

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) アセタミプリド

名称（一般名）：アセタミプリド

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

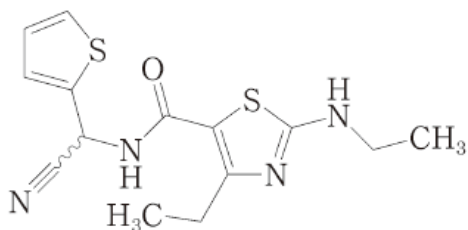
2. 分析対象物質

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℃で融解時に分解のため測定不能

沸 点：185℃で融解時に分解のため測定不能

蒸気圧： 8.1×10^{-5} Pa (25℃)

解離定数(pKa)：3.6 (20℃)

溶解性 (20℃)：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)

土壌吸着性 (Koc)：251 ～ 903 (25℃)

安定性：熱；室温から 150℃まで安定

加水分解性半減期 (20℃)；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℃), 30.6～33.7 時間 (緩衝液, 20±3℃)

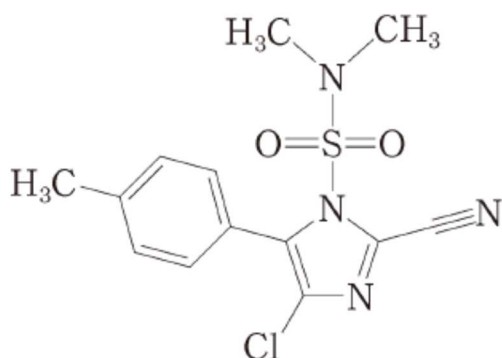
出典：農薬ハンドブック 2021 年版

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-スルホンアミド

分子量：324.8

外 観：白色、個体（粉末）、無臭

融 点：152.7℃

沸 点：200℃以上で分解のため測定不能

蒸気圧： 1.33×10^{-5} Pa（25～30℃）

解離定数：20℃，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℃）：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℃），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℃）

土壌吸着性（K_{oc}）：375～615（25℃）

安定性：熱；25～150℃で安定

加水分解性半減期（25℃）；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℃，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℃，4.489 W/m²，380～760

nm) ;9～23 日 (自然水) , 117～195 日 (蒸留水)

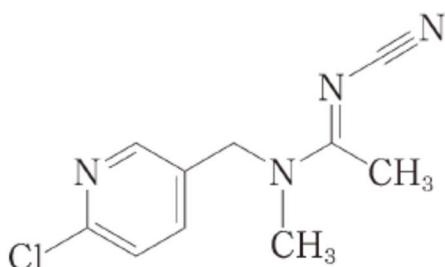
出典：農薬ハンドブック 2021 年版

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)-N¹- [(6-クロロ-3-ピリジル) メチル] -N²-シアノ-N¹-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、特異な臭気無し

融 点：98.9℃

沸 点：測定不能

蒸気圧：<1.0×10⁻⁶ Pa (25℃) , 1.73×10⁻⁷ Pa (50℃)

解離定数 (pK_a) : 0.7 (25℃)

溶解性 (25℃) : 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℃) ,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℃)

土壌吸着性 (K_{oc}) : 123～267

安定性：熱；200℃以上で分解

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

水中光分解性半減期；20.1 日 (自然水) , 68.0 日 (蒸留水)

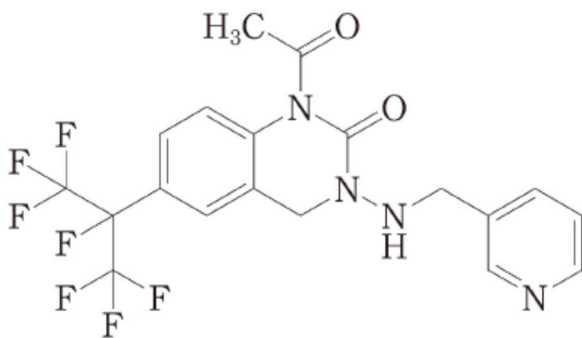
出典：農薬ハンドブック 2021 年版

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℃

沸 点：測定不能

蒸気圧： 5.1×10^{-2} Pa (20℃)

解離定数：—

溶解性 (20℃)：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℃, pH 6.3)

土壌吸着性 (Koc)：445～692 (25℃)

安定性：熱；融解後分解

加水分解性半減期 (25℃)；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℃)；37.5 日 (pH 5 緩衝液)，13.8 日 (自然水)

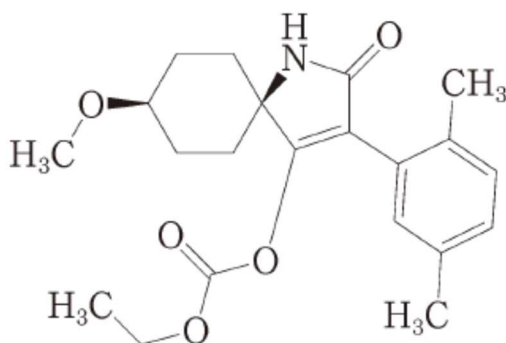
出典：農薬ハンドブック 2021 年版

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℃

沸 点：235℃より発熱分解のため測定不能

蒸気圧：5.6×10⁻⁹ Pa（20℃），1.5×10⁻⁸ Pa（25℃）

解離定数（pKa）：10.7

溶解性（20℃）：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℃）

土壌吸着性（K_{oc}）：154～435（25℃）

安定性：熱；135～165℃で融解，200～300℃で発熱分解

加水分解性半減期（25℃）；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℃）；2.7 日（緩衝液，pH 5），0.19 日（自然水）

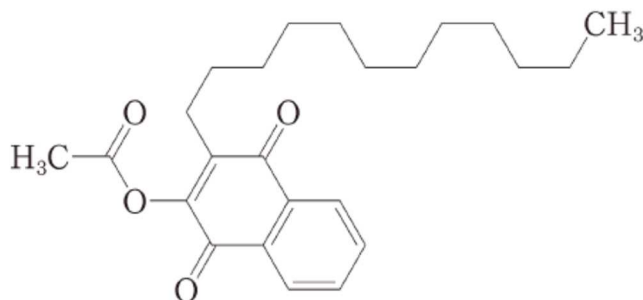
出典：農薬ハンドブック 2021 年版

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℃

沸 点：測定不能

蒸気圧： 1.69×10^{-6} Pa (25℃)

解離定数：水に難溶のため測定不能

溶解性 (20℃)：水; 6.7×10^{-3} mg/L, アセトニトリル;28 g/L, アセトン;220 g/L, イソプロパノール;29 g/L, エタノール;23 g/L, オクタノール;31 g/L, キシレン;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℃)

土壌吸着性 (Koc)：39,900～123,000

安定性：熱；約60℃で融解，その後150℃まで吸熱・発熱変化なし

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

9) 加水分解性半減期 (37℃)；19 日 (pH 1.2)

水中光分解性半減期 (25℃，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℃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℃設定）

3) アセタミプリド

名 称：アセタミプリド

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℃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℃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℃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℃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℃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
		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
	果実	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
		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
	果実	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
長野植防 （リンゴ）	葉 （ふじ）	1回処理直後 （FA・B）	1000倍 185L/10a	処理直後
		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
	葉 （つがる）	1回処理直後 （TA・B）	1000倍 125L/10a	処理直後
		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
長野植防 （リンゴ）	葉 （ふじ）	1回処理直後 （FP・B）	1500倍 185L/10a	処理直後
		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
	葉 （つがる）	1回処理直後 （TP・B）	1500倍 125L/10a	処理直後
		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℃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房について長さも幅も記録した。

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砕均一化を行った。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ZⅡ（オルガノ製）で精製した水

超 音 波 器：UC-6200（シャープ（株）製）

ロータリーエポレーター：R-134型（柴田化学（株）製）

フードプロセッサ：PLC-NXJ2SS（コンエアーージャパン（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：0.2mL/分

温 度：カラムオープン 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℃
-----	-----------	------

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 トルビーカーのアセトン进行を合わせ、ロータリーエバポレーター（水浴 40℃以下）を用いて減圧濃縮後 200mL 容メスフラスコに移し、アセトンを用いて定容した。定容液から 2mL 分取し、ロータリーエバポレーター（水浴40℃以下）を用いて減圧濃縮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

摩砕均一化試料20 gを肉厚三角フラスコに分取し、アセトン 100 mL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 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ンを用いて定容した。定容液から 2 mL分取し、ロータリーエバポレーター（水浴40℃以下）を用いて減圧濃縮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 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℃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））

シリンジフィルター：Millex-LG（PTFE，孔径 $0.3\mu\text{m}$ ）（Merck製）

超 純 水：ピュアライト（オルガノ製）とピュアリーックZⅡ（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：PLC-NXJ2SS（コンエアーージャパン（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：0.2mL/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
	プロダクトイオン
ガス流量：	コーンガス
	脱溶媒ガス
電圧：	キャピラリー
温度：	ソースブロック

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℃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 分取し、ロータリーエバポレーター（水浴40℃以下）を用いて減圧濃縮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

摩砕均一化試料（果梗から外した果実のみを摩砕したもの。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分取し、ロータリーエバポレーター（水浴 40℃以下）を用いて減圧濃縮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℃設定) に保存した。

6-2-3. アセタミプリド

1) 試薬及び機器

アセトン：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))

シリンジフィルター：Millex-LG (PTFE, 孔径 $0.3\mu\text{m}$) (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℃		
注 入 量	: 1 μ L		
保 持 時 間	: アセタミプリド ; 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℃

3) 検量線の作成

アセタミプリドの標準品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プリ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℃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℃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

測定容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プリドの重量を求め、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：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）とピュアリークZⅡ（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
	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：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：	プリカーサーイオン
	プロダクトイオン
	465.1 m/z
	92.3 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

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

測定容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。

1) 試薬及び機器

酸：特級（関東化学（株））

メタノール：LC/MS用（関東化学（株））

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

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)

①.高速液体クロマトグラフの測定条件

内径2.1mm、長さ10cm、粒径1.8 μ 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	65	35
1.00	65	35
10.00	5	95
13.00	5	95
15.00	65	35
18.00	65	35

保 持 時 間 : スピロテトラマト ; 約10.5分

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 k V
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 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℃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℃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））

シリンジフィルター：Millex-LG（PTFE，孔径 $0.3\mu\text{m}$ ）（Merck製）

超 純 水：ピュアライト（オルガノ製）とピューリックZⅡ（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%酢酸溶液/メタノール（10：90 v/v）

流量：0.2mL/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, 0.02mg/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 トルビーカーのアセトンを合わせ、ロータリーエバポレーター (水浴 40℃以下) を用いて減圧濃縮後 200mL 容メスフラスコに移し、アセトンを用いて定容した。定容液から 2mL 分取し、ロータリーエバポレーター (水浴40℃以下) を用いて減圧濃縮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 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 (μ L)	定量限界 (μ g/15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 (μ L)	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 (μ L)	定量限界 (μ g/30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 0.1μ g/8 葉）及びその 5000 倍（エタボキサム 500μ 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 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。

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 μ g/8 葉) 及びその 10000 倍 (アセタミプリド 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。

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 μ g/8 葉) 及びその 10000 倍 (ピリフルキナゾン 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。

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 μ g/8 葉) 及びその 1250 倍 (スピロテトラマト 500 μ g/8 葉、5 果実) 添加試料による回収試験を行い、採用する分析法の妥当性を確認した。

6) アセキノシル

定量限界相当 (アセキノシル 0.4 μ g/8 葉) 及びその 1250 倍 (アセキノシル 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。

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 μ g/8枚、シアゾファミド10 μ g/8枚、モモの葉はスピロテトラマト10 μ g/8枚、アセキノシル10 μ g/8枚の添加試料による保存安定性の確認を行った。

ブドウの実に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 $0.0005\sim 0.02\text{ng}$ 、シアゾファミド $0.0005\sim 0.02\text{ng}$ 、アセタミプリド $0.0005\sim 0.02\text{ng}$ 、ピリフルキナゾン $0.0005\sim 0.02\text{ng}$ 、スピロテトラマト $0.0005\sim 0.02\text{ng}$ 、アセキノシル $0.001\sim 0.04\text{ng}$ （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 % , RSDr 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 製場所	分析 部位	希釈倍数 散布液量	処理回数 経過日数	分析値 (μ g/15葉)		試料到着 年月日	試料分析 年月日	保存 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			
	分析 部位	希釈倍数 散布液量	処理回数 経過日数	分析値(mg/kg)		平均	試料到着 年月日	試料分析 年月日	保存 日数
	—	無処理区	<0.01	<0.01	<0.01	2024/6/18	2024/7/23	35	
	果実	500倍	3回処理	0.80	0.79	0.80	2024/6/18	2024/7/23	35
		150L/10a	直後						
		1000倍	3回処理	0.96	0.90	0.93	2024/6/18	2024/7/23	35
300L/10a	直後								

表1-2. シアゾファミド（ブドウ）

試料調 製場所	分析 部位	希釈倍数	処理回数	分析値			試料到着	試料分析	保存	
		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			
	果実	分析 部位	希釈倍数 散布液量	処理回数 経過日数	分析値(mg/kg)		平均	試料到着	試料分析	保存
					①	②	(mg/kg)	年月日	年月日	日数
			—	無処理区	<0.01	<0.01	<0.01	2024/6/18	2024/7/22	34
			500倍	3回処理	0.65	0.64	0.64	2024/6/18	2024/7/22	34
			150L/10a	直後						
1000倍	3回処理									
	300L/10a	直後	0.70	0.68	0.69	2024/6/18	2024/7/22	34		

