

これは原本の正確な複写である
日付 2021/2/11 署名 

IV-7

F. 農藥使用履歷 MYC-E 区 (D 棟)

試験計画書（8.7-ほ場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）

丁：他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

H:栽培者等からの聞き取り(聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な日付が不明な場合は”〇日”又は”〇日〇旬”という表示でも可

**1月～3月は月日付「1月」は「1月」又は「1月」の如きで表示しても可

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

□主任試験員が判断した 試験責任者に確認 を

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 小林 義美

確認日 2010/15

報告書 ID : 2020KY-A

これは原本の正確な複写である

日付2021/2/19 署名

IV- 8

F. 農薬使用履歴 MYC-W 区 (E 棟)

試験計画書 (8-7. ほ場試験報告書の作成及び提出) に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する (作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T: 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

H: 栽培者等からの聞き取り (聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は" ○月" 又は" ○月○旬" という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は" ○倍散布" 又は" RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
		MIF-1002 フロアブル (新規)		2000 倍	
		NF-180 フロアブル 10 (新規)		1000 倍	
	きゅうり	S-2875 75WDG (プロシミドン)	'19/10/16	3000 倍	
		オーソサイド水和剤 80		800 倍	
		パレード 20 フロアブル (ピラジフルミド)		2000 倍	
		ロプラール水和剤		1000 倍	
		コルト顆粒水和剤	'20/3/9	4000 倍	
T		アファーム乳剤		2000 倍	'20/10/13 川北亮彦
		ディアナ SC	'20/3/27	2500 倍	
		チェス顆粒水和剤		3000 倍	
	なす	ファンタジスタ顆粒水和剤		2000 倍	
		カナメフロアブル		4000 倍	
		モレスタン水和剤	'20/4/3,10 4/17	3000 倍	
		アフェットフロアブル		2000 倍	
		アミスター20 フロアブル		2000 倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者 (転記者以外の者) による確認

確認者署名 (フルネーム) 小林 亮彦

確認日 '20/10/15

報告書 ID : 2020KY-A

これは原本の正確な複写である

日付 2021/2/19 署名

IV- 9

F. 農薬使用履歴 MYC-W 区 (E 棟)

試験計画書 (8-7. は場試験報告書の作成及び提出) に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する (作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T: 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

H: 栽培者等からの聞き取り (聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
		アファーム乳剤	'20/4/9	2000 倍	
		スミレックス水和剤		1000 倍	
		モレスタン水和剤		2000 倍	
		グレーシア乳剤	'20/4/29	2000 倍	
		ウララ DF		2000 倍	
		グレーシア乳剤	'20/6/9	2000 倍	
		グレーシア乳剤		2000 倍	
T	なす	モレスタン水和剤	'20/6/15	2000 倍	'20/6/13 川北充彦
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		アファーム乳剤	'20/6/26	2000 倍	
		ガッテン乳剤		5000 倍	
		アファーム乳剤		2000 倍	
		コルト顆粒水和剤	'20/7/11	4000 倍	
		ガッテン乳剤		5000 倍	
		アファーム乳剤	'20/7/27	2000 倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者 (転記者以外の者) による確認

確認者署名 (フルネーム) 小林 義

確認日 '20/10/15

報告書 ID : 2020KY-A

これは原本の正確な複写である

日付2021/2/19 署名

IV-10

F. 農藥使用履歷 MYC-W 区 (E 棟)

試験計画書（8.7.は場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）

T: 他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

H:栽培者等からの聞き取り（聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入）

**正確な月日が不明な場合は”〇月”又は”〇月〇旬”という表示でも可

***10a当たるで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU"（登録内容に準拠）という表示でも可

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）

□主任試験官が判断した。□試験責任者に確認した。

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 小林 義

確認日 2010/15

報告書 ID : 2020KY-A

これは原本の正確な複写である

日付 2021/3/19 署名 

IV- 11

F. 農薬使用履歴 MYC-E 区 (D 棟) 、MYC-W 区 (E 棟) 共通

試験計画書 (8-7. ほ場試験報告書の作成及び提出) に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する (作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T: 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

H: 栽培者等からの聞き取り (聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
		チウラム			
		ペノミル			
		アドマイヤー顆粒水和剤	購入苗に 処理済	RU	
		ペルクート水和剤	(育苗期)		
		スピノエース顆粒水和剤			
		フルピカフロアブル			
T	きゅうり (試験作物)	アファーム乳剤	'20/9/14	2000 倍散布	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍散布	- 20/10/13 川北亮彦
		モレスタン水和剤	'20/9/17	2000 倍散布	
		ベネビア OD		2000 倍散布	
		ビシロックフロアブル	'20/9/25	1000 倍	
		ランマンフロアブル		1000 倍	
		モレスタン水和剤	'20/10/2	2000 倍	
		アディオン乳剤		2000 倍	
		ジマンダイセン水和剤	'20/10/6	600 倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者 (転記者以外の者) による確認

確認者署名 (フルネーム) 小林 美

確認日 '20/10/15

報告書 ID : 2020KY-A

これは原本の正確な複写である

日付2021/2/19 署名()

IV- 14

J. 防除管理の記録 MYC-E区、MYC-W区 共通

試験計画書（8-7.ほ場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源、**処理年月日の記入は、F. 農薬使用履歴での記入方法を参照する。

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は”○倍散布”又は”RU”（登録内容に準拠）という表示でも可

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 横田 佑哉 確認日 20/12/21
報告書 ID : 2020KY-A

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 横田 佑哉

確認用

20/10/15

報告書 ID : 2020KY-A

これは原本の正確な複写である
日付 2021/4/19 署名 

IV-6

F. 農薬使用履歴 TOL-F 区 (F 棟)

試験計画書 (8-7. ほ場試験報告書の作成及び提出) に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する (作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T: 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

H: 栽培者等からの聞き取り (聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は" ○月" 又は" ○月○旬" という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は" ○倍散布" 又は" RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
		MIF-1002 フロアブル		2000 倍	
		NF-180 フロアブル 10	'19/10/18, 10/28,11/7	1000 倍	
	メロン	スクレアフロアブル		2000 倍	
		ジマンダイセン水和剤		600 倍	
		モレスタン水和剤	'19/10/21	2000 倍	
		ペトファイター顆粒水和剤		2000 倍	
T		ネビジン粉剤	'19/12/12	20kg/10a 定植前全面 土壌混和	
	レタス	フロンサイド粉剤		30kg/10a 定植前全面 土壌混和	20/10/15 川口亮彦
		スミレックス水和剤	'20/1/7,24, 2/4,14	1000 倍	
		オロンディスウルトラ SC	'20/1/21	2000 倍	
	—	ドジョウビクリン	'20/2/27	30L/10a 全面点注	
	—	テロン	'20/3/12	20L/10a 全面点注	
	すいか	アファーム乳剤	'20/5/8	1000 倍	
		トランスクロアブル		2000 倍	
コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)					
<input checked="" type="checkbox"/> 主任試験員が判断した。 <input type="checkbox"/> 試験責任者に確認した。					

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者 (転記者以外の者) による確認

確認者署名 (フルネーム) 横田 佑哉

確認日 20/10/15

報告書 ID : 2020KY-A

これは原本の正確な複写である

日付) 2021/2/19 署名

IV- 17

F. 農藥使用履歷 TOL-F 区 (F 棟)

試験計画書(8.7.ほ場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）

T:他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

II:栽培者等からの聞き取り（聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入）

**正確な月日が不明な場合は”〇月”又は”〇月〇旬”という表示でも可

***10a 当たりで表示する、正確な記録がない場合は”○倍数”又は”RU”（登録内容に準拠）という表示でも可

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 横田 佑哉 確認日 20/10/15

報告書 ID : 2020KY-A

これは原本の正確な複写である
日付2021/2/19 署名 

IV-8

F. 農薬使用履歴 TOL-E 区 (ガラスハウス 4) 、 TOL-F 区 (F 棟) 共通

試験計画書 (8-7. ほ場試験報告書の作成及び提出) に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する (作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T: 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

H: 栽培者等からの聞き取り (聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は" ○月" 又は" ○月○旬" という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は" ○倍散布" 又は" RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
		チウラム			
		ペノミル			
		アドマイヤー顆粒水和剤	購入苗に 処理済	RU	
		ベルクート水和剤	(育苗期)		
		スピノエース顆粒水和剤			
		フルピカフロアブル			
T	きゅうり (試験作物)	アファーム乳剤	'20/9/14	2000 倍散布	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍散布	20/10/15 川北亮彦
		モレスタン水和剤	'20/9/17	2000 倍散布	
		ベネピア OD		2000 倍散布	
		ビシロックフロアブル	'20/9/25	1000 倍	
		ランマンフロアブル		1000 倍	
		モレスタン水和剤	'20/10/2	2000 倍	
		アディオン乳剤		2000 倍	
		ジマンダイセン水和剤	'20/10/6	600 倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者 (転記者以外の者) による確認

確認者署名 (フルネーム) 

確認日 20/10/15

報告書 ID : 2020KY-A

これは原本の正確な複写である

时 2021/2/19 署名

卷之三

IV-12

J. 防除管理の記録 各区共通

試験計画書（8.7-8.8場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源、**処理年月日の記入は、F. 農薬使用履歴での記入方法を参照する。

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は”〇倍散布”又は”RU”（登録内容に準拠）という表示でも可

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 齊田 航鳥 確認日 20/12/23
報告書 ID : 2020KY-A

これは原本の正確な複写である

日付 2021/2/19 署名 

IV-6

F. 農薬使用履歴 ETO-W 区 (F 棟)

試験計画書 (8-7. ほ場試験報告書の作成及び提出) に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する (作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T: 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

H: 栽培者等からの聞き取り (聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
		MIF-1002 フロアブル		2000 倍	
		NF-180 フロアブル 10	'19/10/18, 10/28,11/7	1000 倍	
	メロン	スクレアフロアブル		2000 倍	
		ジマンダイセン水和剤		600 倍	
		モleston 水和剤	'19/10/21	2000 倍	
		ペトファイター顆粒水和剤		2000 倍	
T		ネビジン粉剤	'19/12/12	20kg/10a 定植前全面 土壌混和	
	レタス	フロンサイド粉剤		30kg/10a 定植前全面 土壌混和	20/10/15 川北亮彦
		スミレックス水和剤	'20/1/7,24, 2/4,14	1000 倍	
		オロンディスウルトラ SC	'20/1/21	2000 倍	
	-	ドジョウビクリン	'20/2/27	30L/10a 全面点注	
	-	テロン	'20/3/12	20L/10a 全面点注	
すいか		アファーム乳剤	'20/5/8	1000 倍	
		トランシスフォームフロアブル		2000 倍	
コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)					
<input checked="" type="checkbox"/> 主任試験員が判断した。 <input type="checkbox"/> 試験責任者に確認した。					

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者 (転記者以外の者) による確認

確認者署名 (フルネーム) 横田 佑哉 確認日 20/10/15

報告書 ID : 2020KY-A

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 横田 佑哉 確認日 20110115

報告書 ID : 2020KY-A

これは原本の正確な複写である
日付 2021/2/19 署名 

IV-8

F. 農薬使用履歴 ETO-E 区 (ガラスハウス 4) 、 ETO-W 区 (F 棟) 共通
試験計画書 (8-7. ほ場試験報告書の作成及び提出) に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する (作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T : 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

H : 栽培者等からの聞き取り (聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は" ○月" 又は" ○月○旬" という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は" ○倍散布" 又は" RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
		チウラム			
		ペノミル			
		アドマイヤ顆粒水和剤	購入苗に 処理済	RU	
		ベルクート水和剤	(育苗期)		
		スピノエース顆粒水和剤			
		フルピカフロアブル			
T	きゅうり (試験作物)	アファーム乳剤	'20/9/14	2000 倍散布	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍散布	20/10/15 川井亮彦
		モleston水和剤	'20/9/17	2000 倍散布	
		ベネビア OD		2000 倍散布	
		ピシロックフロアブル	'20/9/25	1000 倍	
		ランマンフロアブル		1000 倍	
		モleston水和剤	'20/10/2	2000 倍	
		アディオン乳剤		2000 倍	
		ジマンダイセン水和剤	'20/10/6	600 倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者 (転記者以外の者) による確認

確認者署名 (フルネーム) 横田 佑介 確認日 '20/10/15

報告書 ID : 2020KY-A

J. 防除管理の記録 各区共通

これは原本の正確な複写である
 IV-12
署名 2021/3/19
複写終了 2021/3/19

試験計画書（8-7. は場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源、**処理年月日の記入は、F. 農薬使用履歴での記入方法を参照する。

****10a 当たりで表示する、正確な記録がない場合は”○倍散布”又は”RU”（登録内容に準拠）という表示でも可

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 守田 航馬 確認日 20/12/23
報告書ID：2020KY-A

I - ③ 気象に関する記録

VII 気象に関する記録		これは原本の正確な複写である 日付 2021/10/28 署名 (印)	VII- 1
A. 観測データ概要			
観測地点	茨城県牛久市結束町 535 一般社団法人日本植物防疫協会 茨城研究所 ガラスハウス		
試験区と観測地点の凡その距離	<input checked="" type="checkbox"/> オンサイトである <input type="checkbox"/> 近傍である <input type="checkbox"/> km 程度である		
データ種別	<input type="checkbox"/> アメダスデータ <input type="checkbox"/> 常設観測機器によるデータ <input checked="" type="checkbox"/> オンサイトのデータ <input type="checkbox"/> その他		
気温の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input checked="" type="checkbox"/> データロガー付き温度計 (GLP 機器番号 5062) <input checked="" type="checkbox"/> 気象表はエクセルで作表 <input type="checkbox"/> 自記式温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式最高最低温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式温度計 <input type="checkbox"/> その他		
降水量の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input type="checkbox"/> 転倒ます型雨量計 (GLP 機器番号) <input type="checkbox"/> 自記式雨量計 <input type="checkbox"/> 読み取り式雨量計 <input type="checkbox"/> その他		
観測時刻 (読み取りの場合)	おおむね _____ 時頃		
記入日： 20/10/28 署名又は捺印： 川北亮彦 20/10/28 M.N.			
その他の観測したデータがあれば観測方法等を説明			
記入日： 20/10/28 署名又は捺印： 川北亮彦 20/10/28 M.N.			
報告書 ID : 2020KY-A			

気象表

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)
2020年10月16日	19.0	29.4	14.3
2020年10月17日	15.4	18.4	13.3
2020年10月18日	19.6	33.3	11.7
2020年10月19日	16.6	32.3	10.6
2020年10月20日	18.6	27.0	13.9
2020年10月21日	19.0	28.5	12.5
2020年10月22日	19.8	29.6	14.7
2020年10月23日	19.0	22.4	17.2
2020年10月24日	20.2	30.1	13.6
2020年10月25日	19.4	31.1	12.3
2020年10月26日	19.1	29.9	12.5

観測機器：気温 TandD社製 Thermo Recorder おんどとり TR-71Wf
(GLP機器番号：5062)

データ集計ソフト：気象表自動作成ソフト「てんきろく Ver.3」

1日の観測は1:00～翌日0:00迄とする日界0時とした。
気温は1:00～翌日0:00迄の1時間毎の記録値より平均値を求めた。(平均気温)
また、この記録値より最高、最低を抽出した。(最高、最低気温)

20/10/28 川北充彦

確認 20/10/28
H.N.

これは原本の正確な複写である
日付 2021/4/19 署名

報告書 ID: 2020 KY-A

ほ場試験 II

1. 試験実施機関名 一般社団法人日本植物防疫協会 高知試験場
2. ほ場所在地 高知県香南市野市町深渕本田1211
3. 試験担当者名 松村 栄一
4. 実験期間（ほ場試験期間） 2020年11月9日～11月16日
5. 被験物質（一般名）
- 5-1. ミクロブタニル
- (1) 一般名・剤型 ①ラリー乳剤 ②ラリー水和剤
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①ミクロブタニル 25.0% ②ミクロブタニル 10.0%
- (3) Lot No. ①22.10-12M141 ②23.10-J72111
- 5-2. MEP
- (1) 一般名・剤型 ①スミチオン乳剤 ②スミチオン水和剤40
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①MEP 50.0% ②MEP 40.0%
- (3) Lot No. ①23.10 8821N ②23.10 EAC139
- 5-3. トルフェンピラド
- (1) 一般名・剤型 ①ハチハチ乳剤 ②ハチハチフロアブル
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①、②トルフェンピラド 15%
- (3) Lot No. ①24.10 9I89 ②21.10 9A87
- 5-4. エトフェンプロックス
- (1) 一般名・剤型 ①トレボン乳剤 ②アークリン水和剤
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①、②エトフェンプロックス 20.0%
- (3) Lot No. ①21.10 R8Y01 ②22-10 03996
6. 供試農作物名 きゅうり（品種：エクセレント節成2号）
7. 土性 壱土
8. 栽培概要 施設栽培（加温）
は種日 2020年9月11日、定植日 2020年9月30日
畝間160cm、株間50cm、1条植、栽培株数 約1,300株/10a
マルチ被覆（被覆開始日：2020年9月30日、黒マルチ）
- 栽培管理
- 施肥 <MYC-E、MEP-E、TOL-E、ETO-E>
2020年 8月19日 ケイントップ 1500kg/10a
9月14日 苦土石灰 100kg/10a、果菜684(6-8-4) 150kg/10a
<MYC-W、MEP-W、TOL-F、ETO-W>
2020年 8月 4日 ケイントップ 1500kg/10a
10月 2日 苦土石灰 100kg/10a、果菜684(6-8-4) 500kg/10a

9. 当該ほ場の過去1年間における作付作物及び農薬使用実績（前年の使用実績）

被験物質処理開始前日から過去1年間に、試験ほ場において分析妨害となる農薬が使用されていないことを確認した。なお、コード番号で示された農薬は分析妨害となる農薬成分は含まれていない。使用した農薬はII-②に示した。

1 0. 防除管理

被験物質処理開始日から最終試料採取までの期間に、試験場において分析妨害となる農薬が使用されていないことを確認した。使用した農薬はⅡ-②に示した。

1 1. 試験区規模（施設の場合、面積・容積・高さ）

処理区MYC-E、MEP-E、TOL-E、ETO-E：各40.0m²（1.6m×25.0m）、50株

処理区MYC-W、MEP-W、TOL-F、ETO-W：各40.0m²（1.6m×25.0m）、50株

施設面積：各225m²、高さ：3.4m

1 2. 処理方法

処理月日	有効成分	処理区*	処理濃度	処理量	
				10a当	試験区当 (農薬量/散布量/面積)
11月 9日	ミクロブ [®] タニル	MYC-E	5000倍	各 300L	2.4mL/12.0L/40.0m ²
		MYC-W	2000倍		6.0g/12.0L/40.0m ²
	MEP	MEP-E	500倍	各 300L	24.0mL/12.0L/40.0m ²
		MEP-W	400倍		30.0g/12.0L/40.0m ²
	トルフェンヒ [®] ラド [®]	TOL-E	1000倍	各 300L	12.0mL/12.0L/40.0m ²
		TOL-F	1000倍		12.0mL/12.0L/40.0m ²
	エトフェンヒ [®] ロックス	ETO-E	1000倍	各 300L	12.0mL/12.0L/40.0m ²
		ETO-W	1000倍		12.0g/12.0L/40.0m ²
処理区*	処理時の作物ステージ	散布方法の概略	散布方法の概略	処理時の天候 及び処理時刻	
MYC-E	収穫期（草丈170cm）	散布	散布	晴	11:35a.m.～
MYC-W	収穫期（草丈170cm）	散布	散布	晴	0:05p.m.～
MEP-E	収穫期（草丈170cm）	散布	散布	晴	0:35p.m.～
MEP-W	収穫期（草丈170cm）	散布	散布	晴	1:05p.m.～
TOL-E	収穫期（草丈170cm）	散布	散布	晴	11:30a.m.～
TOL-F	収穫期（草丈170cm）	散布	散布	晴	0:00p.m.～
ETO-E	収穫期（草丈170cm）	散布	散布	晴	0:30p.m.～
ETO-W	収穫期（草丈170cm）	散布	散布	晴	1:00p.m.～

*末尾の-Eは「乳剤」、-Wは「水和剤」、-Fは「フロアブル」であることを示す。

(1) 処理器具及び処理方法

背負式バッテリー動力噴霧機を用いて、処理区内の作物全体に時間を計測しながら目標量を均一に散布した。その際、散布機の吐出量と目標量から散布時間を算出し、1株当たりの散布時間に換算した。

散布機型式：MSB1500Li（丸山製作所）

ノズル：狭角コーンノズル（丸山製作所）

(2) 処理時の降雨の有無と降雨時間及び風が試験に及ぼした影響

処理時はいずれも無風。降雨なし。

(3) 展着剤の使用

なし

(4) 備考

なし

13. 試料採取

経過日数	試料採取日	試料番号	試料採取量	試料採取順*	処理時の天候及び処理時刻
処理前	11月 5日	KY-MYC-B	2.2kg	①	晴 11:30a.m. ~0:00p.m.
		KY-MEP-B	2.2kg	②	
		KY-TOL-B	2.2kg	①	
		KY-ETO-B	2.2kg	②	
処理1日後	11月 10日	KY-MYC-E1	2.2kg	①	晴 9:05a.m. ~10:45a.m.
		KY-MYC-W1	2.2kg	②	
		KY-MEP-E1	2.2kg	③	
		KY-MEP-W1	2.2kg	④	
		KY-TOL-E1	2.2kg	①	
		KY-TOL-F1	2.2kg	②	
		KY-ETO-E1	2.2kg	③	
		KY-ETO-W1	2.2kg	④	
処理3日後	11月 12日	KY-MYC-E3	2.2kg	①	晴 9:00a.m. ~10:40a.m.
		KY-MYC-W3	2.2kg	②	
		KY-MEP-E3	2.2kg	③	
		KY-MEP-W3	2.2kg	④	
		KY-TOL-E3	2.2kg	①	
		KY-TOL-F3	2.2kg	②	
		KY-ETO-E3	2.2kg	③	
		KY-ETO-W3	2.2kg	④	
処理7日後	11月 16日	KY-MYC-E7	2.2kg	①	晴 8:40a.m. ~10:05a.m.
		KY-MYC-W7	2.2kg	②	
		KY-MEP-E7	2.2kg	③	
		KY-MEP-W7	2.2kg	④	
		KY-TOL-E7	2.2kg	①	
		KY-TOL-F7	2.2kg	②	
		KY-ETO-E7	2.2kg	③	
		KY-ETO-W7	2.2kg	④	

*2人の作業者がそれぞれの試験区を採取した

(1) 試料採取方法

試料は試験区の境界部をはずし、偏りがないよう区全体からハサミを用いて採取した。採取時は清浄な手袋を装着し、試験区ごとに交換した。採取した試料は識別に試験区ラベルを用いて、試験区ごとにカゴに入れた。

(2) 採取した試料の状態

いずれの試料も通常の大きさ、適正な熟度であった。

(3) 採取後の調製

採取した中から試料に適するものを選別した。

(4) 輸送方法

試料はボーカスペーパーを敷いたダンボール箱に並べて入れ、試料全体をボーカスペーパーで包んだ。梱包資材はすべて未使用品を用い、ダンボール箱の内側に試験区ラベルを、外側に梱包シールを貼付し、試験区ごとに梱包した。

採取当日、ヤマト運輸の冷蔵便で一般社団法人日本植物防疫協会 茨城研究所宛に翌日着を指定して送付した。

(5) 備考

なし

II-① 試験区見取り図

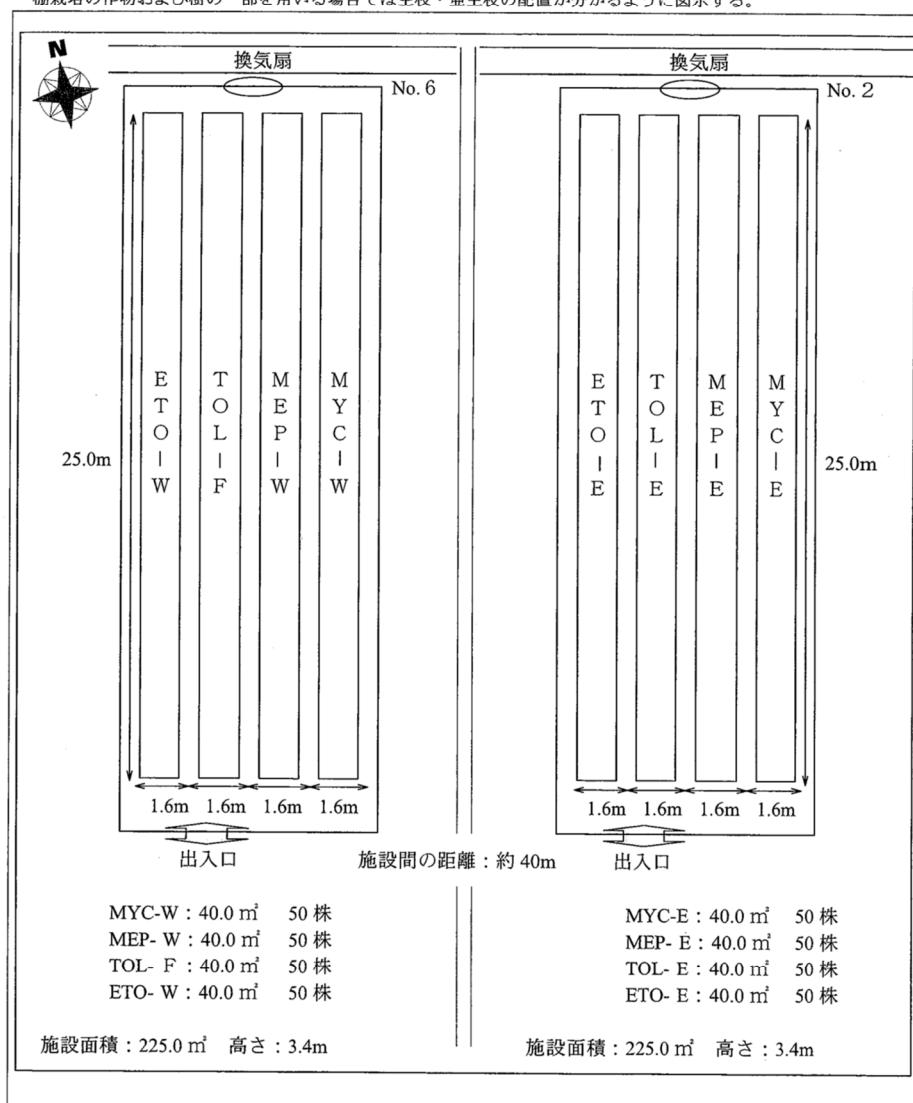
IV- 3

D. 試験区見取り図

無処理区を含む試験区の構成(試験区名、面積、株数・樹数)、相互の距離、通路の幅が把握できる概念図を記入する。貼付してもよい。施設を使用する場合はその施設の面積、体積(くん煙剤の場合)、及び高さも記入する。

水田の場合は水口、水尻の位置を記入する。畦畔板・波板等を用いた場合はその区画を記載する。

棚栽培の作物および樹の一部を用いる場合では主枝・亜主枝の配置が分かるように図示する。



記入日 : 20/8/28 署名又は捺印 : E. M

報告書 ID (非 GLP) : 2020KY-B

これは原本の正確な複写である
日付 20/12/3 署名 有り

II-② 使用した農薬の記録

IV-5
(SE) 20/11/20
E. M

F. 農薬使用履歴 MYC-E, MEP- E, TOL- E, ETO- E (No. 2)

試験計画書(8-7.ほ場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作での種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する(作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T:他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

H:栽培者等からの聞き取り(聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

***10a当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	メロン	ゼンターリ顆粒水和剤	19/11/7	1000 倍 散布	20/11/2 E. M
		モレスタン水和剤		3000 倍 散布	
こまつな		アクタラ粒剤 5	19/12/19	6 kg/10a	
		アクタラ顆粒水溶剤	20/1/24,1/31	2000 倍 散布	
リーフレクス		モスピラン粒剤	19/12/23	0.5g/株	
		モスピラン顆粒水溶剤	20/1/28,2/4,11	2000 倍 散布	
		トップジンM水和剤	20/1/29	2000 倍 散布	
サラダ菜		アルバリン粒剤	20/1/15	2g/株	
		モスピラン粒剤		0.5g/株	
		トップジンM水和剤	20/1/29	2000 倍 散布	
		ガードベイトA	20/2/3,10	3 kg/10a	
		モスピラン顆粒水溶剤	20/2/3,10,17	2000 倍 散布	
		アルバリン顆粒水溶剤	20/2/10,17	2000 倍 散布	
きゅうり		モレスタン水和剤	20/4/24	2000 倍 散布	
		バルミノ	20/4/28,5/19	2000 倍 散布	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認(該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

元記録が正確に転記されていることの第三者(転記者とQA以外の者)による確認

確認者署名(フルネーム) 内藤寛

確認日 20/11/6

報告書ID(非GLP): 2020KY-B

これは原本の正確な複写である

日付 20/12/3 署名 枝山

IV-6
ISG to 11/10
E.M

F. 農薬使用履歴 MYC-E, MEP-E, TOL-E, ETO-E (No. 2)

試験計画書(8-7.は場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作での種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する(作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T:他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

H:栽培者等からの聞き取り(聞き取り相手・聞き取り日をIX連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

***10a当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU" (登録内容に準拠)という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	きゅうり	スピノエース顆粒水和剤	20/4/28	10000倍 敷布	20/4/2 E.M
		アグロスリン乳剤	20/5/7	4000倍 敷布	
		S Y J - 2 9 3 フロアブル	20/5/12	3000倍 敷布	
		アドマイヤ顆粒水和剤		10000倍 敷布	
		ダコニール 1 0 0 0	20/5/19	1000倍 敷布	
		フェニックス顆粒水和剤		2000倍 敷布	
		チエス顆粒水和剤	20/5/26	5000倍 敷布	
		ランマンフロアブル		1000倍 敷布	
きゅうり		チエス顆粒水和剤	20/7/2	5000倍 敷布	
		パルミノ		2000倍 敷布	
		ゼンターリ顆粒水和剤		1000倍 敷布	
		ランマンフロアブル	20/7/6	1000倍 敷布	
		ロプラール水和剤		1000倍 敷布	
		S Y J - 2 9 5 D C	20/7/8	2500倍 敷布	
		アファーム乳剤		2000倍 敷布	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認(該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

元記録が正確に転記されていることの第三者(転記者とQA以外の者)による確認

確認者署名(フルネーム) 内藤 寛

確認日 20/11/6

報告書ID(非GLP): 2020KY-B

これは原本の正確な複写である
日付20/12/3 署名内藤

F. 農藥使用履歷 MYC-E, MEP- E, TOL- E, ETO- E (No. 2)

試験計画書(8-7.は場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作での種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）

T：他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

H: 被検者等からの聞き取り(聞き取り相手・聞き取り口ナメ、連絡等の記録に記入)

*正確な品目が不明な場合は”○品”又は”○品○匁”による表示で可

**正確な月日が不明な場合は「〇月／又は〇月〇旬」という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU" (登録内容に準拠) という表示でも可					
情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	きゅうり	S Y J - 2 9 3 フロアブル	20/7/8	2000倍散布 3000倍散布	20/9/2 E. n
T	-	旭 D - D	20/9/14	2000倍散布	20/11/6 E. n
きゅうり	アフロム乳剤	(高苗期)	20/9/25	2000倍散布	
	うり - 水和剤			5000倍散布	
	アレオフロアブル		20/9/28	1000倍散布	
	アコニル 1L 1000			1000倍散布	
	モレスタン水和剤		20/10/19	2000倍散布	
	ランマニフロアブル			2000倍	
	アドマイヤ - 7ロアブル			4000倍	
	アレ - シアキシ剤			2000倍	
	アレ - ピ 20 フロアブル		20/11/6	4000倍散布	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

~~主任試験員が判断した。~~ 試験責任者に確認した。

元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者と QA 以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 内藤 寛

確認日 20/11/6

報告書 ID (非 GLP) : 2020KY-B

これは原本の正確な複写である
日付 2020/12/3 署名 

F. 農薬使用履歴 MYC-W, MEP-W, TOL-F, ETO-W (No. 6)

試験計画書（8-7.は場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。ただし展着剤、前作での種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）

T:他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

H:栽培者等からの聞き取り（聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入）

**正確な月日が不明な場合は”〇月”又は”〇月〇旬”という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は”〇倍散布”又は”RU”（登録内容に準拠）という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	こまつな	ジクロロメゾチアズ	19/11/2,22	4000 倍 敷布	20/11/2 E.M
		モスピラン顆粒水溶剤	19/11/2	4000 倍 敷布	
		ディアナSC	19/11/22	2500 倍 敷布	
さやいんげん	グレーシア乳剤		19/11/8	2000 倍 敷布 3000 倍 敷布	
		モスピラン顆粒水溶剤		4000 倍 敷布	
レタス	トップジンM水和剤		20/2/5	1000 倍 灌注	
	NF-180 フロアブル10		20/3/12,19,26	1000 倍 敷布	
	OPYKファーミングブロック			100 倍 敷布	
	アグロケア水和剤			1000 倍 敷布	
	スミレックス水和剤			1000 倍 敷布	
	ザンプロDMフロアブル		20/3/13	2000 倍 敷布	
	ランマンフロアブル		20/3/30	2000 倍 敷布	
トマト	ミネクトデュオ粒剤		20/4/30	2g/株	
	モスピラン粒剤			2g/株	
	ベリーマークSC		20/4/30,5/14	4000 倍 灌注	
コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）					
<input checked="" type="checkbox"/> 主任試験員が判断した。 <input type="checkbox"/> 試験責任者に確認した。					

元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者とQA以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 内藤 寛

確認日 20/11/6

報告書ID（非GLP）: 2020KY-B

これは原本の正確な複写である
日付20/11/6署名萩山

F. 農薬使用履歴 MYC-W, MEP-W, TOL-F, ETO-W (No. 6)

試験計画書(8-7. ほ場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作での種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する(作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T: 他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

H: 栽培者等からの聞き取り(聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印	
T	トマト	グレーシア乳剤	20/6/10	2000 倍 敷布	20/9/2 E.M	
		S Y J - 2 9 3 フロアブル	20/6/10, 7/1	3000 倍 敷布		
		S Y J - 2 9 5 D C		2500 倍 敷布		
		フローバック D F	20/6/19	1000 倍 敷布 2000 倍 敷布		
		ゼンターリ顆粒水和剤		1000 倍 敷布		
		シンプロビリダズ	20/7/1	1000 倍 敷布		
		アファーム乳剤		2000 倍 敷布		
T	きゅうり	アフーム乳剤 (育苗期)	20/9/25	2000 倍 敷布	20/10/16 E.M	
		ラリ-水和剤		5000 倍 敷布		
		アレオフロアブル	20/9/28	1000 倍 敷布		
		ダコニール 1000		1000 倍 敷布		
		モレスタン水和剤	20/10/19	2000 倍 敷布		
		ランマンフロアブル		2000 倍		
		アドマイヤ-フロアブル		4000 倍		
		グレーシア乳剤		2000 倍		
コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認(該当する場合)						
<input checked="" type="checkbox"/> 主任試験員が判断した。 <input type="checkbox"/> 試験責任者に確認した。						

元記録が正確に転記されていることの第三者(転記者と QA 以外の者)による確認

確認者署名(フルネーム) 内藤 寛

確認日 20/11/6

報告書 ID(非 GLP) : 2020KY-B

これは原本の正確な複写である
日付2020/12/3 署名秋山

$$\text{IV} - \frac{12}{13} \text{ (SGI) } 2/10 \text{ (10)}$$

J. 防除管理の記録

試験計画書（8-7.ほ場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源、**処理年月日の記入は、F. 農薬使用履歴での記入方法を参照する。

***10a.当たりで表示する。正確な記録がない場合は”○倍散布”又は”RU”（登録内容に準拠）という表示でも可

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者とQA以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 内藤 寛

確認日 20/11/20

報告書 ID (非 GLP) : 2020KY-B

これは原本の正確な複写である

II-③ 気象に関する記録

VIII 気象に関する記録

VIII-1

A. 観測データ概要

観測地点	一般社団法人日本植物防疫協会高知試験場 当該試験施設
試験区と観測地点の凡その距離	<input type="checkbox"/> オンサイトである <input type="checkbox"/> 近傍である <input type="checkbox"/> km 程度である
データ種別	<input type="checkbox"/> アメダスデータ <input type="checkbox"/> 常設観測機器によるデータ <input checked="" type="checkbox"/> オンサイトのデータ <input type="checkbox"/> その他
気温の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input checked="" type="checkbox"/> データロガー付き温度計 (GLP 機器番号 5106) <input checked="" type="checkbox"/> 気象表はエクセルで作表 <input type="checkbox"/> 自記式温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式最高最低温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式温度計 <input type="checkbox"/> その他
降水量の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input type="checkbox"/> 転倒ます型雨量計 (GLP 機器番号) <input type="checkbox"/> 自記式雨量計 <input type="checkbox"/> 読み取り式雨量計 <input type="checkbox"/> その他
観測時刻 (読み取りの場合)	おおむね 時頃

記入日： 20/11/19 署名又は捺印： E. M

その他の観測したデータがあれば観測方法等を説明

記入日： 署名又は捺印：

報告書 ID (非 GLP) : 2020KY-B

これは原本の正確な複写である

日付 2020/12/3 署名 

気象表

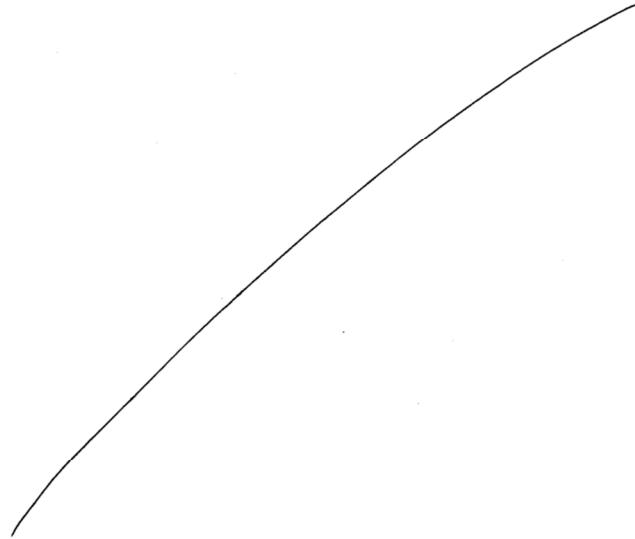
日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)	降水量(mm)
2020年11月5日	17.1	26.7	9.0	-
2020年11月6日	19.7	25.8	14.5	-
2020年11月7日	21.3	26.3	17.6	-
2020年11月8日	18.7	26.5	12.2	-
2020年11月9日	16.9	26.1	12.0	-
2020年11月10日	16.8	25.0	12.3	-
2020年11月11日	16.5	24.0	12.1	-
2020年11月12日	18.5	25.5	12.5	-
2020年11月13日	18.7	25.9	12.8	-
2020年11月14日	17.9	28.1	12.1	-
2020年11月15日	18.0	26.7	12.1	-
2020年11月16日	19.1	28.7	14.3	-

観測地:高知県香南市野市町深瀬 一般社団法人日本植物防疫協会高知試験場 当該試験施設
観測機器:気温 おんどとり TR-71Ui(GLP機器番号5106) (No.2)

観測条件

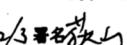
1日の観測期間(0:00~翌0:00、日界00時)、1時間毎に記録
データ集計ソフト:気象表自動作成ソフト「てんきろくVer.3」

気温:データ集計ソフトを用い、日毎の平均を算出および最高、最低気温を抽出した。



20 / 11 / 19 E. m

報告書ID(非GLP): 2020 KY-B

これは原本の正確な複写である
日付 20/11/19 署名 

ほ場試験 III

1. 試験実施機関名 一般社団法人日本植物防疫協会 宮崎試験場
2. ほ場所在地 宮崎県宮崎市佐土原町下那珂11913
3. 試験担当者名 日高 正浩
4. 実験期間（ほ場試験期間） 2020年11月25日～12月2日
5. 被験物質（一般名）
- 5-1. ミクロブタニル
- (1) 一般名・剤型 ①ラリー乳剤 ②ラリー水和剤
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①ミクロブタニル 25.0% ②ミクロブタニル 10.0%
- (3) Lot No. ①22.10-12M141 ②23.10-J72111
- 5-2. MEP
- (1) 一般名・剤型 ①スミチオン乳剤 ②スミチオン水和剤40
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①MEP 50.0% ②MEP 40.0%
- (3) Lot No. ①23.10 8821N ②23.10 EAC139
- 5-3. トルフェンピラド
- (1) 一般名・剤型 ①ハチハチ乳剤 ②ハチハチフロアブル
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①、②トルフェンピラド 15%
- (3) Lot No. ①24.10 9I89 ②21.10 9A87
- 5-4. エトフェンプロックス
- (1) 一般名・剤型 ①トレボン乳剤 ②アークリン水和剤
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①、②エトフェンプロックス 20.0%
- (3) Lot No. ①21.10 R8Y01 ②22-10 03996
6. 供試農作物名 きゅうり（品種：エクセレント節成2号）
7. 土性 砂壌土
8. 栽培概要 施設栽培（加温）
は種日 2020年9月16日、定植日 2020年10月9日
畝間160cm、株間50cm、1条植、主枝2本仕立て、栽培株数 約1,250株/10a
- 栽培管理**
- 施肥 2020年 9月23日 (MYC-E、MEP-E)
堆肥4000kg/10a、苦土石灰 150kg/10a、
くみあい有機入りペレット888(8-8-8) 138kg/10a、
CDU複合燐加安特S222(12-12-12) 92kg/10a
9月25日 (TOL-E、ETO-E、MYC-W、MEP-W、TOL-F、ETO-W)
堆肥3000kg/10a、苦土石灰 160kg/10a、
くみあい有機入りペレット888(8-8-8) 188kg/10a、
CDU複合燐加安特S222(12-12-12) 125kg/10a
- 追肥 2020年11月20日 アサヒボーラスS666(16-16-10) 18kg/10a
処理後の摘果 2020年11月26日、29日、12月2日

9. 当該ほ場の過去1年間における作付作物及び農薬使用実績（前年の使用実績）

被験物質処理開始前日から過去1年間に、試験ほ場において分析妨害となる農薬が使用されていないことを確認した。なお、コード番号で示された農薬は分析妨害となる農薬成分は含まれていない。使用した農薬はIII-②に示した。

10. 防除管理

被験物質処理開始日から最終試料採取までの期間に、試験ほ場において分析妨害となる農薬が使用されていないことを確認した。使用した農薬はIII-②に示した。

11. 試験区規模（施設の場合、面積・容積・高さ）

処理区MYC-E、MEP-E、TOL-E、ETO-E、MYC-W、MEP-W、TOL-F、ETO-W：
各36.0m² (1.6m×22.5m) 、45株
施設面積：各150m²、高さ：3.3m

12. 処理方法

処理月日	有効成分	処理区*	処理濃度	処理量	
				10a当	試験区当 (農薬量/散布量/面積)
11月25日	ミクロブ [®] タニル	MYC-E	5000倍	各300L	2.16mL/10.8L/36.0m ²
		MYC-W	2000倍		5.4g/10.8L/36.0m ²
	MEP	MEP-E	500倍	各300L	21.6mL/10.8L/36.0m ²
		MEP-W	400倍		27.0g/10.8L/36.0m ²
	トルフェンヒ [®] ラド [®]	TOL-E	1000倍	各300L	10.8mL/10.8L/36.0m ²
		TOL-F	1000倍		10.8mL/10.8L/36.0m ²
	エトフェン [®] ロックス	ETO-E	1000倍	各300L	10.8mL/10.8L/36.0m ²
		ETO-W	1000倍		10.8mL/10.8L/36.0m ²
処理区*	処理時の作物ステージ			散布方法の概略	処理時の天候 及び処理時刻
MYC-E	収穫期（草丈180cm）			散布	曇 10:04a.m.～
MYC-W	収穫期（草丈180cm）			散布	晴 11:50a.m.～
MEP-E	収穫期（草丈180cm）			散布	曇 10:32a.m.～
MEP-W	収穫期（草丈180cm）			散布	晴 0:16p.m.～
TOL-E	収穫期（草丈180cm）			散布	晴 10:57a.m.～
TOL-F	収穫期（草丈180cm）			散布	晴 0:40p.m.～
ETO-E	収穫期（草丈180cm）			散布	晴 11:25a.m.～
ETO-W	収穫期（草丈180cm）			散布	晴 1:06p.m.～

*末尾の-Eは「乳剤」、-Wは「水和剤」、-Fは「フロアブル」であることを示す。

(1) 処理器具及び処理方法

背負式バッテリー動力噴霧機を用いて、処理区内の作物全体に時間を計測しながら

ら目標量を均一に散布した。その際、散布機の吐出量と目標量から散布時間を算出し、1株当たりの散布時間に換算した。

散布機型式：MSB1500Li（丸山製作所）

ノズル：狭角コーンノズル（丸山製作所）

(2) 処理時の降雨の有無と降雨時間及び風が試験に及ぼした影響

処理時はいずれも無風。降雨なし。

(3) 展着剤の使用

なし

(4) 備考

なし

13. 試料採取

経過日数	試料採取日	試料番号	試料採取量	試料採取順*	処理時の天候及び処理時刻
処理前	11月 14日	KY-MYC-B KY-MEP-B KY-TOL-B KY-ETO-B	2.3kg 2.3kg 2.3kg 2.3kg	① ② ③ ④	晴 10:30a.m. ～11:08a.m.
処理直後	11月 25日	KY-MYC-E0 KY-MEP-E0 KY-TOL-E0 KY-ETO-E0 KY-MYC-W0 KY-MEP-W0 KY-TOL-F0 KY-ETO-W0	0.9kg 0.9kg 0.8kg 0.9kg 0.9kg 0.8kg 0.8kg 0.8kg	① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧	晴 3:24p.m. ～4:58p.m.
処理1日後	11月 26日	KY-MYC-E1 KY-MEP-E1 KY-TOL-E1 KY-ETO-E1 KY-MYC-W1 KY-MEP-W1 KY-TOL-F1 KY-ETO-W1	2.3kg 2.3kg 2.3kg 2.3kg 2.3kg 2.3kg 2.3kg 2.3kg	① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧	曇のち晴 7:56a.m.～ 10:03a.m.
処理3日後	11月 28日	KY-MYC-E3 KY-MEP-E3 KY-TOL-E3 KY-ETO-E3 KY-MYC-W3	2.3kg 2.3kg 2.3kg 2.3kg 2.3kg	① ② ③ ④ ⑤	晴 8:15a.m. ～10:30a.m.

