

付1 分析方法および結果の詳細

モベントフロアブル、カネマイトフロアブル

日本なし、かんきつ作物付着量調査

報 告 書

2023 年 11 月 29 日

株式会社**化学分析**コンサルタント

1. 試験委託者及び試験場所等

試験委託者

名 称： 一般社団法人日本植物防疫協会
所在地： 東京都北区中里二丁目 28 番 10 号

試料調製場所 1 【日本なし】

名 称： 公益社団法人福島県植物防疫協会 飯坂試験地

試料調製場所 2 【かんきつ】

名 称： 一般社団法人日本植物防疫協会 宮崎試験場

分析場所

名 称： 株式会社化学分析コンサルタント
所在地： 東京都板橋区舟渡 1-7-3
代表者： 佐藤 大祐

試験期間

分析開始日： 2023 年 8 月 8 日
分析終了日： 2023 年 9 月 27 日

2. 試験目的

スマート農業の進展に伴い新しい散布技術が開発され、希釈倍数や散布液量が多様化する傾向にあるが、殺虫剤や殺菌剤については、希釈倍数と散布液量によって使い方を定めて登録することとなっており、希釈倍数や散布液量を変更するごとに、新たなデータを作成し登録申請を行う必要があるため、新たな技術に速やかに対応できない場合がある。一方、単位面積当たりの使用薬量と散布液量によって使い方を定めることが出来れば、農薬の使用者は、用いる散布器具や機器に応じて、散布液量を柔軟に調製できるようになる。

このため、単位面積当たりの使用薬量と散布液量の組合せの違いが、薬効・薬害に影響するかどうかについての基礎データを収集し、単位面積当たりの仕様薬量と散布液量で規定する登録とした場合の評価に必要な薬効・薬害試験の検討・検証を行う。

3. 被験物質

1)スピロテトラマト

名称（一般名）：スピロテトラマト

商品名、コード番号：モベント

剤 型：フロアブル

2)アセキノシル

名称（一般名）：アセキノシル

商品名、コード番号：カネマイト

剤 型：フロアブル

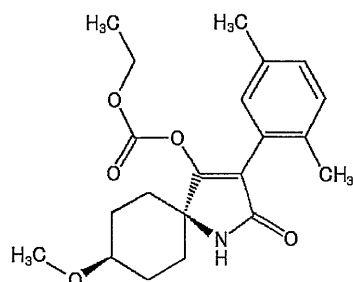
4. 分析対象物質

1)スピロテトラマト

スピロテトラマト

[物理的・化学的性質]

化学構造式：



化学名：シス-4-(エトキシカルボニルオキシ)-8-メトキシ-3-(2,5-キシリル)-1-アザスピロ

[4.5]デカ-3-エン-2-オン

分子量：373.45

外 観：淡ベージュ色・粉末及び無臭

融 点：142℃

蒸気圧： 5.6×10^{-9} Pa(20℃)、 1.5×10^{-8} Pa(25℃)、 1.5×10^{-6} Pa(50℃)

溶解度(20℃)：水 33.5mg/L (pH4)、29.9mg/L (pH7)、19.1mg/L (pH9)、
 エタノール 44g/L、n-ヘキサン 0.055g/L、トルエン 60g/L、
 ジクロロメタン>600g/L、アセトン 100～120g/L、酢酸エチル 67g/L

n-オクタノール/水分配係数：log Pow pH4 及び 7; 2.51、pH9; 2.50 (40℃)

加水分解性：pH4: $t_{1/2}$ = 32.5 日 (25℃) 及び 48 日 (20℃)

pH7: $t_{1/2}$ = 8.6 日 (25℃) 及び 13 日 (20℃)

pH9: $t_{1/2}$ = 7.6 時間 (25℃)

水中光分解性：0.01M 酢酸緩衝液: $t_{1/2}$ = 2.7 日 (光強度: 989.5W/m²、300～800nm、25±1℃)

自然水(滅菌河川水): $t_{1/2}$ = 0.19 日 (光強度: 700W/m²、300～800nm、25±1℃)

熱安定性：200-300℃において発熱分解

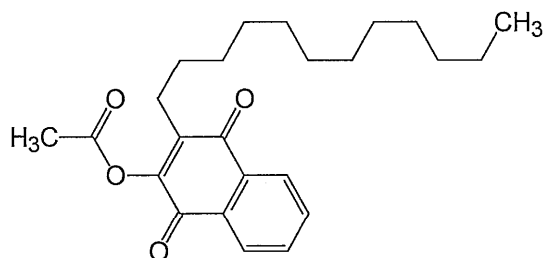
出典：農薬抄録(平成 26 年 9 月 1 日改訂版)より抜粋

2)アセキノシル

アセキノシル

[物理的・化学的性質]