表1-3. アセタミプリド（リンゴ）

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

表1-4. ピリフルキナゾン（リンゴ）

試料調 製場所	分析 部位	希釈倍数 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
長野 植防	葉 (ふじ)	—	無処理区	<0.2	2024/5/24	2024/5/26	2
		1500倍	1 回処理	539	2024/5/25	2024/5/26	1
		185L/10a	直後				
		3000倍	1 回処理	304	2024/5/25	2024/5/26	1
		370L/10a	直後				
	葉 (つがる)	—	無処理区	<0.2	2024/5/24	2024/5/26	2
		1500倍	1回処理	456	2024/5/25	2024/5/26	1
		125L/10a	直後				
		3000倍	1回処理	259	2024/5/25	2024/5/26	1
		250L/10a	直後				

表1-5. スピロテトラマト（モモ）

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

表1-6. アセキノシル（モモ）

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

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 (RSD _r ,%)
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
		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 (RSD _r ,%)
		果実	0.01	105	99	98		101	4
			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 (RSD _r ,%)
シアゾフ アミド	日植防 山梨	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 (RSD _r ,%)
			0.01	116	114	110	113	3
		果実	0.1	106	105	104	105	1
			1	111	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 (RSD _r ,%)
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 (RSD _r ,%)
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 (RSD _r ,%)
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 (RSD _r ,%)
アセキノシル	福島植防	葉	0.4	90	85	84	86	4
			500	100	95	91	95	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
アセタミプリド	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、アセタミプリド、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℃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）

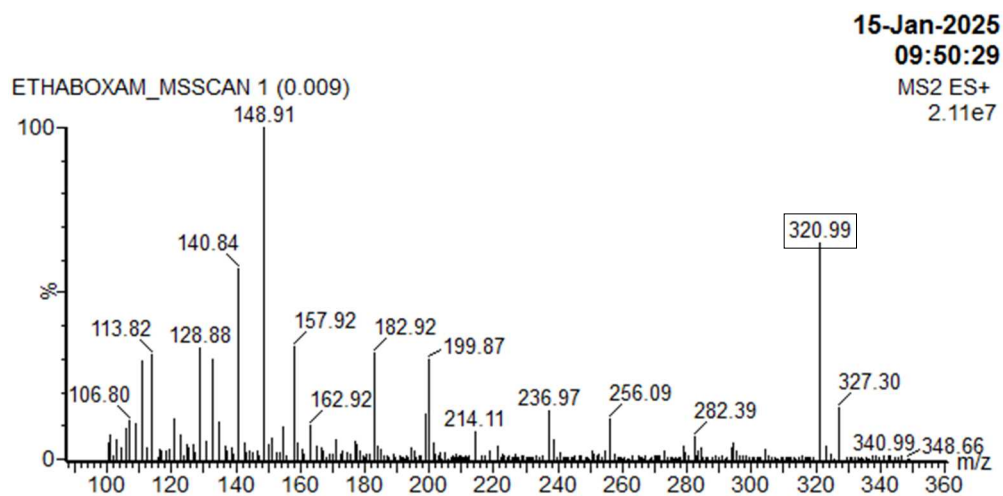
図 1. 葉の分析フローシート

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"> ・摩砕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キャンスペクトル

(プリカーサーイオン ; m/z 320.99, 正モード)

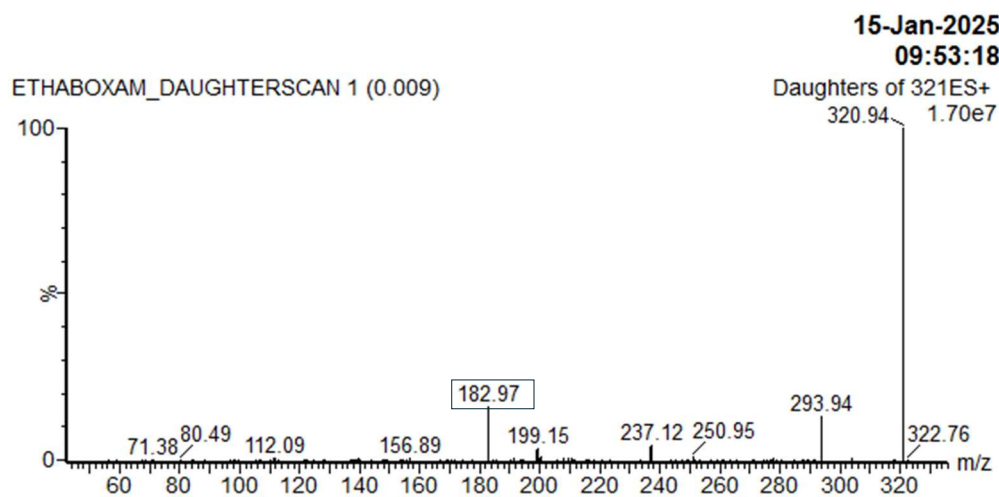
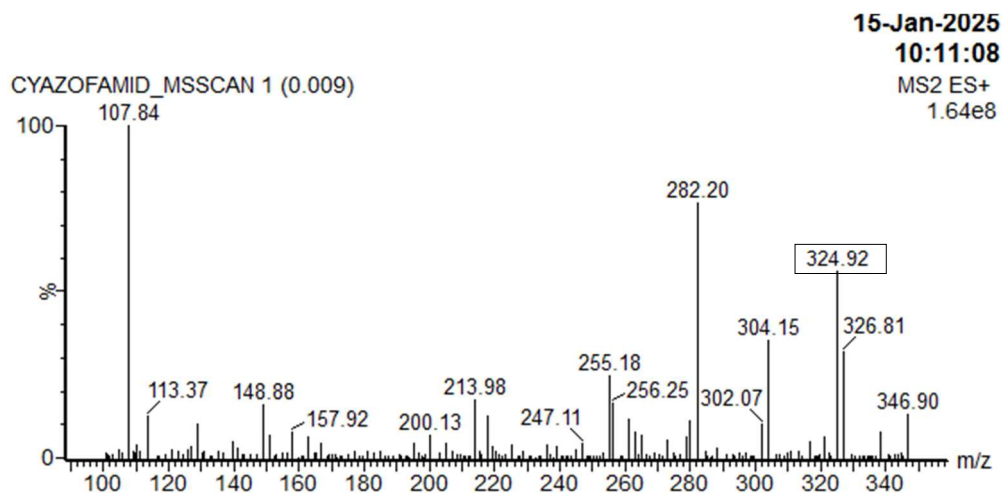


図 3.エタボキサムのマススペクトルの一例

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）

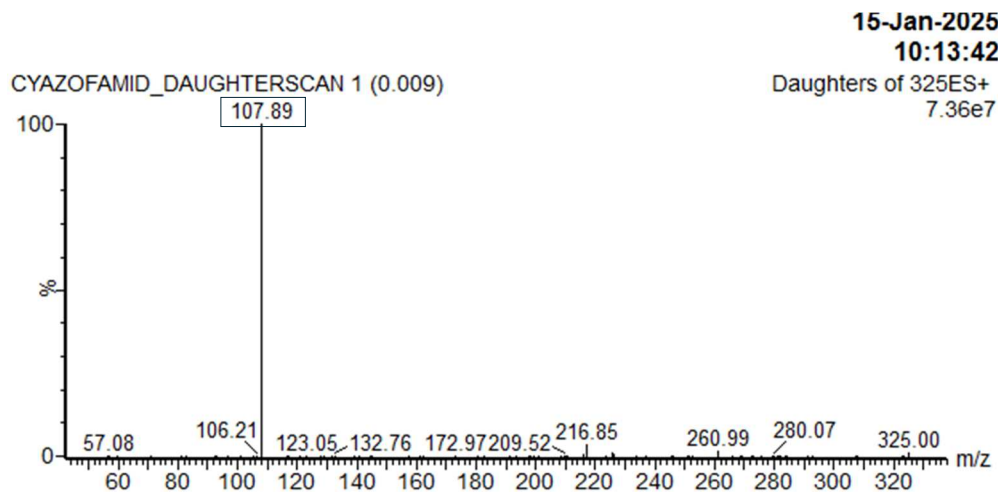
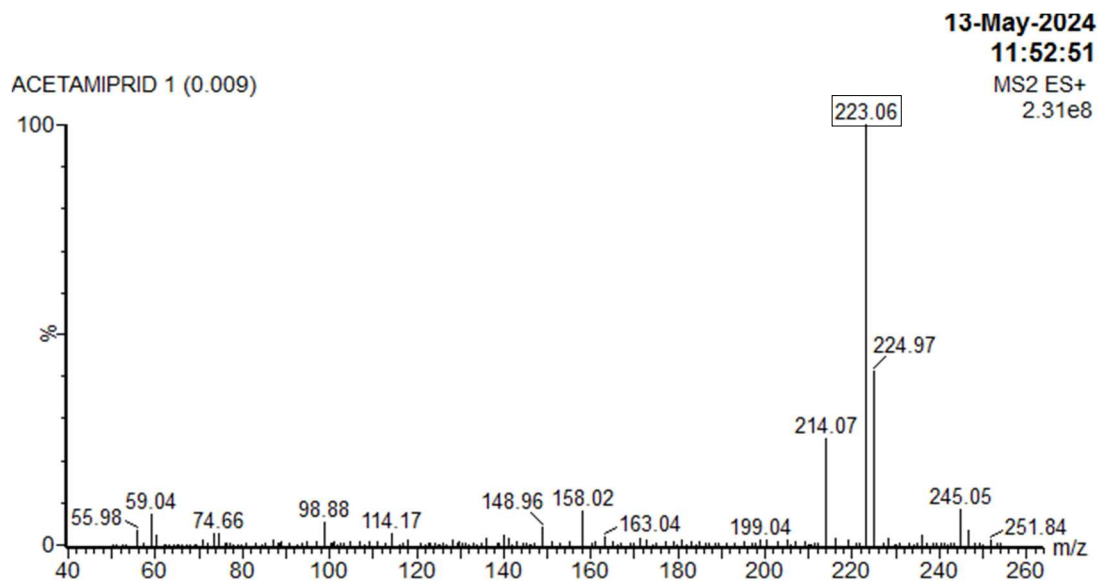


図 4.シアゾファミドのマススペクトルの一例

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トスキャンスペクトル
(プリカーサーイオン ; m/z 223.06, 正モード)

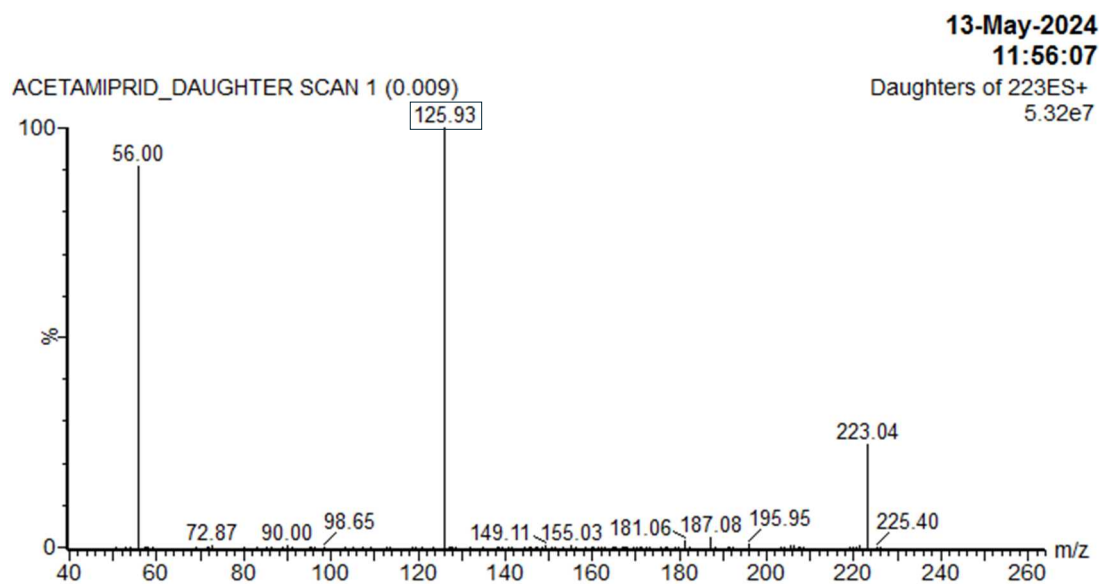
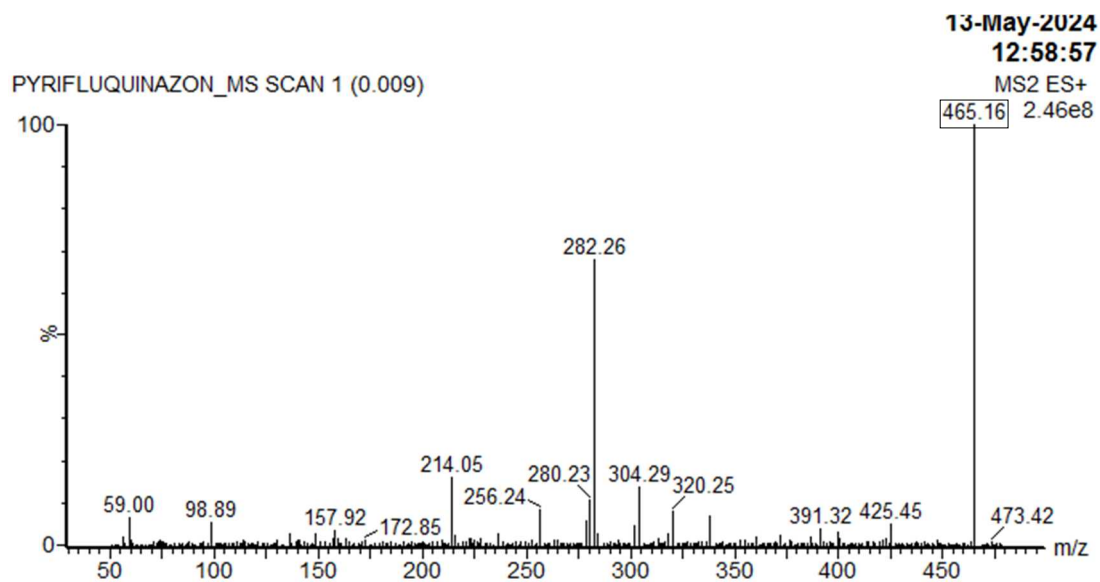