		KY-MEP-W3 KY-TOL-F3 KY-ETO-W3	2.3kg 2.3kg 2.3kg	⑥ ⑦ ⑧	
処理7日後	12月2日	KY-MYC-E7 KY-MEP-E7 KY-TOL-E7 KY-ETO-E7 KY-MYC-W7 KY-MEP-W7 KY-TOL-F7 KY-ETO-W7	2.3kg 2.3kg 2.3kg 2.3kg 2.3kg 2.3kg 2.3kg 2.3kg	① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧	晴のち曇 8:02a.m. ~10:41a.m.

(1) 試料採取方法

試料は試験区の境界部をはずし、偏りがないよう区全体からハサミを用いて採取した。採取時は清浄な手袋を装着し、試験区ごとに交換した。採取した試料は識別に試験区ラベルを用いて、試験区ごとにカゴに入れた。

(2) 採取した試料の状態

いずれの試料も通常の大きさ、適正な熟度であった。

(3) 採取後の調製

採取した中から試料に適するものを選別した。

(4) 輸送方法

試料は包装紙を敷いたダンボール箱に入れ、上部を包装紙で覆い、緩衝材としてまた包装紙を用いた。梱包資材はすべて未使用品を用い、ダンボール箱の内側に試験区ラベルを、外側に梱包シールを貼付し、試験区ごとに梱包した。

採取当日、ヤマト運輸の冷蔵便で一般社団法人日本植物防疫協会 茨城研究所宛に翌々日着を指定して送付した。

(5) 備考

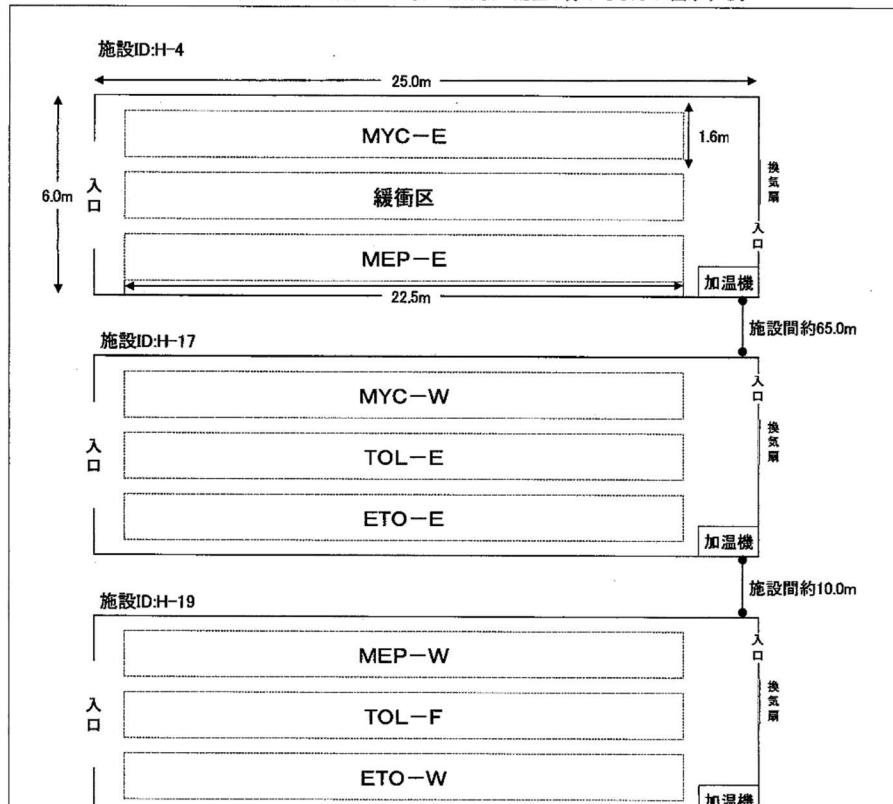
なし

III-① 試験区見取り図

IV-3

D. 試験区見取り図

無処理区を含む試験区の構成(試験区名、面積、株数・樹数)、相互の距離、通路の幅が把握できる概念図を記入する。貼付してもよい。施設を使用する場合はその施設の面積、体積(くん煙剤の場合)、及び高さも記入する。水田の場合は水口、水尻の位置を記入する。畦畔板・波板等を用いた場合はその区画を記載する。棚栽培の作物および樹の一部を用いる場合では主枝・亜主枝の配置が分かるように図示する。



* 各施設の面積・高さ 150.0m²(6.0m × 25.0m)・3.3m

これは原本の正確な複写である
日付2021/3/5 署名 

記入日: 2020/11/6 署名又は捺印: 

報告書 ID: 2020 KY-C

III-② 使用した農薬の記録

IV-5

F. 農薬使用履歴 施設 ID : H-4 (MYC-E, MEP-E)

試験計画書(8-7. ほ場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する(作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T: 他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

H: 栽培者等からの聞き取り(聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	ズッキーニ	ランマンフロアブル	19/10/21, 28	1000 倍	2020/11/13 mk
		アドマイヤーフロアブル		4000 倍	
		スミレックス水和剤	19/10/26	2000 倍	
		アフェットフロアブル		2000 倍	
		モレスタン水和剤	19/11/1	2000 倍	
きゅうり	BAI-1604SL(シンブリダズ)		20/4/17	500 倍定植時 ポット灌注	
		ジマンダイセンフロアブル	20/4/20	500 倍	
		ダコニール 1000		1000 倍	
		ジマンダイセンフロアブル	20/4/27	500 倍	
		ダコニール 1000		1000 倍	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		BAI-1604SL(シンブリダズ)	20/5/12, 19	1000 倍	
		コルト顆粒水和剤	20/5/13	4000 倍	
		アファーム乳剤		2000 倍	
		ベルクートフロアブル		2000 倍	
		ピシロックフロアブル		1000 倍	
-	テロン		20/9/4	350/10a 全面 土壤処理	

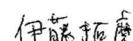
コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認(該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

これは原本の正確な複写である

日付 2020/11/13 署名 

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者(転記者以外の者)による確認

確認者署名(フルネーム) 

確認日 2020/11/13

報告書 ID: 2020KY-C

F. 農薬使用履歴 施設 ID : H-17 (MYC-W, TOL-E, ETO-E)

試験計画書(8-7.は場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

***情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）**

T : 他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

H : 栽培者等からの聞き取り（聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入）

****正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可**

*****10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU"（登録内容に準拠）という表示でも可**

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	ミニトマト	アルバリン粒剤	19/10/23	2g/株、定植時 植穴土壤混和	2020/11/13 mk
		アルバリン顆粒水溶剤	19/12/31, 20/1/7	2000 倍	
きゅうり	ダコニール 1000		20/4/14	1000 倍	
		ジマンダイセンフロアブル		800 倍	
	ダコニール 1000		20/4/23	1000 倍	
		ジマンダイセンフロアブル		500 倍	
	ジャストフィットフロアブル		20/4/29	5000 倍	
		S Y J - 293 フロアブル	20/5/4	3000 倍	
	モベントフロアブル			2000 倍	
		S Y J - 295 D C		2500 倍	
	グレーシア乳剤			2000 倍	
		ジャストフィットフロアブル	20/5/8	500 倍	
	ジマンダイセンフロアブル			500 倍	
		パレード 20 フロアブル	20/5/11	2000 倍	
	ジマンダイセンフロアブル		20/5/24	800 倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

これは原本の正確な複写である

日付 2021/11/13 署名 伊藤拓磨

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 伊藤拓磨

確認日 2020/11/13

報告書 ID : 2020 KY-C

F. 農薬使用履歴 施設ID: H-17 (MYC-W, TOL-E, ETO-E)

試験計画書(8-7.は場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する(作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T: 他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

H: 栽培者等からの聞き取り(聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	きゅうり	ダコニール1000	20/5/24	1000倍	2020/11/13 ml
		モスピラン顆粒水溶剤		2000倍	
		アフェットフロアブル	20/5/29	2000倍	
		ジャストフィットフロアブル		5000倍	
		CBC-1601E液剤(ボーバリアラシアナ)	20/6/2, 5, 10	1000倍	
		ボタニガード水和剤	20/6/2, 10	1000倍	
		BAI-1604SL(ジンピロビリダズ)		1000倍	
		SYJ-293フロアブル	20/6/3	3000倍	
		SYJ-295DC		2500倍	
		アグリメック		1000倍	
		サンマイトフロアブル		1000倍	
		ダントツ水溶剤	20/6/11	2000倍	
		アディオン乳剤		2000倍	
きゅうり (2作目)	きゅうり	ダコニール1000	20/7/25	1000倍	
		ジマンダイセンフロアブル		500倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

これは原本の正確な複写である

日付2020/11/13 署名 

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者(転記者以外の者)による確認

確認者署名(フルネーム) 伊藤 拓磨

確認日 20/11/13

報告書ID: 2020KY-C

F. 農藥使用履歷 施設ID: H-17 (MYC-W, TOL-E, ETO-E)

試験計画書（8-7.ほ場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）

†: 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

H: 戦勝者等からの聞き取り（聞き取り相手・聞き取り口元、IV. 連絡等の記録に記入）

**正確な日付が不明な場合は”○月”又は”○月○旬”による表示とする。

**正確な月日が不明な場合は「〇月」又は「〇〇月〇旬」という表示でも可

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）

□ 留守の農業が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合は記入)
□ 主任試験員が判断した 試験責任者に確認した

これは原本の正確な複写である

日付2021/3/5 署名藤井

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 伊藤祐磨 確認日 20/11/13

報告書 ID: 2020KY-C

F. 農薬使用履歴 施設ID: H-19 (M E P - W, T O L - F, E T O - W)

試験計画書(8-7. ほ場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する(作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T: 他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

H: 栽培者等からの聞き取り(聞き取り相手・聞き取り日をIX連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU" (登録内容に準拠)という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	きゅうり	アルバリン顆粒水溶剤	19/10/23、 11/3, 5, 6, 7, 10, 12, 14	2000倍	2020/11/13 ml
		ランマンフロアブル	19/10/24	2000倍	
		モレスタン水和剤		2000倍	
		チエス顆粒水和剤		5000倍	
		ディアナSC		2500倍	
		アルバリン粒剤	19/10/30, 31	1g/株、生育期 株元散布	
さやいんげん	モスピラン粒剤		19/12/18	1g/株、定植時 植穴土壤混和	
		オーソサイド水和剤80	19/12/19	800倍 土壤灌注	
		サンマイトフロアブル	19/12/27	1000倍	
		アファーム乳剤		2000倍	
		ディアナSC		2500倍	
		パレード20フロアブル	20/1/17	2000倍	
		モスピラン顆粒水溶剤	20/1/20, 27, 2/3	4000倍	
		ビリフルキナゾン20WDG	20/1/27, 2/3, 10	4000倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認(該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

これは原本の正確な複写である

日付 2021/11/13 署名 伊藤拓磨

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者(転記者以外の者)による確認

確認者署名(フルネーム) 伊藤拓磨

確認日 20/11/13

報告書ID: 2020KY-C

F. 農薬使用履歴 施設ID: H-19 (M E P-W, T O L-F, E T O-W)

試験計画書(8-7. ほ場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する(作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T: 他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

H: 栽培者等からの聞き取り(聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	さやいんげん	フロメトキン10%SC	20/1/28, 2/4	2000倍	2020/11/13 mh
		ゲッター水和剤	20/1/31	1000倍	
	なす	スタークル粒剤	20/4/1	2g/株、植穴 処理土壌混和	
		ダコニール1000	20/4/14	1000倍	
		ジマンダイセンフロアブル		800倍	
		SYJ-293フロアブル	20/4/17	3000倍	
		モベントフロアブル		2000倍	
		チエス顆粒水和剤	20/5/1	5000倍	
		ジャストフィットフロアブル	20/5/8	2000倍	
		粘着くん液剤		100倍	
		サンマイトフロアブル		1000倍	
		SYJ-295DC	20/5/22	2500倍	
		SYJ-293フロアブル		3000倍	
		アファーム乳剤		2000倍	
		ESCAL-1AL剤(カブリン酸ゲリセリル)	20/5/22, 29, 6/5	原液	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認(該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

これは原本の正確な複写である

日付2020/11/13 署名

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者(転記者以外の者)による確認

確認者署名(フルネーム) 伊藤拓磨

確認日 20/11/13

報告書ID: 2020KY-C

IV-11

F. 農薬使用履歴 施設ID: H-19 (M E P-W, T O L-F, E T O-W)
 試験計画書(8-7.ほ場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する(作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T: 他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

H: 栽培者等からの聞き取り(聞き取り相手・聞き取り日をIX連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	なす	ダコニール1000	20/5/28	1000倍	2020/11/13 ml
		グレーシア乳剤	20/6/12	2000倍	
		ディアナSC		2500倍	
		サフオイル乳剤		300倍	
		ファインセーブプロアブル	20/6/15	1000倍	
		トランスフォームプロアブル		1000倍	
		粘着くん液剤		150倍	
		アグリメック	20/6/26	1000倍	
		カスケード乳剤		2000倍	
		フーモン		1000倍	
		PROBLAD PLUS液剤	20/6/30, 7/7, 14, 21	600倍	
		インプレッションクリア		1000倍	
		カナメプロアブル		4000倍	
		パレード20プロアブル		4000倍	
		ダコニール1000		1000倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認(該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

これは原本の正確な複写である

日付2021/3/15署名

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者(転記者以外の者)による確認

確認者署名(フルネーム) 伊藤 拓磨

確認日 20/11/13

報告書ID: 2020KY-C

IV-12

F. 農藥使用履歷 施設 ID : H-19 (MEP-W, TOL-F, ETO-W)

試験計画書(8-7.ほ場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）

T: 他の記録からの転記（第三煮による確認が必要）

H:栽培者等からの聞き取り(聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な日付が不明な場合は”○日”又は”○日○旬”という表示でも可

***10a 当たりで表示する 正確な記録がない場合は「○倍数」又は「BU」（登録内容に準拠）という表示でも可

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

□主任試験員が判断した 試験責任者に確認した

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 伊藤 拓摩

確認日 2011/13

報告書 ID: 2020KY-C

F. 農薬使用履歴 各試験区共通 (施設 ID : H-4, 17, 19)

試験計画書 (8-7. は場試験報告書の作成及び提出) に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する (作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く)

T : 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

H : 裁培者等からの聞き取り (聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は"○倍散布"又は"RU" (登録内容に準拠) という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	きゅうり (育苗期)	ディアナSC	20/9/22	5000 倍	2020/11/13 ml
		マイコタール水和剤	20/9/23	1000 倍	
		ダコニール1000	20/9/27	1000 倍	
		アグリメック		1000 倍	
きゅうり (現作)	ウララDF		20/10/15	2000 倍	
		アファーム乳剤		2000 倍	
		ランマンフロアブル		2000 倍	
		モレスタン水和剤		3000 倍	
		モベントフロアブル	20/10/27	2000 倍	
		アグリメック		1000 倍	
		スミレックス水和剤		1000 倍	
		トランスフォームフロアブル	20/11/2	2000 倍	
		スピノエース顆粒水和剤		5000 倍	
		モレスタン水和剤		2000 倍	
		トップジンM水和剤		1500 倍	
		ジマンダイセン水和剤		800 倍	
		ウララDF	20/11/13	2000 倍	
		アファーム乳剤		2000 倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

これは原本の正確な複写である

日付) 2020/11/13 署名) 伊藤守

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者 (転記者以外の者) による確認

確認者署名 (フルネーム) 伊藤守

確認日 20/11/13

報告書 ID : 2020KY-C

F. 農藥使用履歷 各試驗區共通 (施設 ID : H-4, 17, 19)

試験計画書(8-7.ほ場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）

〔：他の記録からの転記（第三者による確認が必要）〕

H：栽培者等からの聞き取り（聞き取り相手・聞き取り日を IV 連絡等の記録に記入）

**正確な日付が不明な場合は”〇日”又は”〇日〇旬”という表記でも可

***10a. 当たりで表示する、正確な記録がない場合は「○倍数」又は「BU」（登録内容に進歩）による表示でも可

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 伊藤拓摩 確認日 20/11/13

報告書ID: 2020KY-C

J. 防除管理の記録 各試験区共通（施設 ID : H-4、17、19）

試験計画書（8-7.ほ場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源、**処理年月日の記入は、F. 農薬使用履歴での記入方法を参照する。

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は”〇倍散布”又は”RU”（登録内容に準拠）という表示でも可

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 祐元義人

確認日 2011/12/10

報告書 ID: 2020KY-C

III-③ 気象に関する記録

VIII 気象に関する記録

VIII- /

A. 観測データ概要

観測地点	一般社団法人 日本植物防疫協会 宮崎試験場 施設 ID : H-17
試験区と観測地点の凡そ距離	<input checked="" type="checkbox"/> オンサイトである <input type="checkbox"/> 近傍である <input type="checkbox"/> km 程度である
データ種別	<input type="checkbox"/> アメダスデータ <input type="checkbox"/> 常設観測機器によるデータ <input checked="" type="checkbox"/> オンサイトのデータ <input type="checkbox"/> その他
気温の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input checked="" type="checkbox"/> データロガー付き温度計 (GLP 機器番号 5205) <input checked="" type="checkbox"/> 気象表はエクセルで作表 <input type="checkbox"/> 自記式温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式最高最低温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式温度計 <input type="checkbox"/> その他
降水量の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input type="checkbox"/> 転倒ます型雨量計 (GLP 機器番号) <input type="checkbox"/> 自記式雨量計 <input type="checkbox"/> 読み取り式雨量計 <input type="checkbox"/> その他
観測時刻 (読み取りの場合)	おおむね _____ 時頃

記入日 : 2020/12/10 署名又は捺印 : ml

その他の観測したデータがあれば観測方法等を説明

これは原本の正確な複写である
日付 2021/3/5 署名 旗山

記入日 : 2020/12/10 署名又は捺印 : ml

報告書 ID : 2020KY-C

B. 観測データ

日付、気温及び降水量を含むデータを報告する。期間は少なくとも初回処理から最終試料採取までの期間とする。読み取り式の最高最低温度計を用いて観測した場合には、最高温度と最低温度を記録し、平均気温は記入しなくてよい。読み取り式温度計で定期観測した場合には、時間と気温を記録する。観測機器の出力データを印字して貼付又は添付してもよい。その場合は必ず日付と署名又は捺印を付す。アメダスの場合は日付、日平均気温、日最高気温、日最低気温、日降水量及び日照時間を含むデータを印字し、日付と署名又は捺印を付して貼付又は添付する。おんどりの場合は、設置期間を含めて試験計画書に従う。

気象表

てんきろくVer.3

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)
2020年11月14日	20.5	37.9	13.6
2020年11月15日	21.2	36.5	14.0
2020年11月16日	22.3	35.2	16.8
2020年11月17日	21.0	40.8	16.8
2020年11月18日	21.4	34.9	16.6
2020年11月19日	22.2	33.6	17.6
2020年11月20日	20.8	33.1	14.6
2020年11月21日	18.7	34.6	13.8
2020年11月22日	19.4	29.7	13.9
2020年11月23日	20.0	38.5	13.8
2020年11月24日	19.1	33.9	13.8
2020年11月25日	18.7	31.8	13.8
2020年11月26日	18.8	32.4	13.7
2020年11月27日	19.8	37.0	13.9
2020年11月28日	17.8	35.4	12.9
2020年11月29日	17.7	29.9	13.0
2020年11月30日	15.7	24.6	11.5
2020年12月1日	15.1	26.2	10.6
2020年12月2日	16.3	28.5	10.7
2020年12月3日	16.1	33.1	11.0
2020年12月4日	17.2	33.3	10.9
2020年12月5日	16.9	34.5	10.6
2020年12月6日	15.4	24.7	11.3
2020年12月7日	18.5	35.8	11.4
2020年12月8日	17.8	37.7	11.3
2020年12月9日	16.5	31.7	11.5

観測地: 宮崎県宮崎市佐土原町下那珂11913番地 宮崎試験場内
観測機器: 気温 おんどり TR-72Ui(GLP機器番号5205)

観測条件

1日の観測期間(0:00~翌0:00、日界00時)、1時間毎に記録
データ集計ソフト: 気象表自動作成ソフト「てんきろく Ver.3」

これは原本の正確な複写である

日付 2021/3/5 署名 

気温: データ集計ソフトを用い、日毎の平均を算出および最高、最低気温を抽出した

2020/12/10 署名 mh

記入日: 2020/12/10 署名又は捺印: mh

報告書ID: 2020 KY- C

3-3 温州みかん

令和2年度作物残留試験成績の効率的データ収集委託事業

温州みかん作物残留試験明細書

試験番号 : 2020UN

検討課題名 : 令和2年度作物残留試験成績の効率的データ収集委託事業
温州みかん作物残留試験

試験実施機関名 : I. 一般社団法人日本植物防疫協会 茨城研究所
II. 一般社団法人日本植物防疫協会 高知試験場
III. 一般社団法人日本植物防疫協会 宮崎試験場

ほ場試験 I

1. 試験実施機関名 一般社団法人日本植物防疫協会 茨城研究所
2. ほ場所在地 茨城県石岡市小幡
3. 試験担当者名 長岡広行
4. 実験期間（ほ場試験期間） 2020年11月12日～11月19日
5. 被験物質（一般名）
- 5-1. ミクロブタニル
- (1) 一般名・剤型 ①ラリー乳剤 ②ラリー水和剤
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①ミクロブタニル 25.0%、②ミクロブタニル 10.0%
- (3) Lot No. ①22.10-12M141 ②23.10-J72111
- 5-2. MEP
- (1) 一般名・剤型 ①スミチオン乳剤 ②スミチオン水和剤
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①MEP 40.0%、②MEP 40.0%
- (3) Lot No. ①23.10 8821N ②23.10 EAC139
- 5-3. トルフェンピラド
- (1) 一般名・剤型 ①ハチハチ乳剤 ②ハチハチフロアブル
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①、②トルフェンピラド 15.0%
- (3) Lot No. ①24.10 9189 ②21.10 9A87
- 5-4. エトフェンプロックス
- (1) 一般名・剤型 ①トレボン乳剤 ②アークリン水和剤
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①、②エトフェンプロックス 20.0%
- (3) Lot No. ①21.10 R8Y01 ②22-10 03996
6. 供試農作物名 温州みかん（品種：宮川早生）、約50年生
7. 土性 壱土、傾斜：東
8. 栽培概要 施設栽培（無加温）
- 樹間4.0m×4.0m、開心自然型、栽培樹数 約63本/10a、最大樹高 約2.4m
開花日 2020年4月上旬～5月上旬
- 栽培管理
- 施肥 なし

9. 当該ほ場の過去1年間における作付作物及び農薬使用実績（前年の使用実績）
- 被験物質処理開始前日から過去1年間に、試験ほ場において分析妨害となる農薬が使用されていないことを確認した。使用した農薬は I-②に示した。

10. 防除管理

農薬の使用履歴なし

1 1. 試験区規模（施設の場合、面積・容積・高さ）

処理区MYC-E、MYC-W、MEP-E、MEP-W、TOL-E、TOL-F、ETO-E、ETO-W
：各16.0m²（4.0m×4.0m）、1樹

処理区MYC-E：施設面積：20.0m²、高さ：2.7m

処理区MEP-E：施設面積：16.0m²、高さ：2.7m

処理区TOL-E、ETO-E：施設面積：36.0m²、高さ：2.7m

処理区MYC-W、MEP-W：施設面積：28.0m²、高さ：2.7m

処理区TOL-F、ETO-W：施設面積：28.0m²、高さ：2.7m

1 2. 処理方法

処理月日	有効成分	処理区*	処理濃度	処理量	
				10a当	試験区当 (農薬量/散布量/面積)
11月 12日	ミクロブタニル	MYC-E	5000倍	400L	6.4L
		MYC-W	2000倍	400L	6.4L
	MEP	MEP-E	500倍	400L	6.4L
		MEP-W	400倍	400L	6.4L
	トルフェンヒロト	TOL-E	1000倍	400L	6.4L
		TOL-F	1000倍	400L	6.4L
	エトフェンプロックス	ETO-E	1000倍	400L	6.4L
		ETO-W	1000倍	400L	6.4L
処理区*		処理時の作物ステージ		散布方法の概略	
MYC-E		収穫期		散布	晴 9:45 a.m.～
MYC-W		収穫期		散布	晴 10:10 a.m.～
MEP-E		収穫期		散布	晴 10:10 a.m.～
MEP-W		収穫期		散布	晴 10:20 a.m.～
TOL-E		収穫期		散布	晴 9:45 a.m.～
TOL-F		収穫期		散布	晴 10:10 a.m.～
ETO-E		収穫期		散布	晴 10:10 a.m.～
ETO-W		収穫期		散布	晴 10:20 a.m.～

*末尾の-Eは「乳剤」、-Wは「水和剤」-Fは「フロアブル」であることを示す。

(1) 処理器具及び処理方法

背負式バッテリー動力噴霧機を用いて、処理区内の樹全体に目標量を均一に散布した。その際、散布機の吐出量と目標量から散布時間を算出し、樹の周囲を4分割し、1区画当たりの拍数に合わせたメトロノームを用いた。

散布機型式：MSB1500Li（丸山製作所）

ノズル：狭角コーンノズル（丸山製作所）

(2) 処理時の降雨の有無と降雨時間及び風が試験に及ぼした影響

施設試験のため無風で降雨の影響なし。

(3) 展着剤の使用

なし

(4) 備考

なし

13. 試料採取

経過日数	試料採取日	試料番号	試料採取量	試料採取順	処理時の天候及び処理時刻
処理前	11月11日	UN-MYC-B UN-MEP-B UN-TOL-B UN-ETO-B	2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.2kg	—*	晴 9:35a.m.～9:55a.m.
処理1日後	11月13日	UN-MYC-E1 UN-MEP-E1 UN-TOL-E1 UN-ETO-E1	2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg	—*	晴 8:06a.m.～8:20a.m.
		UN-MYC-W1 UN-MEP-W1 UN-TOL-F1 UN-ETO-W1	2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg	—*	晴 8:21a.m.～8:40a.m.
処理3日後	11月15日	UN-MYC-E3 UN-MEP-E3 UN-TOL-E3 UN-ETO-E3	2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg	—*	晴 8:14a.m.～8:44a.m.
		UN-MYC-W3 UN-MEP-W3 UN-TOL-F3 UN-ETO-W3	2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg	—*	晴 8:25a.m.～8:57a.m.
処理7日後	11月19日	UN-MYC-E7 UN-MEP-E7 UN-TOL-E7 UN-ETO-E7	2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg	—*	晴 8:34a.m.～8:49a.m.
		UN-MYC-W7 UN-MEP-W7 UN-TOL-F7 UN-ETO-W7	2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg	—*	晴 8:46a.m.～9:06a.m.

*試験区ごとに作業者を分担した

(1) 試料採取方法

試料は偏りがないよう試験区全体からハサミを用いて採取した。採取時は清潔な手袋を装着し、試験区ごとに交換した。採取した試料は識別に試験区ラベルを用いて、試験区ごとにカゴに入れた。

(2) 採取した試料の状態

いずれの試料も通常の大きさ、適正な熟度であった。

(3) 採取後の調製

採取した試料は、試料に適するものを選別した。

(4) 輸送方法

試料は識別に試験区ラベルを用い、試験区ごとにカゴに入れた状態で分析担当者に手渡した。

(5) 備考

なし

I-① 試験区見取り図

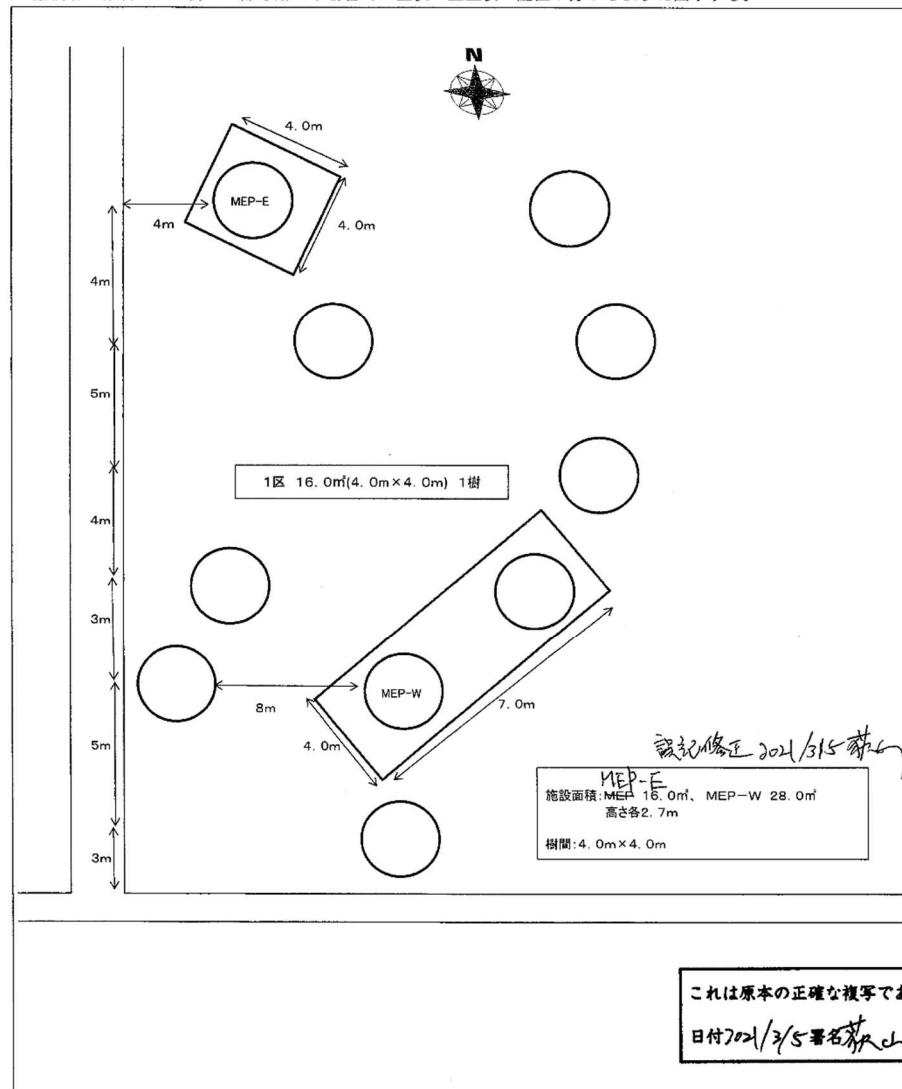
IV-3

D. 試験区見取り図

無処理区を含む試験区の構成(試験区名、面積、株数・樹数)、相互の距離、通路の幅が把握できる概念図を記入する。貼付してもよい。施設を使用する場合はその施設の面積、体積（くん煙剤の場合）、及び高さも記入する。

水田の場合は水口、水尻の位置を記入する。畦畔板・波板等を用いた場合はその区画を記載する。

棚栽培の作物および樹の一部を用いる場合では主枝・亜主枝の配置が分かるように図示する。

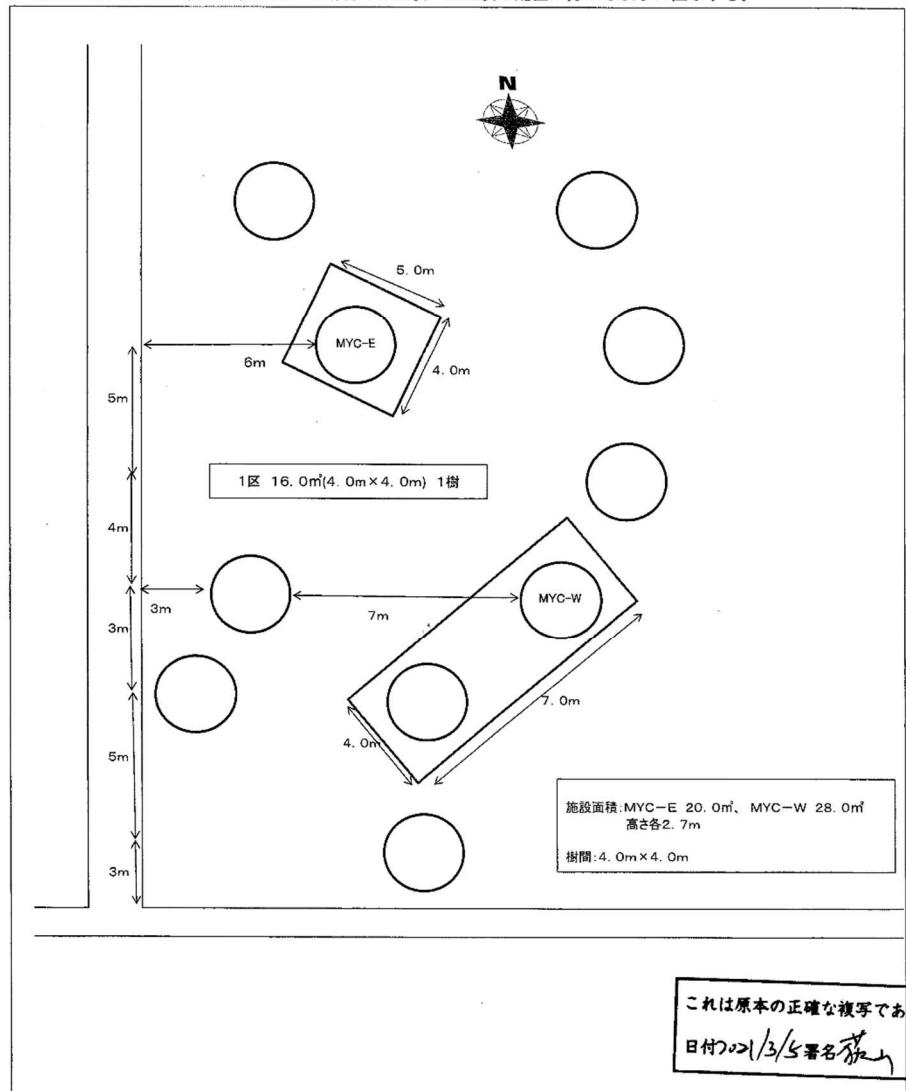


記入日： 20/11/15 署名又は捺印： H.N.

