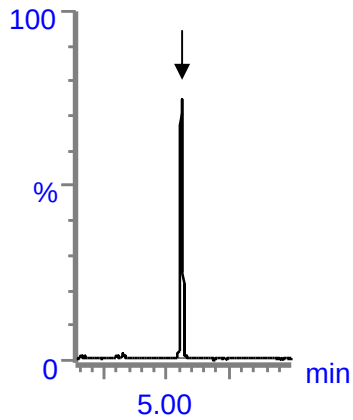
3日後 (20mL/2uL/0.2g)



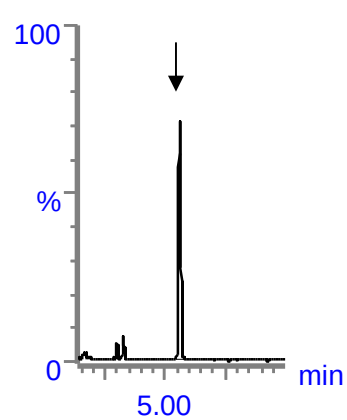
7日後_S (20mL/2uL/0.2g)



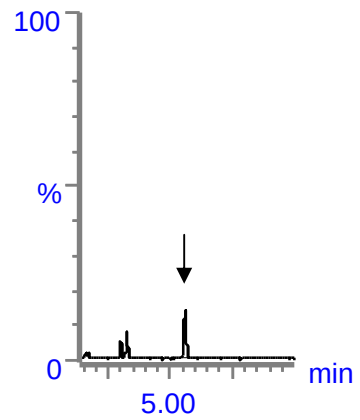
7日後 (20mL/2uL/0.2g)



7日後_L (20mL/2uL/0.2g)

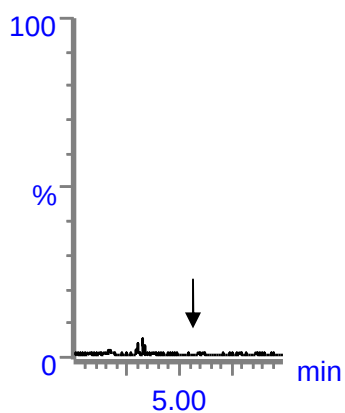


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

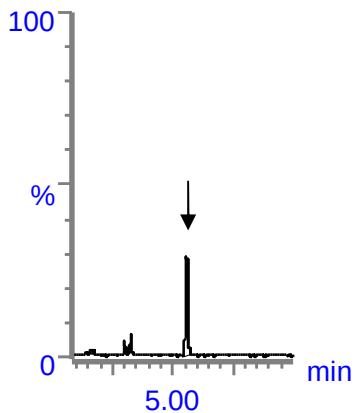


水ナス／絹皮水（日植防茨城）

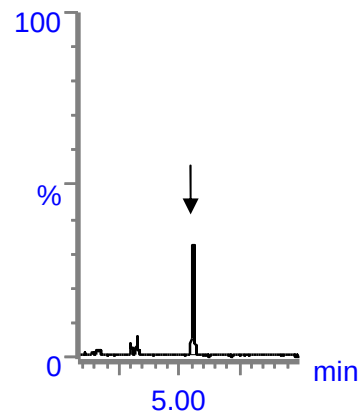
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



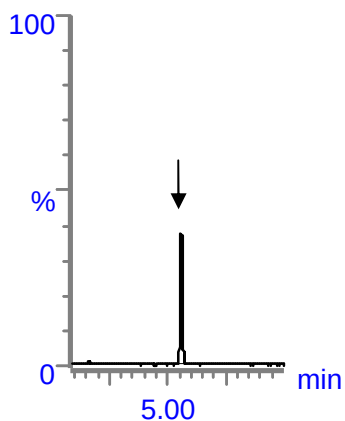
処理直後_S (200mL/2uL/0.2g)



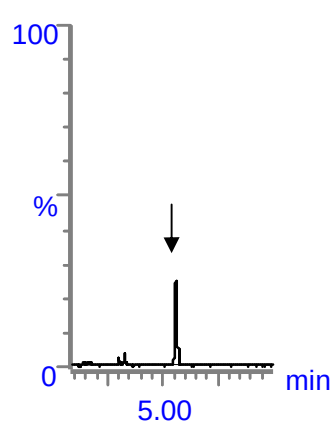
処理直後 (200mL/2uL/0.2g)



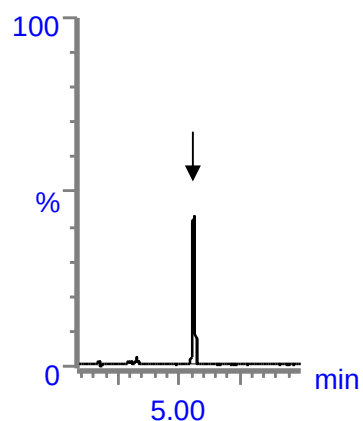
処理直後_L (200mL/2uL/0.2g)



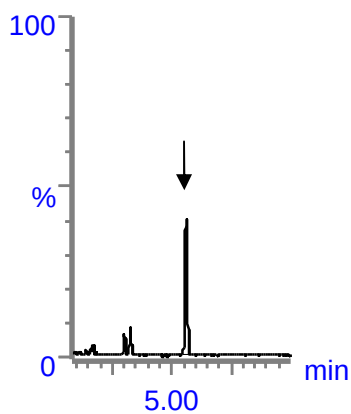
1日後_S (200mL/2uL/0.2g)



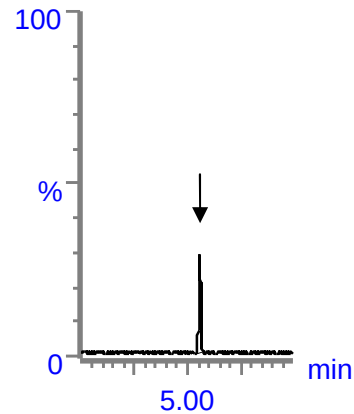
1日後 (200mL/2uL/0.2g)



