

令和 6 年度生産資材安全確保対策委託事業
(スマート農業の進展に備えたデータ活用に係る
試験事業(薬効・薬害))

報告書

2025 年 3 月 11 日

一般社団法人 日本植物防疫協会

目 次

I . 仕様書	1
II . 事業の概要	4
III . 調査結果	
試験 1 : ブドウにおける薬効薬害試験	8
試験 2 : リンゴにおける薬効薬害試験	33
試験 3 : モモにおける薬効薬害試験	45
IV . まとめ	57
付 1. 残留分析法および結果の詳細	60

I. 仕様書

1 事業名

令和 6 年度生産資材安全確保対策委託事業（スマート農業の進展に備えたデータ活用に係る試験事業（薬効・薬害））

2 事業の目的

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、新たに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できれば、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、単位面積当たりの使用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・検証を乗用型の散布機等を用いて行う。

3 事業の概要

希釈倍数と散布液量で登録されている既存の農薬について、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・薬害に及ぼす影響を乗用型の散布機等を用いて検証する。また、事業の実施にあたり、事業推進検討委員会を開催するとともに、事業の成果を報告書に取りまとめる。

4 事業の実施期間

契約締結日から令和 7 年 3 月 11 日（火）までとする。

5 事業の内容

本事業においては、次の（1）から（4）に掲げる内容を実施すること。

（1）事業計画

受託者は、事業の具体的な実施計画を立案し、計画書を契約締結日から概ね 1 か月以内に、農林水産省消費・安全局農産安全管理課農薬対策室（以下「農薬対策室」という。）担当職員に電子メールで提出する。その後、変更が必要となる事象が生じた場合は、事前に農薬対策室担当職員に報告し、了解を得るものとする。

（2）事業推進検討委員会の設置

事業の実施にあたり、農薬の薬効・薬害及び施用方法に関する知見等を有する4名の外部機関の専門家及び農薬対策室職員等から成る20名程度の事業推進検討委員会（以下「検討会」という。）を東京近郊（港区、千代田区等）で、試験開始前及び試験結果のとりまとめが終了した時点の2回開催（WEB形式による開催も可能）し、開催後は議事概要を作成すること。専門家の選定に当たっては、農薬対策室担当職員と協議の上、選定すること。なお、検討会に要する費用（会場借料、謝金、旅費等、一切の経費を含む。）は、受託者が負担すること。

（3）薬効・薬害の調査

単位面積当たりの使用薬量と散布液量の組合せの違いによる薬効及び薬害の検証のため、単位面積当たりの使用薬量を同一として、散布液量を変更した場合の薬効、薬害、付着量への影響を検証する。

① 供試薬剤

性質の異なる農薬2種類以上を対象とする。選定する農薬は、オクタノール／水分配係数の異なる乳剤、水和剤（フロアブル剤を含む）、液剤又は水溶剤とし、浸透移行性のある農薬と浸透移行性の少ない農薬を含むものとする。

② 供試農作物

栽培様式の異なる果樹3種類以上を対象とする。立木仕立ての果樹2種類以上、棚仕立ての果樹1種類以上を含むものとし、試験を実施する時期に病害虫の発生が見込まれるものであって、試験目的を達成できる果樹を選定すること。

③ 試験方法

ア 試験区

農薬と農作物の組合せごとに、少散布液量区、通常散布液量区及び無処理区を設ける。

少散布液量区は、通常散布液量区の2分の1以下の散布液量とすることとし、単位面積当たりの使用薬量は全ての処理区で同一とする。なお、会場借料に係る経費については、受託者が負担すること。

イ 農薬の散布方法

各試験とも、目標とする量の薬液を均一に散布することができ、比較的広い果樹園で一般的に使用される散布機（スピードスプレーヤー、設置型の動力噴霧機等）を用いる。ただし、有人ヘリコプターによる空中散布を除く。なお、散布機の借料に係る経費については、受託者が負担すること。

ウ 薬効・薬害、付着量（残留量）の調査

（ア）散布前から散布後14日を目処に、発生する病害虫と薬害を調査す

る。

- (イ) 散布 24 時間以内に、葉及び果実をそれぞれ 20 以上採取し、残留量の分析、バイオアッセイ等により農薬の付着量を調査する。なお、採取した試料は、付着量の調査を行う施設まで、冷蔵（100 サイズ）で送付すること。

④ 結果の解析

同一の使用薬量の異なる散布液量ごとに、病害虫に対する効果及び薬害の有無並びに農薬の付着量（残留量）をとりまとめる。

(4) 報告

受託者は、事業実施期間中、事業の進捗状況について、農薬対策室担当職員が指示する時期に、電子メールにて農薬対策室担当職員に報告する。

また、受託者は、検討会の議事概要、試験方法及び検証結果についてとりまとめた報告書を 5 部（うち 3 部は電子媒体※とする）作成し、令和 7 年 3 月 11 日（火）までに農薬対策室宛てに提出すること。

※ CD-R 又は DVD-R のいずれかとし、ウイルス対策を行った上でウイルス対策に関する情報（ウイルス対策ソフト名、ウイルス定義、チェック年月日）を記載したラベルを貼付すること。

6 事業実績報告書

受託者は、本事業を終了したとき（本事業を中止したとき、又は廃止したときを含む。）は、事業実績報告書 1 部を令和 7 年 3 月 11 日（火）までに、農薬対策室（本館 6 階ドア No.本 617）に提出すること。

7 応札者の条件

省略

8 その他

(1)～(3) 省略

(4) 報告に際しては、受託者が、必要に応じ本事業外の成果・知見を加え考察することも可能とするが、内容については農薬対策室と協議すること。

(5)～(7) 省略

II. 事業の概要

1. 事業の目的

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、新たに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できれば、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、単位面積当たりの使用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・検証を乗用型の散布機等を用いて行う。

2. 事業推進検討委員会

下記の専門家に検討委員を委嘱し、事業計画及び調査結果の検討を行った。

氏名	所属
須崎 浩一	農研機構 植物防疫研究部門 果樹茶病害虫防除研究領域 果樹茶生物的防除グループ
成田 伊都美	埼玉県農業技術研究センター 環境安全担当
三代 浩二	農研機構 植物防疫研究部門 研究推進部 研究推進室
湯浅 一康	株式会社丸山製作所 生産本部 品質ものづくり統括部 技術課

第1回 事業推進検討委員会

開催日時：2024年5月10日（金）15:00～17:00

開催場所：一般社団法人日本植物防疫協会会議室

出席者：検討委員、農林水産省消費・安全局 農産安全管理課 農薬対策室、独立行政法人農林水産消費安全技術センター農薬検査部 農薬有効性審査課、公益社団法人福島県植物防疫協会、一般社団法人長野県植物防疫協会須坂研究所、一般社団法人日本植物防疫協会（本部、茨城研究所、山梨試験場）

議事内容：事業の目的と実施計画について

第2回 事業推進検討委員会

開催日時：2025年2月17日（月）10:00～12:00

開催場所：一般社団法人日本植物防疫協会会議室

出席者：検討委員、農林水産省消費・安全局 農産安全管理課 農薬対策室、独

立行政法人農林水産消費安全技術センター農薬検査部 農薬有効性審査課、
公益社団法人福島県植物防疫協会、一般社団法人長野県植物防疫協会須坂
研究所、一般社団法人日本植物防疫協会（本部、茨城研究所、山梨試験場）
議事内容：結果の検証と事業成果について

3. 事業の実施体制

本事業は、一般社団法人日本植物防疫協会山梨試験場「以下、日植防山梨」（山梨県山梨市）、再委託先として公益社団法人福島県植物防疫協会「以下、福島植防」（福島県福島市）および一般社団法人長野県植物防疫協会須坂研究所「以下、長野植防」（長野県長野市）を含む3場所で圃場試験を実施し、農薬分析は一般社団法人日本植物防疫協会茨城研究所「以下、日植防茨城」（茨城県牛久市）において実施した。

試験担当者

試験実施機関	試験担当者				
(一社) 日本植物防疫協会					
事業推進企画部	富田恭範	舟木勇樹			
茨城研究所	天野昭子	荒井雄太	島崎祐樹	六原智子	大久保薰
山梨試験場	森田久孝	杖田浩二	後藤直人	丸山直哉	生田目直樹
(公社) 福島県植物防疫協会	尾形正	佐々木正剛			
(一社)長野県植物防疫協会 須坂研究所	山下亨				

4. 試験計画

4-1. 供試農作物

仕様書に基づき、棚仕立ての果樹としてブドウ、立木仕立ての果樹としてリンゴ（わい性樹）とモモを供試した。ブドウは日植防山梨、リンゴは長野植防、モモは福島植防で試験を実施した。いずれの農作物も露地栽培とし、栽培管理は各地域の慣行に準じた。

4-2. 供試薬剤

供試農作物の対象病害虫に登録があり、試験ごとに物理化学性（オクタノール／水分配係数）の異なる2農薬を下表の通り選定した。

表 1. 供試薬剤の一覧

有効成分 (農薬の名称)	剤型	オクタノール /水分配係数*	浸透 移行 性	供試農作物	対象病害虫
エタボキサム (エトフィン)	フロアブル	2.89(pH7)	高	ブドウ	べと病
シアゾフアミド (ランマン)	フロアブル	3.2(25°C)	低	ブドウ	べと病
アセタミブリド (モスピラン)	顆粒水溶 剤	0.80(25°C)	高	リンゴ	アブラムシ類
ピリフルキナゾン (コルト)	顆粒水和 剤	3.12(25°C, pH6.3)	低	リンゴ	アブラムシ類
スピロテトラマト (モベント)	フロアブル	2.51(PH4, PH7, 40°C)	高	モモ	ハダニ類
アセキノシル (カネマイト)	フロアブル	>6.2(25°C)	低	モモ	ハダニ類

*農薬ハンドブック 2021 年版(日本植物防疫協会)より引用

4-3. 試験区

農薬と農作物の組み合わせごとに、A) 少散布液量区、B) 通常散布液量区、C) 無処理区を設けた。少散布液量区は、通常散布液量区の 2 分の 1 の散布液量とし、単位面積当たりの使用薬量は全ての処理区で同一とした。

＜散布量の考え方＞

通常散布液量は、地域の慣行散布液量を目安として事前に水散布を行い、供試樹全体が十分に濡れ、したたり落ちが過剰に発生しない程度の量に設定した。少散布液量はその 1/2 量とした。

＜濃度の考え方＞

通常散布液量区は登録濃度とし、少散布液量区はその 2 倍高濃度かつ散布液量を 1/2 倍とすることにより、有効成分投下量が等しくなるように設定した。

4-4. 処理方法

各試験とも、スピードスプレーヤ「以下、S・S」を用いて散布を行った。虫害試験は 1 回散布、病害試験は 10~13 日程度の間隔で複数回散布を行った。なお、散布は果実の袋掛けがない状態で行った。

4-5. 調査項目と方法の概要

以下の調査を行った。調査項目は表 2 に示した。

薬効薬害：最終散布前から散布 14 日後までを目処に、対象病害虫に対する薬効及び農作物への薬害の調査を行った。調査にあたり、散布液のかかりやすい

場所とかかりにくい場所からそれぞれ調査葉を選定した。ただし、リンゴのアブラムシ類は部位をわけずに調査した（寄生が新梢に集中し、樹冠内側のかかりにくい部位への寄生はほとんど認められないため）。

薬液付着：処理区あたり 12 枚以上の感水紙を設置し、薬液の付着状況を確認した。設置にあたっては、薬効調査部位の薬液の付着状況がわかるような位置、向きに設置した。

有効成分付着量：散布 24 時間以内に、葉（全作物）および果実（ブドウ）を処理区あたり 30 葉及び 20 果実以上採取し、残留分析により農薬の付着量を調査した。採取にあたっては、葉は薬効調査部位の近辺、果実は樹全体からまんべんなく採取した。妥当性検討用として薬剤処理前に各区から葉及び果実を必要量採取した。なお、採取した試料はいずれも冷蔵で分析機関（日植防茨城）に送付した。分析は各 1 連により実施した。

表 2. 調査項目の一覧

作物	試験区	農薬	薬効調査		付着量調査 (数値は採取数)				備考
			葉 部位1	葉 部位2	葉 部位1	葉 部位2	果実	分析 点数	
ブドウ	少散布量区	エタボキサム シアゾファミド	○ ○	○ ○	15 15	15 15	20 20	14点	
	通常散布量区	エタボキサム シアゾファミド	○ ○	○ ○	15 15	15 15	20 20		
	無処理区	—	○	○	30		20		
	少散布量区	アセタミプリド ピリフルキナゾン	○ ○	—* —	30* 30	30* 30	—** —		
リンゴ	通常散布量区	アセタミプリド ピリフルキナゾン	○ ○	— —	30 30	30 30	— —	9点	*連制ごとに散布量が異なるため、各々をわけて分析する **果実のサイズが極少のため、果実の分析は行わない
	無処理区	—	○	—	30	—	—		
	少散布量区	スピロテトラマト アセキノシル	○ ○	○ ○	15 15	15 15	—* —		
モモ	通常散布量区	スピロテトラマト アセキノシル	○ ○	○ ○	15 15	15 15	— —	9点	*害虫の発生時期が収穫後そのため、果実の分析は行わない
	無処理区	—	○	○	30		—		

5. 結果のとりまとめ

各農作物において、単位面積当たりの使用薬量と散布液量の組合せごとに、病害虫に対する薬効と薬害の有無並びに農薬の付着量をとりまとめた。

III. 調査結果

試験 1 : ブドウにおける薬効薬害試験

1. 試験場所

一般社団法人日本植物防疫協会 山梨試験場

2. 耕種概要

品種: シャインマスカット 樹齢: 15年生 棚面の高さ: 約 1.8m

栽植密度: 約 6 本/10a

栽培条件: 棚仕立て、長梢剪定、露地栽培

試験期間中の防除薬剤: なし

3. 対象病害虫

薬効試験: ベと病 (自然発生)

4. 供試薬剤

①農薬の種類: エタボキサムフロアブル (商品名: エトフィンフロアブル)

有効成分名・濃度: エタボキサム 12.5%

登録内容 (ブドウ・ベと病): 1000 倍、200~700L/10a

②農薬の種類: シアゾファミドフロアブル (商品名: ランマンフロアブル)

有効成分濃度: シアゾファミド 9.4%

登録内容 (ブドウ・ベと病): 1000 倍~2000 倍、200~700L/10a

5. 試験区の構成

区制: 1 区 31.68 m² (4.8m×6.6m) 反復なし、3 地点調査

表 3. 試験区の構成

農薬の種類 (商品名)	試験区	希釈倍数	目標散布液量	目標散布液量における 有効成分投下量
エタボキサムフロアブル (エトフィンフロアブル)	少散布液量区	500倍	150L/10a、4.75L/区	37.5g/10a 1.19g/区
	通常散布液量区	1000倍	300L/10a、9.5L/区	
	無処理区	—	—	
シアゾファミドフロアブル (ランマンフロアブル)	少散布液量区	500倍	150L/10a、4.75L/区	28.2g/10a 0.89g/区
	通常散布液量区	1000倍	300L/10a、9.5L/区	
	無処理区	—	—	

*事前に供試した樹(棚)に水を散布し、全体が濡れかつ滴り落ちが生じ始める液量を通常散布液量と定め、その半量を少散布液量とした。

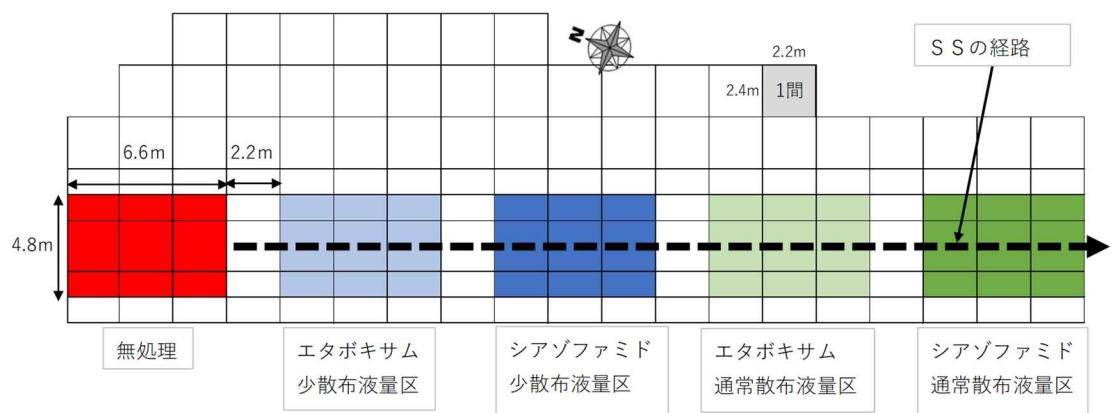


図 1. 試験区の配置



図 2. 試験圃場

5. 処理方法

5-1. 処理年月日（作物ステージ）

- 1回目散布：2024年5月25日（開花期）
- 2回目散布：2024年6月4日（幼果期）
- 3回目散布：2024年6月17日（果粒肥大期）



図 3. 薬剤散布 (1回目: 2024年5月25日)

6-2. 処理方法

事前に時間当たり吐出量を調査した S・S (機種: 丸山製作所: SSA-Z500) を散布に用いた。目標散布量となるように事前に S・S の散布設定 (表 4) を調整し、所定量を均一に散布した。散布は、エタボキサム少散布液量区、シアゾファミド少散布液量区、エタボキサム通常散布液量区、シアゾファミド通常散布液量区の順に行い、試験区が変わる度に S・S の薬液タンクとノズルを水で洗浄した。なお、展着剤は加用しなかった。

各散布時に、無処理区 (葉および果房) へのドリフトを防止するため、無処理区の棚面全体を上からポリフィルムで覆い、果房はポリ袋で袋掛けした (図 4)。散布終了後にポリ袋およびポリフィルムを除去した。

また各区間相互のドリフトを防止するため、区境にポリフィルムで間仕切りを設けた (図 5)。



図 4. 無処理区の果房への袋掛け
切り)



図 5. 遮蔽措置 (区境の間仕

表 4. 処理区における SS の散布設定条件

供試作物 (品種)	試験区	SS散布条件						
		速度 (km/h)	エンジン回転数 (rpm)	圧力 (Mpa)	ノズル数 (個)	ノズルの種類	噴板穴径 (mm)	ノズル内コア (m)
ぶどう (シャインマスカット)	通常散布液量区	0.6	1800	1	14	ディスクノズル	1	広角 4.8
	少量散布液量区	1.2	1800	1	14	ディスクノズル	1	広角 4.8

7. 試験期間中の気象条件

6月4日と17日はそれぞれ散布5時間後と11時間後の降雨で、薬液は乾いており影響はなかった（表5）。

表 5. 試験期間中の試験地近傍の気象データ（試験圃場までの距離：約2km）

月日	5/25	5/26	5/27	5/28	5/29	5/30	5/31	6/1	6/2	6/3	6/4	6/5	6/6	6/7	6/8
平均気温(℃)	20.6	18.4	19.5	21.0	22.3	22.1	17.4	19.5	17.7	18.4	18.8	20.4	21.5	21.4	21.5
降水量(mm)	0.0	0.0	0.0	25.0	0.0	0.0	39.5	0.5	6.0	28.0	0.5	0.0	0.0	0.0	0.0
月日	6/9	6/10	6/11	6/12	6/13	6/14	6/15	6/16	6/17	6/18	6/19	6/20	6/21	6/22	6/23
平均気温(℃)	20.4	21.1	23.9	24.9	22.9	25.0	25.0	22.8	23.8	17.3	22.3	22.5	18.4	20.8	20.0
降水量(mm)	0.0	10.5	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	3.5	2.5	79.0	0.0	0.0	20.5	0.0	13.5
月日	6/24	6/25	6/26	6/27	6/28	6/29	6/30	7/1	7/2	7/3	7/4	7/5	7/6	7/7	7/8
平均気温(℃)	25.2	25.8	26.1	25.1	20.2	24.0	23.7	24.9	26.5	27.0	29.1	28.7	27.6	29.7	26.9
降水量(mm)	0.0	0.0	0.0	0.0	55.5	0.5	0.0	1.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
月日	7/9	7/10	7/11	7/12	7/13	7/14	7/15	7/16	7/17	7/18					
平均気温(℃)	24.4	25.7	24.7	22.0	24.6	25.5	26.2	23.8	26.3	27.9					
降水量(mm)	0.0	0.0	1.0	28.0	0.0	0.0	6.5	19.5	3.0	0.0					

山梨県勝沼アメダスデータより

□:散布日 □:調査日

8. 調査方法

8-1. 感水紙による付着程度の調査

散布直前に、1調査地点につき感水紙（Syngenta社製、52mm×76mm）を葉の表裏にクリップで留めた（図6）。感水紙の設置箇所は、棚下面（棚面の高さと同様の約1.8mの位置、薬液のかかりやすい場所）と棚上部（棚下面から20cmほど高い位置、薬液のかかりにくい場所）とし、それぞれ2カ所ずつ設置した（計8枚）。これを1区あたり3調査地点に設置した（計24枚）。感水紙の付着程度調査は、各散布日に所定の位置に感水紙を設置し、散布終了後速やかに感水紙を回収し、変色状況を撮影した。

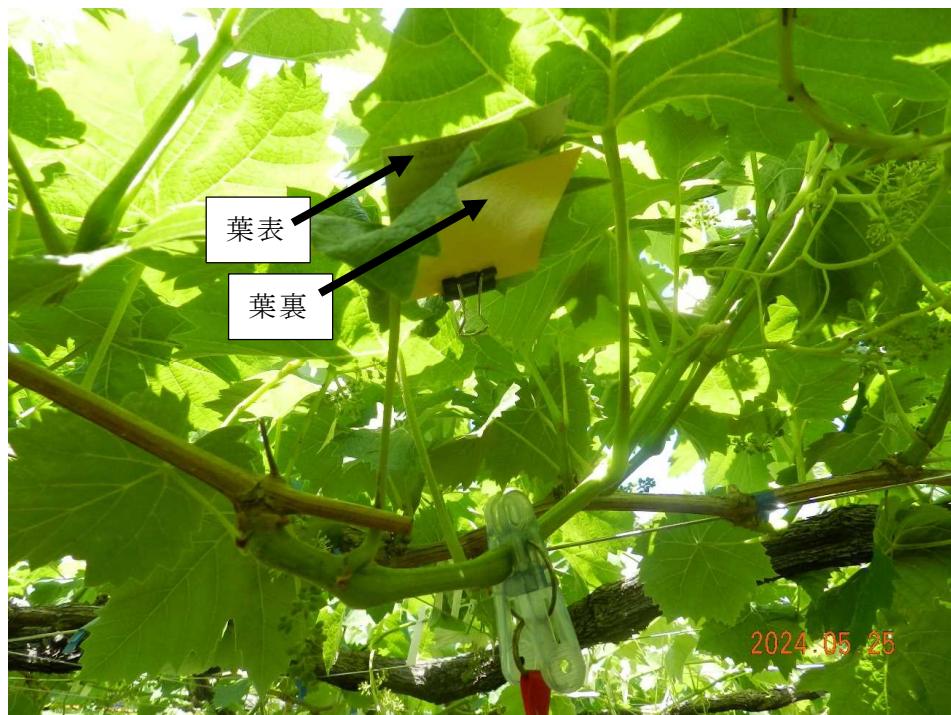


図 6. 感水紙の設置状況

8-2. 残留分析による有効成分付着量の調査

1) 試料の採取

5月25日（第1回散布日）に葉の採取を行った。無処理区は薬剤散布区の散布前に40枚を採取し、薬剤散布区は薬液が乾いた後に、棚下面（棚面の高さと同様の約1.8mの位置）と棚上部（棚面の高さから20cmほど高い位置）からそれぞれ21枚を採取した。

6月17日（第3回散布日）に、各区25果房を採取した。無処理区は散布前に、薬剤散布区は薬液が乾いた後に採取した。

両日ともに、区が変わることに清浄な手袋や資材を用いて採取を行った。

また妥当性検討用として、5月20日に成葉130枚、6月17日に75果房をそれぞれ無処理区より採取した。

採取した試料は、宅配業者の冷蔵便で分析場所へ送付した。

2) 残留分析

受領時に試料の写真撮影を行った。成分抽出は区あたり15葉および20果房の果実から行った。果実は果梗から外した果粒を分析対象とし、直径1cm以下の果粒は除外した。エタボキサムはアセトンで、シアゾファミドはアセトニトリルで超音波抽出を行い、抽出液を定容・分取した。分取した溶液を乾固後にメタノールで定容して測定溶液とし、LC-MS/MSを用いて定量を行った。定量限界はいずれの分析対象物質についても、葉を0.2µg/15葉、果実を0.01mg/kgに設定した。

詳細は「付 1. 残留分析法および結果の詳細」に示した。

3) 葉面積および果実の大きさ・重量の測定

無処理区の葉 30 枚を 5cm 四方の正方形の紙片とともにクリアファイルに挟んだ。このクリアファイルをプリンターでスキャン・印刷し、ハサミで葉の形に切り出した。また、正方形の紙片を同様に切り出して重量を計測し、紙片との重量比から葉面積（両面）を概算した。薬剤処理区は区ごとに葉の重量を測定し、無処理区の葉の重量と算出した面積の比率から葉面積（両面）を概算した。

果実は各区 20 房の合計重量および果粒の合計重量を測定した。無処理区の 20 房については、最大長および最大幅を測定した。

8-3. 薬効薬害調査

薬効調査は、6 月 27 日（最終散布 10 日後）、7 月 8 日（最終散布 21 日後）、7 月 18 日（最終散布 31 日後）に行った。

各区の 3 調査地点（図 7）について、棚の番線（ワイヤー）により区切られた格子 1 マス（約 40cm × 約 40cm）につき、棚下面（棚面の高さと同様の約 1.8m の位置）と棚上部（棚面の高さから 20cm ほど高い位置）からそれぞれ任意の完全展開葉 4 枚を選び、隣接区と接地している格子マスを除いた調査地点あたり 20 マス（各部位合計 80 葉）について、以下の基準で発病指標別に葉数を計数し、発病葉率と発病度を算出した。防除価は発病度から算出した。

発病指標 0 : 病斑なし、1 : 病斑面積が葉の 10% 以下、2 : 病斑面積が葉の 11 ~ 30%、3 : 病斑面積が葉の 31 ~ 50%、4 : 病斑面積が葉の 51% 以上または落葉したもの。

発病度 = Σ (指標 × 発病指標別発病葉数) / (4 × 調査葉数) × 100

また、6 月 27 日と 7 月 8 日に調査地点内に着生している全果房について発病の有無を調査した。

薬害については、2 回目以降の散布前および薬効調査時に、肉眼で茎葉および果実の薬害症状の有無を下記の基準に従い程度別に調査した。

- : 薬害を認めない、+ : 軽微な薬害症状を認める、++ : 中程度の薬害症状を認める、+++ : 重度の薬害症状を認める

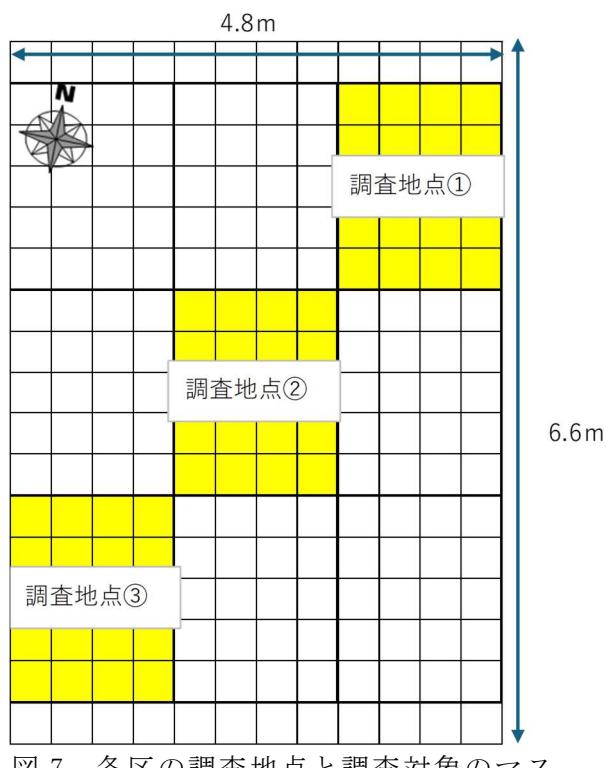


図 7 各区の調査地点と調査対象のマス

9. 調査結果及び考察

9-1. 感水紙による付着程度の調査

1回目散布時（5月25日）の作物の繁茂状況と、葉への薬液の付着状況を図8から図11に示した。葉は十分に繁茂し、慣行栽培の繁茂状況の範疇であった。目視による観察では薬液は葉に概ね十分付着しているようであった。

通常散布液量区と少散布液量区（通常散布液量区の1/2）の感水紙への薬液付着状況を図12から図29に示し、それらの概要を表6に示した。

少散布液量区、通常散布液量区ともに付着量の程度に差はあるが、全ての部位で薬液の付着が確認された。少散布液量区と通常散布液量区を比較すると通常散布液量区がより多く付着していた。この傾向はエタボキサム散布区とシアゾファミド散布区で共通していた。

少散布液量区、通常散布液量区ともに棚下面の葉裏において付着が多い傾向が示された。なかには葉裏と葉表の付着量が逆転している感水紙があったが、これはSSの送風や感水紙の自重により散布時に葉が裏返る状況になったことなどが推察された。

表 6. 感水紙による付着程度の概要

調査日	葉の表裏	薬剤名	感水紙への付着程度			
			棚下面 (薬液のかかりやすい部位)		棚上部 (薬液のかかりにくい場所)	
			少量散布	通常	少量散布	通常
5/25	葉表	エタボキサム	△	□	△	△
		シアゾフアミド	△	□	△	△
	葉裏	エタボキサム	□	○	□	○
		シアゾフアミド	□	○	□	○
6/4	葉表	エタボキサム	△	□	△	△
		シアゾフアミド	△	□	△	△
	葉裏	エタボキサム	○	○	□	□
		シアゾフアミド	○	○	□	□
6/17	葉表	エタボキサム	□	□	△	△
		シアゾフアミド	□	□	△	△
	葉裏	エタボキサム	□	○	□	○
		シアゾフアミド	○	○	□	□

○:全ての感水紙全面に概ね均一に付着しており、かかりムラは少ない

□:全面に概ね均一に付着している感水紙と付着の少ない感水紙が混在

△:感水紙への付着は認められるが、全体的に付着の少ない感水紙が多い

×:付着の全くない感水紙が多い

1) 繁茂状況 (左) と葉の薬液付着状況 (右)

(1) 5月 25日 (1回目散布)



図 8 少散布液量区 (エタボキサム)



図 9 少散布液量区（シアゾファミド）



図 10 通常散布液量区（エタボキサム）



図 11 通常散布液量区（シアゾファミド）

1) 感水紙への薬液付着状況

(1) 5月25日 (1回目散布)

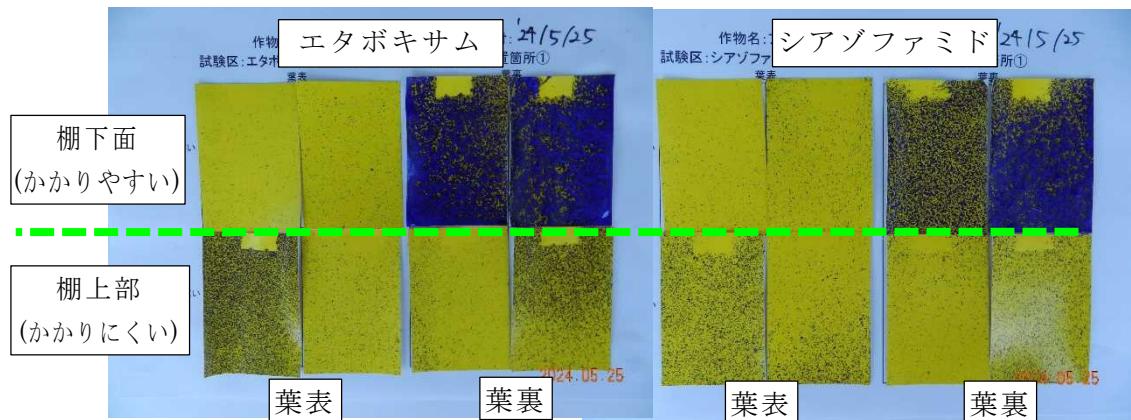


図 12 少散布液量区（調査地点①）

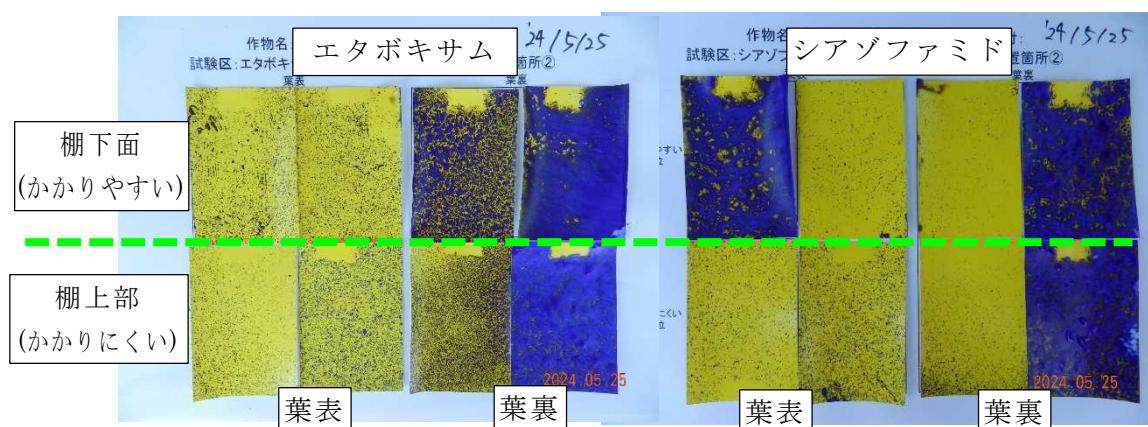


図 13 少散布液量区（調査地点②）

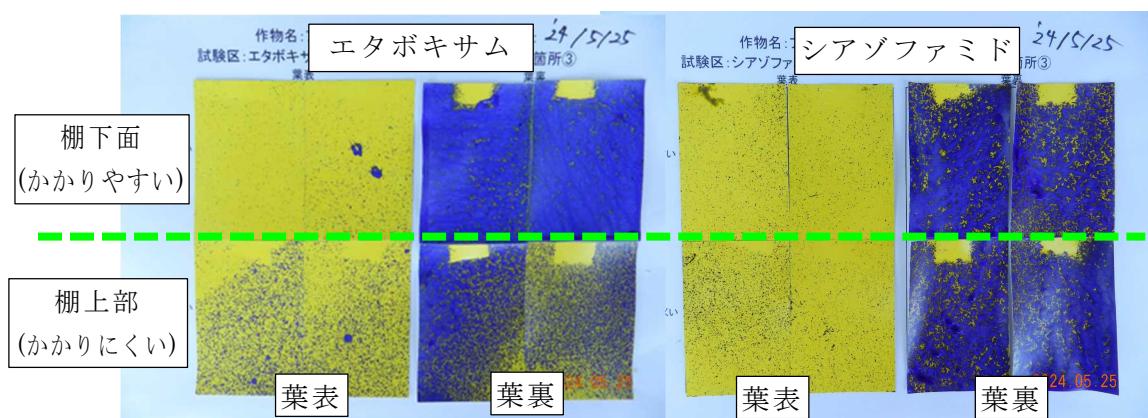


図 14 少散布液量区（調査地点③）

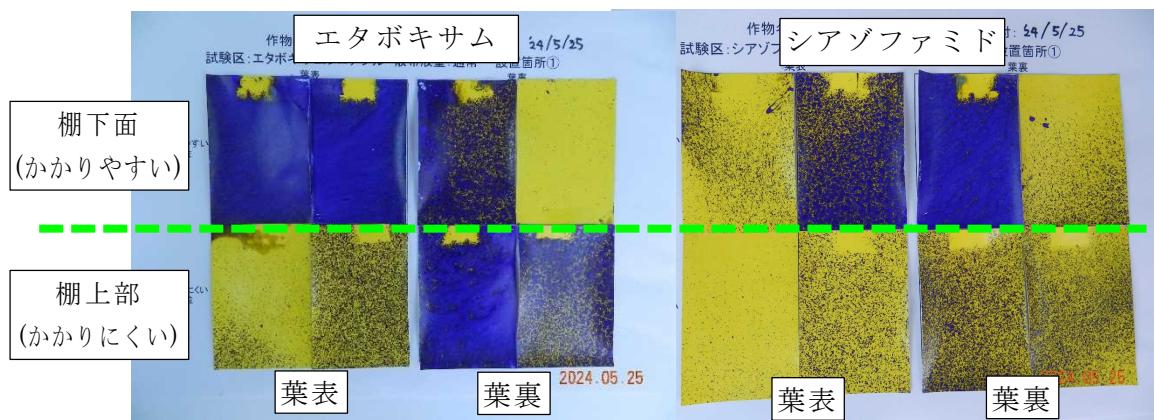


図 15 通常散布液量区（調査地点①）

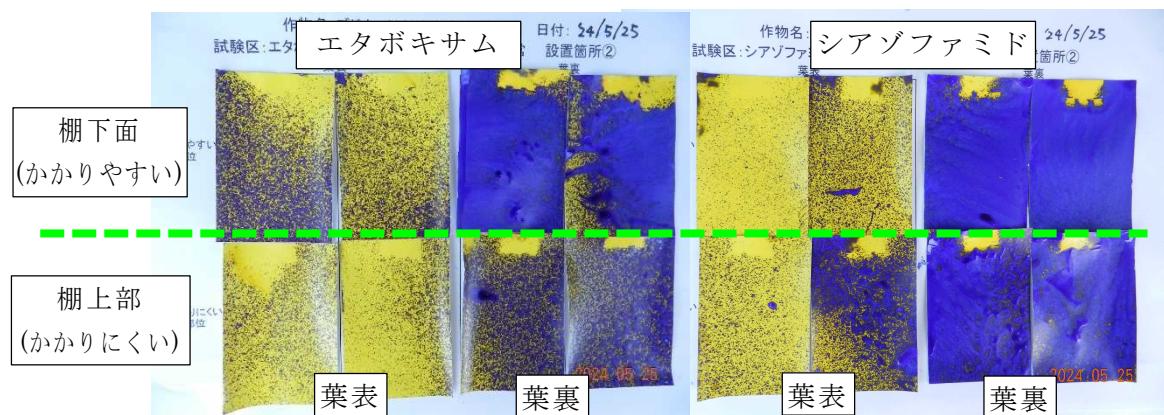


図 16 通常散布液量区（調査地点②）

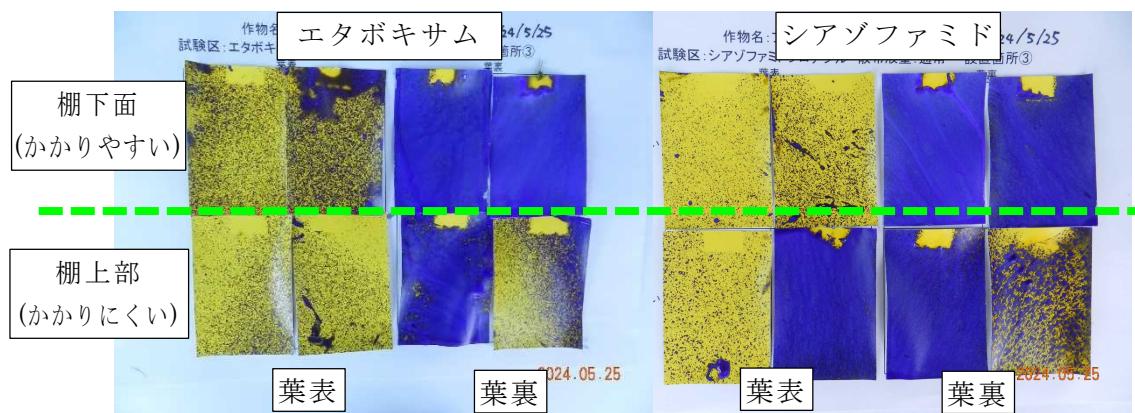


図 17 通常散布液量区（調査地点③）

(2) 6月4日 (2回目散布)

