

Ⅳ-3

てんきろく Ver.3

気象表

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)	降水量(mm)
2022年8月29日	23.2	28.2	20.1	-
2022年8月30日	24.1	30.7	20.4	-
2022年8月31日	26.1	33.2	21.8	-
2022年9月1日	24.3	29.6	21.6	-
2022年9月2日	23.1	27.3	21.6	-
2022年9月3日	24.6	30.7	20.9	-
2022年9月4日	25.6	32.4	20.6	-
2022年9月5日	26.0	33.1	20.9	-

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)

報告書ID: 2022 GR-E

これは原本の正確な複写である
 '23.3.-8
 日付 署名

作成 22/9/8 H.M

ほ場試験 V

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 高知県香美市土佐山田町岩積
3. 試験担当者名 松村 栄一
4. 実験期間（ほ場試験期間） 2022年8月8日～8月15日
5. 被験物質（一般名）
- 5-2. 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. ①25.10 OL78 ②24.10 2B88A
- 5-3. 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. ①24.10 S1E02 ②24-10 03001
6. 供試農作物名 ぶどう（大粒種、品種：藤稔）、14年生樹
7. 土性 埴壤土
8. 栽培概要 施設栽培（無加温）
- 樹間 3.6m×5.0m、棚仕立て、栽培樹数 約56本/10a、最大樹高 約1.7m
- 開花日 2022年5月16日

栽培管理

- 施肥 2021年11月上旬 牛ふん堆肥 1000kg/10a
- 11月中旬 アミノール100 (6-8-3) 140kg/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）

被験物質処理前日から少なくとも過去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V-②に示した。

10. 防除管理

農薬の使用実績なし

11. 試験区規模（施設の場合、面積・容積・高さ）

処理区TOL-E、TOL-F、ETO-E、ETO-W：各12.0m²（2.0m×6.0m）

施設面積：1764㎡、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)
8月 8日	トルフェンピラド	TOL-E TOL-F	各1000倍	各400L	4.8mL/4.8L/12.0㎡ 4.8mL/4.8L/12.0㎡
8月 8日	エトフェンプロックス	ETO-E ETO-W	各1000倍	各400L	4.8mL/4.8L/12.0㎡ 4.8g/4.8L/12.0㎡
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	
TOL-E	収穫期	散布		晴 11:40 a.m.～	
TOL-F	収穫期	散布		晴 11:55 a.m.～	
ETO-E	収穫期	散布		晴 11:40 a.m.～	
ETO-W	収穫期	散布		晴 11:55 a.m.～	

*末尾の-Eは「乳剤」、-Fは「フロアブル」、-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、処理区内の試験樹全体に目標量を均一に散布した。その際、目標量と散布機の吐出量から散布時間を算出し、試験区を12区画に分割した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：MSB1510Li（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

処理時は無風であった。施設のため、降雨の影響なし。

(3) 展着剤の使用

なし

(4) 備考

なし

1 3. 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*	採取時の天候及び採取時刻
処理前	8月 8日	GR1-TOL-B	5.1kg/10房	TOL	晴 7:15a.m.～ 7:30a.m.
		GR1-ETO-B	4.9kg/10房	→ETO	

処理直後	8月 8日	GR1-TOL-E0	5.6kg/10房	TOL-E	晴 2:45p.m.～ 3:05p.m.
		GR1-TOL-F0	5.1kg/10房	→TOL-F	
		GR1-ETO-E0	5.5kg/10房	ETO-E	
		GR1-ETO-W0	5.3kg/10房	→ETO-W	
処理1日後	8月 9日	GR1-TOL-E1	6.1kg/10房	TOL-E	晴 8:50a.m.～ 9:10a.m.
		GR1-TOL-F1	5.6kg/10房	→TOL-F	
		GR1-ETO-E1	6.8kg/10房	ETO-E	
		GR1-ETO-W1	6.1kg/10房	→ETO-W	
処理3日後	8月11日	GR1-TOL-E3	6.1kg/10房	TOL-E	晴 8:45a.m.～ 9:05a.m.
		GR1-TOL-F3	5.5kg/10房	→TOL-F	
		GR1-ETO-E3	6.8kg/10房	ETO-E	
		GR1-ETO-W3	5.6kg/10房	→ETO-W	
処理7日後	8月15日	GR1-TOL-E7	6.5kg/10房	TOL-E	晴 8:45a.m.～ 9:05a.m.
		GR1-TOL-F7	5.9kg/10房	→TOL-F	
		GR1-ETO-E7	7.2kg/10房	ETO-E	
		GR1-ETO-W7	5.8kg/10房	→ETO-W	

* 異なる農薬成分（TOL-EとTOL-F及びETO-EとETO-W）ごとに、異なる作業者が採取した。

(1) 試料採取方法

試料は試験区の境界部をはずし、偏りがないう区全体からハサミを用いて採取した。採取時は試験区ごとに清浄な手袋を装着した。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1房ずつボークスペーパーで包み、フルーツパックに入れ、ラップで固定した後、ダンボール箱に入れた。緩衝材としてボークスペーパーを使用した。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日着を指定して送付した。

(5) 備考

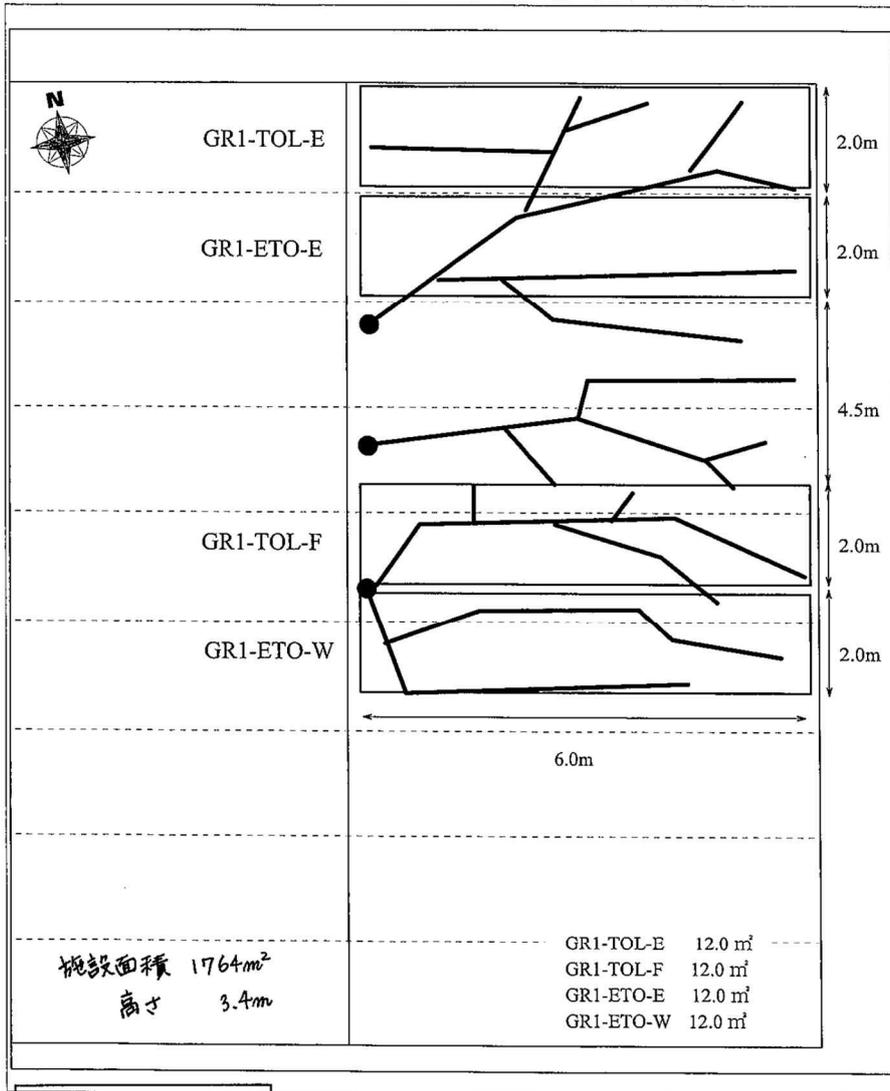
なし

V-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・亜主枝の配置が分かるように図示する。



これは原本の正確な複写である
 '23.3.-8 日付 署名

記入日: 22 / 7 / 28 署名又は捺印: E. H

報告書ID (非 GLP) : 2022GR-F

V-② 使用した農薬の記録

IV-5

F. 農薬使用履歴

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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
H	ぶどう	ベンレート水和剤	22/3/30.5/10	2000倍散布	22/8/2 E.H
		オソライド水和剤80	22/4/11.5/2	800倍散布	
		アルバリン顆粒水和剤	22/4/11. 5/2.7/29	2000倍散布	
		アリエーシC水和剤	22/4/22.5/17	800倍散布	
		ア799顆粒水和剤	22/4/22.7/16	2000倍散布	
		ジマンタイセン水和剤	22/5/10	1000倍散布	
		ズニックス顆粒水和剤	22/5/11.21.9/29	4000倍散布	
		スミチオン水和剤40	22/5/19	1000倍散布	
		ファンタジス顆粒水和剤	22/6/4.7/6	3000倍散布	
		プロバップDF	22/6/4	1000倍散布	
		ホルト顆粒水和剤	22/6/4.7/6	3000倍散布	
		ドゥンクスフロアブル	22/6/13	2000倍散布	
		アドマイヤーフロアブル	22/6/13.24.7/16	5000倍散布	
		ホライズンドライフロアブル	22/6/24	2500倍散布	
		グニラビフロアブル	22/7/6	1000倍散布	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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）

確認日

報告書ID（非GLP）：2022GR-F

これは原本の正確な複写である
23.3.-8
日付 署名 

IV-6

F. 農薬使用履歴

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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・聞き取り日を区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
H	ぶどう	オンリーワンフロアブル	22/7/16.28	2000倍散布	22/8/2 E.N
(斜線が引かれた空白行)					

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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） _____ 確認日 _____

報告書 ID (非 GLP) : 2022GR-F _____

これは原本の正確な複写である
23.3.-8
日付 署名 

V-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	高知県香美市土佐山田町岩積 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 5107) <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 <input type="checkbox"/> 雨量記録監視装置 又はパルスロガー (GLP 機器番号)
観測時刻 (読み取りの場合)	おおむね _____ 時頃

記入日: 22/8/22 署名又は捺印: E. r

その他の観測したデータがあれば観測方法を説明

これは原本の正確な複写である
 '23. 3. -8
 日付 署名

記入日: _____ 署名又は捺印: _____

報告書 ID (非 GLP) : 2022GR-F

√瓜 - 3
てんきろくVer.3

気象表

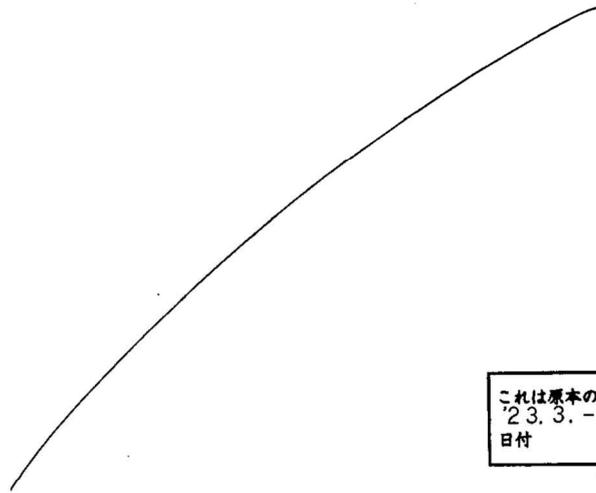
日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)	降水量(mm)
2022年8月8日	30.2	37.2	24.8	-
2022年8月9日	29.8	36.6	25.4	-
2022年8月10日	29.9	37.1	25.3	-
2022年8月11日	29.5	36.1	25.1	-
2022年8月12日	28.9	35.4	25.0	-
2022年8月13日	29.0	37.1	25.2	-
2022年8月14日	29.1	36.3	24.7	-
2022年8月15日	29.4	36.2	25.0	-

観測地:高知県香美市土佐山田町岩積 当該試験施設
観測機器:気温 おんどとり TR-71Ui(GLP機器番号5107)

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
23.3.-8
日付 署名

22/8/22 E.M

報告書ID(非GLP): 2022GR-F

ほ場試験 VI

1. 試験実施機関名 公益社団法人石川県植物防疫協会
2. ほ場所在地 石川県かほく市内高松
3. 試験担当者名 武田 康一
4. 実験期間（ほ場試験期間） 2022年7月29日～8月6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. ①23.10-L4J141 ②26.10-M44111
6. 供試農作物名 ぶどう（小粒種、品種：デラウェア）、25年生樹
7. 土性 砂土、傾斜：5%（北西～南東）

8. 栽培概要 施設栽培（無加温）
- 樹間 6.0m×10.0m、一文字仕立て長梢剪定、栽培樹数 約16本/10a、
最大樹高 約1.7m
- 開花日 2022年5月13日

栽培管理

- 施肥 2021年10月19日 糖の精 80kg/10a、米ぬか 60kg/10a、
油かす 80kg/10a、苦土石灰 20kg/10a
- 2022年 3月29日 BM有機果樹 20kg/10a、硫酸カリ 20kg/10a、
OKボーン 20kg/10a、
くみあい磷硝安入り粒状複合S604 20kg/10a、
こうぼ堆肥 15kg/10a、リン酸石灰 20kg/10a、
ゼオライト 20kg/10a、シェルフミン 20kg/10a、
苦土石灰 20kg/10a、FBM 4kg/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）

被験物質処理前日から少なくとも過去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VI-②に示した。

1 0. 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：各18.0m²（3.0m×6.0m）、1樹の垂主枝を供試

施設面積：4000m²、高さ：1.7m

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)
7月30日	マイクロブタニル	MYC-E MYC-W	2500倍 1000倍	各395L	2.84mL/7.11L/18m ² 7.11g/7.11L/18m 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 10:15 a.m.～	
MYC-W	収穫期	散布		晴 11:10 a.m.～	

*末尾の-Eは「乳剤」、-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、処理区内の試験樹全体に目標量を均一に散布した。その際、目標量と散布機の吐出量から散布時間を算出し、1m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

処理時は無風であった。施設のため、降雨の影響なし。

(3) 展着剤の使用

なし

(4) 備考

処理時は薬液の飛散防止のため、試験区をポリフィルムで囲んだ。

1 3. 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	採取時の天候及び採取時刻
処理前	7月29日	GR2-MYC-B	2.5kg/11房	-	晴 8:45a.m.～ 9:00a.m.
処理直後	7月30日	GR2-MYC-E0	2.2kg/10房	MYC-E→	晴 2:15p.m.～ 2:25p.m.
		GR2-MYC-W0	2.2kg/10房	MYC-W	晴 2:30p.m.～ 2:40p.m.