化学構造式：



化学名：3-ドデシル-1,4-ジヒドロ-1,4-ジオキソ-2-ナフチル＝アセタート

分子量：384.5

外観：淡黄色、結晶性粉末、無臭

融点：59.6℃

沸点：測定不能

蒸気圧：1.69×10⁻⁶Pa (25℃)

解離定数：水に難溶のため測定不能

溶解性(20℃)：水; 6.7×10⁻³mg/L、アセトニトリル; 28g/L、アセトン; 220g/L、
 イソプロパノール; 29g/L、エタノール; 23g/L、オクタノール; 31g/L、
 キシレン; 730g/L、酢酸エチル; 290g/L、ジクロロメタン; 620g/L、
 ジメチルスルホキシド; 25g/L、ジメチルホルムアミド; 190g/L、
 トルエン; 450g/L、ヘキサン; 44g/L、メタノール; 7.8g/L

オクタノール/水分配係数(log Pow)：>6.2 (25℃)

土壌吸着性(Koc)：39,900～123,000

安定性：熱; 約 60℃で融解、その後 150℃まで吸熱・発熱変化なし

加水分解性半減期(25℃)：74日 (pH4)、53時間 (pH7)、76分 (pH9)

水中光分解性半減期(25℃、光強度 144.1W/m²、波長 200～800nm)；

14分(緩衝液)、12分(自然水)

出典：農薬ハンドブック2021年版

5. 標準品**1) スピロテトラマト**

名 称: スピロテトラマト

ロット番号: TPQ0534

純 度: 98.8%

入 手 先: 富士フイルム和光純薬㈱

受 領 日: 2023 年 7 月 20 日

有効期限: 2027 年 3 月 31 日

保存条件: 冷蔵暗所 (6℃以下)

2) アセキノシル

名 称: アセキノシル

ロット番号: APH6946

純 度: 98.3%

入 手 先: 富士フイルム和光純薬㈱

受 領 日: 2021 年 4 月 12 日

有効期限: 2023 年 10 月 31 日

保存条件: 冷蔵暗所 (6℃以下)

6. 分析試料

作 物 名: 日本なし、かんきつ

分析部位: 葉、果実

分析試料の保存条件: 冷凍暗所 (-20℃以下)

7. 試料識別

全ての試料は容器等表面に固有の識別番号を表示もしくは、試料識別対応表を用いて明確に識別した。分析場所で用いた試料調製場所の略称及び試料識別対応表を次表に示す。

試料調製場所の略称

分析場所で用いた略称	試料調製場所
福島植飯坂 (日本なし)	公益社団法人福島県植物防疫協会 飯坂試験地
日植防宮崎 (かんきつ)	一般社団法人日本植物防疫協会 宮崎試験場

試料識別対応表

スピロテトラマト(モベント)フロアブル

試験場所	分析部位	分析場所での 識別表示(略号)	試験区名	採取時期
福島植 飯坂 (日本なし)	葉	1回処理直後 (23NE008-X12)	1000倍 120L/10a	処理直後
		1回処理直後 (23NE008-X13)	2000倍 240L/10a	処理直後
		1回処理直後 (21NE008-X14)	4000倍 480L/10a	処理直後
		無処理区 (23NE008-X11)	無処理区	処理前
	果実	1回処理直後 (23NE008-Y12)	1000倍 120L/10a	処理直後
		1回処理直後 (23NE008-Y13)	2000倍 240L/10a	処理直後
		1回処理直後 (23NE008-Y14)	4000倍 480L/10a	処理直後
		無処理区 (23NE008-Y11)	無処理区	処理前

アセキノシル(カネマイト)フロアブル

試験場所	分析部位	分析場所での 識別表示(略号)	試験区名	採取時期
福島植 飯坂 (日本なし)	葉	1回処理直後 (23NE009-X12)	500倍 120L/10a	処理直後
		1回処理直後 (23NE009-X13)	1000倍 240L/10a	処理直後
		1回処理直後 (21NE009-X14)	2000倍 480L/10a	処理直後
		無処理区 (23NE009-X11)	無処理区	処理前
	果実	1回処理直後 (23NE009-Y12)	500倍 120L/10a	処理直後
		1回処理直後 (23NE009-Y13)	1000倍 240L/10a	処理直後
		1回処理直後 (23NE009-Y14)	2000倍 480L/10a	処理直後
		無処理区 (23NE009-Y11)	無処理区	処理前