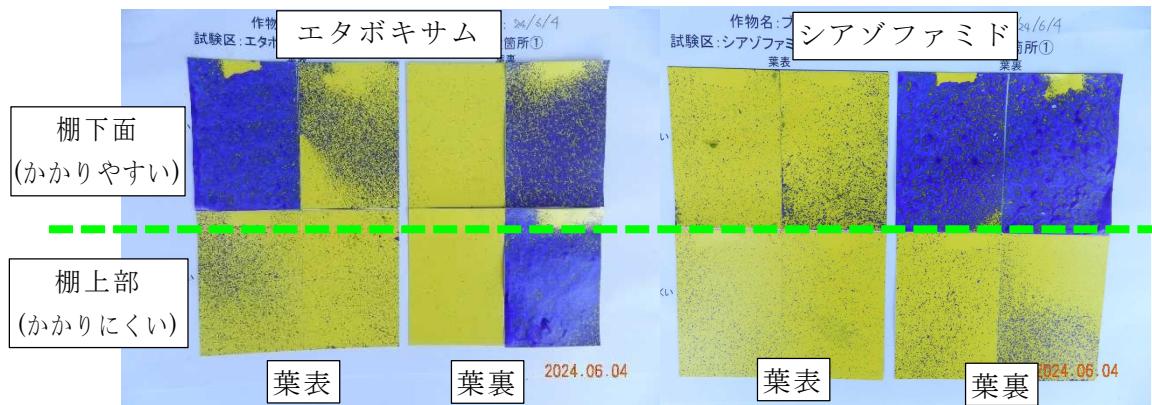


図 18 少散布液量区 (調査地点①)

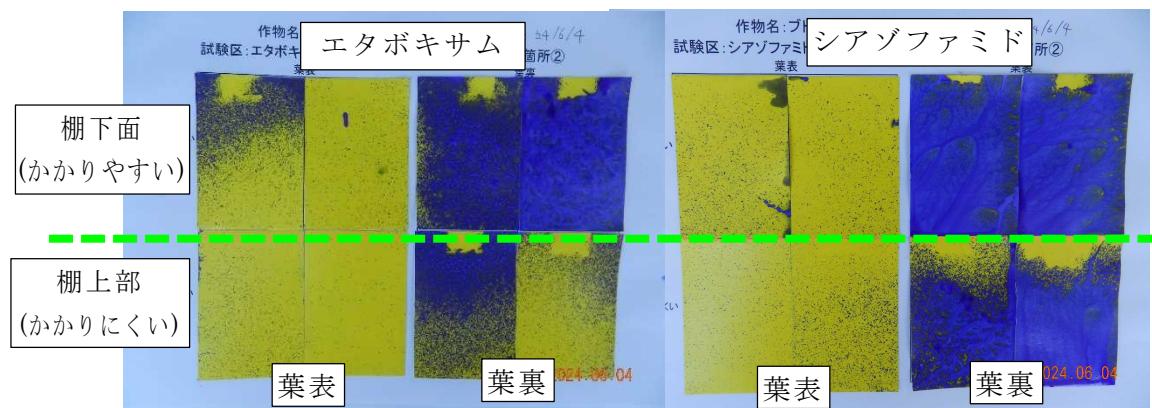


図 19 少散布液量区 (調査地点②)

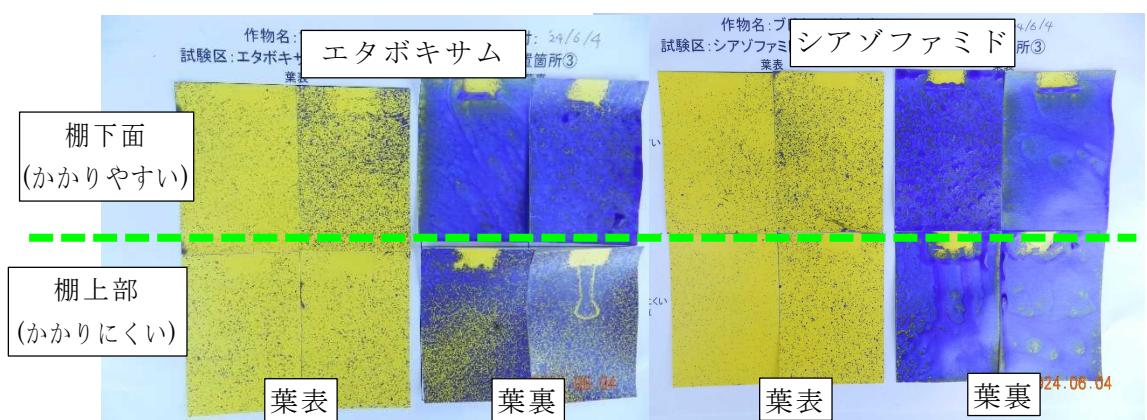


図 20 少散布液量区 (調査地点③)

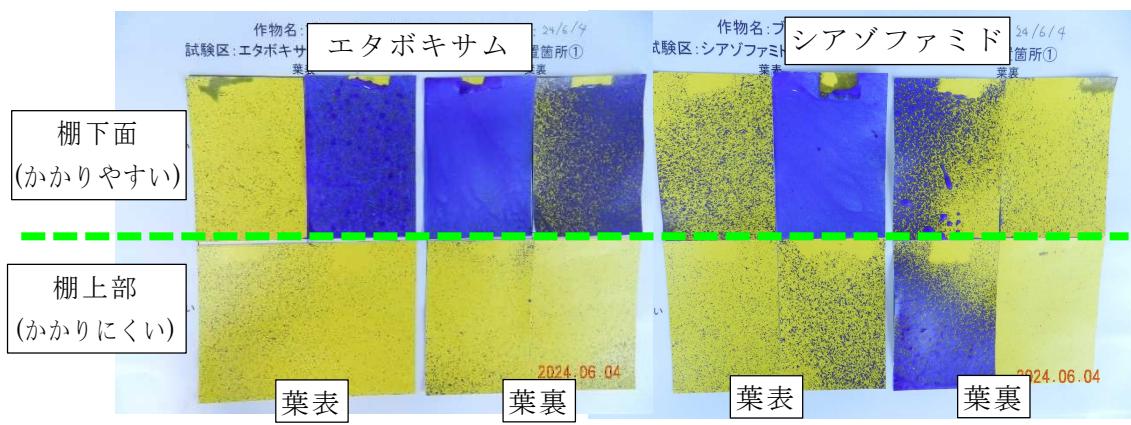


図 21 通常散布液量区（調査地点①）

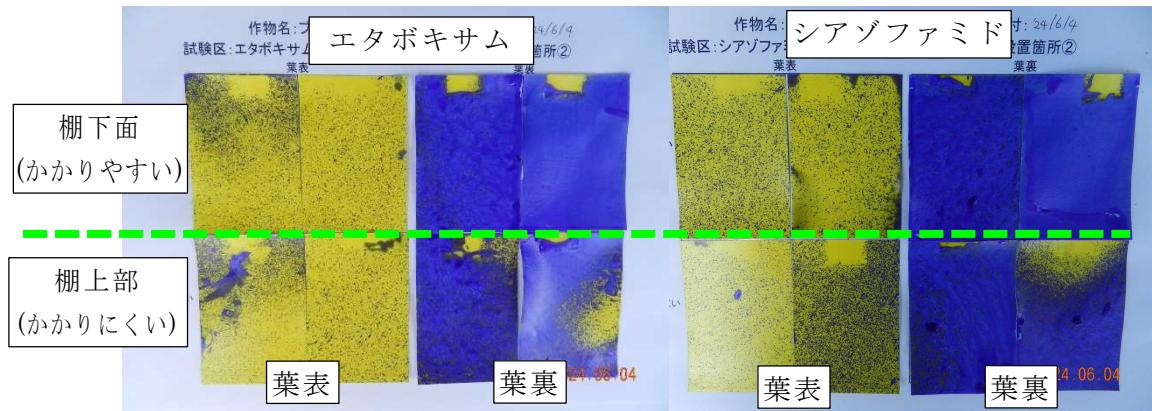


図 22 通常散布液量区（調査地点②）

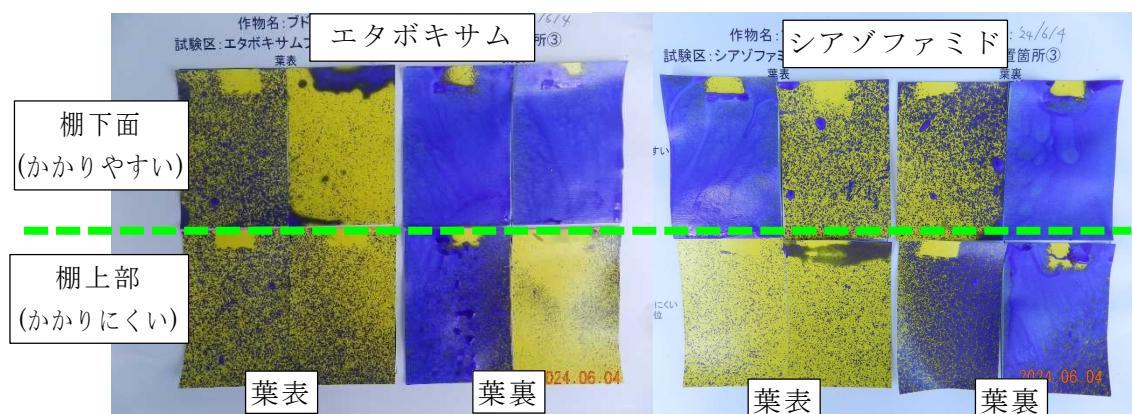


図 23 通常散布液量区（調査地点③）

(3) 6月17日 (3回目散布)

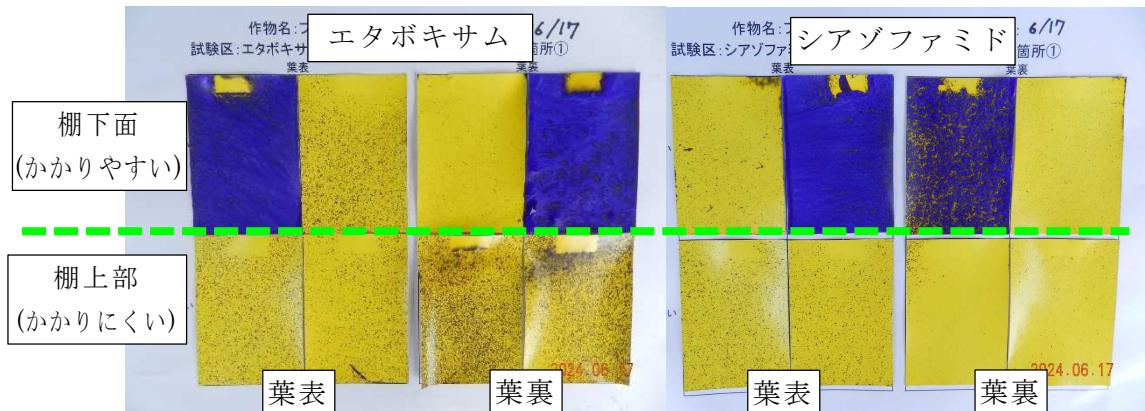


図 24 少散布液量区 (調査地点①)

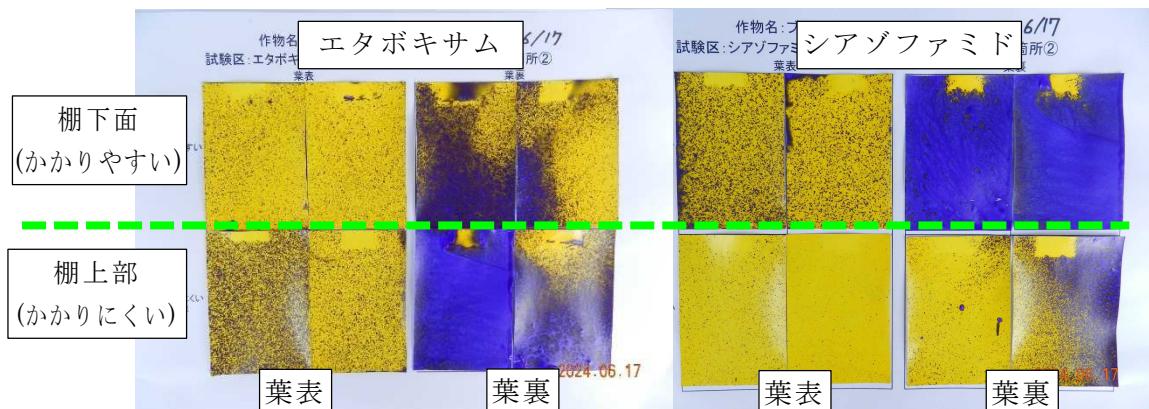


図 25 少散布液量区 (調査地点②)

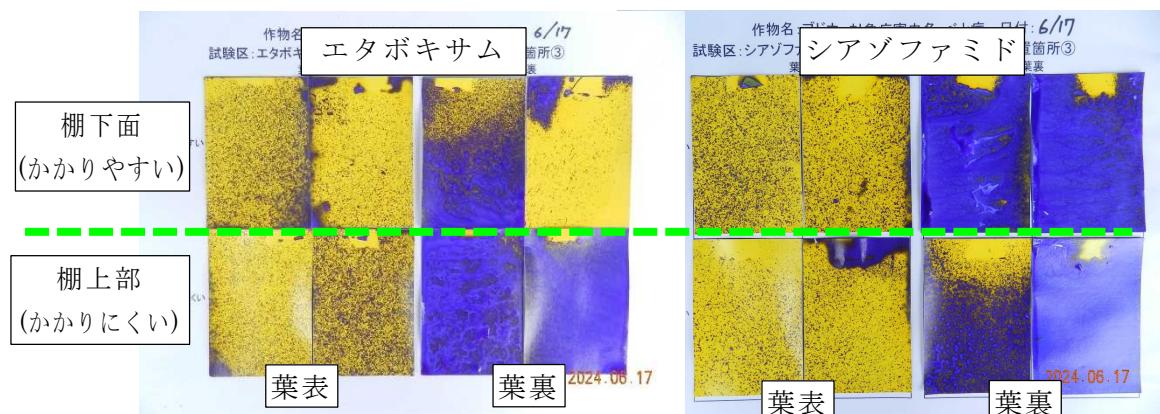


図 26 少散布液量区 (調査地点③)

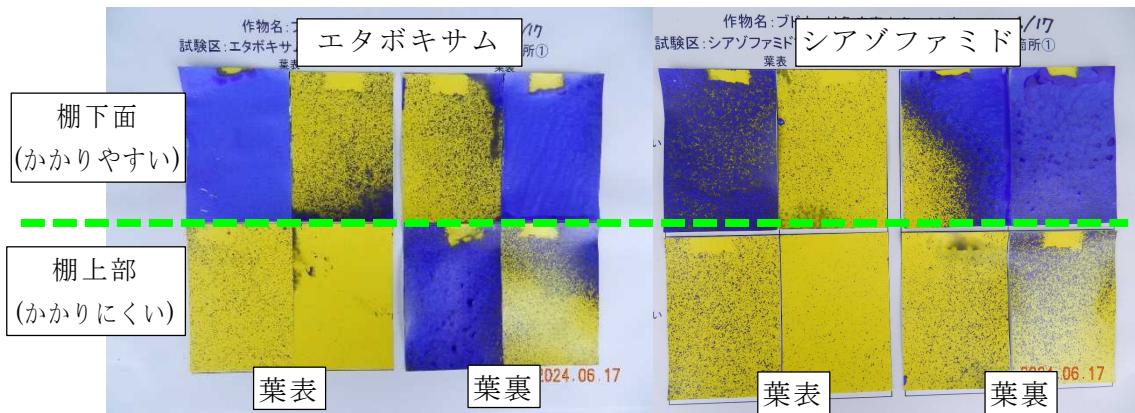


図 27 通常散布液量区（調査地点①）

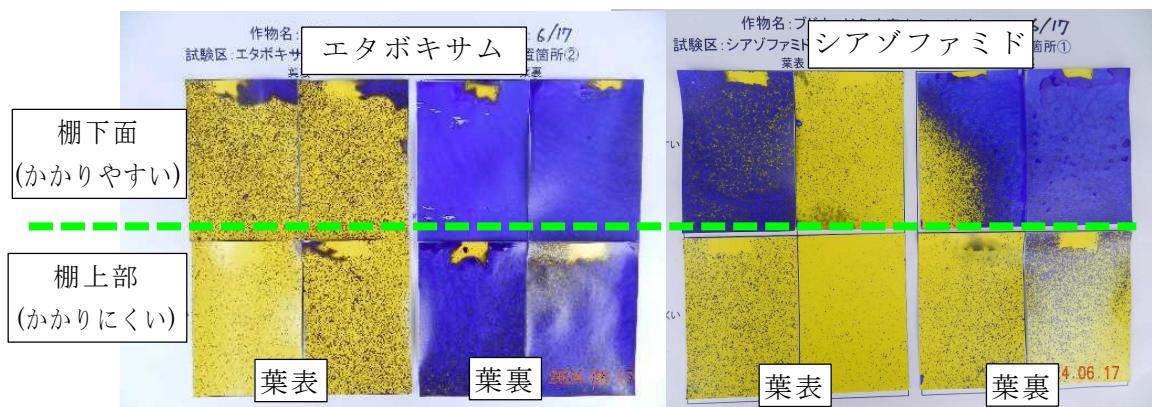


図 28 通常散布液量区（調査地点②）

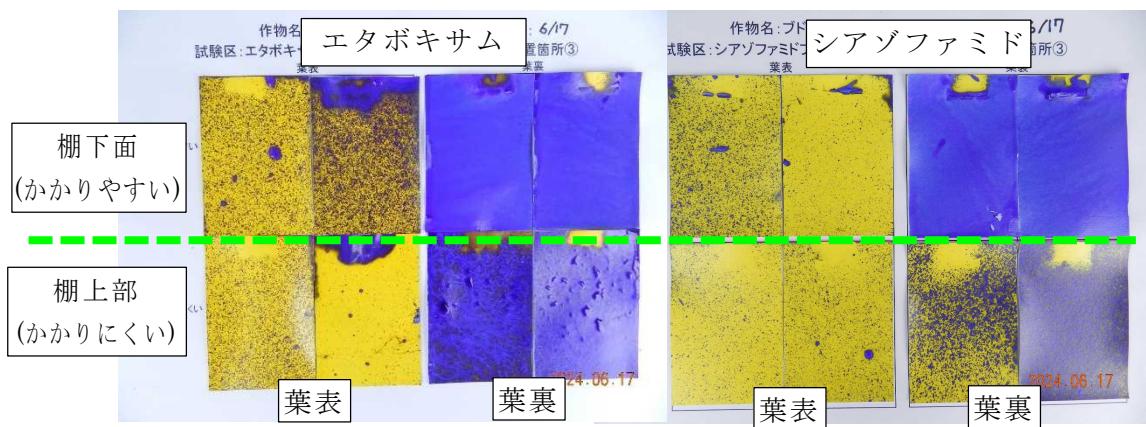


図 29 通常散布液量区（調査地点③）

9-2. 残留分析による有効成分付着量調査

残留分析と葉面積測定の結果により算出した有効成分付着量について、葉の結果を表7に、果粒の結果を表8に示した。また、果房の重量とサイズを表9に示した。果房の写真は、「付1 残留分析法および結果の詳細 図15-3、15-4」に示した。

葉における散布直後の単位面積あたりの有効成分付着量を採取部位別にみると、薬液のかかりやすい棚下面のエタボキサムは0.55～0.58 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、シアゾファミドは0.49～0.53 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ であり、薬液のかかりにくい棚上部のエタボキサムは0.22～0.24 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、シアゾファミドは0.12～0.15 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ であった。棚上部の有効成分付着量は棚下面に比べてやや少ない傾向がみられたものの、散布水量の違いによる有効成分付着量の顕著な差は認められなかった。

果粒における散布直後の単位重量あたり有効成分付着量は、エタボキサムは0.80～0.93 mg/kg 、シアゾファミドは0.64～0.69 mg/kg であり、散布水量の違いによる有効成分付着量の顕著な差は認められなかった。

表7. 残留分析によるブドウ葉の有効成分付着量の結果

有効成分名	試験区	採取部位	有効成分投下量	分析値($\mu\text{g}/15$ 葉)	葉面積(cm^2)	有効成分付着量 ^{※2} ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)
エタボキサム	無処理区	全体	—	<0.2	369.6	<0.00004
	少散布液量区	棚下面	37.5g/10a	3490	402.1	0.58
		棚上部		1467	400.1	0.24
	通常散布液量区	棚下面	1.19g/区	3700	466.6	0.55
		棚上部		1401	431.2	0.22
シアゾファミド	無処理区	全体	—	0.4	396.6	<0.00007
	少散布液量区	棚下面	28.2g/10a	3631	492.8	0.49
		棚上部		942	512.7	0.12
	通常散布液量区	棚下面	0.89g/区	3536	441.2	0.53
		棚上部		1177	513.6	0.15

^{※1}: 有効成分付着量=(分析値/15)/葉面積

表 8. 残留分析によるブドウ果粒の有効成分付着量の結果

有効成分名	試験区	有効成分投下量	分析値 (mg/kg)		平均分析値 (mg/kg)
			①	②	
エタボキサム	無処理区	—	<0.01	<0.01	<0.01
	少散布液量区	37.5g/10a	0.80	0.79	0.80
	通常散布液量区	1.19g/区	0.96	0.90	0.93
シアゾファミド	無処理区	—	<0.01	<0.01	<0.01
	少散布液量区	28.2g/10a	0.65	0.64	0.64
	通常散布液量区	0.89g/区	0.70	0.68	0.69

表 9. ブドウ果房の重量およびサイズ

有効成分名	試験区	20 房あたり重量(g)	1 房あたり重量(g)	果房の最大幅(20 房平均)(cm)	果房の最大長(20 房平均)(cm)
エタボキサム	無処理区	801.62	40.08	5.7	18.7
	少散布液量区	1337.47	66.87	—	—
	通常散布液量区	1152.45	57.62	—	—
シアゾファミド	少散布液量区	1133.07	56.65	—	—
	通常散布液量区	1138.80	56.94	—	—

9-3. 薬効薬害調査

べと病の葉に対する薬効調査の結果を表 10、表 11（調査地点別の詳細なデータは表 13 から表 21）に示した。

5月31日に無処理区でわずかに発病を確認した。病勢は緩やかに進展した。無処理区の発病葉率および発病度は6月27日（最終散布10日後）の調査時で26.3%および10.0の少発生、7月8日（最終散布21日後）では53.6%および22.8の中発生、7月18日（最終散布31日後）では76.3%および31.8の多発生であった。数値は棚下面と棚上部の平均値を記載した。

発病葉率は、棚下面是棚上部より高い傾向であった。これは、棚下面是棚上部より先に展葉し、より繁茂しており、発病に適した条件だったためと考えられた。また、本年は5月の降雨が多く、べと病の感染に好適条件であった（表5）。結果として昨年と比較し、べと病の発生が早く、また発生量も多くなかった。後述するように、果房でべと病の発病が見られたこともあり、棚下が好適条件になっていたと考えられる。

エタボキサムフルオブルは少散布液量区、通常散布液量区とともに全ての調査日で防除効果が認められたが、その効果は徐々に低下する傾向にあった。シアゾファミ

ドフロアブルは少散布液量区、通常散布液量区ともに全ての調査日で高い防除効果が認められ、その効果は試験期間を通して維持された。

少散布液量区と通常散布液量区を比較すると、エタボキサムフロアブルの少散布液量区は通常散布液量区と比較してやや劣る効果を示したが、シアゾファミドフロアブルは同等の効果を示した。

果房に対する薬効調査の結果を表 12(調査地点別の詳細なデータは表 22、表 23)に示した。無処理区の発病果房率は 6 月 27 日では 50.2%、7 月 8 日では 100% となつた。7 月 18 日は、7 月 8 日の調査で無処理区の発病果房率が 100% となつたことと、果粒の肥大に伴い、各薬剤散布区で発病の進展が見られなくなつたことから調査を行わなかつた。

少散布液量区と通常散布液量区を比較すると、葉と同様の傾向を示し、エタボキサムフロアブルの少散布液量区は通常散布液量区と比較してやや劣る効果を示したが、シアゾファミドフロアブル同等の効果を示した。

全ての薬剤散布区で薬害は認められなかつた。

表 10 葉における薬効薬害調査結果（全体）

薬剤名	処理方法	発病度(防除価)			薬害
		6月27日	7月8日	7月18日	
エタボキサム	500倍 少散布水量	1.6(84.0)	4.6(79.8)	10.0(68.6)	—
	1000倍 通常散布水量	1.2(88.0)	2.9(87.3)	5.8(81.8)	—
シアゾファミド	500倍 少散布水量	0.4(96.0)	0.5(97.8)	1.7(94.7)	—
	1000倍 通常散布水量	0.6(94.0)	0.3(98.7)	1.6(95.0)	—
無処理		10.0	22.8	31.8	

表 11 葉における薬効薬害調査結果（棚下面と棚上部の部位別）

薬剤名	処理方法	棚下面			棚上部		
		発病度(防除価)			発病度(防除価)		
		6月27日	7月8日	7月18日	6月27日	7月8日	7月18日
エタボキサム	500倍 少散布液量	3.1(80.4)	8.2(78.1)	11.7(73.6)	0(100)	1.0(87.8)	8.3(56.3)
	1000倍 通常散布液量	2.4(84.8)	4.7(87.4)	7.0(84.2)	0.1(97.6)	1.1(86.6)	4.6(75.8)
シアゾファミド	500倍 少散布液量	1.2(92.4)	0.7(98.1)	2.1(95.3)	0(100)	0.3(96.6)	1.3(93.2)
	1000倍 通常散布液量	1.2(92.4)	0.5(98.7)	2.9(93.5)	0(100)	0(100)	0.3(98.4)
無処理		15.8	37.4	44.4	4.1	8.2	19.0

表 12 果房における薬効薬害調査結果

薬剤名	処理方法	発病果房率 % (防除価)			薬害
		6月27日	7月8日	7月18日	
エタボキサム	500倍 少散布水量	12.3(75.5)	33.1(66.9)	—	—
	1000倍 通常散布水量	3.1(93.8)	16.2(83.8)	—	—
シアゾファミド	500倍 少散布水量	2.6(94.8)	5.6(94.4)	—	—
	1000倍 通常散布水量	0(100)	1.0(99.0)	—	—
無処理		50.2	100	—	

<調査地点別の詳細なデータ>

表 13 葉における薬効薬害調査結果（全体）
(6月27日:最終散布10日後)

薬剤名	処理方法	調査地点	調査葉数	発病指數別葉数					発病葉率(%)	発病度	防除価
				0	1	2	3	4			
エタボキサム プロアブル	500倍 少散布液量	①	160	148	10	2	0	0	7.5	2.2	
		②	160	152	6	2	0	0	5.0	1.6	
		③	160	155	4	1	0	0	3.1	0.9	
	1000倍 通常 散布液量	平均							5.2	1.6	84.0
		①	160	155	4	1	0	0	3.1	0.9	
		②	160	155	3	2	0	0	3.1	1.1	
		③	160	151	8	1	0	0	5.6	1.6	
		平均							3.9	1.2	88.0
シアゾフアミド プロアブル	500倍 少散布液量	①	160	156	3	1	0	0	2.5	0.8	
		②	160	158	2	0	0	0	1.3	0.3	
		③	160	155	5	0	0	0	3.1	0.8	
	1000倍 通常 散布液量	平均							2.3	0.4	96.0
		①	160	156	3	1	0	0	2.5	0.8	
		②	160	159	1	0	0	0	0.6	0.2	
		③	160	155	5	0	0	0	3.1	0.8	
		平均							2.1	0.6	94.0
無処理	-	①	160	124	28	4	3	1	22.5	7.7	
		②	160	102	33	16	4	5	36.3	15.2	
		③	160	128	22	8	1	1	20.0	7.0	
		平均							26.3	10.0	

表 14 葉における薬効薬害調査結果（棚下面）
(6月27日:最終散布10日後)

薬剤名	処理方法	調査地点	調査葉数	発病指數別葉数					発病葉率(%)	発病度	防除価
				0	1	2	3	4			
エタボキサム プロアブル	500倍 少散布液量	①	80	68	10	2	0	0	15.0	4.4	
		②	80	72	6	2	0	0	10.0	3.1	
		③	80	75	4	1	0	0	6.3	1.9	
	1000倍 通常 散布液量	平均							10.4	3.1	80.4
		①	80	75	4	1	0	0	6.3	1.9	
		②	80	75	3	2	0	0	6.3	2.2	
		③	80	71	8	1	0	0	11.3	3.1	
		平均							8.0	2.4	84.8
シアゾフアミド プロアブル	500倍 少散布液量	①	80	76	3	1	0	0	5.0	1.6	
		②	80	79	1	0	0	0	1.3	0.3	
		③	80	75	5	0	0	0	6.3	1.6	
	1000倍 通常 散布液量	平均							4.2	1.2	92.4
		①	80	76	3	1	0	0	5.0	1.6	
		②	80	79	1	0	0	0	1.3	0.3	
		③	80	75	5	0	0	0	6.3	1.6	
		平均							4.2	1.2	92.4
無処理	-	①	80	55	17	4	3	1	31.3	11.9	
		②	80	39	21	11	4	5	51.3	23.4	
		③	80	54	16	8	1	1	32.5	12.2	
		平均							38.4	15.8	

表 15 葉における薬効薬害調査結果（棚上部）
(6月27日:最終散布10日後)

薬剤名	処理方法	調査地点	調査葉数	発病指數別葉数					発病葉率(%)	発病度	防除価
				0	1	2	3	4			
エタボキサム	500倍 少散布液量	①	80	80	0	0	0	0	0	0	0
		②	80	80	0	0	0	0	0	0	0
		③	80	80	0	0	0	0	0	0	0
	平均								0	0	100
	1000倍 通常 散布液量	①	80	80	0	0	0	0	0	0	0
		②	80	79	1	0	0	0	1.3	0.3	0.3
		③	80	80	0	0	0	0	0	0	0
	平均								0.4	0.1	97.6
	-										
シアゾフアミド	500倍 少散布液量	①	80	80	0	0	0	0	0	0	0
		②	80	80	0	0	0	0	0	0	0
		③	80	80	0	0	0	0	0	0	0
	平均								0	0	100
	1000倍 通常 散布液量	①	80	80	0	0	0	0	0	0	0
		②	80	80	0	0	0	0	0	0	0
		③	80	80	0	0	0	0	0	0	0
	平均								0	0	100
	-										
無処理	-	①	80	69	11	0	0	0	13.8	3.4	
		②	80	63	12	5	0	0	21.3	6.9	
		③	80	74	6	0	0	0	7.5	1.9	
	平均								14.2	4.1	

表 16 葉における薬効薬害調査結果（全体）
(7月8日:最終散布21日後)

薬剤名	処理方法	調査地点	調査葉数	発病指數別葉数					発病葉率(%)	発病度	防除価
				0	1	2	3	4			
エタボキサム	500倍 少散布液量	①	160	132	20	6	2	0	17.5	5.9	
		②	160	142	13	5	0	0	11.3	3.6	
		③	160	141	13	4	1	1	11.9	4.4	
	平均								13.6	4.6	79.8
	1000倍 通常 散布液量	①	160	139	15	6	0	0	13.1	4.2	
		②	160	147	12	1	0	0	8.1	2.2	
		③	160	147	11	2	0	0	8.1	2.3	
	平均								9.8	2.9	87.3
	-										
シアゾフアミド	500倍 少散布液量	①	160	155	5	0	0	0	3.1	0.8	
		②	160	157	3	0	0	0	1.9	0.5	
		③	160	158	2	0	0	0	1.3	0.3	
	平均								2.1	0.5	97.8
	1000倍 通常 散布液量	①	160	159	1	0	0	0	0.6	0.2	
		②	160	159	1	0	0	0	0.6	0.2	
		③	160	157	3	0	0	0	1.9	0.5	
	平均								1.0	0.3	98.7
	-										
無処理	-	①	160	69	50	18	12	11	56.9	25.9	
		②	160	74	47	21	11	7	53.8	23.4	
		③	160	80	52	18	6	4	50.0	19.1	
	平均								53.6	22.8	

表 17 葉における薬効薬害調査結果（棚下面）
(7月8日：最終散布21日後)

薬剤名	処理方法	調査地点	調査葉数	発病指數別葉数					発病葉率 (%)	発病度	防除価
				0	1	2	3	4			
エタボキサム フロアブル	500倍 少散布液量	①	80	57	17	4	2	0	28.8	9.7	
		②	80	64	11	5	0	0	20.0	6.6	
		③	80	62	12	4	1	1	22.5	8.4	
	平均								23.8	8.2	78.1
	1000倍 通常 散布液量	①	80	63	13	4	0	0	21.3	6.6	
		②	80	70	9	1	0	0	12.5	3.4	
		③	80	69	9	2	0	0	13.8	4.1	
	平均								15.9	4.7	87.4
	平均								3.0	0.7	98.1
シアゾファミ ド フロアブル	500倍 少散布液量	①	80	77	3	0	0	0	3.8	0.9	
		②	80	77	3	0	0	0	3.8	0.9	
		③	80	79	1	0	0	0	1.3	0.3	
	平均								3.0	0.7	98.1
	1000倍 通常 散布液量	①	80	79	1	0	0	0	1.3	0.3	
		②	80	79	1	0	0	0	1.3	0.3	
		③	80	77	3	0	0	0	3.8	0.9	
	平均								2.1	0.5	98.7
	平均								2.1	0.5	98.7
無処理	-	①	80	21	21	15	12	11	73.8	40.9	
	-	②	80	16	26	20	11	7	80.0	39.7	
	-	③	80	19	35	16	6	4	76.3	31.6	
		平均							76.7	37.4	

表 18 葉における薬効薬害調査結果（棚上部）
(7月8日：最終散布21日後)

薬剤名	処理方法	調査地点	調査葉数	発病指數別葉数					発病葉率 (%)	発病度	防除価
				0	1	2	3	4			
エタボキサム フロアブル	500倍 少散布液量	①	80	75	3	2	0	0	6.3	2.2	
		②	80	78	2	0	0	0	2.5	0.6	
		③	80	79	1	0	0	0	1.3	0.3	
	平均								3.4	1.0	87.8
	1000倍 通常 散布液量	①	80	76	2	2	0	0	5.0	1.9	
		②	80	77	3	0	0	0	3.8	0.9	
		③	80	78	2	0	0	0	2.5	0.6	
	平均								3.8	1.1	86.6
	平均								3.8	1.1	86.6
シアゾファミ ド フロアブル	500倍 少散布液量	①	80	78	2	0	0	0	2.5	0.6	
		②	80	80	0	0	0	0	0	0	
		③	80	79	1	0	0	0	1.3	0.3	
	平均								1.3	0.3	96.3
	1000倍 通常 散布液量	①	80	80	0	0	0	0	0	0	
		②	80	80	0	0	0	0	0	0	
		③	80	80	0	0	0	0	0	0	
	平均								0	0	100.0
	平均								0	0	100.0
無処理	-	①	80	48	29	3	0	0	40.0	10.9	
	-	②	80	58	21	1	0	0	27.5	7.2	
	-	③	80	61	17	2	0	0	23.8	6.6	
		平均							30.4	8.2	

表 19 葉における薬効葉害調査結果（全体）
(7月18日：最終散布31日後)

薬剤名	処理方法	調査地点	調査葉数	発病指數別葉数					発病葉率(%)	発病度	防除価
				0	1	2	3	4			
エタボキサム フロアブル	500倍 少散布液量	①	160	90	56	11	3	0	43.8	13.6	
		②	160	117	36	7	0	0	26.9	7.8	
		③	160	117	33	8	2	0	26.9	8.6	
	平均								32.5	10.0	68.6
	1000倍 通常 散布液量	①	160	114	43	3	0	0	28.8	7.7	
		②	160	135	22	3	0	0	15.6	4.4	
		③	160	132	22	6	0	0	17.5	5.3	
	平均								20.6	5.8	81.8
シアゾファミド フロアブル	500倍 少散布液量	①	160	145	13	2	0	0	9.4	2.7	
		②	160	153	7	0	0	0	4.4	1.1	
		③	160	153	6	1	0	0	4.4	1.3	
	平均								6.1	1.7	94.7
	1000倍 通常 散布液量	①	160	148	9	3	0	0	7.5	2.3	
		②	160	152	7	1	0	0	5.0	1.4	
		③	160	153	7	0	0	0	4.4	1.1	
	平均								5.6	1.6	95.0
無処理	-	①	160	43	71	32	10	4	73.1	28.3	
		②	160	42	64	31	16	7	73.8	31.6	
		③	160	29	59	51	20	1	81.9	35.2	
	平均								76.3	31.8	

表 20 葉における薬効葉害調査結果（棚下面）
(7月18日：最終散布31日後)