処理1日後	7月31日	GR2-MYC-E1	2.2kg/10房	MYC-E→	晴 8:55a.m.～ 9:05a.m.
		GR2-MYC-W1	2.3kg/10房	MYC-W	晴 9:10a.m.～ 9:20a.m.
処理3日後	8月 2日	GR2-MYC-E3	2.0kg/10房	MYC-E→	晴 1:10p.m.～ 1:20p.m.
		GR2-MYC-W3	2.3kg/10房	MYC-W	晴 1:25p.m.～ 1:40p.m.
処理7日後	8月 6日	GR2-MYC-E7	2.2kg/10房	MYC-E→	晴 8:45a.m.～ 8:55a.m.
		GR2-MYC-W7	2.1kg/10房	MYC-W	晴 9:10a.m.～ 9:20a.m.

(1) 試料採取方法

試料は試験区の境界部をはずし、偏りがないう区全体からハサミを用いて採取した。採取時は試験区ごとに清浄な手袋を装着した。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

いずれの試料もやや大きかったが、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1房ずつぶどう三角袋に包み、気泡緩衝材、ボークスペーパーを順に敷いたダンボール箱に並べて入れた。すき間に発泡緩衝材で詰め、試料の上に蛇腹に折ったボークスペーパーを敷き詰め、その上に気泡緩衝材を被せた。梱包資材は全て未使用品を用い、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

VI-① 試験区見取り図

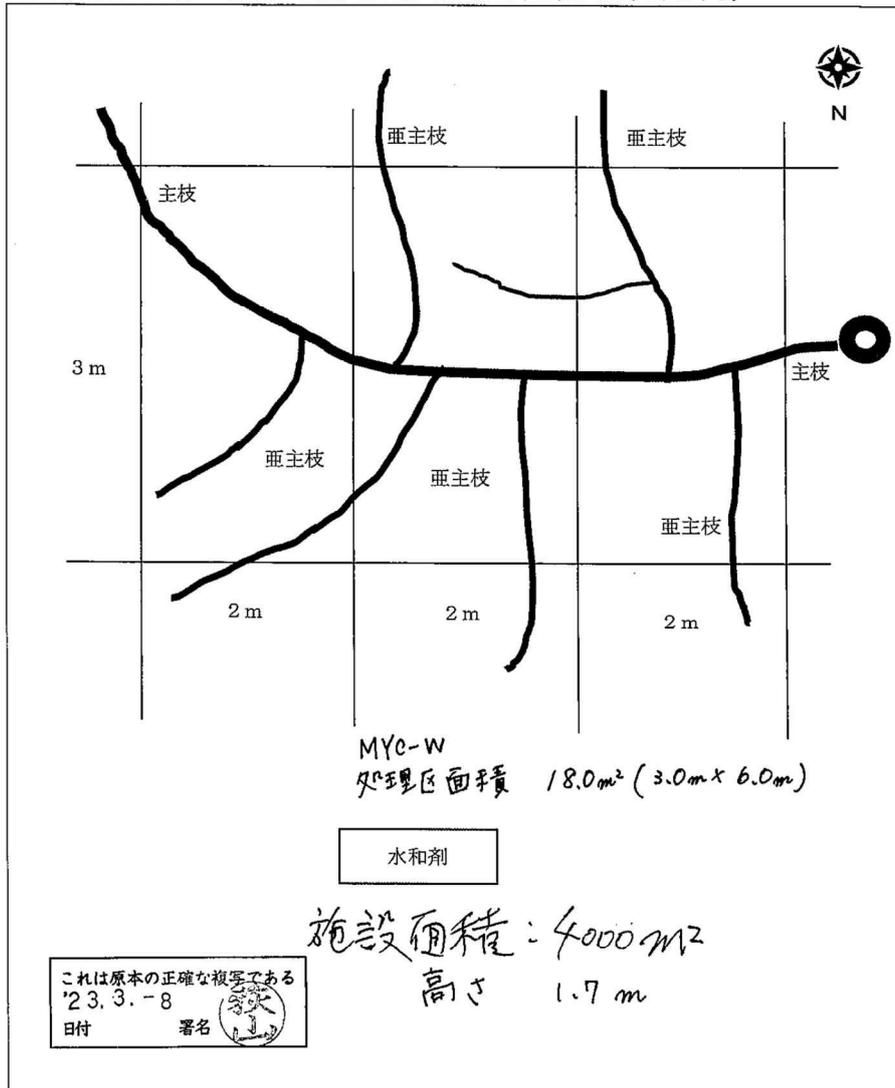
IV-4

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。



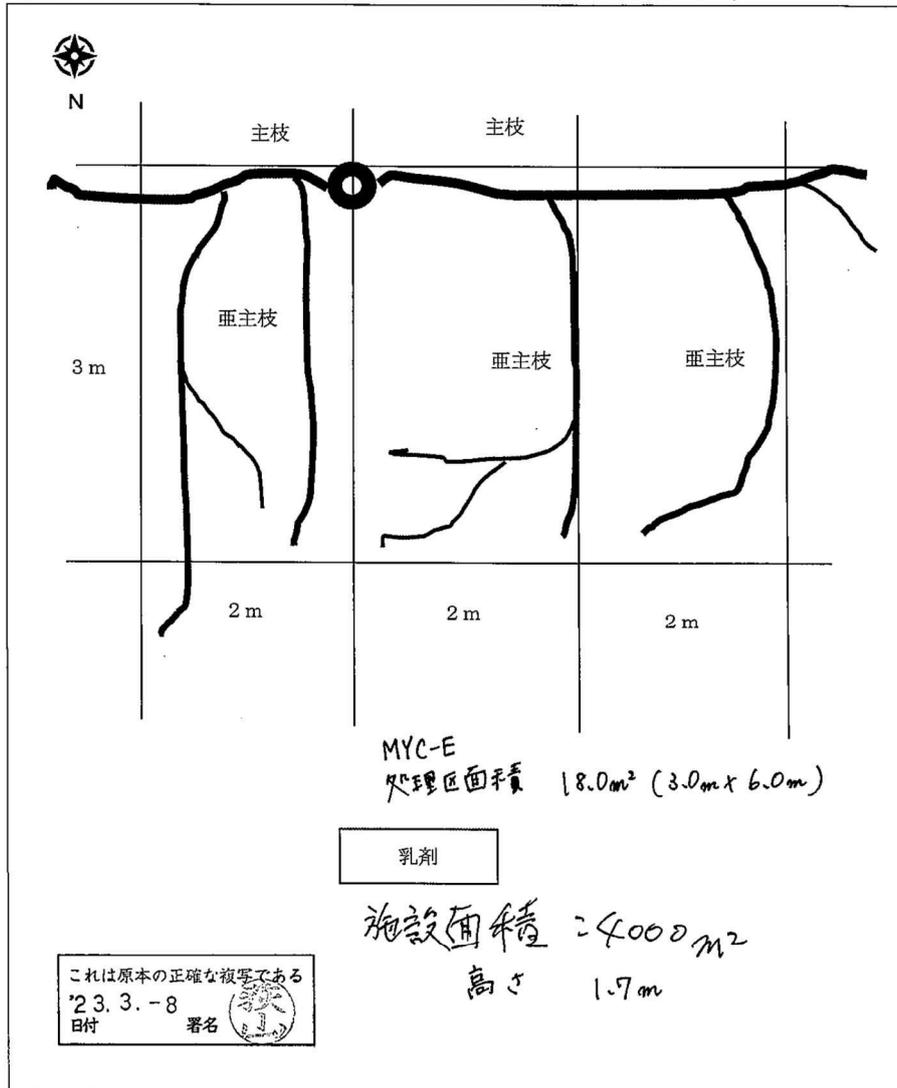
記入日: 22/7/24 署名又は捺印: 武'田

報告書 ID (非 GLP) : 2022GR-C

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・亜主枝の配置が分かるように図示する。



記入日: 22/7/24 署名又は捺印: 武田

報告書ID (非GLP) : 2022GR-C

VI-② 使用した農薬の記録

IV-6

F. 農薬使用履歴

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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・聞き取り日を区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	ぶどう 小粒	スミチオン水和剤	2021/9/27	1000 倍散布	22/7/29 武田
		CX-10	2021/12/23	20 倍散布	
		石灰硫黄合剤	2022/3/23	20 倍散布	
		ベンレート水和剤	2022/3/23	200 倍散布	
		ディアナ WDG	2022/6/12	10000 倍散布	
		オンリーワンフロアブル	2022/6/12	2000 倍散布	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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) 桐山 隆 確認日 22/7/29

報告書ID(非GLP) : 2022GR-C

これは原本の正確な複写である
'23.3.-8
日付 署名 

VI-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	石川県かほ市内高松の試験ポッド園内	
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 1013) <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 <input type="checkbox"/> 雨量記録監視装置 又はパルスロガー (GLP 機器番号)	
観測時刻 (読み取りの場合)	おおむね _____ 時頃	

記入日: 22/8/9 署名又は捺印: 武田

その他の観測したデータがあれば観測方法を説明

これは原本の正確な複写である
 '23. 3. -8
 日付 署名 

記入日: _____ 署名又は捺印: _____

報告書ID (非 GLP) : 2022GR-C

Ⅳ - 3

てんきろく Ver.2

気象表

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)
2022年7月22日	25.2	29.5	22.4
2022年7月23日	23.5	27.3	19.7
2022年7月24日	25.5	29.8	20.5
2022年7月25日	27.0	33.5	23.3
2022年7月26日	26.7	30.7	23.2
2022年7月27日	27.1	32.1	22.8
2022年7月28日	29.1	34.0	24.6
2022年7月29日	28.6	33.8	24.3
2022年7月30日	28.8	35.3	23.2
2022年7月31日	29.3	35.8	23.4
2022年8月1日	29.4	34.4	24.3
2022年8月2日	28.3	33.1	23.6
2022年8月3日	27.5	31.8	24.0
2022年8月4日	23.9	26.9	21.6
2022年8月5日	26.4	31.0	22.3
2022年8月6日	28.1	33.1	23.0
2022年8月7日	28.3	33.5	23.5
2022年8月8日	29.5	34.3	24.8

これは原本の正確な複写である
 '23. 3. -8
 日付 署名 

報告書 2D(非GLP): 2022 GR-C

22/8/9 武田

ほ場試験 VII

1. 試験実施機関名 一般社団法人日本植物防疫協会 山梨試験場
2. ほ場所在地 山梨県甲州市勝沼町上岩崎737
3. 試験担当者名 森田 久孝
4. 実験期間（ほ場試験期間） 2022年7月27日～8月4日
5. 被験物質（一般名）
- 5-2. 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. ①25.10 OL78 ②24.10 2B88A
- 5-3. 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. ①24.10 S1E02 ②24-10 03001
6. 供試農作物名 ぶどう（小粒種、品種：デラウェア）、37年生樹
7. 土性 埴壤土
8. 栽培概要 施設栽培（無加温）
- 樹間 約10m×約10m、棚仕立て、栽培樹数 約10本/10a、最大樹高 約1.8m
- 開花日 2022年5月20日頃

栽培管理

施肥無し

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）

被験物質処理前日から少なくとも過去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、コード名で示された農薬に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VII-②に示した。

10. 防除管理

農薬の使用実績なし

11. 試験区規模（施設の場合、面積・容積・高さ）

処理区TOL-E、TOL-F、ETO-W：各30.0m²（3.0m×10.0m）、3樹の垂主枝の一部を供試

処理区ETO-E：30.0㎡（3.0m×10.0m）、2樹の垂主枝の一部を供試

施設面積：620㎡、高さ：4.2m

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)
7月28日	トルフェンピラド	TOL-E TOL-F	各1000倍	各403L	12.1mL/12.1L/30.0㎡ 12.1mL/12.1L/30.0㎡
7月28日	エトフェンプロックス	ETO-E ETO-W	各1000倍	各403L	12.1mL/12.1L/30.0㎡ 12.1g/12.1L/30.0㎡
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	
TOL-E	収穫期	散布		曇 10:05 a.m.～	
TOL-F	収穫期	散布		曇 10:30 a.m.～	
ETO-E	収穫期	散布		曇 10:30 a.m.～	
ETO-W	収穫期	散布		曇 10:05 a.m.～	

*末尾の-Eは「乳剤」、-Fは「フロアブル」、-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、処理区内の試験樹全体に目標量を均一に散布した。その際、目標量と散布機の吐出量から散布時間を算出し、試験区を15区画に分割した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

処理時は無風であった。施設のため、降雨の影響なし。

(3) 展着剤の使用

なし

(4) 備考

処理時は薬液の飛散防止のため、処理区TOL-Fと処理区ETO-Eの間の棚下（約1.5m）をポリフィルムで遮蔽した。

1 3. 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	採取時の天候及び採取時刻
処理前	7月27日	GR2-TOL-B	1.8kg/13房	ETO	曇 8:50a.m.～ 8:58a.m.
		GR2-ETO-B	1.8kg/13房	→TOL	曇 8:43a.m.～ 8:48a.m.

処理直後	7月28日	GR2-TOL-E0	1.8kg/13房	TOL-E	晴 2:25p.m.～ 2:32p.m.
		GR2-TOL-F0	1.7kg/13房	→ETO-W	晴 2:52p.m.～ 2:58p.m.
		GR2-ETO-E0	1.7kg/14房	→TOL-F	晴 3:04p.m.～ 3:10p.m.
		GR2-ETO-W0	1.7kg/13房	→ETO-E	晴 2:40p.m.～ 2:47p.m.
処理1日後	7月29日	GR2-TOL-E1	1.7kg/13房	TOL-E	晴 8:30a.m.～ 8:37a.m.
		GR2-TOL-F1	1.8kg/14房	→ETO-W	晴 8:48a.m.～ 8:55a.m.
		GR2-ETO-E1	1.8kg/13房	→TOL-F	晴 8:59a.m.～ 9:05a.m.
		GR2-ETO-W1	1.8kg/14房	→ETO-E	晴 8:39a.m.～ 8:44a.m.
処理3日後	7月31日	GR2-TOL-E3	1.9kg/13房	TOL-E	晴 8:22a.m.～ 8:28a.m.
		GR2-TOL-F3	1.9kg/13房	→ETO-W	晴 8:39a.m.～ 8:46a.m.
		GR2-ETO-E3	1.8kg/13房	→TOL-F	晴 8:50a.m.～ 8:56a.m.
		GR2-ETO-W3	1.9kg/13房	→ETO-E	晴 8:30a.m.～ 8:35a.m.
処理7日後	8月 4日	GR2-TOL-E7	1.9kg/13房	TOL-E	曇 8:40a.m.～ 8:45a.m.
		GR2-TOL-F7	1.8kg/13房	→ETO-W	曇 8:56a.m.～ 9:01a.m.
		GR2-ETO-E7	1.8kg/13房	→TOL-F	曇 9:05a.m.～ 9:12a.m.
		GR2-ETO-W7	1.8kg/13房	→ETO-E	曇 8:47a.m.～ 8:53a.m.