スピロテトラマト(モメント)フロアブル

試験場所	分析 部位	分析場所での 識別表示(略号)	試験区名	採取時期
日 植 防 宮 崎 (かんきつ)	葉	1回処理直後 (23NE022-X102)	1000倍 200L/10a	処理直後
		1回処理 3日後 (23NE022-X103)		処理 3 日後
		1回処理 7日後 (23NE022-X104)		処理 7 日後
		1回処理直後 (23NE022-X105)	2000倍 400L/10a	処理直後
		1回処理 3日後 (23NE022-X106)		処理 3 日後
		1回処理 7日後 (23NE022-X107)		処理 7 日後
		1回処理直後 (23NE022-X108)	4000倍 700L/10a	処理直後
		1回処理 3日後 (23NE022-X109)		処理 3 日後
		1回処理 7日後 (23NE022-X110)		処理 7 日後
		無処理区 (23NE022-X101)	無処理区	処理前
	果実	1回処理直後 (23NE022-Y102)	1000倍 200L/10a	処理直後
		1回処理 3日後 (23NE022-Y103)		処理 3 日後
		1回処理 7日後 (23NE022-Y104)		処理 7 日後
		1回処理直後 (23NE022-Y105)	2000倍 400L/10a	処理直後
		1回処理 3日後 (23NE022-Y106)		処理 3 日後
		1回処理 7日後 (23NE022-Y107)		処理 7 日後
		1回処理直後 (23NE022-Y108)	4000倍 700L/10a	処理直後
		1回処理 3日後 (23NE022-Y109)		処理 3 日後
		1回処理 7日後 (23NE022-Y110)		処理 7 日後
		無処理区 (23NE022-Y101)	無処理区	処理前

アセキノシル(カネマイト)フロアブル

試験場所	分析部位	分析場所での 識別表示(略号)	試験区名	採取時期
日植防 宮崎 (かんきつ)	葉	1回処理直後 (23NE023-X102)	500倍 200L/10a	処理直後
		1回処理 3日後 (23NE023-X103)		処理 3 日後
		1回処理 7日後 (23NE023-X104)		処理 7 日後
		1回処理直後 (23NE023-X105)	1000倍 400L/10a	処理直後
		1回処理 3日後 (23NE023-X106)		処理 3 日後
		1回処理 7日後 (23NE023-X107)		処理 7 日後
		1回処理直後 (23NE023-X108)	2000倍 700L/10a	処理直後
		1回処理 3日後 (23NE023-X109)		処理 3 日後
		1回処理 7日後 (23NE023-X110)		処理 7 日後
		無処理区 (23NE023-X101)	無処理区	処理前
	果実	1回処理直後 (23NE023-Y102)	500倍 200L/10a	処理直後
		1回処理 3日後 (23NE023-Y103)		処理 3 日後
		1回処理 7日後 (23NE023-Y104)		処理 7 日後
		1回処理直後 (23NE023-Y105)	1000倍 400L/10a	処理直後
		1回処理 3日後 (23NE023-Y106)		処理 3 日後
		1回処理 7日後 (23NE023-Y107)		処理 7 日後
		1回処理直後 (23NE023-Y108)	2000倍 700L/10a	処理直後
		1回処理 3日後 (23NE023-Y109)		処理 3 日後
		1回処理 7日後 (23NE023-Y110)		処理 7 日後
		無処理区 (23NE023-Y101)	無処理区	処理前

8. 残留分析の実施方法

8-1. 試料調製

受領した葉試料の枚数、果実試料の個数を記録後、直ちに分析に供した。分析時、果実試料については内径の測定を行った。

8-2. 分析法

8-2-1. スピロテトラマト

1) 試薬及び機器

アセトン：試薬特級（富士フイルム和光純薬㈱）
 ぎ酸：試薬特級（富士フイルム和光純薬㈱）
 アセトニトリル：高速液体クロマトグラフィー用（富士フイルム和光純薬㈱）
 水：純水製造装置（メルク㈱ Milli-Q IQ 7003）で精製した水
 超音波器：シャープ㈱製 UT-105S
 ロータリーエバポレーター：東京理化器械㈱製 Type N-1
 高速液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS/MS）：LCMS-8050（㈱島津製作所製）
 ソフトウェア：LabSolutions（㈱島津製作所製）

2) 高速液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS/MS）の測定条件

①. 高速液体クロマトグラフの測定条件

カラム：Inertsil ODS-3（ジーエルサイエンス㈱）

内径 2.1mm、長さ 10cm、粒径 4 μ m

移動相：	時間(分)	0.1%ぎ酸溶液(%)	アセトニトリル(%)
	0.00	50	50
	6.50	50	50
	6.51	2	98
	13.00	2	98
	13.01	50	50
	22.00	50	50