薬剤名	処理方法	調査地点	調査葉数	発病指數別葉数					発病葉率(%)	発病度	防除価
				0	1	2	3	4			
エタボキサム フロアブル	500倍 少散布液量	①	80	37	30	10	3	0	53.8	18.4	
		②	80	55	23	2	0	0	31.3	8.4	
		③	80	61	13	4	2	0	23.8	8.4	
	平均								36.3	11.7	73.6
	1000倍 通常 散布液量	①	80	56	22	2	0	0	30.0	8.1	
		②	80	64	13	3	0	0	20.0	5.9	
		③	80	62	14	4	0	0	22.5	6.9	
	平均								24.2	7.0	84.2
シアゾファミド フロアブル	500倍 少散布液量	①	80	70	9	1	0	0	12.5	3.4	
		②	80	74	6	0	0	0	7.5	1.9	
		③	80	77	3	0	0	0	3.8	0.9	
	平均								7.9	2.1	95.3
	1000倍 通常 散布液量	①	80	69	8	3	0	0	13.8	4.4	
		②	80	73	6	1	0	0	8.8	2.5	
		③	80	74	6	0	0	0	7.5	1.9	
	平均								10.0	2.9	93.5
無処理	-	①	80	3	38	25	10	4	96.3	41.9	
		②	80	4	29	26	14	7	95.0	47.2	
		③	80	3	28	35	13	1	96.3	44.1	
	平均								95.9	44.4	

表 21 葉における薬効薬害調査結果（棚上部）
(7月18日：最終散布31日後)

薬剤名	処理方法	調査地点	調査葉数	発病指數別葉数					発病葉率(%)	発病度	防除価
				0	1	2	3	4			
エタボキサム	500倍 少散布液量	①	80	53	26	1	0	0	33.8	8.8	
		②	80	62	13	5	0	0	22.5	7.2	
		③	80	56	20	4	0	0	30.0	8.8	
	平均								28.8	8.3	56.3
	1000倍 通常 散布液量	①	80	58	21	1	0	0	27.5	7.2	
		②	80	71	9	0	0	0	11.3	2.8	
		③	80	70	8	2	0	0	12.5	3.8	
	平均								17.1	4.6	75.8
シアゾファミド	500倍 少散布液量	①	80	75	4	1	0	0	6.3	1.9	
		②	80	79	1	0	0	0	1.3	0.3	
		③	80	76	3	1	0	0	5.0	1.6	
	平均								4.2	1.3	93.2
	1000倍 通常 散布液量	①	80	79	1	0	0	0	1.3	0.3	
		②	80	79	1	0	0	0	1.3	0.3	
		③	80	79	1	0	0	0	1.3	0.3	
	平均								1.3	0.3	98.4
無処理	-	①	80	40	33	7	0	0	50.0	14.7	
		②	80	38	35	5	2	0	52.5	15.9	
		③	80	26	31	16	7	0	67.5	26.3	
	平均								56.7	19.0	

表 22 果房における薬効薬害調査結果
(6月27日：最終散布10日後)

薬剤名	処理方法	調査地点	調査果房数	発病果房数		発病果房率(%)	防除価
				0	1		
エタボキサム	500倍 少散布液量	①	26	21	5	19.2	
		②	25	23	2	8.0	
		③	52	47	5	9.6	
	平均					12.3	75.5
	1000倍 通常 散布液量	①	36	35	1	2.8	
		②	31	30	1	3.2	
		③	30	29	1	3.3	
	平均					3.1	93.8
シアゾファミド	500倍 少散布液量	①	34	34	0	0	
		②	26	24	2	7.7	
		③	23	23	0	0	
	平均					2.6	94.8
	1000倍 通常 散布液量	①	30	30	0	0	
		②	35	35	0	0	
		③	46	46	0	0	
	平均					0	100.0
無処理	-	①	32	12	20	62.5	
		②	26	11	15	57.7	
		③	33	23	10	30.3	
	平均					50.2	

表 23 果房における薬効薬害調査結果
(7月8日: 最終散布21日後)

薬剤名	処理方法	調査地点	調査果房数	発病果房数		発病果房率 (%)	防除価
				0	1		
エタボキサム プロアブル	500倍 少散布液量	①	25	15	10	40.0	
		②	25	19	6	24.0	
		③	54	35	19	35.2	
	平均					33.1	66.9
	1000倍 通常 散布液量	①	36	26	10	27.8	
		②	35	29	6	17.1	
		③	27	26	1	3.7	
	平均					16.2	83.8
シアゾファミド プロアブル	500倍 少散布液量	①	33	32	1	3.0	
		②	30	28	2	6.7	
		③	28	26	2	7.1	
	平均					5.6	94.4
	1000倍 通常 散布液量	①	33	32	1	3.0	
		②	36	36	0	0	
		③	49	49	0	0	
	平均					1.0	99.0
無処理	-	①	33	0	33	100	
		②	26	0	26	100	
		③	33	0	33	100	
	平均					100	

試験2:リンゴにおける薬効薬害試験

1. 試験場所

一般社団法人長野県植物防疫協会 須坂研究所

2. 耕種概要

品種①:ふじ 樹齢:6・7年生、樹高:3.5m
品種②:つがる 樹齢:4・5年生、樹高:3.5m
栽植密度:4.0m×2.0m 約120本/10a
栽培条件:わい化仕立てによる露地栽培
試験期間中の防除薬剤:なし

3. 対象病害虫

薬効試験:ユキヤナギアブラムシ(放虫、一部自然発生あり)

4. 供試薬剤

①農薬の種類:アセタミプリド水溶剤(商品名:モスピラン顆粒水溶剤)
有効成分名・濃度:アセタミプリド 20.0%
登録内容(リンゴ・アブラムシ類):2000倍~4000倍、200~700L/10a
②農薬の種類:ピリフルキナゾン水和剤(商品名:コルト顆粒水和剤)
有効成分濃度:ピリフルキナゾン 20.0%
登録内容(リンゴ・ア布拉ムシ類):3000倍~6000倍、200~700L/10a

5. 試験区の構成

区制:1区 60.0m² (4.0m×15.0m) 品種ごとに1連制、合計2連制
連制I:ふじ、連制II:つがる 各連制で2調査地点を設けた。

表 24-1. リンゴ試験区(連制I、品種:ふじ)の構成

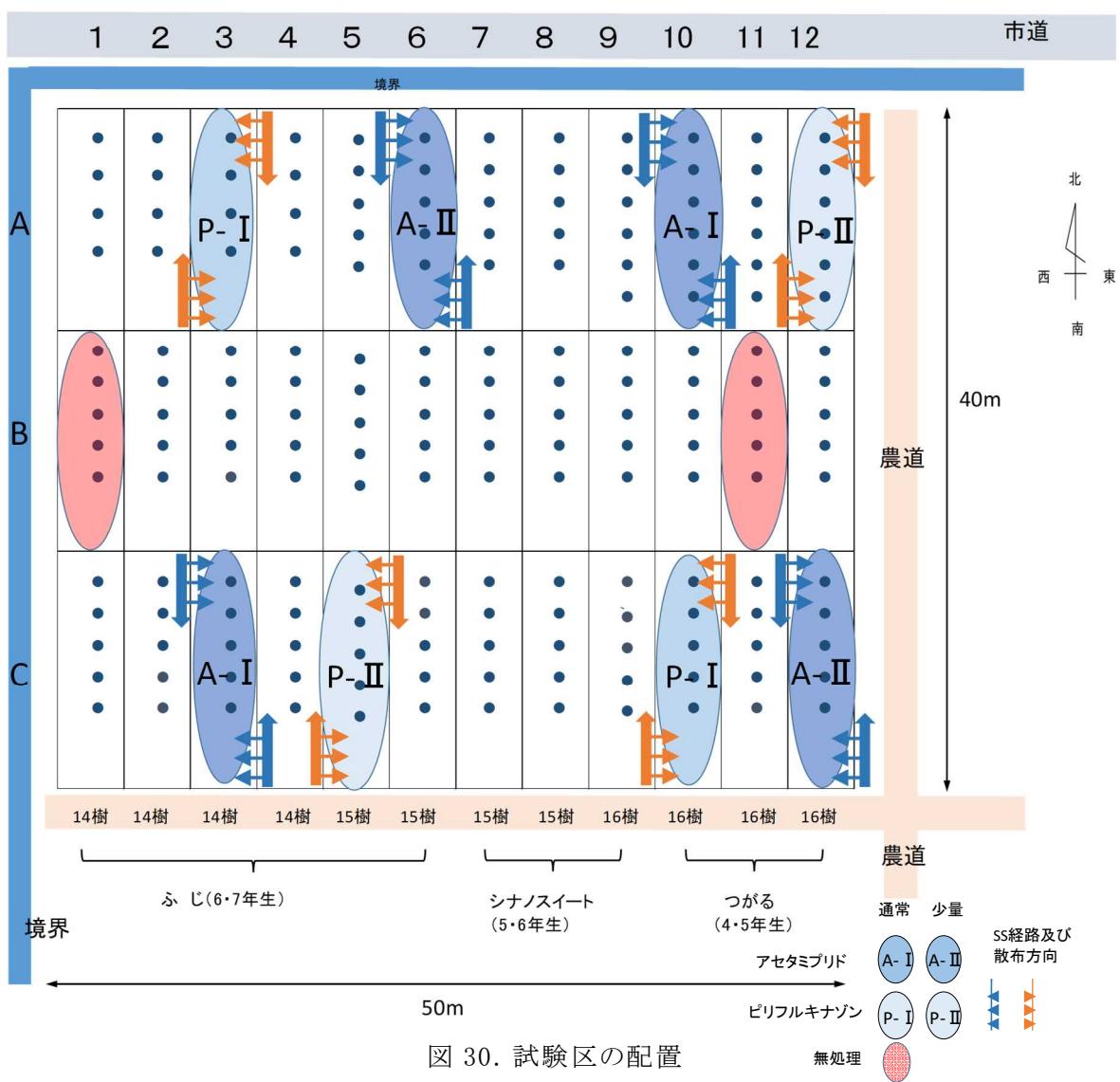
農薬の種類 (商品名)	試験区	希釈 倍数	目標散布液量*	目標散布液量 における有効 成分投下量
アセタミプリド 水溶剤 (モスピラン顆粒水溶剤)	少散布液量区	1000倍	185L/10a、11.1L/区	37.0g/10a 2.22g/区
	通常散布液量区	2000倍	370L/10a、22.2L/区	
	無処理区	—	—	
ピリフルキナゾン 水和剤 (コルト顆粒水和剤)	少散布液量区	1500倍	185L/10a、11.1L/区	24.7g/10a 1.48g/区
	通常散布液量区	3000倍	370L/10a、22.2L/区	
	無処理区	—	—	

*事前に供試した樹に水を散布して、葉全体が濡れ、かつしたたり落ちが生じ始める液量を通常散布液量(370L/10a)と定め、その半量を少散布液量(185L/10a)とした。

表 24-2. リンゴ試験区(連制Ⅱ、品種:つがる)の構成

農薬の種類 (商品名)	試験区	希釀 倍数	散布液量*	有効成分 投下量
アセタミブリド 水溶剤 (モスピラン顆粒水溶剤)	少散布液量区	1000 倍	125L/10a、7.5L/区	25.0g/10a 1.5g/区
	通常散布液量区	2000 倍	250L/10a、15.0L/区	
	無処理区	—	—	
ピリフルキナゾン 水和剤 (コルト顆粒水和剤)	少散布液量区	1500 倍	125L/10a、7.5L/区	16.7g/10a 1.0g/区
	通常散布液量区	3000 倍	250L/10a、15.0L/区	
	無処理区	—	—	

事前に供試した樹に水を散布して、葉全体が濡れ、かつしたたり落ちが生じ始める液量を通常散布液量(250L/10a)と定め、その半量を少散布液量(125L/10a)とした。



6. 処理方法

6-1. 処理年月日(作物ステージ)

処理年月日: 2024年5月24日(新梢伸長期)



図 31. 薬剤散布時の農作物の繁茂状況及び遮蔽措置
(処理前日 2024年5月23日)



図 32. ふじとつがるの生育量の差(処理当日 2024年5月24日)
左:「ふじ」 右「つがる」

6-2. 処理方法

目標散布量となるように事前にスピードスプレーヤ(機種:昭信製3S-CE1052HC)の散布設定(表25)を調整し、所定量を均一に散布した。散布はSSの中央より樹列側のノズルから噴霧し、樹列の両側より行った。なお、展着剤は加用しなかった。

区間のドリフトを防止するため、散布前に試験区の両隣を高さ約3.0mの寒冷紗(PVA製)で間仕切りを設けた。



図33. 遮蔽措置と薬剤散布の様子

表25. 品種及び処理区におけるSSの散布設定条件

供試品種	区	SS散布条件			
		速度	エンジン回転数(rpm)	ノズル数(個)	噴板穴径mm・個数
つがる	通常散布液量区	中3	2,000	7	1.5mm・4個,1.8mm・3個
	少散布液量区	中3	2,000	7	1.0mm・3個,1.5mm・1個,1.8mm・3個
ふじ	通常散布液量区	中3	2,000	10	1.5mm・7個,1.8mm・3個
	少散布液量区	中3	2,000	10	0.8mm・4個,1.0mm・5個,1.5mm・1個

7. 試験期間中の気象条件

表26. 試験期間中の試験地近傍の気象データ(アメダス観測点:長野)

月日	5/23	5/24	5/25	5/26	5/27	5/28	5/29	5/30	5/31	6/1	6/2	6/3	6/4	6/5	6/6	6/7	6/8
平均気温(°C)	20.5	18.7	14.6	18.6	22.6	14.5	15.3	19.6	17.5	17.7	15.9	16.1	16.5	16.9	18.6	21.6	23.2
降水量(mm)	--	--	--	--	0	75.5	0.5	0	6	0	4.5	0	0	--	--	--	--
備考		処理日			3日後				7日後			10日後				14日後	

処理当日に降雨はなく、降雨による影響はなかったと考えられた。

8. 調査方法

8-1. 感水紙による付着程度の調査

散布直前に1連あたり6枚×2箇所、計12枚の感水紙(Syngenta社製、52mm×76mm)を、アブラムシ調査を行う新梢の近傍にクリップで葉または枝に留めた(図34)。散布終了後速やかに回収し写真を撮影した。



図 34. 感水紙設置の様子(調査対象新梢近傍)

8-2. 残留分析による有効成分付着量の調査

1) 試料の採取

試料の採取は薬効調査部位近辺の新梢の成葉を対象とし、品種別に各連制より 30 葉ずつ採取した。無処理区は薬剤の散布前に採取を行い、合わせて、妥当性確認用の試料として 120 枚を別途採取した。処理区は、薬液の風乾後(散布約 1 時間後)に採取を行った。採取時は正常なゴム手袋を着用し、試験区が変わることに新しいものに取り換えた。採取した試料は区別に梱包し、採取当日に分析機関に冷蔵指定で発送した。

2) 残留分析

受領時に試料の写真撮影を行った。成分抽出は区あたり 30 葉から行った。いずれの分析対象物質もアセトンで超音波抽出を行い、抽出液を定容・分取した。分取した溶液を乾固後にメタノールで定容して測定溶液とし、LC-MS/MS を用いて定量を行った。定量限界は $0.2\mu\text{g}/30$ 葉に設定した。詳細は「付 1. 残留分析法および結果の詳細」に示した。

3) 葉面積の測定

無処理区の葉 30 枚を 5cm 四方の正方形の紙片とともにクリアファイルに挟んだ。このクリアファイルをプリンターでスキャン・印刷し、ハサミで葉の形に切り出した。また、正方形の紙片を同様に切り出して重量を計測し、紙片の重量比から葉面積(両面)を概算した。薬剤処理区は区ごとに葉の重量を測定し、無処理区の葉の重量と算出した面積の比率から葉面積(両面)を概算した。いずれの区も連制別(品種別)に測定を行った。

8-3. 薬効薬害調査

薬効調査は、5 月 23 日(散布前日)、5 月 27 日(散布 3 日後)、5 月 31 日(散布 7 日後)、6 月 3 日(散布 10 日後)及び 6 月 7 日(散布 14 日後)に行った。なお、本試験では、試験圃場でのユキヤナギアブラムシの発生が少なかったため、放虫を行った。放虫は、5 月 14~15

日(散布9～10日前)及び5月20日(散布4日前)の2回、場内の別圃場のリンゴ樹からユキヤナギアブラムシの寄生している葉を採取し、各区の新梢部位に放虫した。

調査は、連制あたり放虫箇所を含む10新梢×2箇所を予めマークしておき、寄生するユキヤナギアブラムシの無翅虫数を計測した。

薬害調査は、散布後の薬効調査日に、葉と果実を対象として、肉眼により下記の基準に従って程度別に調査した。

－：薬害を認めない、＋：軽微な薬害症状を認める、

++：中程度の薬害症状を認める、+++：重度の薬害症状を認める

9. 調査結果及び考察

本試験に供試した樹は、ふじで6.7年生のわい化仕立て、つがるで4.5年生のわい化仕立てでいずれの品種も樹高は約2.5～3.5mで葉はよく繁茂し、慣行圃場における新梢伸長期の樹と比べて概ね同程度の繁茂状況であったと考えられる(図32)。

9-1. 感水紙による付着程度の調査

散布液量を変えた場合(少量散布液量区は通常散布液量区の1/2)の薬液のリンゴ葉への付着程度を感水紙を用いて調査した。圃場に設置された感水紙の薬液散布直後の状況を図35に、感水紙への付着状況を図36から図39に示した。感水紙の薬液付着状況の概要を表27に示した。

アセタミプリド水溶剤では、葉の表裏(あるいは葉の片側)の付着量に差がある場合がいずれの連制においても少量散布液量区で見られた。

少散布液量区では通常散布液量区よりやや付着量が少ない傾向があるものの、全体として葉の表裏、連制での差は少なく、概ね均一に付着していた。



図35. 散布直後の感水紙の状況

表 27. 感水紙による付着程度の概要

品種	葉の表裏	薬剤名	感水紙への付着程度	
			少量散布	通常
ふじ	葉表	アセタミブリド	□	○
		ピリフルキナゾン	○	○
	葉裏	アセタミブリド	□	○
		ピリフルキナゾン	○	○
つがる	葉表	アセタミブリド	○	○
		ピリフルキナゾン	○	○
	葉裏	アセタミブリド	□	○
		ピリフルキナゾン	○	○

○: 全ての感水紙全面に概ね均一に付着しており、かかりムラは少ない

□: 全面に概ね均一に付着している感水紙と付着の少ない感水紙が混在

△: 感水紙への付着は認められるが、全体的に付着の少ない感水紙が多い

×: 付着の全くない感水紙が多い

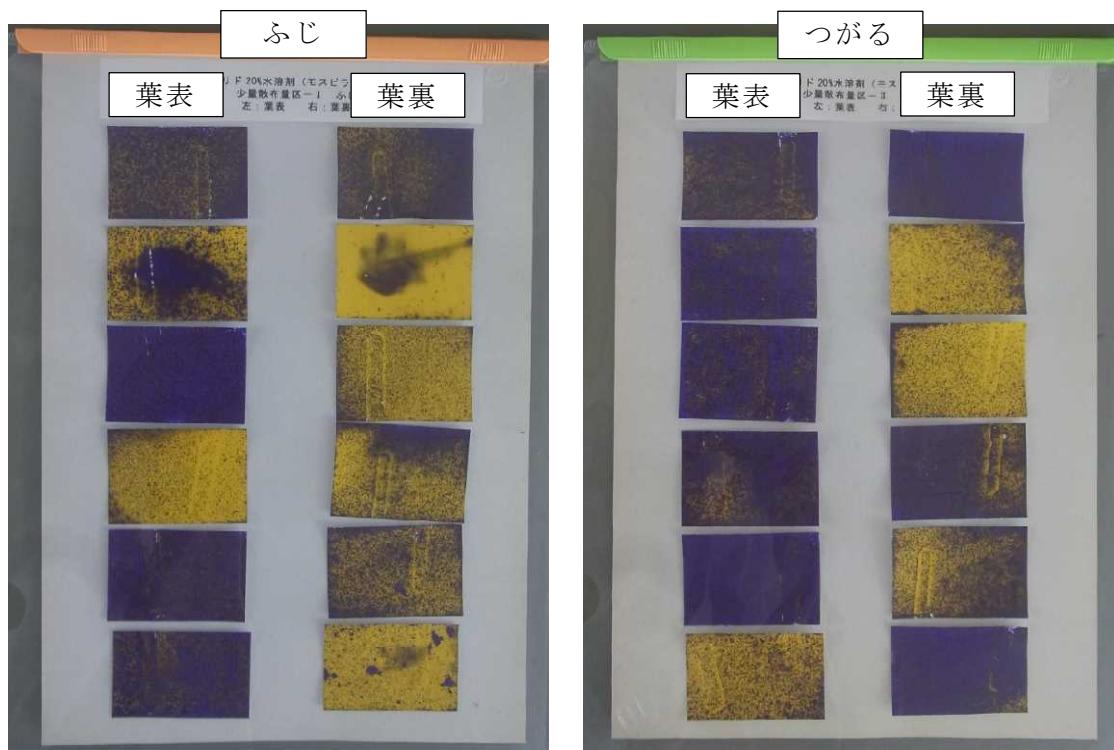


図 36. アセタミプリド 少散布液量区の感水紙への薬液付着状況

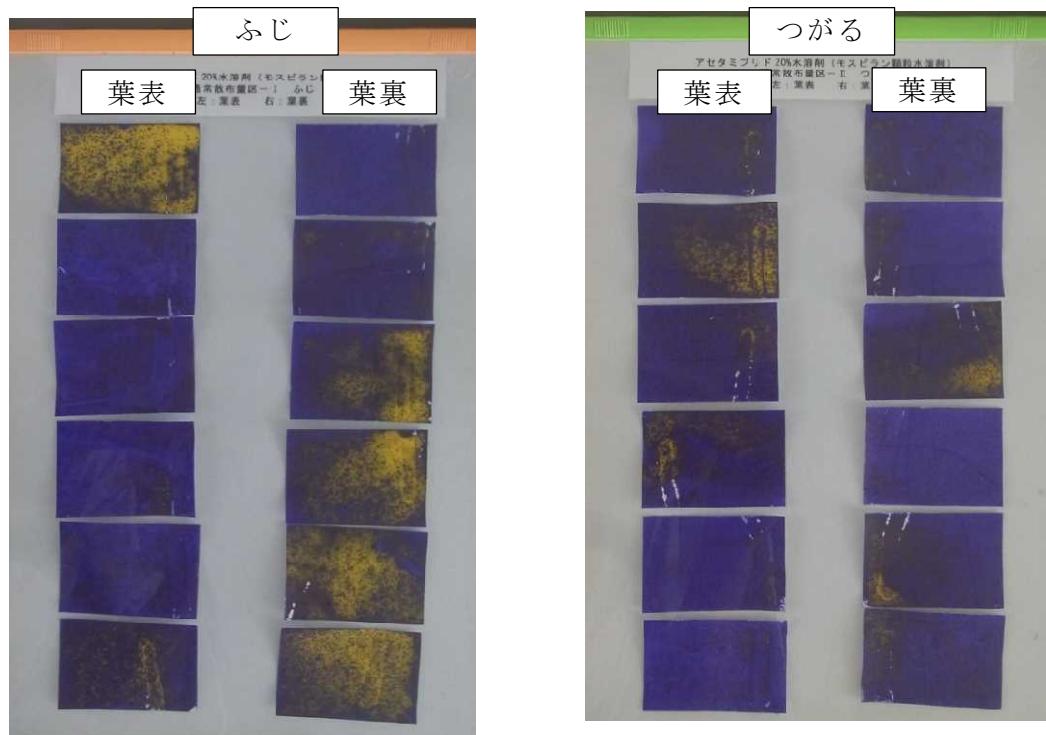


図 37. アセタミプリド 通常散布液量区の感水紙への薬液付着状況

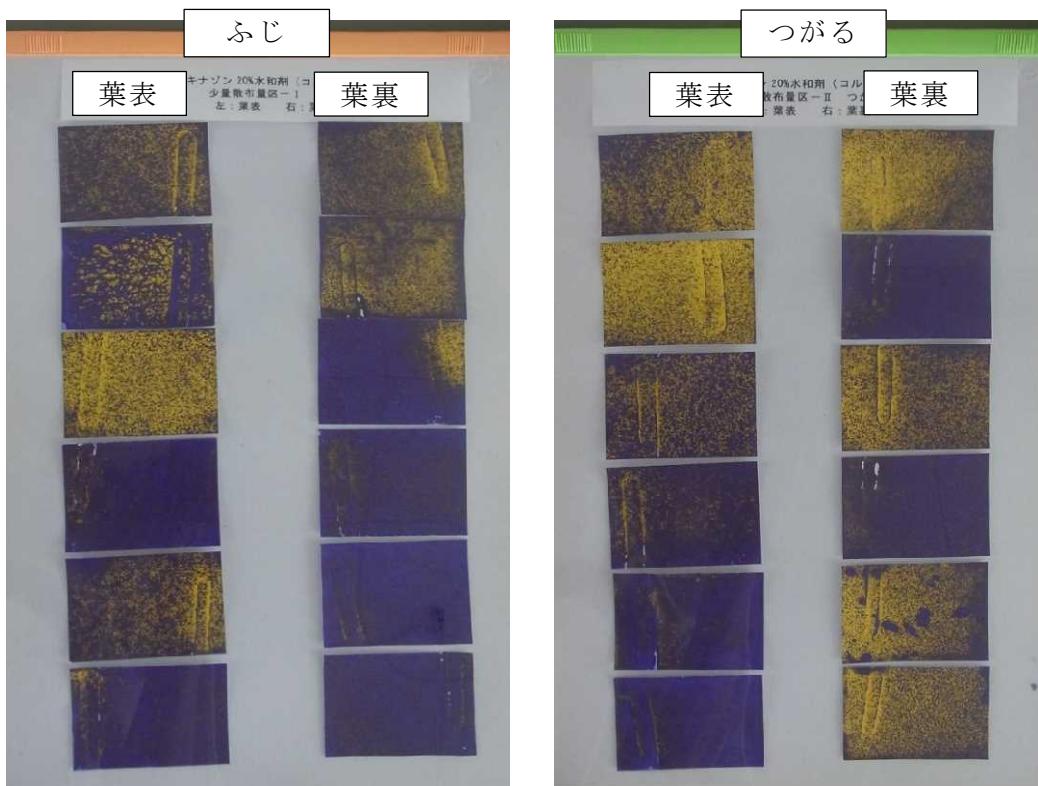


図 38. ピリフルキナゾン 少散布液量区の感水紙への薬液付着状況

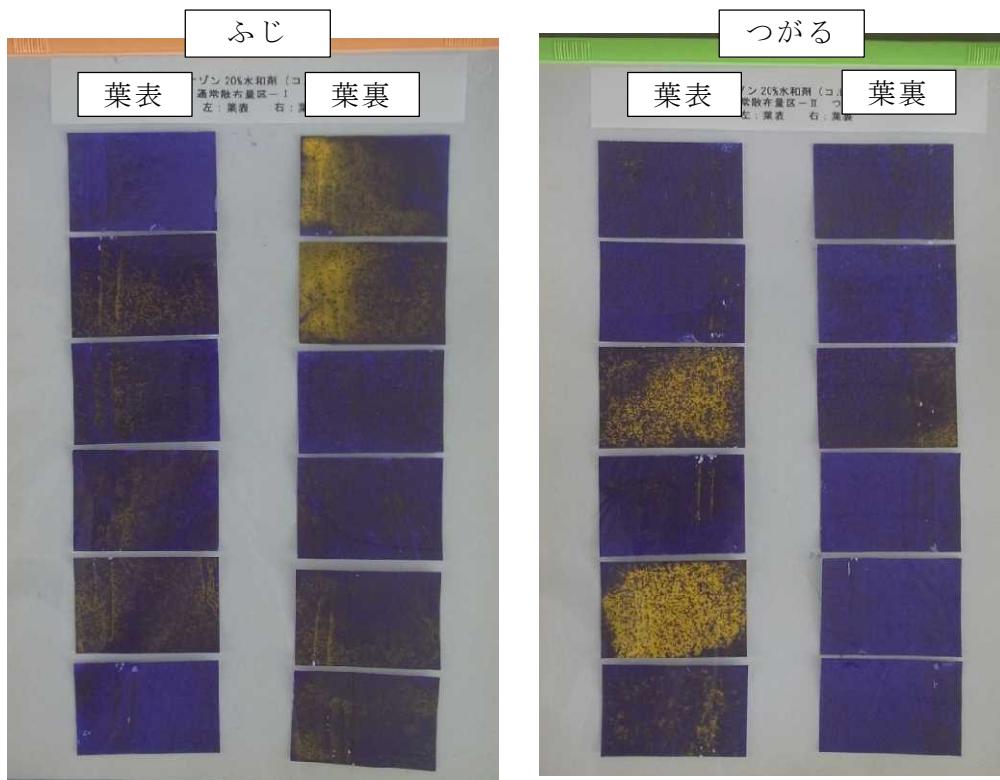


図 39. ピリフルキナゾン 通常散布液量区の感水紙への薬剤付着状況

9-2. 残留分析による有効成分付着量の調査

残留分析と葉の表面積測定の結果より算出した有効成分付着量について、結果を表 28 に示した。葉における単位面積あたりの有効成分付着量は、アセタミプリドで $0.32\sim 0.43\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、ピリフルキナゾンで $0.16\sim 0.26\mu\text{g}/\text{cm}^2$ だった。両薬剤において、散布液量区間で顕著な差は認められなかった。

表 28. 残留分析によるリンゴ葉の有効成分付着量の結果

有効成分名	連制品種	試験区	有効成分投下量	分析値($\mu\text{g}/30\text{葉}$)	葉面積(cm^2)	有効成分付着量 ^{※1} ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)
アセタミプリド	連制 I ふじ	無処理区	—	0.3	77.0	0.0001
		少散布液量区	37.0g/10a	656	51.4	0.43
		通常散布液量区	2.22g/区	462	47.4	0.32
	連制 II つがる	無処理区	—	< 0.2	53.1	< 0.0001
		少散布液量区	25.0g/10a	548	47.7	0.37
		通常散布液量区	1.5g/区	484	50.2	0.32
ピリフルキナゾン	連制 I ふじ	無処理区	—	< 0.2	77.0	< 0.0001
		少散布液量区	24.7g/10a	539	61.5	0.26
		通常散布液量区	1.48g/区	304	47.8	0.21
	連制 II つがる	無処理区	—	< 0.2	53.1	< 0.0001
		少散布液量区	16.7g/10a	456	55.0	0.26
		通常散布液量区	1.0g/区	259	54.5	0.16

※1: 有効成分付着量 = (分析値/30)/葉面積

9-3. 薬効調査

ユキヤナギアブラムシに対する薬効調査の結果を表 29 に示した。

処理前の各連制におけるユキヤナギアブラムシの寄生虫数は、ほぼ同程度であった。また、無処理区におけるユキヤナギアブラムシの寄生虫数の推移を見ると、処理 3 日後はいずれの連制においても明らかな増加を示したが、3 日後をピークに以降は緩やかな減少傾向を示した。特にふじでは 10 日後、14 日後の減少が顕著であった。無処理区における寄生虫数の減少は試験期間を通して観察された天敵(テントウムシ類)による影響の可能性が考えられた。

上記のような状況下において、供試薬剤のユキヤナギアブラムシに対する効果は以下の傾向が認められた。

つがるではアセタミプリド水溶剤、ピリフルキナゾン顆粒水和剤とともに、処理 10 日後まで高い防除効果が認められ、散布液量区間での顕著な差は認められなかった。ふじでは両剤ともに処理 10 日後まで防除効果を示し、少散布液量区がやや優る効果を示した。

処理 10 日後、14 日後には両剤とも虫数の増加傾向が見られているが、補正密度指数で見た場合、つがるでは散布液量区によらず効果が維持されていた。ふじでは補正密度指数の上昇が目立つが、これは無処理区の虫数の減少が影響しているものと考えられた。

以上のことから両剤ともに通常散布液量区と少量散布液量区で顕著な効果差は認められない、もしくは少散布液量区がやや優る効果であった。

なお、試験期間を通して、茎葉と果実に薬害は認められなかった（表 25）。

表 29. ユキヤナギアブラムシに対する薬効薬害試験の調査結果

品種	薬剤名	希釈倍数	散布量	区	寄生無翅虫数				
					処理前日	3 日後	7 日後	10 日後	14 日後
つがる	モスピラン顆粒水溶剤 (アセタミブリド)	1000	少量	I	1,535	25	40	116	333
				II	1,267	24	32	86	266
				平均	1,401	25	36	101	300
	コルト顆粒水和剤 (ビリフルキナゾン)	2000	通常	I	1,144	27	44	131	207
				II	1,402	15	64	143	218
				平均	1,273	21	54	137	213
	無処理	1500	少量	I	1,149	183	79	121	206
				II	1,020	228	23	49	30
				平均	1,085	206	51	85	118
ふじ	モスピラン顆粒水溶剤 (アセタミブリド)	2000	通常	I	1,206	392	51	84	151
				II	1,303	307	16	57	154
				平均	1,255	350	34	71	153
	コルト顆粒水和剤 (ビリフルキナゾン)	3000	通常	I	1,336	2,587	2,241	1,266	917
				II	1,102	1,914	2,052	1,757	1,172
				平均	1,219	2,251	2,147	1,512	1,045
	無処理	1500	少量	I	1,477	6	35	138	399
				II	1,538	36	100	150	273
				平均	1,508	21	68	144	336
ふじ	モスピラン顆粒水溶剤 (アセタミブリド)	1000	少量	I	1,095	70	144	185	273
				II	1,142	139	200	366	615
				平均	1,119	105	172	276	444
	コルト顆粒水和剤 (ビリフルキナゾン)	3000	通常	I	936	196	24	51	134
				II	1,579	103	77	124	119
				平均	1,258	150	51	88	127
	無処理	1500	少量	I	1,609	201	51	216	279
				II	1,408	176	79	270	344
				平均	1,509	189	65	243	312

※赤字は補正密度指数

表 30. ユキヤナギアブラムシに対する試験薬剤の薬害

品種	薬剤名	区	薬害			
			3日後	7日後	10日後	14日後
つがる	アセタミプリド水溶剤 (モスピラン顆粒水溶剤)	少量散布量区	—	—	—	—
		II	—	—	—	—
		通常散布量区	—	—	—	—
	ピリフルキナゾン水和剤 (コルト顆粒水和剤)	少量散布量区	—	—	—	—
		II	—	—	—	—
		通常散布量区	—	—	—	—
ふじ	アセタミプリド水溶剤 (モスピラン顆粒水溶剤)	無処理	—	—	—	—
		II	—	—	—	—
		少量散布量区	—	—	—	—
	ピリフルキナゾン水和剤 (コルト顆粒水和剤)	II	—	—	—	—
		通常散布量区	—	—	—	—
		無処理	—	—	—	—

薬害基準

—: 薬害を認めない +: 軽微な薬害症状を認める

++: 中程度の薬害症状を認める +++: 重度の薬害症状を認める

試験 3:モモにおける薬効薬害試験

1. 試験場所

公益社団法人福島県植物防疫協会 飯坂試験地

2. 耕種概要

試験場の所在:福島県福島市飯坂町高石仏 現地ほ場

品種:あかつき 樹齢 21年生 樹高 3.5m

栽植密度:列間 6.5m×樹間 5.5m およそ 28 本/10a

栽培条件:開心自然形、露地栽培

当年の試験薬剤の使用履歴及び試験期間中の防除薬剤:なし

3. 対象病害虫

薬効試験:ハダニ類(クワオオハダニ)、自然発生

4. 供試薬剤

①農薬の種類:スピロテトラマトフロアブル(商品名:モベントフロアブル)

有効成分名・濃度:スピロテトラマト 22.4%

登録内容(モモ・ハダニ類):2000 倍、200~700L/10a

②農薬の種類:アセキノシルフロアブル(商品名:カネマイトフロアブル)

有効成分濃度:アセキノシル 15.0%

登録内容(モモ・ハダニ類):1000 倍~1500 倍、200~700L/10a

5. 試験区の構成

試験区の構成は表 31 に示す。なお無処理区を除く試験区の区制は 1 区 273 m²(42m × 6.5m)、35.75 m²/樹 (6.5m × 5.5m)、8 樹/区のうちから調査樹は区内に3樹確保した(参考;図 41)。

表 31. モモ試験区の構成

農薬の種類 (商品名)	試験区	希釈 倍数	目標散布液量	目標散布量 における有効 成分投下量
スピロテトラマト フロアブル (モベントフロアブル)	少散布液量区	1000 倍	125L/10a	28.0g/10a 7.64g/区
	通常散布液量区	2000 倍	250L/10a	
	無処理区	—	—	
アセキノシル フロアブル (カネマイトフロアブル)	少散布液量区	500 倍	125L/10a	37.5g/10a 10.24g/区
	通常散布液量区	1000 倍	250L/10a	
	無処理区	—	—	



図 40 試験区の配置図(M:スピロテトラマト F 区、K:アセキノシル F 区 S は少量散布、N は通常散布、Cont.:無処理区)

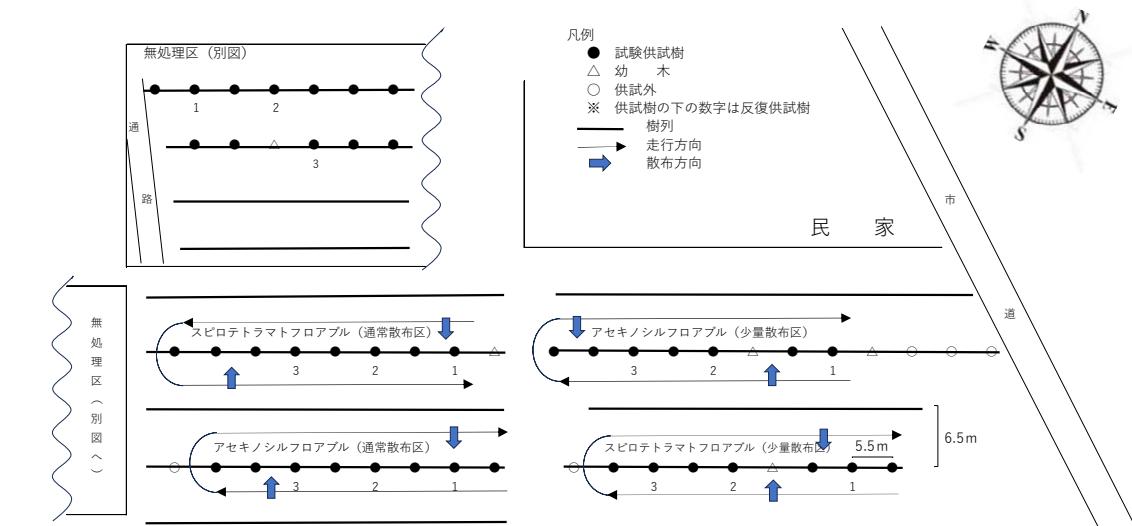


図 41 試験区の概要図及び散布方法

6. 処理時の状況及び方法

処理年月日:2024年9月27日(果実収穫後)

処理時の気象条件及び試験への影響: 天候 晴れ、 風向・風速 無風、 当該気象条件による試験への影響はないと判断された。

処理方法: 事前に時間当たり吐出量を調査したスピードスプレーヤー(機種:昭信製3S-VE1052C、以下「S-S」とする)を散布に用いた。散布は目標散布量となるように事前にS-Sの散布設定(表 33)を調整し、図 40 の各試験区に 42m 間隔となるようFRP 支柱を立て噴霧位置の目印とした。散布は S-S の中央より樹列側のノズルから噴霧し、樹