(1) 試料採取方法

試料は試験区の境界部をはずし、偏りがないう区全体からハサミを用いて採取した。採取時は試験区ごとに清浄な手袋を装着した。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1房ずつぶどう用出荷袋（表面：PP、裏面：紙）に入れ、ウレタンマットを敷き、ボークスペーパーで内面を覆ったダンボール箱に並べて入れた。上部は包装紙で覆った。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日着を指定して送付した。

(5) 備考

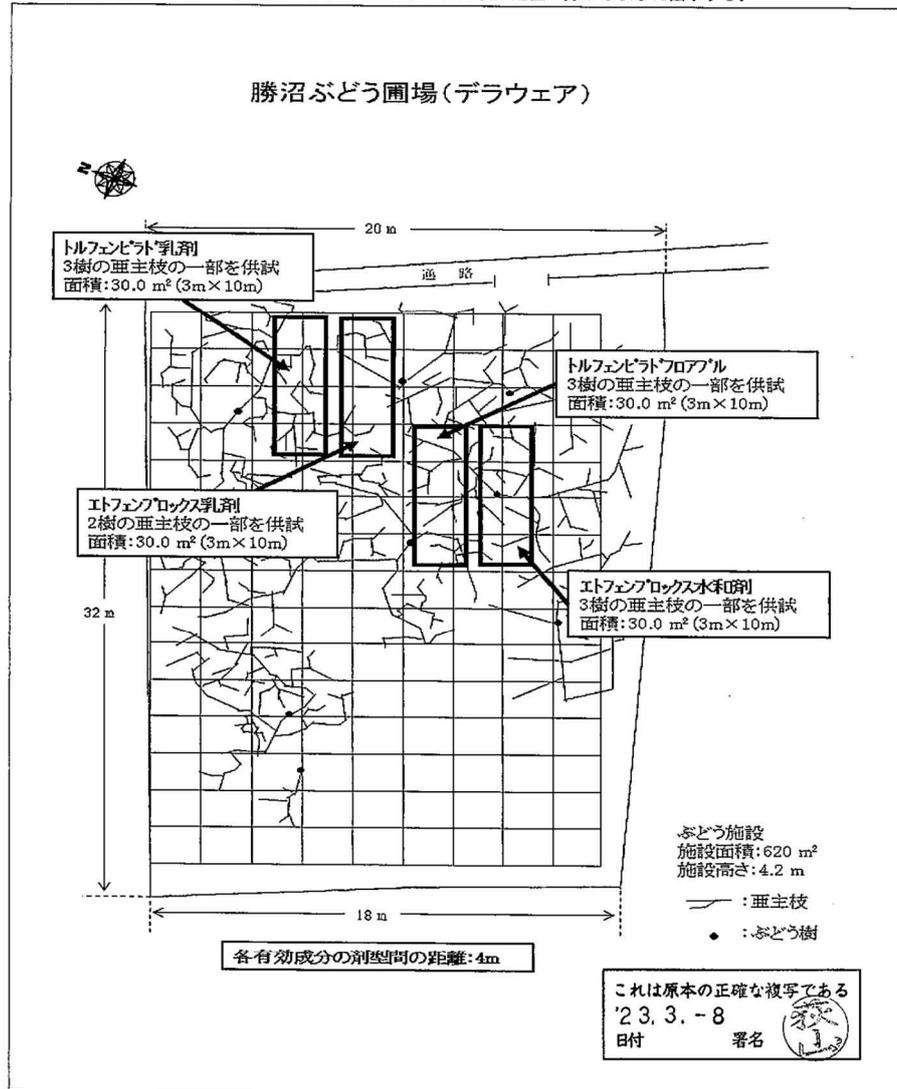
梱包した試料は、冷蔵庫（9℃）で3時間程度保管して輸送会社へ持ち運んだ。

VII-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: '22/7/25 署名又は捺印: H.M

VII-② 使用した農薬の記録

IV-5

F. 農薬使用履歴

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 X 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
【各試験区共通】					
T	ぶどう	モスピラン顆粒水溶剤	2022/5/26	2000 倍	22/7/28 H.Y.
		アミスター10フロアブル		1000 倍	
		アディオソ乳剤	2022/6/13	2000 倍	
		ベトファイター顆粒水和剤		3000 倍	
		ジャストフィットフロアブル	2022/6/27	5000 倍	
アーデントフロアブル	2000 倍				
		MIE-1705EC	2022/7/8	8000 倍	
		NNI-2101 SC100		5000 倍	
		ディアナ WDG		5000 倍	
/					

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法
 主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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) 後藤 直人 確認日 22/7/26

報告書 ID: 2022GR-E

これは原本の正確な複写である
 '23.3.-8
 日付 署名

Ⅶ-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	山梨県甲州市勝沼町上岩崎737 現地気象観測施設	
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 5316) <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"/> 雨量記録監視装置 又はパルスロガー (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: '22/8/17 署名又は捺印: H.M

その他の観測したデータがあれば観測方法を説明

なし

これは原本の正確な複写である
 '23.3.-8
 日付 署名 

記入日: '22/8/17 署名又は捺印: H.M

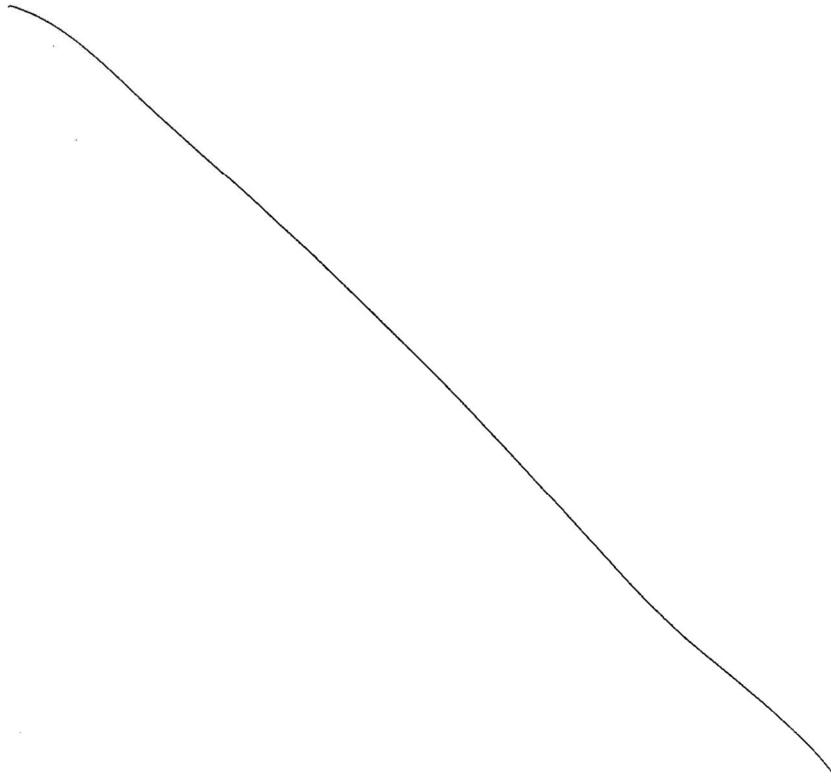
報告書 ID: 2022GR-E

VIII-3

てんきろく Ver.3

気象表

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)	降水量(mm)
2022年7月28日	27.7	36.2	22.3	-
2022年7月29日	28.5	37.6	21.4	-
2022年7月30日	29.8	38.7	24.2	-
2022年7月31日	29.6	39.9	24.5	-
2022年8月1日	29.5	38.3	23.6	-
2022年8月2日	30.8	41.0	24.1	-
2022年8月3日	30.2	40.2	24.4	-
2022年8月4日	26.9	32.8	23.2	-



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
 '23. 3. - 8
 日付 署名

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)

報告書ID: 2022 GR-E

作成 22/8/17 H.M

報告書ID: 2022 GR-E
 22/8/17 H.M

ほ場試験 VIII

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 宮崎県児湯郡都農町大字川北181
3. 試験担当者名 福元 義人
4. 実験期間（ほ場試験期間） 2022年7月4日～7月13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. ①23.10-L4J141 ②26.10-M44111
- 5-2. 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. ①25.10 OL78 ②24.10 2B88A
- 5-3. 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. ①24.10 S1E02 ②24-10 03001
6. 供試農作物名 ぶどう（小粒種、品種：デラウェア）、20年生樹
7. 土性 埴壤土
8. 栽培概要 雨よけ栽培（2022年1月31日～試験終了まで）
樹間 約3.6m×約6.0m、主枝4本（H型整枝）、栽培樹数 約46本/10a、
最大樹高 約1.7m
開花日（満開期） 2022年4月10日

栽培管理

施肥 2021年10月24日 バイオノ有機（7.2-4.0-2.5） 240kg/10a、
ビーナスK 240kg/10a、米ぬか 200kg/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）

被験物質処理前日から少なくとも過去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VIII-②に示した。

10. 防除管理

農薬の使用実績なし

11. 試験区規模（施設の場合、面積・容積・高さ）

処理区MYC-E、MYC-W、TOL-E、TOL-F、ETO-E、ETO-W：各21.6㎡（3.6m×6.0m）、1樹
施設面積：2500㎡、高さ：2.4m

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)
7月 6日	ミクロブタニル	MYC-E MYC-W	2500倍 1000倍	各398L	3.44mL/8.6L/21.6㎡ 8.6g/8.6L/21.6㎡
7月 6日	トルフェンピラド	TOL-E TOL-F	各1000倍	各398L	8.6mL/8.6L/21.6㎡ 8.6mL/8.6L/21.6㎡
7月 6日	エトフェンプロックス	ETO-E ETO-W	各1000倍	各398L	8.6mL/8.6L/21.6㎡ 8.6g/8.6L/21.6㎡
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		曇	9:09 a.m.～
MYC-W	収穫期	散布		曇	9:30 a.m.～
TOL-E	収穫期	散布		曇	9:53 a.m.～
TOL-F	収穫期	散布		曇	10:14 a.m.～
ETO-E	収穫期	散布		曇	10:38 a.m.～
ETO-W	収穫期	散布		曇	11:00 a.m.～

*末尾の-Eは「乳剤」、-Fは「フロアブル」、-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、処理区内の試験樹全体に目標量を均一に散布した。その際、目標量と散布機の吐出量から散布時間を算出し、試験区を24区画に分割した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：MSB1510Li（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

処理時は無風であった。施設のため、降雨の影響なし。

(3) 展着剤の使用

なし

(4) 備考

なし

1.3. 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	採取時の天候及び採取時刻
処理前	7月 4日	GR2-MYC-B	1.6kg/15房	MYC	雨 10:15a.m.～10:22a.m.
		GR2-TOL-B	1.7kg/15房	→TOL	雨 10:23a.m.～10:28a.m.
		GR2-ETO-B	1.7kg/15房	→ETO	雨 10:29a.m.～10:34a.m.
処理直後	7月 6日	GR2-MYC-E0	1.7kg/15房	MYC-E	曇 0:44p.m.～ 0:50p.m.
		GR2-MYC-W0	1.6kg/15房	→MYC-W	曇 1:00p.m.～ 1:04p.m.
		GR2-TOL-E0	1.6kg/15房	→TOL-E	曇 1:21p.m.～ 1:25p.m.
		GR2-TOL-F0	1.6kg/15房	→TOL-F	曇 1:40p.m.～ 1:44p.m.
		GR2-ETO-E0	1.6kg/15房	→ETO-W	曇 2:00p.m.～ 2:04p.m.
		GR2-ETO-W0	1.6kg/15房	→ETO-E	曇 2:15p.m.～ 2:19p.m.
処理1日後	7月 7日	GR2-MYC-E1	1.6kg/15房	MYC-E	晴 8:15a.m.～ 8:20a.m.
		GR2-MYC-W1	1.6kg/15房	→MYC-W	晴 8:24a.m.～ 8:28a.m.
		GR2-TOL-E1	1.6kg/15房	→TOL-E	晴 8:31a.m.～ 8:35a.m.
		GR2-TOL-F1	1.6kg/15房	→TOL-F	晴 8:50a.m.～ 8:53a.m.
		GR2-ETO-E1	1.5kg/15房	→ETO-W	晴 8:56a.m.～ 9:00a.m.
		GR2-ETO-W1	1.6kg/15房	→ETO-E	晴 9:01a.m.～ 9:05a.m.
処理3日後	7月 9日	GR2-MYC-E3	1.7kg/15房	MYC-E	曇 7:26a.m.～ 7:31a.m.
		GR2-MYC-W3	1.6kg/16房	→MYC-W	曇 7:33a.m.～ 7:37a.m.
		GR2-TOL-E3	1.6kg/15房	→TOL-E	曇 7:39a.m.～ 7:42a.m.
		GR2-TOL-F3	1.6kg/15房	→TOL-F	曇 7:44a.m.～ 7:48a.m.
		GR2-ETO-E3	1.6kg/15房	→ETO-W	曇 7:49a.m.～ 7:53a.m.
		GR2-ETO-W3	1.6kg/15房	→ETO-E	曇 7:55a.m.～ 7:59a.m.
処理7日後	7月13日	GR2-MYC-E7	1.6kg/16房	MYC-E	曇 8:59a.m.～ 9:07a.m.
		GR2-MYC-W7	1.6kg/20房	→MYC-W	曇 9:11a.m.～ 9:16a.m.
		GR2-TOL-E7	1.6kg/17房	→TOL-E	曇 9:19a.m.～ 9:25a.m.
		GR2-TOL-F7	1.6kg/17房	→TOL-F	曇 9:28a.m.～ 9:33a.m.
		GR2-ETO-E7	1.6kg/18房	→ETO-W	曇 9:35a.m.～ 9:40a.m.
		GR2-ETO-W7	1.6kg/17房	→ETO-E	曇 9:42a.m.～ 9:47a.m.