流量：0.2mL/分

温度：カラムオープン 40℃、サンプルクーラ 15℃

注入量：1 μ L

保持時間：スピロテトラマト；約 6.0 分

②. 質量分析計の測定条件

イオン化法:	ESI	
極性:	Positive	
選択イオン:	プリカーサーイオン (Q1 Mass)	374.4 m/z
	プロダクトイオン (Q3 Mass)	216.1 m/z
ガス流量:	ネブライザーガス	3L/分
	ヒーティングガス	10L/分
	ドライイングガス	10L/分

電	圧:	インターフェイス	4kV
		Q1 PreBias	-13.0V
		コリジョン	-34.0V
		Q3 PreBias	-11.0V
温	度:	インターフェイス	300℃
		DL	250℃
		ヒートブロック	400℃
CID ガス圧力:			270kPa

3) 検量線の作成

スピロテトラマトの標準品 20.0mg (純度換算相当量) を正確に量りとり、アセトニトリルで溶解し、100mL に定容して 200mg/L 標準原液を調製した。この原液をアセトニトリルで希釈して 0.0005, 0.001, 0.005, 0.01, 0.015, 0.02mg/L の標準溶液を調製した。この各 1 μ L を前記 2) の測定条件に設定した高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC-MS/MS) に注入して、クロマトグラムを記録させた。重量 (ng) を横軸に、得られたピーク高さを縦軸にとり最小二乗法により検量線を作成した。

4) 分析操作

①-1. 葉からの抽出

葉を 1L 容トルビーカーに入れ、全ての葉が浸るまでアセトンを加えた。1 分間超音波抽出後、葉を 1 枚ずつ取り出し、アセトン 20mL で表面を洗浄した。洗液は 800mL 容ナス型フラスコに取った。全葉を同様にアセトンで洗浄し、全洗浄液及び 1L トールビーカーのアセトンを合わせ、ロータリーエバポレーター (水浴 40℃ 以下) を用いて減圧濃縮後 200mL 容メスフラスコに移し、アセトンを用いて定容した。定容液から 2mL 分取し、窒素気流下で乾固した。残留物は直ちにアセトニトリル 2mL に定容し、測定溶液とした。

①-2. 果実からの抽出

果実を日本なしは 5L 容ビーカー、かんきつは 3L ビーカーに 2~3 個ずつ並べ、果実が浸るまでアセトンを加えた。1 分間超音波抽出後、果実を 1 個ずつ取り出し、アセトン 20mL で表面を洗浄した。洗液は 800mL 容ナス型フラスコに取った。全果実を同様にビーカーで超音波抽出後、アセトンで洗浄を行った。全洗浄液及びビーカー (5L 又は 3L) のアセトンを合わせ、ロータリーエバポレーター (水浴 40℃ 以下) を用いて減圧濃縮後、200mL 容メスフラスコに移し、アセトンを用いて定容した。定容液から 2mL 分取し、窒素気流下で乾固した。残留物は直ちにアセトニトリル 2mL に定容し、測定溶液とした。

②. 定量

測定溶液は残留量に応じてアセトニトリルで希釈してその各 1 μ L を前記 2) の測定条件に設定した高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC-MS/MS) に注入してピーク高さを求め、検量線よりスピロテトラマトの重量を求め、試料中の各残留濃度を算出した。

尚、実験操作中を除く測定完了までの期間、測定溶液は冷蔵暗所に保存した。

8-2-2. アセキノシル

1) 試薬及び機器

アセトン：試薬特級（富士フイルム和光純薬㈱）
 酸：試薬特級（富士フイルム和光純薬㈱）
 アセトニトリル：高速液体クロマトグラフ用（富士フイルム和光純薬㈱）
 水：Milli-Q IQ 7003（メルク㈱）で精製した水
 超音波器：シャープ㈱製 UT-105S
 ロータリーエバポレーター：Type N-1（東京理化器械㈱製）
 高速液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS/MS）：
 HPLC ㈱島津製作所製 LC-30AD
 LC-MS/MS エービー・サイエックス社製 QTRAP 5500
 ソフトウェア：Analyst

2) 高速液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS/MS）の測定条件

①. 高速液体クロマトグラフの測定条件

カラム：InertCore C18
 内径2.1mm、長さ10cm、粒径2.4 μ m、ステンレス製
 移動相：0.1%酸溶液/アセトニトリル（20：80v/v）
 流量：0.2mL/分
 温度：カラムオーブン 40℃
 注入量：2 μ L
 保持時間：アセキノシル；約7.4分