列の両側より行った。また、試験区全体に所定量を均一になるように散布するため、走行ギア、エンジン回転数を一定にして走行した。なお、展着剤は加用しなかった。またドリフトによる影響を考慮し、試験区の樹列は1列あけて設定した(図 40)。



図 42 試験に使用した S·S のタンク側面

図 43 S·S の操作パネル
(表示されている数字部分はエンジン
回転数 $20 \times 100\text{rpm}$ を指示する
ことを示す)



図 44 高 ⇄ 中 ⇄ 低 でギア切り替える

図 45 試験散布に供試した噴版
(上; $\phi 1.5$ 、下; $\phi 1.0$)





図 46 薬剤散布時の様子と繁茂状況(スピロテトラマトフロアブル通常散布区)手前左の青いFRP支柱は試験区の両端に置き、噴霧開始・終了位置を示している。



図 47 薬剤散布時の様子と繁茂状況(アセキノシルフロアブル通常散布区)



図 48 薬剤散布時の様子と繁茂状況(アセキノシルフロアブル少量散布区)

7. 試験期間中の気象条件

表 32 試験期間中の気象条件

月 日	9/26	9/27	9/28	9/29	9/30	10/1	10/2	10/3	10/4	10/5	10/6	10/7	10/8	10/9	10/10	10/11	10/12
平均気温℃	22.2	24.0	23.3	21.6	21.0	22.2	24.6	19.0	21.5	21.0	19.3	20.2	17.1	15.4	15.8	16.2	17.7
降水量合計mm	3.0	--	0.0	0.0	--	0.0	0.0	3.0	19.0	0.0	2.0	12.5	9.5	16.5	1.0	0.0	--
備 考		散布日			ハダニ調査			ハダニ調査								ハダニ調査	

注 観測地点:福島市松木町 1-9、アメダス福島、試験ほ場までの距離:約 8km

8. 調査方法

8-1 散布薬液量の検証

各試験区において S・S に投入した調整薬液量から散布終了後にタンク残液量をはかりとり、実散布量を算出し、単位面積あたりの目標散布液量との差違を検証した。

8-2 感水紙による付着程度の調査

散布前に処理区あたり 24 枚の感水試験紙(「Spraying Systems 社」製、開発元 Syngenta Crop Protection AG、国内販売アズワン 52×76mm)を、12 枚((2 枚×2/組)/樹)を S・S の噴霧液が直接かかりやすい樹冠外側【A】の葉の表裏、12 枚((2 枚×2/組)/樹)を薬液のかかりにくい樹冠内側【B】の葉の表裏に、それぞれクリップで止め設置した。散布後、薬液による葉の水滴が認められなくなった頃を見計らって回収し、その日のうちに写真映像として撮影記録した。

8-3. 残留分析による有効成分付着量の調査

1) 試料の採取

薬液風乾後(散布約 2 時間後)に、薬液がかかりやすい樹冠外側の部位とかかりにくい樹冠内側の部位に分け、区ごとにそれぞれから成葉 30 枚以上を採取した。採取時は新しい使い捨て手袋をはめて他試験区から汚染のないように行った。試験区及び部位別に採取した各試料は、直ちにファスナー付きポリ袋にそれぞれ入れ、採取当日に梱包して冷蔵宅配便にて農薬残留分析機関に送付した。なお、無処理区試料および妥当性検討用は、薬剤散布前に無処理区から合わせて成葉約 150 枚を採取し、同様に送付した。

2) 残留分析

受領時に試料の写真撮影を行った。成分抽出は区あたり 15 葉から行った。いずれの分析対象物質もアセトンで超音波抽出を行い、抽出液を定容・分取した。分取した溶液を乾固後に LC/MS 用メタノールで定容し、LC-MS/MS を用いて定量を行った。定量限界は 0.8 μ g/15 葉に設定した。詳細は「付 1. 残留分析方および結果の詳細」に示した。

3) 葉面積の測定

無処理区の葉 30 枚を 5cm 四方の正方形の紙片とともにクリアファイルに挟んだ。こ

のクリアファイルをプリンターでスキャン・印刷し、ハサミで葉の形に切り出した。また、正方形の紙片を同様に切り出して重量を計測し、紙片の重量比から葉面積(両面)を概算した。薬剤処理区は区ごとに葉の重量を測定し、無処理区の葉の重量と算出した面積の比率から葉面積(両面)を概算した。

8-4 薬効調査

薬効調査は、9月26日(処理前日)、9月30日(処理3日後)、10月3日(処理6日後)、10月11日(処理14日後)に行った。区ごとに薬液がかかりやすい部位(樹冠外側)と薬液がかかりにくい部位(樹冠内側)にわけて、処理前日は各20葉、処理後は各10葉を採取し、葉をブラッシングマシンにかけ、実体顕微鏡下で雌成虫数と幼若虫数を計数した。9月23日(処理4日前)に調査ほ場全体にハチハチフロアブル2000倍液を散布し、カブリダニ類を駆除した。

薬害調査は、散布後の薬効調査日に葉を対象として、肉眼により下記の基準に従って程度別に調査した。

ー：薬害を認めない、+：軽微な薬害症状を認める、

++：中程度の薬害症状を認める、+++：重度の薬害症状を認める

9. 調査結果及び考察

本試験に供試した樹は、樹齢21年生、樹高は約3.5mで葉はよく繁茂し、慣行圃場における収穫期の樹と比べて概ね同程度の繁茂状況であったと考えられる(図46～48)。

9-1 散布薬液量の検証

目標とする通常散布量を250L/10a、少量散布量を半分の125L/10aとするため、S・Sのエンジン回転数、走行ギア及び散布ノズルの噴板を表33に示す設定で散布を実施したところ、少量散布区ではスピロテトラマトフロアブル区とアセキノシルフロアブル区で約20L/10aの差が生じたが、通常散布区ではほぼ目標通りであった。

表33 試験散布薬量の検証結果

農薬の種類	散布量	希釈倍数 (倍)	目標散布 液量(L/10a)	SS走行の要素及び使用噴板			実散布量 (L/区)	10a換算散布 液量(L)
				エンジン回転数(rpm)	走行ギア	噴板		
スピノテトラマト フロアブル	少量	1,000	125	2,200	低-3速	1.0	35.5	130.0
	通常	2,000	250	2,300	中-2速	1.5	69.4	254.2
アセキノシル フロアブル	少量	500	125	2,200	低-3速	1.0	30.1	110.3
	通常	1,000	250	2,300	中-2速	1.5	67.6	247.6

9-2 感水紙による付着程度の調査

通常散布液量区と少散布液量区(通常散布液量区の1/2)の感水紙への薬液付

着状況を図 49 から図 56 に示し、それらの概要を表 34 に示した。

薬剤にかかわらず、少散布液量区では通常散布液量区より付着量がやや少ない傾向があるものの、全体として葉の表裏の差は少なく、概ね均一に付着していた。樹冠内側は樹冠外側に比べて付着量がやや少ないものの、どちらの散布量区も同様の傾向であった。

表 34. 感水紙による付着程度の概要

葉の表裏	薬剤名	感水紙への付着程度			
		樹冠外側 (薬液のかかりやすい部位)		樹冠内側 (薬液のかかりにくい場所)	
		少量散布	通常	少量散布	通常
葉表	スピロテトラマト	□	○	□	△
	アセキノシル	□	○	□	○
葉裏	スピロテトラマト	□	○	□	△
	アセキノシル	□	○	□	○

○:全ての感水紙全面に概ね均一に付着しており、かかりムラは少ない

□:全面に概ね均一に付着している感水紙と付着の少ない感水紙が混在

△:感水紙への付着は認められるが、全体的に付着の少ない感水紙が多い

×:付着の全くない感水紙が多い

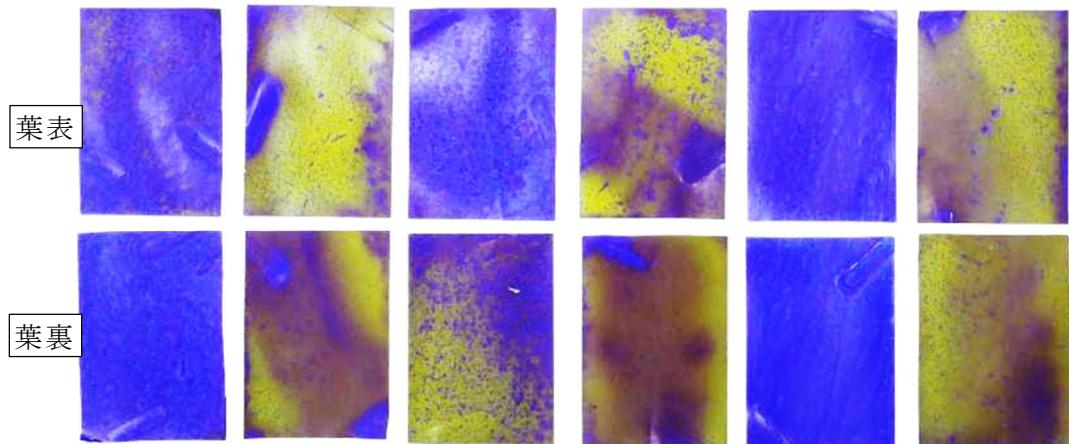


図 49 スピロテトラマトプロアブル少量散布区 樹間外側【A】

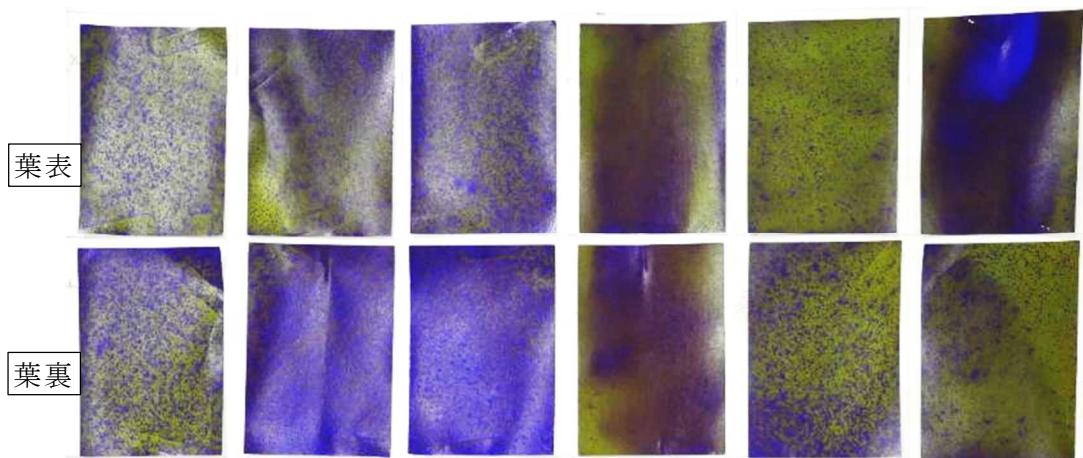


図 50 スピロテトラマトフロアブル少量散布区 樹間内側【B】

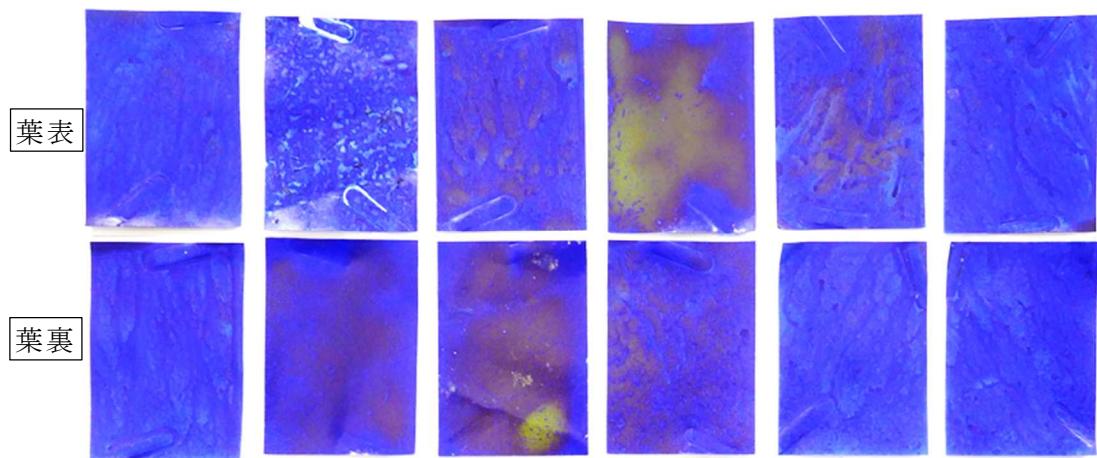


図 51 スピロテトラマトフロアブル通常量散布 樹冠外側【A】

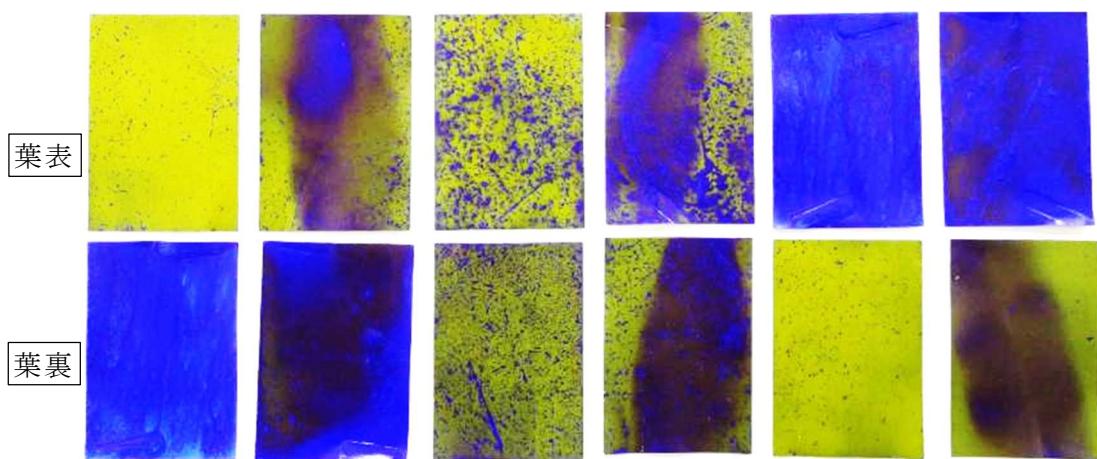


図 52 スピロテトラマトフロアブル通常量散布 樹冠内側【B】

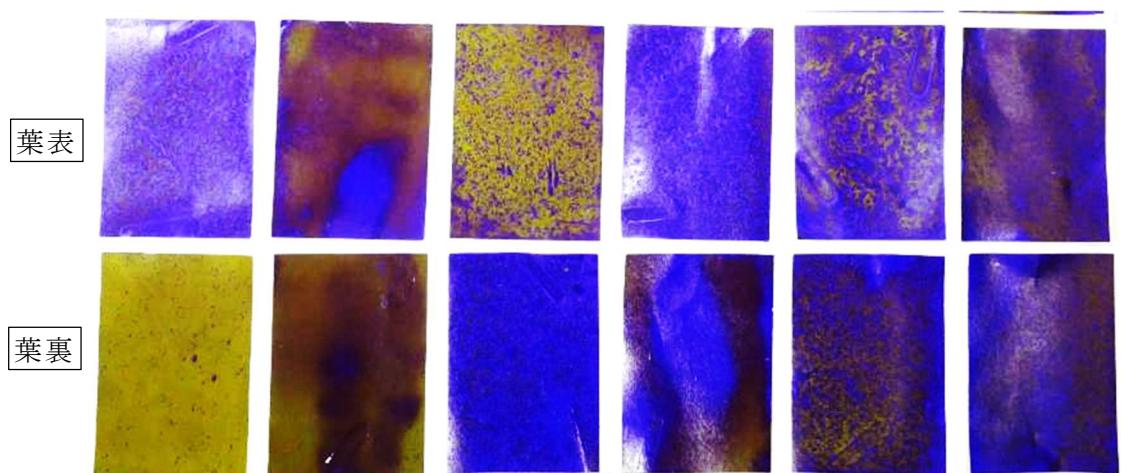


図 53 アセキノシルフロアブル少量散布区 樹冠外側【A】

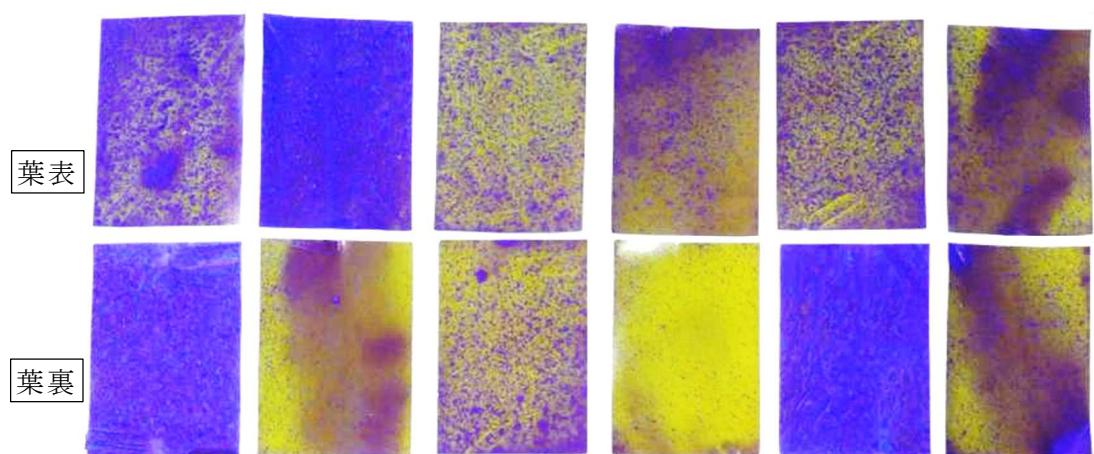


図 54 アセキノシルフロアブル少量散布区 樹冠内側【B】

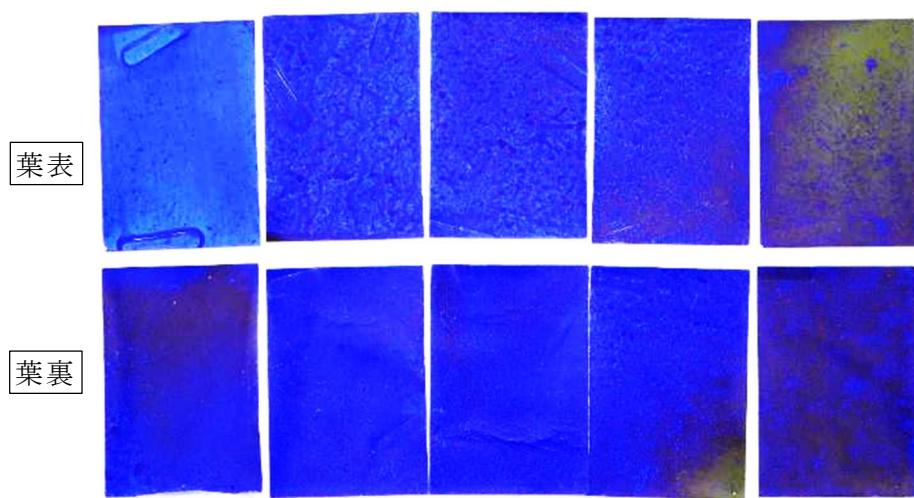


図 55 アセキノシルフロアブル通常量散布区 樹冠外側【A】

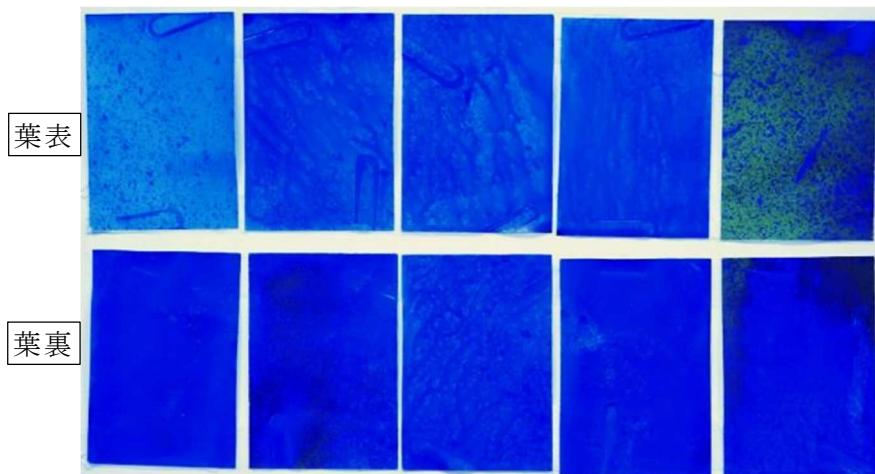


図 56 アセキノシルフロアブル通常量散布区 樹冠内側【B】

9-3. 残留分析による有効成分付着量の調査

残留分析と葉の表面積測定の結果より算出した有効成分付着量について、結果を表 35 に示した。葉における単位面積あたりの有効成分付着量は、スピロテトラマトで $0.23\sim0.33\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、アセキノシルで $0.27\sim0.40\mu\text{g}/\text{cm}^2$ だった。両薬剤において、散布液量区間、および樹冠の内外で顕著な差は認められなかった。

表 35. 残留分析によるモモ葉の有効成分付着量の結果

有効成分名	試験区	採取部位	有効成分投下量	分析値 ($\mu\text{g}/15\text{葉}$)	葉面積 (cm^2)	有効成分付着量 ^{※1} ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)	
スピロテトラマト	無処理区		28.0g/10a 7.64g/区	—	1.2	83.8	0.00095
	少散布液量区	樹冠外側		264	75.8	0.23	
		樹冠内側		376	77.0	0.33	
	通常散布液量区	樹冠外側		400	96.2	0.28	
		樹冠内側		257	67.6	0.25	
アセキノシル	無処理区		37.5g/10a 10.24g/区	—	<0.8	83.8	<0.0006
	少散布液量区	樹冠外側		488	80.7	0.40	
		樹冠内側		279	69.7	0.27	
	通常散布液量区	樹冠外側		392	87.7	0.30	
		樹冠内側		251	63.0	0.27	

※1: 有効成分付着量 = (分析値/15)/葉面積

9-4 薬効調査

ハダニ類の種はクワオオハダニであった。薬効調査の結果を表 36 に示した。

ハダニ類の発生が極めて少なかったため、散布水量の違いや葉の採取部位の違いによる薬効については本試験結果からは判然としなかった。

別圃場での試験なども試みたが、毎年の気象変動が大きくハダニ類の発生にも変化が見られ、天敵の発生も一定ではない傾向となっている。このため、今回実施した試験においても結果的に試験時期が適切でなかったため、ハダニ類の発生盛期での試験として実施できなかった。

試験期間をとおして、葉に薬害は認められなかった(表 37)。

表 36 クワオオハダニに対する薬効試験の調査結果

薬剤名	希釈倍数 散布量	区	10葉あたりの寄生虫数												散布14日後 の防除効率 (雌幼若計)	
			処理前日				3日後				6日後					
			樹冠外側	樹冠内側	樹冠外側	樹冠内側	樹冠外側	樹冠内側	樹冠外側	樹冠内側	雌	幼若	雌	幼若	雌	幼若
スピロテトラマト プロアブル	1000倍 少量	I	9.5	22	2	3.5	0	1	0	0	0	0	4	3	1	0
		II	0.5	0	2.5	2.5	0	0	3	1	0	0	0	0	0	11
		III	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	3	1	0
	2000倍 通常	平均	3.3	7.3	2.2	2.0	0.0	0.3	1.0	0.3	0.0	0.0	1.3	2.0	0.7	0.0
		I	2	0	2	0	0	6	1	0	0	0	1	1	9	5
		II	0.5	0	0	2	0	0	0	3	0	0	0	0	0	1
	アセキノシル プロアブル	III	0	0	5.5	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
		平均	0.8	0.0	2.5	1.3	0.0	2.0	0.3	1.0	0.0	0.0	0.3	0.3	3.0	2.0
		I	0	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0
		II	1	1	1.5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
		III	0	8.5	1	1	2	1	1	0	0	1	3	2	4	1
		平均	0.3	3.2	0.8	1.0	0.7	0.3	0.3	0.0	0.0	0.3	1.0	0.7	1.7	0.7
無処理区	500倍 少量	I	3	1.5	3.5	37	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
		II	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
		III	0.5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	1000倍 通常	平均	1.2	0.5	1.5	12.7	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
		I	5	0	1	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0
		II	8.5	1	3.5	1	0	3	0	1	1	0	2	2	2	5
	無処理区	III	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	2	1
		平均	4.5	0.3	1.8	0.7	0.0	1.0	0.3	0.3	0.3	0.0	0.7	0.7	1.3	1.0
															0	0

※防除効率=(1-A)×100

$$A = \frac{\text{無処理区の処理前密度}}{\text{処理区の処理前密度}} \div \frac{\Sigma(\text{処理区の処理後密度})}{\Sigma(\text{無処理区の処理後密度})}$$

但し処理3日後の密度を除く

調査葉数は処理前日は各区 20 葉、処理後は各区 10 葉

表 37 モモ葉に対する試験薬剤の薬害試験結果

薬剤名	希釈倍数 散布量	区	薬害の発生					
			処理3日後		6日後		14日後	
			樹冠外側	樹冠内側	樹冠外側	樹冠内側	樹冠外側	樹冠内側
スピロテトラマト フロアブル	1000倍 少量	I	—	—	—	—	—	—
		II	—	—	—	—	—	—
	2000倍 通常	III	—	—	—	—	—	—
		I	—	—	—	—	—	—
		II	—	—	—	—	—	—
		III	—	—	—	—	—	—
アセキノシル フロアブル	500倍 少量	I	—	—	—	—	—	—
		II	—	—	—	—	—	—
	1000倍 通常	III	—	—	—	—	—	—
		I	—	—	—	—	—	—
		II	—	—	—	—	—	—
		III	—	—	—	—	—	—

※薬害基準

－：薬害を認めない +：軽微な薬害症状を認める

++：中程度の薬害症状を薬害を認める +++：重度の薬害症状を認める

IV. まとめ

本試験では、棚仕立ての果樹 1 種(ブドウ)と立木仕立ての果樹 2 種(リンゴ、モモ)におけるスピードスプレーヤ散布を対象に、供試薬剤の有効成分投下量を揃えた上で、単位面積あたりの散布液量と希釈倍数の組み合わせの違いによる薬効、薬害、及び付着量の影響を検証した。本試験で供試した樹は、いずれも慣行栽培の繁茂状況の範疇であった。なお、少散布水量区の水量の調整にあたり、調整方法(S・S の走行速度、噴霧圧力、ノズルの数、ノズルの噴板サイズなど)は試験ごとに異なったが、その違いによる薬液の付着程度および防除効果への影響の有無は不明であるため、今後の検討課題である。

各果樹における感水紙による付着確認の結果を表 38 にまとめた。立木果樹のリンゴ、モモは棚仕立てのブドウに比べて付着程度のばらつきは少なく、少量散布区においても一定程度以上の付着が認められた。ブドウは、棚下面(かかりやすい場所)に比べて棚上部(かかりにくい場所)の付着程度がやや低く、またリンゴ、モモに比べると表裏の付着程度の差が大きかった。立木仕立てのリンゴ、モモは樹列の両側から散布をするが、棚仕立てのブドウは下から一方向の散布となることが要因のひとつとして考えられる。

表 38 . 感水紙による付着確認の結果一覧

農作物	有効成分	感水紙への付着程度			
		薬液のかかりやすい場所		薬液のかかりにくい場所	
		少量散布	通常	少量散布	通常
ブドウ	エタボキサム	△	□	△	△
	シアゾファミド	△	□	△	△
リンゴ	アセタミプリド	□	○	—	—
	ピリフルキナゾン	□	○	—	—
モモ	スピロテトラマト	□	○	□	△
	アセキノシル	□	○	□	○

○: 全ての感水紙全面に概ね均一に付着しており、かかりムラは少ない

□: 全面に概ね均一に付着している感水紙と付着の少ない感水紙が混在

△: 感水紙への付着が僅かに認められるが、全体的に付着の少ない感水紙が多い

×: 付着の全くない感水紙が多い

残留分析による有効成分付着量の調査結果を表 39 にまとめた。

いずれの農作物においても、散布液量区間で有効成分付着量の顕著な差は認められなかった。薬液のかかりやすい部位とかかりにくい部位の付着量を比較すると、ブドウでやや差が認められたが、その傾向はいずれの散布液量でも同様であった。

表 39 . 残留分析による付着確認一覧

農作物	有効成分	分析部位	散布液量(/10a)	有効成分投下量(g/10a)	単位面積あたりの有効成分付着量(μg/cm ²)	
					かかりやすい部位	かかりにくい部位
ブドウ	エタボキサム	葉	少量(150L) 通常(300L)	37.5	0.58 0.55	0.24 0.22
		果実	少量(150L) 通常(300L)		0.80 (mg/kg) 0.93 (mg/kg)	— —
	シアゾファミド	葉	少量(150L) 通常(300L)	28.2	0.49 0.53	0.12 0.15
		果実	少量(150L) 通常(300L)		0.64 (mg/kg) 0.69 (mg/kg)	— —
	アセタミプリド	葉	少量(185L) 通常(370L)	37.0	0.43 0.32	— —
	ピリフルキナゾン	葉	少量(185L) 通常(370L)	24.7	0.26 0.21	— —
リンゴ (ふじ)	アセタミプリド	葉	少量(125L) 通常(250L)	25.0	0.37 0.32	— —
	ピリフルキナゾン	葉	少量(125L) 通常(250L)	16.7	0.26 0.16	— —
リンゴ (つがる)	アセタミプリド	葉	少量(125L) 通常(250L)	28.0	0.23 0.28	0.33 0.25
	ピリフルキナゾン	葉	少量(125L) 通常(250L)	37.5	0.40 0.30	0.27 0.27
モモ	スピロテトラマト	葉	少量(125L) 通常(250L)	28.0	0.23 0.28	0.33 0.25
	アセキノシリ	葉	少量(125L) 通常(250L)	37.5	0.40 0.30	0.27 0.27

薬効調査の結果を表 40 にまとめた。ブドウ／ベと病は最終散布 21、31 日後の葉の防除価(表 14、17)および最終散布 21 日後の果実の防除価(表 19)、リンゴ／ユキヤナギアブラムシは散布 3、7、10 日後の補正密度指数(表 24)から評価を行った。なお、効果の判定は、一般社団法人日本植物防疫協会で発行している「2024 年度試験法・調査法一覧(虫害防除/病害防除)の薬効の評価」の判定基準を参考した。

結果、ブドウのエタボキサムフロアブル処理の少散布液量区は通常散布液量区よりも薬効がやや劣ったが、ブドウのシアゾファミドフロアブル処理やリンゴの両農薬処理とともに散布水量の違いによる明らかな薬効の差は認められなかった。エタボキサムはシアゾファミドに比べて浸透性、浸透移行性は優れるため、少散布液量区の効果がやや劣った原因是それら

の性質によるものではないと考えられる。感水紙による薬液付着程度の調査では、ブドウはりんごやモモに比べて部位による薬液の付着程度の差がややあったため、少散布液量区ではやや散布ムラが生じた可能性が考えられた。ただし、その薬効の差も顕著なものではなかった。

表 40. 薬効調査との結果一覧

農作物	対象 病害虫	病害虫 発生量	有効成分	薬効調査の結果	
				少散布	通常
ブドウ	べと病	少→多	エタボキサム	△	○
			シアゾファミド	◎	◎
リンゴ	ユキヤナギ アブラムシ	中	アセタミプリド	つがる◎ ふじ○	つがる◎ ふじ△
			ピリフルキナゾン	つがる◎ ふじ○	つがる◎ ふじ○
モモ	クワオオハダニ	極少	スピロテトラマト	?	?
			アセキノシル	?	?

◎:高い防除効果が認められる(薬効試験の判定基準で A 判定相当)

○:防除効果が認められる(同 B 判定相当)

△:防除効果は認められるもののその程度はやや低い(同 C 判定相当)

×:防除効果が低い(同 D 判定相当)

? :判定不能

結論として、有効成分投下量を揃え、単位面積あたりの散布液量と希釈倍数の組み合わせ(通常散布液量×通常濃度、2 分の 1 液量×倍濃度)を比較すると、棚栽培果樹、立ち木栽培果樹いずれにおいても、薬効・薬害と有効成分付着量は異なる散布液量区間において概ね同等の結果であった。以上のことから、本事業の散布液量の幅でのスピードスプレーヤ散布において、有効成分投下量が同一の条件では、散布液量の違いによる薬効への影響は小さいことが示唆された。

付1 残留分析法および結果の詳細

1.被験物質

1) エタボキサム

名称（一般名）：エタボキサム

商品名、コード番号：エトフィン

剤型：フロアブル

2) シアゾファミド

名称（一般名）：シアゾファミド

商品名、コード番号：ランマン

剤型：フロアブル

3) アセタミブリド

名称（一般名）：アセタミブリド

商品名、コード番号：モスピラン

剤型：顆粒水溶剤

4) ピリフルキナゾン

名称（一般名）：ピリフルキナゾン

商品名、コード番号：コルト

剤型：顆粒水和剤

5) 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

6) 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

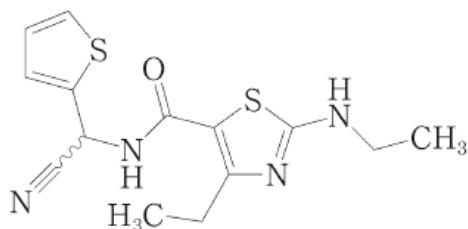
2. 分析対象物質

1) エタボキサム

エタボキサム

[物理化学的性質]

化学構造式：



化学名：(RS)-N(α-シアノ-2-テニル)-4-エチル-2-(エチルアミノ)-1,3-チアゾール-5-カルボキサミド

分子量：320.43

外観：白色、粉末、無臭

融点：185°Cで融解時に分解のため測定不能

沸点：185°Cで融解時に分解のため測定不能

蒸気圧： 8.1×10^{-5} Pa (25°C)

解離定数(pKa)：3.6 (20°C)

溶解性 (20°C)：水;4.8 mg/L, アセトン;39.7 g/L, キシレン;0.14 g/L, 酢酸エチル;10.6 g/L, メタノール;17.6 g/L

オクタノール/水分配係数 (logPow)：2.73 (pH 4), 2.89 (pH 7), 2.91 (pH 10)

土壤吸着性 (Koc)：251 ~ 903 (25°C)

安定性：熱；室温から 150°Cまで安定

加水分解性半減期 (20°C)；187.2~202.0 日 (pH 4)、1,198.7~1,547.9 日 (pH 7), 154.6~173.2 日 (pH 9)

水中光分解性半減期；12.7~13.6 時間 (自然水, 25±2°C), 30.6~33.7 時間 (緩衝液, 20±3°C)

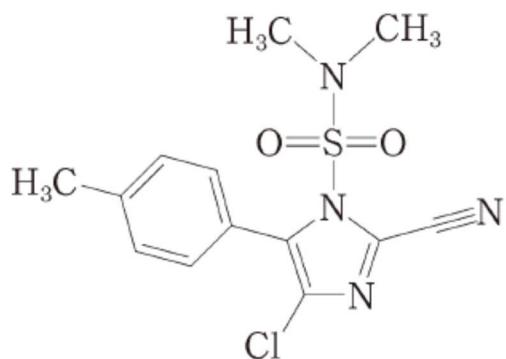
出典：農薬ハンドブック 2021 年版

2) シアゾファミド

シアゾファミド

[物理化学的性質]

化学構造式：



化学名：4-クロロ-2-シアノ-*N,N*-ジメチル-5-*p*-トリルイミダゾール-1-スルホニアミド

分子量：324.8

外観：白色、個体（粉末）、無臭

融点：152.7°C

沸点：200°C以上で分解のため測定不能

蒸気圧： 1.33×10^{-5} Pa (25~30°C)

解離定数：20°C, pH 2~pH 12において明白な解離定数は存在しない

溶解性 (20°C) : 水; 0.121 mg/L (緩衝液, pH 5), 0.107 mg/L (緩衝液, pH 7), 0.109 mg/L (緩衝液, pH 9), 0.14 mg/L (脱イオン水, pH 7, 25°C), アセトニトリル; 28.75 g/L, アセトン; 40.69 g/L, オクタノール; 0.25 g/L, 酢酸エチル; 15.54 g/L, ジクロロメタン; 95.48 g/L, トルエン; 5.28 g/L, ヘキサン; 0.03 g/L, プロパンノール; 0.39 g/L, メタノール; 1.54 g/L

オクタノール/水分配係数 (logPow) : 3.2 (25°C)

土壤吸着性 (Koc) : 375~615 (25°C)

安定性：熱；25~150°Cで安定

加水分解性半減期 (25°C) ; 12.4 日 (pH 4), 13.0 日 (pH 5), 12.2 日 (pH 7), 11.2 日 (pH 9)

水中光分解性半減期； (25~30°C, 自然太陽光) ; 80.3~89.0 日 (滅菌蒸留水), 89.3~96.0 日 (滅菌緩衝液, pH 5) 、 (25°C, 4.489 W/m², 380~760

nm) ;9~23 日 (自然水) , 117~195 日 (蒸留水)

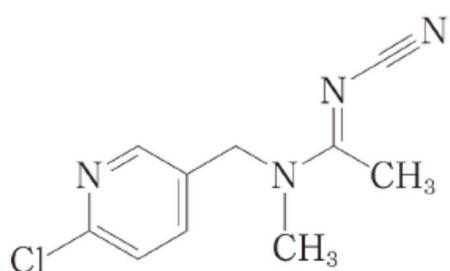
出典：農薬ハンドブック 2021 年版

3) アセタミプリド

アセタミプリド

[物理化学的性質]

化学構造式：



化学名：(E)-*N*¹-[(6-クロロ-3-ピリジル) メチル] -*N*²-シアノ-*N*¹-メチルアセトアミジン

分子量：222.68

外観：白色、結晶状微粉末、特異な臭氣無し

融点：98.9°C

沸点：測定不能

蒸気圧： $< 1.0 \times 10^{-6}$ Pa (25°C) , 1.73×10^{-7} Pa (50°C)

解離定数 (pKa) : 0.7 (25°C)

溶解性 (25°C) : 水;4.25 g/L (蒸留水) , 3.48 g/L (pH 5) , 2.95 g/L (pH 7) , 3.96 g/L (pH9) , アセトニトリル・アセトン・エタノール・クロロホルム・ジクロロメタン・テトラヒドロフラン・メタノール; >200 g/L, キシレン;40.1 g/L, 酢酸エチル;37.8 g/L (20°C) , 二硫化炭素;0.507 g/L, ヘキサン;6.54 mg/L, ベンゼン;24.4 g/L

オクタノール/水分配係数 (logPow) : 0.80 (25°C)