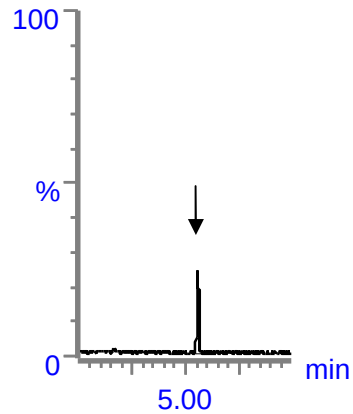
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



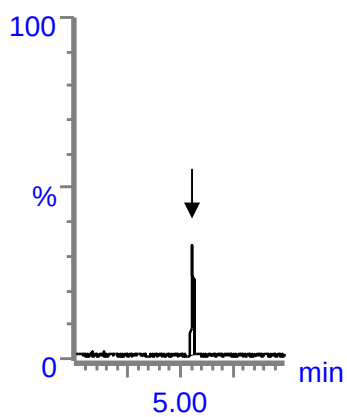
3日後 (200mL/2uL/0.2g)



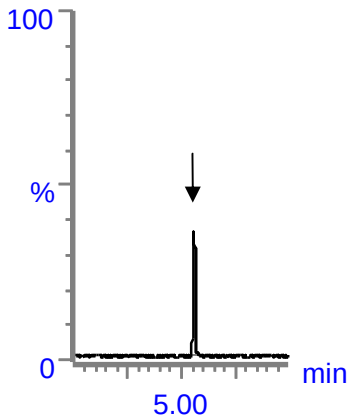
7日後_S (100mL/2uL/0.2g)



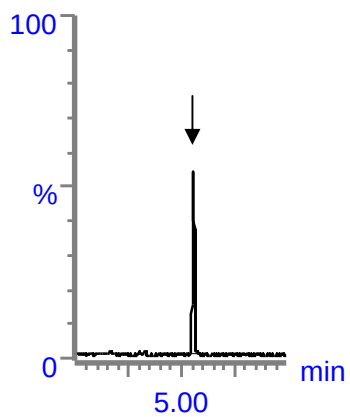
7日後 (100mL/2uL/0.2g)



7日後_L (100mL/2uL/0.2g)

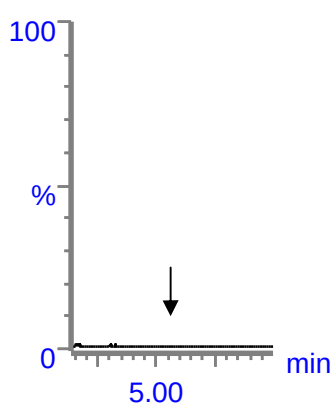


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

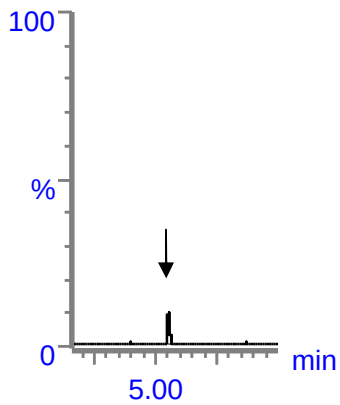


中長ナス／千両（日植防高知）

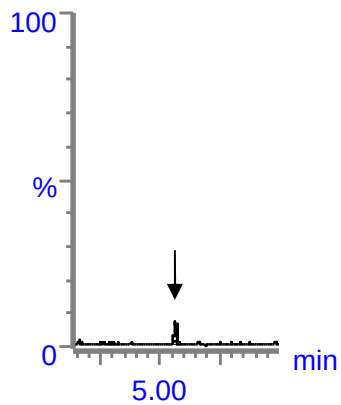
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



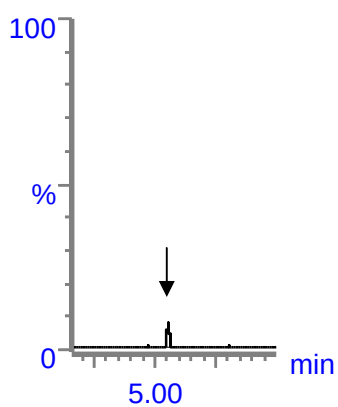
散布直後_S (400mL/2uL/0.2g)



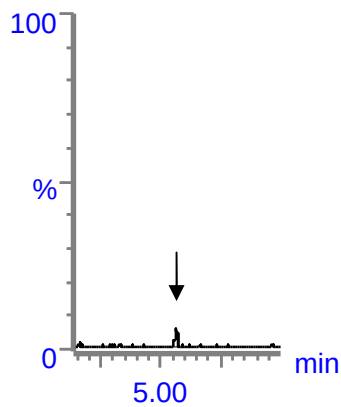
散布直後 (400mL/2uL/0.2g)



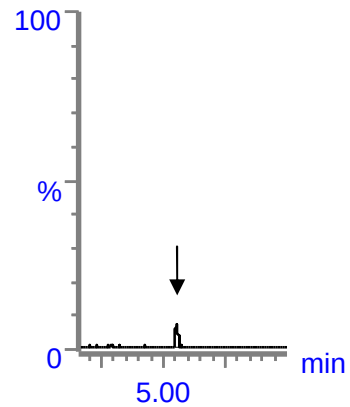
散布直後_L (400mL/2uL/0.2g)



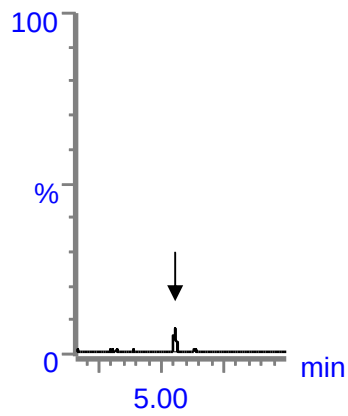
1日後_S (400mL/2uL/0.2g)