図 5.アセタミプリドのマスペクトルの一例

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トスキャンスペクトル

（プリカーサーイオン； m/z 465.16，正モード）

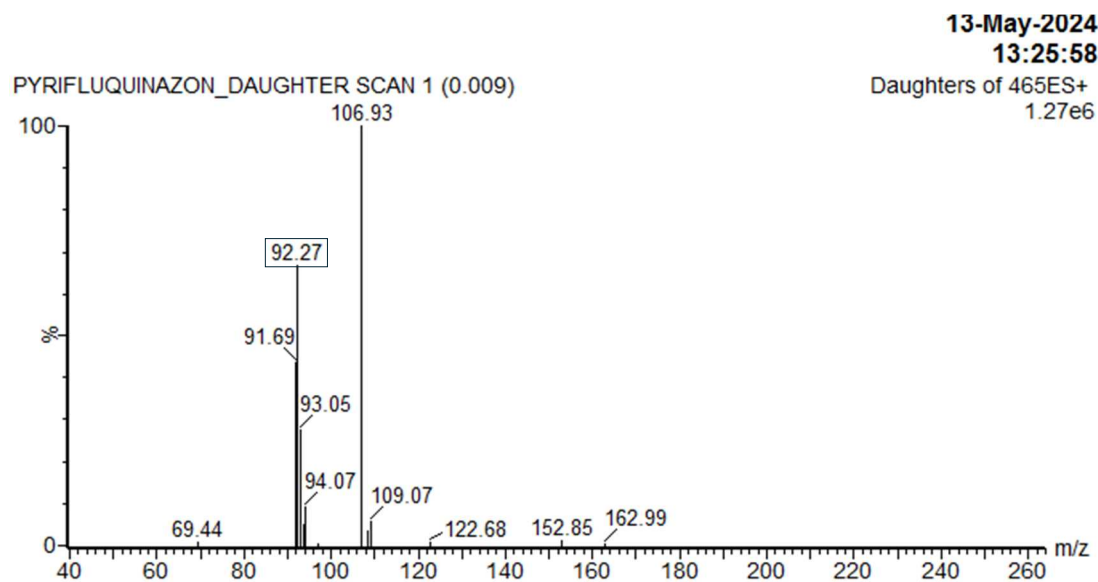
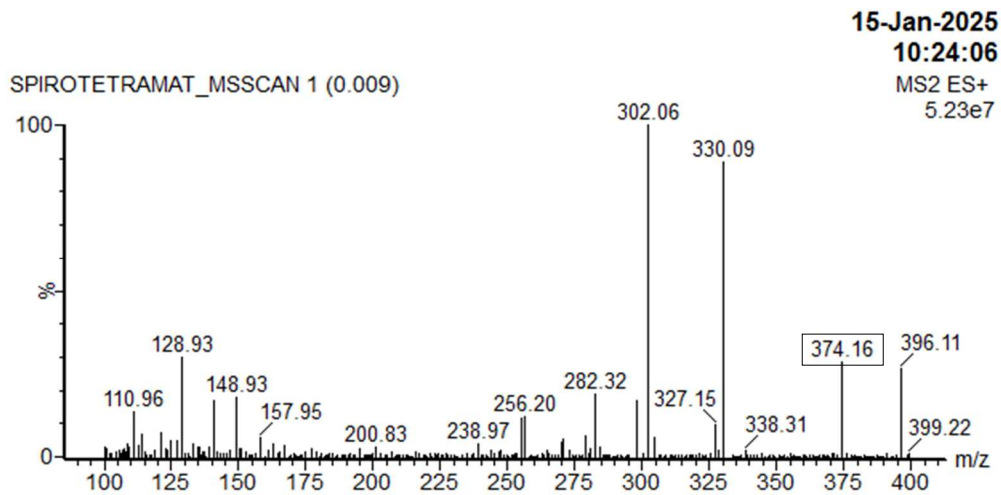


図 6.ピリフルキナゾンのマススペクトルの一例

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)

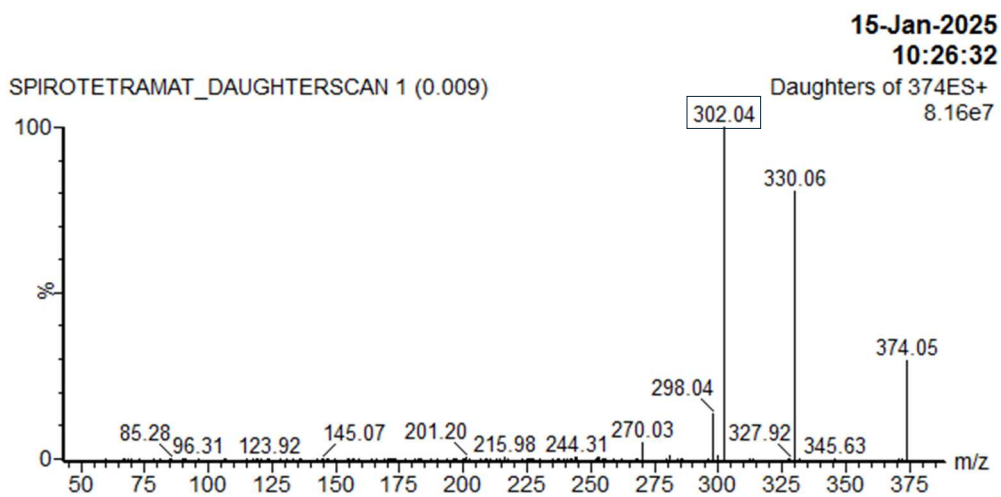
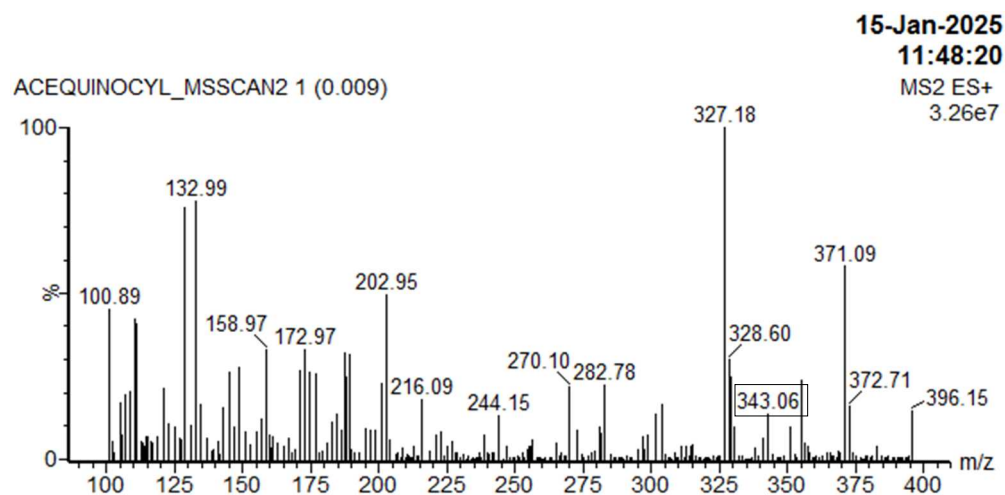


図 7.スピロテトラマトのマススペクトルの一例

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キャンスペクトル

（プリカーサーイオン； m/z 343.06，正モード）

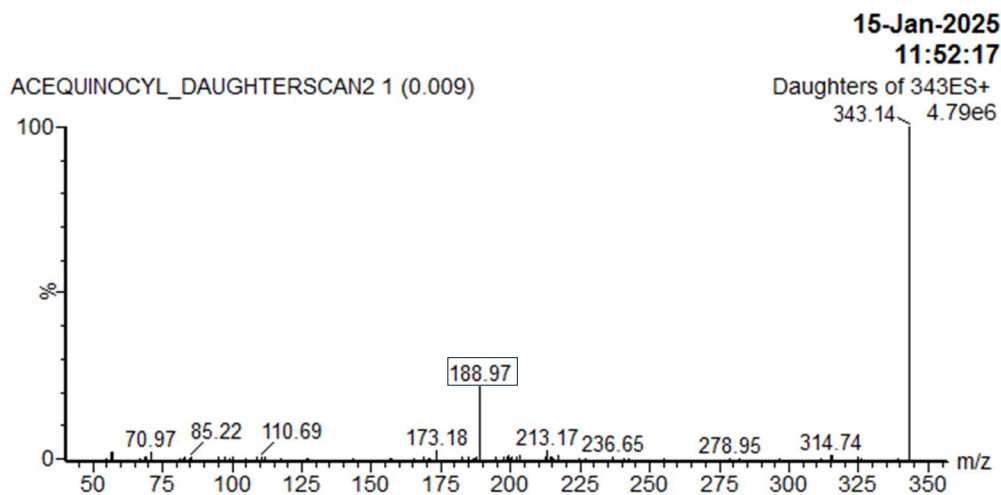


図 8.アセキノシルのマススペクトルの一例

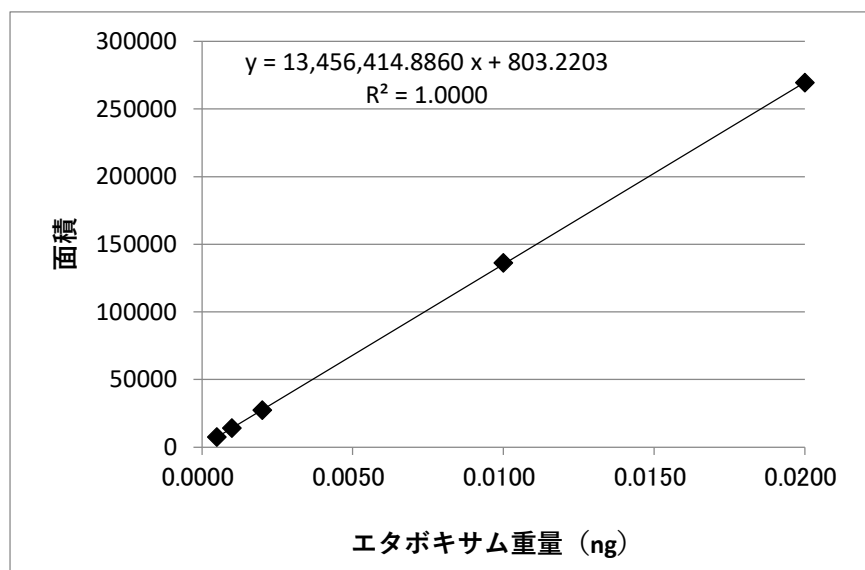
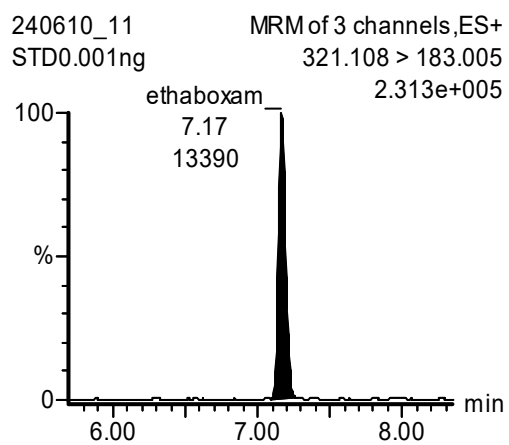


図 9-1.エタボキサムの検量線

標準品 0.001ng(定量限界相当量)



標準品 0.02ng

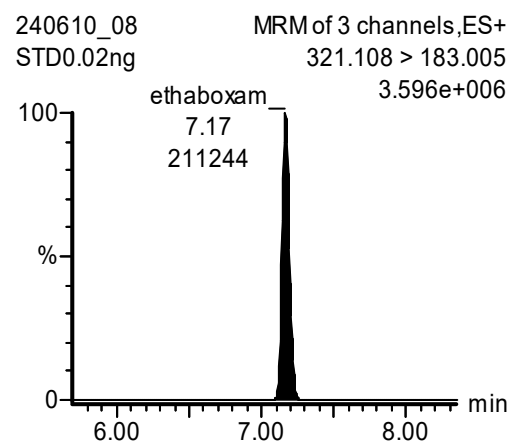
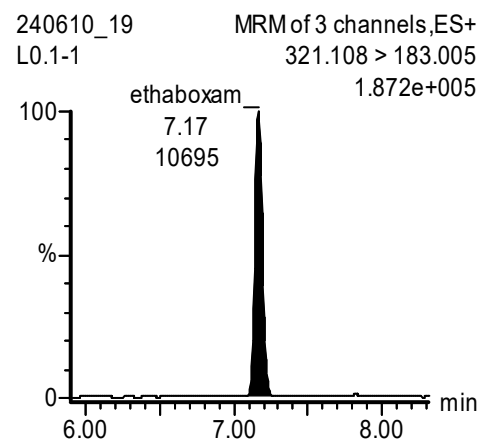