土壤吸着性 (Koc) : 123~267

安定性：熱；200°C以上で分解

加水分解性半減期；35 日間安定 (pH 7.2, 22°C, 35°C, 45°C)

水中光分解性半減期；20.1 日 (自然水) , 68.0 日 (蒸留水)

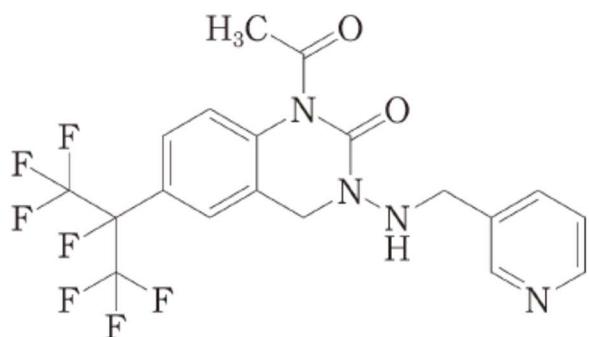
出典：農薬ハンドブック 2021 年版

4) ピリフルキナゾン

ピリフルキナゾン

[物理化学的性質]

化学構造式：



化学名：1-アセチル-1,2,3,4-テトラヒドロ-3- [(3-ピリジルメチル) アミノ] -6- [1,2,2,2-テトラフルオロ-1- (トリフルオロメチル) エチル] キナゾリン-2-オン

分子量：464.3

外観：白色、粉末、特有の臭気なし

融点：138～139°C

沸点：測定不能

蒸気圧： 5.1×10^{-2} Pa (20°C)

解離定数：—

溶解性 (20°C) : 水; 12.1 mg/L, アセトン; ≥272 g/L, キシレン; 20.2 g/L, 酢酸エチル; 170 g/L, ヘプタン; 0.215 g/L, メタノール; 111 g/L

オクタノール/水分配係数 (logPow) : 3.12 (25°C, pH 6.3)

土壤吸着性 (Koc) : 445～692 (25°C)

安定性：熱；融解後分解

加水分解性半減期 (25°C) ; 179.3 日 (pH 4), 34.9 日 (pH 7), 0.78 日 (pH 9)

水中光分解性半減期 (25°C) ; 37.5 日 (pH 5 緩衝液), 13.8 日 (自然水)

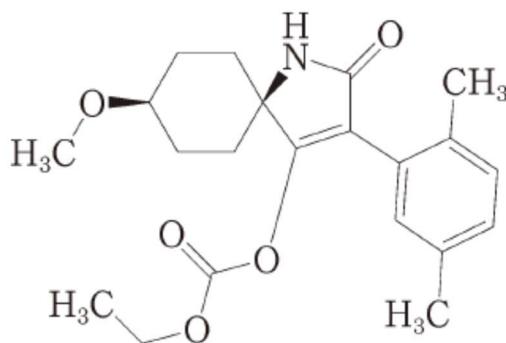
出典：農薬ハンドブック 2021 年版

5) スピロテトラマト

スピロテトラマト

[物理化学的性質]

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：373.5

外観：淡ベージュ色、粉末、無臭

融点：142°C

沸点：235°Cより発熱分解のため測定不能

蒸気圧： 5.6×10^{-9} Pa (20°C), 1.5×10^{-8} Pa (25°C)

解離定数 (pKa) : 10.7

溶解性 (20°C) : 水; 33.5 mg/L (pH 4), 29.9 mg/L (pH 7), 19.1 mg/L (pH 9), アセトン; 100~120 g/L, エタノール; 44 g/L, ジクロロメタン; >600 g/L, ジメチルスルホキシド; 200~300 g/L, 酢酸エチル; 67 g/L, トルエン; 60 g/L, ヘキサン; 0.055 g/L

オクタノール/水分配係数 (logPow) : 2.51 (pH 4, pH 7, 40°C)

土壤吸着性 (Koc) : 154~435 (25°C)

安定性：熱；135~165°Cで融解, 200~300°Cで発熱分解

加水分解性半減期 (25°C) ; 32.5 日 (pH 4), 8.6 日 (pH 7), 7.6 時間 (pH 9)

水中光分解性半減期 (25±1°C) ; 2.7 日 (緩衝液, pH 5), 0.19 日 (自然水)

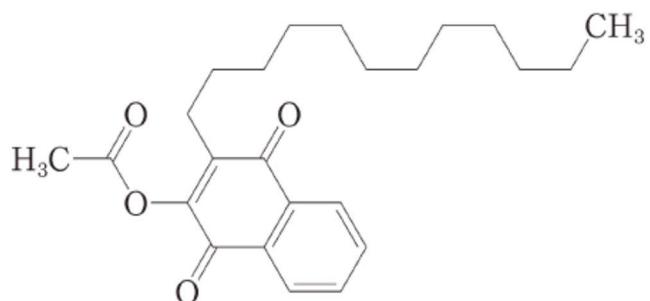
出典：農薬ハンドブック 2021年版

6) アセキノシル

アセキノシル

[物理化学的性質]

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=アセテート

分子量：384.5

外観：淡黄色、結晶性粉末、無臭

融点：59.6°C

沸点：測定不能

蒸気圧： 1.69×10^{-6} Pa (25°C)

解離定数：水に難溶のため測定不能

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

オクタノール/水分配係数 (logPow) : > 6.2 (25°C)

土壤吸着性 (Koc) : 39,900 ~ 123,000

安定性：熱；約60°Cで融解、その後150°Cまで吸熱・発熱変化なし

加水分解性半減期 (25°C) ; 74 日 (pH 4), 53 時間 (pH 7), 76 分 (pH 9)

9) 加水分解性半減期 (37°C) ; 19 日 (pH 1.2)

水中光分解性半減期 (25°C, 光強度144.1 W/m², 波長200~800 nm) ; 14 分

(緩衝液), 12 分 (自然水)

出典：農薬ハンドブック 2021年版

3.標準品

1) エタボキサム

名 称：エタボキサム

ロット番号：TPR6104

純 度：99.4%

入 手 先：富士フィルム和光純薬（株）

受 領 日：2024年5月1日

有効期限：2027年1月

保存条件：冷蔵（+5°C設定）

2) シアゾファミド

名 称：シアゾファミド

ロット番号：TPK0119

純 度：98.8%

入 手 先：富士フィルム和光純薬（株）

受 領 日：2024年5月1日

有効期限：2027年7月

保存条件：冷蔵（+5°C設定）

3) アセタミブリド

名 称：アセタミブリド

ロット番号：KSP3694

純 度：99.4%

入 手 先：富士フィルム和光純薬（株）

受 領 日：2024年5月1日

有効期限：2029年3月

保存条件：冷蔵（+5°C設定）

4) ピリフルキナゾン

名 称：ピリフルキナゾン

ロット番号：DLE5490

純 度：99.5%

入 手 先：富士フィルム和光純薬（株）

受 領 日：2024年5月1日

有効期限：2026年12月

保存条件：冷蔵（+5°C設定）

5) 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：富士フィルム和光純薬（株）
受 領 日：2024年5月1日
有効期限：2027年3月
保存条件：冷蔵（+5°C設定）

6) アセキノシル

名称：アセキノシル
ロット番号：DLH0760
純 度： 98.1%
入 手 先：富士フィルム和光純薬（株）
受 領 日：2024年5月1日
有効期限：2026年9月
保存条件：冷蔵（+5°C設定）

4.分析試料

作物名：ブドウ、リンゴ、モモ
分析部位：葉（全作物）、果実（ブドウ）
分析試料の保存条件：冷凍（-20°C設定）

5.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
日植防山梨（ブドウ）	一般社団法人日本植物防疫協会 山梨試験場
長野植防（リンゴ）	一般社団法人長野県植物防疫協会 須坂研究所
福島植防（モモ）	公益社団法人福島県植物防疫協会 飯坂試験地

試料識別対応表

エタボキサム（エトフィン） 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
日植防山梨 (ブドウ)	葉	1回処理直後 (GE-B1*, B2**)	500倍 150L/10a	処理直後
		1回処理直後 (GE-A1*, A2**)	1000倍 300L/10a	処理直後
	果実	無処理区 (GE-C)	無処理区	処理前
		3回処理直後 (FGE-B)	500倍 150L/10a	処理直後
		3回処理直後 (FGE-A)	1000倍 300L/10a	処理直後
		無処理区 (FG-C)	無処理区	処理前

* 薬液がかかりやすい部位、** 薬液がかかりにくい部位

シアゾファミド（ランマン） 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
日植防山梨 (ブドウ)	葉	1回処理直後 (GC-B1*, B2**)	500倍 150L/10a	処理直後
		1回処理直後 (GC-A1*, A2**)	1000倍 300L/10a	処理直後
	果実	無処理区 (GC-C)	無処理区	処理前
		3回処理直後 (FGC-B)	500倍 150L/10a	処理直後
		3回処理直後 (FGC-A)	1000倍 300L/10a	処理直後
		無処理区 (FG-C)	無処理区	処理前

* 薬液がかかりやすい部位、** 薬液がかかりにくい部位

アセタミプリド (モスピラン) 顆粒水溶剤

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
		1回処理直後 (FA-B)	1000倍 185L/10a	処理直後
長野植防 (リンゴ)	葉 (ふじ)	1回処理直後 (FA-A)	2000倍 370L/10a	処理直後
		無処理区 (F-C)	無処理区	処理前
		1回処理直後 (TA-B)	1000倍 125L/10a	処理直後
	葉 (つがる)	1回処理直後 (TA-A)	2000倍 250L/10a	処理直後
		無処理区 (T-C)	無処理区	処理前

ピリフルキナゾン (コルト) 顆粒水和剤

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
		1回処理直後 (FP-B)	1500倍 185L/10a	処理直後
長野植防 (リンゴ)	葉 (ふじ)	1回処理直後 (FP-A)	3000倍 370L/10a	処理直後
		無処理区 (F-C)	無処理区	処理前
		1回処理直後 (TP-B)	1500倍 125L/10a	処理直後
	葉 (つがる)	1回処理直後 (TP-A)	3000倍 250L/10a	処理直後
		無処理区 (T-C)	無処理区	処理前

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
福島植防 (モモ)	葉	1回処理直後 (NS-B1*, B2**)	1000倍 150L/10a	処理直後
		1回処理直後 (NS-A1*, A2**)	2000倍 300L/10a	処理直後
		無処理区 (NS-C)	無処理区	処理前

* 薬液がかかりやすい部位、** 薬液がかかりにくい部位

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
福島植防 (モモ)	葉	1回処理直後 (NA-B1*, B2**)	500倍 150L/10a	処理直後
		1回処理直後 (NA-A1*, A2**)	1000倍 300L/10a	処理直後
		無処理区 (NA-C)	無処理区	処理前

* 薬液がかかりやすい部位、** 薬液がかかりにくい部位

6. 残留分析の実施方法

6-1. 試料調製

受領した葉試料の枚数及び重量、果実試料の個数及び重量を記録後、直ちに冷凍庫（-20°C設定）に保管した。なお、果実試料の無処理区試料については無作為に選んだ20房について長さと幅も記録した。

ぶどう果実試料は分析時に果梗から実を外しフードプロセッサーで磨碎均一化を行った。なお、直径1cm以下の実は除外した。

6-2. 分析方法

6-2-1. エタボキサム

1) 試薬及び機器

アセトシン：残留農薬試験用（関東化学（株））

1mol/L酢酸アンモニウム溶液：高速液体クロマトグラフィー用（関東化学（株））

メタノール：LC/MS用（関東化学（株））

シリンジフィルター：Millex-LG (PTFE, 孔子径 $0.3\mu\text{m}$) (Merck製)
 超 純 水：ピュアライト（オルガノ製）とピューリックZ II（オルガノ製）で精製した水
 超 音 波 器：UC-6200 (シャープ(株) 製)
 ロータリーエバポレーター：R-134型 (柴田化学(株) 製)
 フードプロセッサー：PLC-NXJ2SS (コンエアージャパン(株) 製)
 高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC-MS/MS) :ACQUITY UPLC H-Class/Xevo TQ-S micro(Waters 製)
 ソフトウェア：MassLynx(Waters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	： ACQUITY UPLC HSS T3 内径 2.1mm 、長さ 10cm 、粒径 $1.8\mu\text{m}$
移動相	： 時間 (分) 2mM酢酸アンモニウム 2mM酢酸アンモニウム 水溶液 (%) メタノール溶液 (%)
	0.00 70 30
	0.50 70 30
	3.00 40 60
	6.00 5 95
	8.00 5 95
	8.50 70 30
	14.00 70 30
流量	： $0.2\text{mL}/\text{分}$
温度	： カラムオーブン 40°C
注入量	： $1\mu\text{L}$
保持時間	： エタボキサム；約7分

②.質量分析計の測定条件

イオン化法	： ESI (正イオンモード)
選択イオン	： プリカーサーイオン 321.1 m/z
	プロダクトイオン 183.0 m/z
ガス流量	： コーンガス 50 L/hr (N_2)
	脱溶媒ガス 1000 L/hr (N_2)
電圧	： キャピラリー 1 kV

温 度	：	ソースブロック	150°C
-----	---	---------	-------

3) 検量線の作成

エタボキサムの標準品20.0mg（純度換算相当量）を正確に量りとり、アセトンで溶解し、20mLに定容して1000mg/L標準原液を調製した。この原液をLC/MS用メタノールで希釈して0.0005, 0.001, 0.002, 0.01, 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、データ処理装置を用いてエタボキサムのピーク面積を求めた。重量(ng)を横軸に、得られたピーク面積を縦軸にとりMicrosoft365（Excel）の1次回帰式関数で検量線を作成した。

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500mL容ナス型フラスコに取った。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°C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、ロータリーエバポレーター（水浴40°C以下）を用いて減圧濃縮し窒素気流下で乾固した。残留物は直ちにLC/MS用メタノール2mLに溶解しフィルターでろ過し、測定溶液とした。

①-2.果実からの抽出

摩碎均一化試料20gを肉厚三角フラスコに分取し、アセトン100mLを加え、30分間振とう抽出した後、吸引ろ過し、残さをアセトン50mLで洗浄した。ろ液及び洗液を200mLのメスフラスコに合わせアセトンを用いて定容した。定容液から2mL分取し、ロータリーエバポレーター（水浴40°C以下）を用いて減圧濃縮し窒素気流下で乾固した。残留物は直ちにLC/MS用メタノール2mLに溶解し、フィルターでろ過し、測定溶液とした。

②.定量

測定溶液は残留量に応じてLC/MS用メタノー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）に注入してピーク面積を求め、検量線よりエタボキサムの重量を求め、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、測定溶液は冷蔵庫（+5°C設定）に保存した。

6-2-2. シアゾファミド

1) 試薬及び機器

アセトニトリル：残留農薬試験用（関東化学（株））

1mol/L酢酸アンモニウム溶液：高速液体クロマトグラフィー用（関東化学（株））

メタノール：LC/MS用（関東化学（株））

シリングフィルター：Millex-LG（PTFE, 孔子径 $0.3\mu\text{m}$ ）（Merck製）

超 純 水：ピュアライト（オルガノ製）とピューリックZ II（オルガノ製）で精製した水

超 音 波 器：UC-6200（シャープ（株）製）

ロータリーエバポレーター：R-134型（柴田化学（株）製）

フードープロセッサー：PLC-NXJ2SS（コンエアージャパン（株）製）

高速液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS/MS）：ACQUITY UPLC H-Class/Xevo TQ-S micro（Waters 製）

ソフトウェア：MassLynx（Waters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：ACQUITY UPLC HSS T3

内径 2.1mm 、長さ 10cm 、粒径 $1.8\mu\text{m}$

移動相	時間（分）	2mM酢酸アンモニウム 水溶液（%）	2mM酢酸アンモニウム メタノール溶液（%）
	0.00	70	30
	0.50	70	30
	3.00	40	60
	6.00	5	95
	8.00	5	95
	8.50	70	30
	14.00	70	30

流 量： 0.2mL/分

温 度：カラムオーブン 40°C

注 入 量： $1\mu\text{L}$

保 持 時 間：シアゾファミド；約8分

②.質量分析計の測定条件

イオン化法 :	ESI (正イオンモード)
選択イオン :	プリカーサーイオン 325.0 m/z
	プロダクトイオン 107.9 m/z
ガス流量 :	コーンガス 50 L/hr (N ₂)
	脱溶媒ガス 1000 L/hr (N ₂)
電圧 :	キャピラリー 1 kV
温度 :	ソースブロック 150°C

3) 検量線の作成

シアゾファミドの標準品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、20mLに定容して1000mg/L標準原液を調製した。この原液をLC/MS用メタノールで希釈して0.0005, 0.001, 0.002, 0.01, 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、データ処理装置を用いてシアゾファミドのピーク面積を求めた。重量(ng)を横軸に、得られたピーク面積を縦軸にとりMicrosoft365（Excel）の1次回帰式関数で検量線を作成した。

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ニトリルを加えた。1 分間超音波抽出後、葉を1枚ずつ取り出し、アセトニトリル 20 mL で表面を洗浄した。洗液は 500mL 容ナス型フラスコに取った。全洗浄液及び 1L トールビーカーのアセトニトリルを合わせ、ロータリーエバポレーター（水浴 40°C以下）を用いて減圧濃縮後 200 mL 容メスフラスコに移し、アセトニトリルを用いて定容した。定容液から 2mL 分取り、ロータリーエバポレーター（水浴40°C以下）を用いて減圧濃縮し窒素気流下で乾固した。残留物は直ちにLC/MS用メタノール 2mL に溶解しフィルターでろ過し、測定溶液とした。

①-2.果実からの抽出

摩碎均一化試料（果梗から外した果実のみを摩碎したもの。なお、直径 1 cm以下のものは除外した）20 gを肉厚三角フラスコに分取した。アセトニトリル100 mLを加え、30 分間振とう抽出後、吸引ろ過し、残さをアセトン 50 mLで洗浄した。ろ液及び洗液を 200 mLのメスフラスコに合わせアセトニトリルを用いて定容した。定容液から 2 mL分取り、ロータリーエバポレーター（水浴 40°C以下）を用いて減圧濃縮し窒素気流下で乾固した。残留物は直ちにLC/MS用メタノール 2 mLに溶解し、フィルターでろ過し測定溶

液とした。

②.定量

測定溶液は残留量に応じてLC/MS用メタノールで希釈してその各 $1\mu\text{L}$ 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) に注入してピーク面積を求め、検量線よりシアゾファミドの重量を求め、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、測定溶液は冷蔵庫 (+5°C設定) に保存した。

6-2-3. アセタミブリド

1) 試薬及び機器

アセトノン：残留農薬試験用 (関東化学 (株))

1mol/L酢酸アンモニウム溶液：高速液体クロマトグラフィー用 (関東化学 (株))

メタノール：LC/MS用 (関東化学 (株))

シリングフィルター：Millex-LG (PTFE, 孔子径 $0.3\mu\text{m}$) (Merck製)

超純水：ピュアライト (オルガノ製) とピューリック Z II (オルガノ製) で精製した水

超音波器：UC-6200 (シャープ (株) 製)

ロータリーエバポレーター：R-134型 (柴田化学 (株) 製)

高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC-MS/MS) :ACQUITY UPLC H-Class/Xevo TQ-S micro(Waters 製)

ソフトウェア：MassLynx(Waters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 : ACQUITY UPLC HSS T3

内径 2.1mm 、長さ 10cm 、粒径 $1.8\mu\text{m}$

移動相	時間 (分)	2mM酢酸アンモニウム	2mM酢酸アンモニウム
		水溶液 (%)	メタノール溶液 (%)
	0.00	70	30
	0.50	70	30
	5.00	40	60
	8.00	5	95
	11.00	5	95
	11.50	70	30

	17.50	70	30
流 量	: 0.2mL/分		
温 度	: カラムオーブン40°C		
注 入 量	: 1 μ L		
保 持 時 間	: アセタミpriド；約3.9分		

②.質量分析計の測定条件

イオン化法 :	ESI (正イオンモード)
選択イオン :	プリカーサーイオン 223.1 m/z
	プロダクトイオン 125.9 m/z
ガス流量 :	コーンガス 50 L/hr (N ₂)
	脱溶媒ガス 1000 L/hr (N ₂)
電圧 :	キャピラリー 1 kV
温度 :	ソースブロック 150°C

3) 検量線の作成

アセタミpriドの標準品20.0mg（純度換算相当量）を正確に量りとり、アセトンで溶解し、20mLに定容して1000mg/L標準原液を調製した。この原液をLC/MS用メタノールで希釈して0.0005, 0.001, 0.002, 0.01, 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、データ処理装置を用いてアセタミpriドのピーク面積を求めた。重量(ng)を横軸に、得られたピーク面積を縦軸にとりMicrosoft365（Excel）の1次回帰式関数で検量線を作成した。

4) 分析操作

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500mL容ナス型フラスコに取った。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°C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、ロータリーエバポレーター（水浴40°C以下）を用いて減圧濃縮し窒素気流下で乾固した。残留物は直ちにLC/MS用メタノール2mLに溶解しフィルターでろ過し、測定溶液とした。

②.定量

測定溶液は残留量に応じてLC/MS用メタノー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) に注入してピーク面積を求め、検量線よりアセタミブリドの重量を求め、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。

6-2-4. ピリフルキナゾン

1) 試薬及び機器

アセトントン：残留農薬試験用（関東化学（株））

1mol/L酢酸アンモニウム溶液：高速液体クロマトグラフィー用（関東化学（株））

メタノール：LC/MS用（関東化学（株））

シリングフィルター：Millex-LG (PTFE, 孔子径 $0.3\mu\text{m}$) (Merck製)

超純水：ピュアライト（オルガノ製）とピューリックZ II（オルガノ製）で精製した水

超音波器：UC-6200（シャープ（株）製）

ロータリーエバポレーター：R-134型（柴田化学（株）製）

高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC-MS/MS) :ACQUITY UPLC H-Class/Xevo TQ-S micro(Waters 製)

ソフトウェア：MassLynx(Waters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：ACQUITY UPLC HSS T3

内径 2.1mm 、長さ 10cm 、粒径 $1.8\mu\text{m}$

移動相	時間 (分)	2mM酢酸アンモニウム 水溶液 (%)	2mM酢酸アンモニウム メタノール溶液 (%)
	0.00	70	30
	0.50	70	30
	3.00	40	60
	6.00	5	95
	8.00	5	95
	8.50	70	30
	14.00	70	30

流量： $0.2\text{mL}/\text{分}$

温度：カラムオーブン 40°C

注入量： $1\mu\text{L}$

保持時間：ピリフルキナゾン；約8.3分

②.質量分析計の測定条件

イオン化法 :	ESI (正イオンモード)
選択イオン :	465.1 m/z
プリカーサーイオン	
プロダクトイオン	92.3 m/z
ガス流量 :	50 L/hr (N ₂)
コーンガス	
脱溶媒ガス	1000 L/hr (N ₂)
電圧 :	1 kV
温度 :	150°C
ソースブロック	

3) 検量線の作成

ピリフルキナゾンの標準品20.0mg（純度換算相当量）を正確に量りとり、アセトンで溶解し、20mLに定容して1000mg/L標準原液を調製した。この原液をLC/MS用メタノールで希釈して0.0005, 0.001, 0.002, 0.01, 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、データ処理装置を用いてピリフルキナゾンのピーク面積を求めた。重量(ng)を横軸に、得られたピーク面積を縦軸にとりMicrosoft365（Excel）の1次回帰式関数で検量線を作成した。

4) 分析操作

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500mL容ナス型フラスコに取った。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°C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、ロータリーエバポレーター（水浴40°C以下）を用いて減圧濃縮し窒素気流下で乾固した。残留物は直ちにLC/MS用メタノール2mLに溶解しフィルターでろ過し、測定溶液とした。

②.定量

測定溶液は残留量に応じてLC/MS用メタノー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）に注入してピーク面積を求め、検量線よりピリフルキナゾンの重量を求め、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。

6-2-5. スピロテトラマト

1) 試薬及び機器

アセトシン：残留農薬試験用（関東化学（株））

ギ酸：特級（関東化学（株））

1mol/L酢酸アンモニウム溶液：高速液体クロマトグラフィー用（関東化学（株））

メタノール：LC/MS用（関東化学（株））

シリングフィルター：Millex-LG（PTFE, 孔子径0.3 μm）（Merck製）

超純水：ピュアライト（オルガノ製）とピューリックZ II（オルガノ製）で精製した水

超音波器：UC-6200（シャープ（株）製）

ロータリーエバポレーター：R-134型（柴田化学（株）製）

高速液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS/MS）：ACQUITY UPLC H-Class/Xevo TQ-S micro（Waters 製）

ソフトウェア：MassLynx（Waters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：ACQUITY UPLC HSS T3

内径2.1mm、長さ10cm、粒径1.8μm

移動相：時間（分） 2mM酢酸アンモニウム 2mM酢酸アンモニウム
水溶液（%） メタノール溶液（%）

0.00	65	35
1.00	65	35
10.00	5	95
13.00	5	95
15.00	65	35
18.00	65	35

流量：0.2mL/分

温度：カラムオーブン40°C

注入量：1 μL

保持時間：スピロテトラマト；約10.5分

②. 質量分析計の測定条件

イオン化法：ESI（正イオンモード）

選択イオン：プリカーサーイオン 374.1 m/z

	プロダクトイオン	302.1 m/z
ガス流量 :	コーンガス	50 L/hr (N ₂)
	脱溶媒ガス	1000 L/hr (N ₂)
電圧 :	キャピラリー	1 kV
温度 :	ソースブロック	150°C

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、アセトンで溶解し、20mLに定容して1000mg/L標準原液を調製した。この原液をLC/MS用メタノールで希釈して0.0005, 0.001, 0.002, 0.01, 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、データ処理装置を用いてスピロテトラマトのピーク面積を求めた。重量(ng)を横軸に、得られたピーク面積を縦軸にとりMicrosoft365（Excel）の1次回帰式関数で検量線を作成した。

4) 分析操作

①葉からの抽出

葉を1L容トールビーカーに入れ、2%ぎ酸水溶液 20mL及び 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 500mL容ナス型フラスコに取った。全洗浄液及び 1Lトールビーカーのぎ酸含有アセトンを合わせ、ロータリーエバポレーター（水浴 40°C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、ロータリーエバポレーター（水浴40°C以下）を用いて減圧濃縮し窒素気流下で乾固した。残留物は直ちにLC/MS用メタノール 2mLに溶解しフィルターでろ過し、測定溶液とした。

②.定量

測定溶液は残留量に応じてLC/MS用メタノー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）に注入してピーク面積を求め、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。

6-2-6. アセキノシル

1) 試薬及び機器

アセトン：残留農薬試験用（関東化学（株））

アセトニトリル：残留農薬試験用（関東化学（株））
1mol/L酢酸アンモニウム溶液：高速液体クロマトグラフィー用（関東化学（株））
メタノール：LC/MS用（関東化学（株））
シリングフィルター：Millex-LG（PTFE, 孔子径 $0.3\mu\text{m}$ ）（Merck製）
超 純 水：ピュアライト（オルガノ製）とピューリックZ II（オルガノ製）で精製
した水
超 音 波 器：UC-6200（シャープ（株）製）
ロータリーエバポレーター：R-134型（柴田化学（株）製）
高速液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS/MS）：ACQUITY UPLC H-Class/Xevo
TQ-S micro(Waters 製)
ソフトウェア：MassLynx(Waters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：ACQUITY UPLC HSS T3
内径 2.1mm 、長さ 10cm 、粒径 $1.8\mu\text{m}$
移動相：0.1%ぎ酸溶液/メタノール（10：90 v/v）
流量： $0.2\text{mL}/\text{分}$
温度：カラムオーブン 40°C
注入量： $2\mu\text{L}$
保持時間：アセキノシル；約9.4分

②. 質量分析計の測定条件

イオン化法：	ESI (正イオンモード)
選択イオン：	プリカーサーイオン 343.2 m/z
	プロダクトイオン 188.9 m/z
ガス流量：	コーンガス 50 L/hr (N ₂)
	脱溶媒ガス 1000 L/hr (N ₂)
電圧：	キャピラリー 1 kV
温度：	ソースブロック 150°C

3) 検量線の作成

アセキノシルの標準品 10.0mg （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、 20mL に定容して 500mg/L 標準原液を調製した。この原液をLC/MS用メタノールで希釈して $0.0005, 0.001, 0.002, 0.01, 0.02\text{mg/L}$ の標準溶液を調製した。この各 $2\mu\text{L}$

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、データ処理装置を用いてアセキノシルのピーク面積を求めた。重量(ng)を横軸に、得られたピーク面積を縦軸にとり Microsoft365 (Excel) の1次回帰式関数で検量線を作成した。

4) 分析操作

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 20 mL で表面を洗浄した。洗液は 500mL 容ナス型フラスコに取った。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°C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、ロータリーエバポレーター (水浴40°C以下) を用いて減圧濃縮し窒素気流下で乾固した。残留物は直ちにLC/MS用メタノール 2mL に溶解しフィルターでろ過し、測定溶液とした。

②.定量

測定溶液は残留量に応じてLC/MS用メタノールで希釈してその各 $2\mu\text{L}$ 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) に注入してピーク面積を求め、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。

6-3.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 (μL)	定量限界 ($\mu\text{g}/15\text{葉}$)
エタボキサム	0.001	15葉	200	1	0.2
シアゾファミド	0.001	15葉	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 (μL)	定量限界 (mg/kg)
エタボキサム	0.001	20g	200	1	0.01
シアゾファミド	0.001	20g	200	1	0.01

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 (μL)	定量限界 ($\mu\text{g}/30\text{葉}$)
アセタミプリド	0.001	30葉	200	1	0.2

ピリフルキナゾン	0.001	30葉	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/15葉)
スピロテトラマト	0.001	15葉	800	1	0.8
アセキノシル	0.002	15葉	800	2	0.8

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/15葉)
エタボキサム	0.0005	15葉	200	1	0.1
シアゾファミド	0.0005	15葉	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 (mg/kg)
エタボキサム	0.0005	20g	200	1	0.05
シアゾファミド	0.0005	20g	200	1	0.05

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)
アセタミプリド	0.0005	30葉	200	1	0.1
ピリフルキナゾン	0.0005	30葉	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/15葉)
スピロテトラマト	0.0005	15葉	800	1	0.4
アセキノシル	0.001	15葉	800	2	0.4

6-4. 分析法の妥当性評価

分析法は検量線の直線性、選択性、回収率及び併行再現性により妥当性を確認した。なお、下記 1) ~ 6) に回収率で実施した内容を記載した。

1) エタボキサム

葉は定量限界相当 (エタボキサム 0.1 μ g/8 葉) 及びその 5000 倍 (エタボキサム 500 μ g/8 葉) 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。

果実は定量限界相当 (エタボキサム 0.01 mg/kg) 及びその 10 倍 (エタボキサム

0.1mg/kg) 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。なお、追加で実残留濃度を上回る 1 mg/kgも実施した。

2) シアゾファミド

葉は定量限界相当の 5000 倍 (シアゾファミド $500 \mu\text{g}/8$ 葉) 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。

妥当性検討用試料よりシアゾファミドが検出されたため (8.5ng/15枚)、定量限界相当の添加回収は実施しなかった。

果実は定量限界相当 (シアゾファミド 0.01 mg/kg) 及びその 10 倍 (シアゾファミド 0.1mg/kg) 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。なお、追加で実残留濃度を上回る 1 mg/kgも実施した。

3) アセタミプリド

定量限界相当 (アセタミプリド $0.05 \mu\text{g}/8$ 葉) 及びその 10000 倍 (アセタミプリド $500 \mu\text{g}/8$ 葉) 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。

4) ピリフルキナゾン

定量限界相当 (ピリフルキナゾン $0.05 \mu\text{g}/8$ 葉) 及びその 10000 倍 (ピリフルキナゾン $500 \mu\text{g}/8$ 葉) 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。

5) スピロテトラマト

定量限界相当 (スピロテトラマト $0.4 \mu\text{g}/8$ 葉) 及びその 1250 倍 (スピロテトラマト $500 \mu\text{g}/8$ 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。

6) アセキノシル

定量限界相当 (アセキノシル $0.4 \mu\text{g}/8$ 葉) 及びその 1250 倍 (アセキノシル $500 \mu\text{g}/8$ 葉) 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。

6-5. 保存安定性

ブドウの葉及び果実 (エタボキサム、シアゾファミド)、モモの葉 (スピロテトラマト、ピリフルキナゾン) において保存安定性の確認を実施した。

ブドウの葉はエタボキサム $10 \mu\text{g}/8$ 枚、シアゾファミド $10 \mu\text{g}/8$ 枚、モモの葉はスピロテトラマト $10 \mu\text{g}/8$ 枚、アセキノシル $10 \mu\text{g}/8$ 枚の添加試料による保存安定性の確認を行った。

ブドウの実はエタボキサム及びシアゾファミド 0.1 mg/kg 添加試料による保存安定性の確認を行った。

6-6. 内部精度管理試料の分析

1) エタボキサム

葉の実試料の分析に際しては、エタボキサム $1\mu\text{g}/8$ 葉、実の実試料の分析に際してはエタボキサム $0.1\text{mg}/\text{kg}$ 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) シアゾファミド

葉の実試料の分析に際しては、シアゾファミド $10\mu\text{g}/8$ 葉、実の実試料の分析に際してはシアゾファミド $0.1\text{mg}/\text{kg}$ 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。

3) アセタミプリド

実試料の分析に際しては、アセタミプリド $2\mu\text{g}/30$ 葉の添加試料（内部精度管理試料）の併行分析を1検体行った。

4) ピリフルキナゾン

実試料の分析に際しては、ピリフルキナゾン $2\mu\text{g}/30$ 葉の添加試料（内部精度管理試料）の併行分析を1検体行った。

5) 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 $4\mu\text{g}/8$ 葉の添加試料（内部精度管理試料）の併行分析を1検体行った。

6) アセキノシル

実試料の分析に際しては、アセキノシル $4\mu\text{g}/8$ 葉の添加試料（内部精度管理試料）の併行分析を1検体行った。

7.結果

7-1. 残留分析結果

ブドウ（葉、果実）、リンゴ（葉）及びモモ（葉）試料中の残留濃度調査結果を表1に示す。

7-2. 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、エタボキサム $0.0005\sim0.02\text{ng}$ 、シアゾファミド $0.0005\sim0.02\text{ng}$ 、アセタミプリド $0.0005\sim0.02\text{ng}$ 、ピリフルキナゾン $0.0005\sim0.02\text{ng}$ 、スピロテトラマト $0.0005\sim0.02\text{ng}$ 、アセキノシル $0.001\sim0.04\text{ng}$ （標

準溶液の濃度として各 0.0005~0.02mg/L) の範囲で相関係数 0.9950以上と良好であった (図 9-1, 10-1, 11-1, 12-1, 13-1, 14-1 参照)。

2) 選択性

ブドウの葉シアゾファミド以外は、葉及び果実においてそれぞれの分析対象物質の保持時間に定量を妨げるピークは認められなかった。ブドウの葉からシアゾファミドが検出されたが、現地慣行防除にシアゾファミドを含む農薬が含まれておりこれが検出された要因と推察された。リンゴの葉はそれぞれの分析対象物質の保持時間に定量を妨げるピークは認められなかった。モモの葉はそれぞれの分析対象物質の保持時間に定量を妨げるピークは認められなかった。なお、選択性の確認には妥当性検討用試料を用いた。

3) 回収率

ブドウ (葉、果実)、リンゴ (葉) 及びモモ (葉) 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。なお、評価基準は平均回収率 70-120 %, RSD_r 10 % (定量限界相当は 20 %) と設定した。

7-3. 保存安定性の確認

ブドウ (葉、果実) 及びモモ (葉) における保存安定性の確認結果を表4 に示す。なお、評価基準は平均回収率70%以上と設定した。

7-4. 精度管理の概要

内部精度管理試料の分析結果は、表3に示した通りとなった。なお、評価基準は回収率 70-120 %以内とした。分析場所における外部精度管理情報は付表2に示す。

7-5. 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、アセトンもしくはアセトニトリル抽出、定容分取ごLC/MS用メタノールで測定溶液とし、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。各分析対象物のマススペクトルを図3, 4, 5, 6, 7, 8 に示す。

8. 参考資料

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
: シアゾファミド試験法 (農産物)、アセタミプリド (農産物)、
ピリフルキナゾン (農産物)、スピロテトラマト (農産物)、
アセキノシル (農産物)、LC/MSによる農薬等の一斉試験法 I (農産物)

9. 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結果

表4. 保存安定性の確認結果

[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. エタボキサムのマススペクトルの一例

図4. シアゾファミドのマススペクトルの一例

図5. アセタミプリドのマススペクトルの一例

図6. ピリフルキナゾンのマススペクトルの一例

図7. スピロテトラマトのマススペクトルの一例

図8. アセキノシルのマススペクトルの一例

図9. エタボキサムの検量線とクロマトグラムの一例

図10. シアゾファミドの検量線とクロマトグラムの一例

図11. アセタミプリドの検量線とクロマトグラムの一例

図12. ピリフルキナゾンの検量線とクロマトグラムの一例

図13. スピロテトラマトの検量線とクロマトグラムの一例

図14. アセキノシルの検量線とクロマトグラムの一例

図15.ブドウの葉及び果実の写真（エタボキサム、シアゾファミド）

図16.リンゴの葉の写真（アセタミプリド、ピリフルキナゾン）

図17.モモの葉の写真（スピロテトラマト、アセキノシル）

[付表]

付表1. 試料長さ及び幅

付表2. 外部精度管理

表1. 残留分析結果

表1-1. エタボキサム (ブドウ)

試料調	分析	希釈倍数	処理回数	分析値	試料到着	試料分析	保存
製場所	部位	散布液量	経過日数	(μ g/15葉)	年月日	年月日	日数
日植防 山梨	葉	—	無処理区	—	<0.2	2024/5/26	2024/6/14 19
		500倍	1回処理	部位1	3490	2024/5/26	2024/6/14 19
		150L/10a	直後	部位2	1467	2024/5/26	
		1000倍	1回処理	部位1	3700	2024/5/26	2024/6/14 19
		300L/10a	直後後	部位2	1401	2024/5/26	
日植防 山梨	果実	分析	希釈倍数	処理回数	分析値(mg/kg)	平均	試料到着
		部位	散布液量	経過日数	① ②	(mg/kg)	試料分析
		—	無処理区	<0.01	<0.01	<0.01	保存
		500倍	3回処理	0.80	0.79	0.80	2024/6/18 2024/7/23 35
		150L/10a	直後	3回処理	0.96 0.90	0.93	2024/6/18 2024/7/23 35
		1000倍	3回処理				
		300L/10a	直後				

表1-2. シアゾファミド (ブドウ)