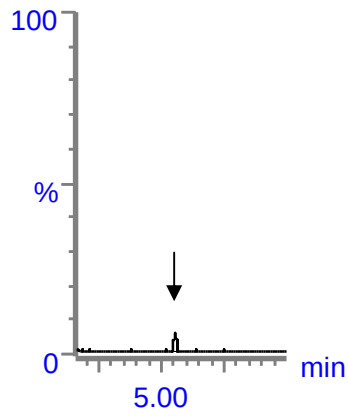
1日後 (400mL/2uL/0.2g)



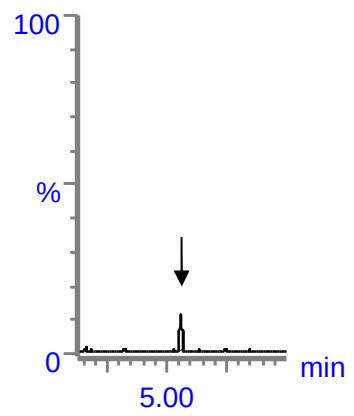
1日後_L (400mL/2uL/0.2g)



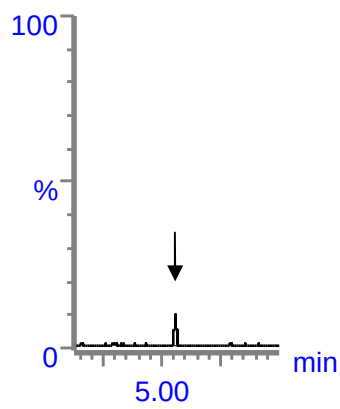
3日後 (400mL/2uL/0.2g)



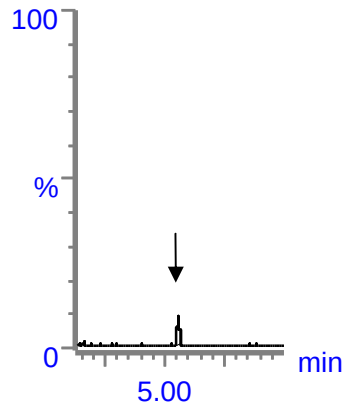
7日後_S (100mL/2uL/0.2g)



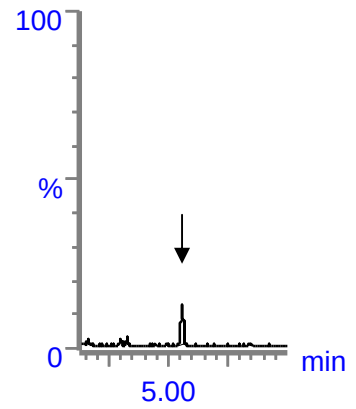
7日後 (100mL/2uL/0.2g)



7日後_L (100mL/2uL/0.2g)

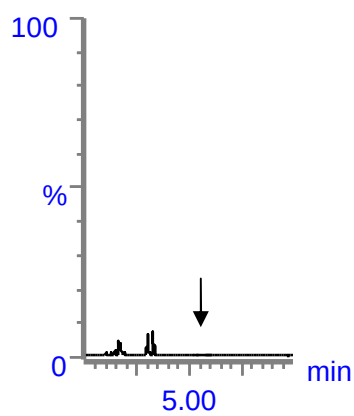


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

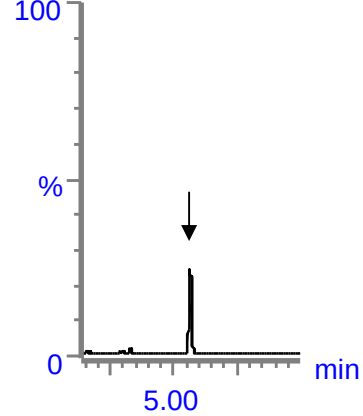


小ナス／十市小ナス（日植防高知）

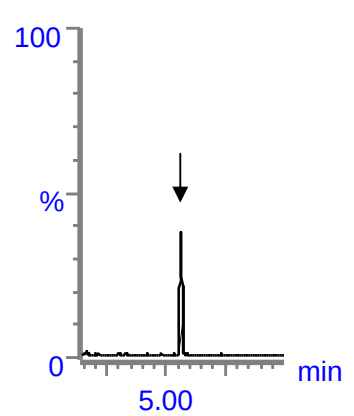
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



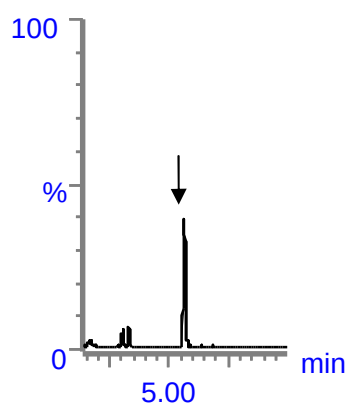
散布直後_S (100mL/2uL/0.2g)



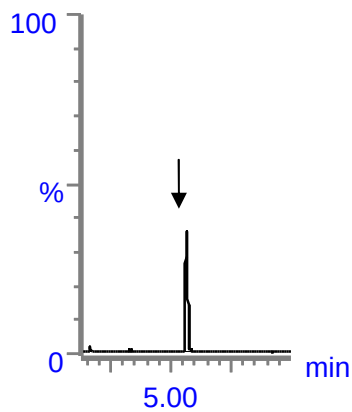
散布直後 (100mL/2uL/0.2g)



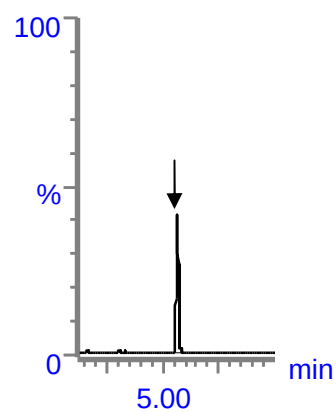
散布直後_L (100mL/2uL/0.2g)



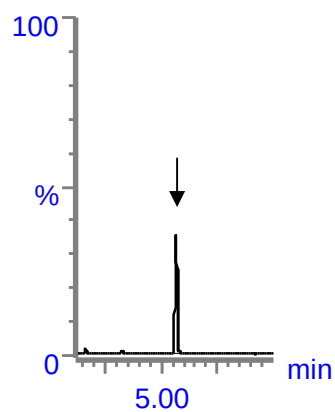
1日後_S (100mL/2uL/0.2g)