図 9-2.エタボキサム標準品のクロマトグラム

0.1 μ g 添加

1 μ L/100mL/8 枚



500 μ g 添加

1 μ L/50000mL/8 枚

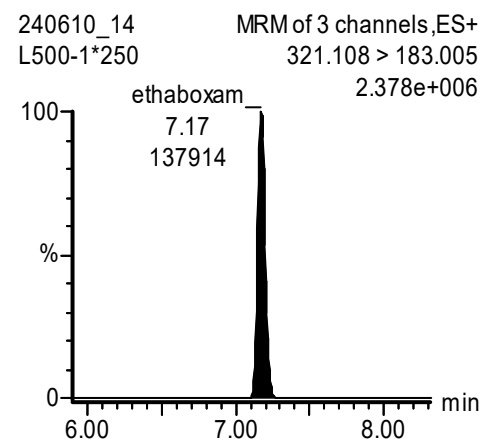
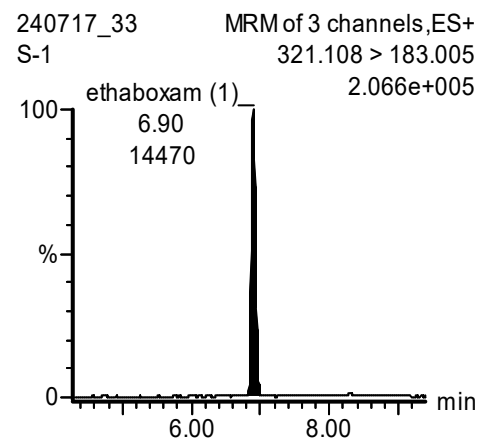


図 9-3.エタボキサム回収率のクロマトグラム (ブドウの葉)

0.01mg/kg 添加

1 μ L/200mL/20g



0.1mg/kg 添加

1 μ L/200mL/20g

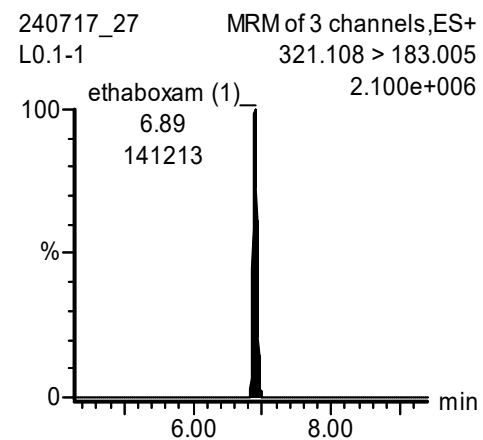


図 9-4.エタボキサム回収率のクロマトグラム (ブドウの果実)

1mg/kg 添加

1uL/1000mL/20g

240725_07 MRM of 3 channels,ES+
L1-1*10 321.108 > 183.005

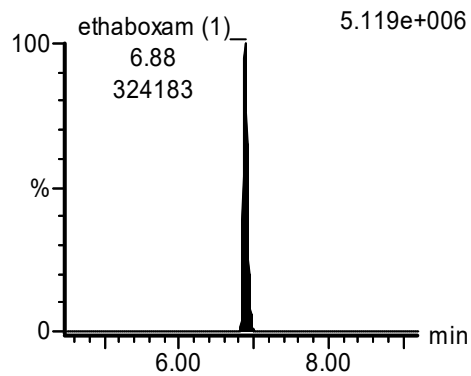


図 9-5.エタボキサム回収率のクロマトグラム (ブドウの果実)

無処理区

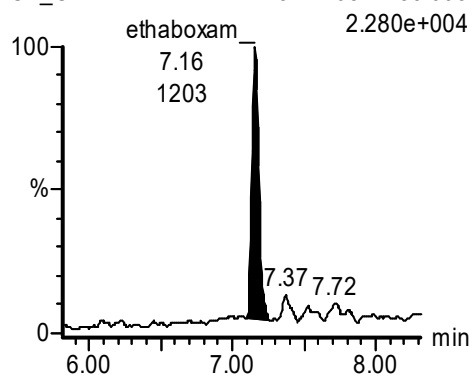
1uL/200mL/15 枚

(注入量/最終液量/試料量)

少散布量区・部位 1

1uL/500000mL/15 枚

240614_21 MRM of 3 channels,ES+
GE_C 321.108 > 183.005



240617_16 MRM of 3 channels,ES+
GE_B1*1000 321.108 > 183.005

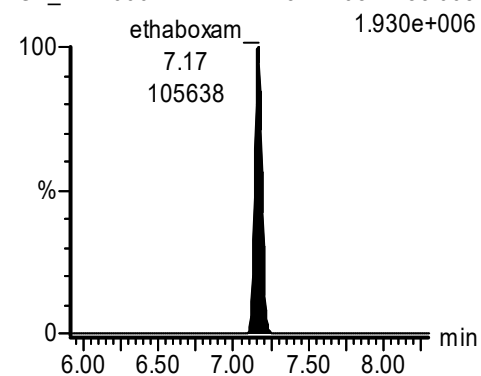
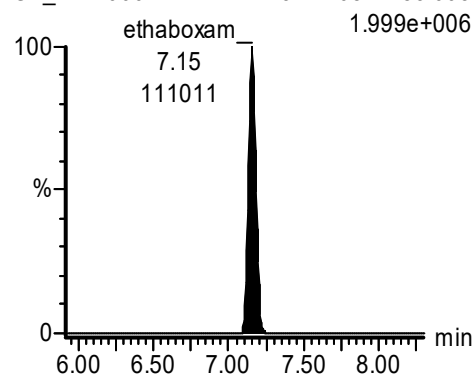


図 9-6.エタボキサム日植防山梨試料のクロマトグラム (ブドウの葉)

少散布量区・部位 2

1uL／200000mL／15 枚

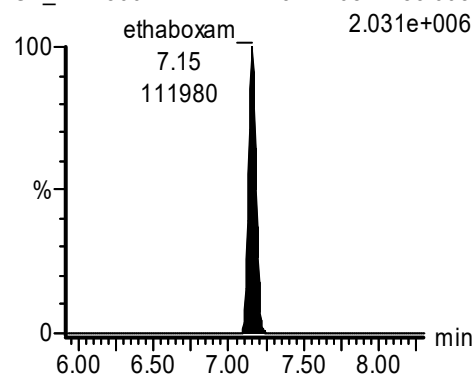
240617_17 MRM of 3 channels,ES+
GE_B2*1000 321.108 > 183.005



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



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

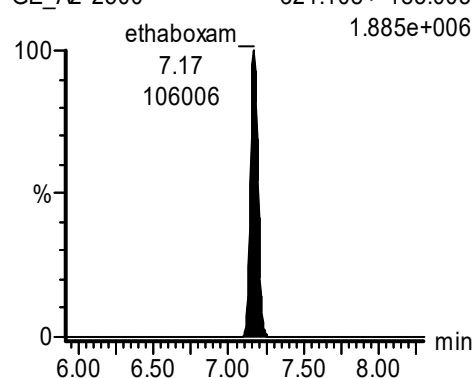
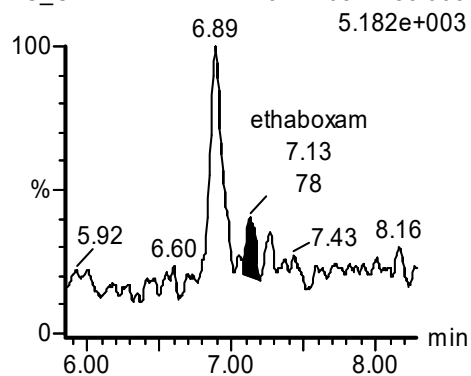


図 9-7. エタボキサム日植防山梨試料のクロマトグラム (ブドウの葉)

無処理区

1uL/200mL/20g

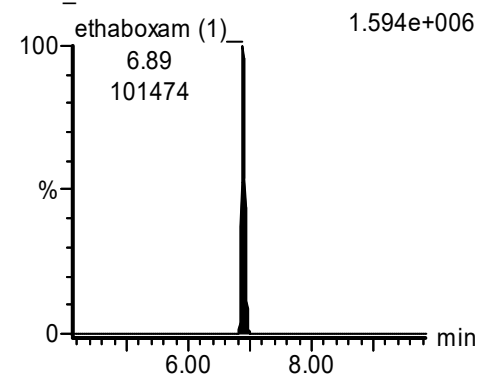
240723_16 MRM of 3 channels,ES+
FG_C-1 321.108 > 183.005



少散布量区

1uL/2000mL/20g

240723_22 MRM of 3 channels,ES+
FGE_B-1*10 321.108 > 183.005



通常散布量区

1uL/2000mL/20g

240723_20 MRM of 3 channels,ES+
FGE_A-1*10 321.108 > 183.005

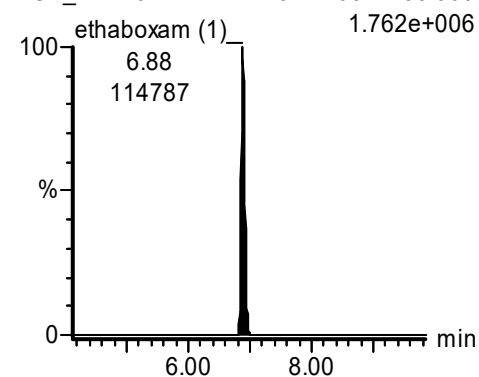
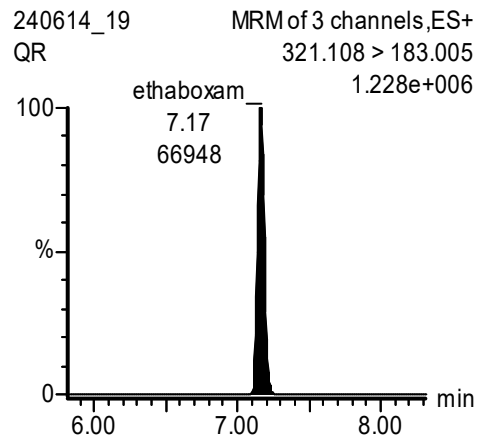


図 9-8. エタボキサム日植防山梨試料のクロマトグラム (ブドウの果実)

ブドウの葉分析時

1 μ g 添加



ブドウの果実分析時

0.1mg/kg 添加

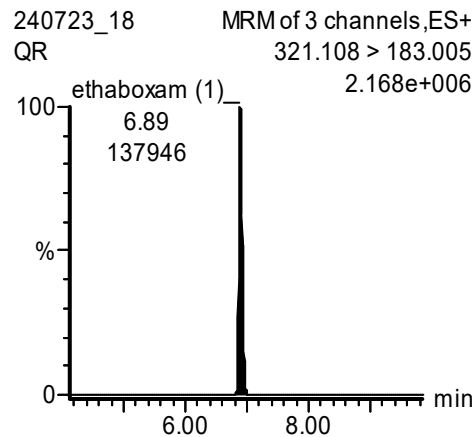
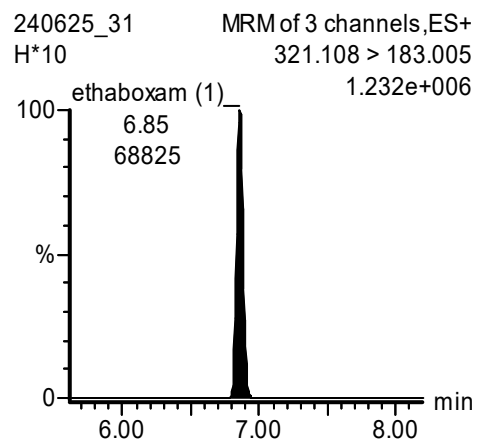


図 9-9 エタボキサム内部精度管理のクロマトグラム

ブドウの葉

10 μ g 添加 保存期間 34 日間

1 μ L/2000mL/8 枚



ブドウの果実

0.1mg/kg 添加 保存期間 40 日間

1 μ L/1000mL/20g

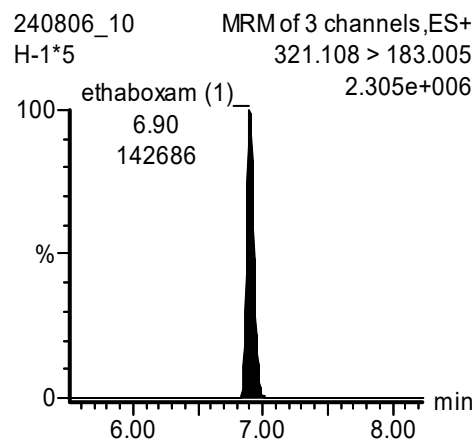


図 9-10. エタボキサム保存安定性確認試料のクロマトグラム

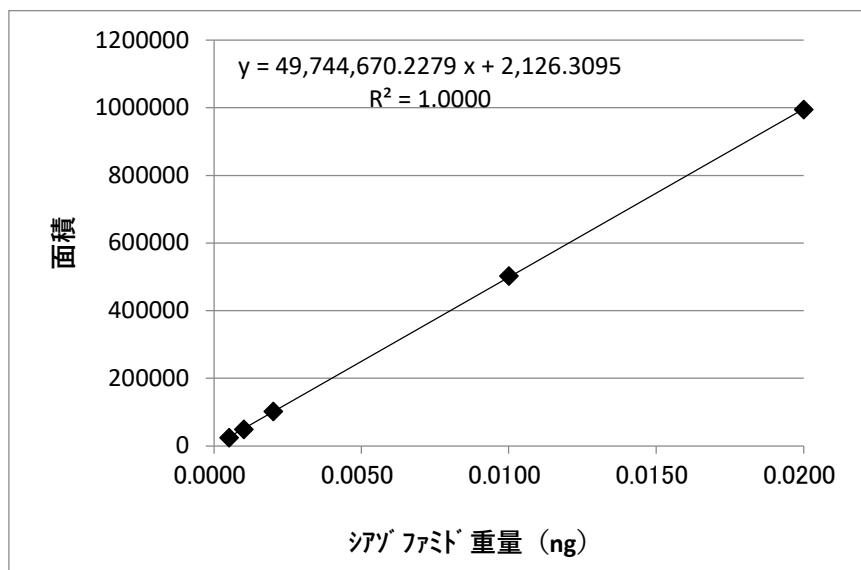
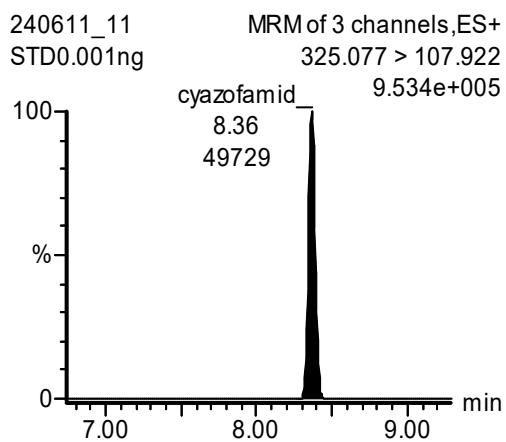