試料調	分析	希釈倍数	処理回数	分析値	試料到着	試料分析	保存
製場所	部位	散布液量	経過日数	(μ g/15葉)	年月日	年月日	日数
日植防 山梨	葉	—	無処理区	—	0.4	2024/5/26	2024/6/14 19
		500倍	1回処理	部位1	3631	2024/5/26	2024/6/14 19
		150L/10a	直後	部位2	942	2024/5/26	
		1000倍	1回処理	部位1	3536	2024/5/26	2024/6/14 19
		300L/10a	直後後	部位2	1177	2024/5/26	
日植防 山梨	果実	分析	希釈倍数	処理回数	分析値(mg/kg)	平均	試料到着
		部位	散布液量	経過日数	① ②	(mg/kg)	試料分析
		—	無処理区	<0.01	<0.01	<0.01	保存
		500倍	3回処理	0.65	0.64	0.64	2024/6/18 2024/7/22 34
		150L/10a	直後	3回処理	0.70 0.68	0.69	2024/6/18 2024/7/22 34
		1000倍	3回処理				
		300L/10a	直後				

表1-3. アセタミブリド (リンゴ)

試料調 製場所	分析 部位	希釀倍数 散布液量	処理回数 経過日数	分析値 (μ g/30葉)	試料到着 年月日	試料分析 年月日	保存 日数
		—	無処理区	0.3	2024/5/24	2024/5/26	2
長野 植防	葉 (ふじ)	1000倍 185L/10a	1回処理 直後	656	2024/5/25	2024/5/26	1
		2000倍 370L/10a	1回処理 直後	462	2024/5/25	2024/5/26	1
	葉 (つがる)	—	無処理区	<0.2	2024/5/24	2024/5/25	1
		1000倍 125L/10a	1回処理 直後	548	2024/5/25	2024/5/26	1
		2000倍 250L/10a	1回処理 直後	484	2024/5/25	2024/5/26	1

表1-4. ピリフルキナゾン (リンゴ)

試料調 製場所	分析 部位	希釀倍数 散布液量	処理回数 経過日数	分析値 (μ g/30葉)	試料到着 年月日	試料分析 年月日	保存 日数
		—	無処理区	<0.2	2024/5/24	2024/5/26	2
長野 植防	葉 (ふじ)	1500倍 185L/10a	1回処理 直後	539	2024/5/25	2024/5/26	1
		3000倍 370L/10a	1回処理 直後	304	2024/5/25	2024/5/26	1
	葉 (つがる)	—	無処理区	<0.2	2024/5/24	2024/5/26	2
		1500倍 125L/10a	1回処理 直後	456	2024/5/25	2024/5/26	1
		3000倍 250L/10a	1回処理 直後	259	2024/5/25	2024/5/26	1

表1-5. スピロテトラマト (モモ)

試料調 製場所	分析 部位	希釀倍数 散布液量	処理回数 経過日数	分析値 (μ g/15葉)	試料到着 年月日	試料分析 年月日	保存 日数
福島 植防	葉	—	無処理区	— 1.2	2024/9/28	2024/10/2	4
		1000倍 150L/10a	1回処理 直後	部位1 264 部位2 376	2024/9/28 2024/9/28	2024/10/2	4
		2000倍 300L/10a	1回処理 直後	部位1 400 部位2 257	2024/9/28 2024/9/28	2024/10/2	4

表1-6. アセキノシル (モモ)

試料調 製場所	分析 部位	希釀倍数 散布液量	処理回数 経過日数	分析値 (μ g/15葉)	試料到着 年月日	試料分析 年月日	保存 日数
福島 植防	葉	—	無処理区	— <0.8	2024/9/28	2024/10/11	13
		500倍 150L/10a	1回処理 直後	部位1 488 部位2 279	2024/9/28 2024/9/28	2024/10/11	13
		1000倍 300L/10a	1回処理 直後	部位1 392 部位2 251	2024/9/28 2024/9/28	2024/10/11	13

表 2.回収率の算出結果

表 2-1 エタボキサム (ブドウ)

分析対象 物質	試料調製 場所	分析 部位	添加量 (μ g/8枚)	回収率 (%)	平均 回収率 (%)	併行相対 標準偏差 (RSDr,%)
エタボキ サム	日植防 山梨	葉	0.1	87 86 74	82	9
			500	105 103 102	103	1
エタボキ サム	日植防 山梨	分析 部位	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均 回収率 (%)	併行相対 標準偏差 (RSDr,%)
			0.01	105 99 98	101	4
果実		0.1	96 95 91	94	3	
			1 100 98 93	97	4	

表 2-2 シアゾファミド (ブドウ)

分析対象 物質	試料調製 場所	分析 部位	添加濃度 (μ g/8枚)	回収率 (%)			平均 回収率 (%)	併行相対 標準偏差 (RSDr,%)
シアゾフ アミド	日植防 アミド	葉	500	108	103	100	104	4
		分析 部位	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)			平均 回収率 (%)	併行相対 標準偏差 (RSDr,%)
		山梨	0.01	116	114	110	113	3
	果実	0.1	106	105	104	105	105	1
		1	111	110	110	110	110	1

表 2-3 アセタミプリド (リンゴ)

分析対象 物質	試料調製 場所	分析 部位	添加量 (μ g/8枚)	回収率 (%)			平均 回収率 (%)	併行相対 標準偏差 (RSDr,%)
アセタミプ リド	長野植防	葉	0.05	119	112	109	113	5
			500	111	111	109	110	1

表 2-4 ピリフルキナゾン (リンゴ)

分析対象 物質	試料調製 場所	分析 部位	添加量 (μ g/8枚)	回収率 (%)			平均 回収率 (%)	併行相対 標準偏差 (RSDr,%)
ピリフルキ ナゾン	長野植防	葉	0.05	114	113	107	111	3
			500	111	110	108	110	1

表 2-5 スピロテトラマト (モモ)

分析対象 物質	試料調製 場所	分析 部位	添加量 (μ g/8枚)	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	福島植防	葉	0.4	96	89	88	91	5
			500	95	91	87	91	4

表 2-6 アセキノシル (モモ)

分析対象 物質	試料調製 場所	分析 部位	添加量/ (μ g/8枚)	回収率 (%)	平均 回収率 (%)	併行相対 標準偏差 (RSDr,%)
アセキノシル	福島植防	葉	0.4 500	90 100 85 95 84 91	86 95	4 5

表3. 内部精度管理試料の分析結果

分析対象 物質	添加量	分析日*	使用した試料 調製場所**	部位	回収率 (%)
エタボキサム	1 μ g/8枚	2024/6/14	日植防	葉	91
	0.1 mg/kg	2024/7/23	山梨	果実	109
シアゾファミド	10 μ g/8枚	2024/6/14	日植防	葉	108
	0.1 mg/kg	2024/7/22	山梨	果実	108
アセタミブリド	2 μ g/30枚	2024/5/26	長野植防	葉	106
ピリフルキナゾン	2 μ g/30枚	2024/5/26	長野植防	葉	103
スピロテトラマト	4 μ g/8枚	2024/10/2	福島植防	葉	93
アセキノシル	4 μ g/8枚	2024/10/11	福島植防	葉	86

*抽出開始日

**妥当性検討用試料を使用。但し、シアゾファミドは日植防山梨無処理区試料を使用

表4. 保存安定性の確認試料の分析結果

分析対象 物質	添加量	使用した試料 調製場所	部位	保管期間	回収率 (%)
エタボキサム	10 μ g/8枚	日植防	葉	34	91
	0.1 mg/kg	山梨	果実	40	99*
シアゾファミド	10 μ g/8枚	日植防	葉	34	94***
	0.1 mg/kg	山梨	果実	40	106**
スピロテトラマト	10 μ g/8枚	福島植防	葉	7	86
アセキノシル	10 μ g/8枚	福島植防	葉	14	80

* : 2連 (101%, 96%) の平均値

** : 2連 (106%, 106%) の平均値

*** : 妥当性検討用試料から検出された検出量を差し引いて算出

エタボキサム、シアゾファミド、アセタミブリド、ピリフルキナゾン、スピロテトラマト及びアセキノシル

試 料 調 製	<ul style="list-style-type: none"> 葉試料（ブドウ；15枚、リンゴ；30枚、モモ；15枚）
アセトン・アセトニトリル（シアゾファミドのみ）抽出	
	<ul style="list-style-type: none"> 全ての葉をビーカーに入れ、2%ぎ酸水溶液20mL（スピロテトラマトのみ加える）とアセトンもしくはアセトニトリルを浸かるまで加える 超音波抽出（1分間） 葉1枚ずつ取り出し、アセトン 20mL で表面を洗浄後、抽出液と合わせる 合わせた抽出液を減圧濃縮（水浴 40°C以下）し、アセトンもしくはアセトニトリルを加え200mLに定容 定容液より 2mL を分取し、窒素気流下で乾固 LC/MS用メタノール 2mL に溶解し測定溶液
定 量	高速液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS/MS）

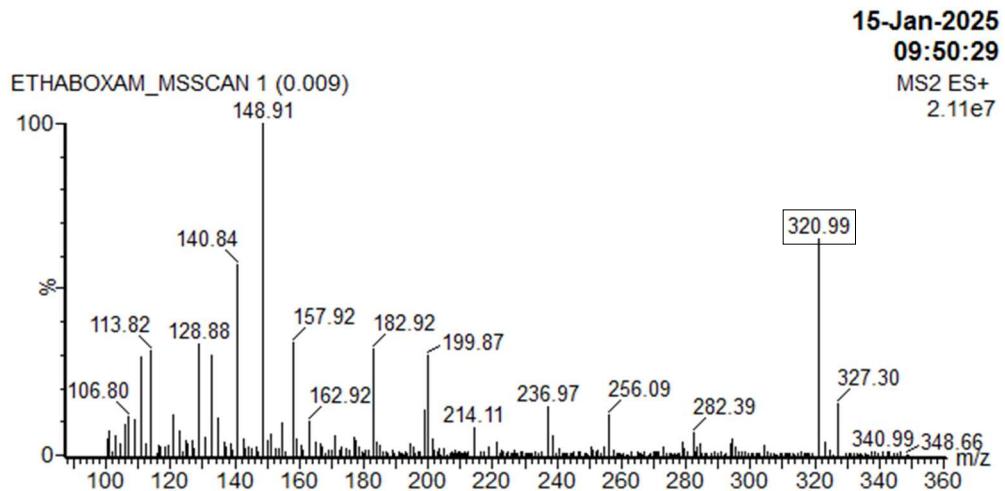
図 1. 葉の分析フローシート

エタボキサム及びシアゾファミド

試 料 調 製	<ul style="list-style-type: none"> 摩碎均一化した果実試料20g
アセトン（エタボキサム）・アセトニトリル（シアゾファミド）抽出	
	<ul style="list-style-type: none"> アセトンもしくはアセトニトリル100mLを加える 振とう（30分間） 吸引ろ過。残さをアセトンもしくはアセトニトリル50mLで洗浄 アセトンもしくはアセトニトリルを加え200mLに定容 定容液より 2mL を分取し、窒素気流下で乾固 LC/MS用メタノール 2mL に溶解し測定溶液
定 量	高速液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS/MS）

図 2. 果実の分析フローシート

エタボキサムのマススペクトル (プリカーサーイオン, 正モード)



エタボキサムのプロダクトスペクトル

(プリカーサーイオン ; m/z 320.99, 正モード)

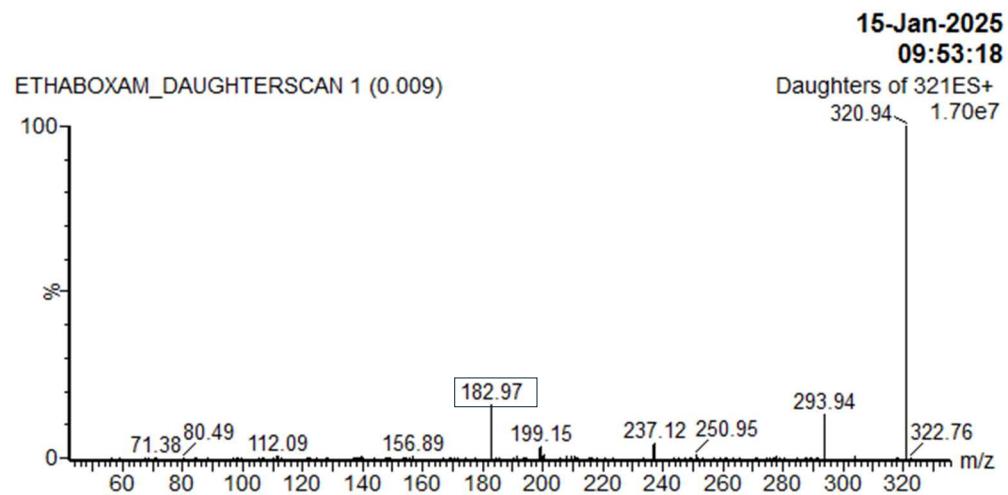
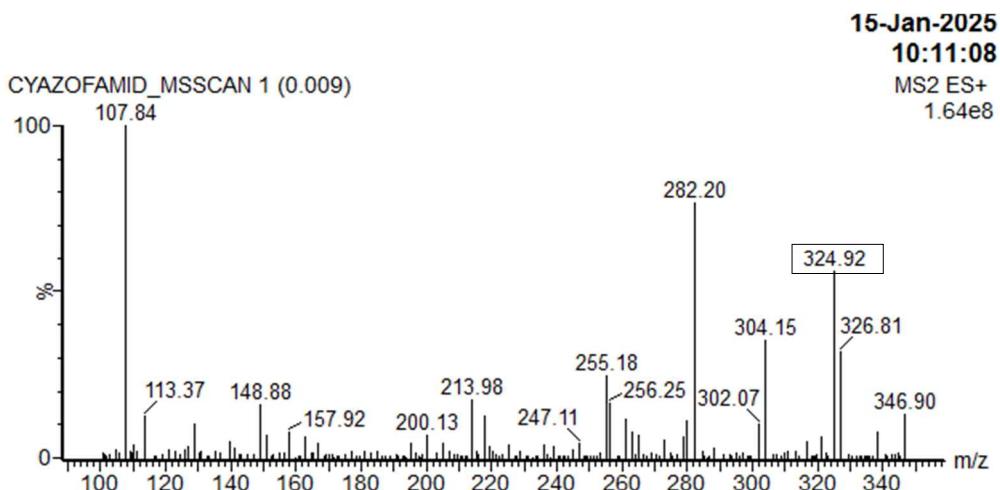


図 3.エタボキサムのマススペクトルの一例

シアゾファミドのマススペクトル (プリカーサーイオン, 正モード)



シアゾファミドのプロダクトスキャンスペクトル

(プリカーサーイオン ; m/z 324.92, 正モード)

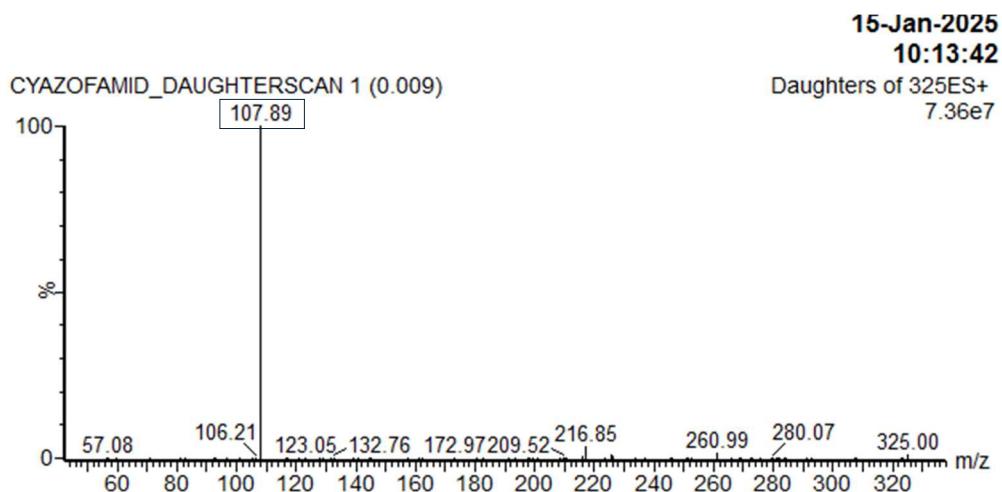
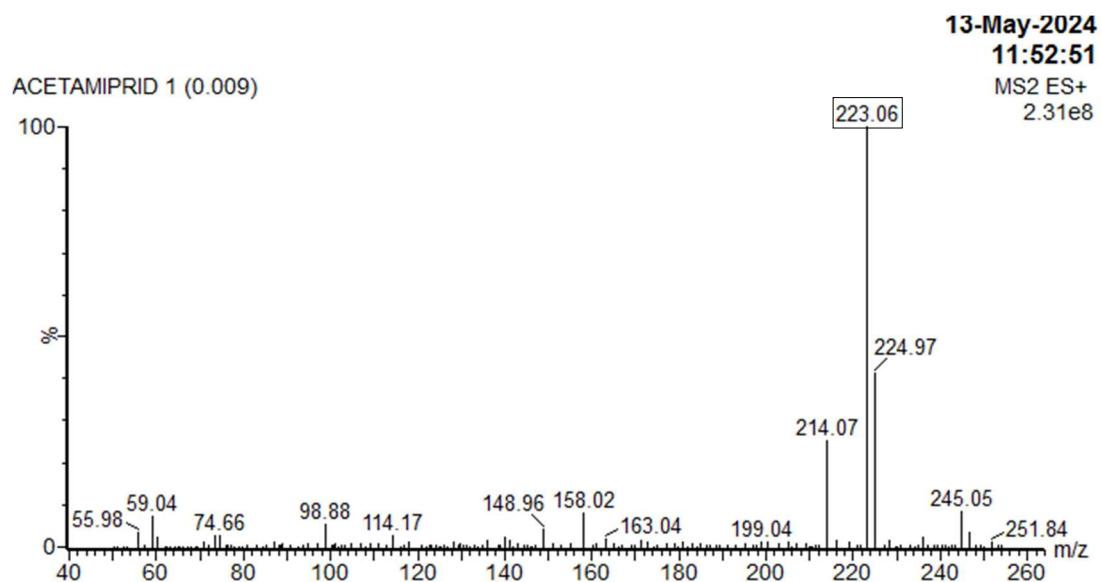


図4.シアゾファミドのマススペクトルの一例

アセタミプリドのマススペクトル (プリカーサーイオン, 正モード)



アセタミプリドのプロダクツキヤンスペクトル

(プリカーサーイオン ; m/z 223.06, 正モード)

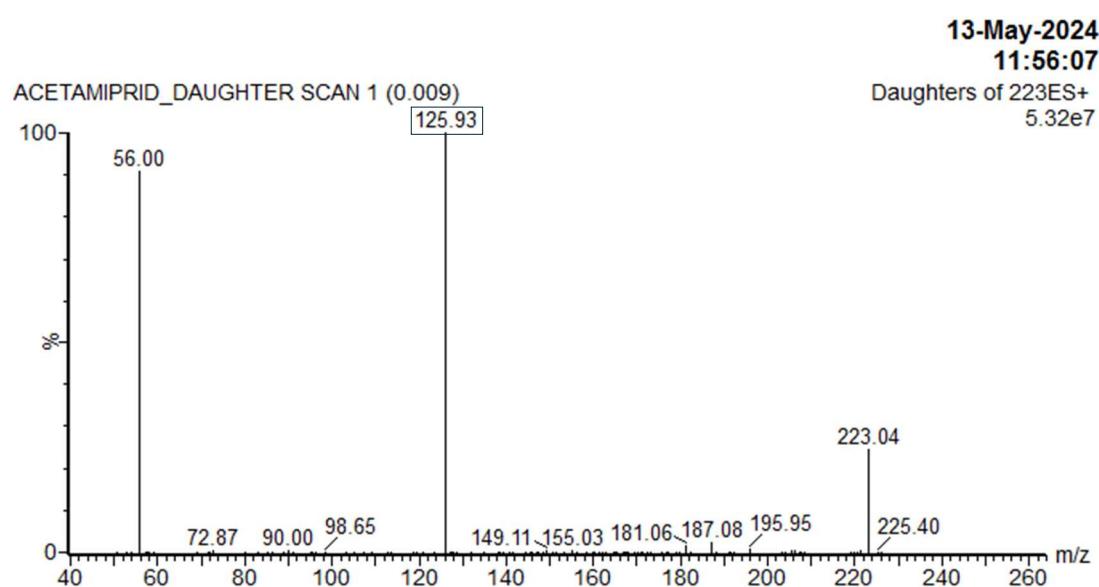
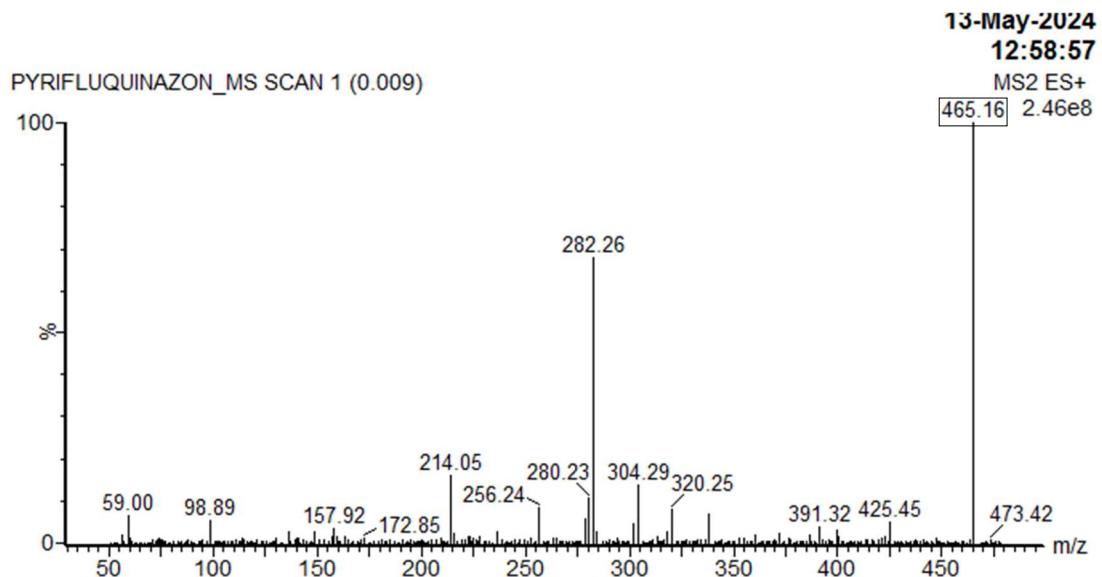


図 5.アセタミプリドのマススペクトルの一例

ピリフルキナゾンのマススペクトル (プリカーサーイオン, 正モード)



ピリフルキナゾンのプロダクツキヤンスペクトル

(プリカーサーイオン ; m/z 465.16, 正モード)

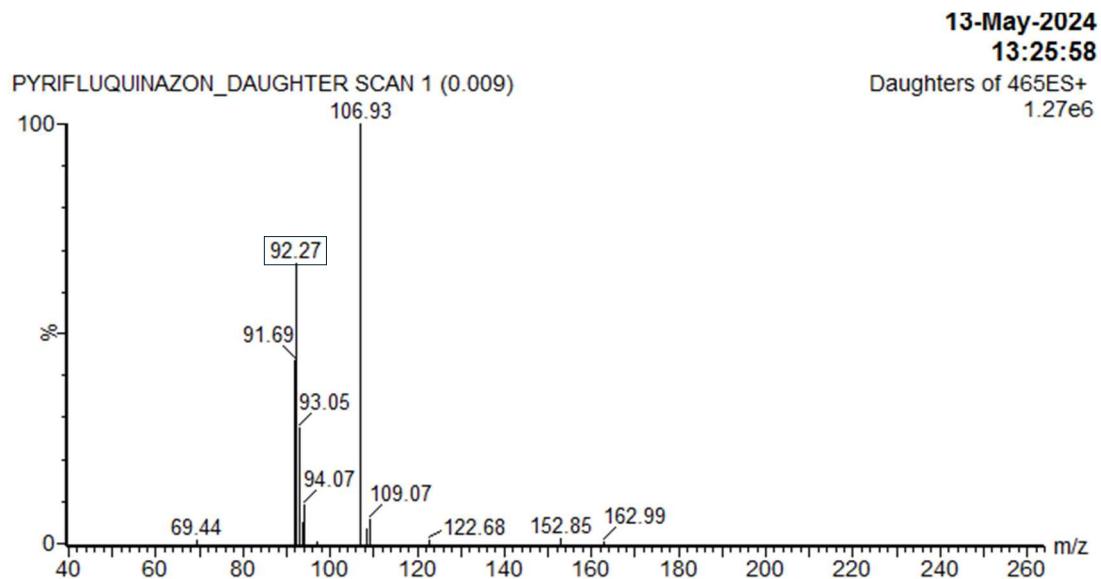
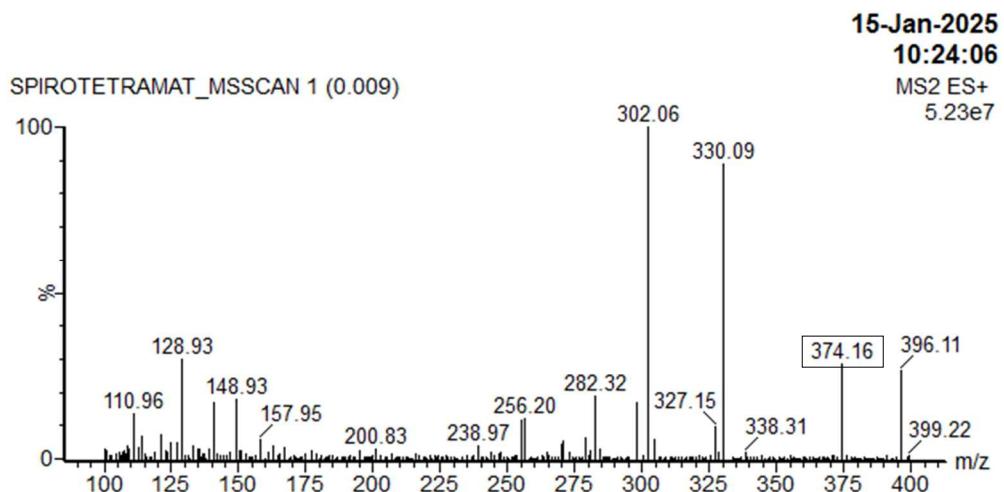


図 6.ピリフルキナゾンのマススペクトルの一例

スピロテトラマトのマススペクトル (プリカーサーイオン, 正モード)



スピロテトラマトのプロダクトスキャンスペクトル

(プリカーサーイオン ; m/z 374.16, 正モード)

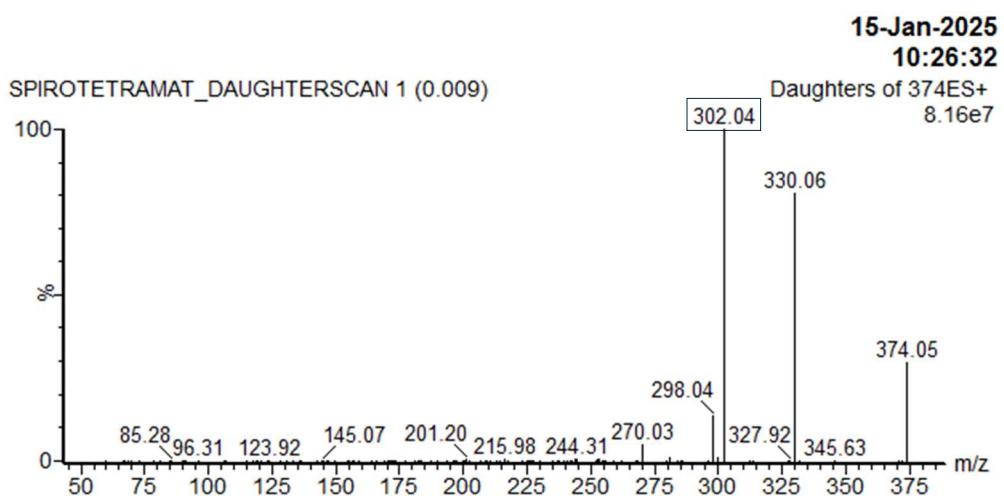
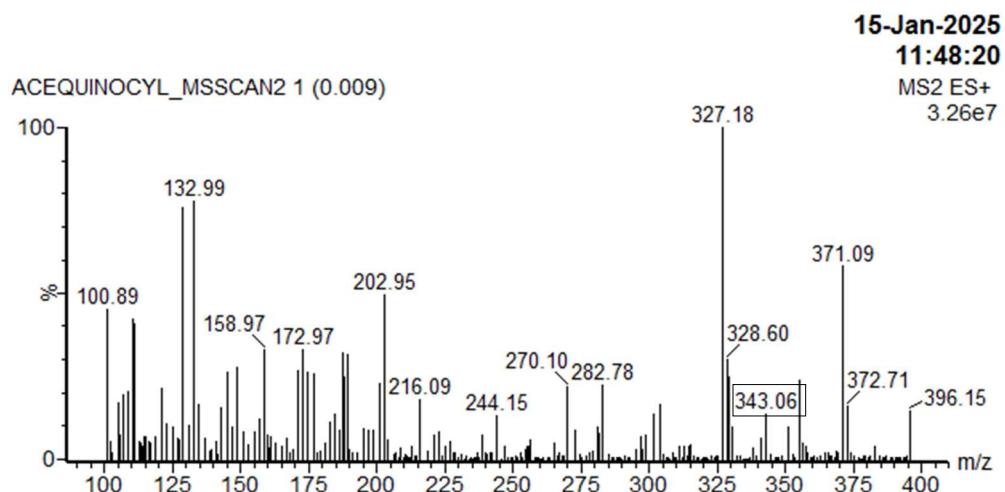


図 7.スピロテトラマトのマススペクトルの一例

アセキノシルのマススペクトル (プリカーサーイオン, 正モード)



アセキノシルのプロダクトイオンスペクトル
(プリカーサーイオン ; m/z 343.06, 正モード)

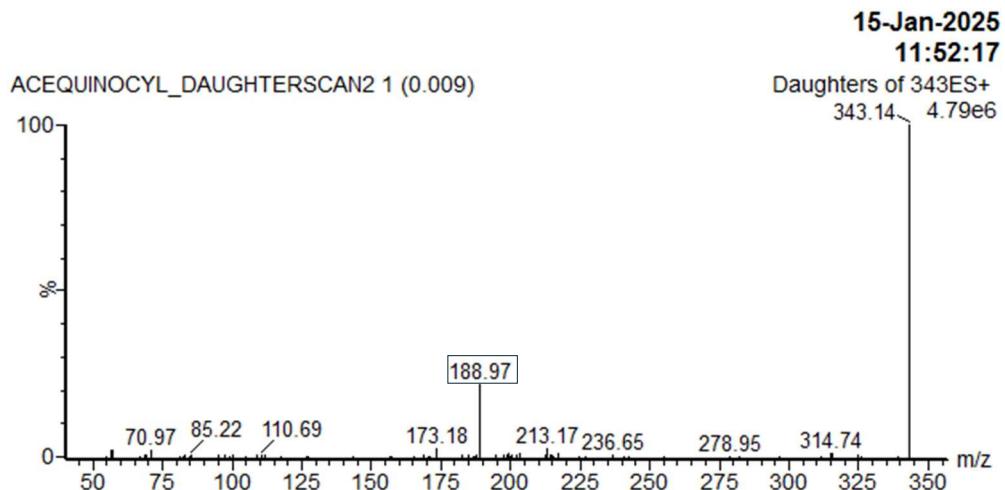


図 8.アセキノシルのマススペクトルの一例

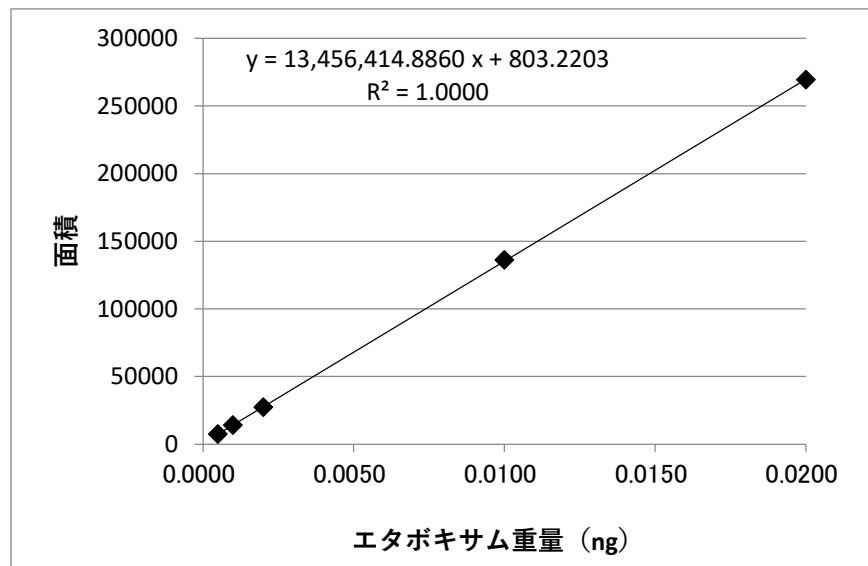


図 9-1. エタボキサムの検量線

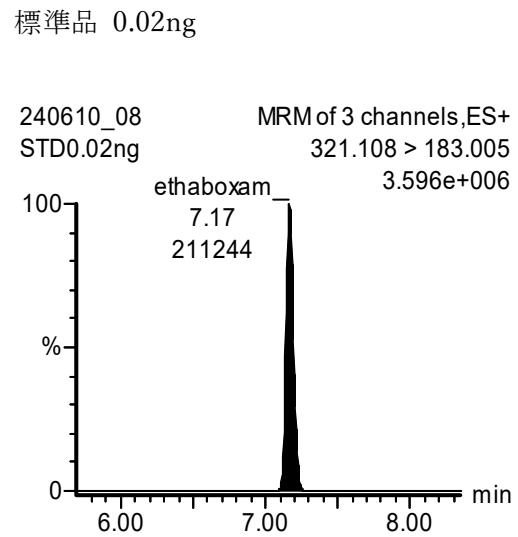
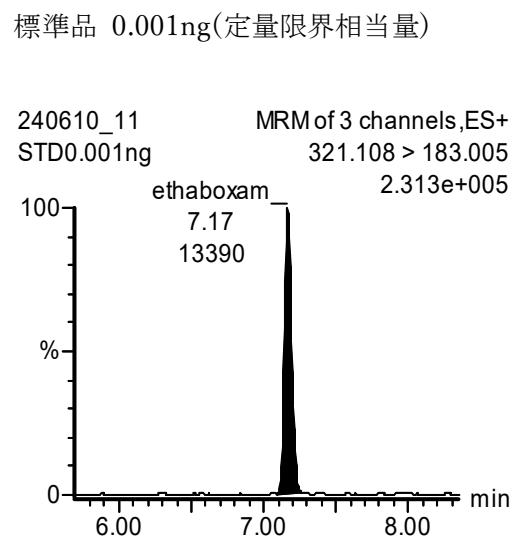


図 9-2. エタボキサム標準品のクロマトグラム

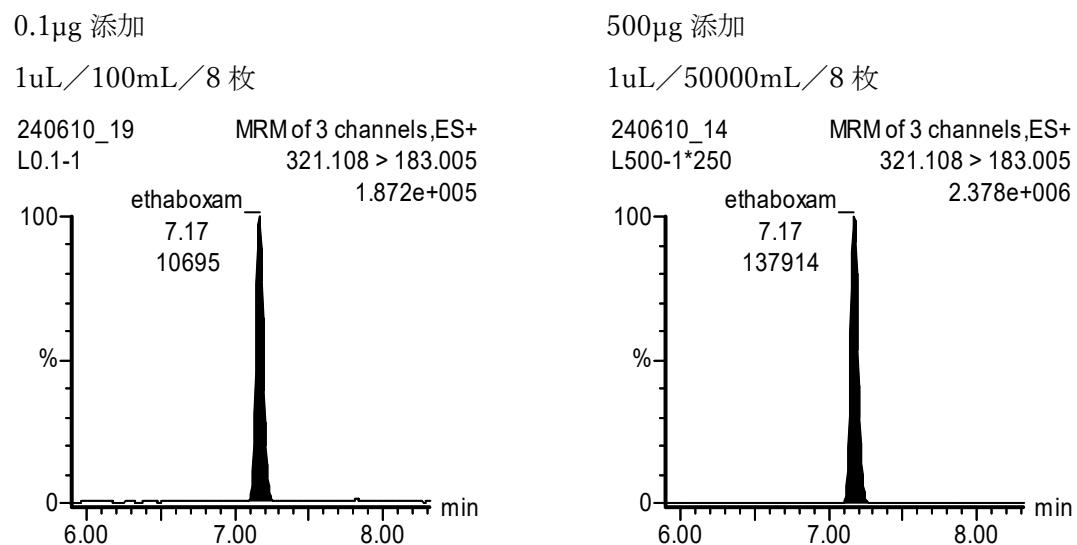


図 9-3.エタボキサム回収率のクロマトグラム（ブドウの葉）

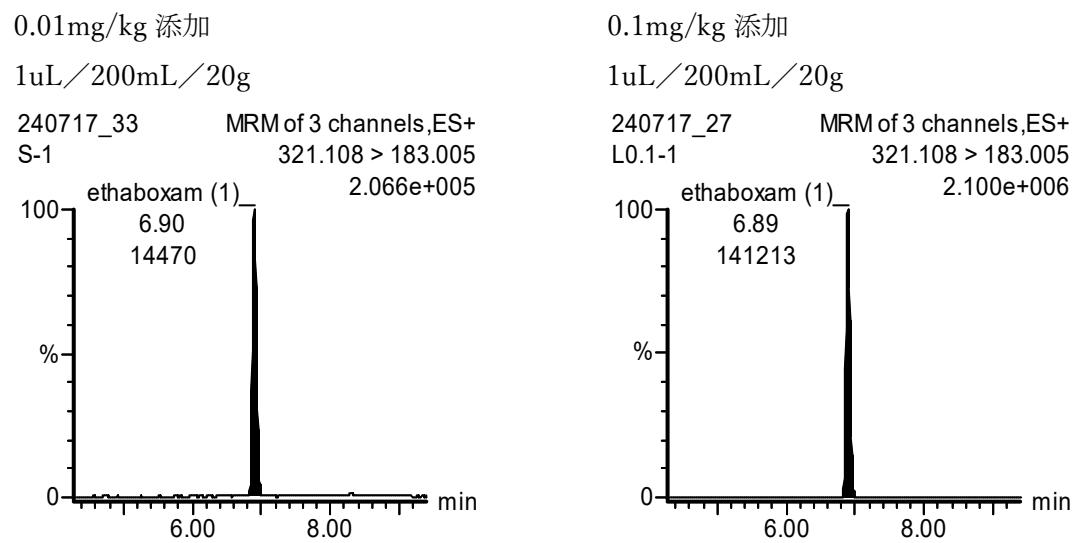


図 9-4.エタボキサム回収率のクロマトグラム（ブドウの果実）

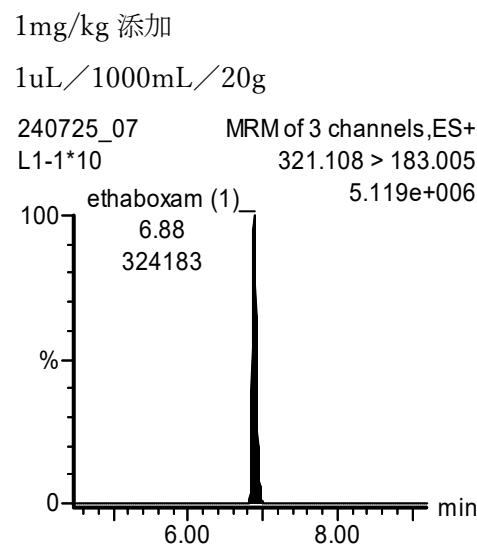
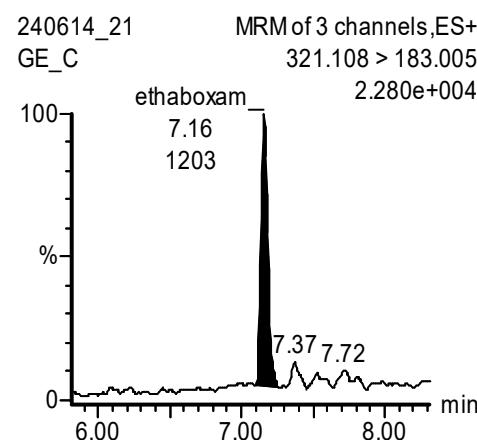