報告書 ID : 2020UN-A

D. 試験区見取り図

無処理区を含む試験区の構成(試験区名、面積、株数・樹数)、相互の距離、通路の幅が把握できる概念図を記入する。貼付してもよい。施設を使用する場合はその施設の面積、体積(くん煙剤の場合)、及び高さも記入する。水田の場合は水口、水尻の位置を記入する。畦畔板・波板等を用いた場合はその区画を記載する。棚栽培の作物および樹の一部を用いる場合では主枝・亜主枝の配置が分かるように図示する。

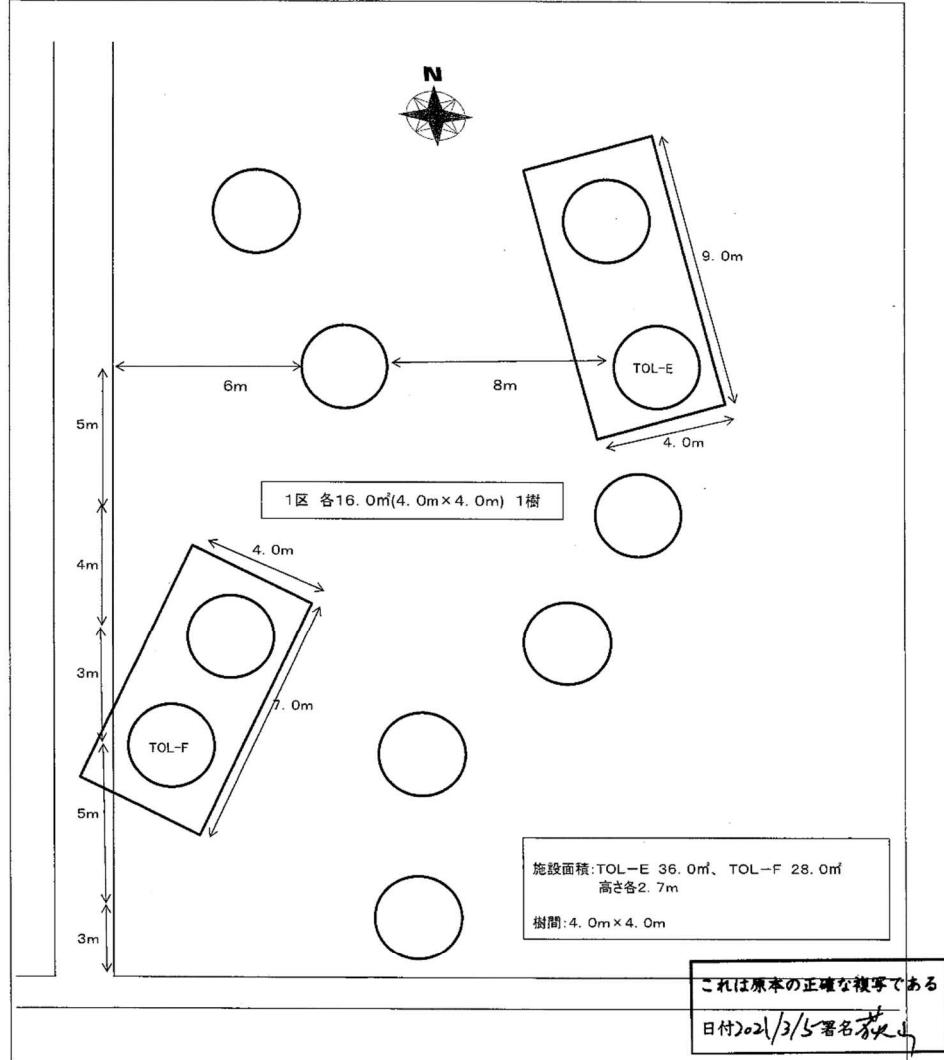


記入日: 20/11/5 署名又は捺印: H.H.

報告書 ID: 2020UN-A

D. 試験区見取り図

無処理区を含む試験区の構成(試験区名、面積、株数・樹数)、相互の距離、通路の幅が把握できる概念図を記入する。貼付してもよい。施設を使用する場合はその施設の面積、体積(くん煙剤の場合)、及び高さも記入する。

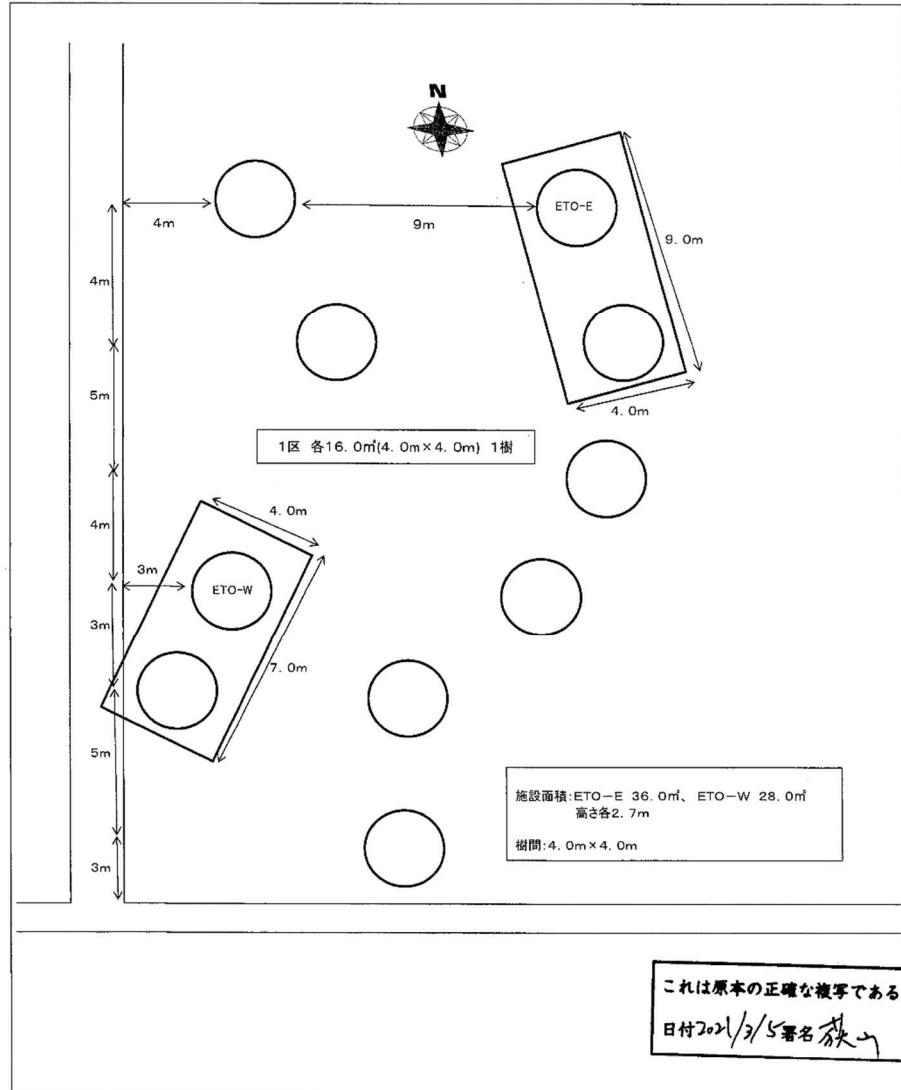


記入日： 20/11/5 署名又は捺印： H.N.

報告書 ID : 2020UN-A

D. 試験区見取り図

無処理区を含む試験区の構成(試験区名、面積、株数・樹数)、相互の距離、通路の幅が把握できる概念図を記入する。貼付してもよい。施設を使用する場合はその施設の面積、体積(くん煙剤の場合)、及び高さも記入する。水田の場合は水口、水尻の位置を記入する。畔畔板・波板等を用いた場合はその区画を記載する。棚栽培の作物および樹の一部を用いる場合では主枝・亜主枝の配置が分かるように図示する。



記入日: 20/11/5 署名又は捺印: H. N.

報告書 ID: 2020UN-A

I-② 使用した農薬の記録

IV- 5

F. 農薬使用履歴

試験計画書（8-7.は場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）

T: 他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

H: 栽培者等からの聞き取り（聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入）

**正確な月日が不明な場合は”〇月”又は”〇月〇旬”という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は”〇倍散布”又は”RU”（登録内容に準拠）という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日／ 署名・又は捺印
		マラソン乳剤	‘20/4/29	1000 倍	
		デランフロアブル		250 倍	
		スプラサイド水和剤	‘20/5/26	1500 倍	
		トップジンM水和剤		1000 倍	
H	温州みかん	アクタラ顆粒水溶剤	‘20/6/13	2000 倍	
		ストロビーディエ		3000 倍	
		トップジンM水和剤	‘20/8/5	1000 倍	
		マラソン乳剤		1000 倍	‘20/10/9 H.N.
		スプラサイド水和剤	‘20/9/6	1500 倍	
		トップジンM水和剤		1000 倍	
		アルバリン顆粒水溶剤	‘20/9/29	2000 倍	
<input type="checkbox"/> これは原本の正確な複写である 日付 2021/3/5 署名 <u>林</u>					

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） _____ 確認日 _____

報告書 ID : 2020UN-A

I - ③ 気象に関する記録

VII 気象に関する記録

VII- /

A. 観測データ概要

観測地点	茨城県石岡市小幡 ビニルハウス内
試験区と観測地点の凡そとの距離	<input checked="" type="checkbox"/> オンサイトである <input type="checkbox"/> 近傍である <input type="checkbox"/> km 程度である
データ種別	<input type="checkbox"/> アメダスデータ <input type="checkbox"/> 常設観測機器によるデータ <input checked="" type="checkbox"/> オンサイトのデータ <input type="checkbox"/> その他
気温の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input checked="" type="checkbox"/> データロガー付き温度計 (GLP 機器番号 5072) <input checked="" type="checkbox"/> 気象表はエクセルで作表 <input type="checkbox"/> 自記式温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式最高最低温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式温度計 <input type="checkbox"/> その他
降水量の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input type="checkbox"/> 転倒ます型雨量計 (GLP 機器番号) <input type="checkbox"/> 自記式雨量計 <input type="checkbox"/> 読み取り式雨量計 <input type="checkbox"/> その他
観測時刻 (読み取りの場合)	おおむね _____ 時頃

記入日： 20/11/30 署名又は捺印： H.N.

他の観測したデータがあれば観測方法等を説明

なし

これは原本の正確な複写である

2021/3/5 署名 藤山

記入日： 20/11/30 署名又は捺印： H.N.

報告書 ID : 2020UN-A

気象表

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)
2020年11月11日	7.8	14.4	4.2
2020年11月12日	8.3	14.2	3.5
2020年11月13日	11.6	18.8	6.8
2020年11月14日	11.2	18.3	7.5
2020年11月15日	11.1	16.9	6.2
2020年11月16日	12.9	20.3	8.1
2020年11月17日	11.9	19.1	8.4
2020年11月18日	13.4	18.7	8.7
2020年11月19日	17.4	22.2	11.8

観測機器：気温 TandD社製 Thermo Recorder おんどとり TR-71/wb
(GLP機器番号：5072)

データ集計ソフト：気象表自動作成ソフト「てんきろく Ver.3」

1日の観測は1:00～翌日0:00迄とする日界0時とした。

気温は1:00～翌日0:00迄の1時間毎の記録値より平均値を求めた。(平均気温)
また、この記録値より最高、最低を抽出した。(最高、最低気温)

印字・添付 '20/11/30 H.N.

これは原本の正確な複写である
日付2021/3/8 営名 旗山

報告書 ID: 2020 UN - A

ほ場試験 II

1. 試験実施機関名 一般社団法人日本植物防疫協会 高知試験場
2. ほ場所在地 高知県香南市野市町深渕本田1211
3. 試験担当者名 松村 栄一
4. 実験期間（ほ場試験期間） 2020年9月8日～9月15日
5. 被験物質（一般名）
- 5-1. ミクロブタニル
- (1) 一般名・剤型 ①ラリー乳剤 ②ラリー水和剤
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①ミクロブタニル 25.0% ②ミクロブタニル 10.0%
- (3) Lot No. ①22.10-12M141 ②23.10-J72111
- 5-2. MEP
- (1) 一般名・剤型 ①スミチオン乳剤 ②スミチオン水和剤40
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①MEP 50.0% ②MEP 40.0%
- (3) Lot No. ①23.10 8821N ②23.10 EAC139
- 5-3. トルフェンピラド
- (1) 一般名・剤型 ①ハチハチ乳剤 ②ハチハチフロアブル
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①、②トルフェンピラド 15.0%
- (3) Lot No. ①22.10-12M141 ②23.10-J7211
- 5-4. エトフェンプロックス
- (1) 一般名・剤型 ①トレボン乳剤 ②アークリン水和剤
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①、②エトフェンプロックス 20.0%
- (3) Lot No. ①21.10 R8Y01 ②22-10 03996
6. 供試農作物名 温州みかん（品種：日南1号）、24年生樹
7. 土性 壱土
8. 栽培概要 施設栽培（加温）
樹間3m×3m、主幹形仕立て、栽培株数 約110本/10a、最大樹高2.4m
開花日 4月10日
- 栽培管理
- 施肥 2019年11月30日 千代田化成550 (15-15-10) 40kg/10a
オーシャンモスク2号 (7-8-5) 40kg/10a
4月7日、25日 オーシャンモスク2号 (7-8-5) 40kg/10a
5月20日 住友燐安液肥 (7-20-0) 70kg/10a

9. 当該ほ場の過去1年間における作付作物及び農薬使用実績（前年の使用実績）

被験物質処理開始前日から過去1年間に、試験ほ場において分析妨害となる農薬が使用されていないことを確認した。使用した農薬はII-②に示した。

10. 防除管理

農薬の使用実績なし。

1 1. 試験区規模（施設の場合、面積・容積・高さ）

処理区MYC-E、MYC-W、MEP-E、MEP-W、TOL-E、TOL-F、ETO-E及びETO-W
：各9.0m²（3m×3m）、1樹

施設面積：2592m²（16連棟）、高さ3.9m

1 2. 処理方法

処理月日	有効成分	処理区*	処理濃度	処理量	
				10a当	試験区当 (農薬量/散布量/面積)
9月8日	ミクロブタニル	MYC-E MYC-W	5000倍 2000倍	各400L	0.72mL/3.6L/9m ² 1.8g/3.6L/9m ²
	MEP	MEP-E MEP-W	500倍 400倍	各400L	7.2mL/3.6L/9m ² 9g/3.6L/9m ²
	トルフェンヒラト	TOL-E TOL-F	各1000倍	各400L	各3.6mL/3.6L/9m ²
	エトフェンプロックス	ETO-E ETO-W	各1000倍	各400L	3.6mL/3.6L/9m ² 3.6g/3.6L/9m ²
処理区*	処理時の作物ステージ	散布方法の概略		処理時の天候 及び処理時刻	
MYC-E	収穫期	散布		晴	10:45a.m.～
MYC-W	収穫期	散布		晴	10:25a.m.～
MEP-E	収穫期	散布		晴	11:25a.m.～
MEP-W	収穫期	散布		晴	11:05a.m.～
TOL-E	収穫期	散布		晴	10:45a.m.～
TOL-F	収穫期	散布		晴	10:25a.m.～
ETO-E	収穫期	散布		晴	11:20a.m.～
ETO-W	収穫期	散布		晴	11:00a.m.～

*末尾の-Eは「乳剤」、-Fは「フロアブル」及び-Wは「水和剤」であることを示す。

（1）処理器具及び処理方法

背負式バッテリー動力噴霧機を用いて、処理区内の作物に時間を計測しながら目標量を均一に散布した。

散布機型式：MSB1500Li（丸山製作所）

ノズル：狭角コーンノズル（丸山製作所）

（2）処理時の降雨の有無と降雨時間及び風が試験に及ぼした影響

施設試験のため各処理日共に無風で降雨の影響なし。

（3）展着剤の使用

なし

(4) 備考

なし

13. 試料採取

経過日数	試料採取日	試料番号	試料採取量	試料採取順	処理時の天候及び処理時刻
処理前	9月7日	UN-MYC-B UN-MEP-B UN-TOL-B UN-ETO-B	2.6kg 2.5kg 2.5kg 4.1kg	MYC-B→ MEP-B→ TOL-B→ ETO-B	曇 9:00a.m. ～9:50a.m.
処理1日後	9月9日	UN-MYC-E1 UN-MYC-W1 UN-MEP-E1 UN-MEP-W1 UN-TOL-E1 UN-TOL-F1 UN-ETO-E1 UN-ETO-W1	2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.2kg 2.1kg	MYC-W1→ MYC-E1→ MEP-W1→ MEP-E1* TOL-W1→ TOL-E1→ ETO-W1→ ETO-E1**	晴 9:20a.m. ～9:50a.m.
処理3日後	9月11日	UN-MYC-E3 UN-MYC-W3 UN-MEP-E3 UN-MEP-W3 UN-TOL-E3 UN-TOL-F3 UN-ETO-E3 UN-ETO-W3	2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.2kg 2.2kg	MYC-W3→ MYC-E3→ MEP-W3→ MEP-E3* TOL-W3→ TOL-E3→ ETO-W3→ ETO-E3**	雨 9:25a.m. ～9:55a.m.
処理7日後	9月15日	UN-MYC-E7 UN-MYC-W7 UN-MEP-E7 UN-MEP-W7 UN-TOL-E7 UN-TOL-F7 UN-ETO-E7 UN-ETO-W7	2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.2kg 2.2kg	MYC-W7→ MYC-E7→ MEP-W7→ MEP-E7* TOL-W7→ TOL-E7→ ETO-W7→ ETO-E7**	晴 9:25a.m. ～9:55a.m.

*と**は異なる作業者が採取した。

(1) 試料採取方法

試料は偏りがないよう区全体からハサミを使って採取した。採取時は清浄な手袋を装着し、試験区ごとに交換した。採取した試料は識別に試験区ラベルを用いて、試験区ごとにカゴに入れた。

(2) 採取した試料の状態

いずれの試料も通常の大きさ、適正な熟度であった。

採取後の調製

試料に適するものを選別した。

(3) 輸送方法

試料はボーカスペーパーを敷いたダンボール箱に並べて入れ、試料全体をボーカスペーパーで包んだ。梱包資材はすべて未使用品を用い、ダンボール箱の内側に試験区ラベルを、外側に梱包シールを貼付し、試験区ごとに梱包した。

採取当日、ヤマト運輸の冷蔵便で一般社団法人日本植物防疫協会茨城研究所宛に翌日着を指定して送付した。

(4) 備考

なし

II-① 試験区見取り図

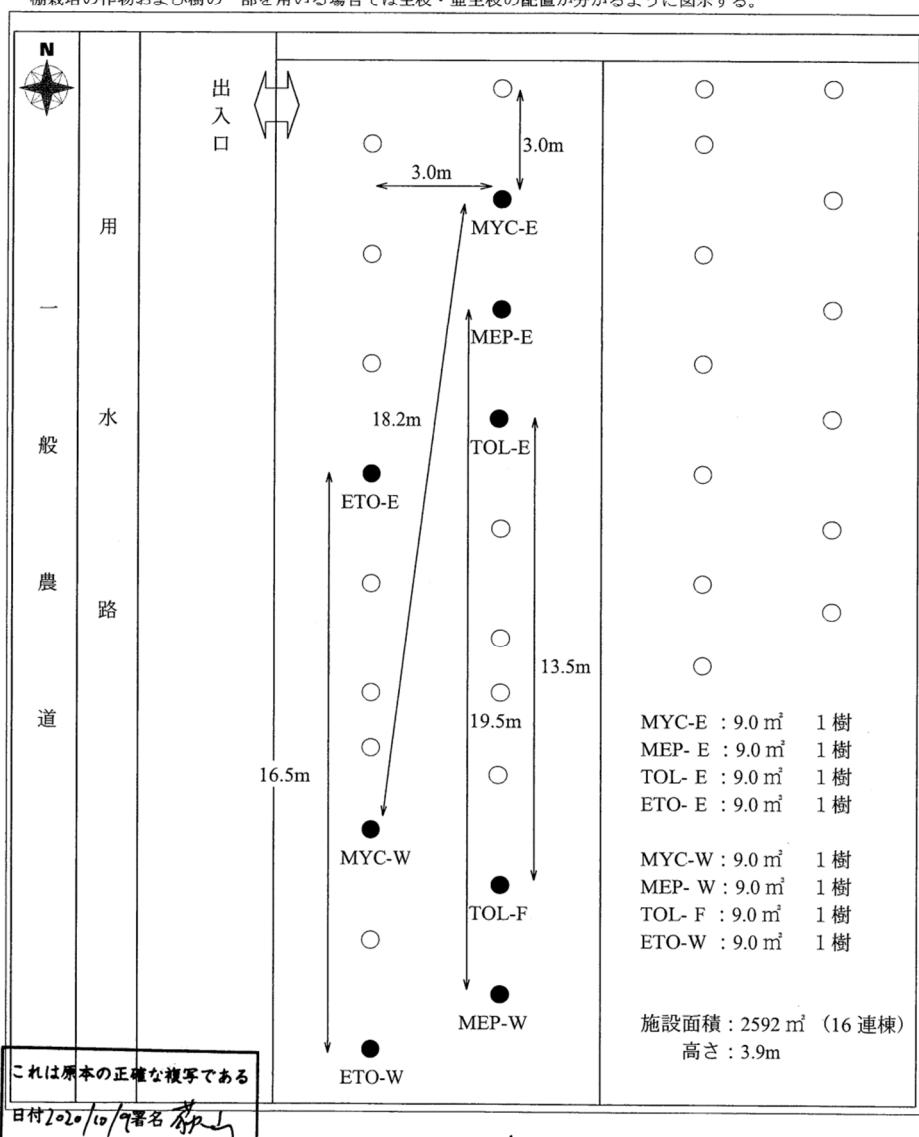
IV-3

D. 試験区見取り図

無処理区を含む試験区の構成(試験区名、面積、株数・樹数)、相互の距離、通路の幅が把握できる概念図を記入する。貼付してもよい。施設を使用する場合はその施設の面積、体積(くん煙剤の場合)、及び高さも記入する。

水田の場合は水口、水尻の位置を記入する。畦畔板・波板等を用いた場合はその区画を記載する。

棚栽培の作物および樹の一部を用いる場合では主枝・亜主枝の配置が分かるように図示する。



記入日 : 20/8/28 署名又は捺印 : E. M

報告書 ID (非 GLP) : 2020UN-B

II-② 使用した農薬の記録

IV-5

F. 農藥使用履歷

試験計画書（8-7.は場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。ただし展着剤、前作での種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）

T: 他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

H：栽培者等からの聞き取り（聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入）

**正確な日目が不明な場合は”〇目”又は”〇目〇旬”という表記でも可

***10a. 当たりで表示する、正確な記録がない場合は「○倍散布」又は「PU」(登録内容に準拠)という表示でも可

元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者と OA 以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 内藤 寛 確認日 20/8/31

報告書 ID (非 GLP) : 2020UN-B

II-③ 気象に関する記録

VIII 気象に関する記録

VIII-1

A. 観測データ概要

観測地点	高知県香南市吉川町吉原 当該試験施設
試験区と観測地点の凡その距離	<input checked="" type="checkbox"/> オンサイトである <input type="checkbox"/> 近傍である <input type="checkbox"/> km程度である
データ種別	<input type="checkbox"/> アメダスデータ <input type="checkbox"/> 常設観測機器によるデータ <input checked="" type="checkbox"/> オンサイトのデータ <input type="checkbox"/> その他
気温の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input checked="" type="checkbox"/> データロガー付き温度計 (GLP機器番号 5122) <input checked="" type="checkbox"/> 気象表はエクセルで作成 <input type="checkbox"/> 自記式温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式最高最低温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式温度計 <input type="checkbox"/> その他
降水量の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input type="checkbox"/> 転倒ます型雨量計 (GLP機器番号) <input type="checkbox"/> 自記式雨量計 <input type="checkbox"/> 読み取り式雨量計 <input type="checkbox"/> その他
観測時刻 (読み取りの場合)	おおむね 時頃

記入日： 2019/10 署名又は捺印： E. H

その他の観測したデータがあれば観測方法等を説明

これは原本の正確な複写である

日付2020/10/9 署名 萩原山

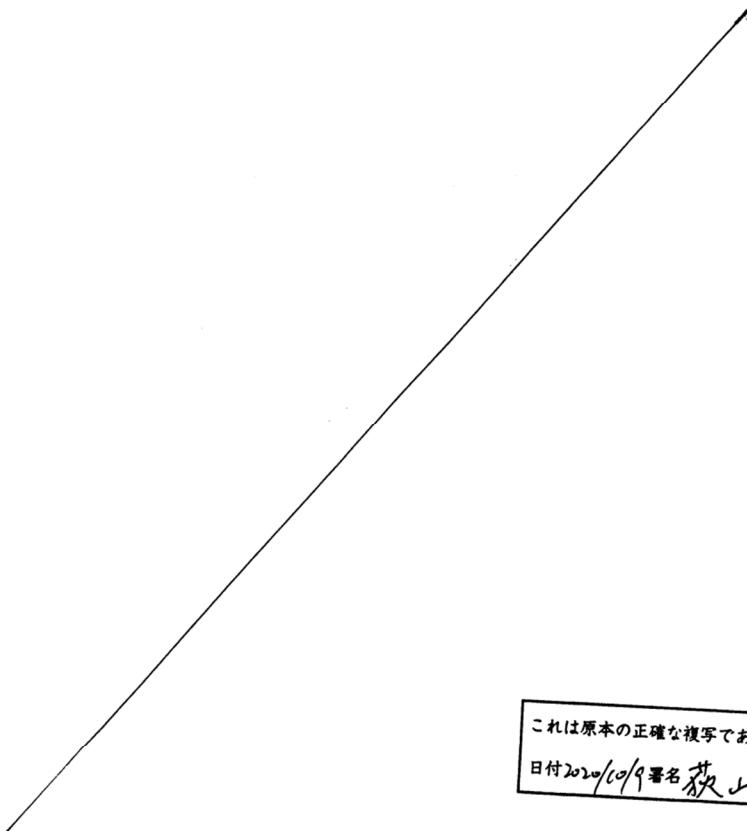
記入日： 署名又は捺印：

報告書 ID (非 GLP) : 2020UN-B

B. 観測データ

日付、気温及び降水量を含むデータを報告する。期間は少なくとも初回処理から最終試料採取までの期間とする。読み取り式の最高最低温度計を用いて観測した場合には、最高温度と最低温度を記録し、平均気温は記入しなくてよい。読み取り式温度計で定時観測した場合には、時間と気温を記録する。観測機器の出力データを印字して貼付又は添付してもよい。その場合は必ず日付と署名又は捺印を付す。アメダスの場合は日付、日平均気温、日最高気温、日最低気温、日降水量及び日照時間を含むデータを印字し、日付と署名又は捺印を付して貼付又は添付する。おんどりの場合は、設置期間を含めて試験計画書に従う。

VIII - 3 に 添 付 よ る。



これは原本の正確な複写である
日付 2020/09/18 署名 萩山

記入日： 20 / 9 / 18 署名又は捺印： E. H

報告書 ID (非 GLP) : 2020UN-B

気象表

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)	降水量(mm)
2020年9月7日	28.8	34.6	26.2	-
2020年9月8日	28.5	36.7	23.3	-
2020年9月9日	24.8	30.9	22.1	-
2020年9月10日	26.7	35.1	21.7	-
2020年9月11日	23.7	27.6	22.5	-
2020年9月12日	26.3	32.6	22.3	-
2020年9月13日	26.9	35.1	22.8	-
2020年9月14日	26.0	33.5	20.3	-
2020年9月15日	26.6	35.2	20.4	-

観測地:高知県香南市野市町深渕 一般社団法人日本植物防疫協会高知試験場 当該試験施設

観測機器:気温 おんどとり TR-71Ui(GLP機器番号5122)

観測条件

1日の観測期間(0:00～翌0:00、日界00時)、1時間毎に記録

データ集計ソフト:気象表自動作成ソフト「てんきろくVer.3」

気温:データ集計ソフトを用い、日毎の平均を算出および最高、最低気温を抽出した。

これは原本の正確な複写である
日付2020/09/10/署名
竹山

20 / 9 / 10 E. M

報告書ID(非GLP): 2020UN-3

ほ場試験 III

1. 試験実施機関名 一般社団法人日本植物防疫協会 宮崎試験場
2. ほ場所在地 宮崎県宮崎市佐土原町下那珂11913
3. 試験担当者名 井園 佳文
4. 実験期間（ほ場試験期間） 2020年9月21日～9月28日
5. 被験物質（一般名）
- 5-1. ミクロブタニル
- (1) 一般名・剤型 ①ラリー乳剤 ②ラリー水和剤
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①ミクロブタニル 25.0% ②ミクロブタニル 10.0%
- (3) Lot No. ①22.10-12M141 ②23.10-J72111
- 5-2. MEP
- (1) 一般名・剤型 ①スミチオン乳剤 ②スミチオン水和剤40
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①MEP 50.0% ②MEP 40.0%
- (3) Lot No. ①23.10 8821N ②23.10 EAC139
- 5-3. トルフェンピラド
- (1) 一般名・剤型 ①ハチハチ乳剤 ②ハチハチフロアブル
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①、②トルフェンピラド 15.0%
- (3) Lot No. ①24.10 9I89 ②21.10 9A89
- 5-4. エトフェンプロックス
- (1) 一般名・剤型 ①トレボン乳剤 ②アークリン水和剤
- (2) 有効成分名及び成分含有率 ①、②エトフェンプロックス 20.0%
- (3) Lot No. ①21.10 R8Y01 ②22-10 03996
6. 供試農作物名 温州みかん（品種：日南1号）、11年生樹及び16年生樹
7. 土性 壱土
8. 栽培概要 施設栽培（無加温）
樹間2.5m×2.0m、開心自然型、栽培株数 約200本/10a、最大樹高2.0m
開花始め 2020年4月6日、開花盛期 2020年4月13日～15日
- 栽培管理
- 施肥 2020年2月26日 花むすめ(10-10-10) 300g/樹
6月1日、8月28日 花むすめ(10-10-10) 250g/樹

9. 当該ほ場の過去1年間における作付作物及び農薬使用実績（前年の使用実績）

被験物質処理開始前日から過去1年間に、試験ほ場において分析妨害となる農薬が使用されていないことを確認した。なお、コード番号で示された農薬は分析妨害となる農薬成分は含まれていない。使用した農薬はIII-②に示した。

10. 防除管理

被験物質処理開始日から最終試料採取までの期間に、試験ほ場において分析妨害となる農薬が使用されていないことを確認した。使用した農薬はIII-②に示した。

1 1. 試験区規模（施設の場合、面積・高さ）

処理区MYC-E、MYC-W、MEP-E、MEP-W、TOL-E、TOL-F、ETO-E及びETO-W

：各 10.0 m² (5.0m×2.0m) 、2樹

施設面積：120 m²、高さ 最大3.3m

1 2. 処理方法

処理月日	有効成分	処理区*	処理濃度	処理量	
				10a当	試験区当 (農薬量/散布量/面積)
9月 21日	ミクロフ [®] タニル	MYC-E MYC-W	5000倍 2000倍	各 400L	0.8mL/4.0L/10 m ² 1.6g/4.0L/10 m ²
	MEP	MEP-E MEP-W	500倍 400倍	各 400L	8.0mL/4.0L/10 m ² 10.0g/4.0L/10 m ²
	トルフェンヒ [®] ラト [®]	TOL-E TOL-F	各1000倍	各 400L	各 4.0mL/4.0L/10 m ²
	エトフェンフ [®] ロックス	ETO-E ETO-W	各1000倍	各 400L	4.0mL/4.0L/10 m ² 4.0g/4.0L/10 m ²
処理区*	処理時の作物ステージ	散布方法の概略		処理時の天候 及び処理時刻	
MYC-E	収穫期	散布		晴	10:40a.m.～
MYC-W	収穫期	散布		晴	11:39a.m.～
MEP-E	収穫期	散布		晴	10:55a.m.～
MEP-W	収穫期	散布		晴	11:51a.m.～
TOL-E	収穫期	散布		晴	0:06p.m.～
TOL-F	収穫期	散布		晴	10:25a.m.～
ETO-E	収穫期	散布		晴	11:24a.m.～
ETO-W	収穫期	散布		晴	0:21p.m.～

*末尾の-Eは「乳剤」、-Fは「フロアブル」及び-Wは「水和剤」であることを示す。

(1) 処理器具及び処理方法

背負式バッテリー動力噴霧機を用いて、処理区内の樹全体に目標量を均一に散布した。その際、散布機の吐出量と目標量から散布時間を算出し、1樹当たりの散布時間をストップウォッチを用いて計測した。

散布機型式：MSB1500Li (丸山製作所)

ノズル : 狹角コーンノズル (丸山製作所)

(2) 処理時の降雨の有無と降雨時間及び風が試験に及ぼした影響

施設試験のため各処理日共に無風で降雨の影響なし。

(3) 展着剤の使用

なし

(4) 備考

なし

13. 試料採取

経過日数	試料採取日	試料番号	試料採取量	試料採取順	処理時の天候及び処理時刻
処理前	9月 16日	UN-MYC-B UN-MEP-B UN-TOL-B UN-ETO-B	2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg	MYC-B→ MEP-B→ TOL-B→ ETO-B	雨 10:20a.m. ～11:05a.m.
処理1日後	9月 21日	UN-MYC-E0 UN-MEP-E0 UN-TOL-E0 UN-ETO-E0 UN-MYC-W0 UN-MEP-W0 UN-TOL-F0 UN-ETO-W0	0.8kg 1.1kg 1.0kg 0.9kg 1.0kg 1.1kg 1.0kg 1.0kg	MYC-E0→ MEP-E0→ TOL-E0→ ETO-E0→ MYC-W0→ MEP-W0→ TOL-F0→ ETO-W0	晴 1:26p.m. ～2:57p.m.
処理1日後	9月 22日	UN-MYC-E1 UN-MEP-E1 UN-TOL-E1 UN-ETO-E1 UN-MYC-W1 UN-MEP-W1 UN-TOL-F1 UN-ETO-W1	2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.1kg 2.2kg	MYC-E1→ MEP-E1→ TOL-E1→ ETO-E1→ MYC-W1→ MEP-W1→ TOL-W1→ ETO-W1	曇 10:00a.m. ～11:35a.m.

処理3日後	9月 24日	UN-MYC-E3	2.1kg	MYC-E3→	雨 8:09a.m. ～10:14a.m.
		UN-MEP-E3	2.1kg	MEP-E3→	
		UN-TOL-E3	2.1kg	TOL-E3→	
		UN-ETO-E3	2.1kg	ETO-E3→	
		UN-MYC-W3	2.1kg	MYC-W3→	
		UN-MEP-W3	2.1kg	MEP-W3→	
		UN-TOL-F3	2.1kg	TOL-W3→	
		UN-ETO-W3	2.1kg	ETO-W3	
処理7日後	9月 28日	UN-MYC-E7	2.1kg	MYC-E7→	晴 7:12a.m. ～8:50a.m.
		UN-MEP-E7	2.1kg	MEP-E7→	
		UN-TOL-E7	2.1kg	TOL-E7→	
		UN-ETO-E7	2.2kg	ETO-E7→	
		UN-MYC-W7	2.1kg	MYC-W7→	
		UN-MEP-W7	2.1kg	MEP-W7→	
		UN-TOL-F7	2.2kg	TOL-W7→	
		UN-ETO-W7	2.1kg	ETO-W7	

(1) 試料採取方法

試料は偏りがないよう区全体からハサミを使って採取した。採取時は清浄な手袋を装着し、試験区ごとに交換した。採取した試料は識別に試験区ラベルを用いて、試験区ごとにカゴに入れた。

(2) 採取した試料の状態

いずれの試料も通常の大きさ、適正な熟度であった。

採取後の調製

試料に適するものを選別した。

(3) 輸送方法

試料は内面を包装紙で覆ったダンボール箱に並べて入れ、緩衝材として丸めた包装紙を用いた。梱包資材はすべて未使用品を用い、ダンボール箱の内側に試験区ラベルを、外側に梱包シールを貼付し、試験区ごとに梱包した。

採取当日、ヤマト運輸の冷蔵便で一般社団法人日本植物防疫協会茨城研究所宛に翌々日着を指定して送付した。

(4) 備考

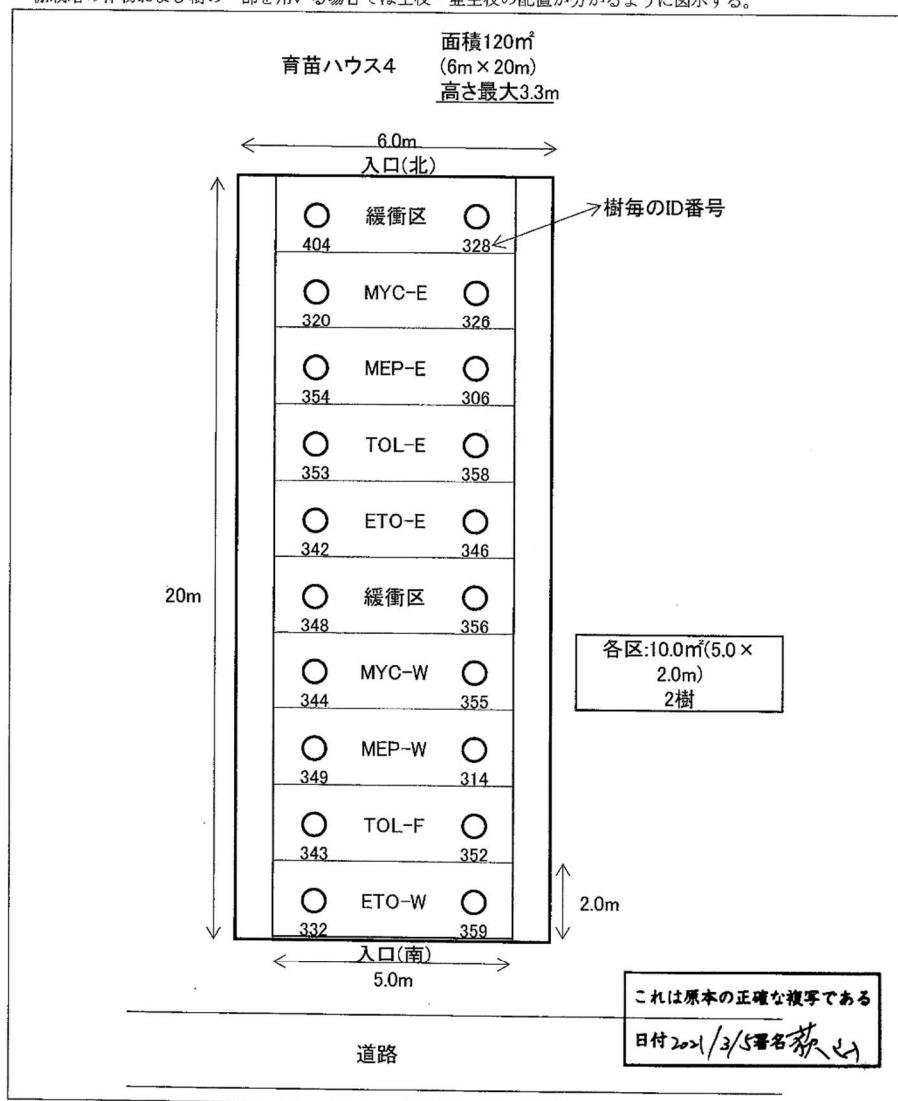
なし

III-① 試験区見取り図

IV-3

D. 試験区見取り図

無処理区を含む試験区の構成(試験区名、面積、株数・樹数)、相互の距離、通路の幅が把握できる概念図を記入する。貼付してもよい。施設を使用する場合はその施設の面積、体積(くん煙剤の場合)、及び高さも記入する。水田の場合は水口、水尻の位置を記入する。畦畔板・波板等を用いた場合はその区画を記載する。棚栽培の作物および樹の一部を用いる場合は主枝・垂主枝の配置が分かるように図示する。



記入日: 20/9/15 署名又は捺印: Y. I.