図 10-1.シアゾファミド検量線

標準品 0.001ng(定量限界相当量)



標準品 0.02ng

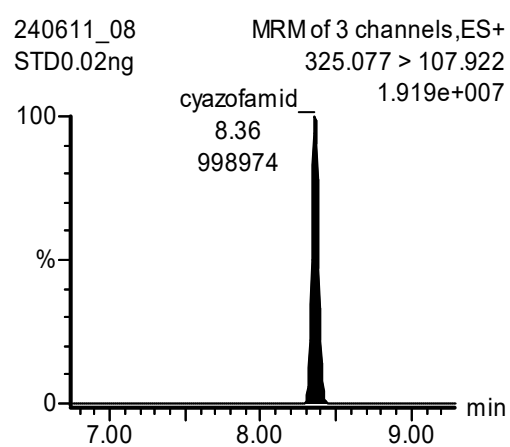


図 10-2.シアゾファミド標準品のクロマトグラム

500 μ g 添加
1 μ L／50000mL／8 枚

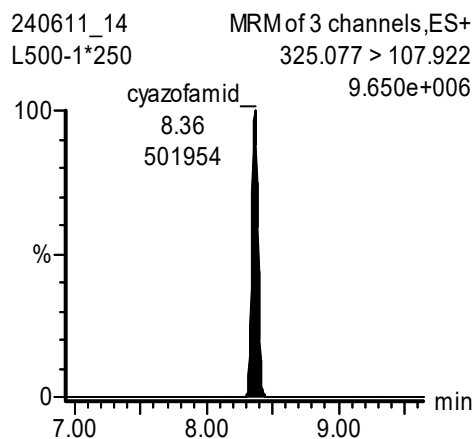


図 10-3.シアゾファミド回収率のクロマトグラム (ブドウの葉)

0.01mg/kg 添加
1 μ L／200mL／20g

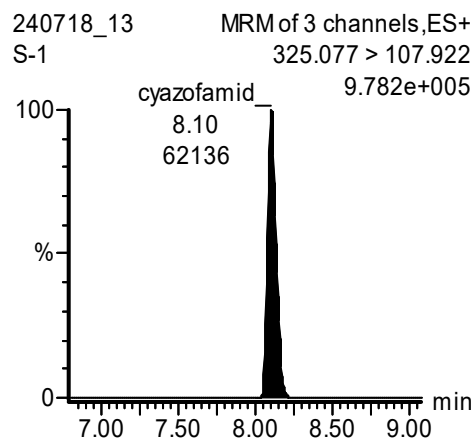
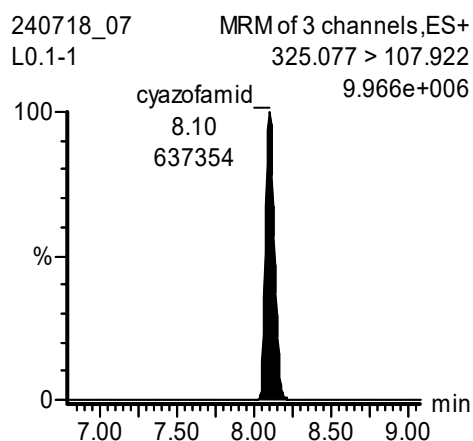


図 10-4.シアゾファミド回収率のクロマトグラム (ブドウの果実)

0.1mg/kg 添加
1 μ L／200mL／20g



1mg/kg 添加
1 μ L／2000mL／20g

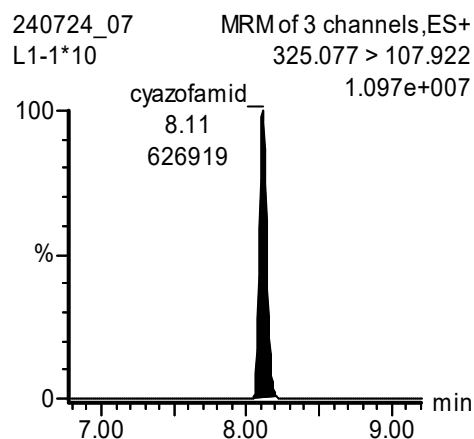
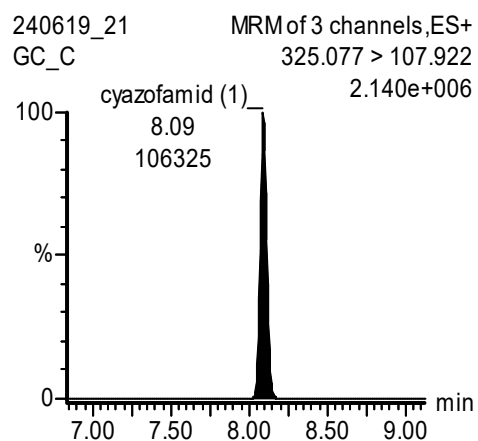


図 10-5.シアゾファミド回収率のクロマトグラム (ブドウの果実)

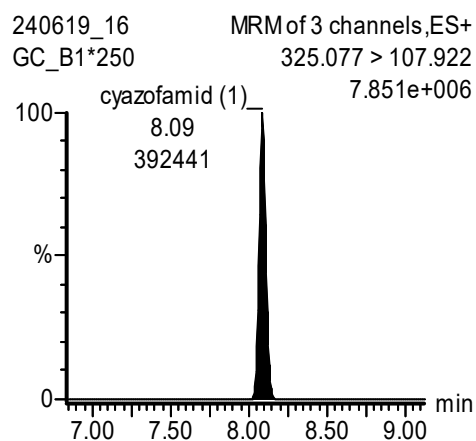
無処理区

1uL/200mL/15 枚



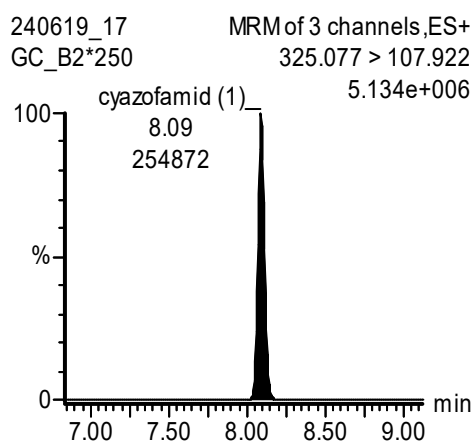
少散布量区・部位 1

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

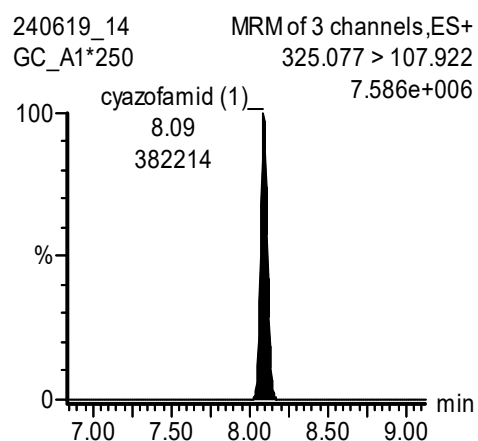


図 10-6. シアゾファミド日植防山梨試料のクロマトグラム (ブドウの葉)

通常散布量区・部位 2

1uL／200000mL／15 枚

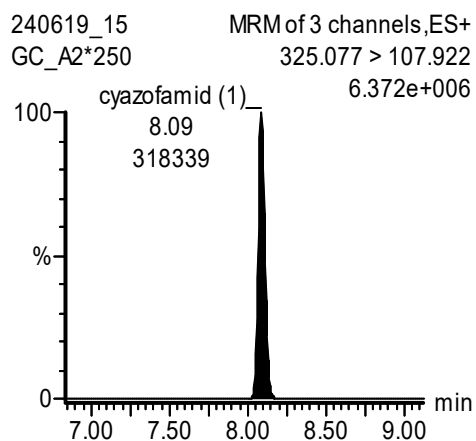
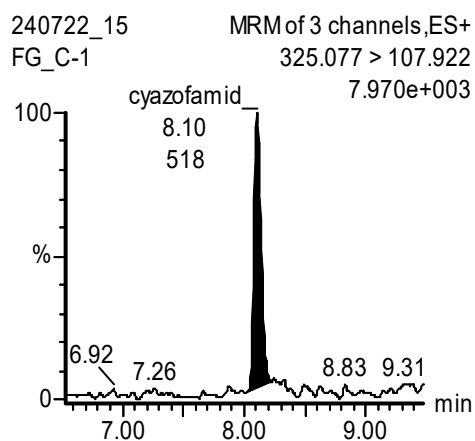


図 10-7. シアゾファミド日植防山梨試料のクロマトグラム（ブドウの葉）

無処理区

1uL／200mL／20g



少散布量区

1uL／2000mL／20g

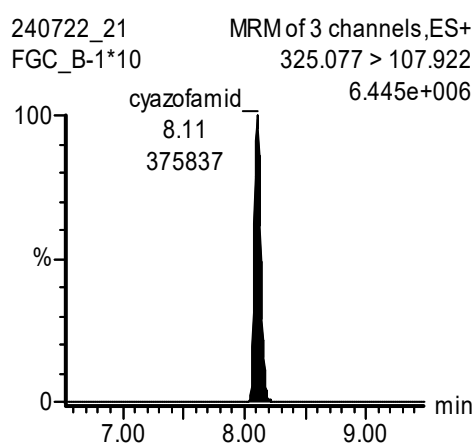


図 10-8. シアゾファミド日植防山梨試料のクロマトグラム（ブドウの果実）

通常散布量区

1uL／2000mL／20g

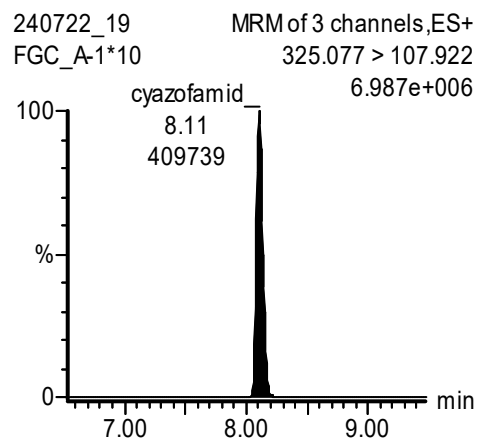
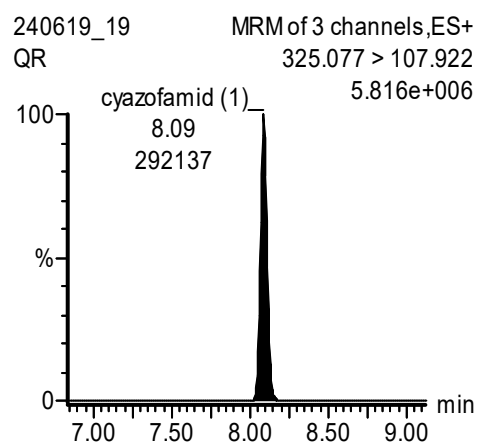


図 10-9. シアゾファミド日植防山梨試料のクロマトグラム（ブドウの果実）

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

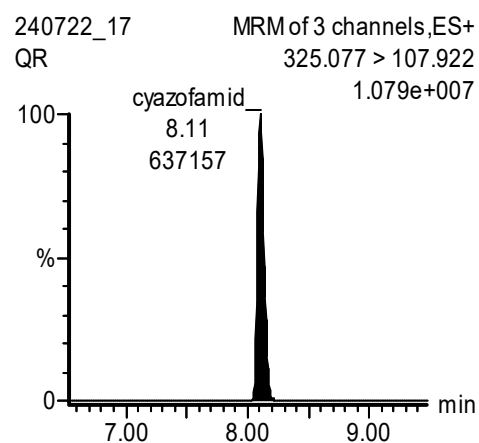
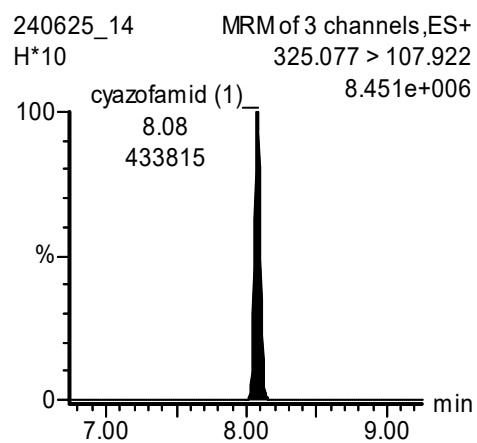