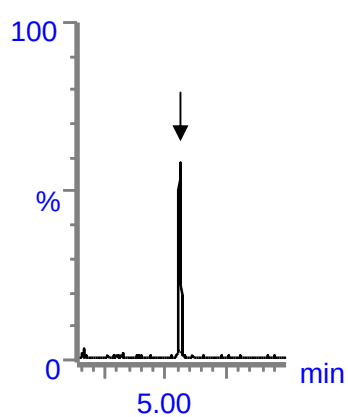
1日後 (100mL/2uL/0.2g)



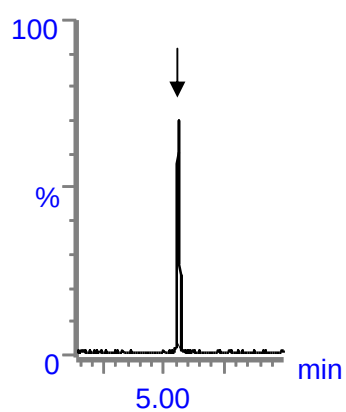
1日後_L (100mL/2uL/0.2g)



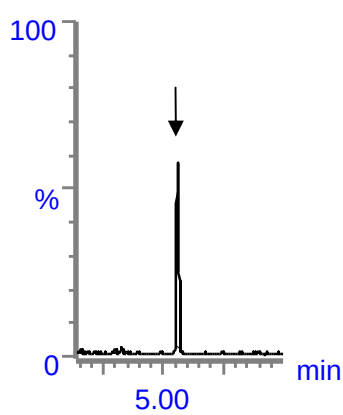
3日後 (40mL/2uL/0.2g)



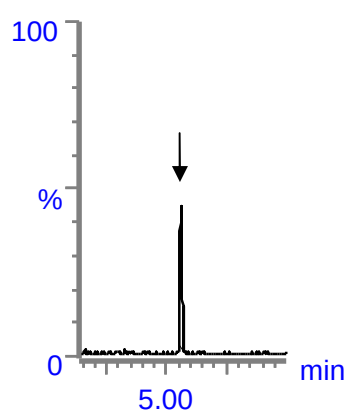
7日後_S (20mL/2uL/0.2g)



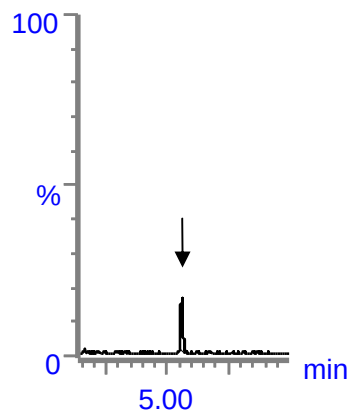
7日後 (20mL/2uL/0.2g)



7日後_L (20mL/2uL/0.2g)

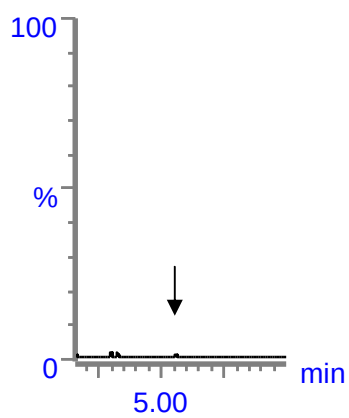


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

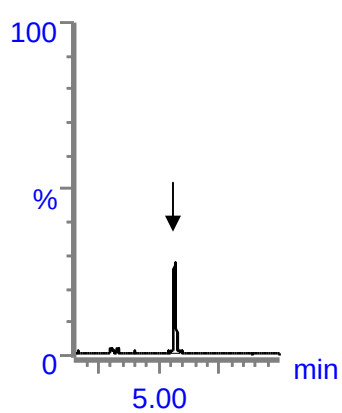


米ナス／くろわし（日植防高知）

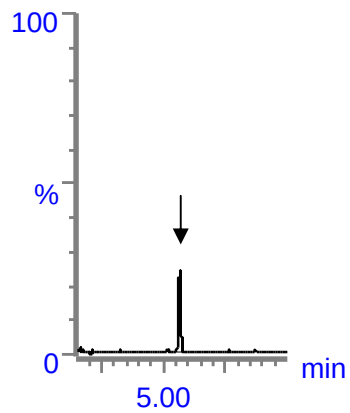
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



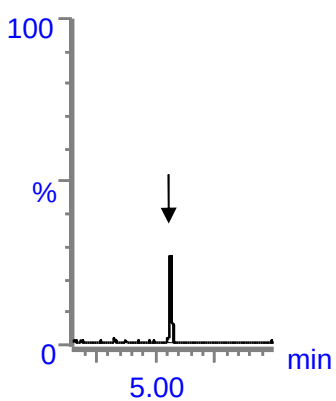
散布直後_S (100mL/2uL/0.2g)



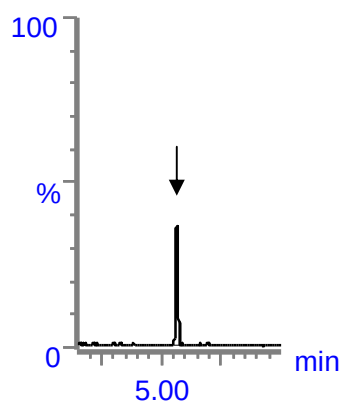
散布直後 (100mL/2uL/0.2g)



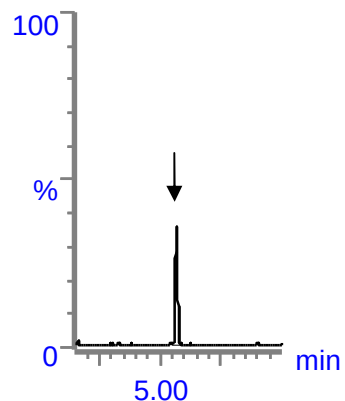
散布直後_L (100mL/2uL/0.2g)