②. 質量分析計（LC-MS/MS）の測定条件

イオン化法:	APCI
極性:	Negative
選択イオン:	Q1 Mass 384.1 m/z
	Q3 Mass 342.2 m/z
ガス流量:	Curtain Gas 20 psi
	Ion Source Gas 1 70 psi
	Temperature 300℃
	Collision Gas 10
	Interface Heater ON
電圧:	Declustering Potential -85 V
	Entrance Potential -10 V
	Collision Energy -24 V
	Collision Cell Exit Potential -21 V
電流:	Nebulizer Current -4 μ A

3) 検量線の作成

アセキノシルの標準品 20.0mg (純度換算相当量) を正確に量りとり、アセトニトリルで溶解し、100mL に定容して 200mg/L 標準原液を調製した。この原液をアセトニトリルで希釈して 0.0005, 0.001, 0.005, 0.01, 0.015, 0.02 mg/L の標準溶液を調製した。この各 2 μ L を前記 2) の測定条件に設定した高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC-MS/MS) に注入して、クロマトグラムを記録させた。重量 (ng) を横軸に、得られたピーク高さを縦軸にとり最小二乗法により検量線を作成した。

4) 分析操作

①-1. 葉からの抽出

葉を 1L 容トールビーカーに入れ、全ての葉が浸るまでアセトンを加えた。1 分間超音波抽出後、葉を 1 枚ずつ取り出し、アセトン 20mL で表面を洗浄した。洗液は 800mL 容ナス型フラスコに取った。全葉を同様にアセトンで洗浄し、全洗浄液及び 1L トールビーカーのアセトンを合わせ、ロータリーエバポレーター (水浴 40℃ 以下) を用いて減圧濃縮後 200mL 容メスフラスコに移し、アセトンを用いて定容した。定容液から 2mL 分取し、窒素気流下で乾固した。残留物は直ちにアセトニトリル 2mL に定容し、測定溶液とした。

①-2. 果実からの抽出

果実を日本なしは 5L 容ビーカー、かんきつは 3L ビーカーに 2~3 個ずつ並べ、果実が浸るまでアセトンを加えた。1 分間超音波抽出後、果実を 1 個ずつ取り出し、アセトン 20mL で表面を洗浄した。洗液は 800mL 容ナス型フラスコに取った。全果実を同様にビーカーで超音波抽出後、アセトンで洗浄を行った。全洗浄液及びビーカー (5L 又は 3L) のアセトンを合わせ、ロータリーエバポレーター (水浴 40℃ 以下) を用いて減圧濃縮後、200mL 容メスフラスコに移し、アセトンを用いて定容した。定容液から 2mL 分取し、窒素気流下で乾固した。残留物は直ちにアセトニトリル 2mL に定容し、測定溶液とした。

②. 定量

測定溶液は残留量に応じてアセトニトリルで希釈し、各 2 μ L を前記 2) の測定条件に設定した高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC-MS/MS) に注入してピーク高さを求めた。検量線よりアセキノシルの重量を求め、試料中の各残留濃度を算出した。

尚、実験操作中を除く測定完了までの期間、測定溶液は冷蔵暗所に保存した。

8-3. 定量限界及び検出限界

1) 定量限界

分析対象物質	定量限界相当量 (ng)	試料採取量	最終液量 (mL)	注入量 (μ L)	定量限界 (μ g/30 葉、20 果実)
スピロテトラマト	0.001	30 葉、20 果実	200	1	0.2

分析対象物質	定量限界相当量 (ng)	試料採取量	最終液量 (mL)	注入量 (μ L)	定量限界 (μ g/30 葉、20 果実)
アセキノシル	0.002	30 葉、20 果実	200	2	0.2

2) 検出限界

分析対象物質	最小検出量 (ng)	試料採取量	最終液量 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (μ g/30 葉、20 果実)
スピロテトラマト	0.0005	30 葉、20 果実	200	1	0.1

分析対象物質	最小検出量 (ng)	試料採取量	最終液量 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (μ g/30 葉、20 果実)
アセキノシル	0.001	30 葉、20 果実	200	2	0.1

8-4. 分析法の妥当性評価

1) スピロテトラマト

定量限界相当 (スピロテトラマト 0.05 μ g/8 葉、5 果実) 及びその 10000 倍 (スピロテトラマト 500 μ g/8 葉、5 果実) 添加試料による回収試験を行い、採用する分析法の妥当性を確認した。

2) アセキノシル

定量限界相当 (アセキノシル 0.05 μ g/8 葉、5 果実) 及びその 10000 倍 (アセキノシル 500 μ g/8 葉、5 果実) 添加試料による回収試験を行い、採用する分析法の妥当性を確認した。