図 10-10. シアゾファミド内部精度管理のクロマトグラム

ブドウの葉

10 μ g 添加 保存期間 34 日間

1 μ L/1000mL/8 枚



ブドウの果実

0.1mg/kg 添加 保存期間 40 日間

1 μ L/1000mL/20g

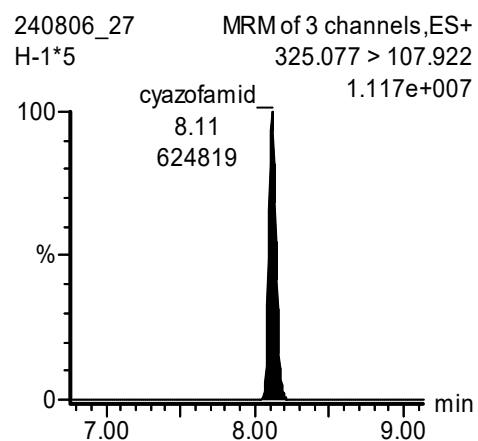


図 10-11. シアゾファミド保存安定性確認試料のクロマトグラム

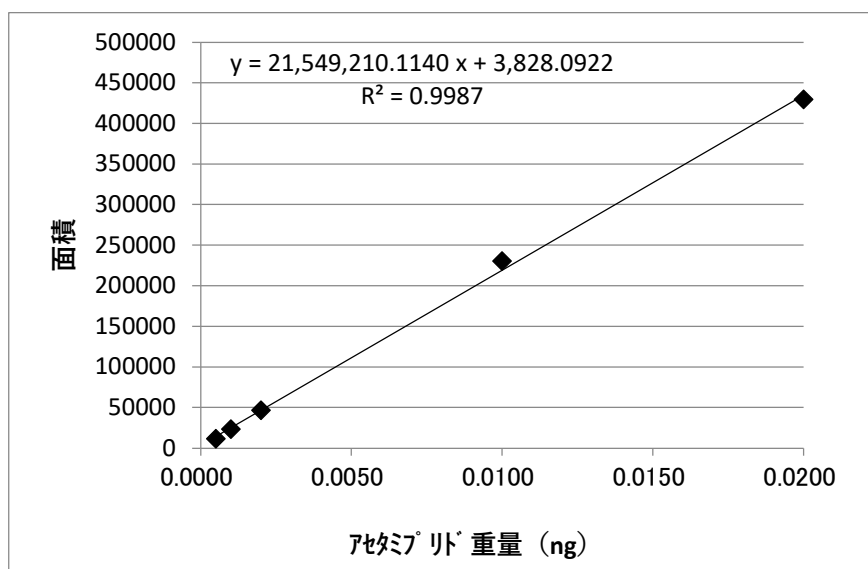


図 11-1. アセタミプリド検量線

標準品 0.001ng(定量限界相当量)

標準品 0.02ng

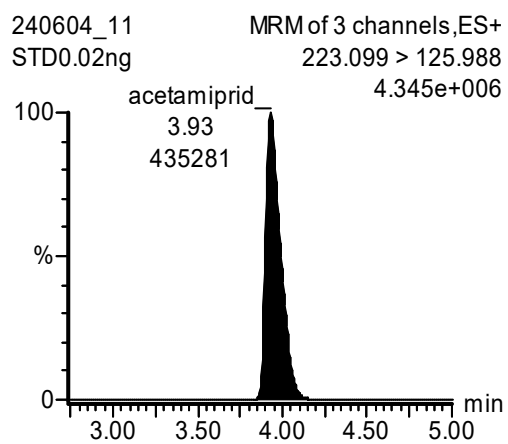
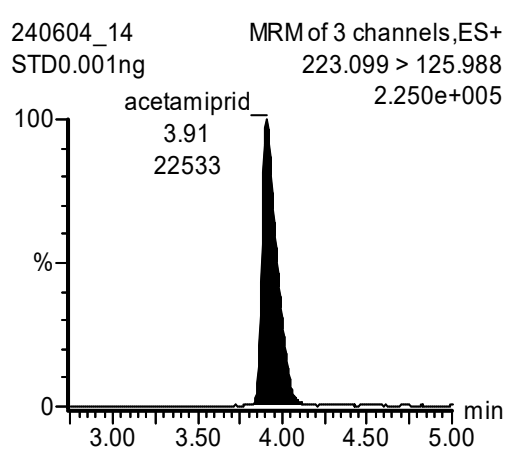
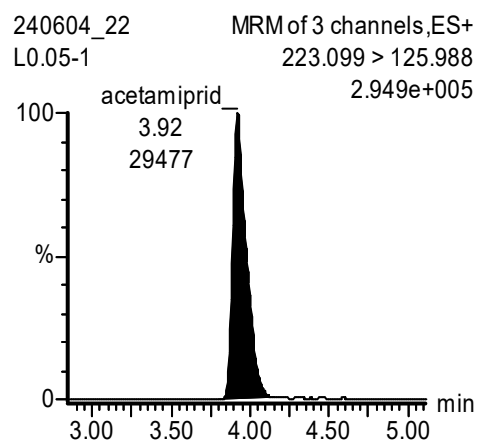


図 11-2. アセタミプリド標準品のクロマトグラム

0.05 μ g 添加
1 μ L／50mL／8 枚



500 μ g 添加
1 μ L／50000mL／8 枚

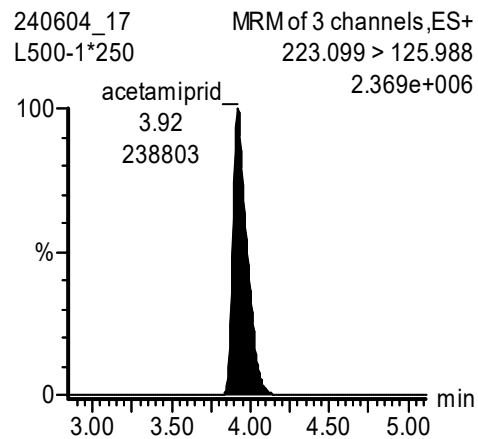
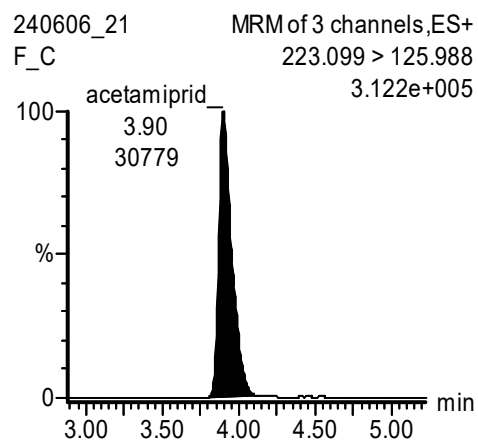


図 11-3. アセタミプリド回収率のクロマトグラム（リンゴの葉）

無処理区・ふじ
1 μ L／200mL／30 枚



無処理区・つがる
1 μ L／200mL／30 枚

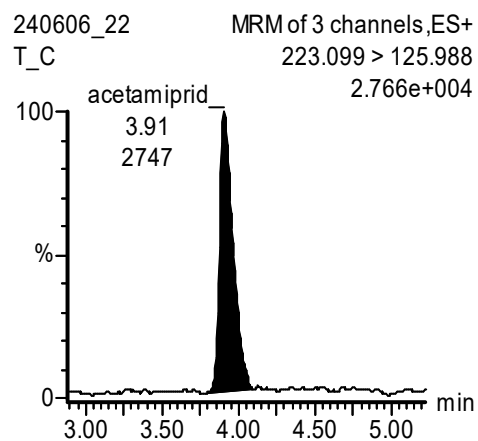
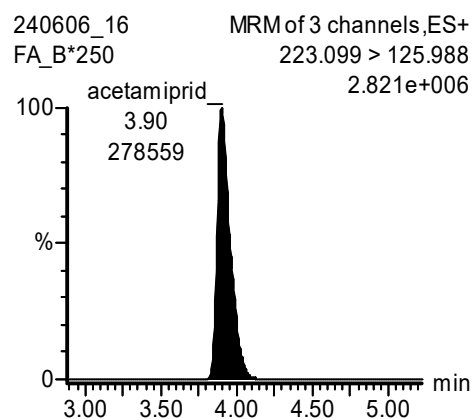


図 11-4. アセタミプリド長野植防試料のクロマトグラム（リンゴの葉）

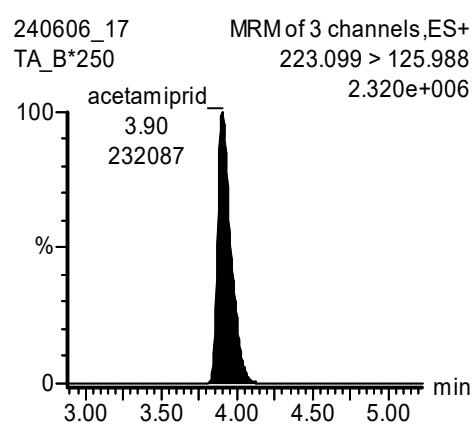
少散布量区・ふじ

1uL／50000mL／30 枚



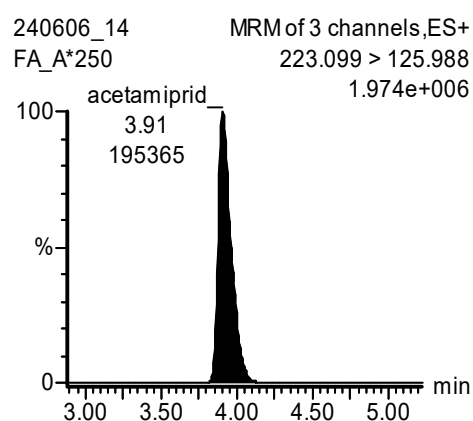
少散布量区・つがる

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

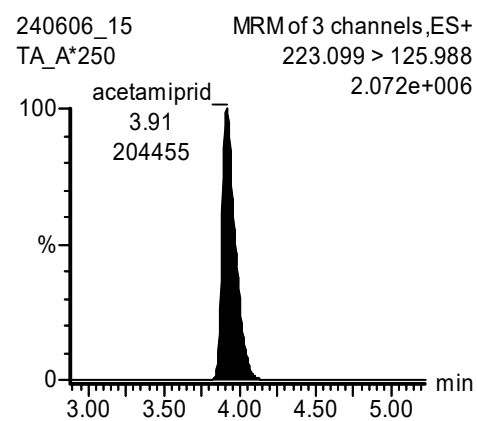


図 11-5. アセタミプリド長野植防試料のクロマトグラム（リンゴの葉）

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)

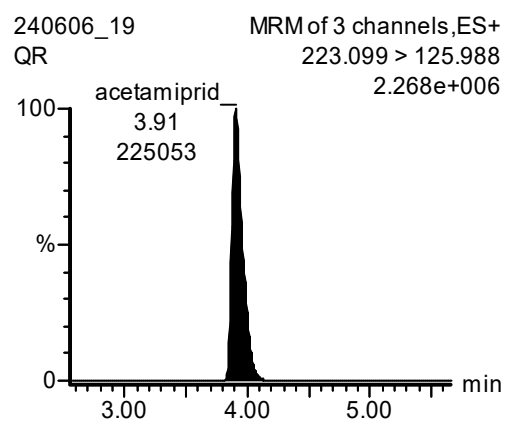


図 11-6. アセタミプリド内部精度管理のクロマトグラム

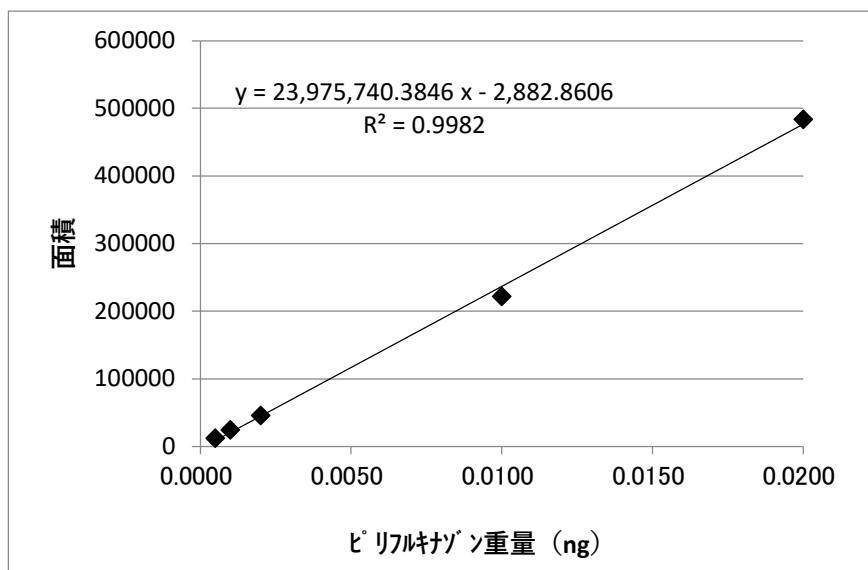


図 12-1. ピリフルキナゾン検量線

標準品 0.001ng(定量限界相当量)

標準品 0.02ng

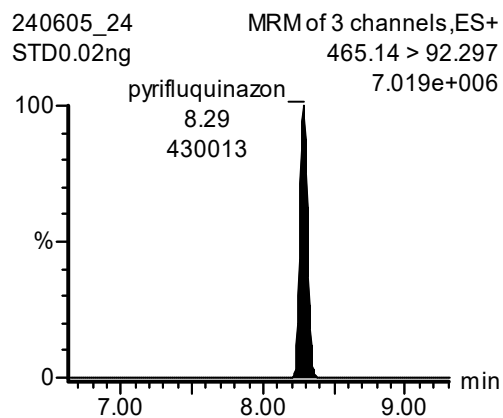
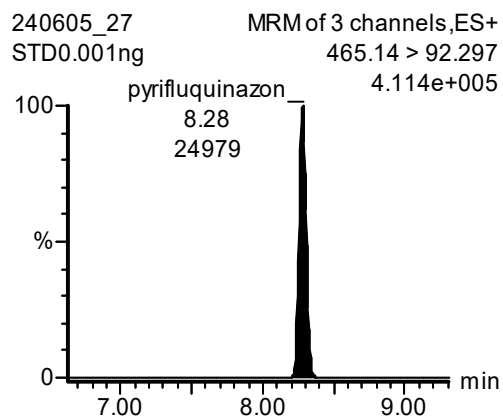
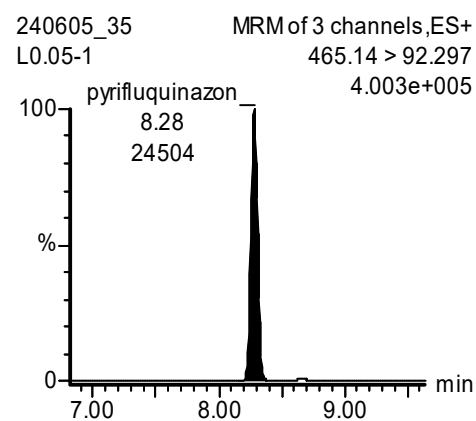