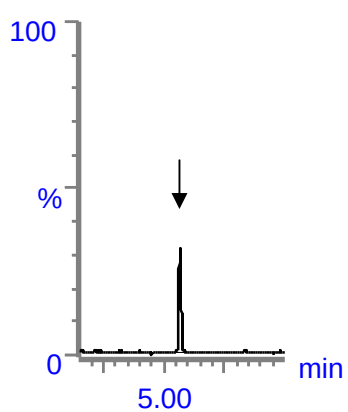
1日後_S (100mL/2uL/0.2g)



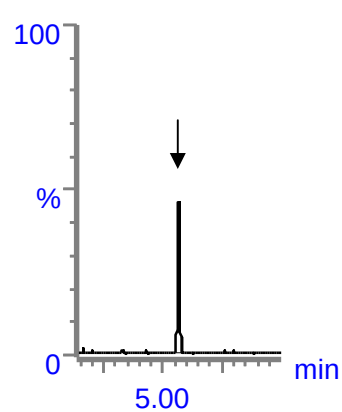
1日後 (100mL/2uL/0.2g)



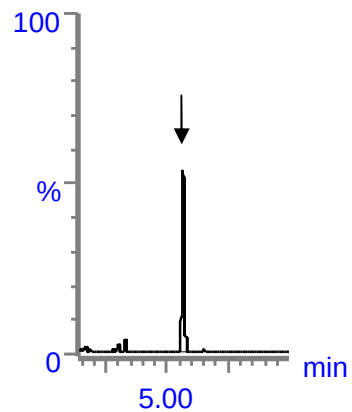
1日後_L (100mL/2uL/0.2g)



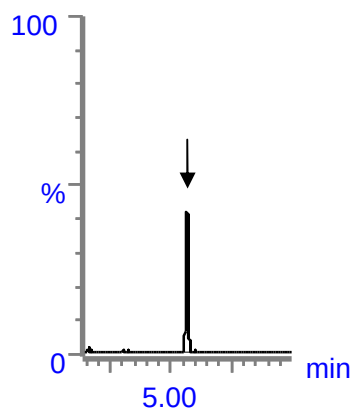
3日後 (50mL/2uL/0.2g)



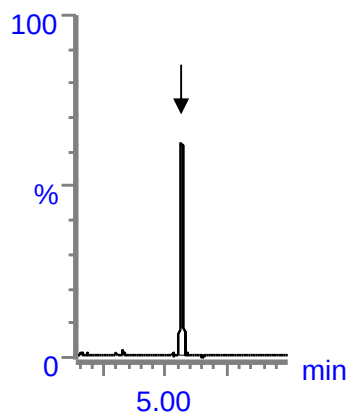
7日後_S (20mL/2uL/0.2g)



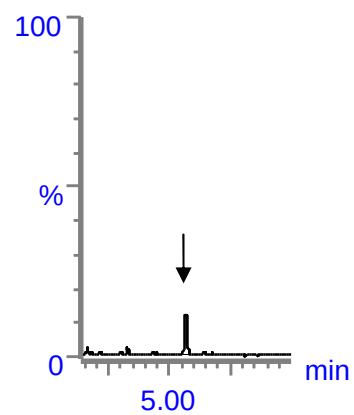
7日後 (20mL/2uL/0.2g)



7日後 (20mL/2uL/0.2g)

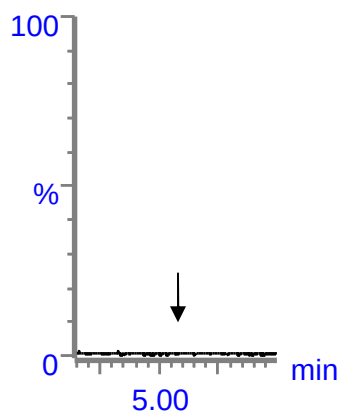


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

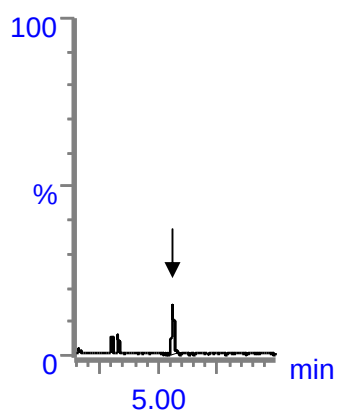


中長ナス／千両（日植防宮崎）

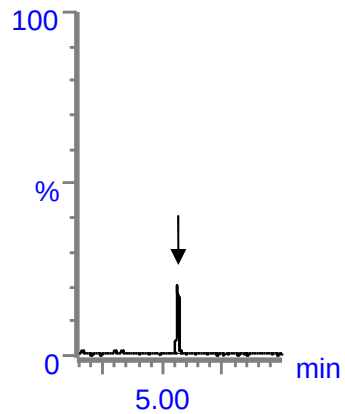
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



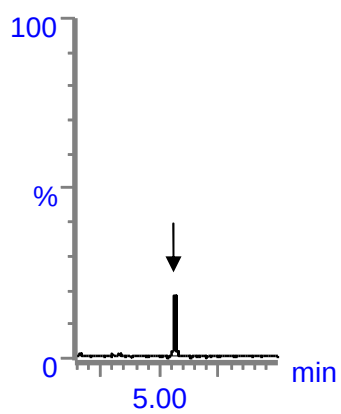
散布直後_S (200mL/2uL/0.2g)



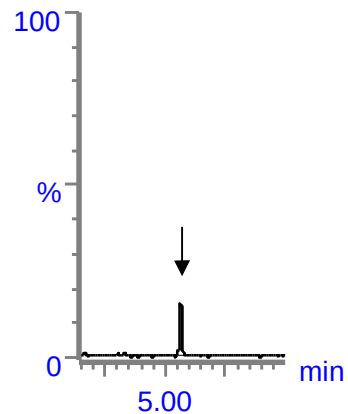
散布直後 (200mL/2uL/0.2g)