報告書ID: 2020UN--C

III-② 使用した農薬の記録

IV- 5

F. 農薬使用履歴

試験計画書（8-7.ほ場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。ただし展着剤、前作での種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）

T：他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

H：栽培者等からの聞き取り（聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入）

**正確な月日が不明な場合は”〇月”又は”〇月〇旬”という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は”〇倍散布”又は”RU”（登録内容に準拠）という表示でも可

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	温州みかん	ダブルフェースフロアブル	19/12/18	2000 倍	2020/9/15
	(日南 1 号)	粘着くん水和剤		500 倍	井國 佐文
		ハーベストオイル	20/2/21	60 倍	
		IC ボルドー-66D	20/3/18	80 倍	
		マイトコーネフロアブル		1000 倍	
		粘着くん水和剤		500 倍	
		デランフロアブル	20/4/23	1000 倍	
		粘着くん水和剤		500 倍	
		ウララ DF-500F cse)20/9/15 Y.E		5000 倍	
		アファーム乳剤		1000 倍	
		フルーツセイバー	20/5/22	1500 倍	
		ディアナ WDG		5000 倍	
		ダブルフェースフロアブル		2000 倍	
		アグリメック		1000 倍	
		粘着くん水和剤		500 倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

これは原本の正確な複写である

日付 2020/9/15 署名 井國 佐文

元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者と QA 以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 和田倉 誠也 確認日 2020/9/15

報告書 ID : 2020UN-C

F. 農薬使用履歴

試験計画書（8-7. ほ場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。ただし展着剤、前作での種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

***情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）**

T: 他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

H: 栽培者等からの聞き取り（聞き取り相手・聞き取り日を IX 連絡等の記録に記入）

****正確な月日が不明な場合は”〇月”又は”〇月〇旬”という表示でも可**

*****10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は”〇倍散布”又は”RU”（登録内容に準拠）という表示でも可**

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	温州みかん	コサイド 3000	20/6/24	2000 倍	2020/9/15
	(日南 1 号)	クレフノン		200 倍	井園 佳文
		デランフロアブル		1000 倍	
		粘着くん水和剤		500 倍	
		マイトコーネフロアブル		1000 倍	
		ジマンダイセン水和剤	20/7/30	400 倍	
		ウララ DF		2000 倍	
		アファーム乳剤		1000 倍	
		エクシレル SE		5000 倍	
		KY-0101 フロアブル	20/8/25	2000 倍 4000 倍 6000 倍	
		エクシレル SE		5000 倍	
		マイトコーネフロアブル	20/9/3	1000 倍	
		スターマイトフロアブル		2000 倍	
		トランシフォームフロアブル		1000 倍	
		粘着くん水和剤		500 倍	

ド番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

これは原本の正確な複写である

日付 2020/9/15 署名 井園

元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者と QA 以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 井園 佳文 確認日 2020/9/15

報告書 ID: 2020UN-C

F. 農藥使用履歷

試験計画書(8-7.ほ場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作での種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源は下記記号を記入する（作業者がその都度記録する場合は*の欄に斜線を引く）

T: 他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

H:栽培者等からの聞き取り(聞き取り相手・聞き取り日を JV 連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は”〇月”又は”〇月〇旬”という表示でも可

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は「○倍散布」又は「RIU」（登録内容に準拠）という表示でも可

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

主任試験官が判断した。 試験責任者に確認した。

これは原木の玉硝を清風丸にて

日付2021/3/5署名捺印

元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者とOA以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 神田倉 誠也， 確認日 20/9/15

報告書 ID: 2020UN-C

J. 防除管理の記録

試験計画書（8-7.は場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

*情報源、**処理年月日の記入は、F. 農薬使用履歴での記入方法を参照する。

***10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は”〇倍散布”又は”RU”（登録内容に準拠）という表示でも可

情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者とQA以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 和田倉 誠也 確認日 2020/4/5

報告書 ID: 2020UN-C

III-③ 気象に関する記録

VIII 気象に関する記録

VIII- /

A. 観測データ概要

観測地点	一般社団法人日本植物防疫協会 宮崎試験場 施設(エビ:育苗-4)
試験区と観測地点の凡そ距離	<input checked="" type="checkbox"/> オンサイトである <input type="checkbox"/> 近傍である <input type="checkbox"/> km 程度である
データ種別	<input type="checkbox"/> アメダスデータ <input type="checkbox"/> 常設観測機器によるデータ <input checked="" type="checkbox"/> オンサイトのデータ <input type="checkbox"/> その他
気温の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input checked="" type="checkbox"/> データロガー付き温度計 (GLP 機器番号 5213) <input checked="" type="checkbox"/> 気象表はエクセルで作表 <input type="checkbox"/> 自記式温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式最高最低温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式温度計 <input type="checkbox"/> その他
降水量の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input type="checkbox"/> 転倒ます型雨量計 (GLP 機器番号) <input type="checkbox"/> 自記式雨量計 <input type="checkbox"/> 読み取り式雨量計 <input type="checkbox"/> その他
観測時刻 (読み取りの場合)	おおむね _____ 時頃

記入日：20/11/4 署名又は捺印：Y. I

他の観測したデータがあれば観測方法等を説明

これは原本の正確な複写である
日付20/11/5 署名萩山

記入日：20/11/4 署名又は捺印：Y. I

報告書 ID: 2020UN-C

B. 観測データ

日付、気温及び降水量を含むデータを報告する。期間は少なくとも初回処理から最終試料採取までの期間とする。読み取り式の最高最低温度計を用いて観測した場合には、最高温度と最低温度を記録し、平均気温は記入しなくてよい。読み取り式温度計で定時観測した場合には、時間と気温を記録する。観測機器の出力データを印字して貼付又は添付してもよい。その場合は必ず日付と署名又は捺印を付す。アメダスの場合は日付、日平均気温、日最高気温、日最低気温、日降水量及び日照時間を含むデータを印字し、日付と署名又は捺印を付して貼付又は添付する。おんどりの場合は、設置期間を含めて試験計画書に従う。

気象表

てんきろくVer3

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)
2020年9月16日	24.6	27.1	23.5
2020年9月17日	28.2	35.3	23.5
2020年9月18日	29.5	39.9	25.0
2020年9月19日	25.5	31.3	21.9
2020年9月20日	23.2	29.8	18.9
2020年9月21日	23.6	33.8	15.9
2020年9月22日	25.0	35.4	19.5
2020年9月23日	25.7	32.7	22.0
2020年9月24日	22.1	24.5	21.2
2020年9月25日	25.7	33.5	21.3
2020年9月26日	24.0	31.1	20.1
2020年9月27日	24.7	33.2	17.9
2020年9月28日	22.8	31.5	16.3

観測地:宮崎県宮崎市佐土原町下那珂11913 日本植物防疫協会宮崎試験場施設(育苗-4)

観測機器:気温 おんどり TR-71Ui(GLP機器番号5213)

1日の観測期間(0:00~翌0:00、日界00時)、1時間毎に記録

データ集計ソフト:気象表自動作成ソフト「てんきろく Ver3」

気温:データ集計ソフトを用い、日毎の平均を算出および最高、最低気温を抽出した

2020/11/14 作成 Y. I

これは原本の正確な複写である

日付2021/3/5 署名 

記入日: 20/11/14 署名又は捺印: Y. I

報告書ID: 2020UN-C

3. 分析方法の詳細

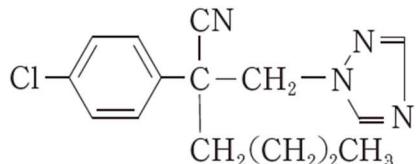
3-1. こまつな

① ミクロブタニル

1. 分析対象物質

ミクロブタニル

化学構造式 :



化学名 : (RS)-2-(4-chlorophenyl)-2-(1H-1,2,4-triazol-1-ylmethyl)hexanenitrile

化学式 : C₁₅H₁₇ClN₄

分子量 : 288.8

性状 : 無色針状結晶, 芳香臭

融点 : 71.7°C

蒸気圧 : 1.72×10⁻⁶Pa (25°C)

オクタノール／水分配係数 : log Pow = 1.98

溶解性 : 水 142mg/L (22°C)

メタノール >1000g/L, アセトン>1000g/L, ジクロロメタン >1000g/L,

キシレン 197.8g/L, n-ヘキサン 1.22g/L (以上 20°C)

安定性 : 熱 ; 安定, 加水分解性 ; pH5.0, pH7.0, pH9.0 で安定,

水中光分解性 半減期 ; 591 時間 (自然水 31°C)

出典 : 農薬ハンドブック 2016 年版

2. 標準品及び試薬

ミクロブタニル標準品 : 純度 99.8% (富士フィルム和光純薬製)

アセトン, ヘキサン, 酢酸エチル, ジエチルエーテル : 残留農薬試験用

(関東化学製)

メタノール : LC-MS 用 (関東化学製)

塩化ナトリウム : 特級 (関東化学製)

1mol/L 酢酸アンモニウム : 高速液体クロマト用 (関東化学製)

ぎ酸 : 特級 (関東化学製)

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

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

フロリジルミニカラム : Sep-Pak FL plus long cartridge 910mg (waters 製)

グラファイトカーボンミニカラム : Supelclean ENVI-Carb SPE Tube 250mg/6mL (シグマ アルドリッヂ製)

濾紙 : No.5A (桐山製作所製)

ガラス纖維濾紙 : GFP (桐山製作所製)

3. 装置及び機器

電子天秤: XSR205, XS4002S, PG2002(メトラー・トレド製), S-BOX WP(イシダ製)

ミキサー: クイジナート DLC-NXJ2(クイジナート製)、MK-K48P(パナソニック製)

振とう機: EL-01(スギヤマゲン製)

減圧濃縮器: R-134(柴田科学器械工業製)

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

Agilent 6410 Triple Quad LC-MS(アジレント・テクノロジー製)

データ処理ソフトウェア: MassHunter(アジレント・テクノロジー製)

4. 測定機器の操作条件

4.1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム: Atlantis T3 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 150mm, 粒径 3 μ m

溶離液: A 液 4mM 酢酸アンモニウム含有 1% ぎ酸水溶液

B 液 メタノール

[グラジエントテーブル]

時間 (分)	A 液 (%)	B 液 (%)
3	5	95
9.5	5	95
10.5	30	70

流量: 0.3 μ L/min

カラム温度: 40°C

注入量: 4 μ L

保持時間: 約 4.2 分

4.2. 質量分析計の操作条件

イオン化法: エレクトロスプレーイオン化法 (ESI), 正モード

脱溶媒ガス流量: 10L/min

脱溶媒ガス温度: 300°C

ネプライザー: 30psi

キャピラリー電圧: 3kV

コーン電圧: 50V

コリジョン電圧: 20V

イオン抽出方法: MRM 法

モニタリングイオン: プリカーサーイオン; m/z 288.8

プロダクトイオン; m/z 125

5. 検量線の作成

ミクロブタニル標準品 20.0mg を精秤後アセトンで溶解し, 20mL 定容とし 1000mg/L 標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して 40mg/L 標準溶液を調製し, さ

らにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して 0.00125, 0.0025, 0.005, 0.025 及び 0.05mg/L の標準溶液を調製した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてミクロブタニルのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng)、縦軸にピーク面積をとて検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、有姿のまま冷凍庫 (-20°C 設定) に保管した。分析直前にミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

6.2. 抽出

磨碎均一化した試料 20g をはかりとり、アセトン 100mL を加え振とう機を用い 30 分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス纖維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン 50mL で洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで 200mL に定容した。この 10mL (試料 1g 相当量) を取り、40°C 以下の水浴中で減圧濃縮しアセトンを留去した。

6.3. 多孔性ケイソウ土カラムによる精製

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

6.4. フロリジルミニカラムによる精製

フロリジルミニカラムにヘキサン 5mL を流下し前処理をした。残留物をヘキサン 5mL で溶解しミニカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ヘキサン 5mL で容器内を洗い込みカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ジエチルエーテル／ヘキサン (50:50, v/v) 10mL で容器内を洗い込みミニカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、アセトン／ヘキサン (50:50, v/v) 10mL を流下し、ミクロブタニルを溶出した。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.5. グラファイトカーボンミニカラムによる精製

グラファイトカーボンミニカラムにアセトン 5mL、ヘキサン 10mL を順次流下し前処理をした。残留物をヘキサン／アセトン (80:20, v/v) 10mL で溶解しミニカラムに流下した。次に、同混液 10mL で容器内を洗い込み流下した。同様の操作を 2 回繰り返し行い、全流出液を合わせ溶出液とした。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.6. 定量

残留物を適量のメタノールで溶解し、前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入してピーク面積を求め、検量線よりミクロブタニルの重量を求めて試料中の残留濃度を算出した。

7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.01	1	4	4	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	検出限界 (mg/kg)
0.005	1	4	4	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防茨城の無処理試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg), 1mg/kg, 及び 1mg/kg 添加濃度における回収試験を 5 連分析で実施した。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)					平均回収率 (%)	RSD _r
		5.0	97,	95,	94,	90,		
日植防 茨城	5.0	97,	95,	94,	90,	89	93	4
	1.0	97,	96,	96,	95,	93	95	2
	0.01	110,	100,	100,	90,	90	98	9

9. 試料分析結果

試料調製場所	経過日数	分析値(mg/kg)	
		乳剤	水和剤
散布前		<0.01	
日植防茨城	散布 1 日後	1.71	2.21
	散布 3 日後	0.87	1.23
	散布 7 日後	0.19	0.19
散布前		<0.01	
日植防高知	散布 1 日後	2.17	3.01
	散布 3 日後	0.71	1.17
	散布 7 日後	0.10	0.12
散布前		<0.01	
日植防宮崎	散布 1 日後	2.28	2.93
	散布 3 日後	1.24	1.32
	散布 7 日後	0.55	0.56

※試験区試料の分析は1連で実施

10. 精度管理

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

管理基準：各調製場所の実試料分析と保存安定性試験を行うごとに、各1検体の無処理試料及びミクロブタニル 0.1mg/kg 添加試料(クオリティーコントロール試料)を分析した。その結果、下表に示すように問題は認められなかった。

又 2019年6月実施の食品衛生精度管理比較調査(一般財団法人食品薬品安全センター)における結果は良好であった。

分析日 (抽出日)	回収率 (%)	無処理試料 の分析値 (mg/kg)	使用した 無処理試料	対象試料
2020/11/30	94	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
12/1	93	<0.01	日植防茨城	日植防高知 日植防宮崎
12/3	89	<0.01	日植防茨城	日植防茨城 日植防高知

12/4	89	< 0.01	日植防茨城	日植防高知 日植防宮崎
12/21	95	< 0.01	日植防茨城	保存安定性試料

11. 保存安定性確認

磨碎均一化した無処理試料（日植防茨城）にミクロブタニルを添加し、冷凍暗所（-20°C設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

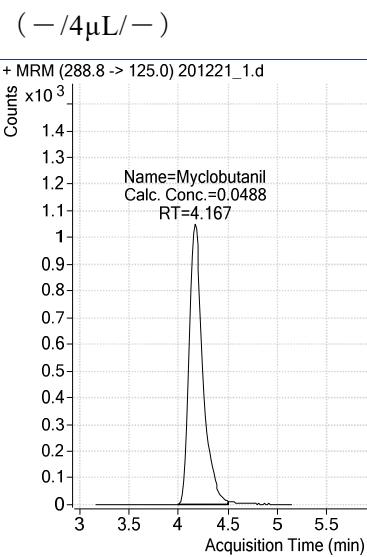
添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
1.0	74 (2020/10/8-2020/12/21)	91,91	91

実試料最長保存日数：日植防茨城 55 日間，日植防高知 35 日間，日植防宮崎 28 日間

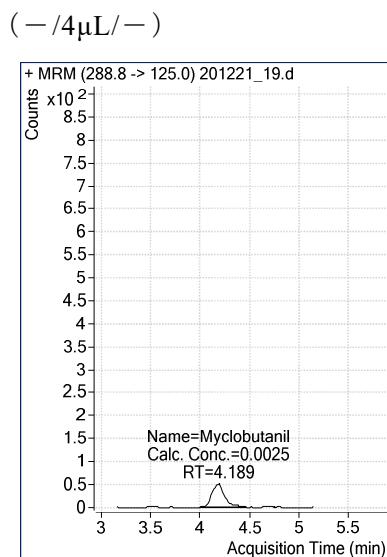
12. 参考添付図

各クロマトグラムの一例を示す。

- 図 1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム
- 図 2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム
- 図 3. 回収率のクロマトグラム
- 図 4-1. 散布前試料のクロマトグラム
- 4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム
- 4-3. 日植防高知試料のクロマトグラム
- 4-4. 日植防宮崎試料のクロマトグラム
- 図 5. 内部精度管理のクロマトグラム
- 図 6. 保存安定性試料のクロマトグラム

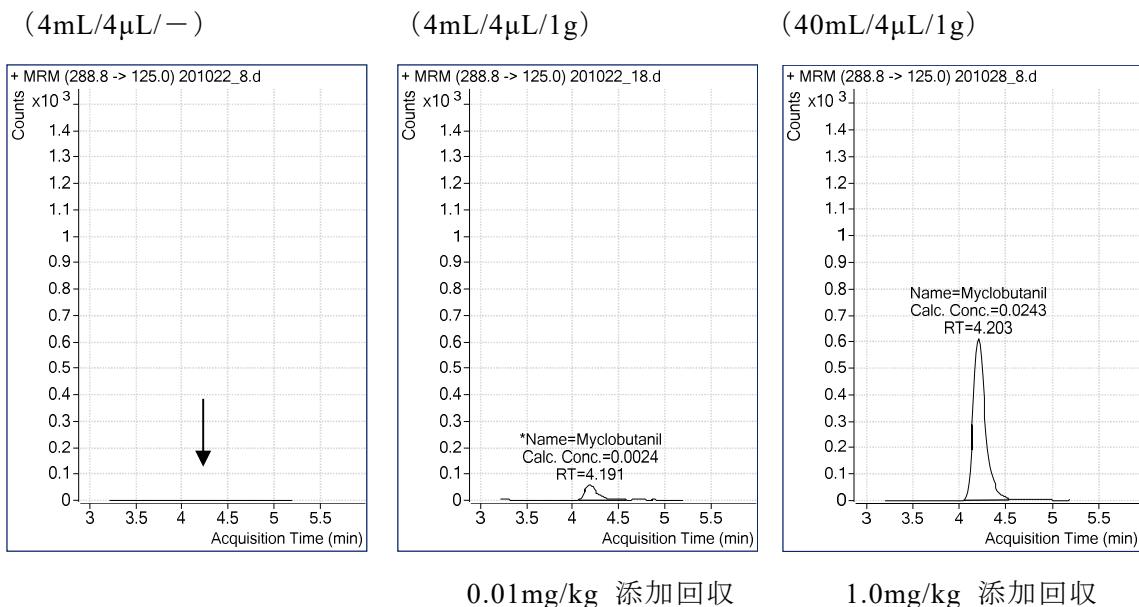


標準品 0.2ng



標準品 0.01ng

図 1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム



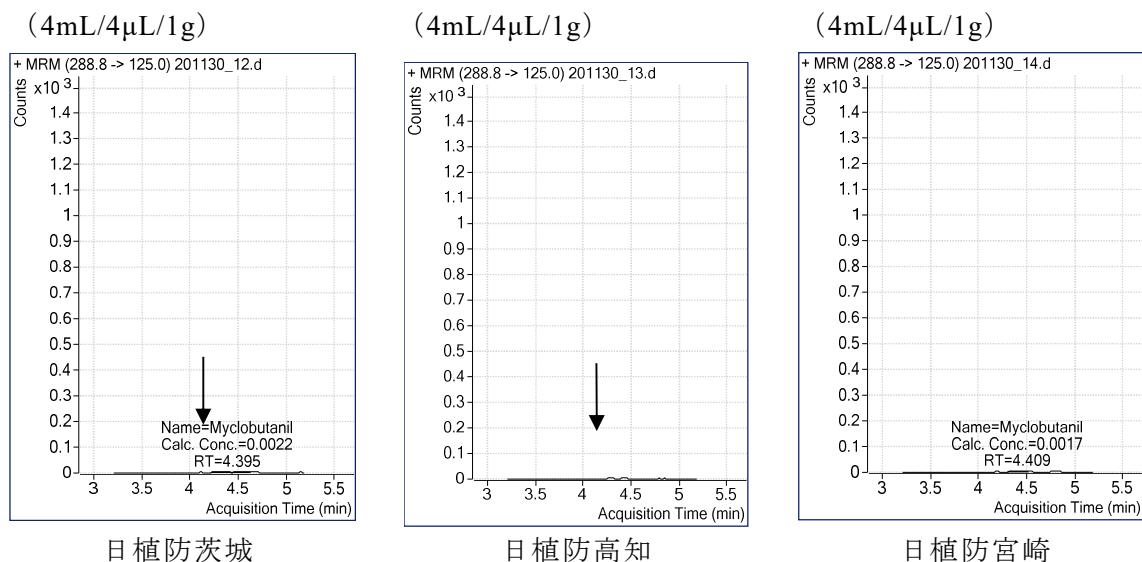


図 4-1. 散布前試料のクロマトグラム

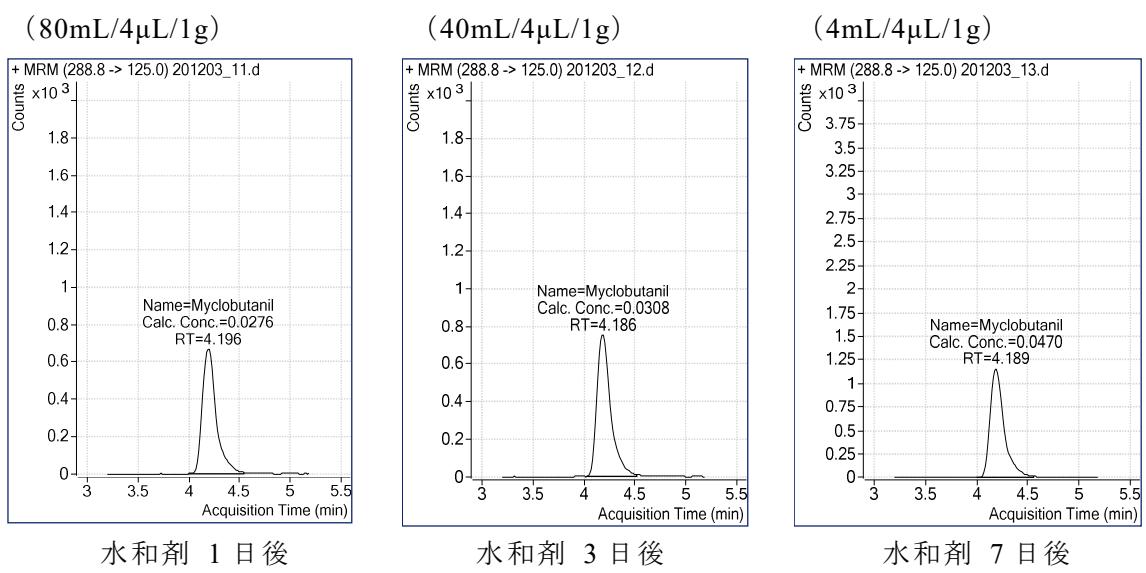
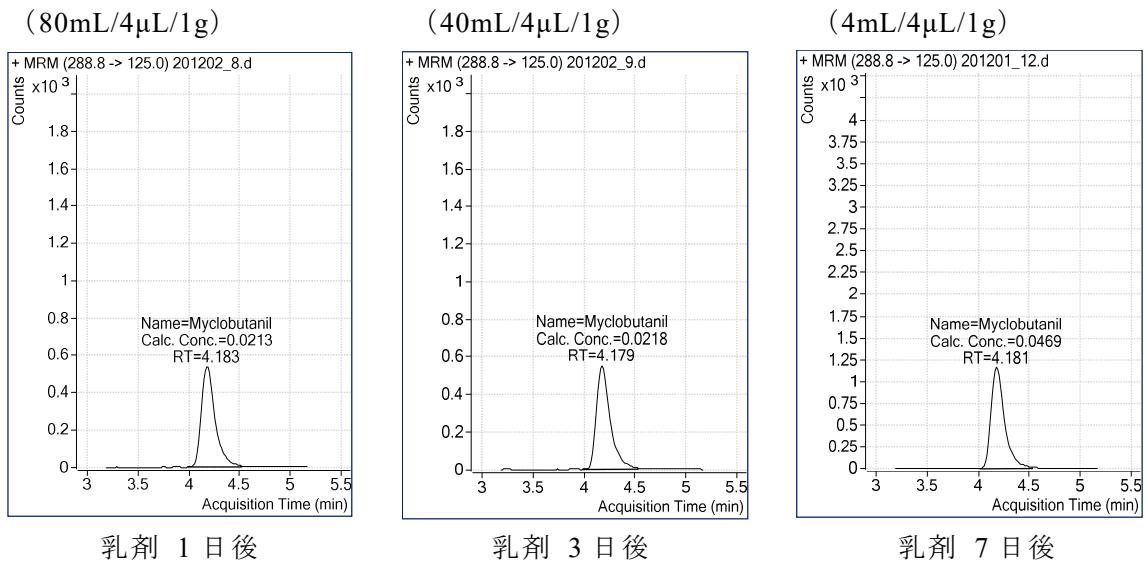


図 4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム

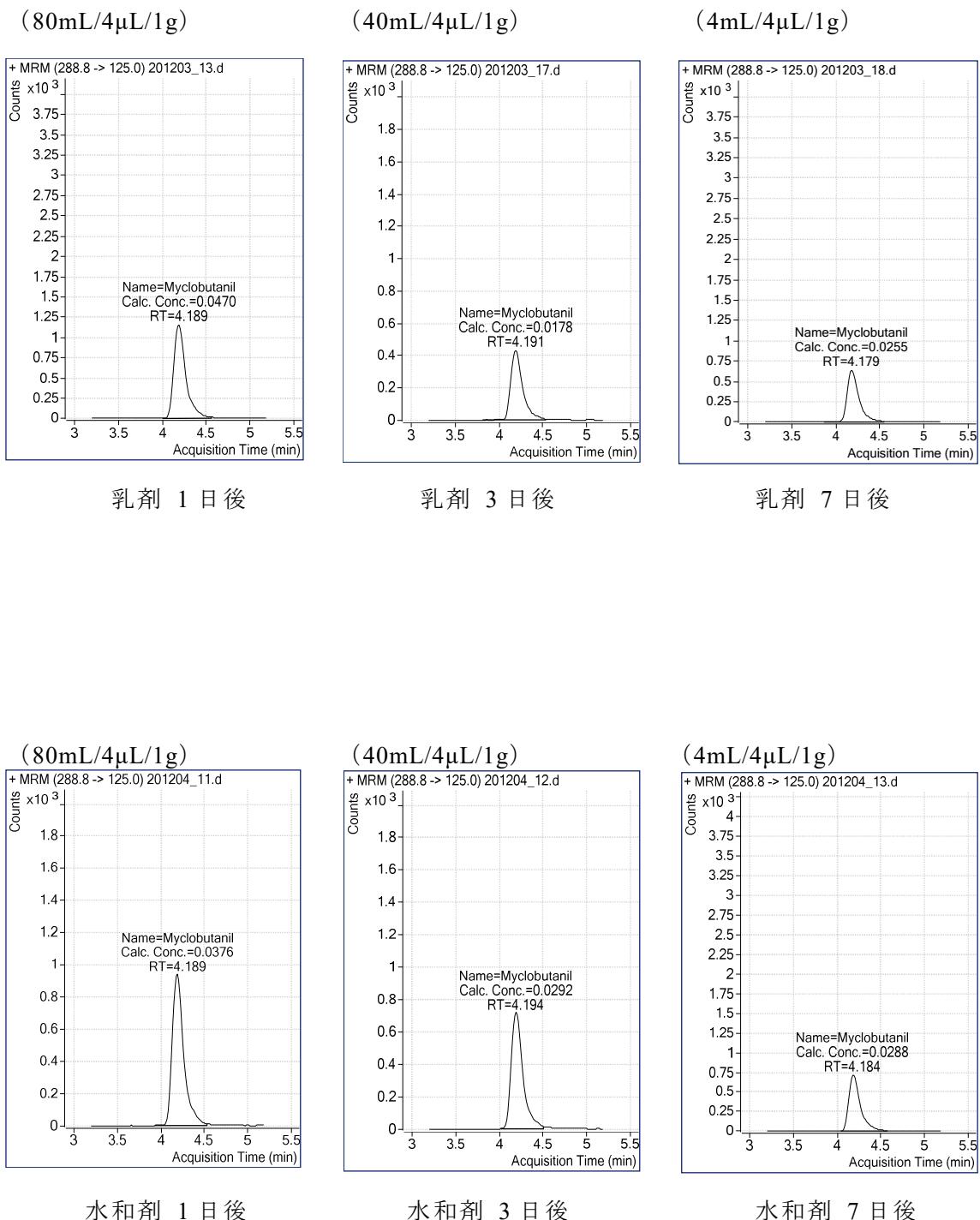


図 4-3. 日植防高知試料のクロマトグラム

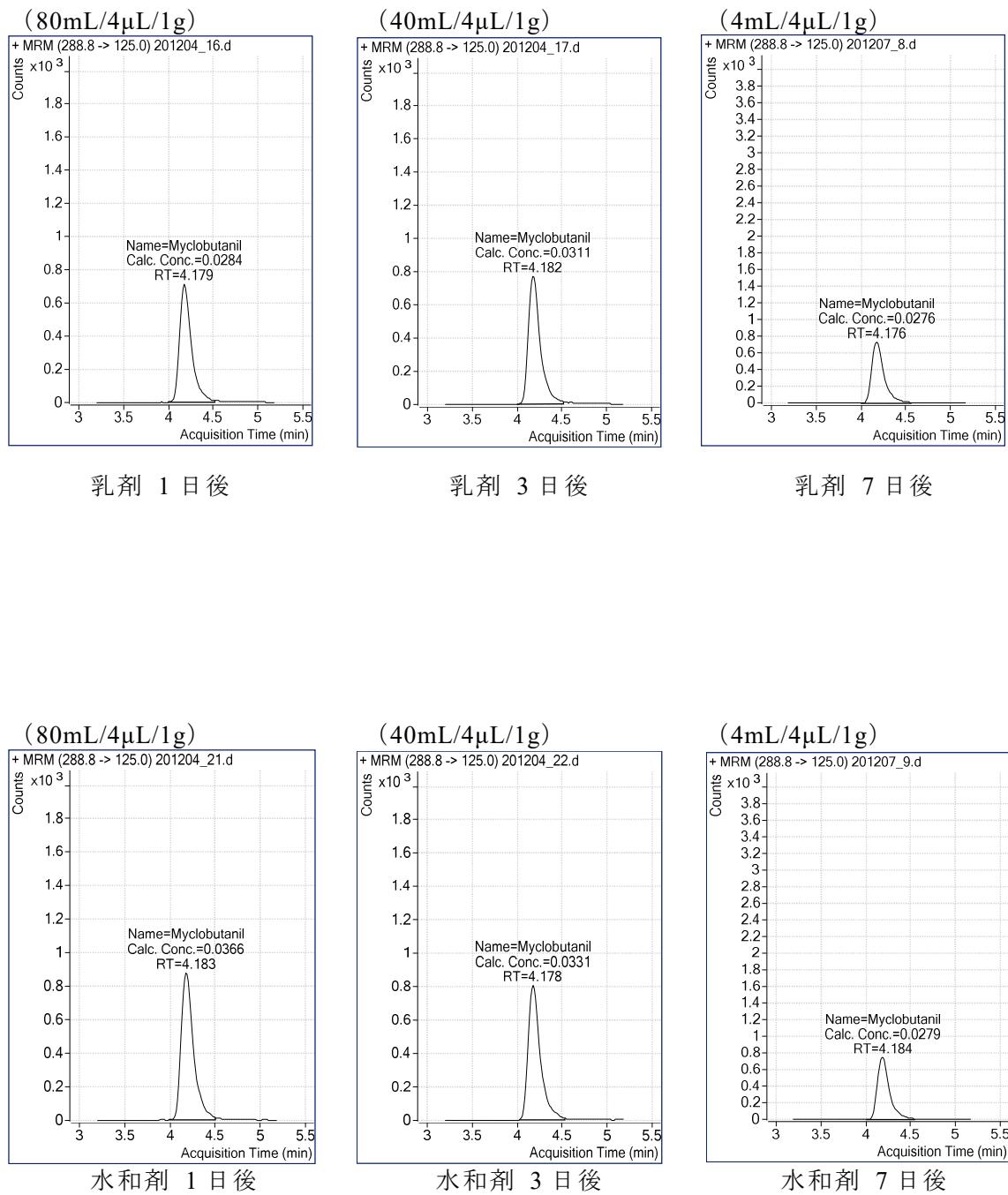


図 4-4. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

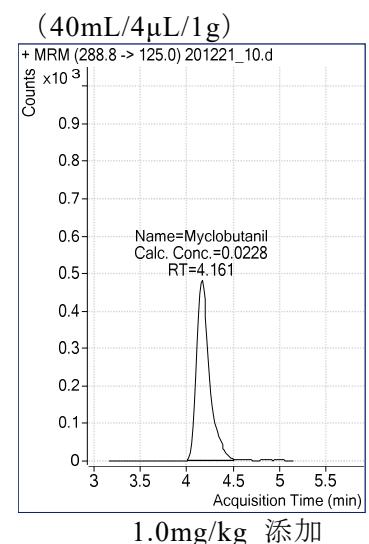
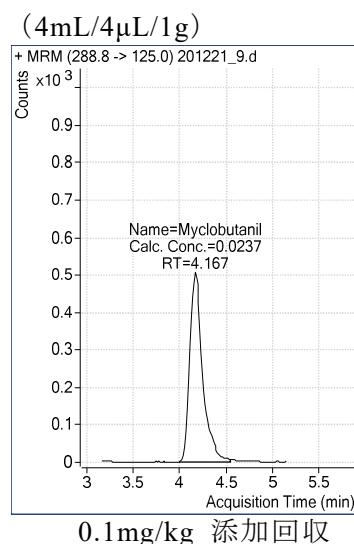
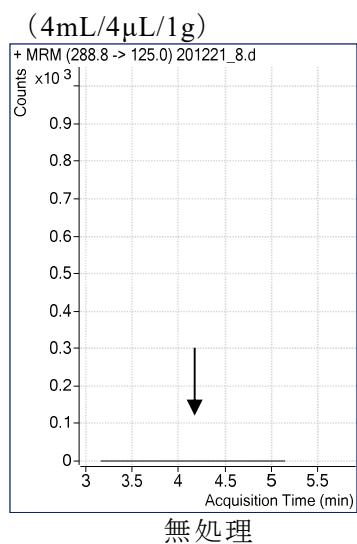


図 5. 内部精度管理のクロマトグラム

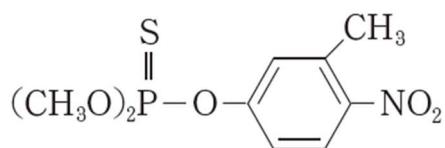
図 6. 保存安定性試料
のクロマトグラム

② MEP

1. 分析対象物質

MEP

化学構造式 :



化学名 : *O,O*-dimethyl *O*-4-nitro-*m*-tolyl phosphorothioate

化学式 : C₉H₁₂NO₅PS

分子量 : 277.2

性状 : 淡黄色透明な液体, わずかに特異なにおい

融点 : 常温で液体

蒸気圧 : 1.57×10⁻³ Pa (25°C)

オクタノール／水分配係数 : log Pow = 3.43 (20°C)

溶解性 : 水 19.0 mg/L, ヘキサン 25 g/L, イソプロパノール 146 g/L,

その他の有機溶剤に易溶 (以上 20°C)

安定性 : 熱; 室温で安定 (150~190°Cで酸素と反応)

加水分解性半減期; 57 日 (pH 7.1, 30°C)

水中光分解半減期; 1.1 日 (河川水)

出典 : 農薬ハンドブック 2016 年版

2. 標準品及び試薬

MEP 標準品 : 純度 99.3% (富士フィルム和光純薬製)

アセトン, ヘキサン, ジエチルエーテル : 残留農薬試験用 (関東化学製)

塩化ナトリウム : 特級 (関東化学製)

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

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

フロリジルミニカラム : Sep-Pak FL plus long cartridge 910mg (waters 製)

グラファイトカーボンミニカラム : Supelclean ENVI-Carb SPE Tube 250mg/6mL (シグマ アルドリッヂ製)

濾紙 : No.5A (桐山製作所製)

ガラス纖維濾紙 : GFP (桐山製作所製)

3. 装置及び機器

電子天秤 : XSR205, XS4002S, PG2002 (メトラー・トレド製), S-BOX WP (イシダ製)

ミキサー: クイジナート DLC-NXJ2 (クイジナート製)、MK-K48P (パナソニック製)

振とう機: EL-01 (スギヤマゲン製)

減圧濃縮器: R-134 (柴田科学器械工業製)

ガスクロマトグラフ (GC) : HP6890 (アジレント・テクノロジー製)

データ処理ソフトウェア : ChemStation (アジレント・テクノロジー製)

4. ガスクロマトグラフの操作条件

検出器 : FPD

カラム : RESTEK-5 (RESTEK 製)

内径 0.53mm, 長さ 15m, 膜厚 1.5μm

ガス流量 (ヘリウム) : 2 mL/min

カラム温度 : カラム槽温度 ; 100°C→25°C/分→220°C(2.2 分)→30°C/分→250°C
(1 分)

注入口温度 : 200°C

検出器温度 : 250°C

注入方式 : パルスドスプリットレス

注入量 : 2 μL

保持時間 : 約 5.2 分

5. 検量線の作成

MEP 標準品 20.1mg を精秤後アセトンで溶解し, 20mL 定容とし 1000mg/L 標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して 40mg/L 標準溶液を調製し, さらにこの標準溶液をアセトンで順次希釈して 0.0125, 0.025, 0.05, 0.25 及び 0.5mg/L の標準溶液を調製した。この溶液を前記条件のガスクロマトグラフに注入し, データ処理装置を用いて MEP のピーク面積を測定し, 横軸に重量 (ng), 縦軸にピーク面積をとて検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は, 有姿のまま冷凍庫 (-20°C 設定) に保管した。分析直前にミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

6.2. 抽出

磨碎均一化した試料 20g をはかりとり, アセトン 100mL を加え振とう機を用いて 30 分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス纖維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後, 残渣をアセトン 50mL で洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ, アセトンで 200mL に定容した。この 50mL (試料 5g 相当量) を取り, 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮しアセトンを留去した。

6.3. 多孔性ケイソウ土カラムによる精製

濃縮液に塩化ナトリウムを 0.5g 加え振り混ぜ, 多孔性ケイソウ土カラムに流下した。5 分間放置後, ヘキサン 10mL で容器内を洗い込みカラムに流下した。さらに, ヘキサン 20mL で同様の操作を繰り返し, 全流出液を合わせ取り溶出液とした。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し, 最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.4. フロリジルミニカラムによる精製

フロリジルミニカラムにヘキサン 5mL を流下し前処理をした。残留物をヘキサン 5mL で溶解しミニカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ヘキサン 5mL で容器内を洗い込みカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ジエチルエーテル/ヘキサン (50:50, v/v) 10mL で容器内を洗い込みミニカラムに流下し、MEP を溶出した。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.5. グラファイトカーボンミニカラムによる精製

グラファイトカーボンミニカラムにアセトン 5mL、ヘキサン 10mL を順次流下し前処理をした。残留物をヘキサン/アセトン (80:20, v/v) 10mL で溶解しミニカラムに流下した。次に、同混液 10mL で容器内を洗い込み流下した。同様の操作を 2 回繰り返し行い、全流出液を合わせ溶出液とした。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.6. 定量

残留物を適量のアセトンで溶解し、前記条件のガスクロマトグラフに注入してピーカ面積を求め、検量線より MEP の重量を求めて試料中の残留濃度を算出した。

7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.05	5	2	2	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	検出限界 (mg/kg)
0.025	5	2	2	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防茨城の無処理試料を用いて定量限界相当量 (0.01mg/kg), 1mg/kg 及び 50mg/kg の添加濃度における回収試験を 5 連分析で実施した。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r
日植防 茨城	50.0	115, 105, 105, 105, 101	106	5
	1.0	101, 100, 99, 97, 94	98	3
	0.01	110, 110, 110, 110, 100	108	4

9. 試料分析結果

試料調製場所	経過日数	分析値(mg/kg)	
		乳剤	水和剤
日植防茨城	散布前	<0.01	
	散布 1 日後	24.0	29.7
	散布 3 日後	11.4	21.9
	散布 7 日後	2.56	5.36
青森植	散布前	<0.01	
	散布 1 日後	9.41	15.9
	散布 3 日後	4.85	7.56
	散布 7 日後	2.77	5.77
三重植	散布前	<0.01	
	散布 1 日後	37.2	47.6
	散布 3 日後	22.4	17.3
	散布 7 日後	6.91	9.29

※試験区試料の分析は1連で実施

10. 精度管理

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

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

又2019年6月実施の食品衛生精度管理比較調査(一般財団法人食品薬品安全センター)における結果は良好であった。

分析日 (抽出日)	回収率 (%)	無処理試料 の分析値 (mg/kg)	使用した 無処理試料	対象試料
日植防茨城				
2020/12/1	98	<0.01	日植防茨城	青森植
				三重植
12/8	108	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
12/9	99	<0.01	日植防茨城	青森植
12/14	99	<0.01	日植防茨城	三重植
12/22	97	<0.01	日植防茨城	保存安定性試料

11. 保存安定性確認

磨碎均一化した無処理試料（日植防茨城）に MEP を添加し、冷凍暗所（-20°C 設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
1.0	75 (2020/10/8-2020/12/22)	94.92	93

実試料最長保存日数：日植防茨城 60 日間、青森植 57 日間、三重植 27 日間

12. 参考添付図

各クロマトグラムの一例を示す。

- 図 1. MEP 標準品のクロマトグラム
- 図 2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム
- 図 3. 回収率のクロマトグラム
- 図 4-1. 散布前試料のクロマトグラム
- 4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム
- 4-3. 青森植試料のクロマトグラム
- 4-4. 三重植試料のクロマトグラム
- 図 5. 内部精度管理のクロマトグラム
- 図 6. 保存安定性試料のクロマトグラム