図 12-2. ピリフルキナゾン標準品のクロマトグラム

0.05 μ g 添加

1 μ L/50mL/8 枚



500 μ g 添加

1 μ L/50000mL/8 枚

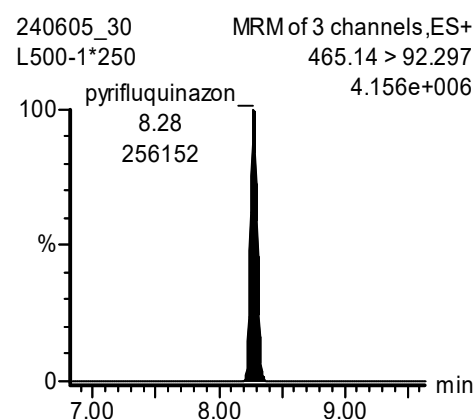
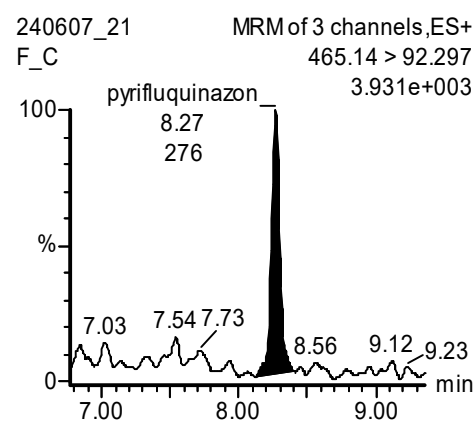


図 12-3. ピリフルキナゾン回収率のクロマトグラム (リンゴの葉)

無処理区・ふじ

1 μ L/200mL/30 枚



無処理区・つがる

1 μ L/200mL/30 枚

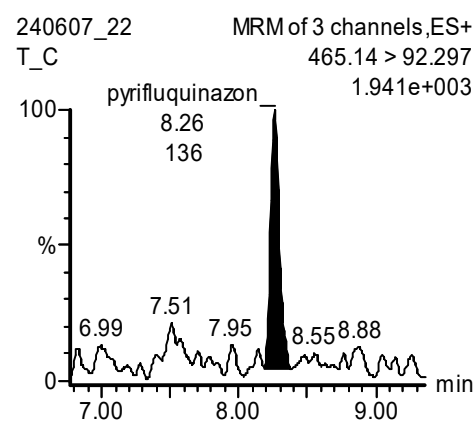
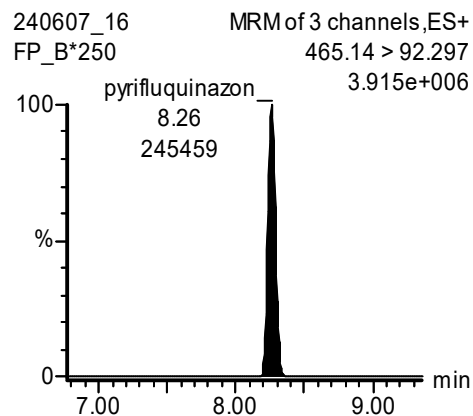


図 12-4. ピリフルキナゾン長野植防のクロマトグラム (リンゴの葉)

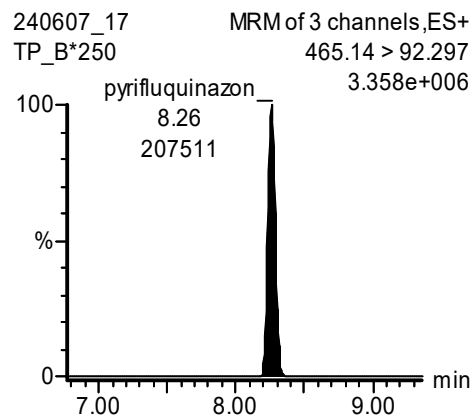
少散布量区・ふじ

1uL／50000mL／30 枚



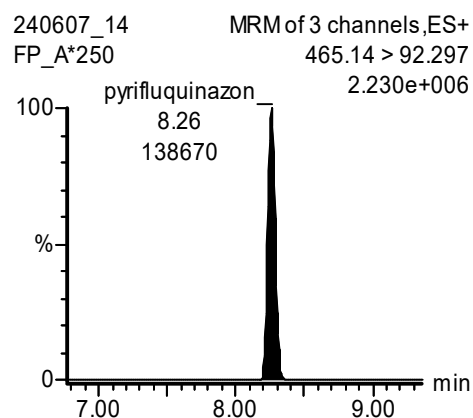
少散布量区・つがる

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

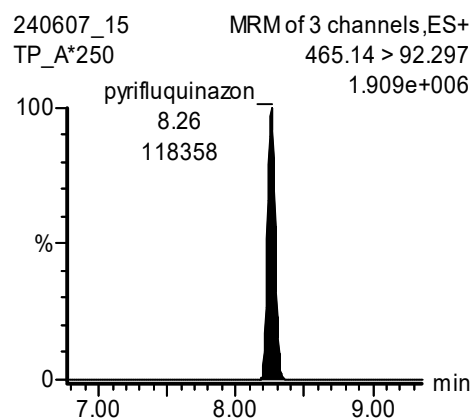


図 12-5. ピリフルキナゾン長野植防試料のクロマトグラム（リンゴの葉）

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）

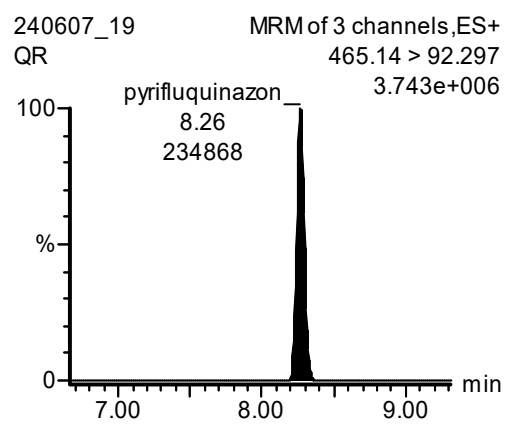


図 12-6 ピリフルキナゾン内部精度管理のクロマトグラム

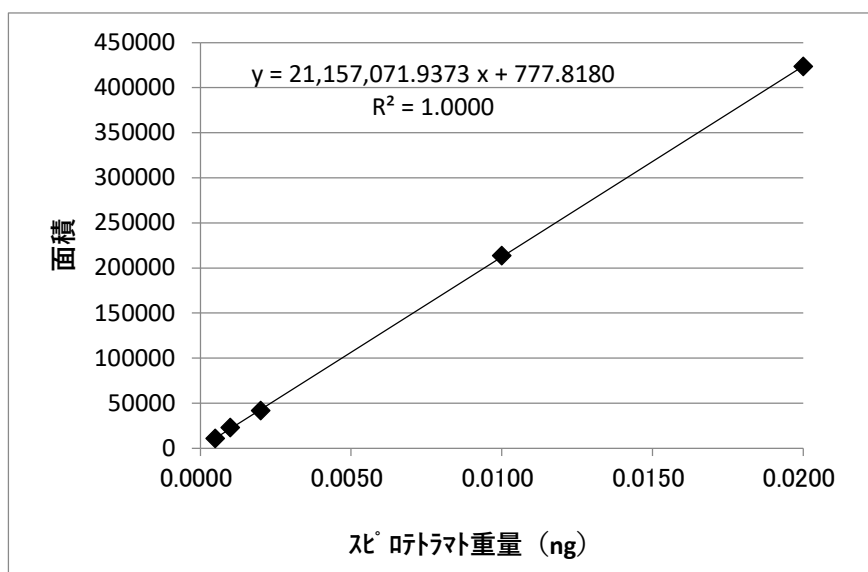


図 13-1. スピロテトラマト検量線

標準品 0.001ng(定量限界相当量)

標準品 0.02ng

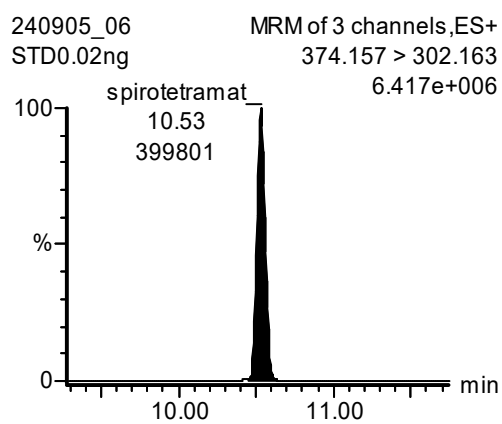
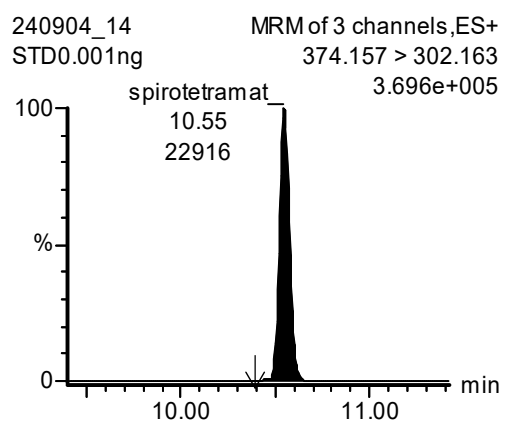
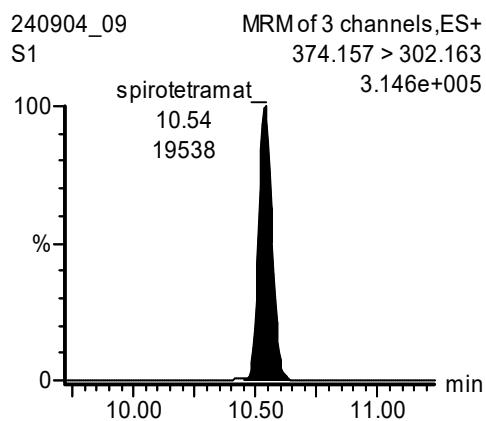


図 13-2. スピロテトラマト標準品のクロマトグラム

0.4 μ g 添加
1 μ L／400mL／8 枚



500 μ g 添加
1 μ L／50000mL／8 枚

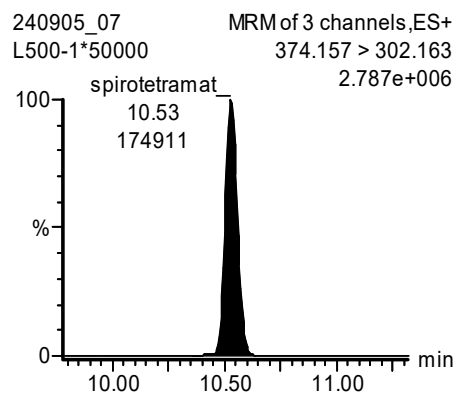
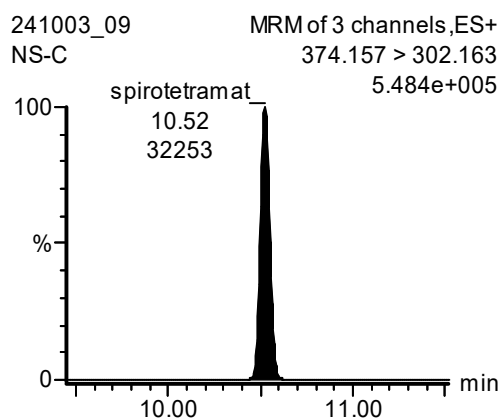


図 13-3. スピロテトラマト回収率のクロマトグラム（モモの葉）

無処理区
1 μ L／800mL／15 枚



少散布量区・部位 1
1 μ L／40000mL／15 枚

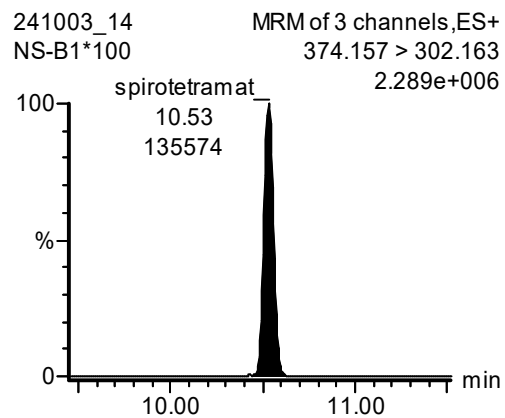
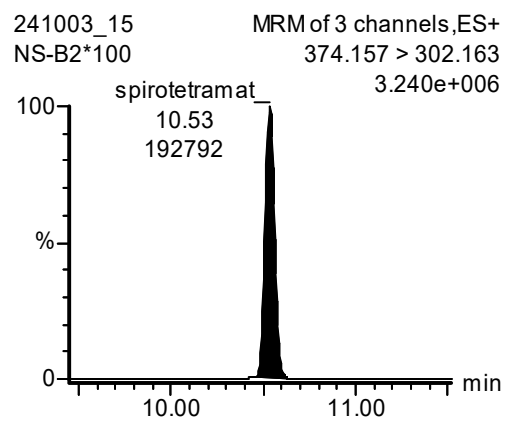