8-5. 保存安定性

試料到着後直ちに分析を行ったため、保存安定性試験は実施しなかった。

8-6. 内部精度管理試料の分析

1) スピロテトラマト

実試料の分析に際しては、スピロテトラマト 2 μ g/30 葉、20 果実の添加試料 (内部精度管理試料) の併行分析を 1 検体行った。

2) アセキノシル

実試料の分析に際しては、アセキノシル 2 μ g/30 葉、20 果実の添加試料 (内部精度管理試料) の併行分析を 1 検体行った。

9. 結果及び考察

9-1. 残留分析結果

日本なし(葉、果実)及びかんきつ(葉、果実)試料中の残留濃度調査結果を表1に示す。

1) 日本なし

スピロテトラマトは少量散布区(1000倍 120L/10a)、通常散布区(2000倍 240L/10a)、多量散布区(4000倍 480L/10a)の3区について、アセキノシルは少量散布区(500倍 120L/10a)、通常散布区(1000倍 240L/10a)、多量散布区(2000倍 480L/10a)の3区について、葉及び果実の付着量を調査した。

スピロテトラマトは通常散布区が葉、果実とも高い値を示し、少量散布区が葉、果実とも低い値を示した。

アセキノシルは少量散布区が葉、果実とも高い値を示し、通常散布区が葉、果実とも低い値を示した。

2) かんきつ

スピロテトラマトは少量散布区(1000倍 200L/10a)、通常散布区(2000倍 400L/10a)、多量散布区(4000倍 700L/10a)の3区について、アセキノシルは少量散布区(500倍 200L/10a)、通常散布区(1000倍 400L/10a)、多量散布区(2000倍 700L/10a)の3区について、処理直後、3日後及び7日後の葉及び果実の付着量を調査した。

スピロテトラマトの葉は、各処理区において経過日数を追うごとに減衰傾向はみられるものの、果実は経過日数7日後の値が3日後に比べると高い値を示した。また、試験区の違いについては葉では少量散布区、果実では通常散布区に高い値を示した。

アセキノシルは、葉、果実ともに経過日数を追うごとに減衰傾向はみられた。また、試験区の違いについては葉では少量散布区、果実では通常散布区に高い値を示した。

9-2. 分析法の妥当性評価

1) 検量線の直線性

妥当性確認において作成した検量線の直線性は、スピロテトラマト 0.0005～0.02ng、アセキノシル 0.001～0.04ng(標準溶液の濃度として各 0.0005～0.02mg/L)の範囲で相関係数 0.999以上と良好であった(図 5-1、6-1、7-1、8-1 参照)。

2) 選択性

無処理区試料の分析結果は全て定量限界値未満(日本なし及びかんきつ<0.2μg/30 葉、20 果実)であり、それらのクロマトグラム上のスピロテトラマト、アセキノシル保持時間に妨害ピークは認められなかった(表 1 及び図 5-5、6-5、7-5、8-5 参照)。

3) 回収率

日本なし(葉、果実)及びかんきつ(葉、果実)の回収率の算出結果を表-2に示す。

全ての添加濃度において平均回収率及び併行相対標準偏差は良好であった。

回収率の規定値

濃度 (mg/kg)	回収率の平均 (%)	併行相対標準偏差 (RSDr, %)
0.001以下	50－120	35以下
0.001超～0.01以下	60－120	30以下
0.01超～0.1以下	70－120	20以下
0.1超～1.0以下	70－110	15以下
1.0超	70－110	10以下

9-3. 保存安定性の確認

試料到着後直ちに分析を行ったため、保存安定性試験は実施しなかった。

9-4. 精度管理の概要

内部精度管理試料の分析結果は、スピロテトラマト 75～96%、アセキノシル 91～109%であり、問題は認められなかった(表 3 参照)。

分析場所における外部精度管理情報は付表 3 に示す。

9-5. 検討事項

採用した分析法の葉試料のフローシートを図 1 に、果実試料のフローシートを図 2 に示す。通知試験法を考慮して検討を行い、アセトン抽出、定容分取後アセトニトリルで測定溶液とし、高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC-MS/MS) で定量した。その結果、良好な妥当性確認結果が得られたので、これを採用した。

スピロテトラマトのマススペクトルの一例を参考として図 3 に、アセキノシルのマススペクトルの一例を参考として図 4 に示す。

10. 予見することができなかった試験の信頼性に影響を及ぼす疑いのある事態及び試験計画書に従わなかったこと

試験期間中に予見することができなかった試験の信頼性に影響を及ぼす疑いのある事態は認められなかった。

11. 参考資料

食安発第 0124001 号 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知(平成 17 年 1 月 24 日)
別添 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
:スピロテトラマト試験法(農作物)、アセキノシル試験法(農産物)

12. 参考添付図表

[表]