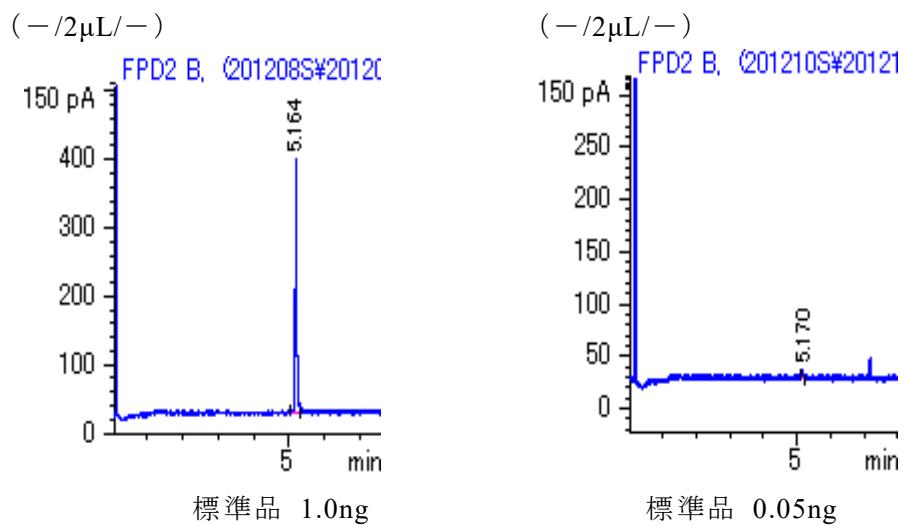


図 1. MEP 標準品のクロマトグラム

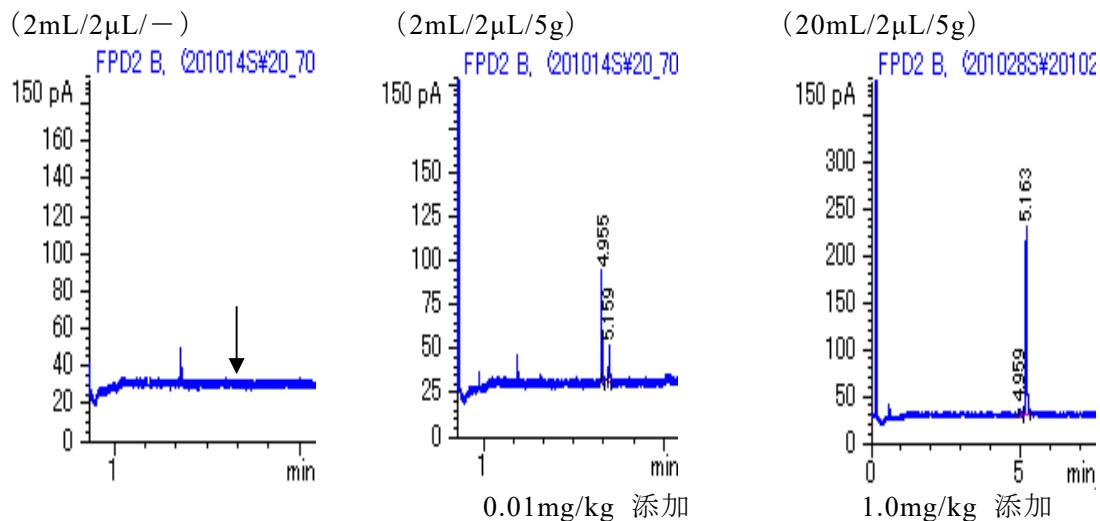


図 2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

図 3. 回収率のクロマトグラム

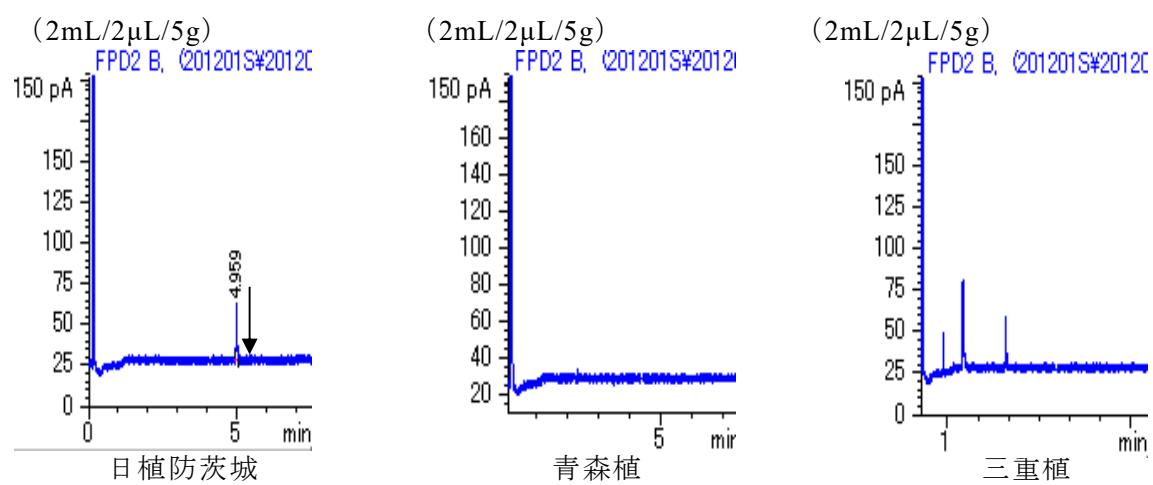


図 4-1. 散布前試料のクロマトグラム

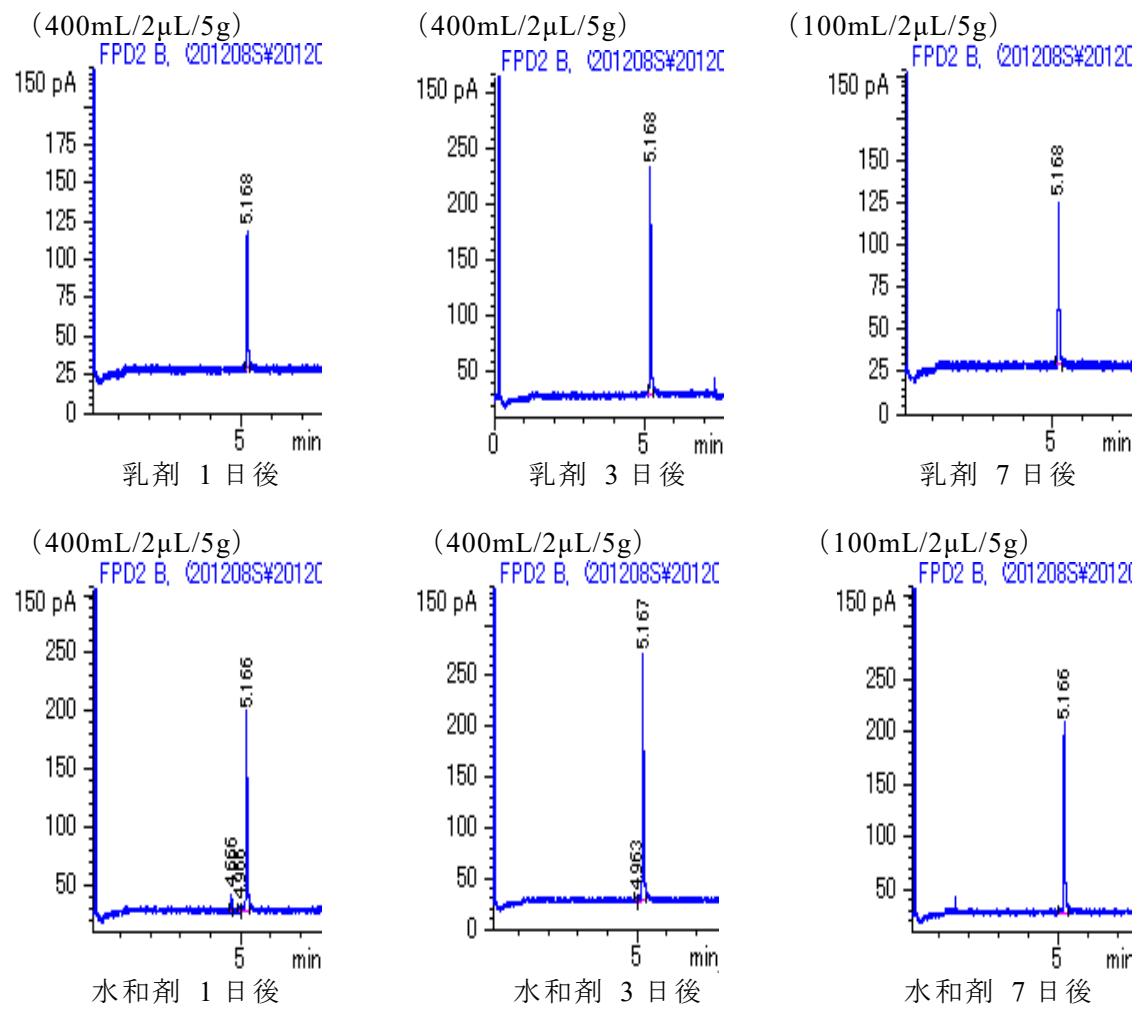


図 4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム

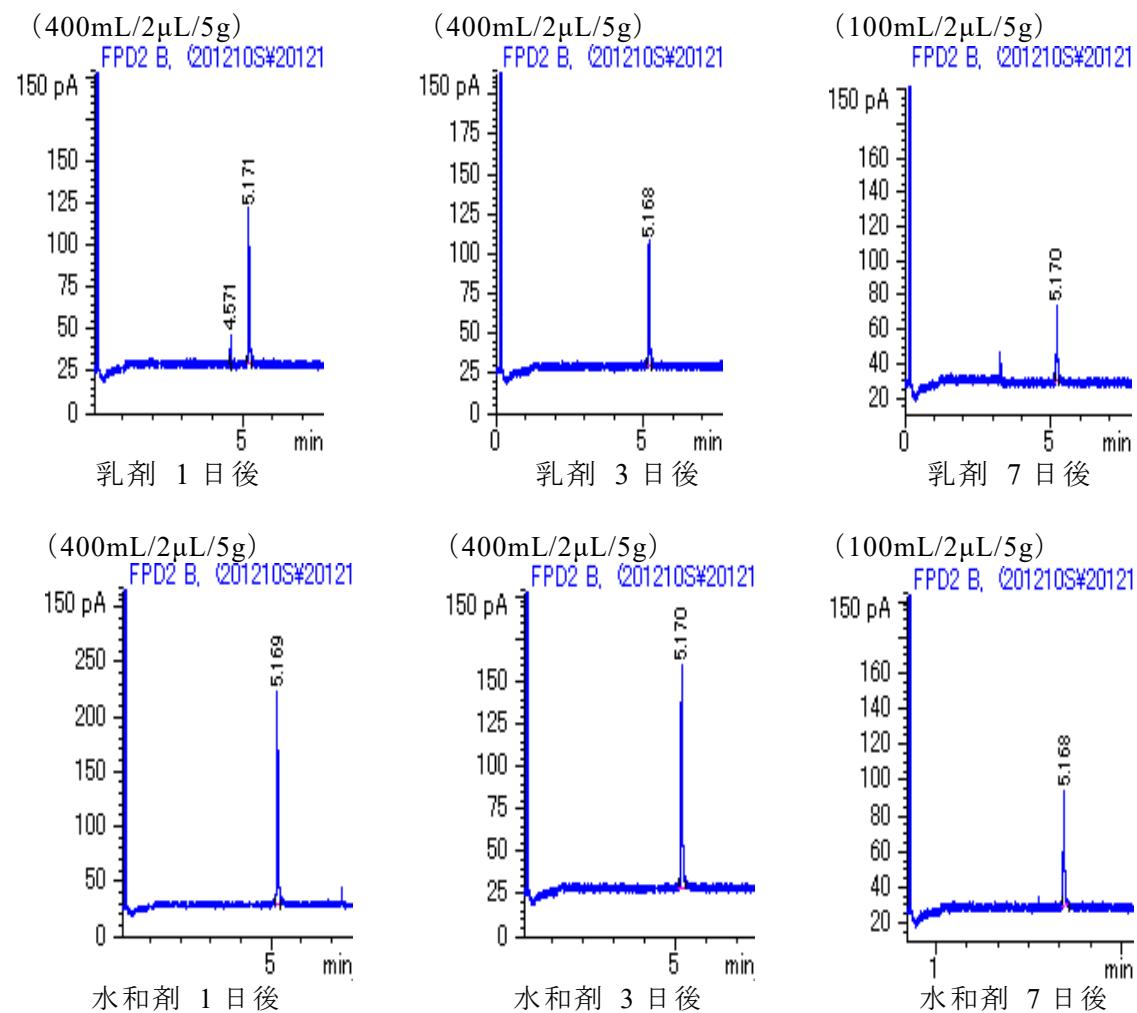
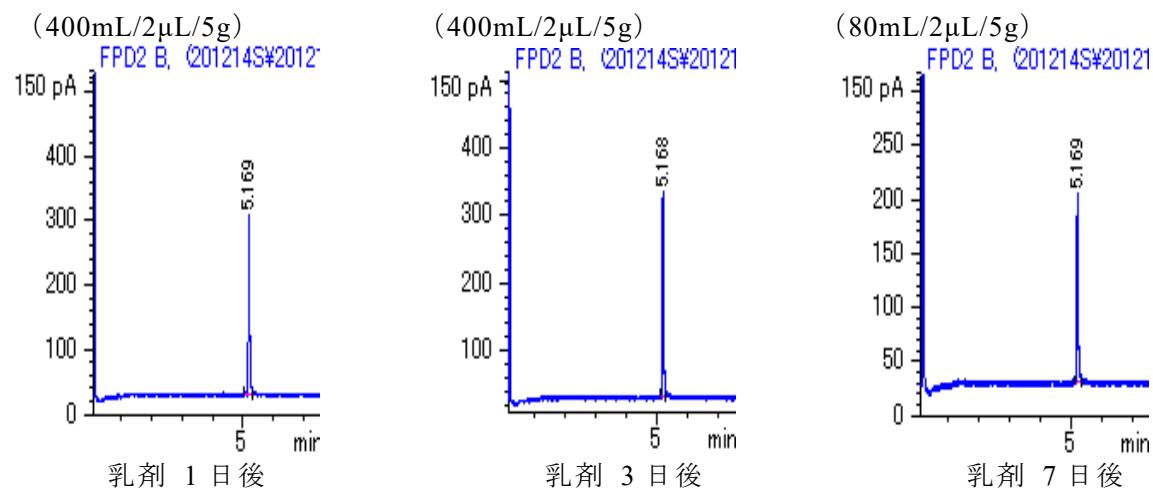


図 4-3. 青森植のクロマトグラム



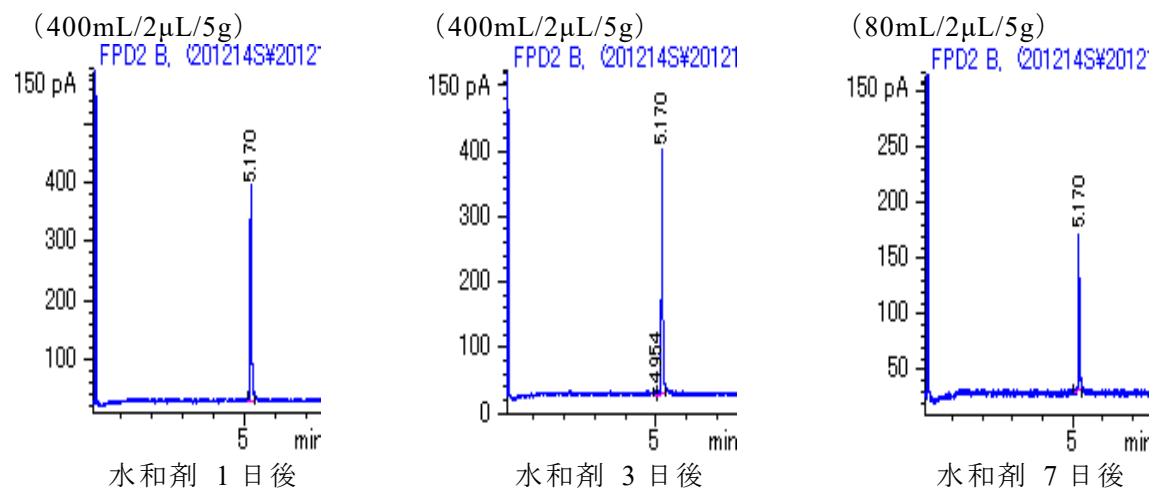


図 4-4. 三重植のクロマトグラム

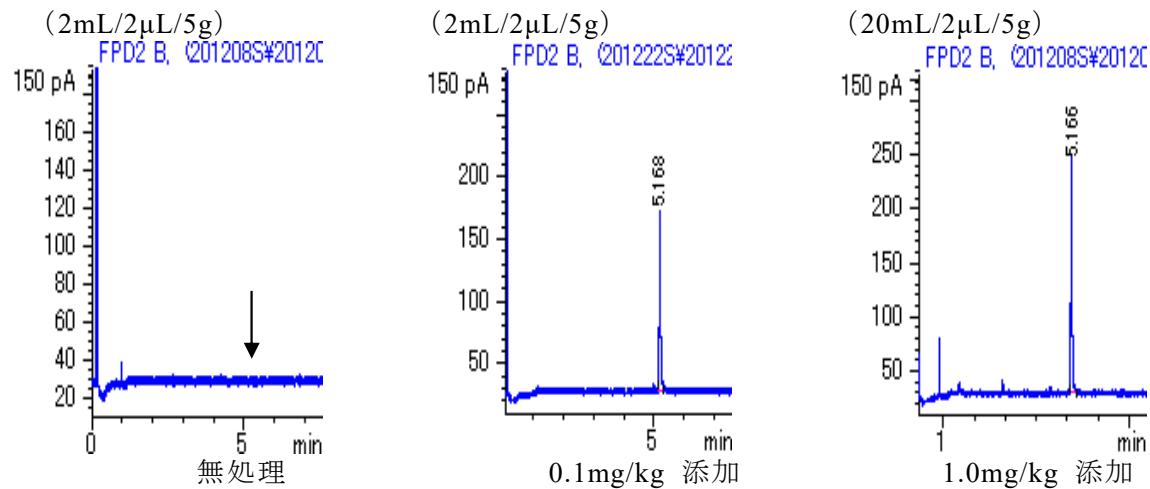


図 5. 精度管理のクロマトグラム

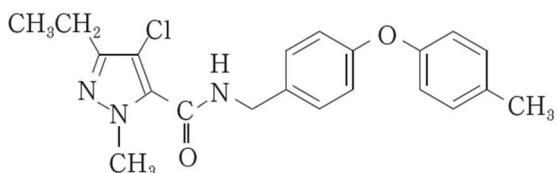
図 6. 保存安定性試料のクロマトグラム

残留分析詳細③ トルフェンピラド

1. 分析対象物質

トルフェンピラド

化学構造式：



化学名：4-chloro-3-ethyl-1-methyl-N- [4-(*p*-tolyloxy)benzyl] pyrazole-5-carboxamide

化学式：C₂₁H₂₂ClN₃O₂

分子量：383.9

性状：類白色粉末，無臭

融点：87.8～88.2°C

蒸気圧：5×10⁻⁷ Pa (20°C)

オクタノール／水分配係数：log Pow=5.61 (25°C)

溶解性：水 0.087 mg/L, n-ヘキサン 7.41 g/L, トルエン 366 g/L, メタノール 59.6 g/L, ジクロロメタン >500 g/L, アセトン 368 g/L, 酢酸エチル 339 g/L (以上 25°C)

安定性：熱；安定，加水分解性半減期 (25°C) ;1 年以上 (pH 4, pH 7, pH 9)
水中光分解性半減期 (25°C) ;11.4 日 (蒸留水, 太陽光), 11.3 日 (自然水, 太陽光)

出典：農薬ハンドブック 2016 年版

2. 標準品及び試薬

トルフェンピラド標準品：純度 99.8% (関東化学製)

アセトン, ヘキサン, 酢酸エチル, ジエチルエーテル：残留農薬試験用
(関東化学製)

メタノール：LC-MS 用 (関東化学製)

塩化ナトリウム：特級 (関東化学製)

1mol/L 酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用 (関東化学製)

ぎ酸：特級 (関東化学製)

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

フロリジルミニカラム：Sep-Pak FL plus long cartridge 910mg (waters 製)

濾紙：No.5A (桐山製作所製)

ガラス纖維濾紙：GFP (桐山製作所製)

3. 装置及び機器

電子天秤：XSR205, XS4002S, PG2002 (メトラー・トレド製), S-BOX WP (イシダ製)

ミキサー：クイジナート DLC-NXJ2(クイジナート製)、MK-K48P(パナソニック製)

振とう機:EL-01(スギヤマゲン製)

減圧濃縮器:R-134(柴田科学器械工業製)

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

Agilent 6410 Triple Quad LC-MS(アジレント・テクノロジー製)

データ処理ソフトウェア:MassHunter(アジレント・テクノロジー製)

4. 測定機器の操作条件

4.1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム：Atlantis T3 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 150mm, 粒径 3μm

溶離液：A 液 4mM 酢酸アンモニウム含有 1% ぎ酸水溶液

B 液 メタノール

[グラジエントテーブル]

時間 (分)	A 液 (%)	B 液 (%)
3	5	95
9.5	5	95
10.5	30	70

流量：0.3μL/min

カラム温度：40°C

注入量：4 μL

保持時間：約 6.2 分

4.2. 質量分析計の操作条件

イオン化法：エレクトロスプレーイオン化法 (ESI), 正モード

脱溶媒ガス流量：10L/min

脱溶媒ガス温度：300°C

ネブライザー：30psi

キャピラリー電圧：3kV

コーン電圧：50V

コリジョン電圧：20V

イオン抽出方法：MRM 法

モニタリングイオン：プリカーサーイオン；m/z 384.1

プロダクトイオン；m/z 197.1

5. 検量線の作成

トルフェンピラド標準品 20.0mg を精秤後アセトンで溶解し、20mL 定容とし 1000mg/L 標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して 40mg/L 標準溶液を 調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して 0.00025, 0.0005, 0.001, 0.005 及び 0.01mg/L の標準溶液を調製した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてトルフェンピラドのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng)、縦軸にピーク面積をとて検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、有姿のまま冷凍庫 (-20°C 設定) に保管した。分析直前にミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

6.2. 抽出

磨碎均一化した試料 20g をはかりとり、アセトン 100mL を加え振とう機を用い 30 分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス纖維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン 50mL で洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで 200mL に定容した。この 10mL (試料 1g 相当量) を取り、40°C 以下の水浴中で減圧濃縮しアセトンを留去した。

6.3. 多孔性ケイソウ土カラムによる精製

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

6.4. フロリジルミニカラムによる精製

フロリジルミニカラムにヘキサン 5mL を流下し前処理をした。残留物をヘキサン 5mL で溶解しミニカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ヘキサン 5mL で容器内を洗い込みカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ジエチルエーテル／ヘキサン (50:50, v/v) 10mL で容器内を洗い込みミニカラムに流下した。次に、アセトン／ヘキサン (50:50, v/v) 10mL を流下し、全流出液を合わせ取り溶出液とした。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.5. 定量

残留物を適量のメタノールで溶解し、前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入してピーク面積を求め、検量線よりトルフェンピラドの重量を求めて試料中の残留濃度を算出した。

7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.002	1	20	4	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	検出限界 (mg/kg)
0.001	1	20	4	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防茨城の無処理試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg), 1mg/kg, 及び 20mg/kg 添加濃度における回収試験を 5 連分析で実施した。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r
日植防 茨城	20.0	88, 83, 83, 82, 81	83	3
	1.0	93, 92, 89, 88, 86	90	3
	0.01	90, 90, 80, 70, 70	80	13

9. 試料分析結果

試料調製場所	経過日数	分析値(mg/kg)	
		乳剤	フロアブル
散布前		<0.01	
日植防高知	散布 1 日後	10.2	13.6
	散布 3 日	6.21	7.79
	散布 7 日	1.97	2.22
	..		
散布前		<0.01	
福島植	散布 1 日後	6.28	9.01
	散布 3 日	4.05	6.67
	散布 7 日	1.66	2.32
	..		
散布前		<0.01	
奈良植	散布 1 日後	5.21	5.57
	散布 3 日	3.04	4.51
	散布 7 日	1.59	2.24
	..		

※試験区試料の分析は 1 連で実施

10. 精度管理

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

管理基準：各調製場所の実試料分析と保存安定性試験を行うごとに、各 1 検体の無処理試料及びトルフェンピラド 0.1mg/kg 添加試料（クオリティーコントロール試料）を分析した。その結果、下表に示すように問題は認められなかった。

又 2019 年 6 月実施の食品衛生精度管理比較調査（一般財団法人食品薬品安全センター）における結果は良好であった。

分析日 (抽出日)	回収率 (%)	無処理試料 の分析値 (mg/kg)	使用した 無処理試料	対象試料
日植防高知				
2020/11/30	85	< 0.01	日植防高知	福島植 奈良植
12/ 10	75	< 0.01	日植防高知	日植防高知
12/ 16	89	< 0.01	日植防高知	福島植 奈良植
12/21	82	< 0.01	日植防高知	保存安定性試料

11. 保存安定性確認

磨碎均一化した無処理試料（日植防茨城）にトルフェンピラドを添加し、冷凍暗所（-20°C設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
1.0	54 (2020/10/28 – 2020/12/22)	83,80	82

実試料最長保存日数：日植防高知 43 日間、福島植 49 日間、奈良植 46 日間

12. 参考添付図

各クロマトグラムの一例を示す。

図 1. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

図 2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

図 3. 回収率のクロマトグラム

図 4-1. 散布前試料のクロマトグラム

4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

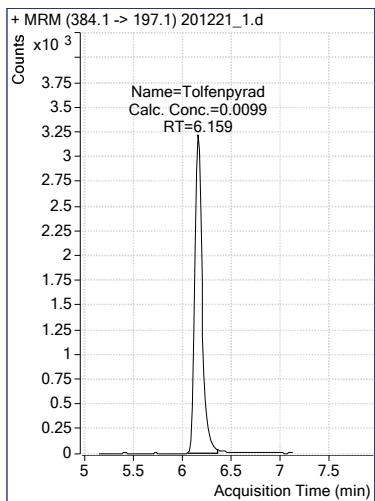
4-3. 福島植試料のクロマトグラム

4-4. 奈良植試料のクロマトグラム

図 5. 内部精度管理のクロマトグラム

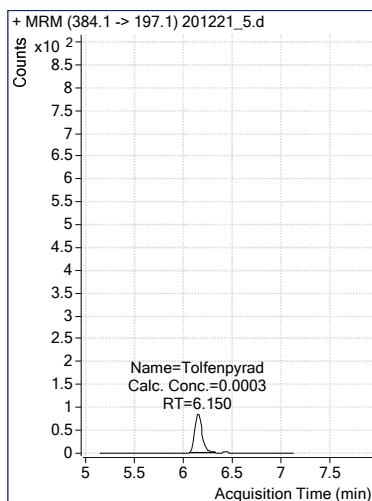
図 6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(-/4μL/-)



標準品 0.02ng

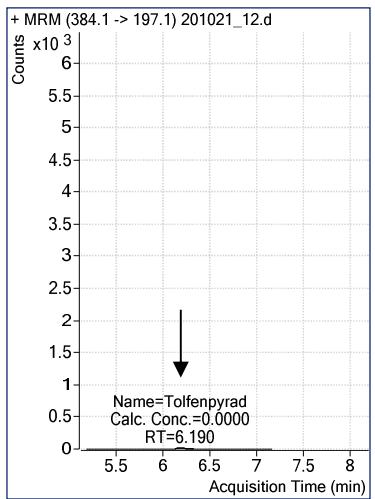
(-/4μL/-)



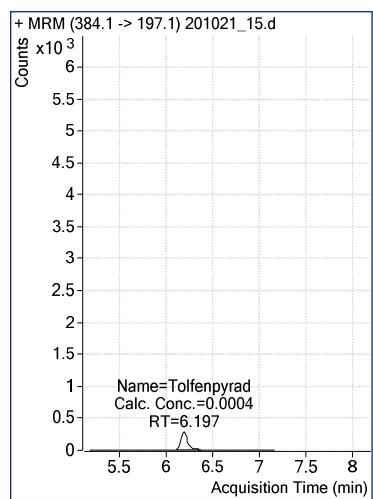
標準品 0.001ng

図 1. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

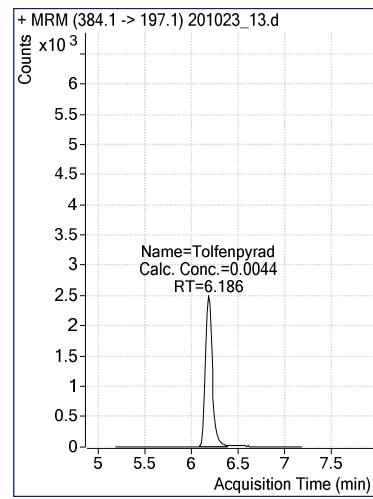
(20mL/4μL/-)



(20mL/4μL/1g)



(200mL/4μL/1g)



0.01mg/kg 添加回収

1.0mg/kg 添加回収

図 2. 全操作試薬ブランク

のクロマトグラム

図 3. 回収率のクロマトグラム

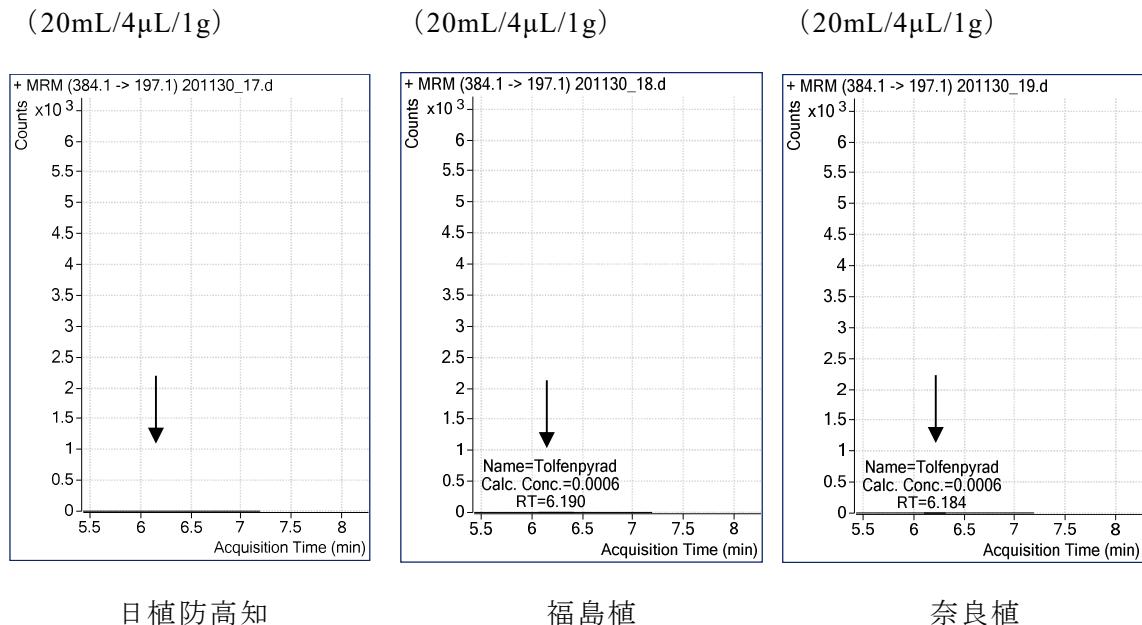
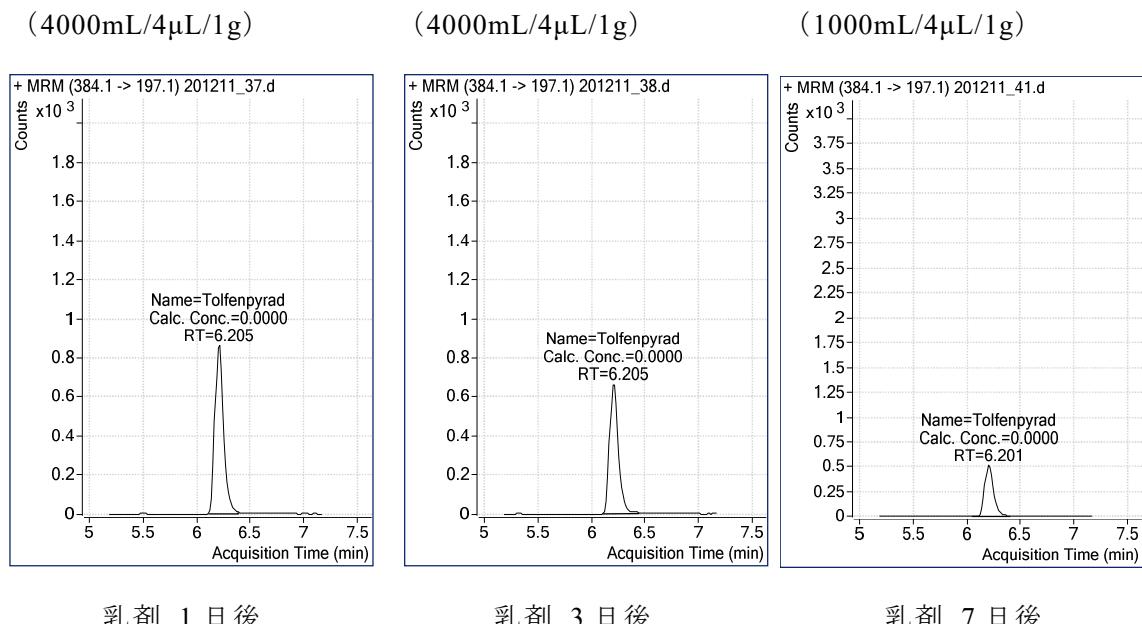
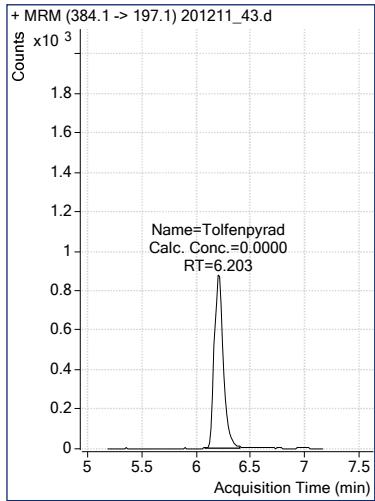


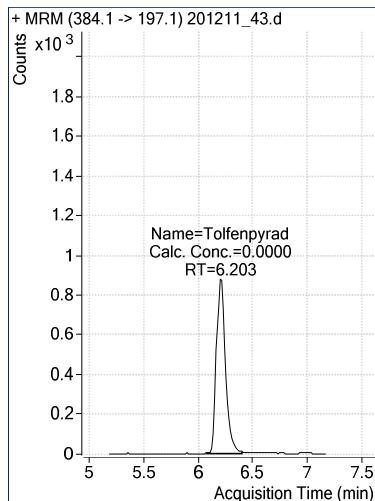
図 4-1. 散布前試料のクロマトグラム



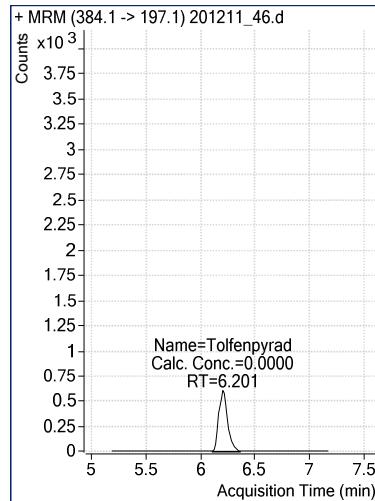
(4000mL/4μL/1g)



(4000mL/4μL/1g)



(1000mL/4μL/1g)



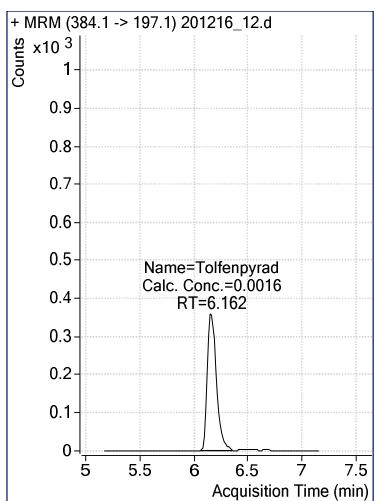
フロアブル 1 日後

フロアブル 3 日後

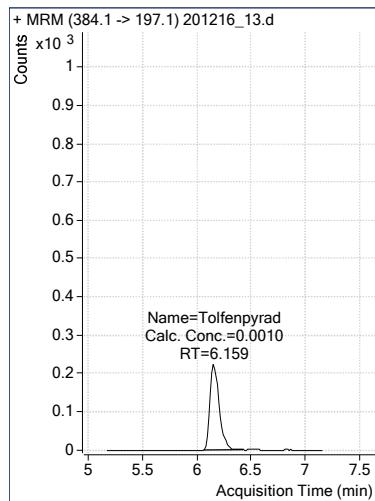
フロアブル 7 日後

図 4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

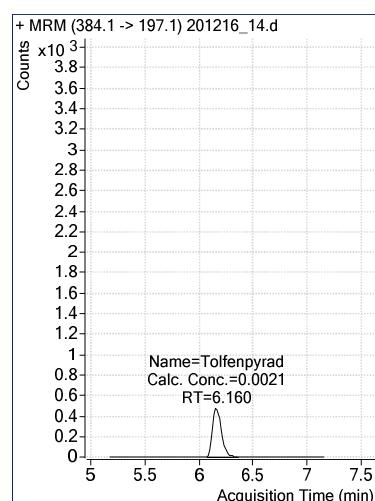
(4000mL/4μL/1g)



(4000mL/4μL/1g)



(800mL/4μL/1g)



乳剤 1 日後

乳剤 3 日後

乳剤 7 日後

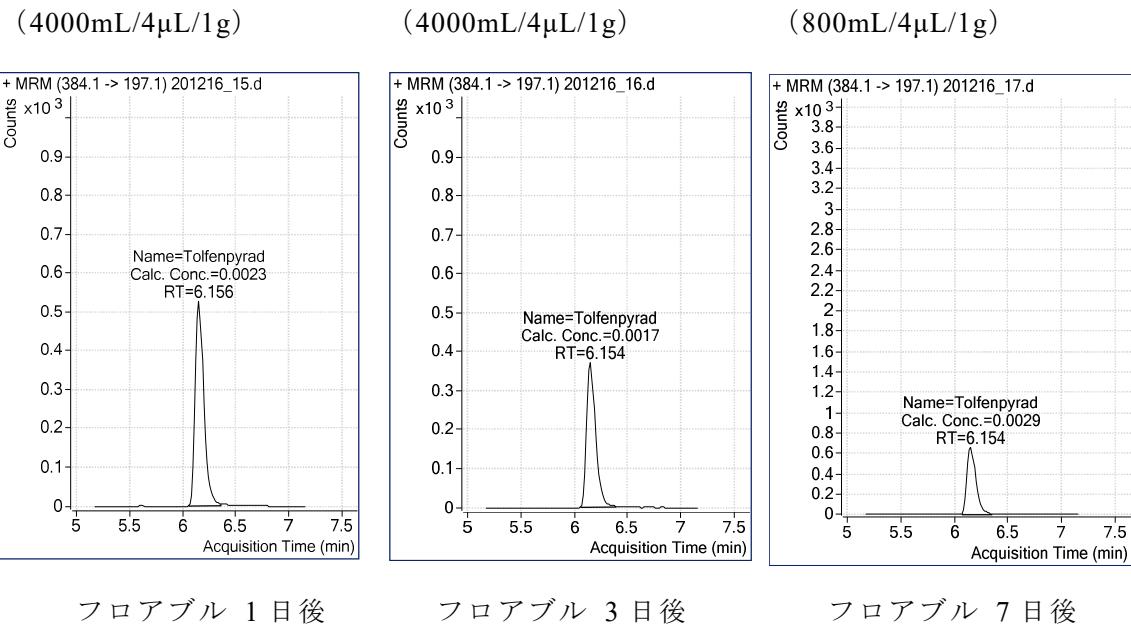
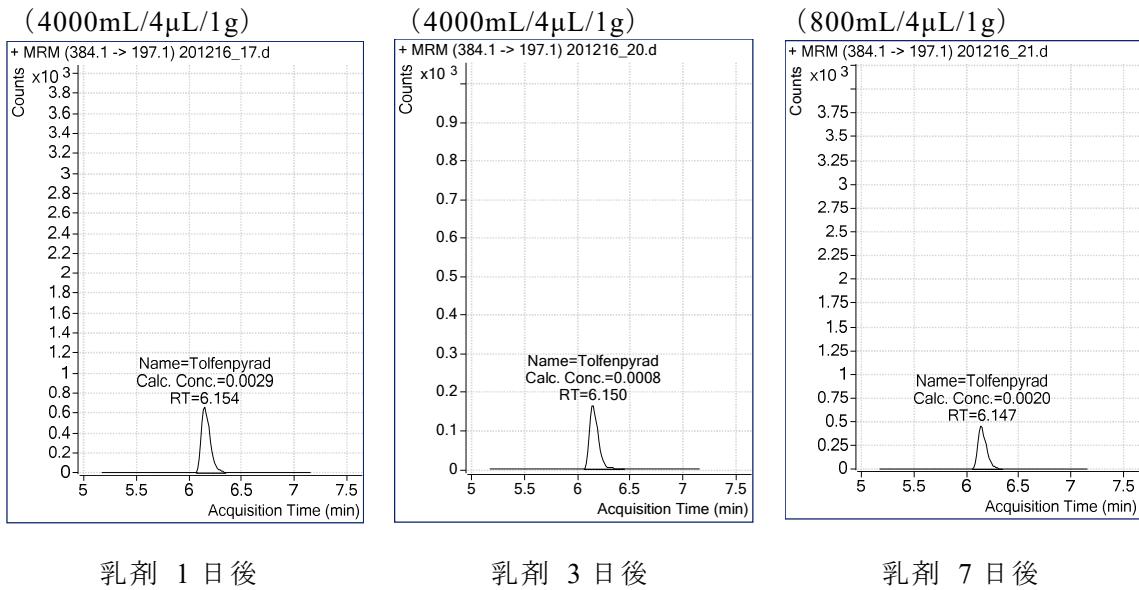
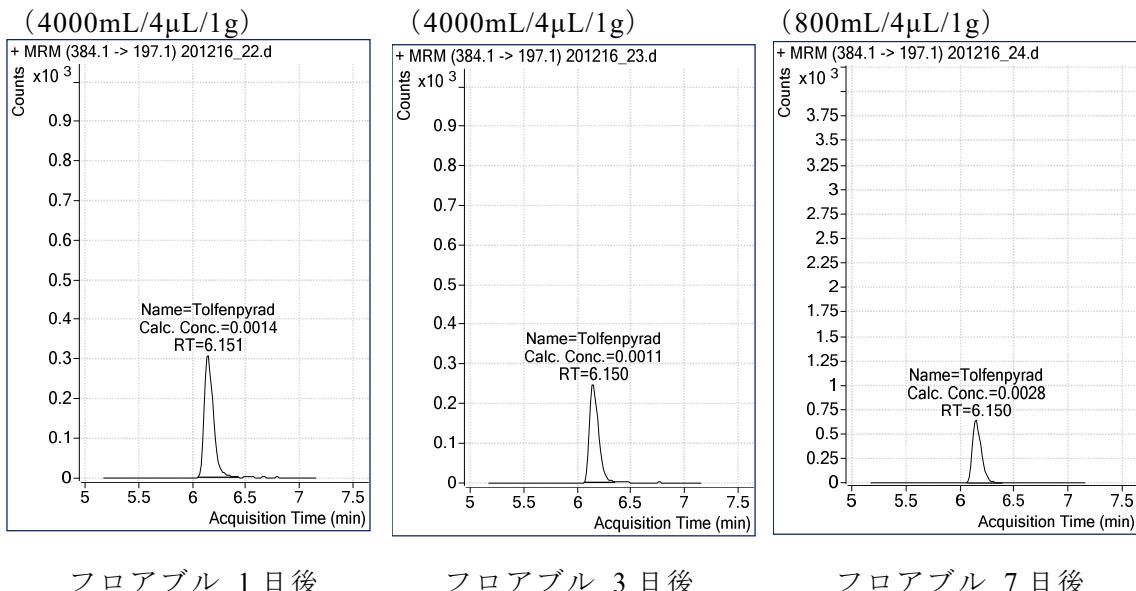