図 13-4. スピロテトラマト福島植防試料のクロマトグラム（モモの葉）

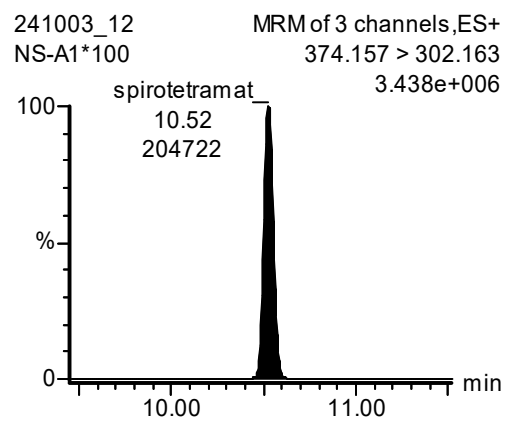
少散布量区・部位 2

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

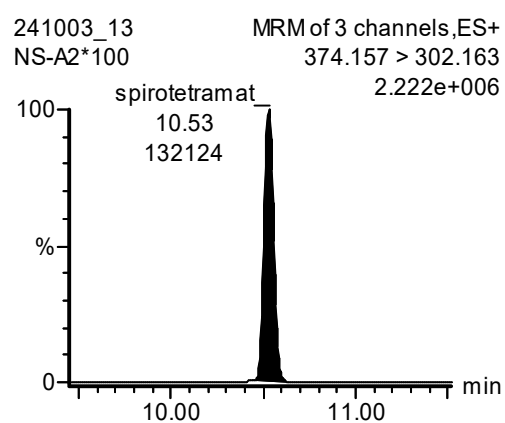


図 13-5. スピロテトラマト福島植防試料のクロマトグラム (モモの葉)

モモの葉分析時

4 μ g 添加

1 μ L／400mL／8 枚

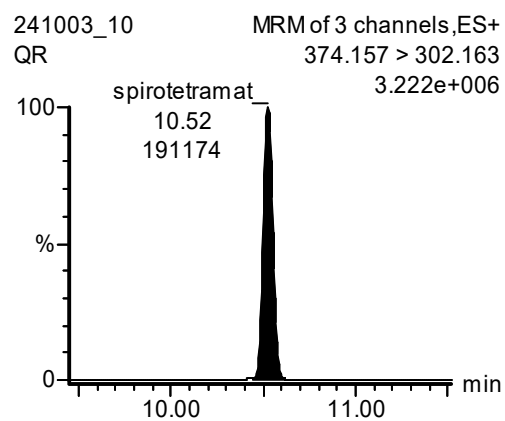


図 13-6. スピロテトラマト 内部精度管理
のクロマトグラム

モモの葉

10 μ g 添加 保存期間 7 間

1 μ L／10000mL／8 枚

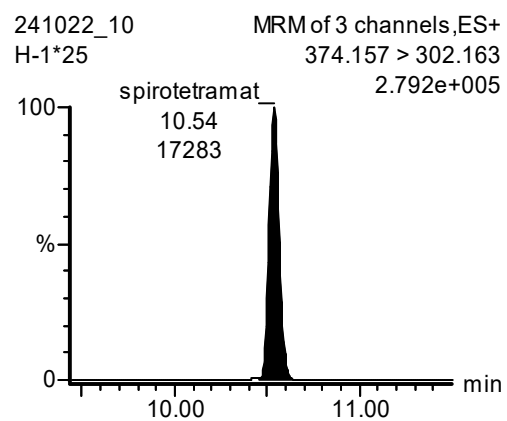


図 13-7. スピロテトラマト 保存安定性確
認試料のクロマトグラム

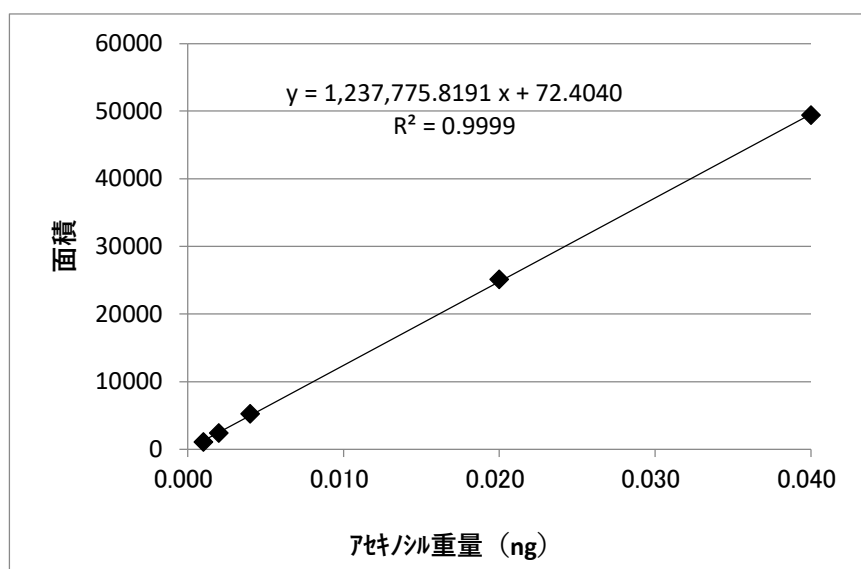


図 14-1. アセキノシル検量線

標準品 0.002ng(定量限界相当量)

標準品 0.04ng

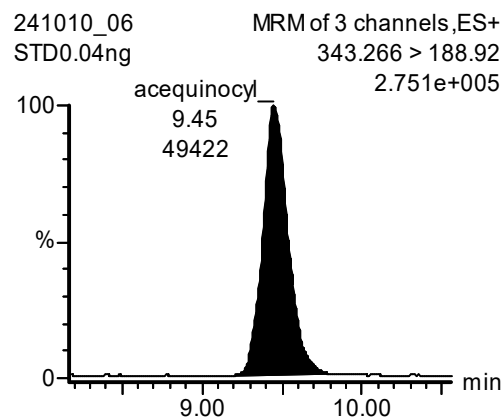
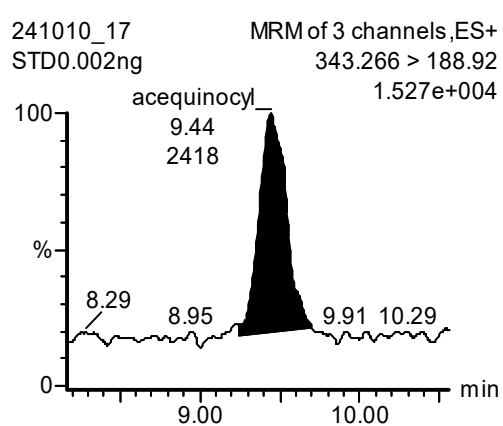
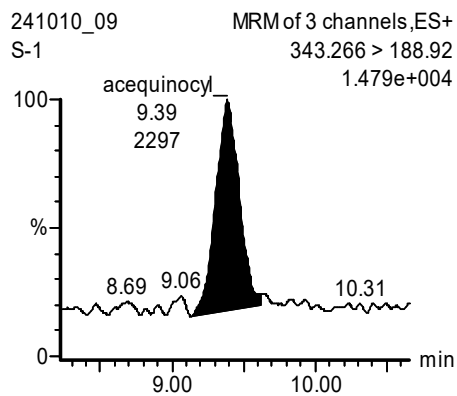


図 14-2. アセキノシル福島植防試料のクロマトグラム (モモの葉)

0.4 μ g 添加
2 μ L／400mL／8 枚



500 μ g 添加
2 μ L／50000mL／8 枚

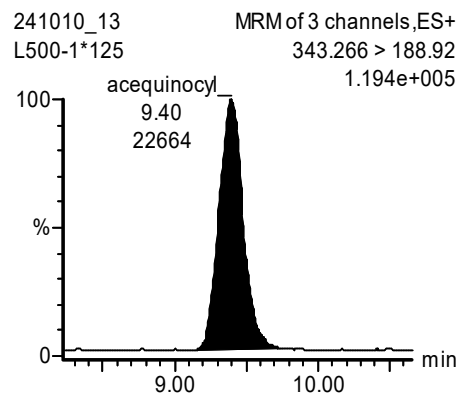
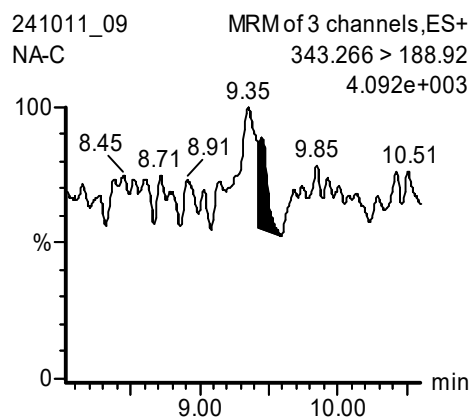


図 14-3. アセキノシル回収率のクロマトグラム（モモの葉）

無処理区
2 μ L／800mL／15 枚



少散布量区・部位 1
2 μ L／40000mL／15 枚

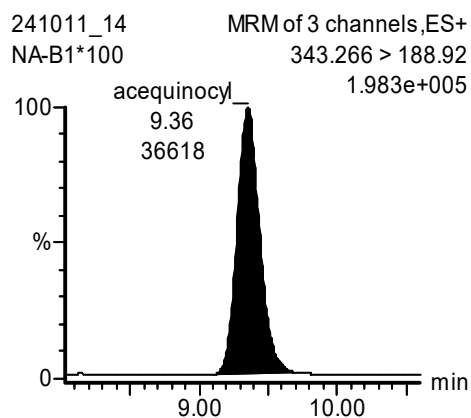
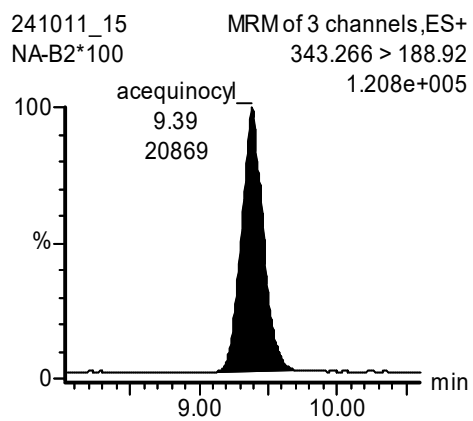


図 14-4. アセキノシル福島植防試料のクロマトグラム（モモの葉）

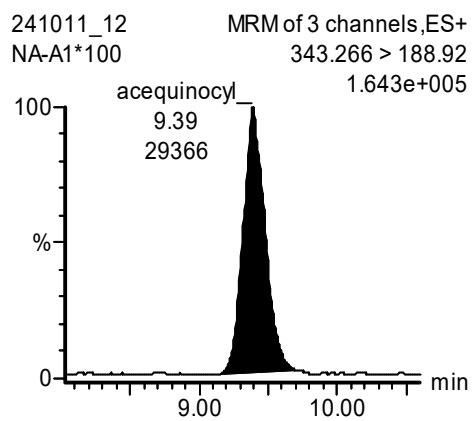
少散布量区・部位 2

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

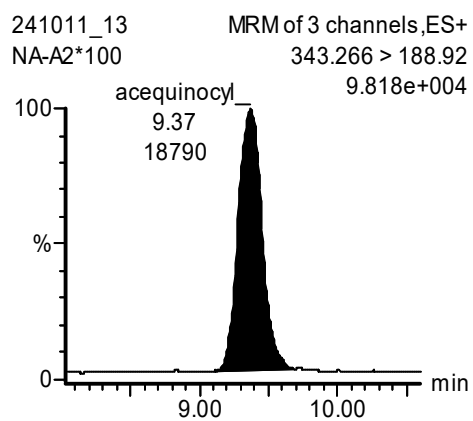


図 14-5. アセキノシル福島植防試料のクロマトグラム（モモの葉）

モモの葉分析時

4 μ g 添加

2 μ L／400mL／8 枚

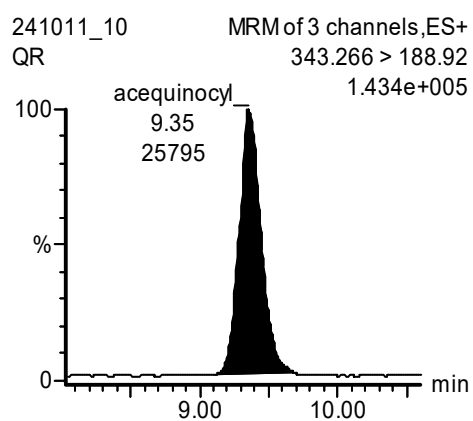


図 14-6. アセキノシル内部精度管理のクロ
マトグラム

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

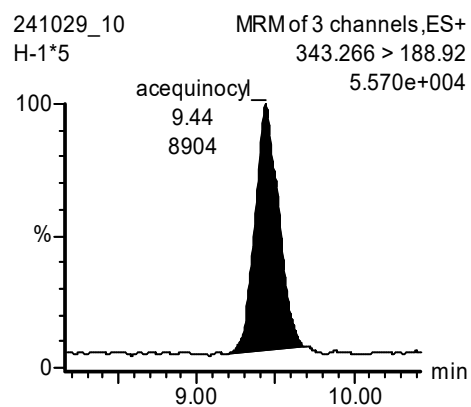


図 14-7. アセキノシル保存安定性確認試料
のクロマトグラム

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

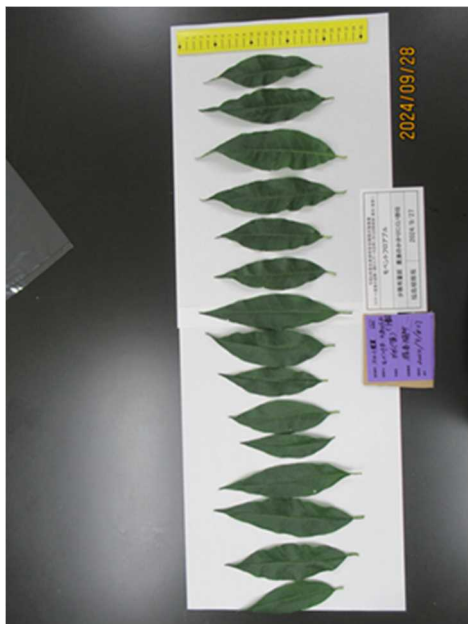
少散布量区・部位 1（スピロテトラマト）



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）