(1) 試料採取方法

試料は試験区の境界部をはずし、ハサミを用いて採取した。採取時は試験区ごとに清浄な手袋を装着した。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1房ずつペーパータオルで包み、透明プラスチック容器（フードパック）に入れ、すき間に丸めたペーパータオルを詰めた。この容器にラップをかけて封をし、ダンボール箱に15～20パック入れた。ダンボール箱のすき間に丸めた包装紙を詰めた。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

VIII-① 試験区見取り図

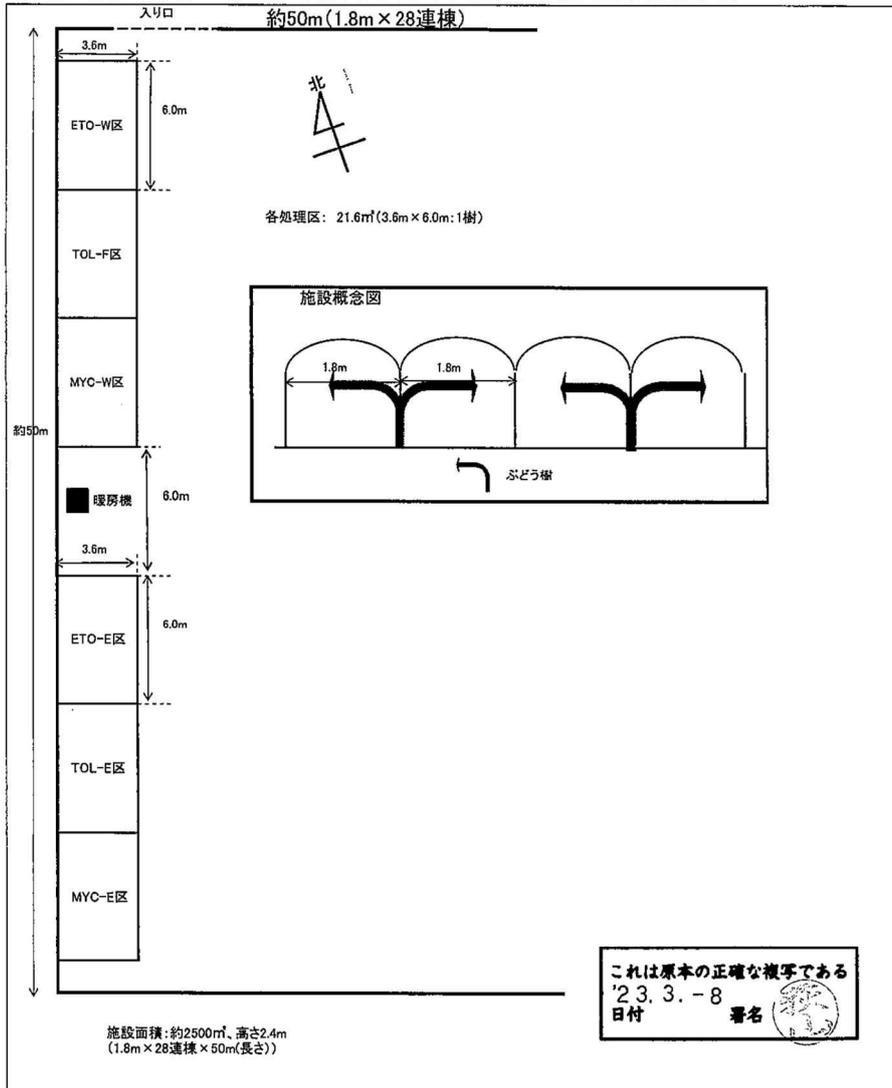
IV-3

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・亜主枝の配置が分かるように図示する。



記入日: '22/6/23 署名又は捺印: 福元義人

VIII-2

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Ver.3

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)
2022年7月4日	24.8	27.4	23.3
2022年7月5日	26.3	29.9	23.6
2022年7月6日	26.9	32.3	23.4
2022年7月7日	28.3	35.1	24.3
2022年7月8日	28.7	36.8	24.4
2022年7月9日	28.6	36.9	24.6
2022年7月10日	28.8	37.4	23.5
2022年7月11日	28.5	37.0	23.4
2022年7月12日	29.1	37.3	25.1
2022年7月13日	27.6	33.0	24.2

観測地：宮崎県児湯郡都農町川北 181

現地ぶどう雨除けハウス内

観測機器：気温 おんどり TR-72Ui (GLP 機器番号 5208)

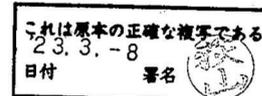
観測条件

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

22/7/22 柳元 人



記入日：22/7/22 署名又は捺印：柳元 人

令和 4 年度生産資材安全確保対策委託事業
ミニトマト作物残留試験明細書

試験番号 : 2022TO

検討課題名 : 令和 4 年度生産資材安全確保対策委託事業
ミニトマト作物残留試験

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 茨城県牛久市結束町535
3. 試験担当者名 川北 充彦
4. 実験期間（ほ場試験期間） 2022年11月15日～12月8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. ①23.10-L4J141 ②26.10-M44111
- 5-2 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. ①25.10 OL78 ②24.10 2B88A
- 5-3 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. ①24.10 S1E02 ②24-10 03001
6. 供試農作物名 ミニトマト（品種：キャロル7）
7. 土性 壤土
8. 栽培概要 施設栽培（加温）

は種日 2022年7月18日、定植日 2022年9月1日

畝間160cm、株間50cm、千鳥2条植、条間45cm、栽培株数 約2,500株/10a

マルチ被覆（被覆開始日：2022年8月30日、ポリフィルム、白黒マルチ）

栽培管理

施肥 2022年 8月30日 くみあい粒状苦土石灰M-10 100kg/10a

処理後の摘果 2022年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少なくとも過去1年間に、試験ほ場及び育苗時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、コード名で示された農薬には分析妨害

となる農薬成分は含まれていない。使用した農薬はI-②に示した。

10. 防除管理

被験物質処理開始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I-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TO1-MYC-E、TO2-MYC-E、TO1-MYC-W、TO2-MYC-W、TO1-TOL-E、TO2-TOL-E、TO1-TOL-F、TO2-TOL-F、TO1-ETO-E、TO2-ETO-E、TO1-ETO-W、TO2-ETO-W
 : 各36.0㎡ (1.6m×7.5m×3畝)、90株

施設PH9 : TO1-MYC-E、TO2-MYC-E、TO1-TOL-F、TO2-TOL-F
 PH15 : TO1-MYC-W、TO2-MYC-W、TO1-ETO-E、TO2-ETO-E
 PH16 : TO1-TOL-E、TO2-TOL-E、TO1-ETO-W、TO2-ETO-W
 : 各116.2㎡、高さ : 3.4m

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16日 (収穫初期)	ミクロブタニル	TO1-MYC-E TO1-MYC-W	2500倍 1000倍	300L 300L	4.32mL/10.8L/36.0㎡ 10.8g/10.8L/36.0㎡
	トルフェンピラド	TO1-TOL-E TO1-TOL-F	1000倍 1000倍	300L 300L	10.8ml/10.8L/36.0㎡ 10.8ml/10.8L/36.0㎡
	エトフェンプロックス	TO1-ETO-E TO1-ETO-W	1000倍 1000倍	300L 300L	10.8ml/10.8L/36.0㎡ 10.8g/10.8L/36.0㎡
12月7日 (収穫盛期)	ミクロブタニル	TO2-MYC-E TO2-MYC-W	2500倍 1000倍	300L 300L	4.32mL/10.8L/36.0㎡ 10.8g/10.8L/36.0㎡
	トルフェンピラド	TO2-TOL-E TO2-TOL-F	1000倍 1000倍	300L 300L	10.8ml/10.8L/36.0㎡ 10.8ml/10.8L/36.0㎡
	エトフェンプロックス	TO2-ETO-E TO2-ETO-W	1000倍 1000倍	300L 300L	10.8ml/10.8L/36.0㎡ 10.8g/10.8L/36.0㎡
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	
TO1-MYC-E	収穫期(草丈190cm)	散布		晴	9:55a.m.~
TO1-MYC-W	収穫期(草丈190cm)	散布		晴	10:25a.m.~
TO1-TOL-E	収穫期(草丈190cm)	散布		晴	9:56a.m.~
TO1-TOL-F	収穫期(草丈190cm)	散布		晴	10:25a.m.~
TO1-ETO-E	収穫期(草丈190cm)	散布		晴	10:50a.m.~
TO1-ETO-W	収穫期(草丈190cm)	散布		晴	11:21a.m.~
TO2-MYC-E	収穫期(草丈190cm)	散布		晴	9:50a.m.~
TO2-MYC-W	収穫期(草丈190cm)	散布		晴	10:42a.m.~
TO2-TOL-E	収穫期(草丈190cm)	散布		晴	9:52a.m.~
TO2-TOL-F	収穫期(草丈190cm)	散布		晴	10:36a.m.~
TO2-ETO-E	収穫期(草丈190cm)	散布		晴	11:07a.m.~
TO2-ETO-W	収穫期(草丈190cm)	散布		晴	11:23a.m.~

*末尾の-Eは「乳剤」、-Fは「フロアブル」、-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株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

処理時はいずれも無風。施設栽培のため降雨の影響なし。

(3) 展着剤の使用

なし

(4) 備考

処理時は薬液の飛散防止のため、試験区の境界部にポリフィルムを張り遮蔽した。

1.3. 試料採取

処理時期	試料採取日	試料番号	試料採取量	試料採取順	採取時の天候及び採取時刻
処理前	11月15日	TO-MYC-B	1.1kg	—*	雨 9:12a.m.～10:03a.m.
		TO-TOL-B	1.1kg		雨 9:12a.m.～ 9:48a.m.
		TO-ETO-B	1.1kg		雨 9:12a.m.～ 9:56a.m.
収穫初期 (処理直後)	11月16日	TO1-MYC-E0	1.1kg	MYC- E0	晴 1:49p.m.～ 2:23p.m.
		TO1-MYC-W0	1.1kg	→MYC- W0	晴 2:25p.m.～ 2:50p.m.
		TO1-TOL-E0	1.1kg	TOL- E0	晴 1:49p.m.～ 2:30p.m.
		TO1-TOL-F0	1.1kg	→TOL- F0	晴 2:34p.m.～ 3:08p.m.
		TO1-ETO-E0	1.1kg	—*	晴 2:54p.m.～ 3:17p.m.
		TO1-ETO-W0	1.1kg		晴 3:11p.m.～ 3:41p.m.
収穫初期 (処理1日後)	11月17日	TO1-MYC-E1	1.1kg	MYC- E1	晴 7:00a.m.～ 7:35a.m.
		TO1-MYC-W1	1.1kg	→MYC- W1	晴 7:40a.m.～ 8:20a.m.
		TO1-TOL-E1	1.1kg	TOL- E1	晴 7:03a.m.～ 7:31a.m.
		TO1-TOL-F1	1.1kg	→TOL- F1	晴 7:43a.m.～ 8:10a.m.
		TO1-ETO-E1	1.1kg	—*	晴 8:24a.m.～ 9:00a.m.
		TO1-ETO-W1	1.1kg		晴 8:19a.m.～ 8:53a.m.
収穫盛期 (処理直後)	12月 7日	TO2-MYC-E0	1.1kg	MYC- E0	晴 2:23p.m.～ 2:59p.m.
		TO2-MYC-W0	1.1kg	→MYC- W0	晴 3:02p.m.～ 3:33p.m.
		TO2-TOL-E0	1.1kg	TOL- E0	晴 2:23p.m.～ 2:59p.m.
		TO2-TOL-F0	1.1kg	→TOL- F0	晴 3:02p.m.～ 3:33p.m.
		TO2-ETO-E0	1.1kg	—*	晴 3:36p.m.～ 4:06p.m.
		TO2-ETO-W0	1.1kg		晴 3:38p.m.～ 4:07p.m.

収穫盛期 (処理1日後)	12月 8日	TO2-MYC-E1	1.1kg	MYC- E1	晴 7:28a.m.～ 8:16a.m.
		TO2-MYC-W1	1.1kg	→MYC- W1	晴 8:23a.m.～ 9:10a.m.
		TO2-TOL-E1	1.1kg	TOL- E1	晴 7:29a.m.～ 8:11a.m.
		TO2-TOL-F1	1.1kg	→TOL- F1	晴 8:24a.m.～ 9:02a.m.
		TO2-ETO-E1	1.1kg	ETO - E1	晴 7:30a.m.～ 8:21a.m.
		TO2-ETO-W1	1.1kg	→ETO - W1	晴 8:25a.m.～ 9:02a.m.

* 試験区ごとに異なる作業者が採取した。

(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直径3cm以下の果実を手で採取した。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

花がらを手で除去した。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

試料は梱包せず、試験区ごとにカゴに入れた状態で、採取当日に一般社団法人日本植物防疫協会 茨城研究所の分析担当者に手渡した。

(5) 備考

なし

I-① 試験区見取り図

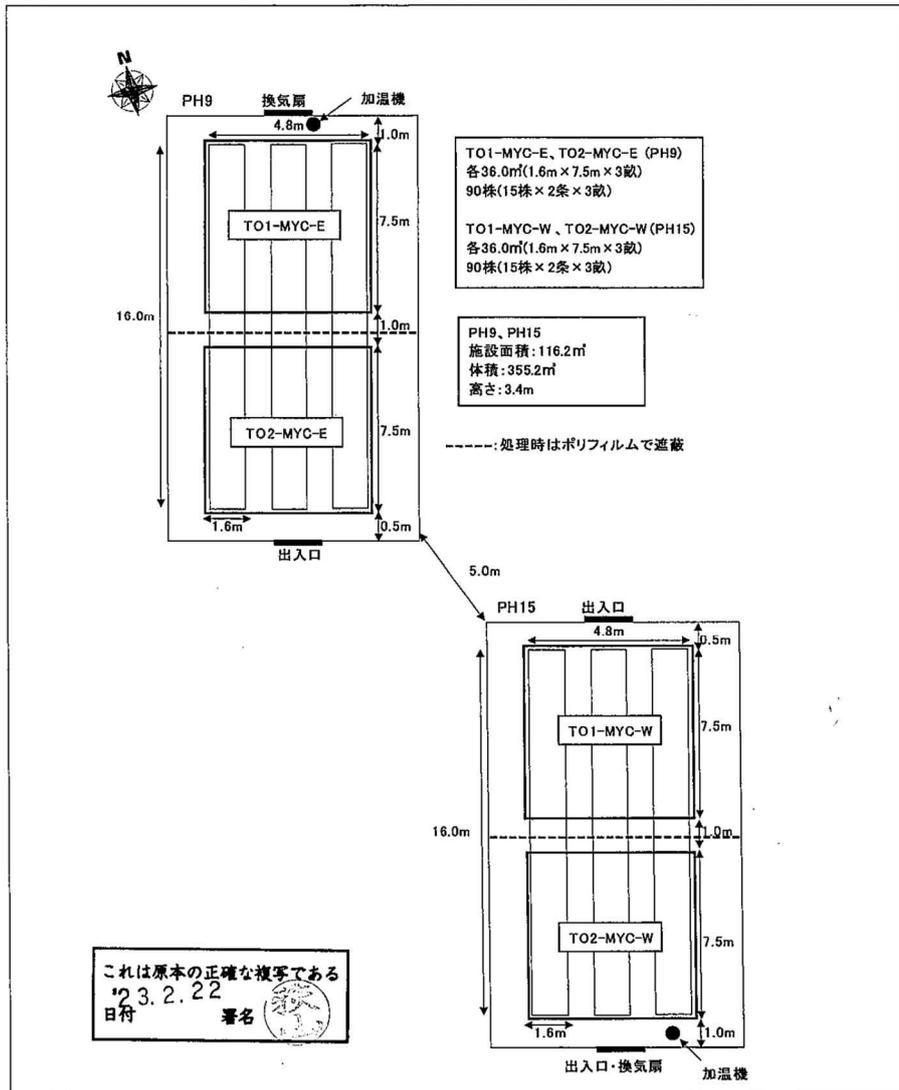
IV-3

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(くん塵剤の場合)、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・垂主枝の配置が分かるように図示する。