図 4-3. 福島植のクロマトグラム



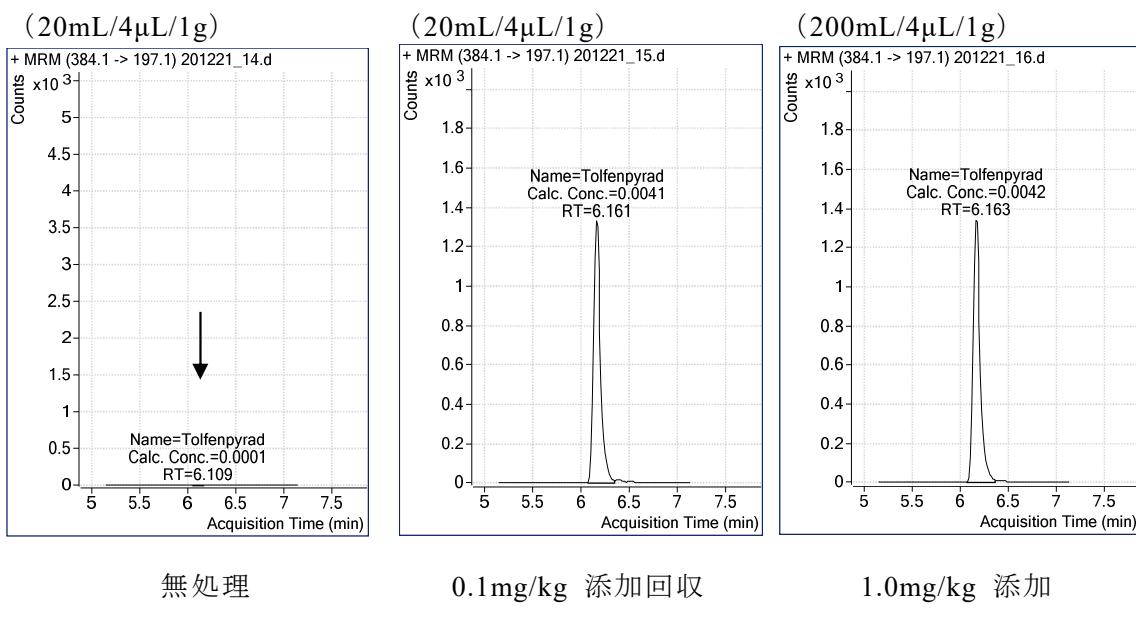


フロアブル 1 日後

フロアブル 3 日後

フロアブル 7 日後

図 4-4. 奈良植のクロマトグラム



無処理

0.1mg/kg 添加回収

1.0mg/kg 添加

図 5. 内部精度管理のクロマトグラム

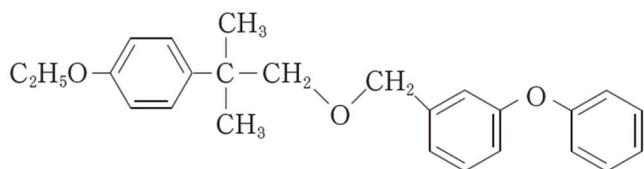
図 6. 保存安定性試料
のクロマトグラム

④ エトフェンプロックス

1. 分析対象物質

エトフェンプロックス

化学構造式：



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

化学式：C₂₅H₂₈O₃

分子量：376.5

性状：白色結晶，僅かに芳香臭

融点：37.4±0.1°C

蒸気圧：8.13×10⁻⁷ Pa (25°C換算値)

オクタノール／水分配係数：log Pow=6.9 (20°C)

溶解性：水 22.5g/L, ヘキサン 667 g/L, トルエン 862 g/L, ジクロロメタン 924 g/L, アセトン 877 g/L, メタノール 49 g/L (以上 20°C)

安定性：熱；安定 加水分解性半減期；1 年以上 (pH5, pH 7, pH 9, 25°C)
水中光分解性半減期；4.7 日 (緩衝液, 25°C), 7.9 日 (自然水, 25°C)

出典：農薬ハンドブック 2016 年版

2. 標準品及び試薬

エトフェンプロックス標準品：純度 99.0% (富士フィルム和光純薬製)

アセトン, ヘキサン, 酢酸エチル, ジエチルエーテル：残留農薬試験用
(関東化学製)

メタノール：LC-MS 用 (関東化学製)

塩化ナトリウム：特級 (関東化学製)

1mol/L 酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用 (関東化学製)

ぎ酸：特級 (関東化学製)

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

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

フロリジルミニカラム：Sep-Pak FL plus long cartridge 910mg (waters 製)

濾紙：No.5A (桐山製作所製)

ガラス纖維濾紙：GFP (桐山製作所製)

3. 装置及び機器

電子天秤: XSR205, XS4002S, PG2002(メトラー・トレド製), S-BOX WP(イシダ製)

ミキサー: クイジナート DLC-NXJ2(クイジナート製)、MK-K48P(パナソニック製)

振とう機: EL-01(スギヤマゲン製)

減圧濃縮器: R-134(柴田科学器械工業製)

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

Agilent 6410 Triple Quad LC-MS(アジレント・テクノロジー製)

データ処理ソフトウェア: MassHunter (アジレント・テクノロジー製)

4. 測定機器の操作条件

4.1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム: Atlantis T3 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 150mm, 粒径 3 μ m

溶離液: A 液 4mM 酢酸アンモニウム含有 1% ぎ酸水溶液

B 液 メタノール

[グラジエントテーブル]

時間 (分)	A 液 (%)	B 液 (%)
3	5	95
9.5	5	95
10.5	30	70

流量: 0.3 μ L/min

カラム温度: 40°C

注入量: 4 μ L

保持時間: 約 7.7 分

4.2. 質量分析計の操作条件

イオン化法: エレクトロスプレーイオン化法 (ESI), 正モード

脱溶媒ガス流量: 10L/min

脱溶媒ガス温度: 300°C

ネプライザー: 30psi

キャピラリー電圧: 3kV

コーン電圧: 50V

コリジョン電圧: 20V

イオン抽出方法: MRM 法

モニタリングイオン: プリカーサーイオン; m/z 394.3

プロダクトイオン; m/z 177.2

5. 検量線の作成

エトフェンプロックス標準品 20.2mg を精秤後アセトンで溶解し、20mL 定容とした 1000mg/L 標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して 40mg/L 標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して 0.00025, 0.0005, 0.001, 0.005 及び 0.01mg/L の標準溶液を調製した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてエトフェンプロックスのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng)、縦軸にピーク面積をとって検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、有姿のまま冷凍庫 (-20°C 設定) に保管した。分析直前にミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

6.2. 抽出

磨碎均一化した試料 20g をはかりとり、アセトン 100mL を加え振とう機を用い 30 分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス纖維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン 50mL で洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで 200mL に定容した。この 10mL (試料 1g 相当量) を取り、40°C 以下の水浴中で減圧濃縮しアセトンを留去した。

6.3. 多孔性ケイソウ土カラムによる精製

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

6.4. フロリジルミニカラムによる精製

フロリジルミニカラムにヘキサン 5mL を流下し前処理をした。残留物をヘキサン 5mL で溶解しミニカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ヘキサン 5mL で容器内を洗い込みカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ジエチルエーテル／ヘキサン (50:50, v/v) 10mL で容器内を洗い込みミニカラムに流下し、エトフェンプロックスを溶出した。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.5. 定量

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

7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.002	1	20	4	0.01
最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	検出限界 (mg/kg)
0.001	1	20	4	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防茨城の無処理試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg), 1mg/kg, 及び 20mg/kg 添加濃度における回収試験を 5 連分析で実施した。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSDr
日植防 茨城	20.0	86, 85, 83, 82, 81	83	3
	1.0	106, 94, 93, 90, 88	94	7
	0.01	100, 90, 90, 90, 90	92	5

9. 試料分析結果

試料調製場所	経過日数	分析値(mg/kg)	
		乳剤	水和剤
散布前		<0.01	
日植防宮崎	散布 1 日後	7.26	9.13
	散布 3 日後	7.14	5.57
	散布 7 日後	2.92	2.60
散布前		<0.01	
福井植	散布 1 日後	6.80	7.26
	散布 3 日後	5.13	6.29
	散布 7 日後	3.62	2.70
散布前		<0.01	
和歌山植	散布 1 日後	6.45	8.35
	散布 3 日後	6.33	7.26
	散布 7 日後	4.37	3.18

※試験区試料の分析は 1 連で実施

10. 精度管理

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

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

又 2019年6月実施の食品衛生精度管理比較調査（一般財団法人食品薬品安全センター）における結果は良好であった。

分析日 (抽出日)	回収率 (%)	無処理試料 の分析値	使用した 無処理試料 (mg/kg)	対象試料
日植防宮崎				
2020/11/30	90	<0.01	日植防宮崎	福井植
				和歌山植
12/14	81	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
12/17	88	<0.01	日植防宮崎	福井植
				和歌山植
12/22	87	<0.01	日植防宮崎	保存安定性試料

11. 保存安定性確認

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

添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
1.0	49 (2020/11/3-2020/12/22)	84.86	85

実試料最長保存日数：日植防宮崎 23 日間、福井植 44 日間、和歌山植 29 日間

12. 参考添付図

各クロマトグラムの一例を示す。

図 1. エトフェンプロックス標準品のクロマトグラム

図 2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

図 3. 回収率のクロマトグラム

図 4-1. 散布前試料のクロマトグラム

4-2. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

4-3. 福井植試料のクロマトグラム

4-4. 和歌山植試料のクロマトグラム

図 5. 内部精度管理のクロマトグラム

図 6. 保存安定性試料のクロマトグラム

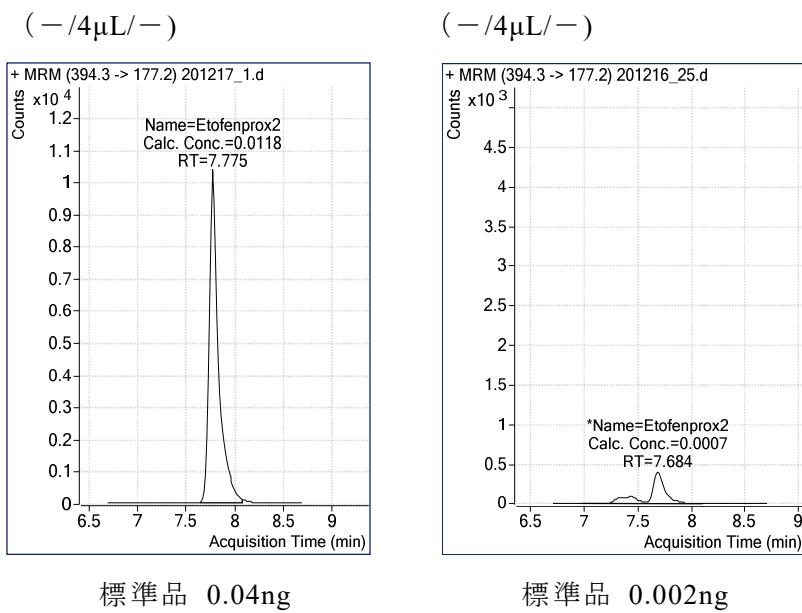


図 1. エトフェンプロックス標準品のクロマトグラム

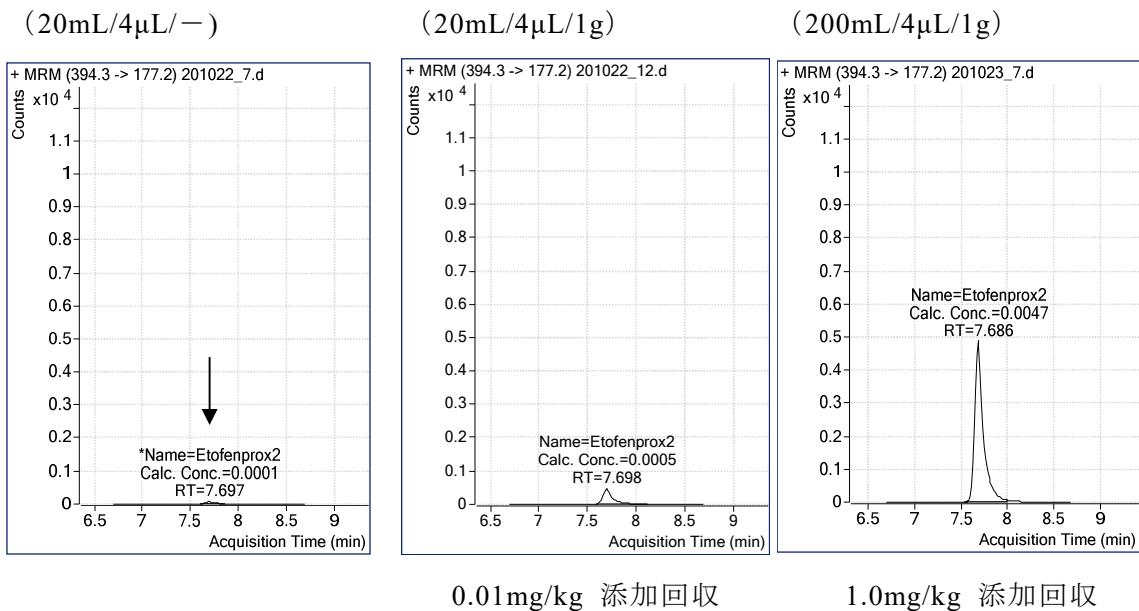
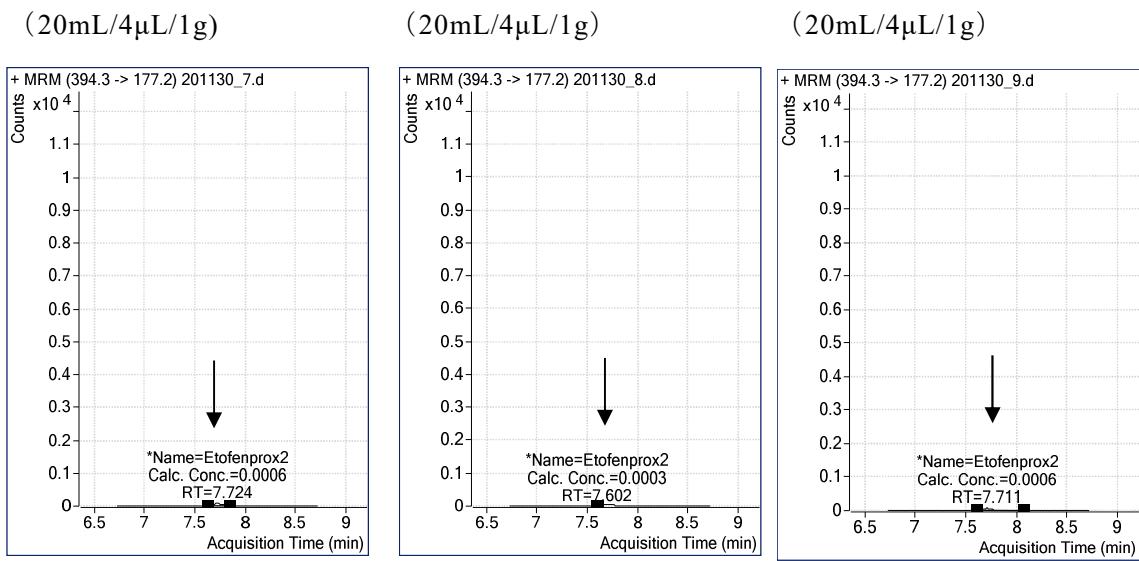


図 2. 全操作試葉ブランク
のクロマトグラム

図 3. 回収率のクロマトグラム

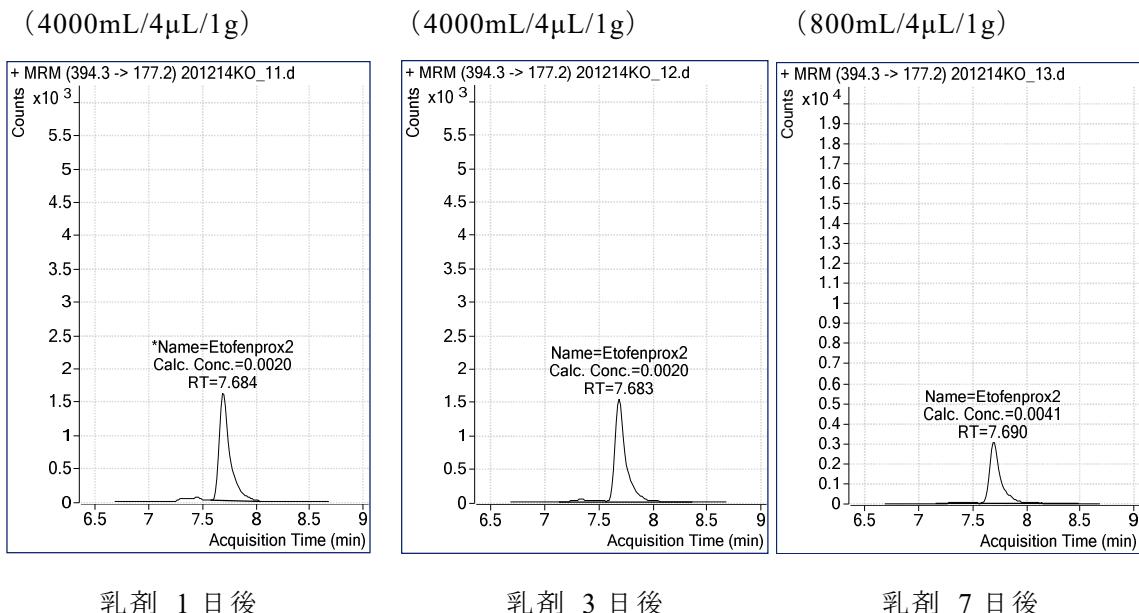


日植防宮崎

福井植

和歌山植

図 4-1. 散布前試料のクロマトグラム



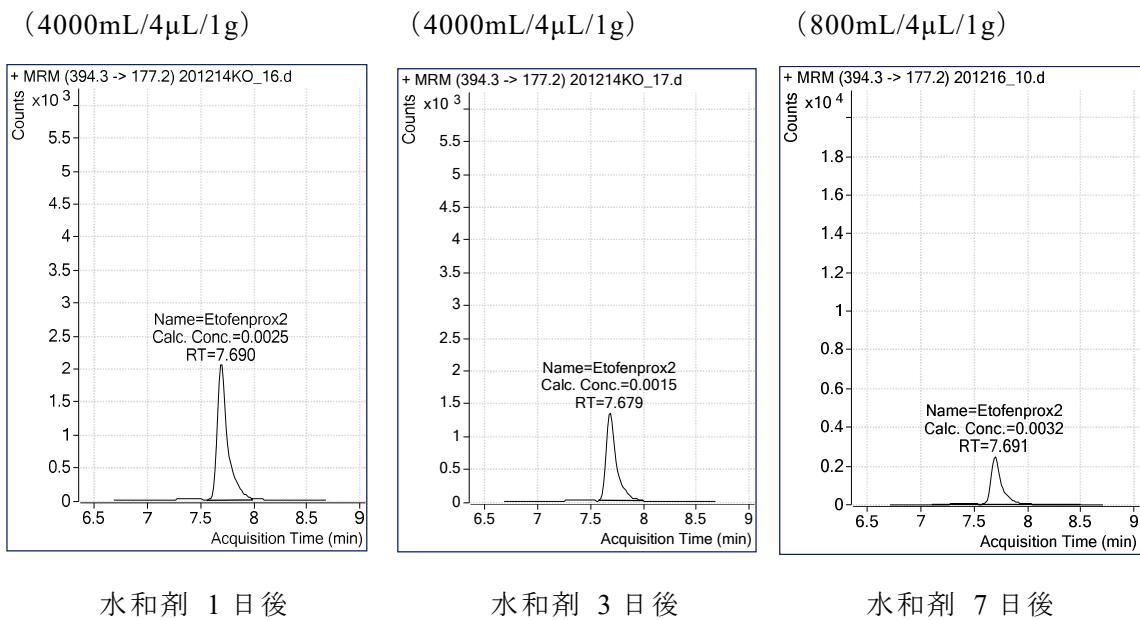
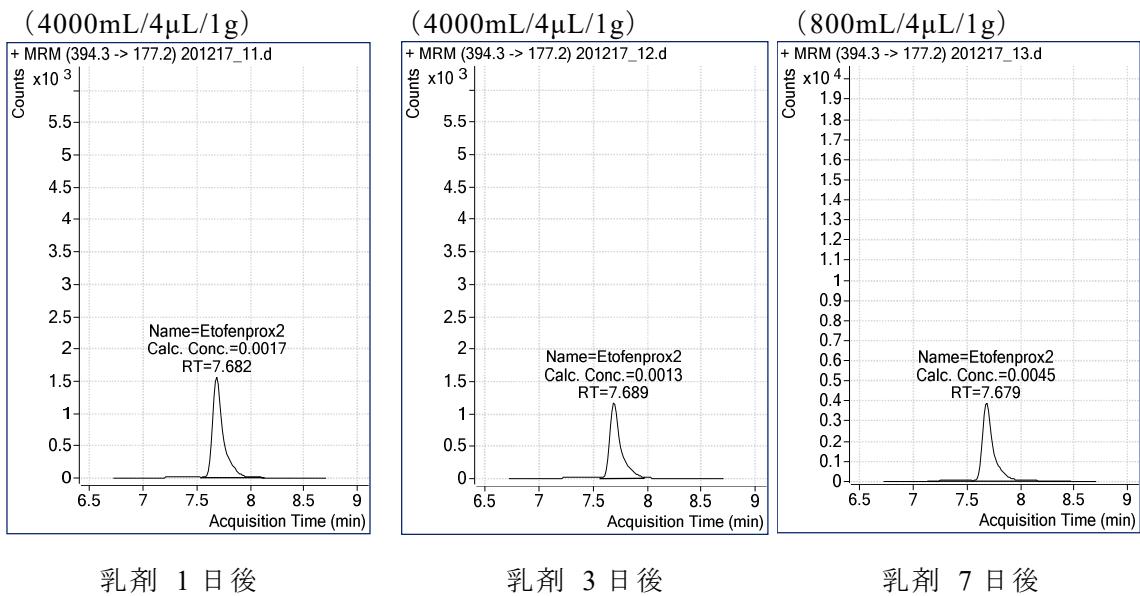


図 4-2. 日植防官崎試料のクロマトグラム



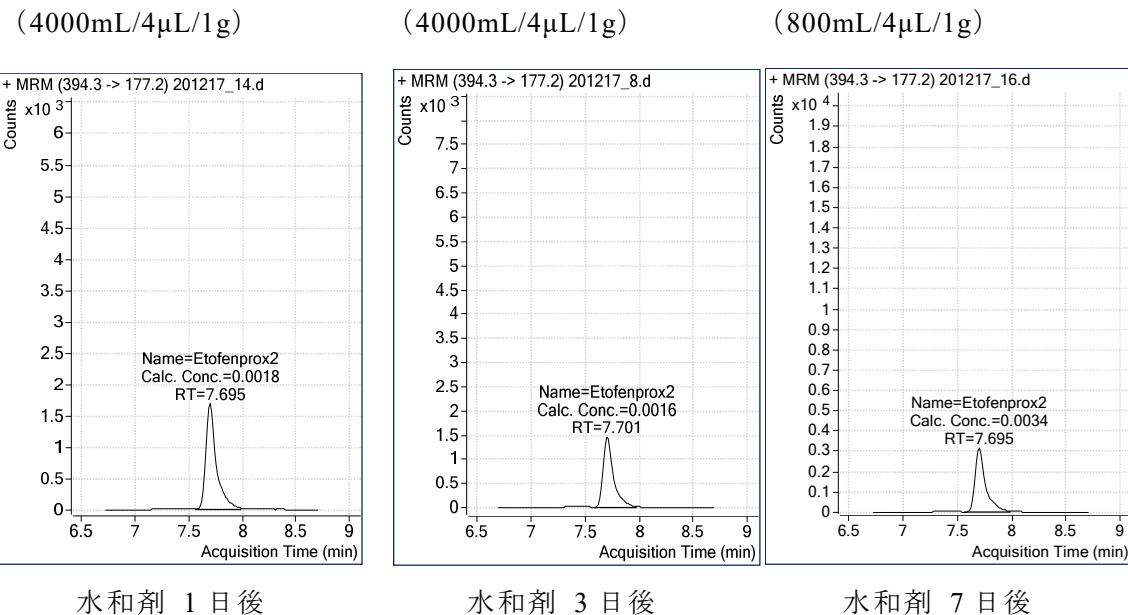
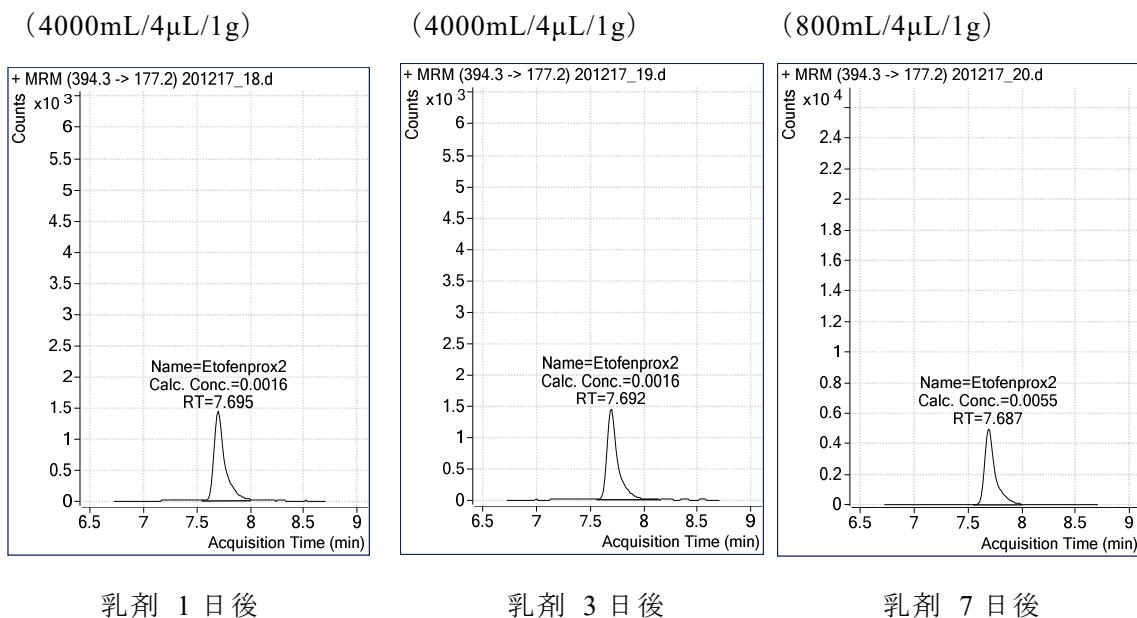
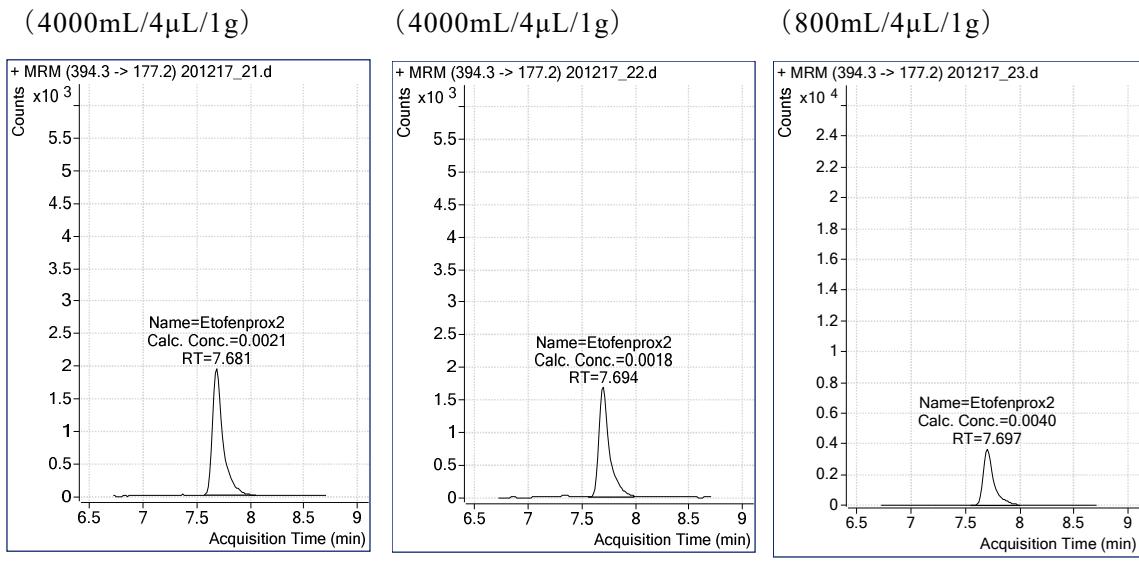


図 4-3. 福井植試料のクロマトグラム



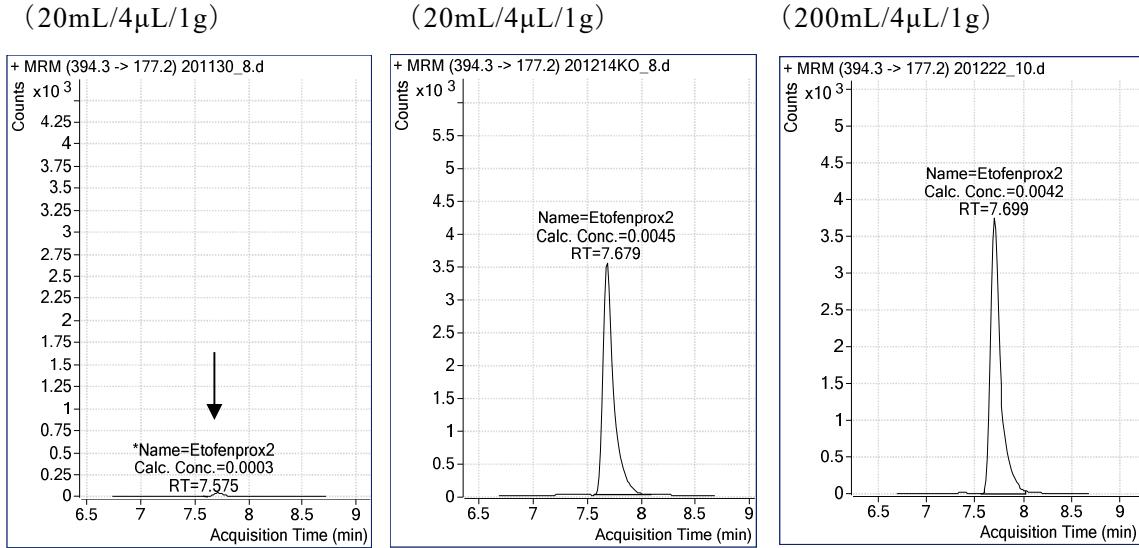


水和剤 1 日後

水和剤 3 日後

水和剤 7 日後

図 4-4. 和歌山植試料のクロマトグラム



無処理

0.1mg/kg 添加回収

1.0mg/kg 添加

図 5. 内部精度管理のクロマトグラム

図 6. 保存安定性試料
のクロマトグラム

⑤ 作物写真及び試料重量等

1. 作物写真

1-1. ミクロブタニル



茨城 散布前



茨城／乳剤／散布 1 日後



茨城／乳剤／散布 3 日後



茨城／乳剤／散布 7 日後



茨城／水和剤／散布 1 日後



茨城／水和剤／散布 3 日後



茨城／水和剤／散布 7 日後



高知／散布前



高知／乳剤／散布 1 日後



高知／乳剤／散布 3 日後



高知／乳剤／散布 7 日後



高知／水和剤／散布 1 日後



高知／水和剤／散布 3 日後



高知／水和剤／散布 7 日後



宮崎／散布前



宮崎／乳剤／散布 1日後



宮崎／乳剤／散布 3日後



宮崎／乳剤／散布 7日後



宮崎／水和剤／散布 1日後



宮崎／水和剤／散布 3日後



宮崎／水和剤／散布 7日後

1-2. MEP



茨城／散布前



茨城／乳剤／散布 1 日後



茨城／乳剤／散布 3 日後



茨城／乳剤／散布 7 日後



茨城／水和剤／散布 1 日後



茨城／水和剤／散布 3 日後



茨城／水和剤／散布 7 日後



青森／散布前



青森／乳剤／散布 1 日後



青森／乳剤／散布 3 日後



青森／乳剤／散布 7 日後



青森／水和剤／散布 1 日後



青森／水和剤／散布 3 日後



青森／水和剤／散布 7 日後



三重／散布前



三重／乳剤／散布 1 日後



三重／乳剤／散布 3 日後



三重／乳剤／散布 7 日後



三重／水和剤／散布 1 日後



三重／水和剤／散布 3 日後



三重／水和剤／散布 7 日後

1-3. トルフェンピラド



高知／散布前



高知／乳剤／散布 1 日後



高知／乳剤／散布 3 日後



高知／乳剤／散布 7 日後



高知／フロアブル／散布 1 日後



高知／フロアブル／散布 3 日後



高知／フロアブル／散布 7 日後



福島／散布前



福島／乳剤／散布 1 日後



福島／乳剤／散布 3 日後



福島／乳剤／散布 7 日後



福島／フロアブル／散布 1 日後



福島／フロアブル／散布 3 日後



福島／フロアブル／散布 7 日後



奈良／散布前



奈良／乳剤／散布 1 日後



奈良／乳剤／散布 3 日後



奈良／乳剤／散布 7 日後



奈良／フロアブル／散布 1 日後



奈良／フロアブル／散布 3 日後



奈良／フロアブル／散布 7 日後

1-4. エトフェンプロックス



宮崎／散布前



宮崎／乳剤／散布 1日後



宮崎／乳剤／散布 3日後



宮崎／乳剤／散布 7日後



宮崎／水和剤／散布 1日後



宮崎／水和剤／散布 3 日後



宮崎／水和剤／散布 7 日後



福井／散布前



福井／乳剤／散布 1 日後



福井／乳剤／散布 3 日後



福井／乳剤／散布 7 日後



福井／水和剤／散布 1 日後



福井／水和剤／散布 3 日後



福井／水和剤／散布 7 日後



和歌山／散布前



和歌山／乳剤／散布 1 日後



和歌山／乳剤／散布 3 日後



和歌山／乳剤／散布 7 日後



和歌山／水和剤／散布 1 日後



和歌山／水和剤／散布 3 日後



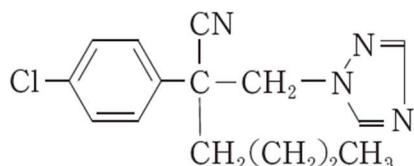
和歌山／水和剤／散布 7 日後

3-2. きゅうり
① ミクロブタニル

1. 分析対象物質

ミクロブタニル

化学構造式：



化学名：(RS)-2-(4-chlorophenyl)-2-(1H-1,2,4-triazol-1-ylmethyl)hexanenitrile

化学式：C₁₅H₁₇ClN₄

分子量：288.8

性状：無色針状結晶，芳香臭

融点：71.7°C

蒸気圧：1.72×10⁻⁶Pa (25°C)

オクタノール／水分配係数：log Pow = 1.98

溶解性：水 142mg/L (22°C)

メタノール >1000g/L, アセトン>1000g/L, ジクロロメタン >1000g/L,
キシレン 197.8g/L, n-ヘキサン 1.22g/L (以上 20°C)

安定性：熱；安定，加水分解性；pH5.0, pH7.0, pH9.0 で安定，
水中光分解性 半減期；591 時間 (自然水 31°C)

出典：農薬ハンドブック 2016年版

2. 標準品及び試薬

ミクロブタニル標準品：純度 99.8% (富士フィルム和光純薬製)

アセトン, ヘキサン, 酢酸エチル, ジエチルエーテル：残留農薬試験用
(関東化学製)

メタノール：LC-MS 用 (関東化学製)

塩化ナトリウム：特級 (関東化学製)

1mol/L 酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用 (関東化学製)

ぎ酸：特級 (関東化学製)

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

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

フロリジルミニカラム：Sep-Pak FL plus long cartridge 910mg (waters 製)

グラファイトカーボンミニカラム：Supelclean ENVI-Carb SPE Tube 250mg/6mL
(シグマ アルドリッヂ製)

濾紙：No.5A (桐山製作所製)

ガラス纖維濾紙：GFP (桐山製作所製)

3. 装置及び機器

電子天秤: XSR205, XS4002S, PG2002(メトラー・トレド製), S-BOX WP(イシダ製)

ミキサー: クイジナート DLC-NXJ2(クイジナート製)

振とう機: EL-01(スギヤマゲン製)

減圧濃縮器: R-134(柴田科学器械工業製)

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

Agilent 6410 Triple Quad LC-MS(アジレント・テクノロジー製)

データ処理ソフトウェア: MassHunter(アジレント・テクノロジー製)

4. 測定機器の操作条件

4.1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム: Atlantis T3 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 150mm, 粒径 3 μ m

溶離液: A 液 4mM 酢酸アンモニウム含有 1% ぎ酸水溶液

B 液 メタノール

[グラジエントテーブル]

時間 (分)	A 液 (%)	B 液 (%)
3	5	95
9.5	5	95
10.5	30	70

流量: 0.3 μ L/min

カラム温度: 40°C

注入量: 4 μ L

保持時間: 約 4.2 分

4.2. 質量分析計の操作条件

イオン化法: エレクトロスプレーイオン化法 (ESI), 正モード

脱溶媒ガス流量: 10L/min

脱溶媒ガス温度: 300°C

ネプライザー: 30psi

キャピラリー電圧: 3kV

コーン電圧: 50V

コリジョン電圧: 20V

イオン抽出方法: MRM 法

モニタリングイオン: プリカーサーイオン; m/z 288.8

プロダクトイオン; m/z 125.0

5. 検量線の作成

ミクロブタニル標準品 20.0mg を精秤後アセトンで溶解し, 20mL 定容とし 1000mg/L 標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して 40mg/L 標準溶液を

調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して 0.00125, 0.0025, 0.005, 0.025 及び 0.05mg/L の標準溶液を調製した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてミクロブタニルのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng), 縦軸にピーク面積をとて検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、有姿のまま冷凍庫 (-20°C 設定) に保管した。分析直前にミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