図 9-5.エタボキサム回収率のクロマトグラム (ブドウの果実)

無処理区
1uL/200mL/15 枚
(注入量/最終液量/試料量)



少散布量区・部位 1
1uL/500000mL/15 枚

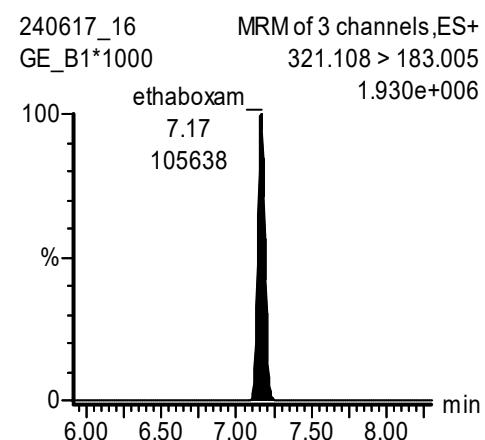


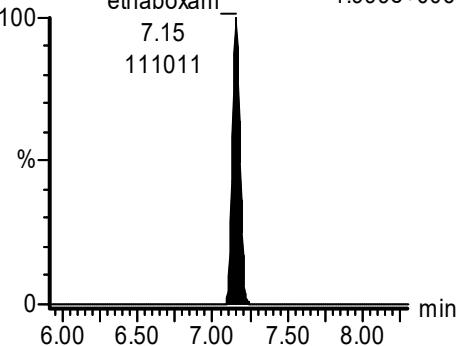
図 9-6.エタボキサム日植防山梨試料のクロマトグラム (ブドウの葉)

少散布量区・部位 2

1uL／200000mL／15 枚

240617_17 MRM of 3 channels,ES+
GE_B2*1000 321.108 > 183.005

ethaboxam 1.999e+006

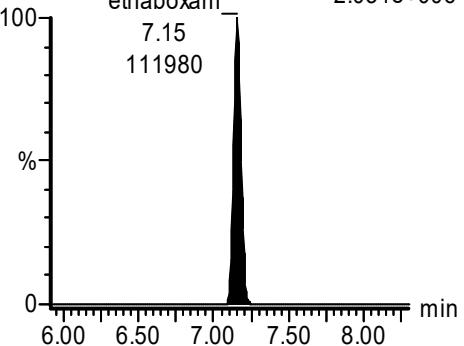


通常散布量区・部位 1

1uL／500000mL／15 枚

240617_14 MRM of 3 channels,ES+
GE_A1*2500 321.108 > 183.005

ethaboxam 2.031e+006



通常散布量区・部位 2

1uL／200000mL／15 枚

240617_15 MRM of 3 channels,ES+
GE_A2*2500 321.108 > 183.005

ethaboxam 1.885e+006

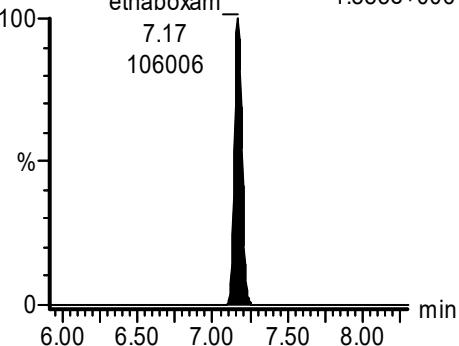
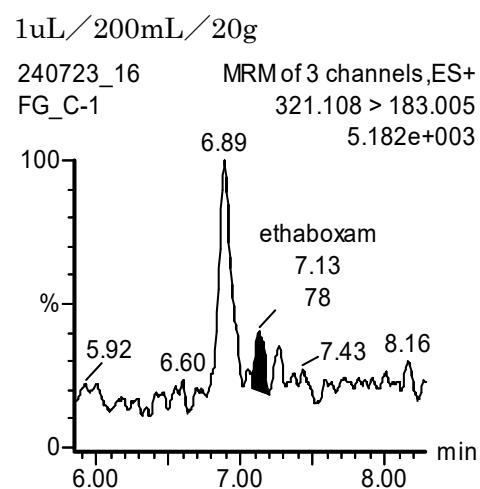
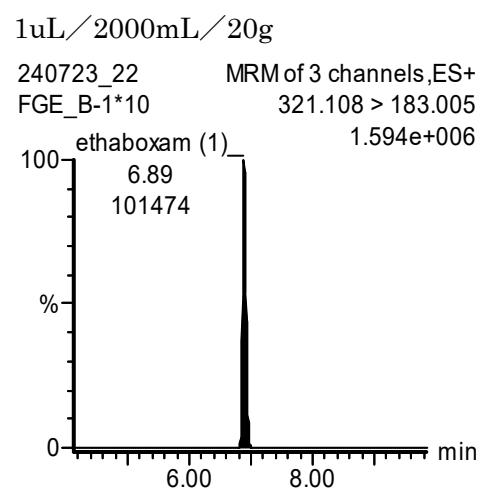


図 9-7. エタボキサム日植防山梨試料のクロマトグラム（ブドウの葉）

無処理区



少散布量区



通常散布量区

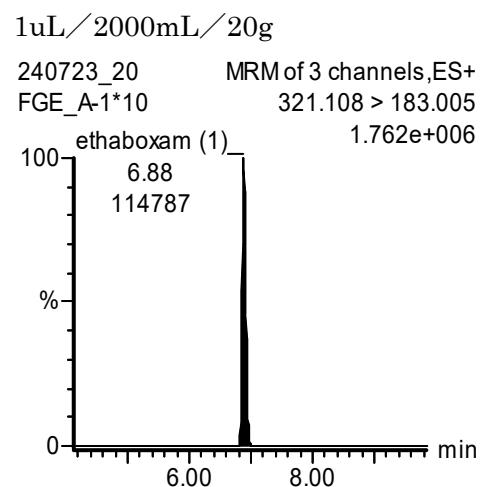


図 9-8. エタボキサム日植防山梨試料のクロマトグラム（ブドウの果実）

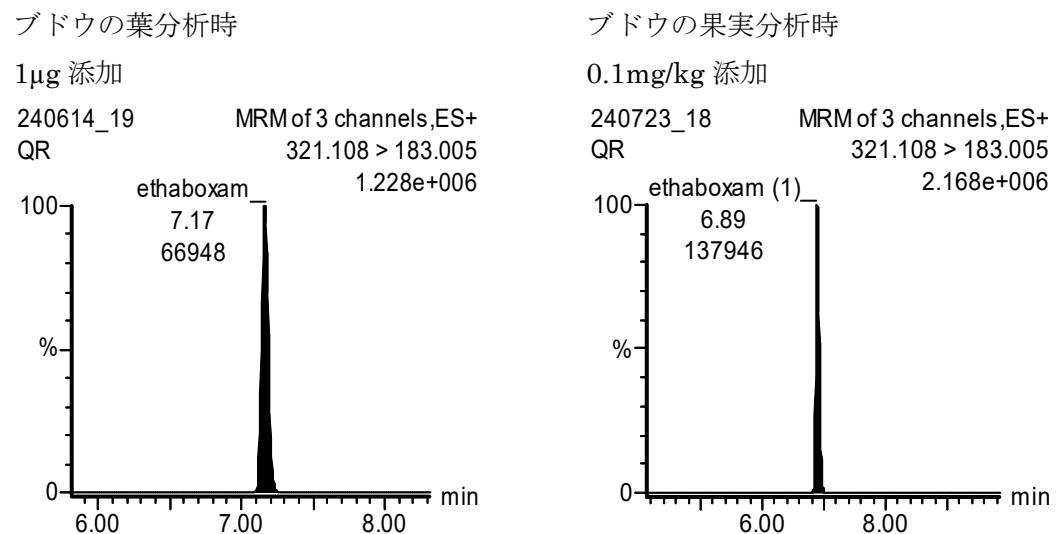


図 9-9 エタボキサム内部精度管理のクロマトグラム

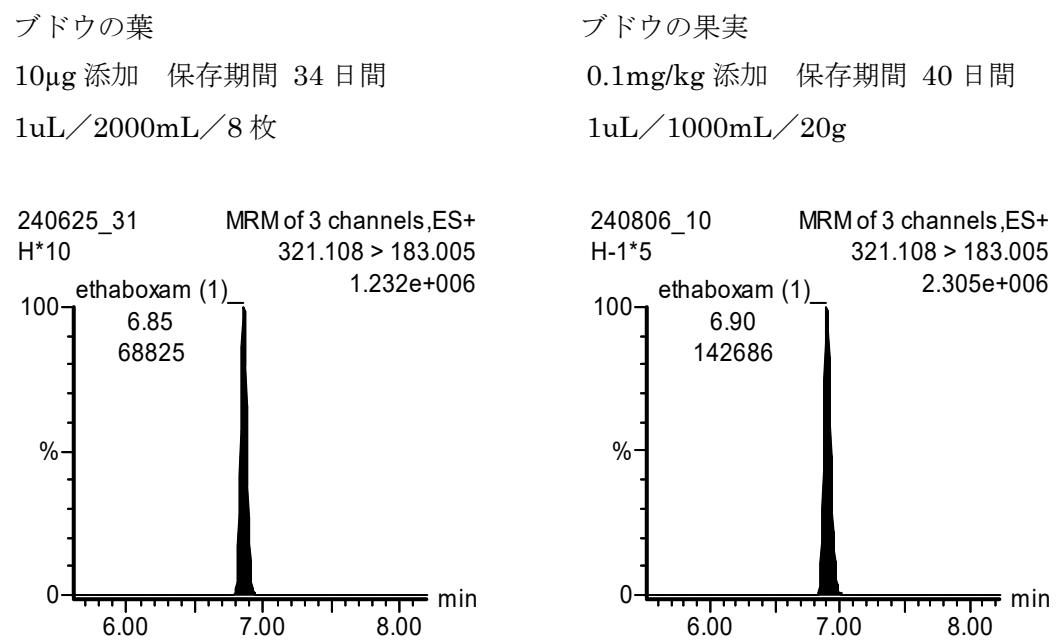


図 9-10. エタボキサム保存安定性確認試料のクロマトグラム

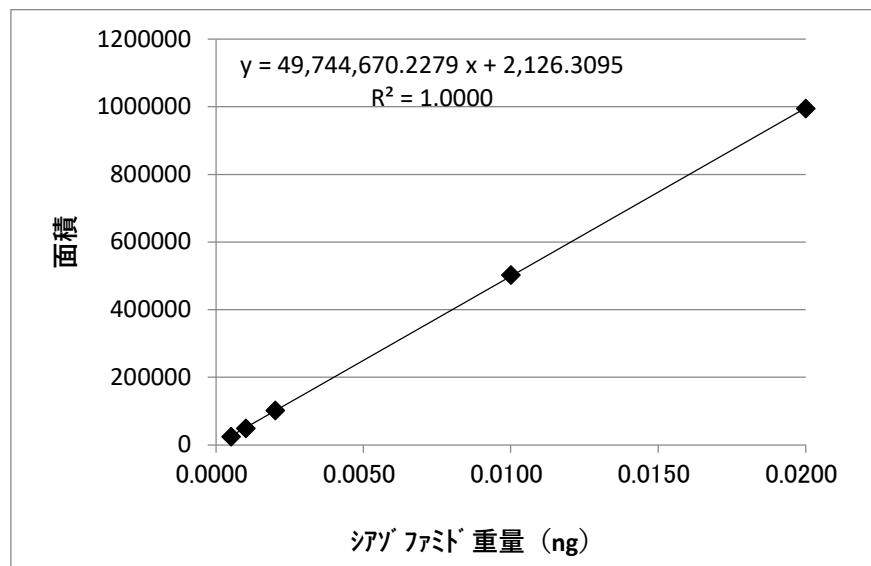
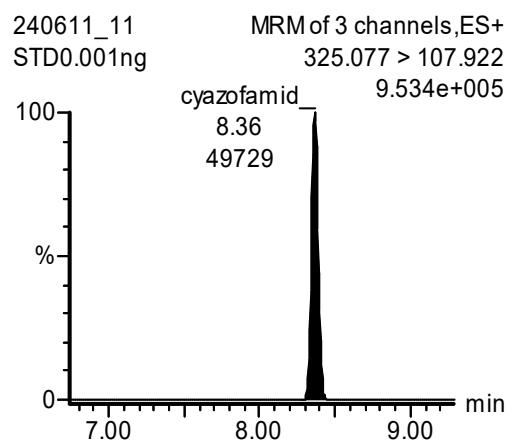


図 10-1.シアゾファミド検量線

標準品 0.001ng(定量限界相当量)



標準品 0.02ng

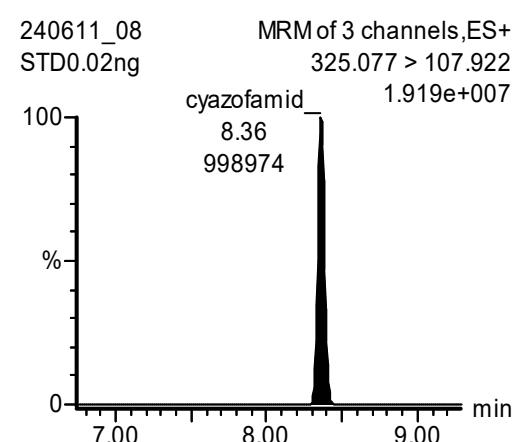


図 10-2.シアゾファミド標準品のクロマトグラム

500μg 添加
1uL／50000mL／8枚

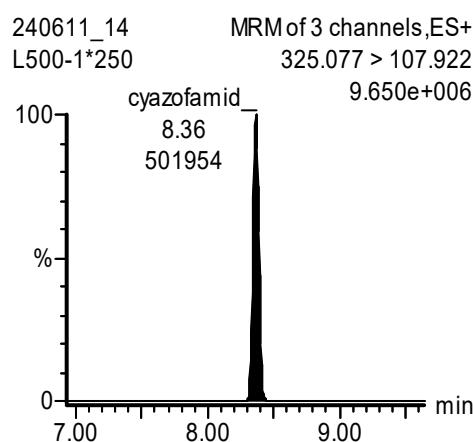


図 10-3.シアゾファミド回収率のクロマトグラム（ブドウの葉）

0.01mg/kg 添加
1uL／200mL／20g

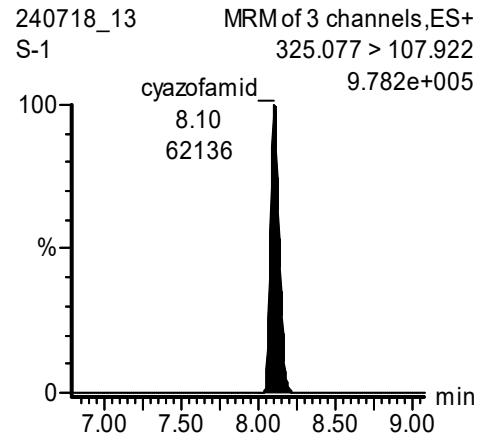
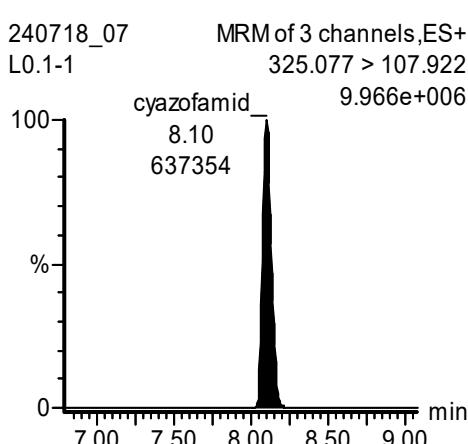


図 10-4.シアゾファミド回収率のクロマトグラム（ブドウの果実）

0.1mg/kg 添加
1uL／200mL／20g



1mg/kg 添加
1uL／2000mL／20g

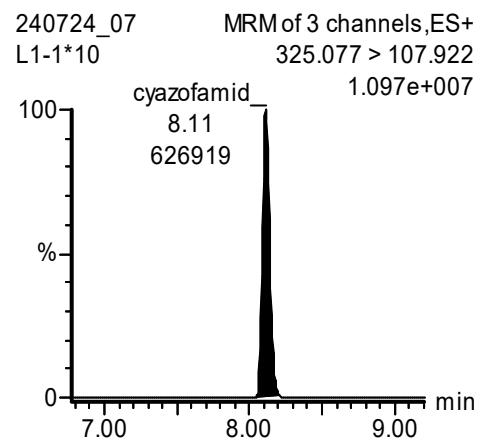
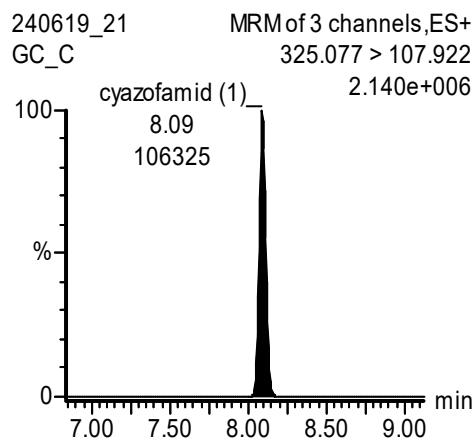
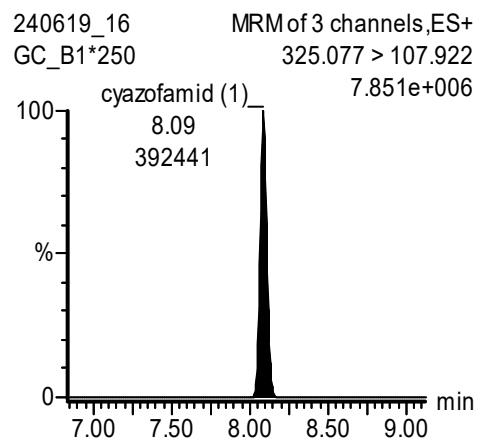


図 10-5.シアゾファミド回収率のクロマトグラム（ブドウの果実）

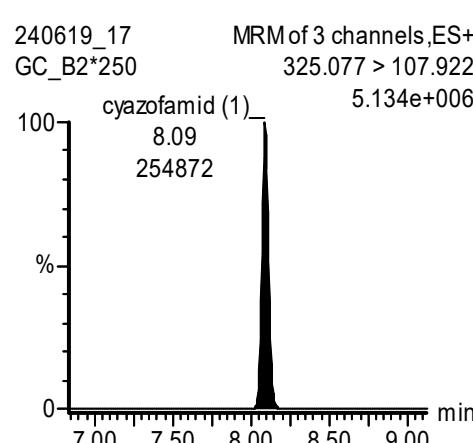
無処理区
1uL／200mL／15 枚



少散布量区・部位 1
1uL／500000mL／15 枚



少散布量区・部位 2
1uL／200000mL／15 枚



通常散布量区・部位 1
1uL／500000mL／15 枚

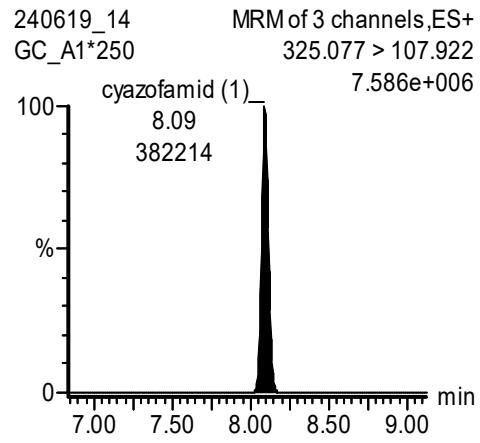


図 10-6. シアゾファミド日植防山梨試料のクロマトグラム（ブドウの葉）

通常散布量区・部位 2
1uL／200000mL／15 枚

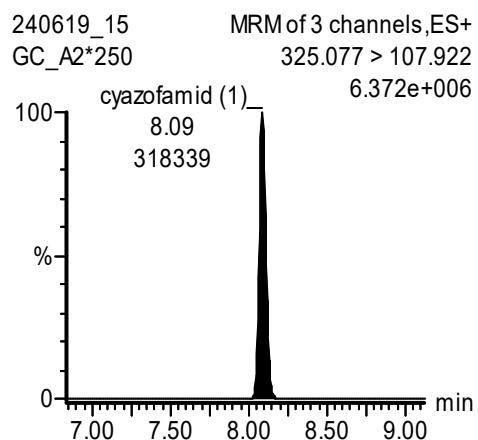


図 10-7. シアゾファミド日植防山梨試料のクロマトグラム（ブドウの葉）

無処理区
1uL／200mL／20g

少散布量区
1uL／2000mL／20g

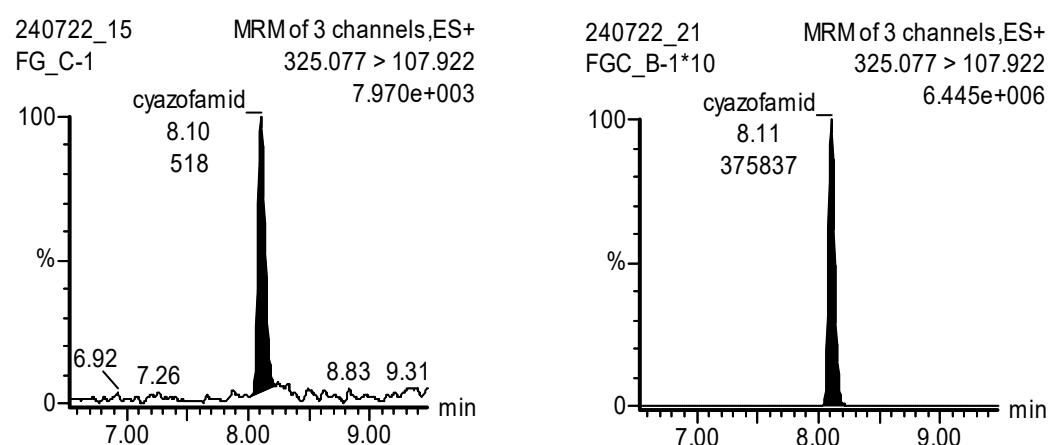


図 10-8. シアゾファミド日植防山梨試料のクロマトグラム（ブドウの果実）

通常散布量区

1uL／2000mL／20g

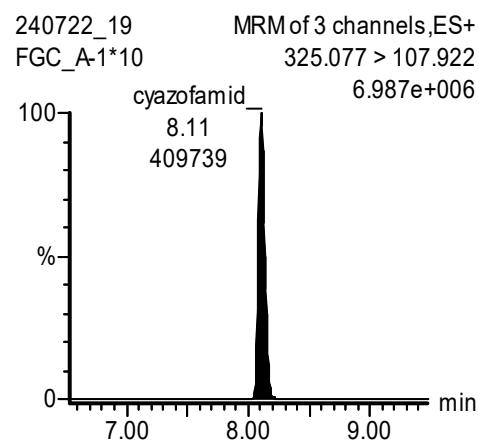
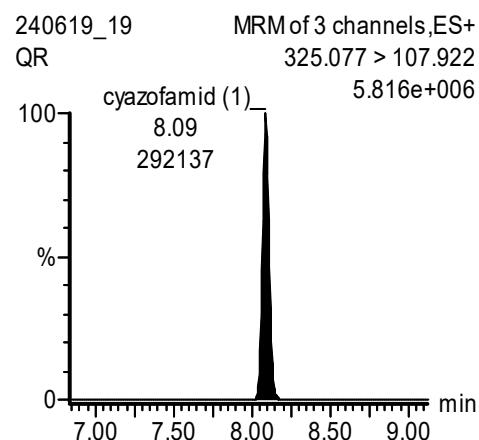


図 10-9. シアゾファミド日植防山梨試料のクロマトグラム（ブドウの果実）

ブドウの葉分析時

10μg 添加



ブドウの果実分析時

0.1mg/kg 添加

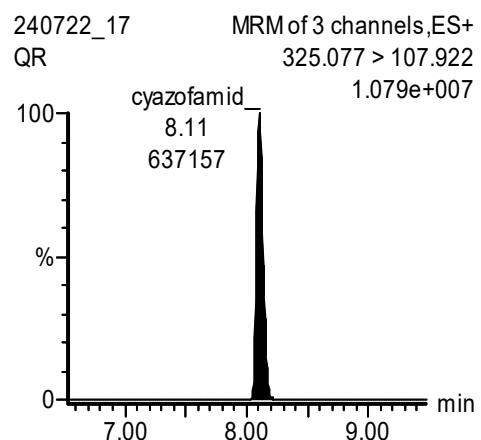
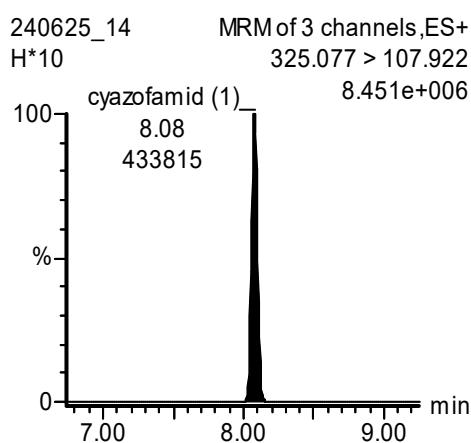


図 10-10. シアゾファミド内部精度管理のクロマトグラム

ブドウの葉
10 μ g 添加 保存期間 34 日間
1uL／1000mL／8 枚



ブドウの果実
0.1mg/kg 添加 保存期間 40 日間
1uL／1000mL／20g

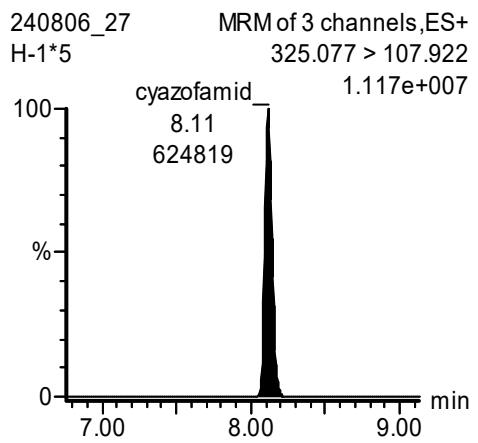


図 10-11. シアゾファミド保存安定性確認試料のクロマトグラム

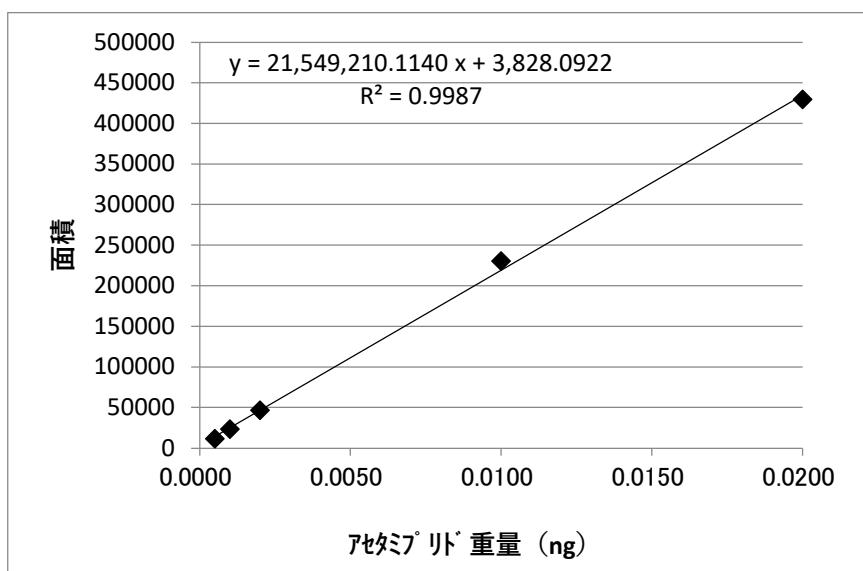


図 11-1. アセタミプリド検量線

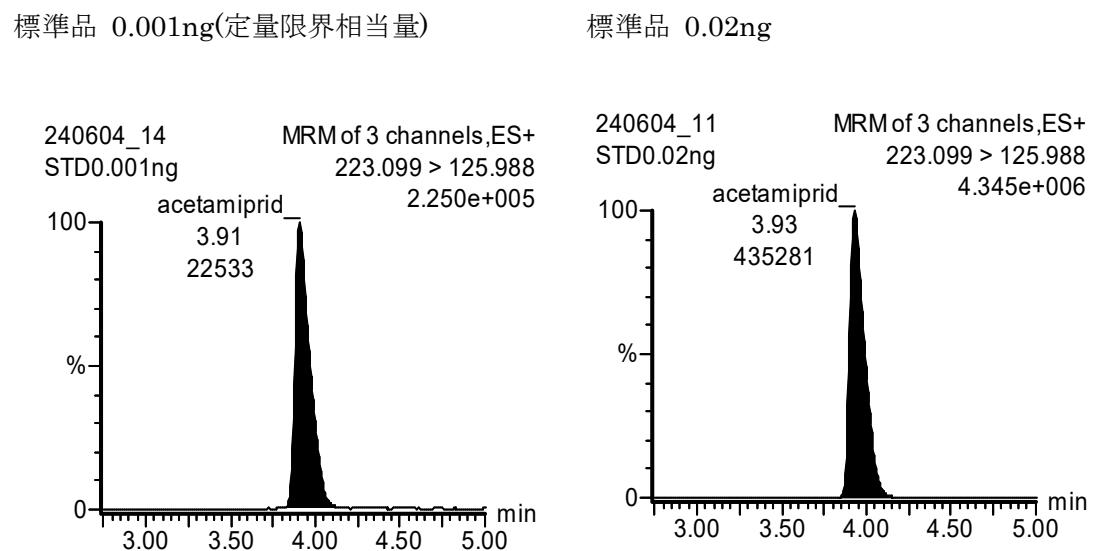


図 11-2.アセタミプリド標準品のクロマトグラム

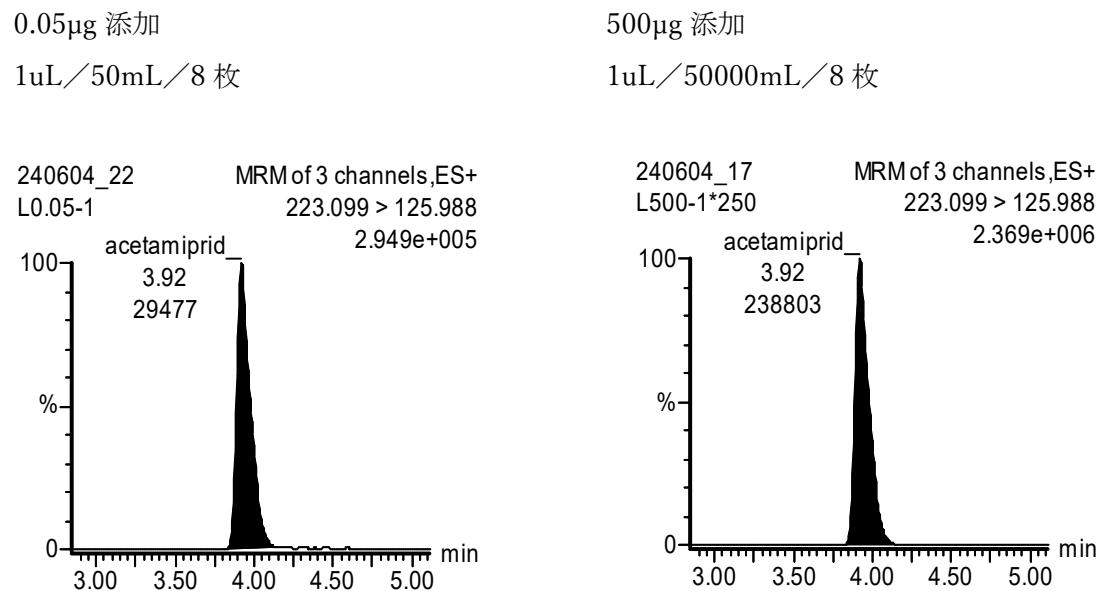


図 11-3. アセタミプリド回収率のクロマトグラム（リンゴの葉）

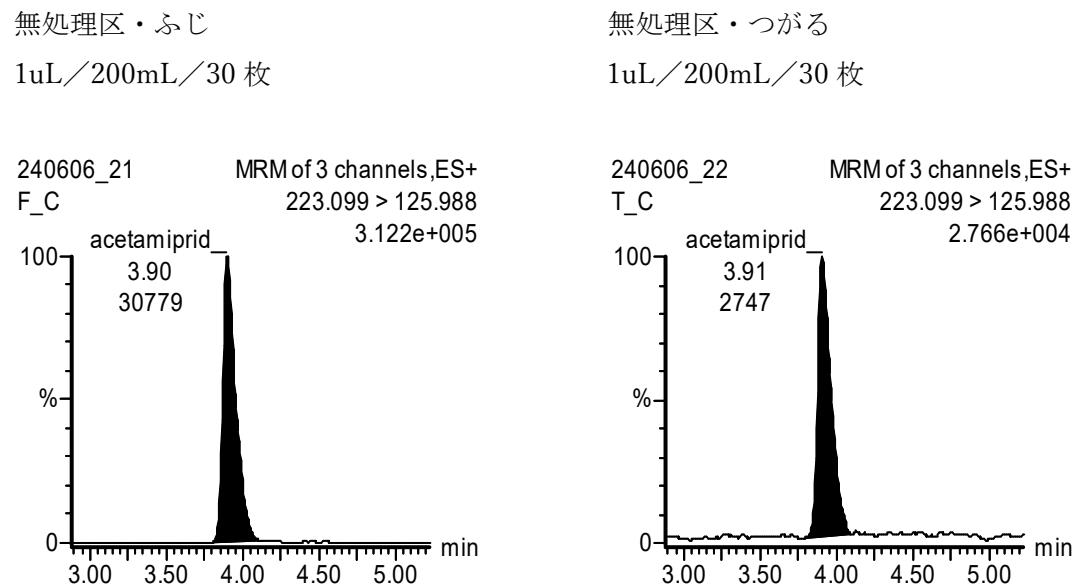
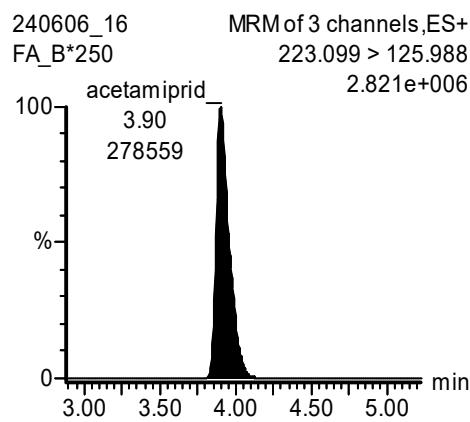
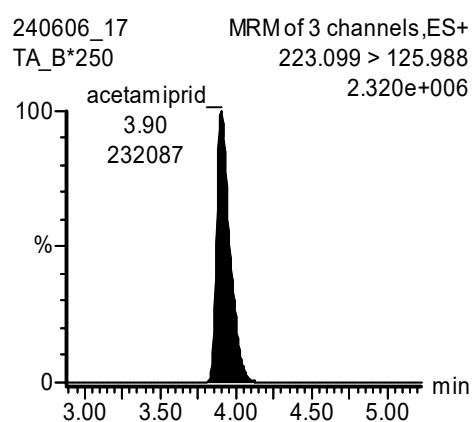


図 11-4. アセタミプリド長野植防試料のクロマトグラム（リンゴの葉）

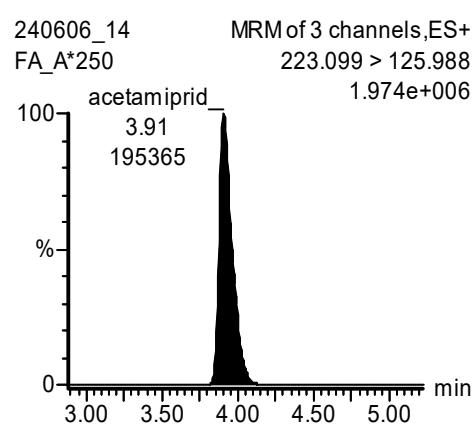
少散布量区・ふじ
1uL／50000mL／30 枚



少散布量区・つがる
1uL／50000mL／30 枚



通常散布量区・ふじ
1uL／50000mL／30 枚



通常散布量区・つがる
1uL／50000mL／30 枚

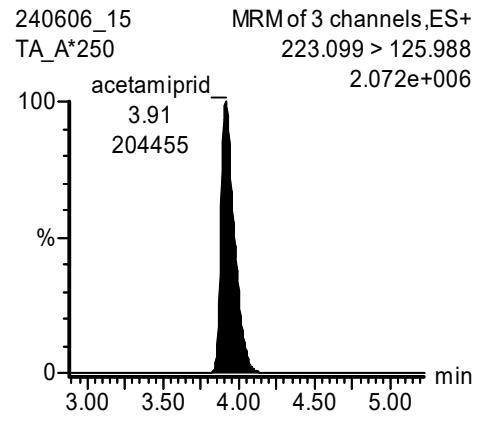


図 11-5. アセタミプリド長野植防試料のクロマトグラム（リンゴの葉）

リンゴの葉分析時
2 μ g 添加
1 μ L / 200mL / 30 枚 (ふじ 15 枚+つがる 15 枚)