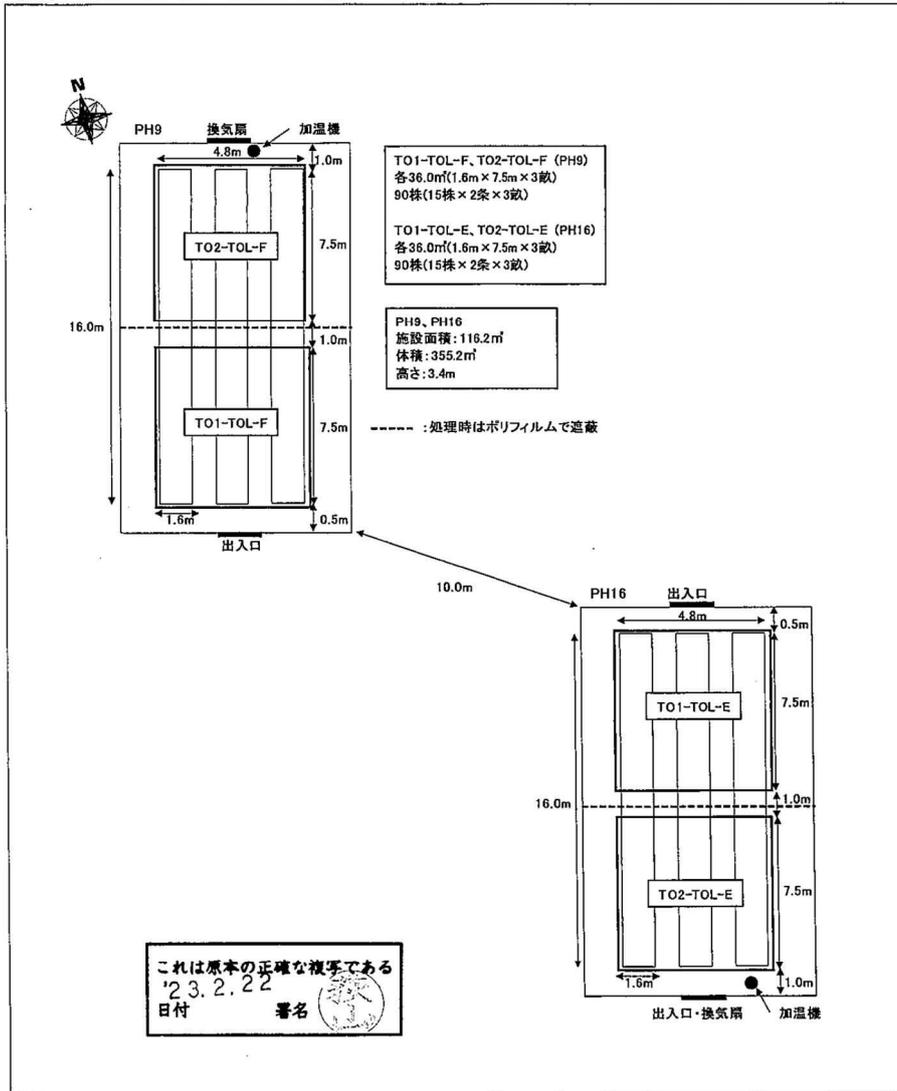
記入日: 22/11/9 署名又は捺印: 川北 亮彦

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。



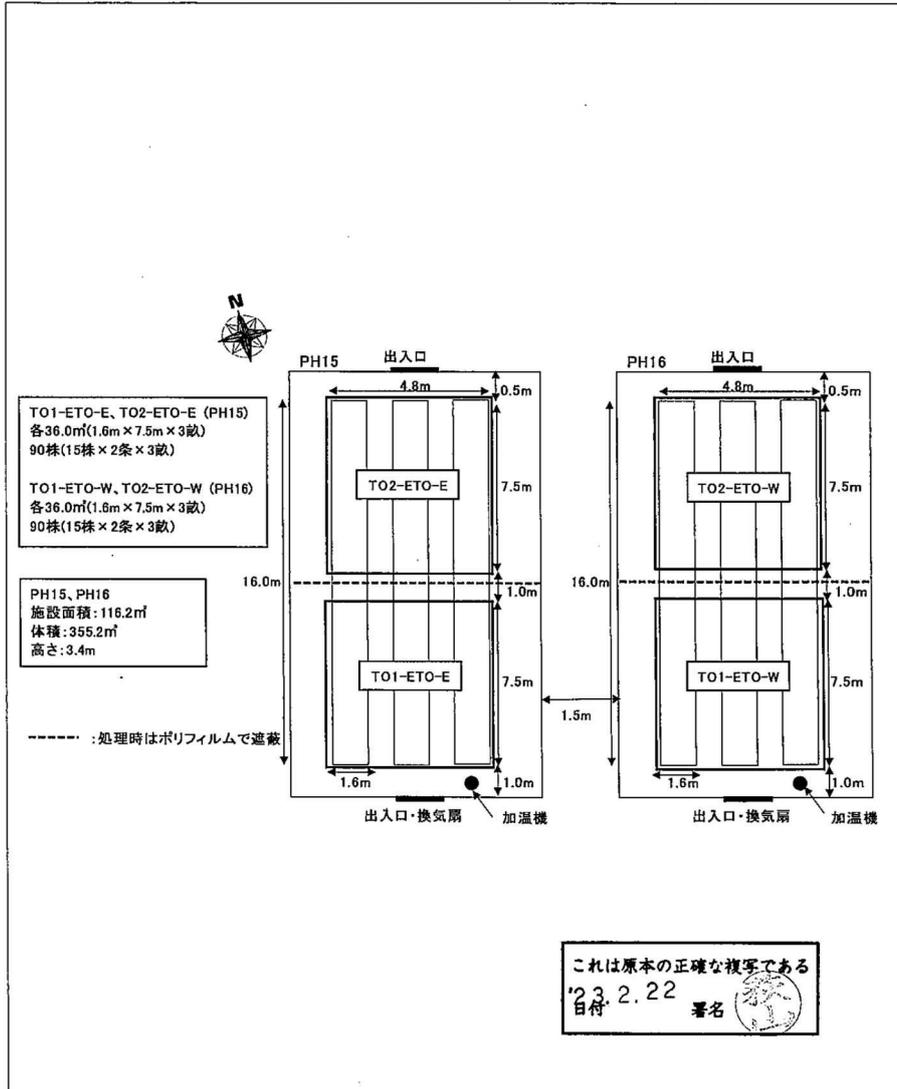
記入日: 22/11/9 署名又は捺印: 川北亮彦

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・垂主枝の配置が分かるように図示する。



記入日: 22/11/9 署名又は捺印: 川北亮彦

I-② 使用した農薬の記録

IV-5

F. 農薬使用履歴 PH9 TO1-MYC-E 区、TO2-MYC-E 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 区 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
	-	テロン	'22/1/31	20L/10a 全面点注	
	ピーマン	コルト顆粒水和剤	'22/5/5	4000 倍	
		アフーム乳剤	'22/5/25	2000 倍	
		トランスフォームフロアブル		1000 倍	
		トリフミン水和剤		3000 倍	
		コルト顆粒水和剤	'22/6/16	4000 倍	
T		パルミノフロアブル		2000 倍	
		ディアナ SC		2500 倍	'22/11/9 川北亮彦
		アフーム乳剤	'22/7/9	2000 倍	
	すいか	コルト顆粒水和剤	'22/5/5	4000 倍	
		アフーム乳剤	'22/5/25	2000 倍	
		トランスフォームフロアブル		1000 倍	
		トリフミン水和剤		3000 倍	
		ガードホープ液剤	'22/6/6	4000 倍 灌注	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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) 宮本由子 確認日 22/11/9

報告書 ID : 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
23.2.22
日付 署名 

IV-6

F. 農薬使用履歴 PH9 TO1-MYC-E 区、TO2-MYC-E 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 R 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
	すいか	コルト顆粒水和剤	'22/6/16	4000 倍	
		パルミノフロアブル		2000 倍	
		ディアナ SC		2500 倍	
	-	ドジョウビクリン	'22/8/5	30L/10a 全面点注	
	-	テロン	'22/8/10	20L/10a 全面点注	
		チウラム			
		スピノエース顆粒水和剤			
T		ダコニール 1000			22/11/9 川北亮彦
		コルト顆粒水和剤	購入苗に 処理済	RU	
		アフエットフロアブル	(育苗期)		
		カリグリーン			
	ミニトマト (試験作物)	ダントツ水溶剤			
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		アフファーム乳剤	'22/9/13	2000 倍	
		ジマンダイセン水和剤		800 倍	
コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法 <input 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。 <input checked="" type="checkbox"/> コード名農薬なし					

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）

高本由子

確認日

22/11/9

報告書 ID : 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
23.2.22
日付 署名 

IV-7

F. 農薬使用履歴 PH9 TO1-MYC-E 区、TO2-MYC-E 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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・聞き取り日を区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
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	}
		パレード 20 フロアブル	'22/10/7	2000 倍	
		ディアナ SC		2500 倍	
T	ミニトマト (試験作物)	ディアナ SC		2500 倍	
		パレード 20 フロアブル	'22/11/4	2000 倍	
		モレスタン水和剤		2000 倍	
/					'22/11/9 川北亮彰

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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) 宮本 由子 確認日 22/11/9

報告書 ID : 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
23.2.22
日付 署名 

IV-8

F. 農薬使用履歴 PH15 TO1-MYC-W 区、TO2-MYC-W 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 R 連絡等の記録に記入）

**正確な年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		
	結球 レタス	ネビジン粉剤	'21/12/8	30kg/10a 全面土壌混和			
		スミブレンド水和剤	'21/12/23	1000 倍			
		ディアナ SC	'22/1/15	2500 倍			
		パレード 20 フロアブル		2000 倍			
				パレード 20 フロアブル		'22/2/9	2000 倍
	-	テロン	'22/3/8	20L/10a 全面点注			
T	すいか	コルト顆粒水和剤	'22/5/5	4000 倍	22/11/9 川北亮彦		
		アフーム乳剤	'22/5/25	2000 倍			
		トランスフォームフロアブル		1000 倍			
		トリフミン水和剤		3000 倍			
				ガードホープ液剤		'22/6/6	4000 倍 灌注
				ベジターボ DF		'22/6/13,20, 27	2000 倍
				コルト顆粒水和剤		'22/6/16	4000 倍
				パルミノフロアブル			2000 倍
				ディアナ SC			2500 倍

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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) 宮本由子 確認日 22/11/9

報告書 ID : 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
23.2.22
日付 署名

IV-9

F. 農薬使用履歴 PH15 TO1-MYC-W 区、TO2-MYC-W 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 区 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
	—	ドジョウピクリン	'22/7/15	30L/10a 全面点注	
	—	テロン	'22/7/27	20L/10a 全面点注	
		チウラム			
T		スピノエース顆粒水和剤			
		ダコニール 1000			
		コルト顆粒水和剤	購入苗に 処理済 (育苗期)	RU	
		アフェットフロアブル			
		カリグリーン			22/11/9 川北亮彦
	ミニトマト (試験作物)	ダントツ水溶剤			
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		アフーム乳剤	'22/9/13	2000 倍	
		ジマンダイセン水和剤		800 倍	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		パレード 20 フロアブル	'22/10/7	2000 倍	
		ディアナ SC		2500 倍	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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） 宮本由子 確認日 22/11/9

報告書 ID : 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
23.2.22
日付 署名 

IV-10

F. 農薬使用履歴 PH15 TO1-MYC-W 区、TO2-MYC-W 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 (試験作物)	ディアナ SC	'22/11/4	2500 倍	
		パレード 20 フロアブル		2000 倍	
		モレスタン水和剤		2000 倍	
/					'22/11/9 川北亮彦

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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） 島本 由子 確認日 '22/11/9

報告書 ID : 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
'23.2.22
日付 署名 

IV-5

F. 農薬使用履歴 PH9 TO1-TOL-F 区、TO2-TOL-F 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 区 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
	-	テロン	'22/1/31	20L/10a 全面点注	
	ピーマン	コルト顆粒水和剤	'22/5/5	4000 倍	
		アフーム乳剤	'22/5/25	2000 倍	
		トランスフォームフロアブル		1000 倍	
		トリフミン水和剤		3000 倍	
		コルト顆粒水和剤	'22/6/16	4000 倍	
T		パルミノフロアブル		2000 倍	
		ディアナ SC		2500 倍	'22/11/9 川北 亮
		アフーム乳剤	'22/7/9	2000 倍	
	すいか	コルト顆粒水和剤	'22/5/5	4000 倍	
		アフーム乳剤	'22/5/25	2000 倍	
		トランスフォームフロアブル		1000 倍	
		トリフミン水和剤		3000 倍	
		ガードホープ液剤	'22/6/6	4000 倍 灌注	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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) 島本 由子 確認日 '22/11/9

報告書 ID : 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
'23.2.22
目付 署名 

IV-6

F. 農薬使用履歴 PH9 TO1-TOL-F 区、TO2-TOL-F 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 区 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
	すいか	コルト顆粒水和剤	'22/6/16	4000 倍	
		パルミノフロアブル		2000 倍	
		ディアナ SC		2500 倍	
	-	ドジョウピクリン	'22/8/5	30L/10a 全面点注	
	-	テロン	'22/8/10	20L/10a 全面点注	
T		チウラム			
		スピノエース顆粒水和剤			
		ダコニール 1000			
		コルト顆粒水和剤	購入苗に 処理済	RU	'22/11/9 川北亮彦
		アフエットフロアブル	(育苗期)		
		カリグリーン			
	ミニトマト (試験作物)	ダントツ水溶剤			
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		アフーム乳剤	'22/9/13	2000 倍	
		ジマンダイセン水和剤		800 倍	
コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法 <input 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。 <input checked="" type="checkbox"/> コード名農薬なし					

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） 馬本 由子 確認日 22/11/9

報告書 ID : 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
23.2.22
付 署名

IV-7

F. 農薬使用履歴 PH9 TO1-TOL-F 区、TO2-TOL-F 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 区 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
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		パレード 20 フロアブル	'22/10/7	2000 倍	
	ミニトマト (試験作物)	ディアナ SC		2500 倍	
T		ディアナ SC	'22/11/4	2500 倍	
		パレード 20 フロアブル		2000 倍	
		モレストン水和剤		2000 倍	
/					'22/11/9 川北亮彦

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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) 宮本 由子 確認日 '22/11/9