- 表 1. 残留分析結果
- 表 2. 回収率の算出結果
- 表 3. 内部精度管理試料の分析結果

[図]

- 図 1. 葉の分析フローシート
- 図 2. 果実の分析フローシート
- 図 3. スピロテトラマトのマススペクトルの一例
- 図 4. アセキノシルのマススペクトルの一例
- 図 5. スピロテトラマト(日本なし)の検量線とクロマトグラムの一例
- 図 6. アセキノシル(日本なし)の検量線とクロマトグラムの一例
- 図 7. スピロテトラマト(かんきつ)の検量線とクロマトグラムの一例
- 図 8. アセキノシル(かんきつ)の検量線とクロマトグラムの一例

[付表]

- 付表 1. 試料内径表
- 付表 2. 作物写真
- 付表 3. 外部精度管理

表 1. 残留分析結果

表 1-1. スピロテトラマト(日本なし)

試料調製 場所	分析 部位	希釈倍数 散布液量	処理回数 経過日数	分析値 (μg) [※]	試料到着 年月日	試料分析 年月日	保存 日数
福島植 飯坂	葉	—	無 処 理 区	<0.2	2023/8/8	2023/8/8	0
		1000 倍 120L/10a	1 回処理 直後	815	2023/8/8	2023/8/8	0
		2000 倍 240L/10a	1 回処理 直後	1630	2023/8/8	2023/8/8	0
		4000 倍 480L/10a	1 回処理 直後	917	2023/8/8	2023/8/8	0
	果実	—	無 処 理 区	<0.2	2023/8/8	2023/8/8	0
		1000 倍 120L/10a	1 回処理 直後	851	2023/8/8	2023/8/8	0
		2000 倍 240L/10a	1 回処理 直後	1690	2023/8/8	2023/8/8	0
		4000 倍 480L/10a	1 回処理 直後	1020	2023/8/8	2023/8/8	0

表 1-2. アセキノシル(日本なし)

試料調製 場所	分析 部位	希釈倍数 散布液量	処理回数 経過日数	分析値 (μg) [※]	試料到着 年月日	試料分析 年月日	保存 日数
福島植 飯坂	葉	—	無 処 理 区	<0.2	2023/8/8	2023/8/8	0
		500 倍 120L/10a	1 回処理 直後	1330	2023/8/8	2023/8/8	0
		1000 倍 240L/10a	1 回処理 直後	994	2023/8/8	2023/8/8	0
		2000 倍 480L/10a	1 回処理 直後	1110	2023/8/8	2023/8/8	0
	果実	—	無 処 理 区	<0.2	2023/8/8	2023/8/8	0
		500 倍 120L/10a	1 回処理 直後	1480	2023/8/8	2023/8/8	0
		1000 倍 240L/10a	1 回処理 直後	848	2023/8/8	2023/8/8	0
		2000 倍 480L/10a	1 回処理 直後	1100	2023/8/8	2023/8/8	0

※ $\mu\text{g}/30$ 葉、20 果実

表 1-3. スピロテトラマト(かんきつ)

試料調製 場所	分析 部位	希釈倍数 散布液量	処理回数 経過日数	分析値 (μg)※	試料到着 年月日	試料分析 年月日	保存 日数
日植防 宮崎	葉	—	無 処 理 区	<0.2	2023/9/16	2023/9/16	0
			1 回処理 直後	1450	2023/9/17	2023/9/17	0
		1000 倍 200L/10a	1 回処理 3 日後	135	2023/9/20	2023/9/20	0
			1 回処理 7 日後	90.4	2023/9/24	2023/9/24	0
			1 回処理 直後	1110	2023/9/17	2023/9/17	0
		2000 倍 400L/10a	1 回処理 3 日後	147	2023/9/20	2023/9/20	0
			1 回処理 7 日後	136	2023/9/24	2023/9/24	0
			1 回処理 直後	628	2023/9/17	2023/9/17	0
		4000 倍 700L/10a	1 回処理 3 日後	97.7	2023/9/20	2023/9/20	0
			1 回処理 7 日後	70.3	2023/9/24	2023/9/24	0
		—	無 処 理 区	<0.2	2023/9/16	2023/9/16	0
			1 回処理 直後	413	2023/9/17	2023/9/17	0
	果実	1000 倍 200L/10a	1 回処理 3 日後	62.4	2023/9/20	2023/9/20	0
			1 回処理 7 日後	82.8	2023/9/24	2023/9/24	0
			1 回処理 直後	493	2023/9/17	2023/9/17	0
		2000 倍 400L/10a	1 回処理 3 日後	98.5	2023/9/20	2023/9/20	0
			1 回処理 7 日後	109	2023/9/24	2023/9/24	0
			1 回処理 直後	296	2023/9/17	2023/9/17	0
		4000 倍 700L/10a	1 回処理 3 日後	49.6	2023/9/20	2023/9/20	0
			1 回処理 7 日後	56.0	2023/9/24	2023/9/24	0