6.2. 抽出

磨碎均一化した試料 20g をはかりとり、アセトン 100mL を加え振とう機を用いて 30 分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス纖維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン 50mL で洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで 200mL に定容した。この 10mL (試料 1g 相当量) を取り、40°C 以下の水浴中で減圧濃縮しアセトンを留去した。

6.3. 多孔性ケイソウ土カラムによる精製

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

6.4. フロリジルミニカラムによる精製

フロリジルミニカラムにヘキサン 5mL を流下し前処理をした。残留物をヘキサン 5mL で溶解しミニカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ヘキサン 5mL で容器内を洗い込みカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ジエチルエーテル／ヘキサン (50:50, v/v) 10mL で容器内を洗い込みミニカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、アセトン／ヘキサン (50:50, v/v) 10mL を流下し、ミクロブタニルを溶出した。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.5. グラファイトカーボンミニカラムによる精製

グラファイトカーボンミニカラムにアセトン 5mL, ヘキサン 10mL を順次流下し前処理をした。残留物をヘキサン／アセトン (80:20, v/v) 10mL で溶解しミニカラムに流下した。次に、同混液 10mL で容器内を洗い込み流下した。同様の操作を 2 回繰り返し行い、全流出液を合わせ溶出液とした。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.6. 定量

残留物を適量のメタノールで溶解し、前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入してピーク面積を求め、検量線よりミクロブタニルの重量を求めて試料中の残留濃度を算出した。

7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.01	1	4	4	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	検出限界 (mg/kg)
0.005	1	4	4	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防茨城の無処理試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg) 及び 1mg/kg 添加濃度における回収試験を 5 連分析で実施した。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r
日植防 茨城	1.0	87, 86, 83, 81, 80	83	4
	0.01	90, 90, 90, 90, 80	88	5

9. 試料分析結果

試料調製場所	経過日数	分析値 (mg/kg)	
		乳剤	水和剤
散布前		<0.01	
日植防茨城	散布 1 日後	0.06	0.07
	散布 3 日後	0.04	0.04
	散布 7 日後	0.02	0.01
散布前		<0.01	
日植防高知	散布 1 日後	0.09	0.10
	散布 3 日後	0.06	0.05
	散布 7 日後	0.02	0.03

	散布前	<0.01	
日植防宮崎	散布 1 日後	0.08	0.08
	散布 3 日後	0.05	0.05
	散布 7 日後	0.02	0.02

試験区試料の分析は 1 連で実施

10. 精度管理

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

管理基準：各調製場所の実試料分析と保存安定性試験を行うごとに、各 1 検体の無処理試料及びミクロブタニル 0.1mg/kg 添加試料（クオリティーコントロール試料）を分析した。その結果、下表に示すように問題は認められなかった。

又 2019 年 6 月実施の食品衛生精度管理比較調査（一般財団法人食品薬品安全センター）における結果は良好であった。

分析日 (抽出日)	回収率 (%)	無処理試料 の分析値 (mg/kg)	使用した 無処理試料	対象試料
2020/12/10	79	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
12/11	78	<0.01	日植防高知	日植防高知
12/14	78	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2021/1/7	73	<0.01	日植防茨城	保存安定性試料

11. 保存安定性確認

磨碎均一化した無処理試料（日植防茨城）にミクロブタニルを添加し、冷凍暗所（-20°C 設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
1.0	83(2020/10/16— 2021/1/7)	81, 79	80

実試料最長保存日数：日植防茨城 55 日間、日植防高知 35 日間、日植防宮崎 28 日間

12. 参考添付図

各クロマトグラムの一例を示す。

図 1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

図 2. 全操作試薬プランクのクロマトグラム

図 3. 回収率のクロマトグラム

図 4-1. 散布前試料のクロマトグラム

4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム

4-3. 日植防高知試料のクロマトグラム

4-4. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

図 5. 内部精度管理のクロマトグラム

図 6. 保存安定性試料のクロマトグラム

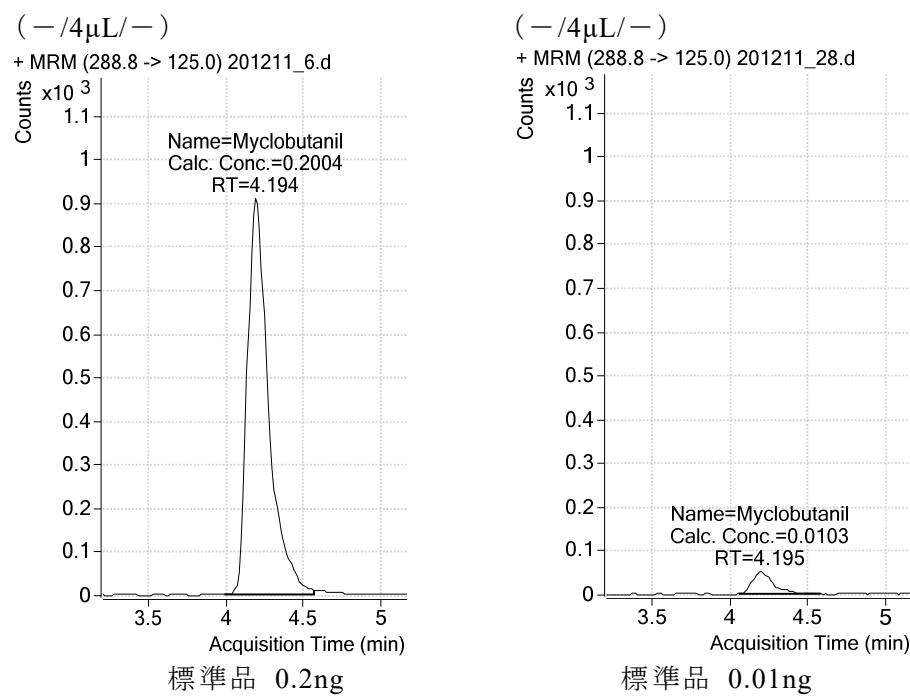


図 1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

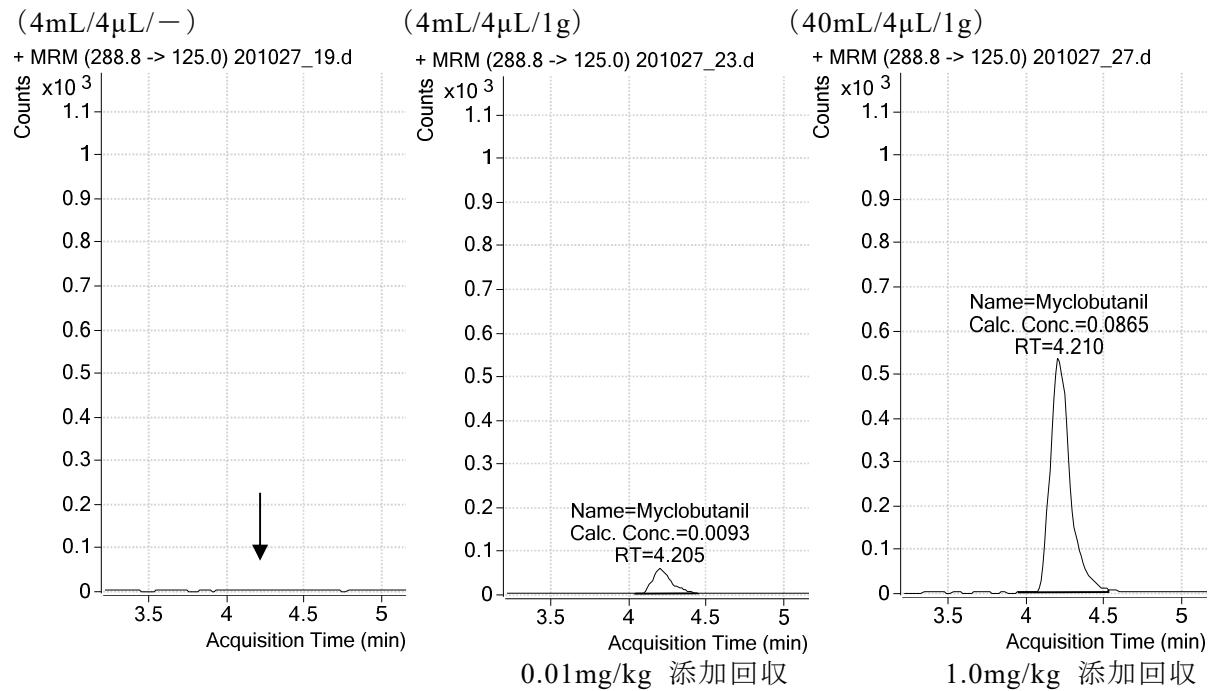


図 2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

図 3. 回収率のクロマトグラム

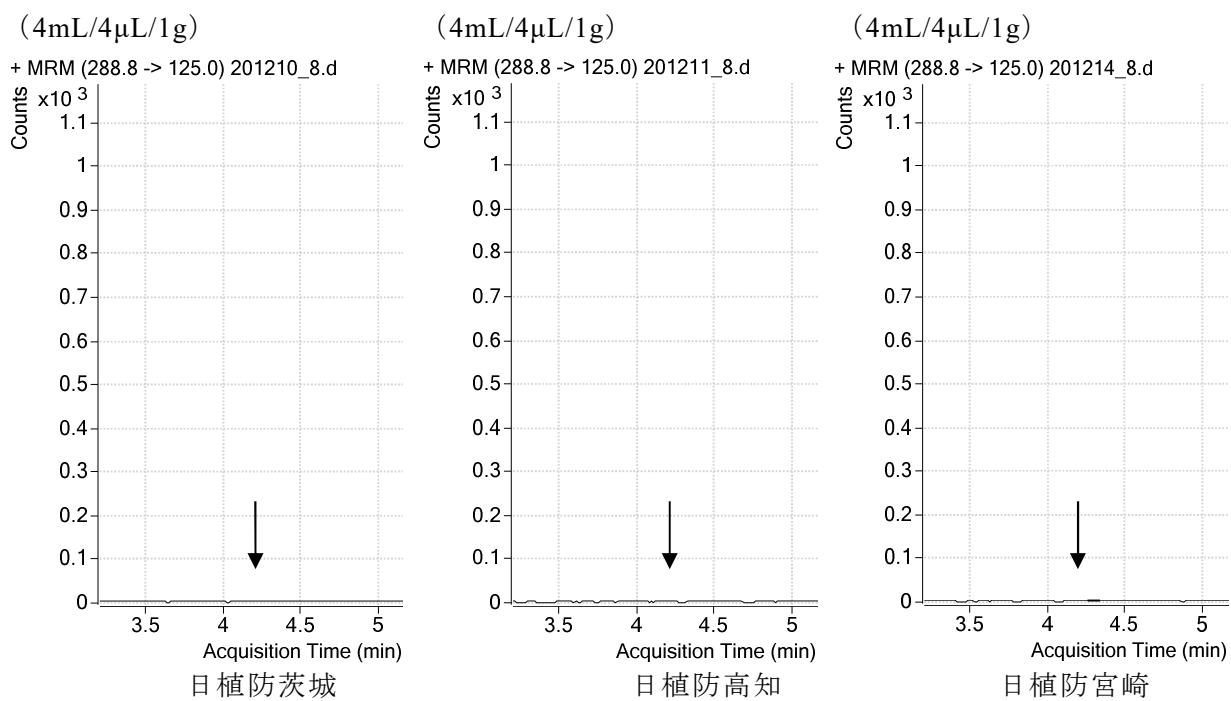
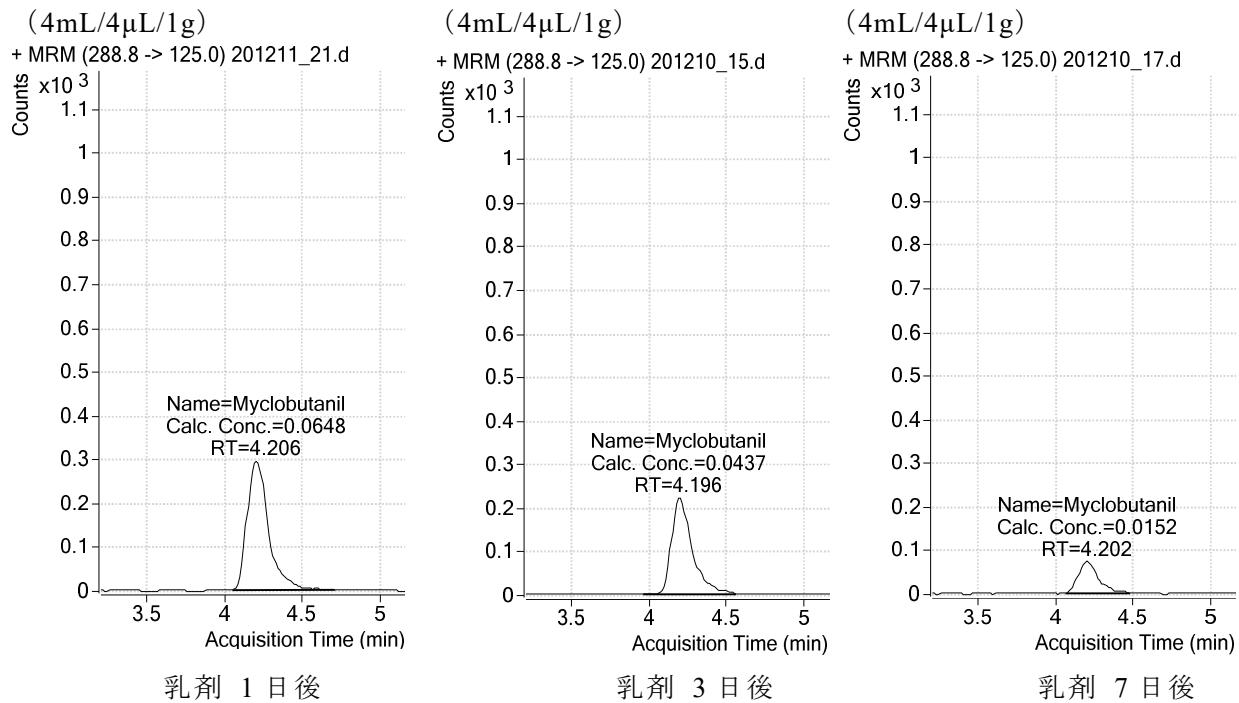


図 4-1. 散布前試料のクロマトグラム



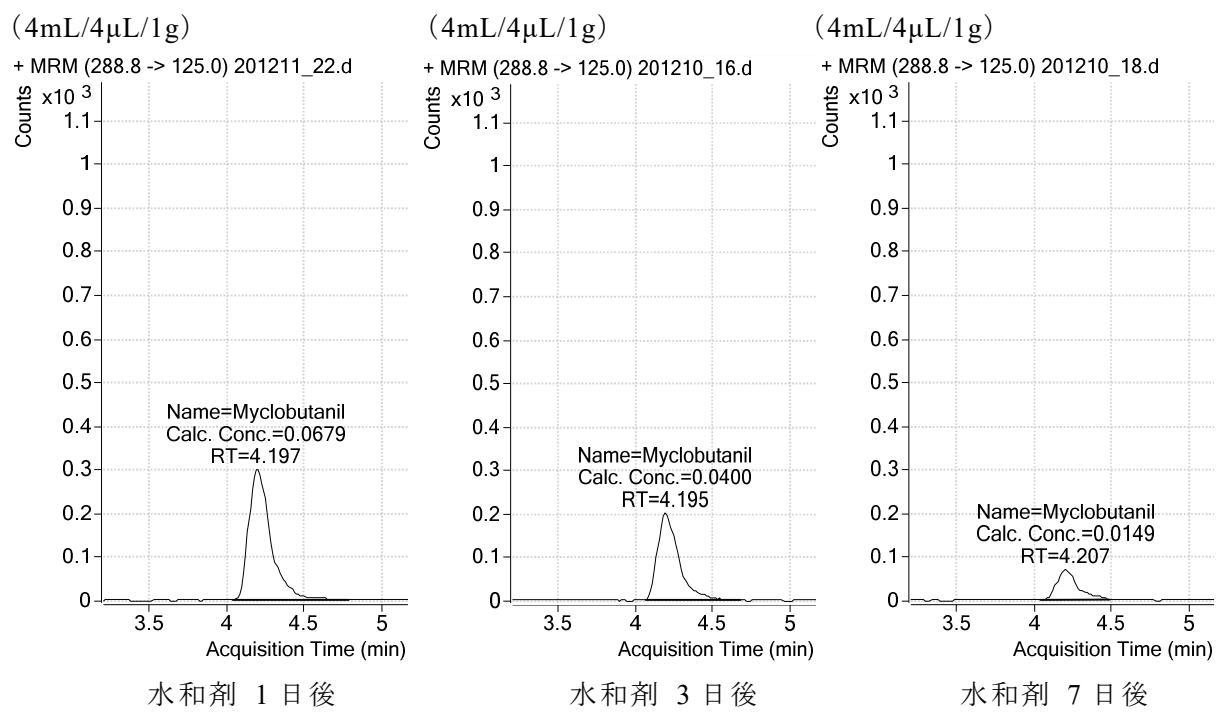
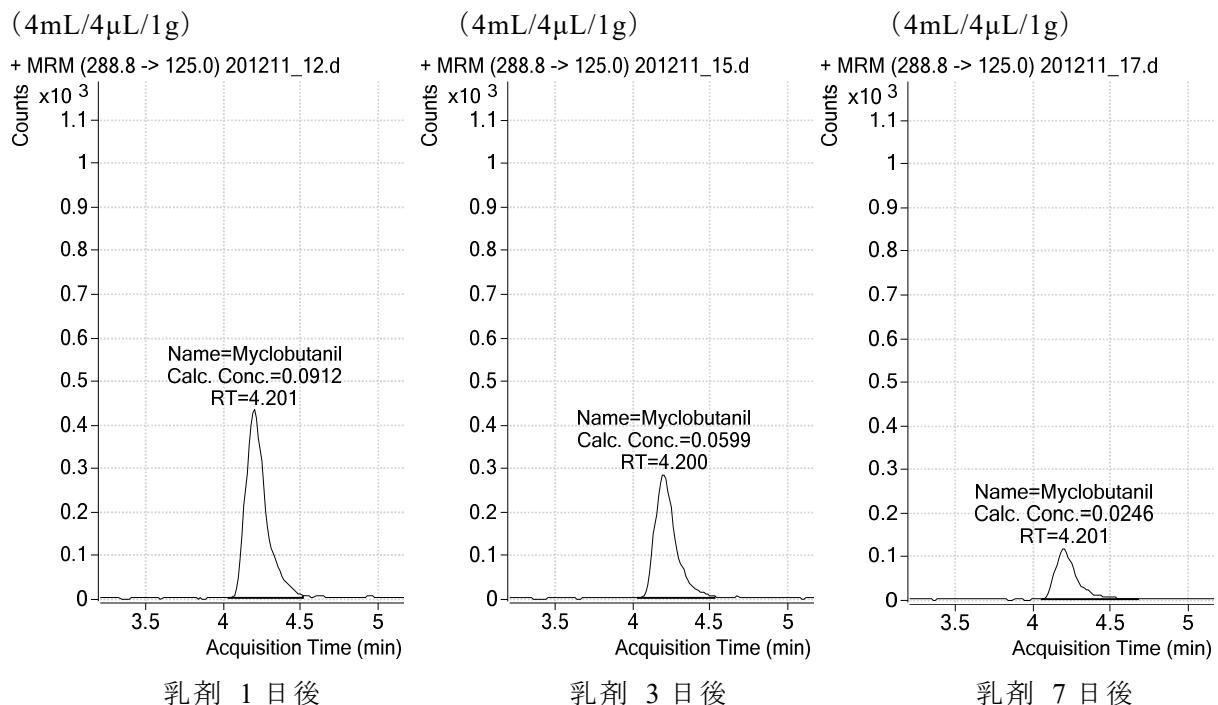


図 4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム



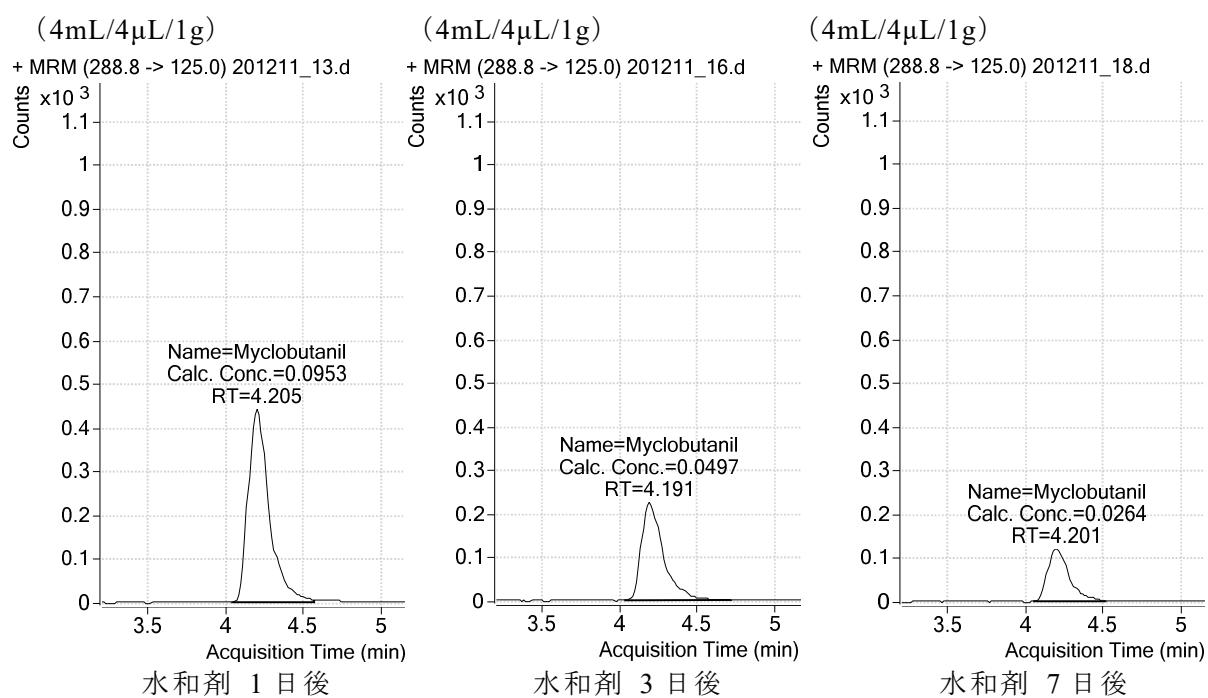
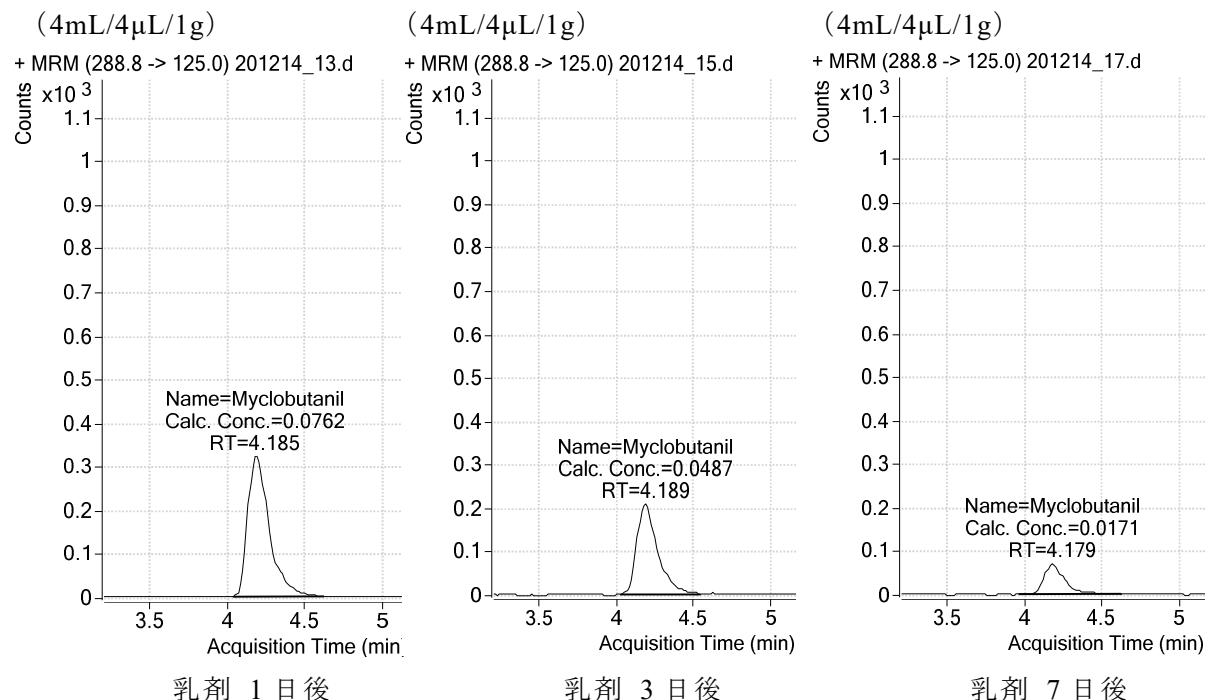


図 4-3. 日植防高知試料のクロマトグラム



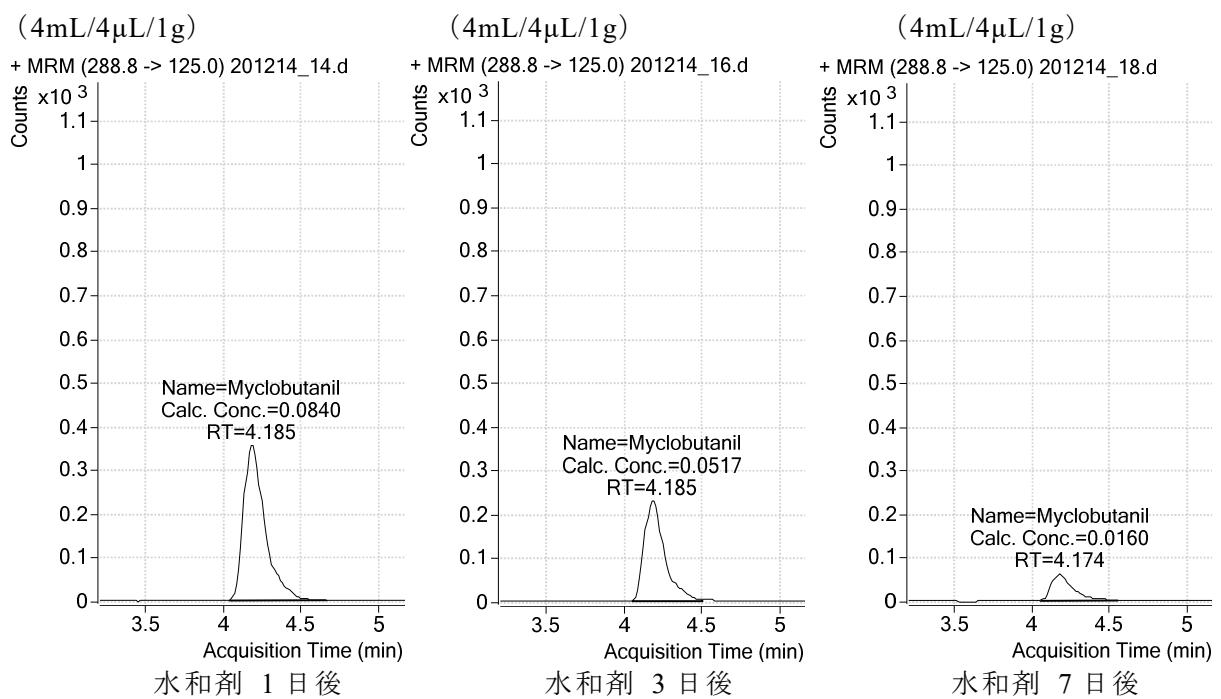


図 4-4. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

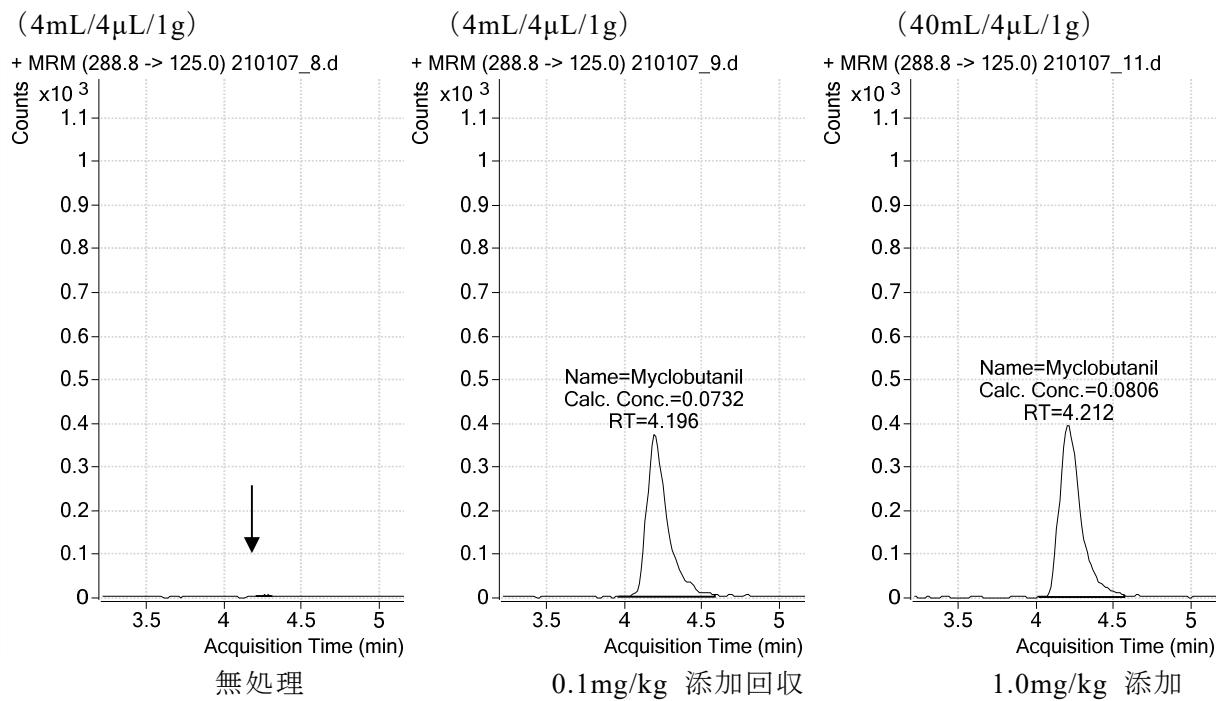


図 5. 内部精度管理のクロマトグラム

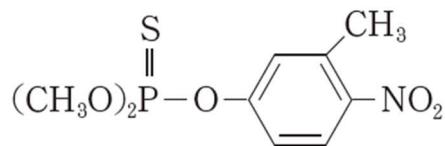
図 6. 保存安定性試料
のクロマトグラム

② MEP

1. 分析対象物質

MEP

化学構造式 :



化学名 : *O,O*-dimethyl *O*-4-nitro-*m*-tolyl phosphorothioate

化学式 : C₉H₁₂NO₅PS

分子量 : 277.2

性状 : 淡黄色透明な液体, わずかに特異なにおい

融点 : 常温で液体

蒸気圧 : 1.57×10⁻³ Pa (25°C)

オクタノール／水分配係数 : log Pow = 3.43 (20°C)

溶解性 : 水 19.0 mg/L, ヘキサン 25 g/L, イソプロパノール 146 g/L,

その他の有機溶剤に易溶 (以上 20°C)

安定性 : 熱; 室温で安定 (150~190°Cで酸素と反応)

加水分解性半減期; 57 日 (pH 7.1, 30°C)

水中光分解半減期; 1.1 日 (河川水)

出典 : 農薬ハンドブック 2016 年版

2. 標準品及び試薬

MEP 標準品 : 純度 99.3% (富士フィルム和光純薬製)

アセトン, ヘキサン, ジエチルエーテル : 残留農薬試験用 (関東化学製)

塩化ナトリウム : 特級 (関東化学製)

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

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

フロリジルミニカラム : Sep-Pak FL plus long cartridge 910mg (waters 製)

グラファイトカーボンミニカラム : Supelclean ENVI-Carb SPE Tube 250mg/6mL (シグマ アルドリッヂ製)

濾紙 : No.5A (桐山製作所製)

ガラス纖維濾紙 : GFP (桐山製作所製)

3. 装置及び機器

電子天秤 : XSR205, XS4002S, PG2002 (メトラー・トレド製), S-BOX WP (イシダ製)

ミキサー: クイジナート DLC-NXJ2 (クイジナート製)

振とう機: EL-01 (スギヤマゲン製)

減圧濃縮器: R-134 (柴田科学器械工業製)

ガスクロマトグラフ (GC) : HP6890 (アジレント・テクノロジー製)

データ処理ソフトウェア : ChemStation (アジレント・テクノロジー製)

4. ガスクロマトグラフの操作条件

検出器 : FPD

カラム : RESTEK-5 (RESTEK 製)

内径 0.53mm, 長さ 15m, 膜厚 1.5μm

ガス流量 (ヘリウム) : 2 mL/min

カラム温度 : カラム槽温度 ; 100°C→25°C/分→220°C(2.2 分)→30°C/分→250°C
(1 分)

注入口温度 : 200°C

検出器温度 : 250°C

注入方式 : パルスドスプリットレス

注入量 : 2 μL

保持時間 : 約 5.2 分

5. 検量線の作成

MEP 標準品 20.1mg を精秤後アセトンで溶解し, 20mL 定容とし 1000mg/L 標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して 40mg/L 標準溶液を調製し, さらにこの標準溶液をアセトンで順次希釈して 0.0125, 0.025, 0.05, 0.25 及び 0.5mg/L の標準溶液を調製した。この溶液を前記条件のガスクロマトグラフに注入し, データ処理装置を用いて MEP のピーク面積を測定し, 横軸に重量 (ng), 縦軸にピーク面積をとて検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は, 有姿のまま冷凍庫 (-20°C 設定) に保管した。分析直前にミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

6.2. 抽出

磨碎均一化した試料 20g をはかりとり, アセトン 100mL を加え振とう機を用いて 30 分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス纖維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後, 残渣をアセトン 50mL で洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ, アセトンで 200mL に定容した。この 50mL (試料 5g 相当量) を取り, 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮しアセトンを留去した。

6.3. 多孔性ケイソウ土カラムによる精製

濃縮液に塩化ナトリウムを 0.5g 加え振り混ぜ, 多孔性ケイソウ土カラムに流下した。5 分間放置後, ヘキサン 10mL で容器内を洗い込みカラムに流下した。さらに, ヘキサン 20mL で同様の操作を繰り返し, 全流出液を合わせ取り溶出液とした。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し, 最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.4. フロリジルミニカラムによる精製

フロリジルミニカラムにヘキサン 5mL を流下し前処理をした。残留物をヘキサン 5mL で溶解しミニカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ヘキサン 5mL で容器内を洗い込みカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ジエチルエーテル／ヘキサン (50:50, v/v) 10mL で容器内を洗い込みミニカラムに流下し、MEP を溶出した。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.5. グラファイトカーボンミニカラムによる精製

グラファイトカーボンミニカラムにアセトン 5mL、ヘキサン 10mL を順次流下し前処理をした。残留物をヘキサン／アセトン (80:20, v/v) 10mL で溶解しミニカラムに流下した。次に、同混液 10mL で容器内を洗い込み流下した。同様の操作を 2 回繰り返し行い、全流出液を合わせ溶出液とした。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.6. 定量

残留物を適量のアセトンで溶解し、前記条件のガスクロマトグラフに注入してピーカ面積を求め、検量線より MEP の重量を求めて試料中の残留濃度を算出した。

7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.05	5	2	2	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	検出限界 (mg/kg)
0.025	5	2	2	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防茨城の無処理試料を用いて定量限界相当量 (0.01mg/kg) 及び 1.0mg/kg の添加濃度における回収試験を 5 連分析で実施した。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r
日植防 茨城	1.0 0.01	97, 94, 90, 86, 83 100, 90, 90, 90, 90	86 92	7 5

9. 試料分析結果

試料調製場所	経過日数	分析値(mg/kg)	
		乳剤	水和剤
散布前		<0.01	
日植防茨城	散布 1 日後	0.72	0.58
	散布 3 日後	0.16	0.16
	散布 7 日後	0.01	0.02
散布前		<0.01	
日植防高知	散布 1 日後	0.40	0.50
	散布 3 日後	0.10	0.07
	散布 7 日後	<0.01	0.01
散布前		<0.01	
日植防宮崎	散布 1 日後	0.43	0.44
	散布 3 日後	0.09	0.11
	散布 7 日後	0.01	0.01

試験区試料の分析は 1 連で実施

10. 精度管理

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

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

又 2019 年 6 月実施の食品衛生精度管理比較調査（一般財団法人食品薬品安全センター）における結果は良好であった。

分析日 (抽出日)	回収率 (%)	無処理試料 の分析値 (mg/kg)	使用した 無処理試料	対象試料
2020/12/15	93	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
12/16	83	<0.01	日植防高知	日植防高知
12/17	96	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2021/ 1/ 7	81	<0.01	日植防茨城	保存安定性試料

11. 保存安定性確認

磨碎均一化した無処理試料（日植防茨城）に MEP を添加し、冷凍暗所（-20°C 設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
1.0	83(2020/10/16— 2021/1/7)	87, 82	85