報告書 ID : 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
'23.2.22
自付 署名

IV-8

F. 農薬使用履歴 PH16 TO1-TOL-E 区、TO2-TOL-E 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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・聞き取り日を区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
	—	テロン	'22/1/31	20L/10a 全面点注	
		コルト顆粒水和剤	'22/5/5	4000 倍	
(ピーマン	アフーム乳剤	'22/5/25	2000 倍	
		トランスフォームフロアブル		1000 倍	
		トリフミン水和剤		3000 倍	
		ジャスモメート液剤	'22/6/7,14, 21,28,7/5	500 倍	
		ベジターボ DF	'22/6/13,20, 27	2000 倍	
T		コルト顆粒水和剤	'22/6/16	4000 倍	'22/11/9 川北充彦
		パルミノフロアブル		2000 倍	
		ディアナ SC		2500 倍	
(アフーム乳剤	'22/7/9	2000 倍	
		E280A・AL	'22/8/2	原液散布	
		ベニカ V フレッシュスプレー		原液散布	
		フェニックス顆粒水和剤		2000 倍	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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） 宮本 由子 確認日 22/11/9

これは原本の正確な複写である
23.2.22
日付 署名

報告書 ID : 2022TO-A

IV- 9

F. 農薬使用履歴 PH16 TO1-TOL-E 区、TO2-TOL-E 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 区 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
	—	ドジョウピクリン	'22/8/13	30L/10a 全面点注	
	—	テロン	'22/8/17	20L/10a 全面点注	
T		チウラム			
		スピノエース顆粒水和剤			
		ダコニール 1000			
		コルト顆粒水和剤	購入苗に 処理済	RU	
		アフエットフロアブル	(育苗期)		
		カリグリーン			'22/11/9 11比充
	ミニトマト (試験作物)	ダントツ水溶剤			
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		アフアーム乳剤	'22/9/13	2000 倍	
		ジマンダイセン水和剤		800 倍	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		パレード 20 フロアブル	'22/10/7	2000 倍	
		ディアナ SC		2500 倍	
コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法 <input 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。 <input checked="" type="checkbox"/> コード名農薬なし					

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） 寫本 由子 確認日 '22/11/9

報告書 ID : 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
'23.2.22
日付 署名 

IV- 5

F. 農薬使用履歴 PH15 TO1-ETO-E 区、TO2-ETO-E 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 区 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
	結球 レタス	ネビジン粉剤	'21/12/8	30kg/10a 全面土壌混和	
		スミブレンド水和剤	'21/12/23	1000 倍	
		ディアナ SC	'22/1/15	2500 倍	
		パレード 20 フロアブル		2000 倍	
		パレード 20 フロアブル	'22/2/9	2000 倍	
	—	テロン	'22/3/8	20L/10a 全面点注	
		コルト顆粒水和剤	'22/5/5	4000 倍	
T	すいか	アフーム乳剤	'22/5/25	2000 倍	'22/11/9 川北亮彦
		トランスフォームフロアブル		1000 倍	
		トリフミン水和剤	'22/6/6	3000 倍	
		ガードホープ液剤		4000 倍 灌注	
		ベジターボ DF	'22/6/13,20, 27	2000 倍	
		コルト顆粒水和剤	'22/6/16	4000 倍	
		パルミノフロアブル		2000 倍	
		ディアナ SC		2500 倍	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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) 宮本由子 確認日 22/11/9

報告書 ID : 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
23.2.22
日付 署名 

IV- 6

F. 農薬使用履歴 PH15 TO1-ETO-E 区、TO2-ETO-E 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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	—	ドジョウピクリン	'22/7/15	30L/10a 全面点注	}
	—	テロン	'22/7/27	20L/10a 全面点注	
/					
} '22/11/9 川北亮彦					

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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) 宮本由子 確認日 '22/11/19

これは原本の正確な複写である
'23.2.22
日付 署名

報告書 ID : 2022TO-A

IV- 7

F. 農薬使用履歴 PH16 TO1-ETO-W 区、TO2-ETO-W 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 区 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
	—	テロン	'22/1/31	20L/10a 全面点注	
	ピーマン	コルト顆粒水和剤	'22/5/5	4000 倍	
		アフーム乳剤	'22/5/25	2000 倍	
		トランスフォームフロアブル		1000 倍	
		トリフミン水和剤		3000 倍	
		ジャスモメート液剤	'22/6/7,14, 21,28,7/5	500 倍	
		ベジターボ DF	'22/6/13,20, 27	2000 倍	
T		コルト顆粒水和剤	'22/6/16	4000 倍	'22/11/9 川北 亮
		パルミノフロアブル		2000 倍	
		ディアナ SC		2500 倍	
		アフーム乳剤	'22/7/9	2000 倍	
		E280A・AL	'22/8/2	原液散布	
		ベニカ V フレッシュスプレー		原液散布	
		フェニックス顆粒水和剤		2000 倍	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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） 宮本由子 確認日 22/11/9

報告書 ID : 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
'23.2.22
日付 署名 

IV- 8

F. 農業使用履歴 PH16 TO1-ETO-W 区、TO2-ETO-W 区

試験計画書に従って記入する。ただし展着剤、前作での種子消毒や育苗期間中の農業は含まない。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ぞれに表示する。

*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 区 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	農業名 (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	—	ドジョウピクリン	'22/8/13	30L/10a 全面点注	}
	—	テロン	'22/8/17	20L/10a 全面点注	
					}

'22/11/9
川北元子

コード名農業が分析妨害農業にならないことの確認方法
 主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農業なし

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) 宮本由子 確認日 '22/11/9

報告書 ID: 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
'23.2.22
日付 署名

IV- 9

F. 農薬使用履歴 各区共通

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 区 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			
		スピノエース顆粒水和剤			
		ダコニール 1000			
		コルト顆粒水和剤	購入苗に 処理済 (育苗期)	RU	
		アフエットフロアブル			
		カリグリーン			
T	ミニトマト (試験作物)	ダントツ水溶剤			
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	'22/11/9 川北亮彦
		アフーム乳剤	'22/9/13	2000 倍	
		ジマンダイセン水和剤		800 倍	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		パレード 20 フロアブル	'22/10/7	2000 倍	
		ディアナ SC		2500 倍	
コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法					
<input 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。 <input checked="" type="checkbox"/> コード名農薬なし					

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) 宮本由子 確認日 22/11/9

報告書 ID : 2022TO-A

これは原本の正確な複写である
'23.2.22
日付 署名

IV-10

F. 農薬使用履歴 各区共通

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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・聞き取り日を区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
		ディアナ SC		2500 倍	}
T	ミニトマト (試験作物)	パレード 20 フロアブル	'22/11/4	2000 倍	
		モレスタン水和剤		2000 倍	
/					
} 22/11/9 川北克彦					

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法
 主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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） 宮本 由子 確認日 22/11/9

これは原本の正確な複写である
 '23.2.22
 日付 署名

報告書 ID : 2022TO-A

IV-13

J. 防除管理の記録 PH15 TO1-ETO-E 区、TO2-ETO-E 区

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

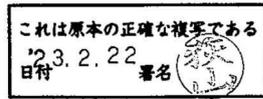
*情報源、**処理年月日の記入は、F. 農薬使用履歴での記入方法を参照する。

***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*	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	ジマンダイセン水和剤	22/11/28	800 倍	
	モレスタン水和剤		2000 倍	
	オロンディスウルトラ SC		2000 倍	
	ランマンフロアブル	22/11/30	1000 倍	
	ホライズンドライフロアブル	1500 倍		
				23/1/20 川北克彦

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) 宮本由子 確認日 23/1/20



報告書 ID : 2022TO-A

I-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	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 PH9	
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 5059) <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 <input type="checkbox"/> 雨量記録監視装置 又はパルスロガー (GLP 機器番号)	
観測時刻 (読み取りの場合)	おおむね _____ 時頃	

記入日: '22/12/12 署名又は捺印: 川北 亮彦

その他の観測したデータがあれば観測方法を説明

これは原本の正確な複写である
 '23.2.22
 日付 署名 

記入日: '22/12/12 署名又は捺印: 川北 亮彦

報告書 ID: 2022TO-A

VIII-3

てんきろく Ver.4

気象表

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)
2022年11月15日	15.6	25.5	10.9
2022年11月16日	15.1	29.1	11.2
2022年11月17日	16.7	28.5	10.2
2022年11月18日	16.8	27.7	10.8
2022年11月19日	16.5	28.9	10.7
2022年11月20日	14.7	22.2	10.9
2022年11月21日	16.7	29.5	11.4
2022年11月22日	17.8	28.4	11.3
2022年11月23日	13.8	16.0	12.3
2022年11月24日	17.5	28.7	11.6
2022年11月25日	17.0	28.8	11.1
2022年11月26日	15.2	25.0	11.5
2022年11月27日	16.9	26.9	11.3
2022年11月28日	13.7	21.0	10.6
2022年11月29日	17.6	25.8	11.2
2022年11月30日	18.7	27.9	13.9
2022年12月1日	13.2	16.1	11.2
2022年12月2日	15.2	27.4	10.4
2022年12月3日	15.2	25.2	10.3
2022年12月4日	15.4	24.8	10.1
2022年12月5日	12.1	14.8	10.7
2022年12月6日	12.9	17.2	10.4
2022年12月7日	13.4	22.2	10.2
2022年12月8日	15.2	24.6	10.1

観測機器：気温 TandD 社製 Thermo Recorder おんどとり TR-71Wf
(GLP 機器番号：5059)

データ集計ソフト：気象表自動作成ソフト「てんきろく Ver.4」

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)

これは原本の正確な複写である
2023.2.22 日付 署名 

'22/12/12 川北亮彦

報告書 ID: 2022TO-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淵本田1211
3. 試験担当者名 松村 栄一
4. 実験期間（ほ場試験期間） 2022年11月21日～12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. ①23.10-L4J141 ②26.10-M441111
- 5-2 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. ①25.10 OL78 ②24.10 2B88A
- 5-3 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. ①24.10 S1E02 ②24-10 03001
6. 供試農作物名 ミニトマト（品種：キャロル7）
7. 土性 壤土
8. 栽培概要 施設栽培（加温）

は種日 2022年8月3日、定植日 2022年9月22日

畝間160cm、株間50cm、千鳥2条植、条間50cm、栽培株数 約2,500株/10a

マルチ被覆（被覆開始日：2022年9月22日、シルバーマルチ）

栽培管理

施肥 2022年 8月10日 ケイントップ 1000kg/10a

9月21日 苦土石灰 100kg/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少なくとも過去1年間に、試験ほ場及び育苗時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、コード名で示された農薬には分析妨害

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。

10. 防除管理

被験物質処理開始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Ⅱ-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TO1-MYC-E、TO1-MYC-W、TO1-TOL-E、TO1-TOL-F、TO1-ETO-E、TO1-ETO-W、TO2-MYC-E、TO2-MYC-W、TO2-TOL-E、TO2-TOL-F、TO2-ETO-E及びTO2-ETO-W
：各36.0㎡（1.6m×22.5m×1畝）、90株

施設F1：TO1-MYC-E、TO1-MYC-W、TO1-TOL-E、TO1-TOL-F、TO2-MYC-E、TO2-MYC-W、TO2-ETO-E及びTO2-ETO-W：986.0㎡、高さ：3.9m

F2：TO1-ETO-E、TO1-ETO-W、TO2-TOL-E及びTO2-TOL-F：841.0㎡、高さ：3.9m

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24日 (収穫初期)	マイクロブタニル	TO1-MYC-E TO1-MYC-W	2500倍 1000倍	300L 300L	4.32mL/10.8L/36.0㎡ 10.8g/10.8L/36.0㎡
	トルフェンピラド	TO1-TOL-E TO1-TOL-F	1000倍 1000倍	300L 300L	10.8ml/10.8L/36.0㎡ 10.8ml/10.8L/36.0㎡
	エトフェンプロックス	TO1-ETO-E TO1-ETO-W	1000倍 1000倍	300L 300L	10.8ml/10.8L/36.0㎡ 10.8g/10.8L/36.0㎡
12月14日 (収穫盛期)	マイクロブタニル	TO2-MYC-E TO2-MYC-W	2500倍 1000倍	300L 300L	4.32mL/10.8L/36.0㎡ 10.8g/10.8L/36.0㎡
	トルフェンピラド	TO2-TOL-E TO2-TOL-F	1000倍 1000倍	300L 300L	10.8ml/10.8L/36.0㎡ 10.8ml/10.8L/36.0㎡
	エトフェンプロックス	TO2-ETO-E TO2-ETO-W	1000倍 1000倍	300L 300L	10.8ml/10.8L/36.0㎡ 10.8g/10.8L/36.0㎡
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	
TO1-MYC-E	収穫期(草丈180cm)	散布		晴 10:55a.m.～	
TO1-MYC-W	収穫期(草丈180cm)	散布		晴 10:20a.m.～	
TO1-TOL-E	収穫期(草丈180cm)	散布		晴 10:55a.m.～	
TO1-TOL-F	収穫期(草丈180cm)	散布		晴 10:20a.m.～	
TO1-ETO-E	収穫期(草丈180cm)	散布		晴 10:55a.m.～	
TO1-ETO-W	収穫期(草丈180cm)	散布		晴 10:20a.m.～	
TO2-MYC-E	収穫期(草丈180cm)	散布		晴 8:10a.m.～	
TO2-MYC-W	収穫期(草丈180cm)	散布		晴 7:40a.m.～	
TO2-TOL-E	収穫期(草丈180cm)	散布		晴 8:10a.m.～	
TO2-TOL-F	収穫期(草丈180cm)	散布		晴 7:40a.m.～	
TO2-ETO-E	収穫期(草丈180cm)	散布		晴 8:10a.m.～	
TO2-ETO-W	収穫期(草丈180cm)	散布		晴 7:40a.m.～	

*末尾の-Eは「乳剤」、-Fは「フロアブル」、-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株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

処理時はいずれも無風。施設栽培のため降雨の影響なし。

(3) 展着剤の使用

なし

(4) 備考

なし

1 3. 試料採取

処理時期	試料採取日	試料番号	試料採取量	試料採取順*	採取時の天候及び採取時刻
処理前	11月21日	TO-MYC-B TO-TOL-B TO-ETO-B	1.2kg 1.2kg 1.2kg	—	晴 9:05a.m.～ 9:30a.m.
収穫初期 (処理直後)	11月24日	TO1-MYC-E0	1.2kg	MYC-W0	晴 1:10p.m.～ 1:40p.m.
		TO1-MYC-W0	1.2kg	→MYC-E0	
		TO1-TOL-E0	1.2kg	TOL-F0	
		TO1-TOL-F0	1.2kg	→TOL-E0	
		TO1-ETO-E0	1.2kg	ETO-W0	
TO1-ETO-W0	1.2kg	→ETO-E0			
収穫初期 (処理1日後)	11月25日	TO1-MYC-E1	1.2kg	MYC-W1	晴 8:45a.m.～ 9:15a.m.
		TO1-MYC-W1	1.2kg	→MYC-E1	
		TO1-TOL-E1	1.2kg	TOL-F1	
		TO1-TOL-F1	1.2kg	→TOL-E1	
		TO1-ETO-E1	1.2kg	ETO-W1	
TO1-ETO-W1	1.2kg	→ETO-E1			
収穫盛期 (処理直後)	12月14日	TO2-MYC-E0	1.2kg	MYC-W0	晴 10:50a.m.～11:20a.m.
		TO2-MYC-W0	1.2kg	→MYC-E0	
		TO2-TOL-E0	1.2kg	TOL-F0	
		TO2-TOL-F0	1.2kg	→TOL-E0	
		TO2-ETO-E0	1.2kg	ETO-W0	
TO2-ETO-W0	1.2kg	→ETO-E0			