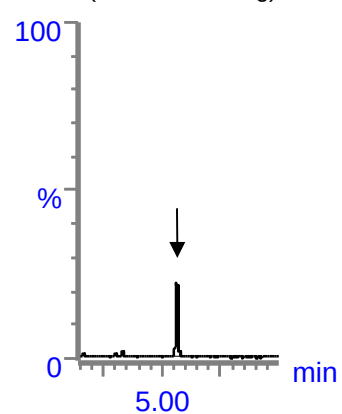
散布直後_L (200mL/2uL/0.2g)



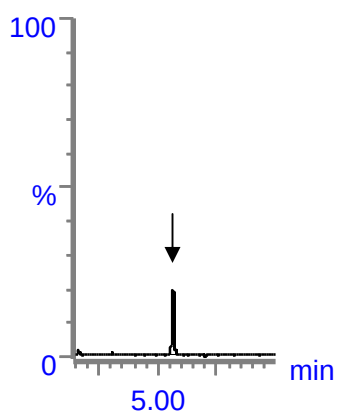
1日後_S (200mL/2uL/0.2g)



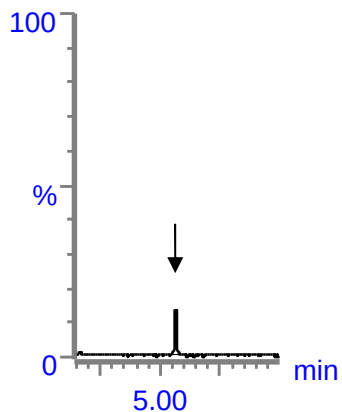
1日後 (200mL/2uL/0.2g)



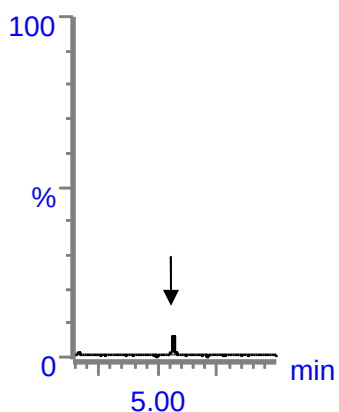
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



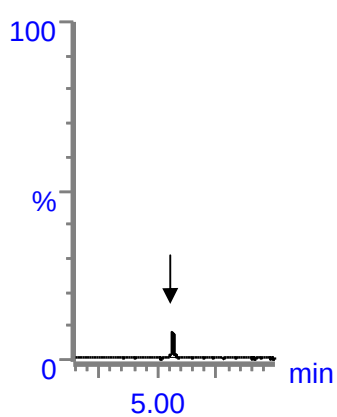
3日後 (200mL/2uL/0.2g)



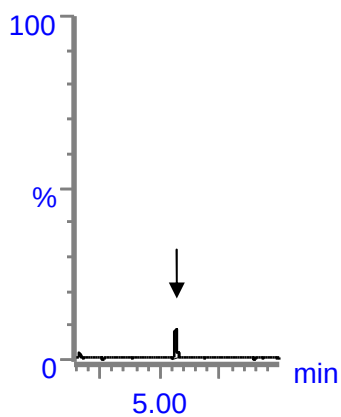
7日後_S (100mL/2uL/0.2g)



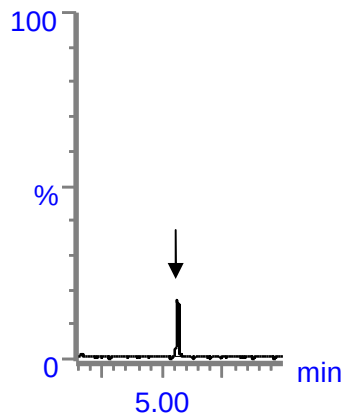
7日後 (100mL/2uL/0.2g)



7日後_L (100mL/2uL/0.2g)

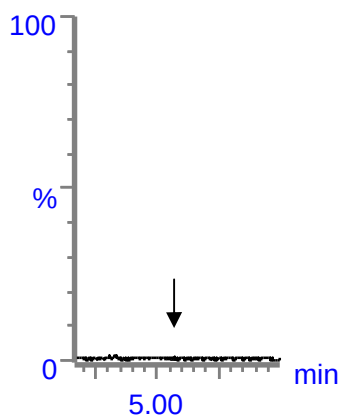


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

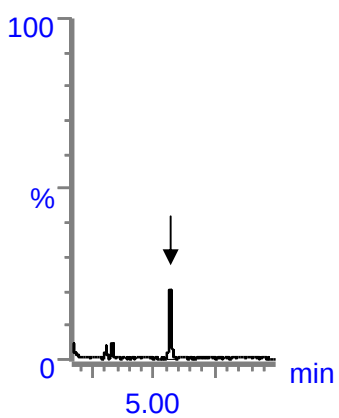


長ナス／筑陽（日植防宮崎）

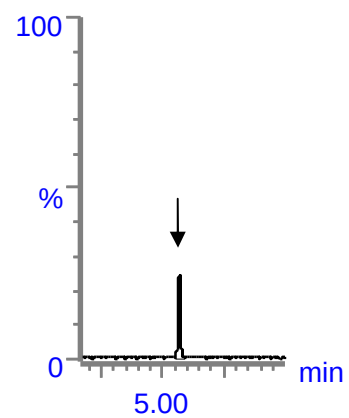
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



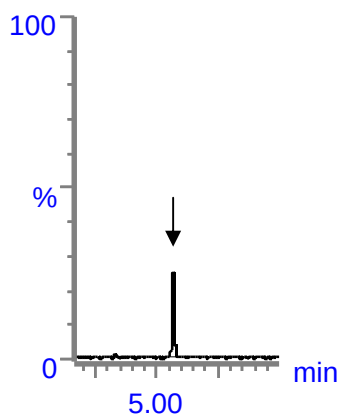
散布直後_S (200mL/2uL/0.2g)