実試料最長保存日数：日植防茨城 60 日間、日植防高知 40 日間、日植防宮崎 31 日間

12. 参考添付図

各クロマトグラムの一例を示す。

図 1. MEP 標準品のクロマトグラム

図 2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

図 3. 回収率のクロマトグラム

図 4-1. 散布前試料のクロマトグラム

4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム

4-3. 日植防高知試料のクロマトグラム

4-4. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

図 5. 内部精度管理のクロマトグラム

図 6. 保存安定性試料のクロマトグラム

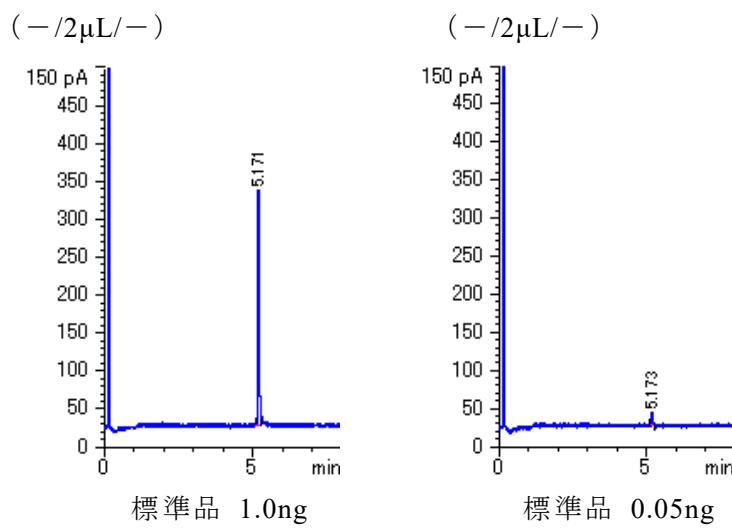


図 1. MEP 標準品のクロマトグラム

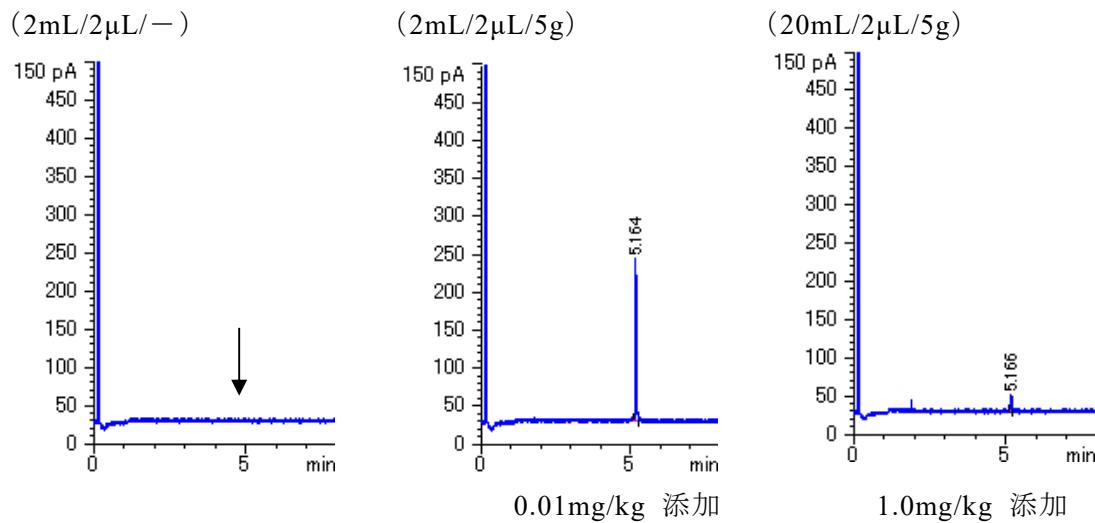


図 2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

図 3. 回収率のクロマトグラム

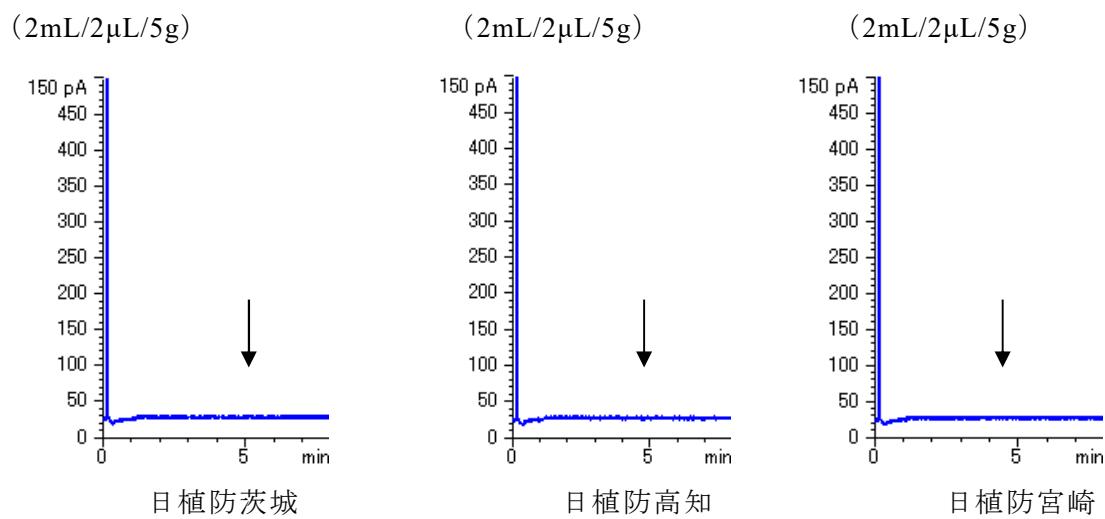


図 4-1. 散布前試料のクロマトグラム

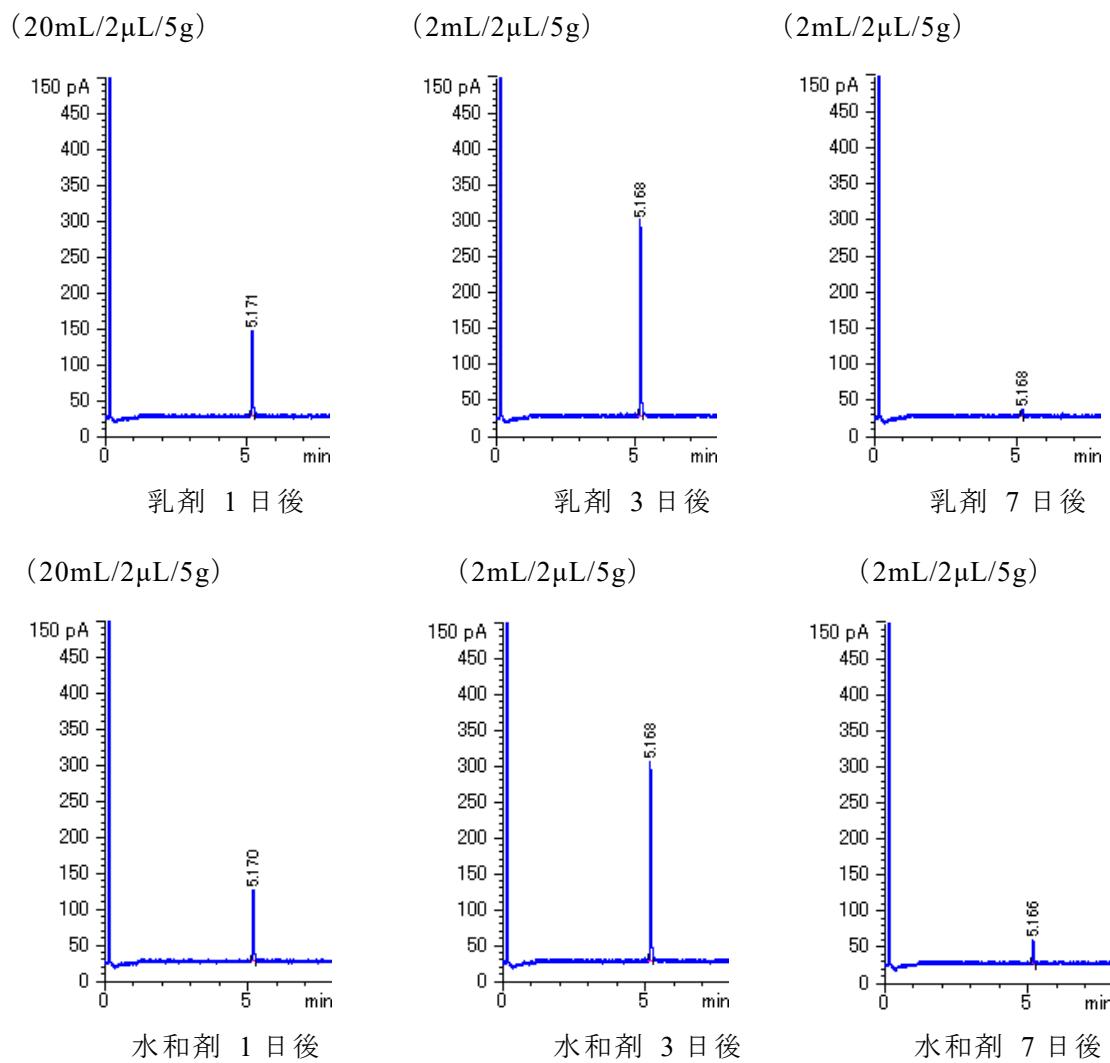


図 4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム

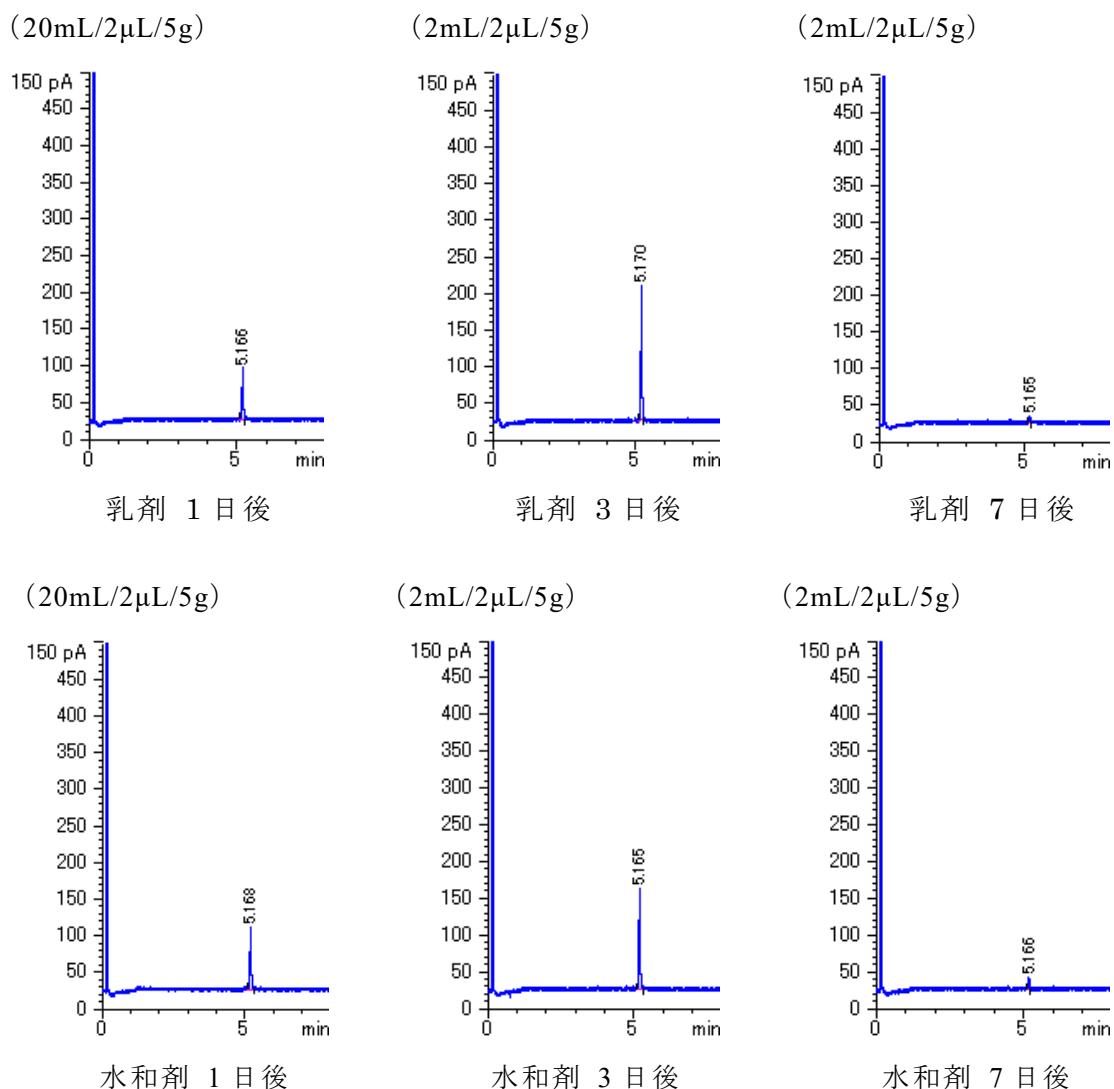
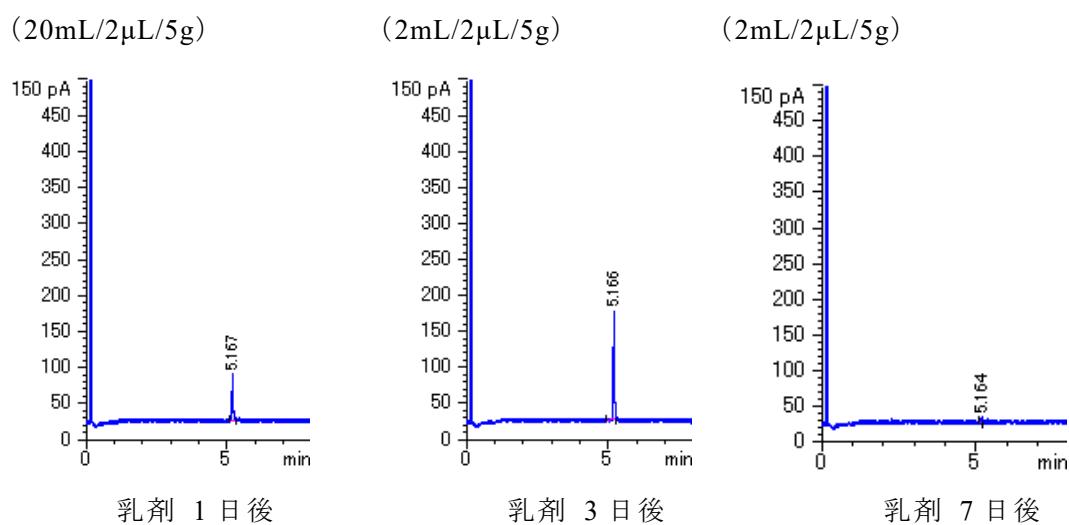


図 4-3. 日植防高知試料のクロマトグラム



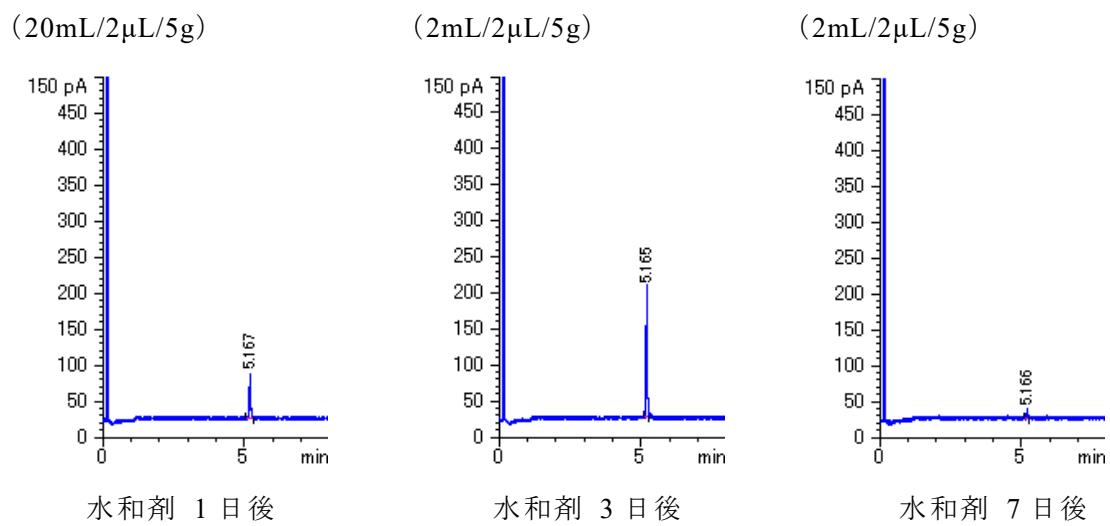


図 4-4. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

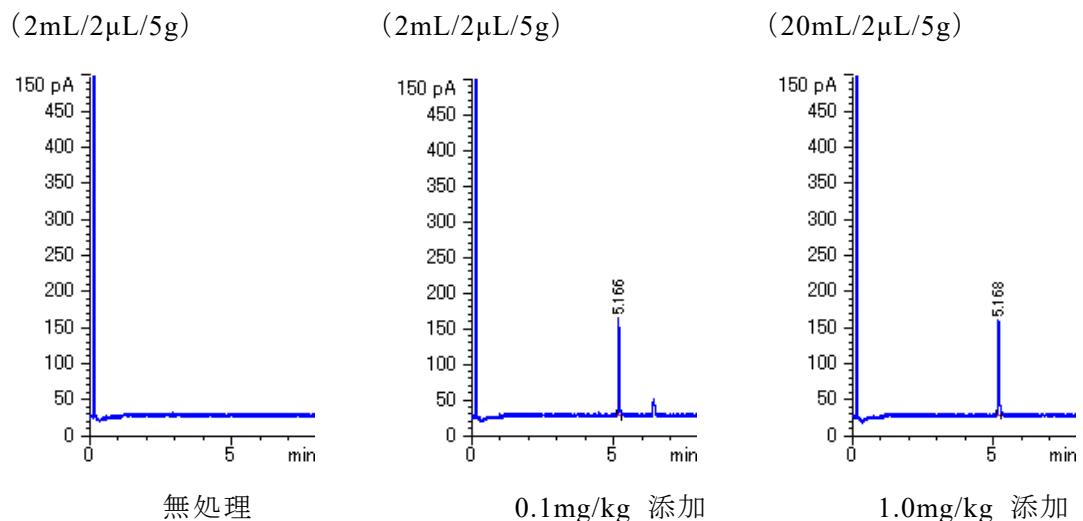


図 5. 精度管理のクロマトグラム

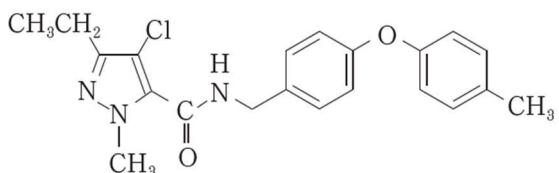
図 6. 保存安定性試料
のクロマトグラム

③ トルフェンピラド

1. 分析対象物質

トルフェンピラド

化学構造式：



化学名：4-chloro-3-ethyl-1-methyl-N- [4-(*p*-tolyloxy)benzyl] pyrazole-5-carboxamide

化学式：C₂₁H₂₂ClN₃O₂

分子量：383.9

性状：類白色粉末，無臭

融点：87.8～88.2°C

蒸気圧：5×10⁻⁷ Pa (20°C)

オクタノール／水分配係数：log Pow=5.61 (25°C)

溶解性：水 0.087 mg/L, n-ヘキサン 7.41 g/L, トルエン 366 g/L, メタノール 59.6 g/L, ジクロロメタン >500 g/L, アセトン 368 g/L, 酢酸エチル 339 g/L (以上 25°C)

安定性：熱；安定，加水分解性半減期 (25°C) ;1 年以上 (pH 4, pH 7, pH 9)
水中光分解性半減期 (25°C) ;11.4 日 (蒸留水, 太陽光), 11.3 日 (自然水, 太陽光)

出典：農薬ハンドブック 2016 年版

2. 標準品及び試薬

トルフェンピラド標準品：純度 99.8% (関東化学製)

アセトン, ヘキサン, 酢酸エチル, ジエチルエーテル：残留農薬試験用
(関東化学製)

メタノール：LC-MS 用 (関東化学製)

塩化ナトリウム：特級 (関東化学製)

1mol/L 酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用 (関東化学製)

ぎ酸：特級 (関東化学製)

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

フロリジルミニカラム：Sep-Pak FL plus long cartridge 910mg (waters 製)

濾紙：No.5A (桐山製作所製)

ガラス纖維濾紙：GFP (桐山製作所製)

3. 装置及び機器

電子天秤：XSR205, XS4002S, PG2002 (メトラー・トレド製), S-BOX WP (イシダ製)

ミキサー：クイジナート DLC-NXJ2(クイジナート製)

振とう機:EL-01(スギヤマゲン製)

減圧濃縮器:R-134(柴田科学器械工業製)

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

Agilent 6410 Triple Quad LC-MS(アジレント・テクノロジー製)

データ処理ソフトウェア:MassHunter(アジレント・テクノロジー製)

4. 測定機器の操作条件

4.1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム：Atlantis T3 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 150mm, 粒径 3 μ m

溶離液：A 液 4mM 酢酸アンモニウム含有 1% ぎ酸水溶液

B 液 メタノール

[グラジエントテーブル]

時間 (分)	A 液 (%)	B 液 (%)
3	5	95
9.5	5	95
10.5	30	70

流量：0.3 μ L/min

カラム温度：40°C

注入量：4 μ L

保持時間：約 6.2 分

4.2. 質量分析計の操作条件

イオン化法：エレクトロスプレーイオン化法 (ESI), 正モード

脱溶媒ガス流量：10L/min

脱溶媒ガス温度：300°C

ネブライザー：30psi

キャピラリー電圧：3kV

コーン電圧：50V

コリジョン電圧：20V

イオン抽出方法：MRM 法

モニタリングイオン：プリカーサーイオン；m/z 384.1

プロダクトイオン；m/z 197.1

5. 検量線の作成

トルフェンピラド標準品 20.0mg を精秤後アセトンで溶解し、20mL 定容とし 1000mg/L 標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して 40mg/L 標準溶液を 調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して 0.00025, 0.0005, 0.001, 0.005 及び 0.01mg/L の標準溶液を調製した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてトルフェンピラドのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng)、縦軸にピーク面積をとて検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、有姿のまま冷凍庫 (-20°C 設定) に保管した。分析直前にミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

6.2. 抽出

磨碎均一化した試料 20g をはかりとり、アセトン 100mL を加え振とう機を用い 30 分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス纖維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン 50mL で洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで 200mL に定容した。この 10mL (試料 1g 相当量) を取り、40°C 以下の水浴中で減圧濃縮しアセトンを留去した。

6.3. 多孔性ケイソウ土カラムによる精製

濃縮液に水を加え約 4g に調整した。この液を多孔性ケイソウ土カラムに流下し 5 分間放置後、ヘキサン 30mL で容器内を洗い込み、カラムに流下した。さらに、ヘキサン 20mL で同様の操作を繰り返し、全流出液を合わせ取り溶出液とした。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.4. フロリジルミニカラムによる精製

フロリジルミニカラムにヘキサン 5mL を流下し前処理をした。残留物をヘキサン 5mL で溶解しミニカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ヘキサン 5mL で容器内を洗い込みカラムに流下し、流出液は捨てた。次に、ジエチルエーテル／ヘキサン (50:50, v/v) 10mL で容器内を洗い込みミニカラムに流下した。次に、アセトン／ヘキサン (50:50, v/v) 10mL を流下し、全流出液を合わせ取り溶出液とした。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.5. 定量

残留物を適量のメタノールで溶解し、前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入してピーク面積を求め、検量線よりトルフェンピラドの重量を 求めて試料中の残留濃度を算出した。

7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.002	1	20	4	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	検出限界 (mg/kg)
0.001	1	20	4	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防茨城の無処理試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg) 及び 1mg/kg 添加濃度における回収試験を 5 連分析で実施した。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSDr
日植防 茨城	1.0	78, 77, 77, 76, 76	77	1
	0.01	100, 100, 90, 90, 90	94	6

9. 試料分析結果

試料調製場所	経過日数	分析値(mg/kg)	
		乳剤	フロアブル
散布前		<0.01	
日植防茨城	散布 1 日 後	0.15	0.20
	散布 3 日	0.06	0.12
	散布 7 日	0.01	0.03
散布前		<0.01	
日植防高知	散布 1 日 後	0.17	0.21
	散布 3 日	0.05	0.10
	散布 7 日	0.02	0.04
散布前		<0.01	
日植防宮崎	散布 1 日 後	0.20	0.22
	散布 3 日	0.06	0.15
	散布 7 日	0.02	0.04

試験区試料の分析は 1 連で実施

10. 精度管理

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

管理基準：各調製場所の実試料分析と保存安定性試験を行うごとに、各1検体の無処理試料及びトルフェンピラド 0.1mg/kg 添加試料（クオリティーコントロール試料）を分析した。その結果、下表に示すように問題は認められなかった。

又2019年6月実施の食品衛生精度管理比較調査（一般財団法人食品薬品安全センター）における結果は良好であった。

分析日 (抽出日)	回収率 (%)	無処理試料 の分析値 (mg/kg)	使用した 無処理試料	対象試料
2020/12/7	76	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
12/8	81	<0.01	日植防高知	日植防高知
12/9	72	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
12/11	74	<0.01	日植防茨城	日植防宮崎
2021/1/5	77	<0.01	日植防茨城	保存安定性試料

11. 保存安定性確認

磨碎均一化した無処理試料（日植防茨城）にトルフェンピラドを添加し、冷凍暗所（-20°C設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
1.0	81(2020/10/16— 2021/1/5)	102, 88	95

実試料最長保存日数：日植防茨城 52 日間、日植防高知 32 日間、日植防宮崎 23 日間

12. 参考添付図

各クロマトグラムの一例を示す。

図1. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

図3. 回収率のクロマトグラム

図4-1. 散布前試料のクロマトグラム

4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム

4-3. 日植防高知試料のクロマトグラム

4-4. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

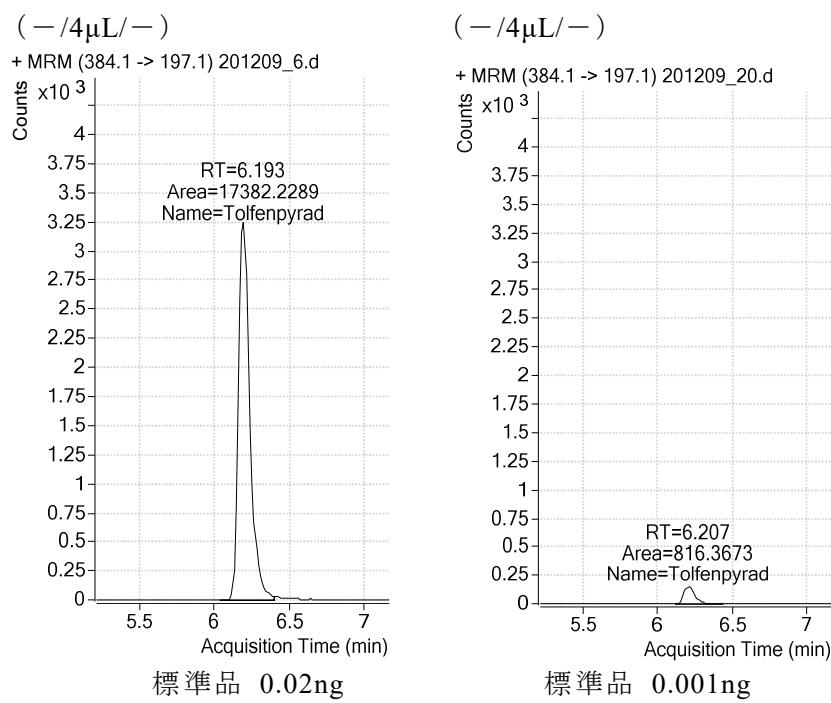


図 1. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

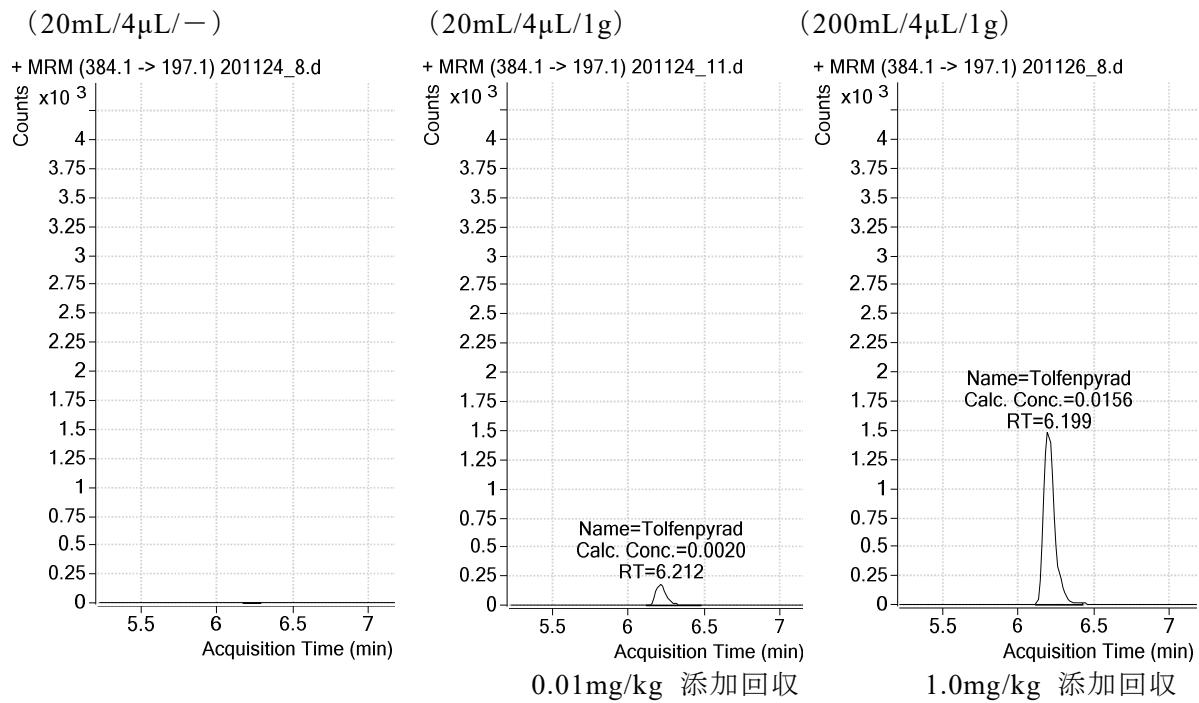


図 2. 全操作試薬プランク
のクロマトグラム

図 3. 回収率のクロマトグラム

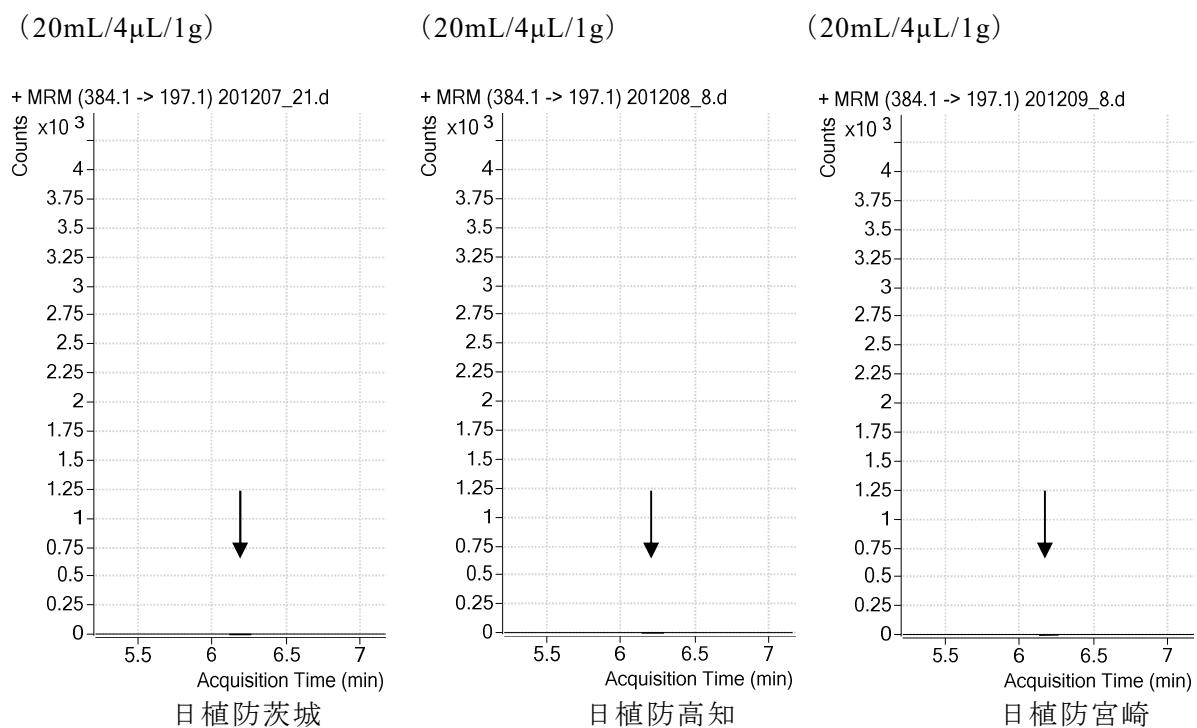
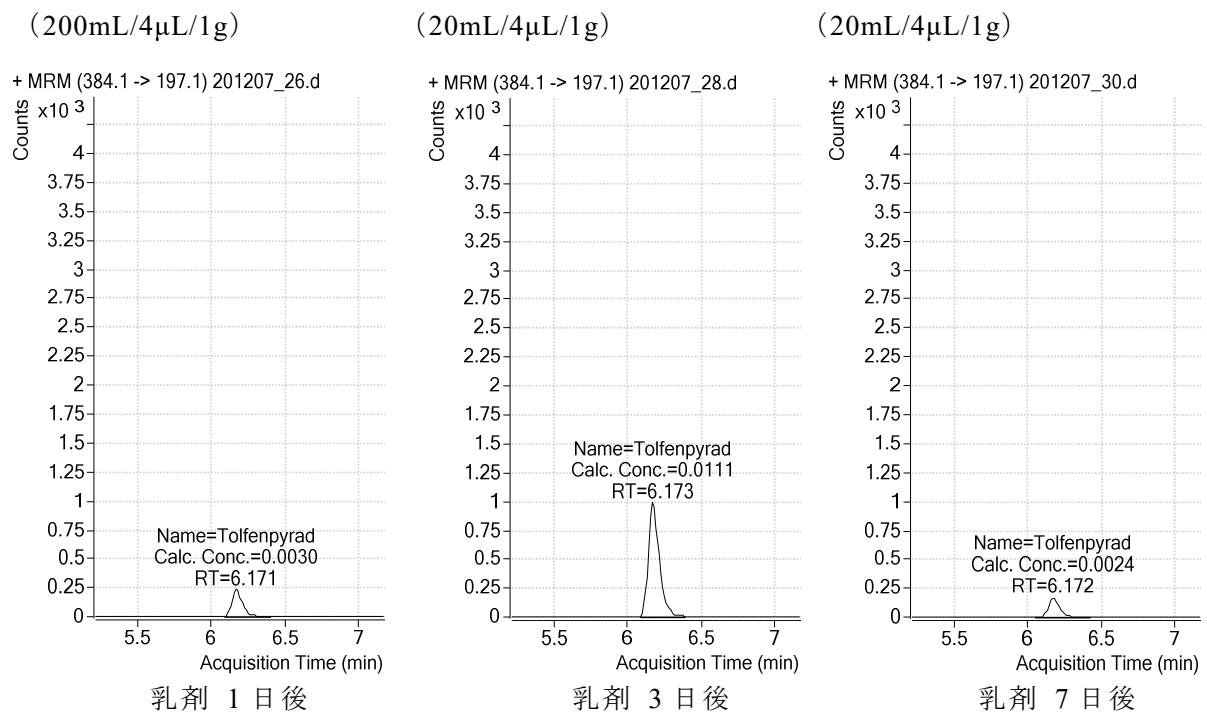


図 4-1. 散布前試料のクロマトグラム



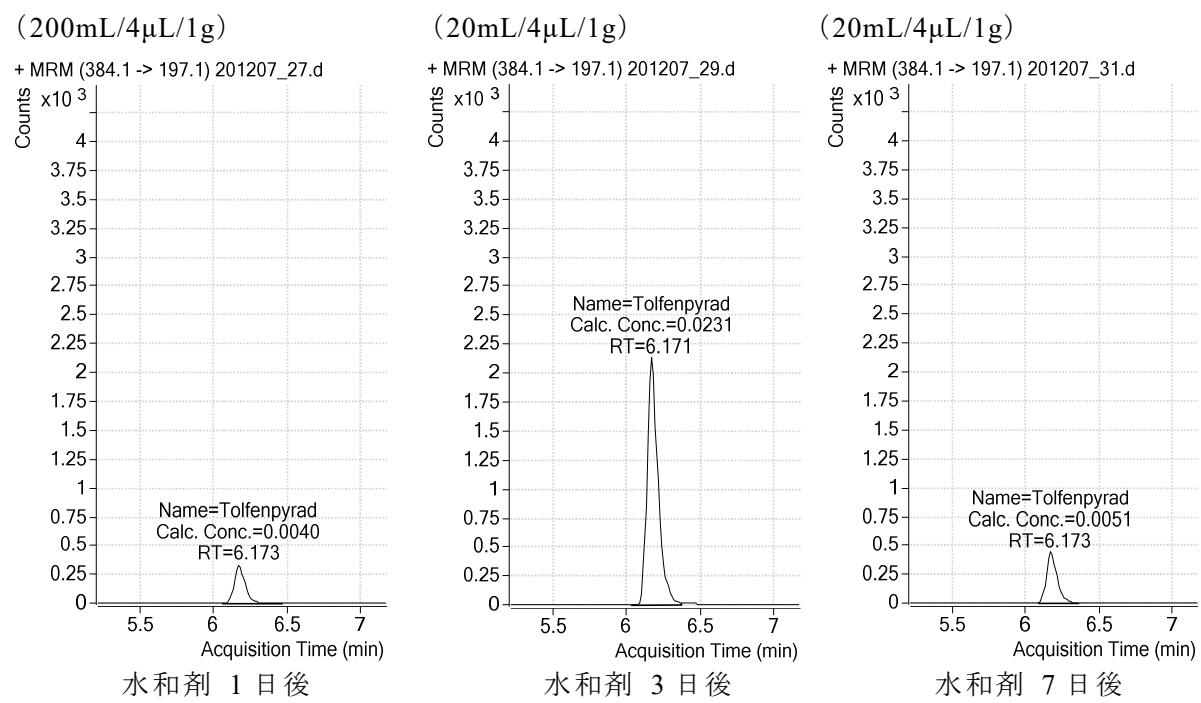
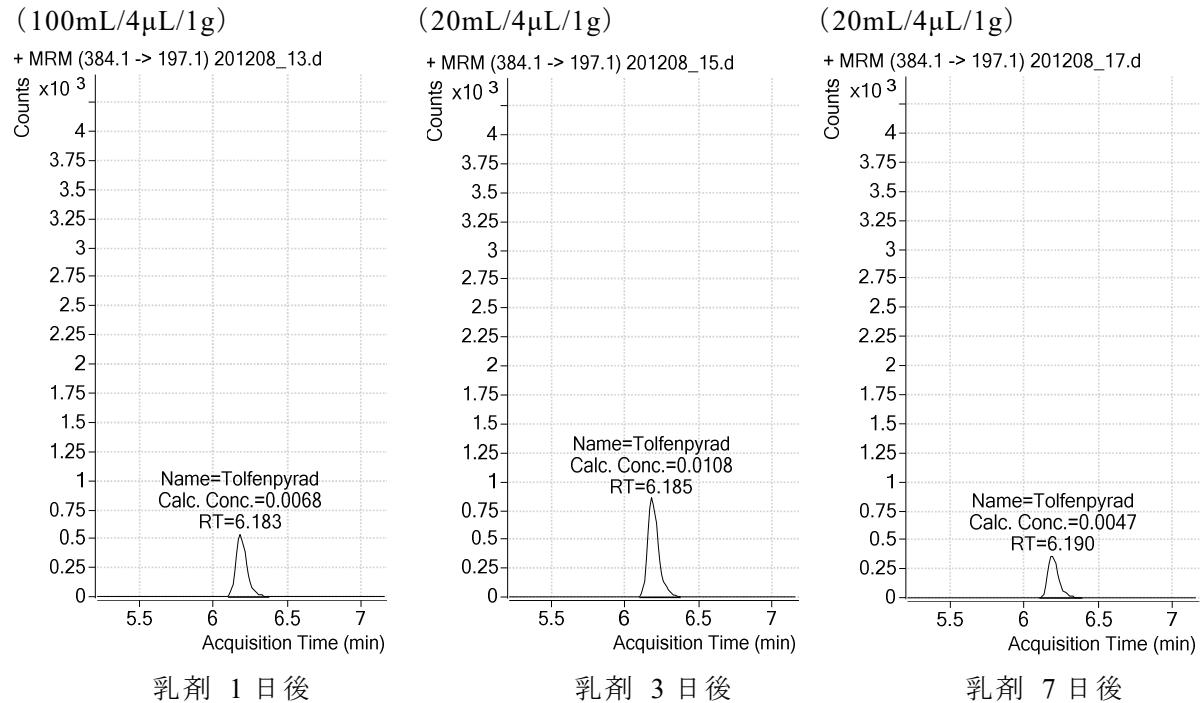


図 4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム



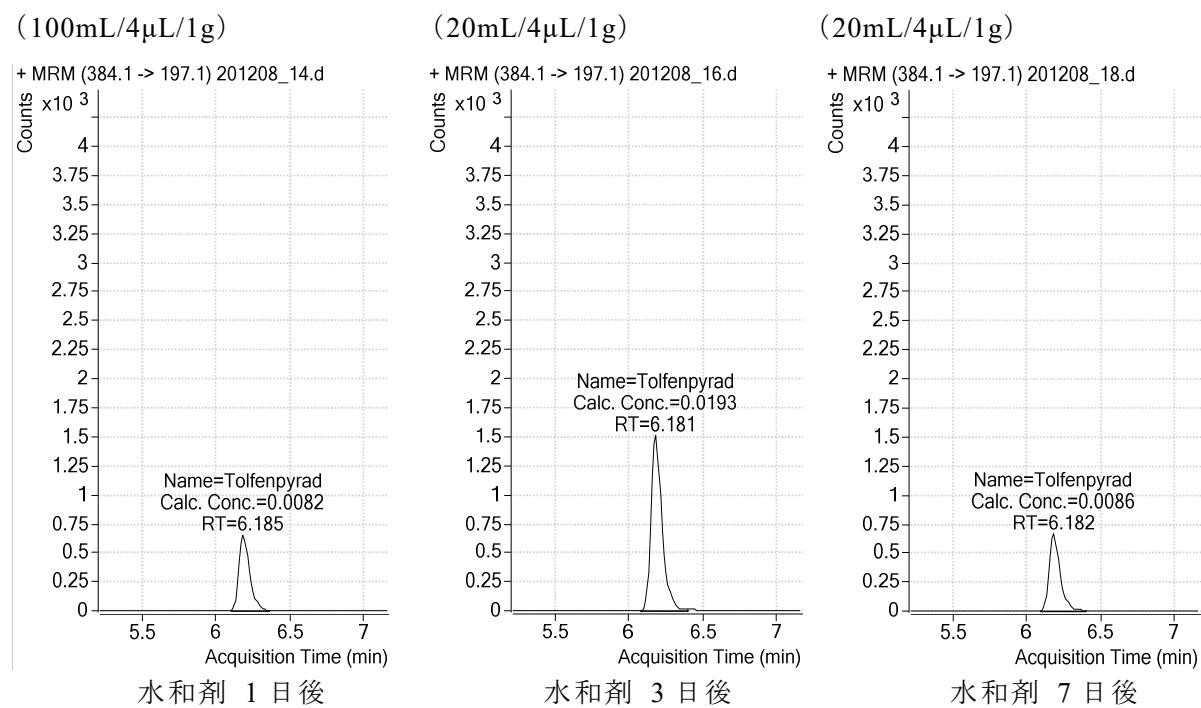


図 4-3. 日植防高知試料のクロマトグラム