収穫盛期 (処理1日後)	12月15日	TO2-MYC-E1	1.2kg	MYC-W1	晴 7:10a.m.～ 7:40a.m.
		TO2-MYC-W1	1.2kg	→MYC-E1	
		TO2-TOL-E1	1.2kg	TOL-F1	
		TO2-TOL-F1	1.2kg	→TOL-E1	
		TO2-ETO-E1	1.2kg	ETO-W1	
		TO2-ETO-W1	1.2kg	→ETO-E1	

* 異なる農薬成分 (MYC-EとMYC-W、TOL-EとTOL-F及びETO-EとETO-W) ごとに、異なる作業者が採取した。

(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手で採取した。採取時は試験区ごとに清浄な手袋を装着した。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

試料はエアークッション、ボークスペーパーの順に敷いたダンボール箱に入れ、試料全体をボーク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

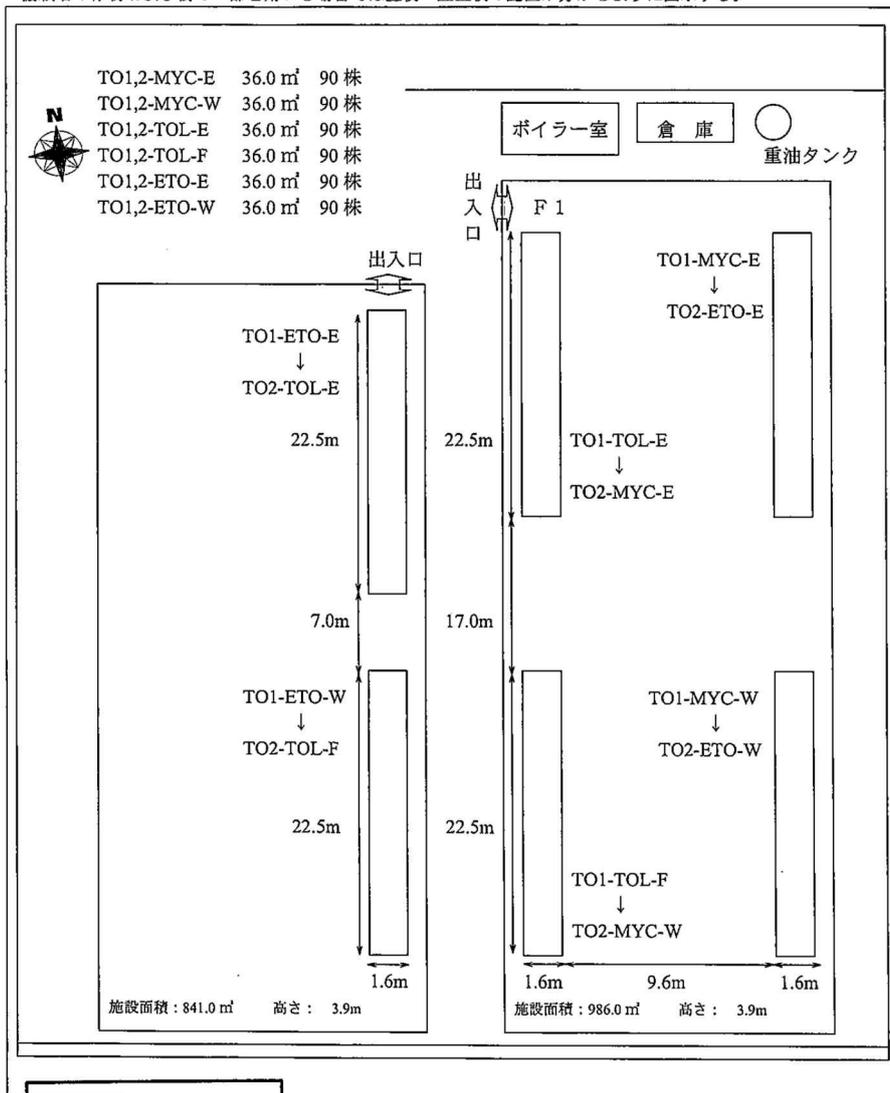
なし

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。



これは原本の正確な複写である
2023.2.22
日付 署名

記入日: 22/9/22 署名又は捺印: E. M

報告書ID (非 GLP) : 2022TO-B

II-② 使用した農薬の記録

IV-5

F. 農薬使用履歴 TO1-MYC-E,W→TO2-ETO-E,W (F1-1)

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 X 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	SYJ-293SC	21/11/22,29, 12/6	2000倍 散布	21/11/26-h
		CAF-2001SC	21/12/1,8,15	1000倍 散布	
	オクラ	ランマンフロアブル	22/4/5	1000倍 灌注	
		リゾレックス水和剤		1000倍 灌注	
		ウララDF	22/5/24	2000倍 散布	
		フェニックス顆粒水和剤		2000倍 散布	
		ゼンターリ顆粒水和剤		1000倍 散布	
	-	旭D-D	22/8/12	200/10a	
	ミニトマト	アフーム乳剤	22/9/12	2000倍 散布	
		トリフミン水和剤			
		スタークル粒剤	22/9/22	2g/株	
		スタークル顆粒水溶剤	22/10/17	2000倍 散布	
		ベネビア OD		2000倍 散布	
		コルト顆粒水和剤		4000倍 散布	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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 22/10/17

報告書ID(非GLP): 2022TO-B

これは原本の正確な複写である
23.2.22
日付 署名

IV-6

F. 農業使用履歴 TO1-TOL-E,F→TO2-MTC-E,W (F 1-4)

試験計画書に従って記入する。ただし展着剤、前作での種子消毒や育苗期間中の農業は含まない。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ぞれに表示する。

*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	サラダ菜	トップジンM水和剤	22/1/14	1500倍 散布	22/10/17 E.R
		グレーシア乳剤		2000倍 散布	
		BAI-1603DC	22/1/24,31	2000倍 散布	
	結球レタス	トップジンM水和剤	22/1/14	1500倍 散布	
		グレーシア乳剤		2000倍 散布	
		スミレックス水和剤	22/2/4	1000倍 散布	
		モスピラン顆粒水溶剤		2000倍 散布	
		BAI-1603DC	22/2/28,3/7	2000倍 散布	
		アドマイヤー顆粒水和剤	22/3/11	10000倍 散布	
	甘長とうがらし	モベントフロアブル	22/4/22	2000倍 散布	
		モレスタン水和剤	22/4/22,5/14,6/10	3000倍 散布	
		アフーム乳剤	22/5/14,6/26	2000倍 散布	
		チェス顆粒水和剤	22/5/14	5000倍 散布	
		コテツフロアブル	22/6/10	2000倍 散布	
		モスピラン顆粒水溶剤	22/6/19	8000倍 散布	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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 22/10/17

報告書ID（非GLP）：2022TO-B

これは原本の正確な複写である
23.2.22
日付 署名 

F. 農業使用履歴 TO1-ETO-E,W→TO2-TOL-E,F (F 2-1)

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 X 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	かぼちゃ	BAI-1603DC (アフィジピロベン)	21/11/22,29	2000倍 散布	22/10/17 E.H
	オクラ	ランマンフロアブル	22/4/5	1000倍 灌注	
		リゾレックス水和剤		1000倍 灌注	
		トップジン M 水和剤	22/5/23,30,6/6	1500倍 散布	
		ウララDF	22/5/24	2000倍 散布	
		フェニックス顆粒水和和		2000倍 散布	
		ゼンターリ顆粒水和剤		1000倍 散布	
	-	旭 D-D	22/8/12	208/10a	
	ミニトマト	アフーム乳剤	(育苗期)	22/9/12	2000倍 散布
		トリフミン水和剤			5000倍 散布
		スタークル粒剤	22/9/22	2g/株	
		スタークル顆粒水溶剤	22/10/17	2000倍 散布	
		ベネビア OD		2000倍 散布	
		コルト顆粒水和剤		4000倍 散布	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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 22/10/17

報告書 ID (非 GLP) : 2022TO-B

これは原本の正確な複写である
2022.10.22 署名 

IV-9

F. 農薬使用履歴 全区共通

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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・聞き取り日を区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	ゼンターリ顆粒水和剤	22/11/17	1000倍 散布	22/11/18 E.T
		フェニックス顆粒水和剤		2000倍 散布	
		コルト顆粒水和剤		4000倍 散布	
		ベルコートフロアブル		2000倍 散布	
/					

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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 22/11/21

報告書ID(非GLP): 2022TO-B

これは原本の正確な複写である
23.2.22
日付 署名 

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 常設観測地点
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 5123) <input 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"/> 雨量記録監視装置 又はパルスロガー (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: 2022/1/16 署名又は捺印: E-1

その他の観測したデータがあれば観測方法を説明

これは原本の正確な複写である
 23.2.22
 日付 署名 

記入日: _____ 署名又は捺印: _____

報告書 ID (非 GLP) : 2022TO-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)
2022年11月24日	19.8	29.7	13.8	-
2022年11月25日	19.5	31.4	12.3	-
2022年11月26日	18.4	27.6	14.4	-
2022年11月27日	18.4	27.0	12.5	-
2022年11月28日	21.4	35.9	12.4	-
2022年11月29日	19.5	22.0	17.4	-
2022年11月30日	20.6	30.0	12.9	-
2022年12月1日	17.5	29.3	12.7	-
2022年12月2日	17.9	30.0	12.7	-
2022年12月3日	19.8	31.2	12.2	-
2022年12月4日	17.1	23.2	14.0	-
2022年12月5日	17.0	28.2	13.0	-
2022年12月6日	18.8	30.8	12.2	-
2022年12月7日	20.3	31.9	14.0	-
2022年12月8日	19.7	31.1	13.7	-
2022年12月9日	20.9	33.3	13.7	-
2022年12月10日	21.4	33.8	15.5	-
2022年12月11日	20.0	30.0	15.4	-
2022年12月12日	20.4	31.4	13.8	-
2022年12月13日	17.5	28.3	6.6	-
2022年12月14日	9.1	21.4	2.5	-
2022年12月15日	13.4	27.7	-0.2	-

観測地:高知県香南市野市町深淵 一般社団法人日本植物防疫協会高知試験場 F1施設

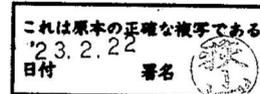
観測機器:気温 おんどとり TR-71Ui(GLP機器番号5123)

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。



22/12/16 E.H

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） 2022年11月15日～12月13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. ①23.10-L4J141 ②26.10-M44111
- 5-2 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. ①25.10 OL78 ②24.10 2B88A
- 5-3 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. ①24.10 S1E02 ②24-10 03001
6. 供試農作物名 ミニトマト（品種：キャロル7）
7. 土性 砂壤土
8. 栽培概要 施設栽培（加温）
- ほ種日 2022年8月13日、定植日 2022年9月27日
- 畝間160cm、株間50cm、千鳥2条植、条間45cm、栽培株数 約2,500株/10a
- 栽培管理
- 施肥 2022年 9月12日 堆肥 3000kg/10a、苦土石灰 150kg/10a、
くみあい有機入りペレット888（8-8-8） 100kg/10a、
CDU複合燐加安特S222（12-12-12） 67kg/10a
- 追肥 11月22日 サンライム カルシウム46% 30kg/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少なくとも過去1年間に、試験ほ場及び育苗時において分析妨害

となる農薬が使用されていないことを確認した。なお、コード名で示された農薬に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

農薬の使用実績なし

11. 試験区規模（施設の場合、面積・容積・高さ）

処理区TO1-MYC-E、TO2-MYC-E、TO1-MYC-W、TO2-MYC-W、TO1-TOL-E、TO2-TOL-E、TO1-TOL-F、TO2-TOL-F、TO1-ETO-E、TO2-ETO-E、TO1-ETO-W、TO2-ETO-W

：各32.0㎡（1.6m×20.0m×1畝）、80株

施設H-4：TO1-MYC-E、TO2-MYC-E、TO1-TOL-E、TO2-TOL-E、TO1-ETO-E、TO2-ETO-E

H-16：TO1-MYC-W、TO2-MYC-W、TO1-TOL-F、TO2-TOL-F、TO1-ETO-W、TO2-ETO-W

：各150㎡、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21日 (収穫初期)	ミクロブタニル	TO1-MYC-E	2500倍	300L	3.84mL/9.6L/32.0㎡
		TO1-MYC-W	1000倍	300L	9.6g/9.6L/32.0㎡
	トルフェンピラド	TO1-TOL-E	1000倍	300L	9.6ml/9.6L/32.0㎡
		TO1-TOL-F	1000倍	300L	9.6ml/9.6L/32.0㎡
	エトフェンプロックス	TO1-ETO-E	1000倍	300L	9.6ml/9.6L/32.0㎡
		TO1-ETO-W	1000倍	300L	9.6g/9.6L/32.0㎡
12月12日 (収穫盛期)	ミクロブタニル	TO2-MYC-E	2500倍	300L	3.84mL/9.6L/32.0㎡
		TO2-MYC-W	1000倍	300L	9.6g/9.6L/32.0㎡
	トルフェンピラド	TO2-TOL-E	1000倍	300L	9.6ml/9.6L/32.0㎡
		TO2-TOL-F	1000倍	300L	9.6ml/9.6L/32.0㎡
	エトフェンプロックス	TO2-ETO-E	1000倍	300L	9.6ml/9.6L/32.0㎡
		TO2-ETO-W	1000倍	300L	9.6g/9.6L/32.0㎡
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	
TO1-MYC-E	収穫初期(草丈180cm)	散布		晴 11:11a.m.～	
TO1-MYC-W	収穫初期(草丈180cm)	散布		晴 10:04a.m.～	
TO1-TOL-E	収穫初期(草丈180cm)	散布		晴 11:33a.m.～	
TO1-TOL-F	収穫初期(草丈180cm)	散布		晴 10:26a.m.～	
TO1-ETO-E	収穫初期(草丈180cm)	散布		晴 11:57a.m.～	
TO1-ETO-W	収穫初期(草丈180cm)	散布		晴 10:49a.m.～	
TO2-MYC-E	収穫盛期(草丈180cm)	散布		晴 11:30a.m.～	
TO2-MYC-W	収穫盛期(草丈180cm)	散布		晴 10:19a.m.～	
TO2-TOL-E	収穫盛期(草丈180cm)	散布		晴 11:54a.m.～	
TO2-TOL-F	収穫盛期(草丈180cm)	散布		晴 10:42a.m.～	
TO2-ETO-E	収穫盛期(草丈180cm)	散布		晴 11:06a.m.～	
TO2-ETO-W	収穫盛期(草丈180cm)	散布		晴 9:56a.m.～	