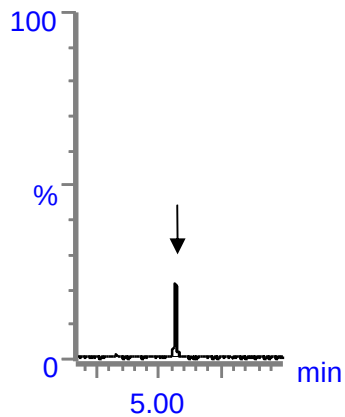
散布直後 (200mL/2uL/0.2g)



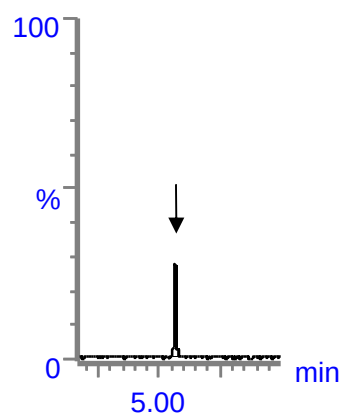
散布直後_L (200mL/2uL/0.2g)



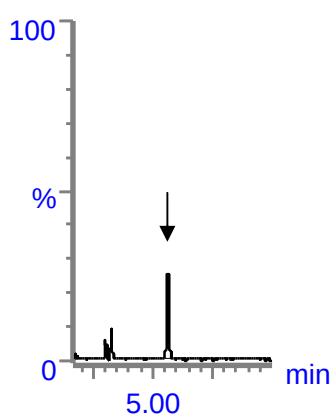
1日後_S (200mL/2uL/0.2g)



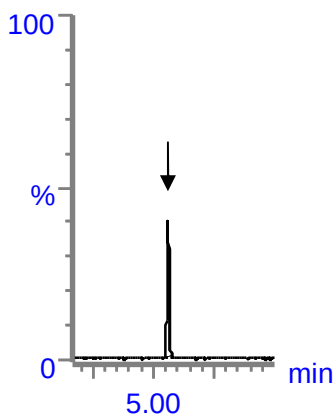
1日後 (200mL/2uL/0.2g)



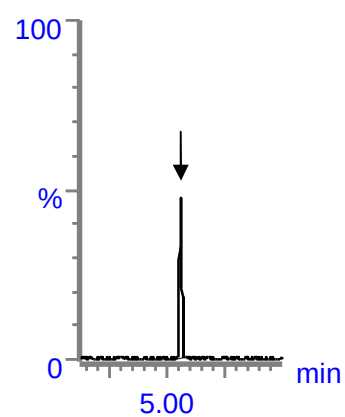
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



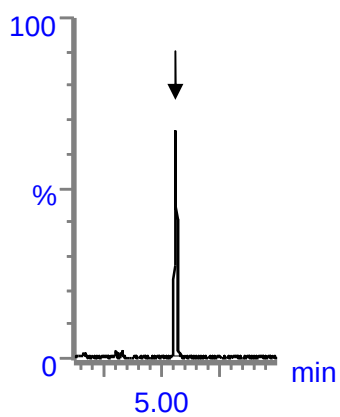
3日後 (100mL/2uL/0.2g)



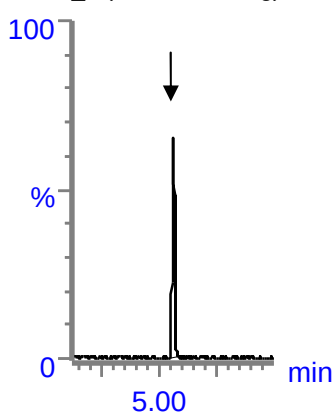
7日後_S (20mL/2uL/0.2g)



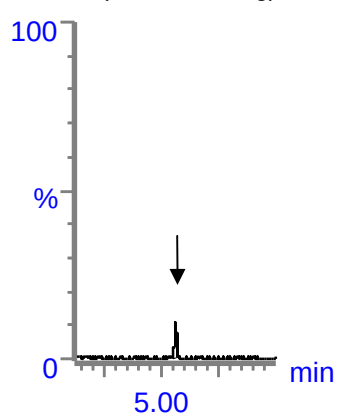
7日後 (20mL/2uL/0.2g)



7日後_L (20mL/2uL/0.2g)

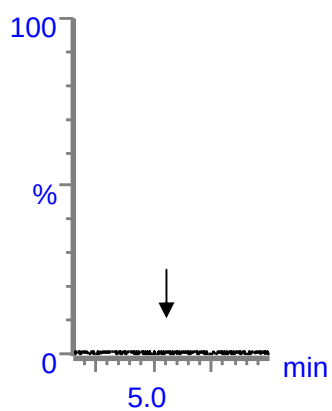


14日後 (20mL/2uL/0.2g)

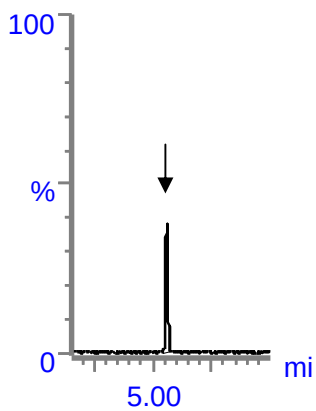


大長ナス／庄屋大長（日植防宮崎）

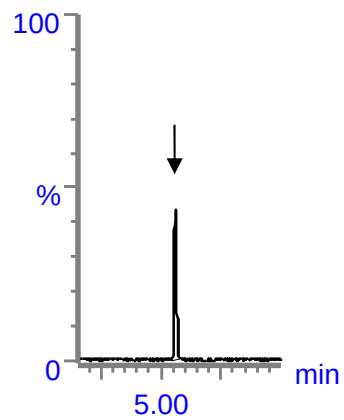
無処理 (20mL/2uL/0.2g)



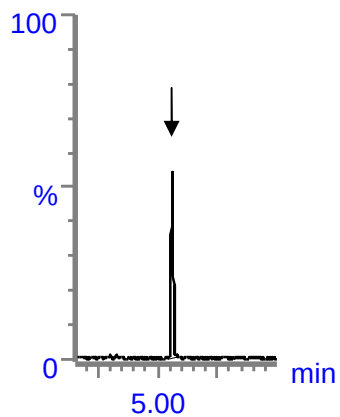
散布直後_S (200mL/2uL/0.2g)