※ $\mu\text{g}/30$ 葉、20 果実

表 1-4. アセキノシル(かんきつ)

試料調製 場所	分析 部位	希釈倍数 散布液量	処理回数 経過日数	分析値 (μg) [*]	試料到着 年月日	試料分析 年月日	保存 日数
日植防 宮崎	葉	—	無 処 理 区	<0.2	2023/9/16	2023/9/16	0
			1 回処理 直後	2030	2023/9/17	2023/9/17	0
		500 倍 200L/10a	1 回処理 3 日後	1350	2023/9/20	2023/9/20	0
			1 回処理 7 日後	556	2023/9/24	2023/9/24	0
			1 回処理 直後	1200	2023/9/17	2023/9/17	0
		1000 倍 400L/10a	1 回処理 3 日後	868	2023/9/20	2023/9/20	0
			1 回処理 7 日後	779	2023/9/24	2023/9/24	0
			1 回処理 直後	1100	2023/9/17	2023/9/17	0
		2000 倍 700L/10a	1 回処理 3 日後	519	2023/9/20	2023/9/20	0
			1 回処理 7 日後	338	2023/9/24	2023/9/24	0
		—	無 処 理 区	<0.2	2023/9/16	2023/9/16	0
			1 回処理 直後	648	2023/9/17	2023/9/17	0
	果実	500 倍 200L/10a	1 回処理 3 日後	416	2023/9/20	2023/9/20	0
			1 回処理 7 日後	201	2023/9/24	2023/9/24	0
			1 回処理 直後	679	2023/9/17	2023/9/17	0
		1000 倍 400L/10a	1 回処理 3 日後	494	2023/9/20	2023/9/20	0
			1 回処理 7 日後	108	2023/9/24	2023/9/24	0
			1 回処理 直後	498	2023/9/17	2023/9/17	0
		2000 倍 700L/10a	1 回処理 3 日後	185	2023/9/20	2023/9/20	0
			1 回処理 7 日後	144	2023/9/24	2023/9/24	0

※ $\mu\text{g}/30$ 葉、20 果実

表 2. 回収率の算出結果

表 2-1 スピロテトラマト(日本なし)

分析対象物質	試料調製場所	分析部位	添加濃度(μg)	回収率(%)			平均回収率(%)	併行相対標準偏差(RSDr,%)
スピロテトラマト	福島植飯坂	葉	0.05	81	79	76	79	3.2
			500	93	92	82	89	6.8
		果実	0.05	89	85	82	85	4.1
			500	94	92	89	92	2.7

表 2-2 アセキノシル(日本なし)

分析対象物質	試料調製場所	分析部位	添加濃度(μg)	回収率(%)			平均回収率(%)	併行相対標準偏差(RSDr,%)
アセキノシル	福島植飯坂	葉	0.05	109	108	96	104	7.0
			500	92	92	91	92	0.6
		果実	0.05	104	104	99	102	2.8
			500	101	99	98	99	1.5

表 2-3 スピロテトラマト(かんきつ)

分析対象物質	試料調製場所	分析部位	添加濃度(μg)	回収率(%)			平均回収率(%)	併行相対標準偏差(RSDr,%)
スピロテトラマト	日植防宮崎	葉	0.05	98	98	97	98	0.6
			1000	86	86	84	85	1.4
		果実	0.05	94	90	90	91	2.5
			400	87	85	83	85	2.4

表 2-4 アセキノシル(かんきつ)

分析対象物質	試料調製場所	分析部位	添加濃度(μg)	回収率(%)			平均回収率(%)	併行相対標準偏差(RSDr,%)
アセキノシル	日植防宮崎	葉	0.05	104	97	96	99	4.4
			1000	96	96	96	96	0.0
		果実	0.05	89	81	80	83	5.9
			400	77	74	74	75	2.3

表 3. 内部精度管理試料の分析結果

分析対象 物質	添加濃度 (μg)	分析日	使用した試料 調製場所	部位	回収率(%)
スピロテトラマト	2	2023/8/8	福島植 飯坂	葉	75
				果実	75
アセキノシル	2	2023/8/8	福島植 飯坂	葉	91
				果実	91
スピロテトラマト	2	2023/9/17	日植防 宮崎	葉	83
				果実	96
アセキノシル	2	2023/9/17	日植防 宮崎	葉	109
				果実	100