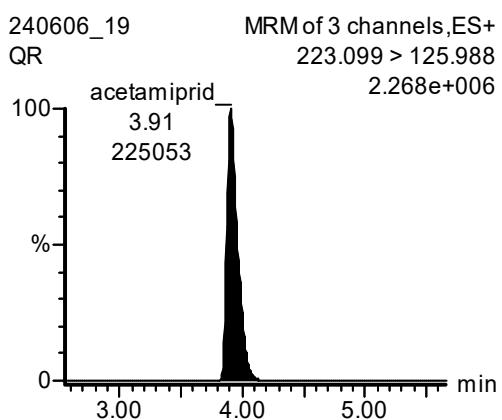


図 11-6. アセタミプリド内部精度管理のクロマトグラム

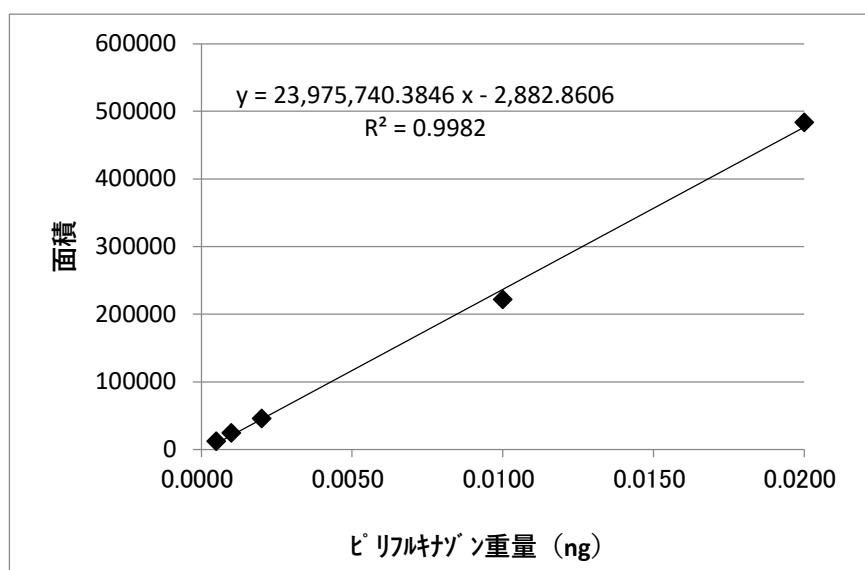


図 12-1. ピリフルキナゾン検量線

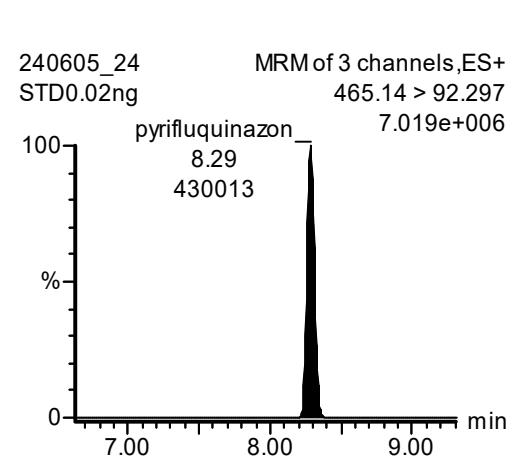
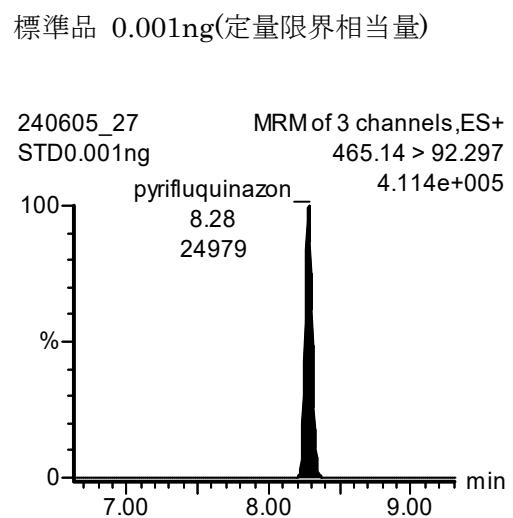
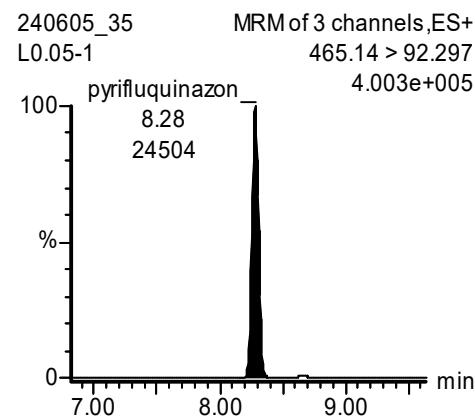


図 12-2. ピリフルキナゾン標準品のクロマトグラム

0.05μg 添加

1uL／50mL／8 枚



500μg 添加

1uL／50000mL／8 枚

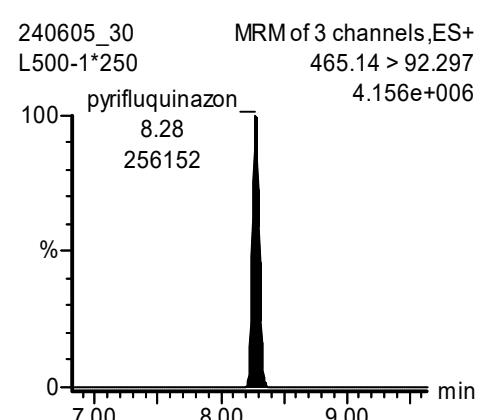
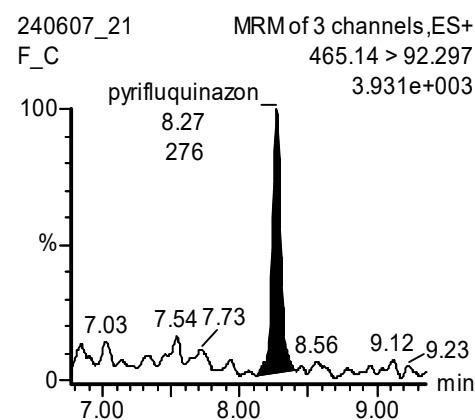


図 12-3. ピリフルキナゾン回収率のクロマトグラム (リンゴの葉)

無処理区・ふじ

1uL／200mL／30 枚



無処理区・つがる

1uL／200mL／30 枚

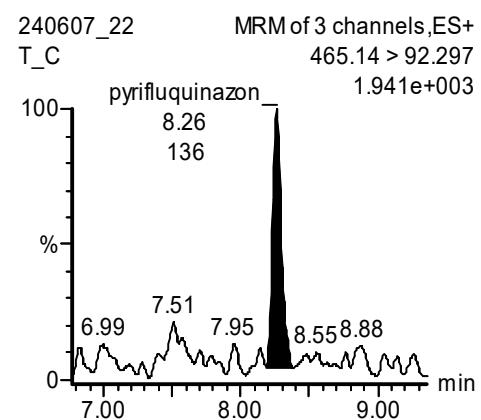
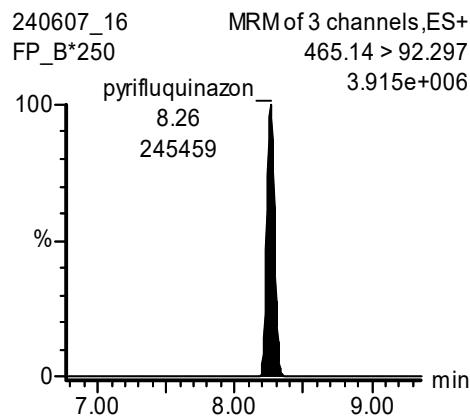
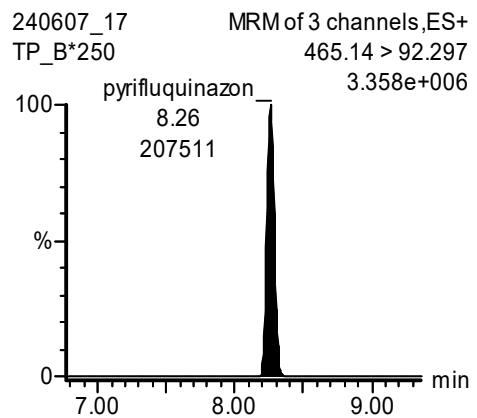


図 12-4. ピリフルキナゾン長野植防のクロマトグラム (リンゴの葉)

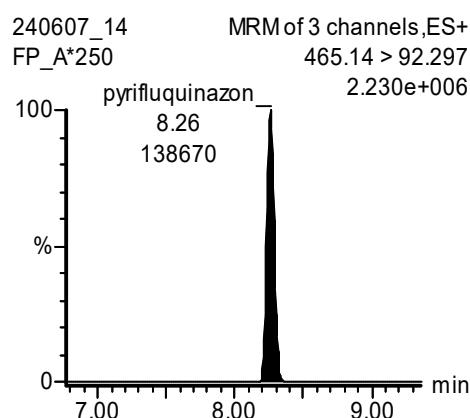
少散布量区・ふじ
1uL／50000mL／30 枚



少散布量区・つがる
1uL／50000mL／30 枚



通常散布量区・ふじ
1uL／50000mL／30 枚



通常散布量区・つがる
1uL／50000mL／30 枚

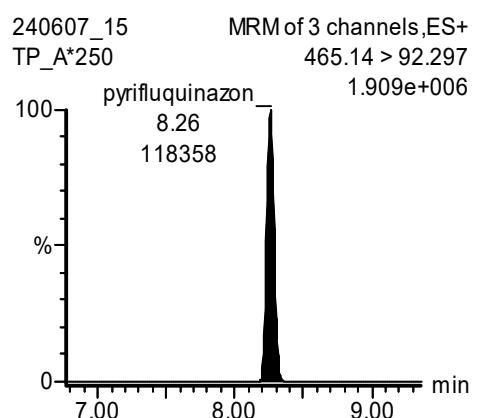


図 12-5. ピリフルキナゾン長野植防試料のクロマトグラム（リンゴの葉）

リンゴの葉分析時
2 μ g 添加
1 μ L / 200mL / 30枚 (ふじ 15枚+つがる 15枚)

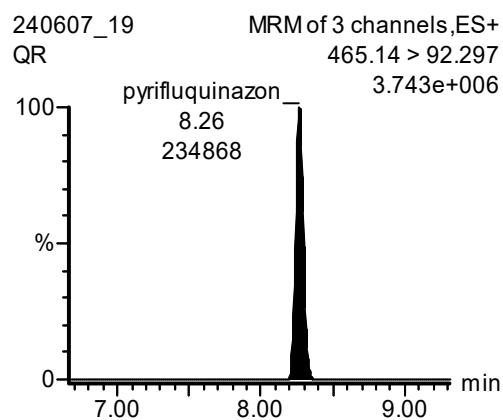


図 12-6 ピリフルキナゾン内部精度管理のクロマトグラム

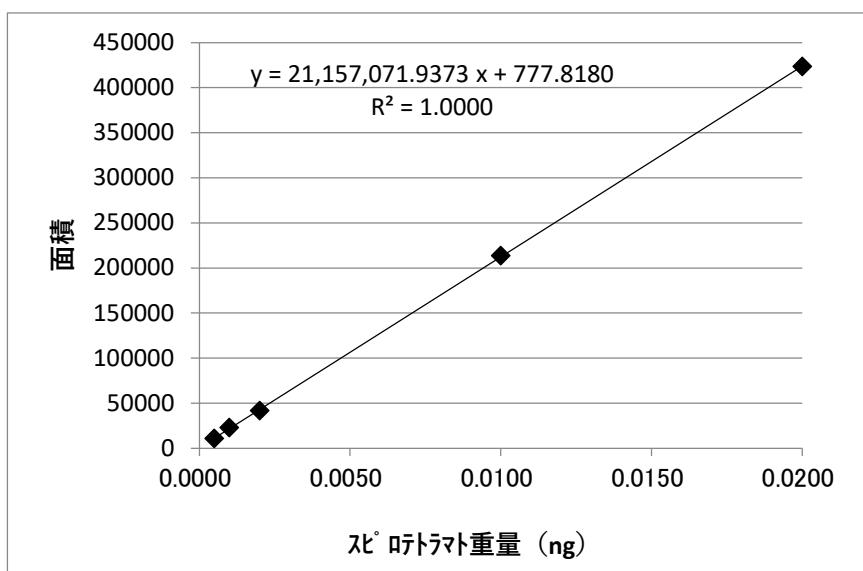


図 13-1. スピロテトラマト検量線

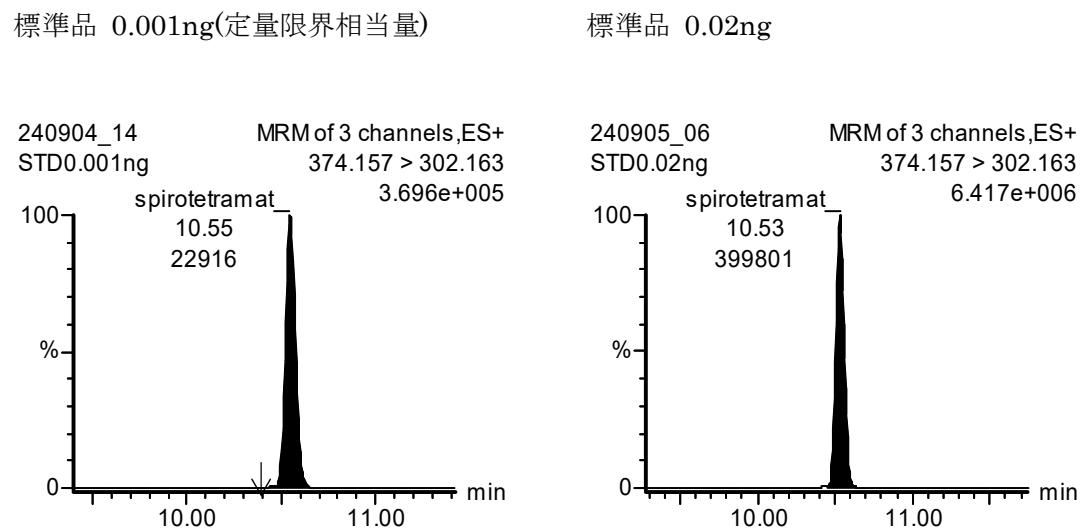


図 13-2. スピロテトラマト標準品のクロマトグラム

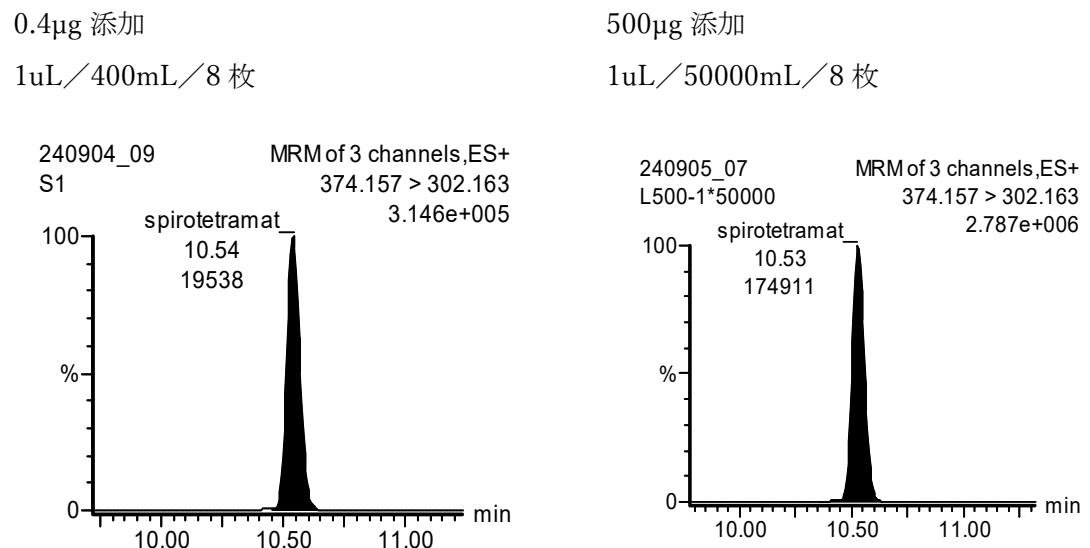


図 13-3. スピロテトラマト回収率のクロマトグラム（モモの葉）

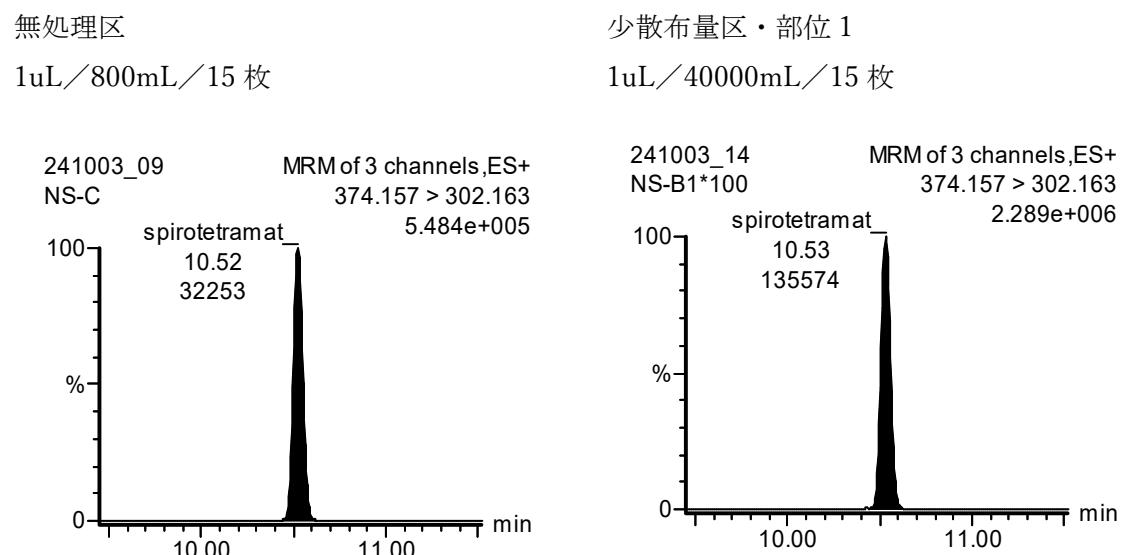
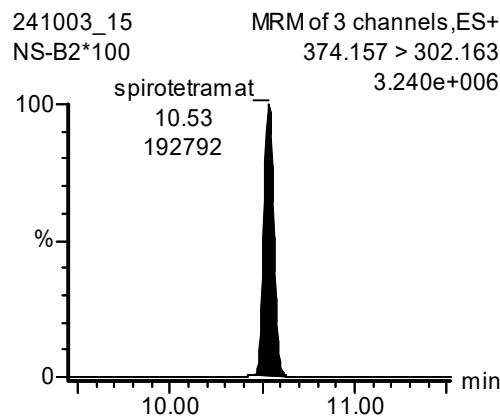
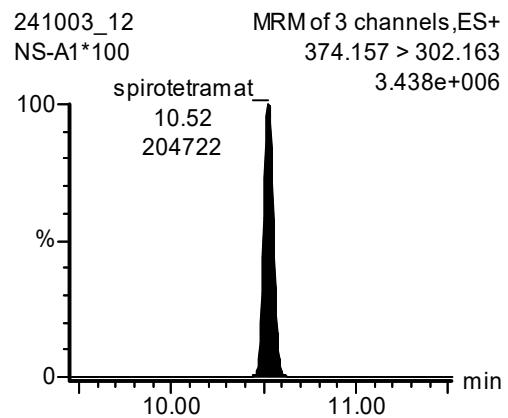


図 13-4. スピロテトラマト福島植防試料のクロマトグラム（モモの葉）

少散布量区・部位 2
1uL／40000mL／15 枚



通常散布量区・部位 1
1uL／40000mL／15 枚



通常散布量区・部位 2
1uL／40000mL／15 枚

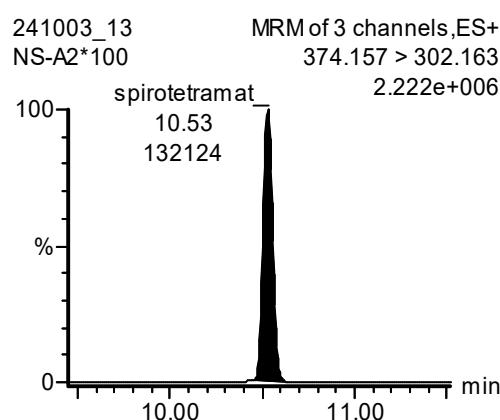


図 13-5. スピロテトラマト福島植防試料のクロマトグラム (モモの葉)

モモの葉分析時

4 μ g 添加

1uL／400mL／8枚

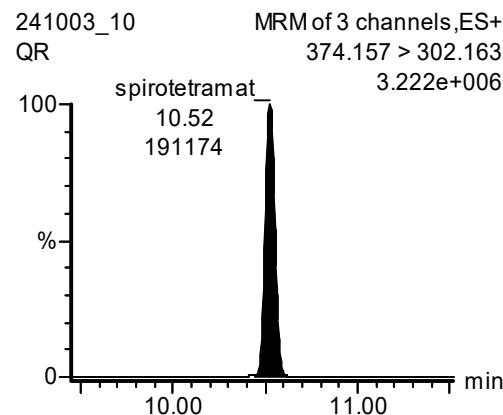


図 13-6. スピロテトラマト 内部精度管理
のクロマトグラム

モモの葉

10 μ g 添加 保存期間 7 間

1uL／10000mL／8枚

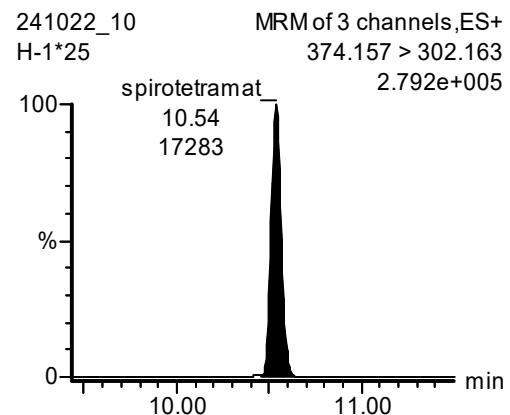


図 13-7. スピロテトラマト 保存安定性確認試料のクロマトグラム

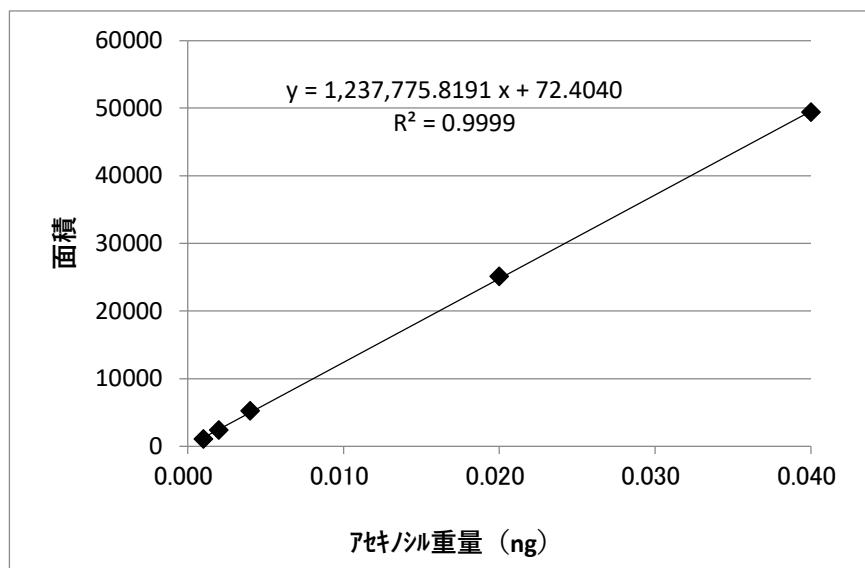


図 14-1. アセキノシル検量線

標準品 0.002ng(定量限界相当量)

標準品 0.04ng

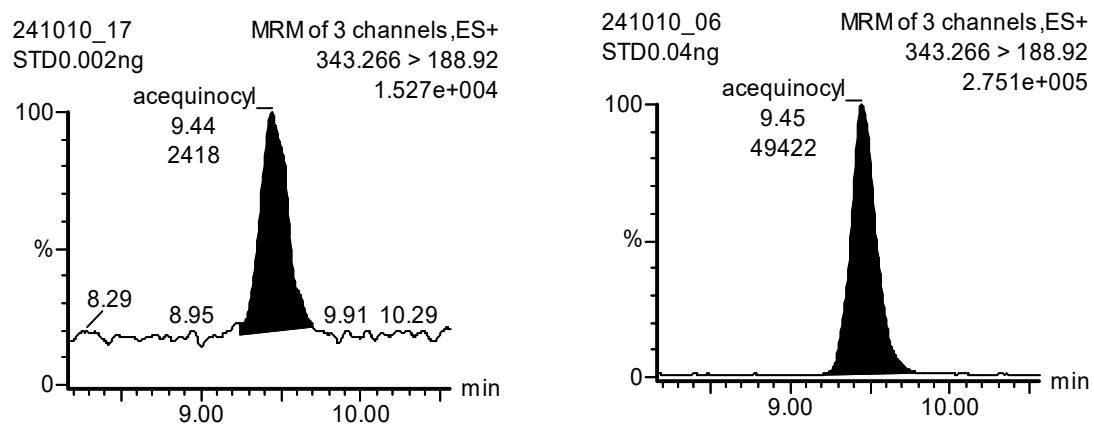
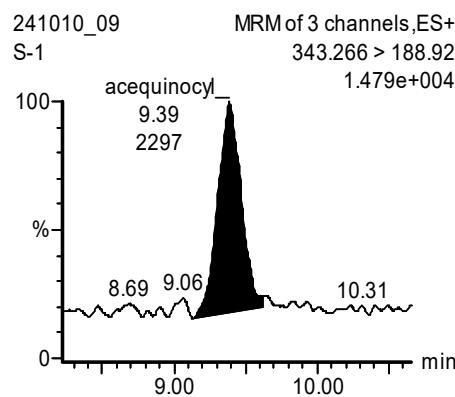


図 14-2. アセキノシル福島植防試料のクロマトグラム (モモの葉)

0.4μg 添加

2uL／400mL／8枚



500μg 添加

2uL／50000mL／8枚

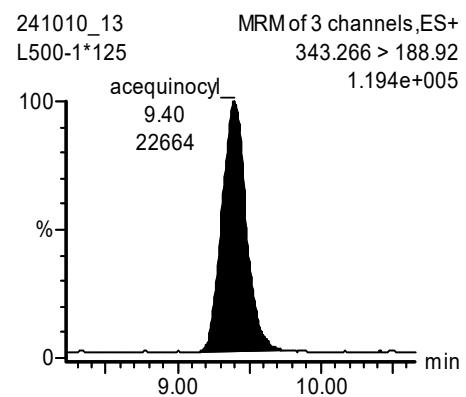
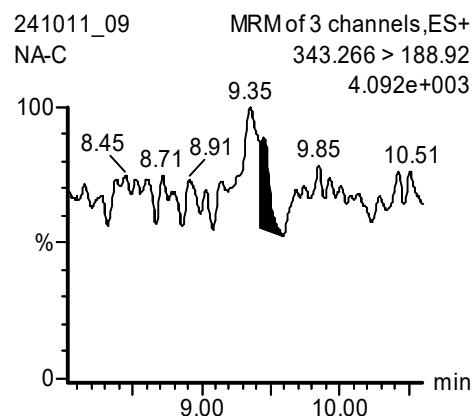


図 14-3. アセキノシル回収率のクロマトグラム (モモの葉)

無処理区

2uL／800mL／15枚



少散布量区・部位 1

2uL／40000mL／15枚

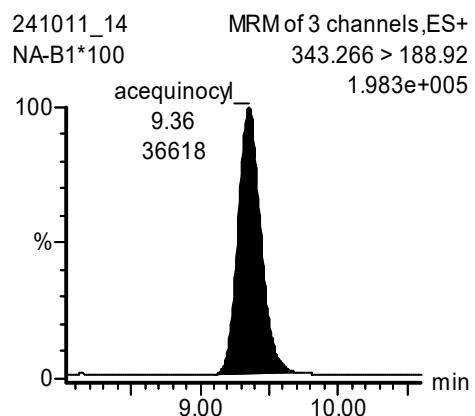
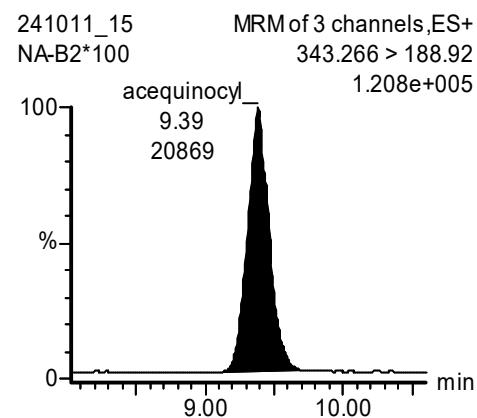
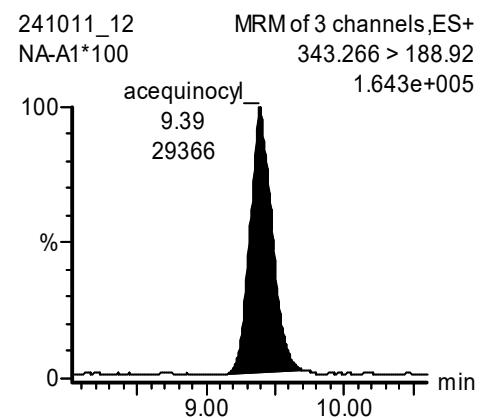


図 14-4. アセキノシル福島植防試料のクロマトグラム (モモの葉)

少散布量区・部位 2
2uL／40000mL／15 枚



通常散布量区・部位 1
2uL／40000mL／15 枚



通常散布量区・部位 2
2uL／40000mL／15 枚

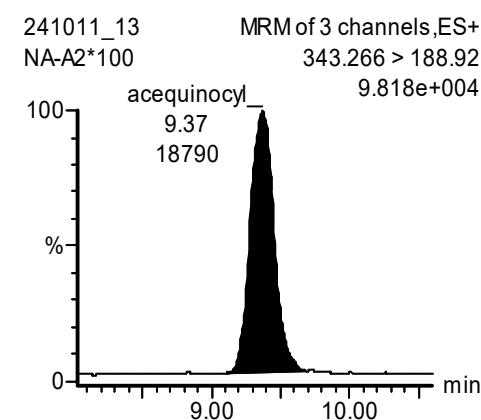
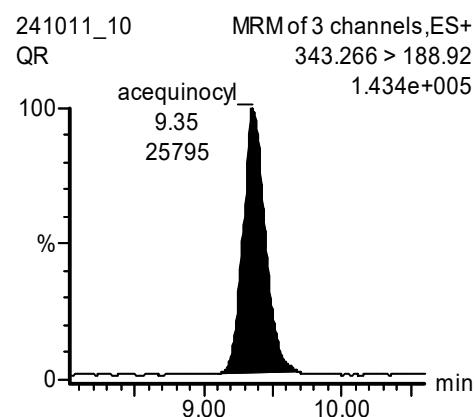


図 14-5. アセキノシル福島植防試料のクロマトグラム (モモの葉)

モモの葉分析時

4 μ g 添加

2 μ L/400mL/8枚



モモの葉分析時

10 μ g 添加 保存期間 14日間

2 μ L/2000mL/8枚

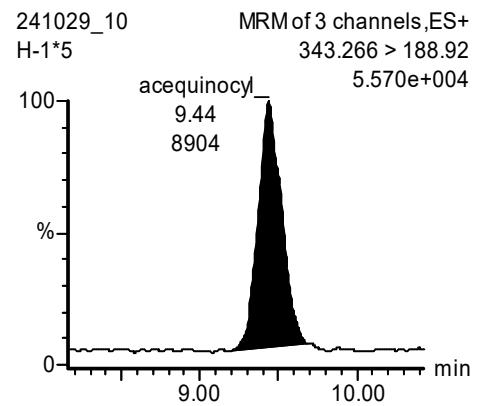


図 14-6. アセキノシル内部精度管理のクロ
マトグラム

図 14-7. アセキノシル保存安定性確認試料
のクロマトグラム

無処理



少散布量区・部位1(エタボキサム)



少散布量区・部位2(エタボキサム)



通常散布量区・部位1(エタボキサム)



図15-1. ブドウの葉及び果実の写真 (日植防山梨)

通常散布量区・部位2（エタボキサム）



少散布量区・部位1（シアゾファミド）



少散布量区・部位2（シアゾファミド）



通常散布量区・部位1（シアゾファミド）



図15-2. ブドウの葉及び果実の写真（日植防山梨）

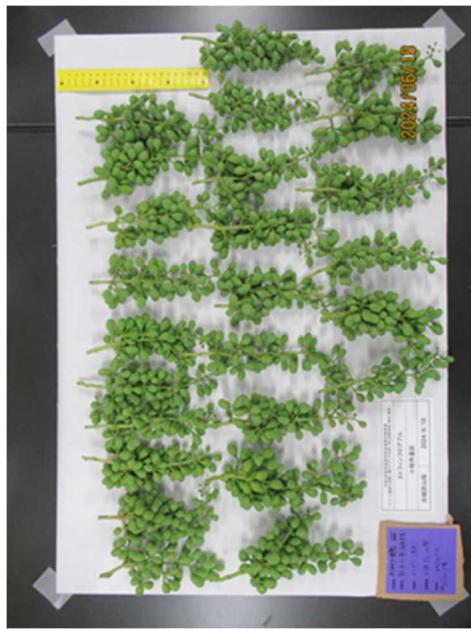
通常散布量区・部位2 (シアゾファミド)



無処理



少散布量区 (エタボキサム)



通常散布量区 (エタボキサム)



図15-3. ブドウの葉及び果実の写真 (日植防山梨)

少散布量区（シアゾファミド）



通常散布量区（シアゾファミド）



図15-4. ブドウの葉及び果実の写真（日植防山梨）

無処理・ふじ



無処理・ふじ



図16-1. リンゴの葉の写真（長野植防）

無処理・つがる



無処理・つがる



少散布量区・ふじ (アセタミプリド)



少散布量区・つがる (アセタミプリド)



図 16-2. リンゴの葉の写真 (長野植防)

通常散布量区・ふじ (アセタミプリド)



通常散布量区・つがる (アセタミプリド)



少散布量区・ふじ (ピリフルキナゾン)



少散布量区・つがる (ピリフルキナゾン)



図 16-3. リンゴの葉の写真 (長野植防)

通常散布量区・ふじ (ピリフルキナゾン)



通常散布量区・つがる (ピリフルキナゾン)



図 16-4. リンゴの葉の写真 (長野植防)

無処理

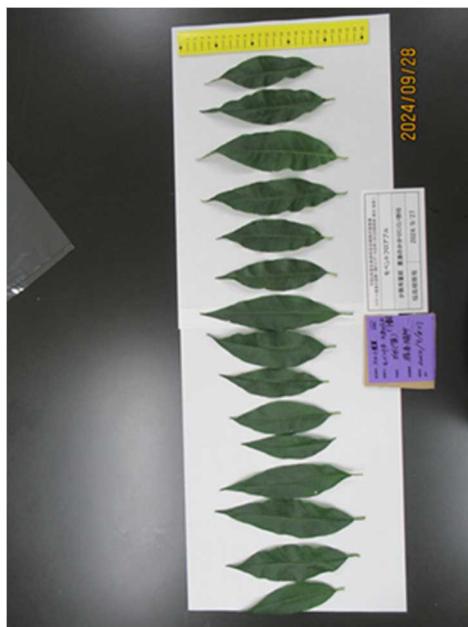


少散布量区・部位1 (スピロテトラマト)



図 17-1. モモの葉の写真 (福島植防)

少散布量区・部位2（スピロテトラマト）



通常散布量区・部位1（スピロテトラマト）



通常散布量区・部位2（スピロテトラマト） 少散布量区・部位1（アセキノシル）

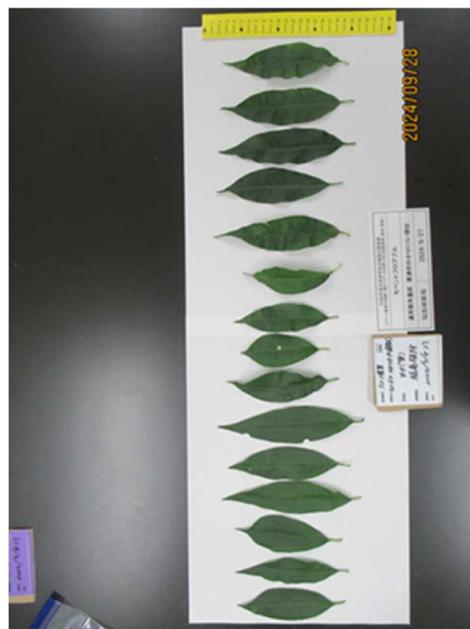
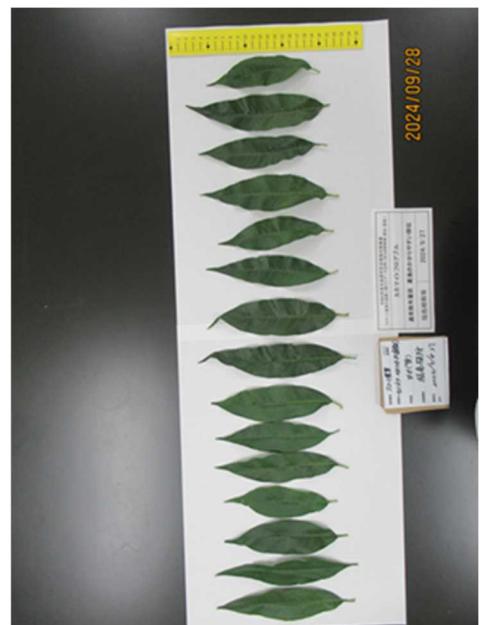


図 17-2. モモの葉の写真（福島植防）

少散布量区・部位2（アセキノシル）



通常散布量区・部位1（アセキノシル）



通常散布量区・部位2（アセキノシル）



図 17-3. モモの葉の写真（福島植防）

付表1. ぶどう（房）の長さ及び幅

試料調製場所	区	長さ (cm)	幅 (cm)
日植防山梨	無処理区	18.5	5.5
		17.0	6
		13.5	5
		22	5.5
		19	6
		18	5.5
		17.5	5
		20	5.5
		18	4
		17.5	5
		20	5
		19.5	6
		20	7
		16.5	7
		22.5	5.5
		18	5.5
		16	6.5
		20	6.5
		19.5	5.5
		21	6

付表2 外部精度管理の結果

調査名称	食品衛生外部精度管理調査
参加時期	2023年6月
プロバイダー	一般財団法人食品薬品安全センター
マトリックス	ほうれんそうペースト
分析値	残留農薬検査 I (個別分析)
結果	満足 (Z-スコア : クロルピリホス 0.087, ダイアジノン -0.037)