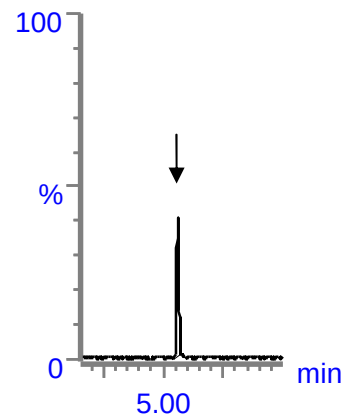
散布直後 (200mL/2uL/0.2g)



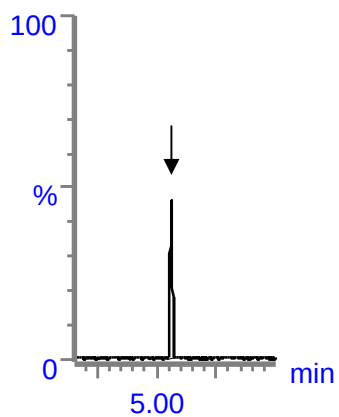
散布直後_L (200mL/2uL/0.2g)



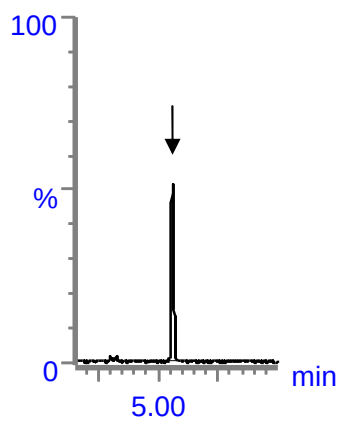
1日後_S (200mL/2uL/0.2g)



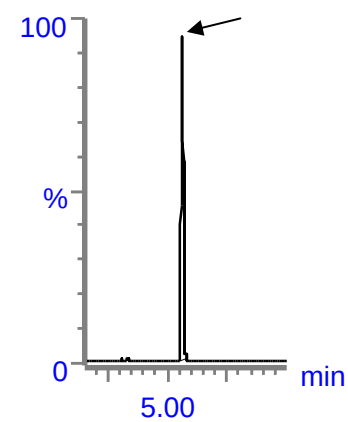
1日後 (200mL/2uL/0.2g)



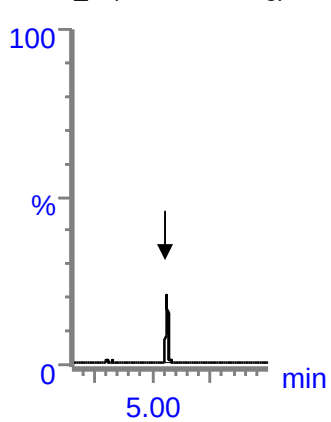
1日後_L (200mL/2uL/0.2g)



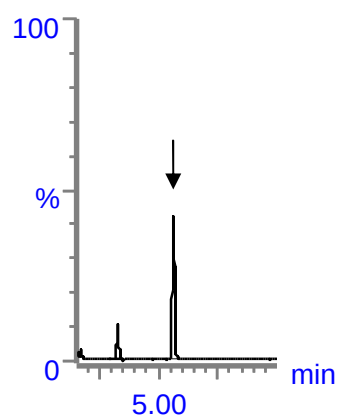
3日後 (100mL/2uL/0.2g)



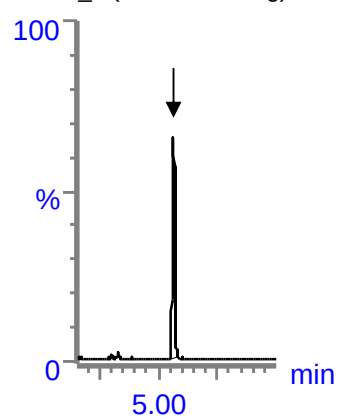
7日後_S (60mL/2uL/0.2g)



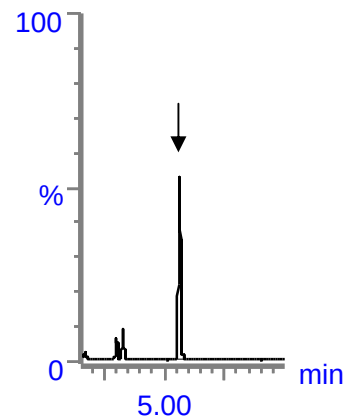
7日後 (60mL/2uL/0.2g)



7日後_L (60mL/2uL/0.2g)



14日後 (20mL/2uL/0.2g)



残留分析詳細④ 試料重量等，作物写真

1.作物写真

1-1. 中長ナス



茨城 無処理



茨城 処理直後__S



茨城 処理直後



茨城 処理直後__L



茨城 処理1日後__S



茨城 処理1日後



茨城 処理1日後__L



茨城 処理3日後



茨城 処理7日後__S



茨城 処理7日後



茨城 処理7日後__L



茨城 処理14日後



高知 無処理



高知 処理直後__S



高知 処理直後



高知 処理直後__L



高知 処理1日後__S



高知 処理1日後



高知 処理1日後__L



高知 処理3日後



高知 処理7日後__S



高知 処理7日後



高知 処理7日後__L



高知 処理14日後



宮崎 無処理



宮崎 処理直後__S



宮崎 処理直後



宮崎 処理直後__L



宮崎 処理1日後__S



宮崎 処理1日後



宮崎 処理1日後__L



宮崎 処理3日後



宮崎 処理7日後__S



宮崎 処理7日後



宮崎 処理7日後__L



宮崎 処理14日後

1-2. 丸ナス



茨城 無処理



茨城 処理直後__S



茨城 処理直後



茨城 処理直後__L



茨城 処理1日後__S



茨城 処理1日後



茨城 処理1日後__L



茨城 処理3日後



茨城 処理7日後__S



茨城 処理7日後



茨城 処理7日後__L



茨城 処理14日後