*末尾の-Eは「乳剤」、-Fは「フロアブル」、-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株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：MSB1510Li（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。施設栽培のため降雨の影響なし。

(3) 展着剤の使用

なし

(4) 備考

処理時は薬液の飛散防止のため、試験区の境界に高さ1.8mのポリフィルムで遮蔽措置を行った。

13. 試料採取

処理時期	試料採取日	試料番号	試料採取量	試料採取順	採取時の天候及び採取時刻
処理前	11月15日	TO-MYC-B	1.3kg	①	晴 8:08a.m.～ 8:23a.m.
		TO-TOL-B	1.3kg	②	晴 8:24a.m.～ 8:37a.m.
		TO-ETO-B	1.3kg	③	晴 8:38a.m.～ 8:53a.m.
収穫初期 (処理直後)	11月21日	TO1-MYC-W0	1.2kg	①	晴 1:28p.m.～ 1:35p.m.
		TO1-TOL-F0	1.2kg	②	晴 1:41p.m.～ 1:55p.m.
		TO1-ETO-W0	1.2kg	③	晴 2:00p.m.～ 2:16p.m.
		TO1-MYC-E0	1.2kg	④	晴 2:25p.m.～ 2:37p.m.
		TO1-TOL-E0	1.2kg	⑤	晴 2:44p.m.～ 2:57p.m.
		TO1-ETO-E0	1.2kg	⑥	晴 3:09p.m.～ 3:21p.m.
収穫初期 (処理1日後)	11月22日	TO1-MYC-W1	1.2kg	①	晴 8:17a.m.～ 8:29a.m.
		TO1-TOL-F1	1.2kg	②	晴 8:32a.m.～ 8:40a.m.
		TO1-ETO-W1	1.2kg	③	晴 8:42a.m.～ 8:52a.m.
		TO1-MYC-E1	1.2kg	④	晴 9:02a.m.～ 9:11a.m.
		TO1-TOL-E1	1.2kg	⑤	晴 9:13a.m.～ 9:22a.m.
		TO1-ETO-E1	1.2kg	⑥	晴 9:24a.m.～ 9:33a.m.

収穫盛期 (処理直後)	12月12日	TO2-MYC-W0	1.2kg	②	晴	1:58p.m.～2:14p.m.
		TO2-TOL-F0	1.2kg	③	晴	2:18p.m.～2:32p.m.
		TO2-ETO-W0	1.2kg	①	晴	1:26p.m.～1:43p.m.
		TO2-MYC-E0	1.2kg	⑤	晴	3:03p.m.～3:23p.m.
		TO2-TOL-E0	1.2kg	⑥	晴	3:27p.m.～3:47p.m.
		TO2-ETO-E0	1.2kg	④	晴	2:43p.m.～2:58p.m.
収穫盛期 (処理1日後)	12月13日	TO2-MYC-W1	1.2kg	②	晴	8:43a.m.～8:55a.m.
		TO2-TOL-F1	1.2kg	③	晴	8:57a.m.～9:11a.m.
		TO2-ETO-W1	1.2kg	①	晴	8:30a.m.～8:41a.m.
		TO2-MYC-E1	1.2kg	⑤	晴	9:31a.m.～9:46a.m.
		TO2-TOL-E1	1.2kg	⑥	晴	9:48a.m.～10:01a.m.
		TO2-ETO-E1	1.2kg	④	晴	9:16a.m.～9:29a.m.

(1) 試料採取方法

試料は試験区の境界部をはずし、偏りがないう区全体から手で採取した。採取時は試験区ごとに清浄な手袋を装着した。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

採取直後に、枯れた花卉が残っている場合には手で取り除いた。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

試料は緩衝材を底面に敷き、内側を包装紙で覆ったダンボール箱に入れ、上から包装紙を被せ、すき間に包装紙をつめた。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

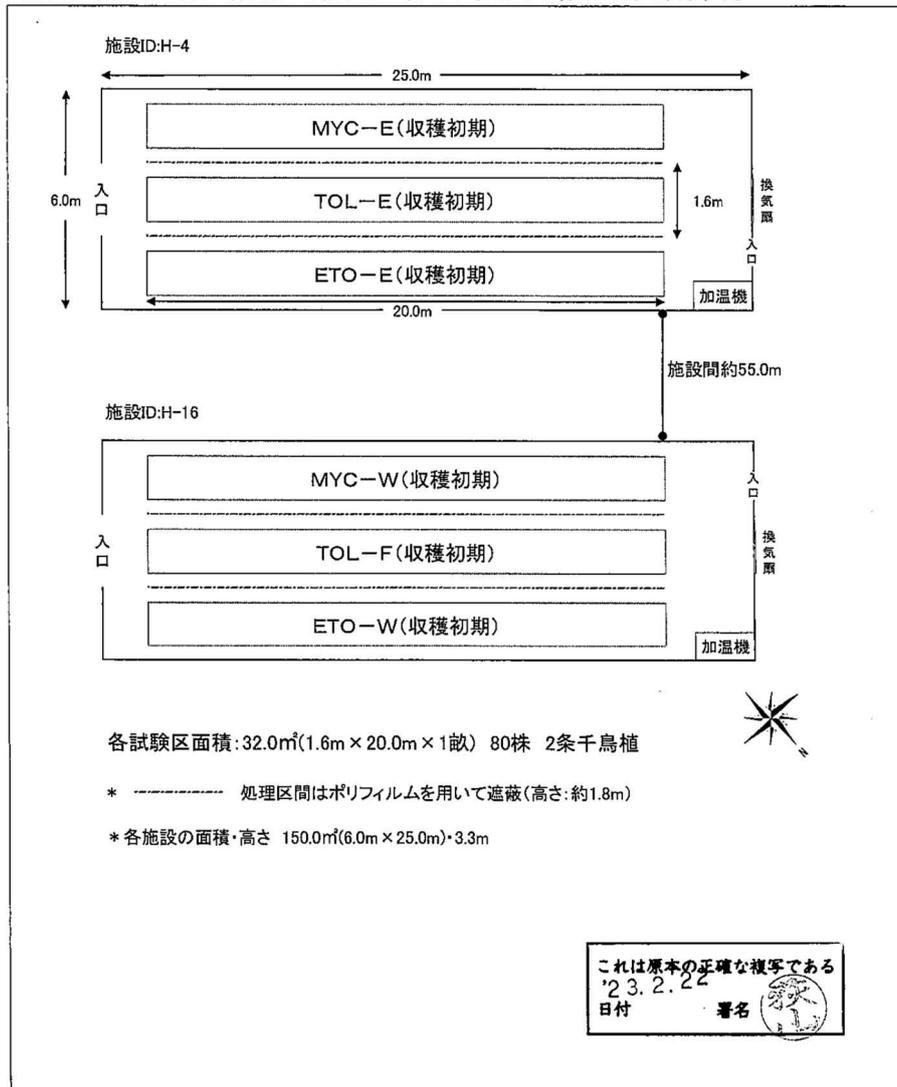
IV-3

D. 試験区見取り図 (収穫初期)

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: 2022/11/8 署名又は捺印: mh

報告書ID (非 GLP) : 2022TO-C

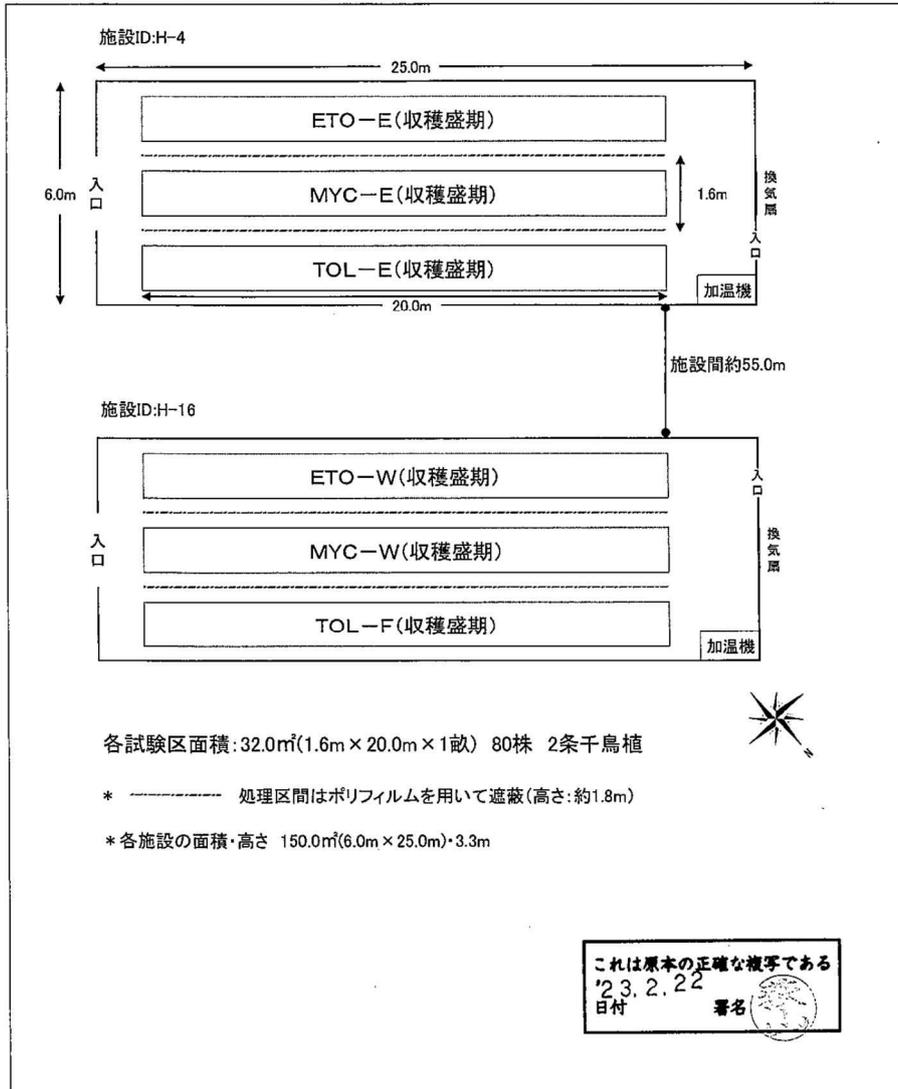
IV- 4

D. 試験区見取り図 (収穫盛期)

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。

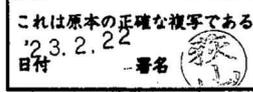
棚栽培の作物および樹の一部を用いる場合は主枝・亜主枝の配置が分かるように図示する。



記入日: 2022/11/8 署名又は捺印: mh

報告書ID (非 GLP) : 2022 TO-C

Ⅲ-② 使用した農薬の記録



IV- 6

F. 農薬使用履歴 施設ID: H-4 (MYC-E, TOL-E, ETO-E)

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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	いちご	スパイカルEX	21/11/19, 26, 12/3	3000 頭/ 100 株	2022/11/19 mhj
		パレード20フロアブル	21/11/29	2000 倍	
		サフオイル乳剤		300 倍	
		アミスター20フロアブル	21/12/10	2000 倍	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		サフオイル乳剤		300 倍	
		パレード20フロアブル	22/1/5	2000 倍	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		サフオイル乳剤		300 倍	
		ウララDF	22/1/9, 16	2000 倍	
		CBC-1601E液剤	22/3/4, 11, 18, 25, 4/1, 8, 15, 22	1000 倍	
		サンヨール		250 倍、 500 倍	
		インプレッションクリア		1000 倍	
		アフーム乳剤	22/4/17	2000 倍	
		グレーシア乳剤	22/5/18	2000 倍	
	-	テロン	22/8/2	350/10a 全面土壌処理	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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） 生田直樹 確認日 22/11/19

報告書ID（非GLP）：2022TO-C

これは原本の正確な複写である
 23.2.22
 日付 署名

IV-7

F. 農薬使用履歴 施設ID: H-16 (MYC-W, TOL-F, ETO-W)

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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 X 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	だいず	ダニトロンフロアブル	21/11/17	1000倍	2022/11/19 ML
		ディアナSC		2500倍	
		イントレックスフロアブル	21/12/8, 15, 24, 22/1/5, 14	1500倍 2000倍	
		ミギワ10フロアブル		1000倍	
		アフェットフロアブル		2000倍	
		ロブラール水和剤		1000倍	
	ピーマン	パルミノ	22/4/14	2000倍	
		ファインセーブフロアブル		1000倍	
		スタークル顆粒水溶剤		2000倍	
		ジャスモメート液剤	22/4/18, 25, 5/2, 9, 16	500倍	
		パルミノ	22/4/22	2000倍	
		パレード20フロアブル	22/5/6	2000倍	
		グレーシア乳剤		2000倍	
		パルミノ	22/5/18	2000倍	
		グレーシア乳剤		2000倍	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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) 生田 直樹 確認日 22/11/9

報告書ID (非GLP) : 2022TO-C

これは原本の正確な複写である
23.2.22
日付 署名 

IV-8

F. 農薬使用履歴 施設ID: H-16 (MYC-W, TOL-F, ETO-W)

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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・聞き取り日を区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	ピーマン	アフーム乳剤	22/5/25	2000倍	2022/11/9 MH
		ベネビアOD		2000倍	
		パルミノ		2000倍	
		コルト顆粒水和剤	22/6/7	4000倍	
		ディアナSC		2500倍	
		プロパティフロアブル		3000倍	
		KIF-28FL(硫黄、塩基性塩化銅)	22/6/8, 15, 22, 7/4, 13, 22	500倍	
		ケンジャフロアブル		1500倍	
		スコア顆粒水和剤		2000倍	
		ニマイパー水和剤		1000倍	
		SB-390WG		2000倍	
		ダコニール1000		1000倍	
		ベネビアOD	22/6/30	2000倍	
		スタークル顆粒水溶剤		2000倍	
	-	テロン	22/8/2	350/10a 全面土壌処理	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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) 佐田 直樹 確認日 22/11/9

報告書ID (非GLP) : 2022TO-C

これは原本の正確な複写である
 '23.2.22
 日付 署名 

IV-9

F. 農薬使用履歴 各試験区共通 (施設ID: H-4, 16)

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*情報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	ミトマ (育苗期)	トップジンM水和剤	22/8/25	2000倍	2022/11/9 mh
		ベストガード水溶剤		2000倍	
		プレバソンフロアブル5	22/9/5	1000倍	
		ディアナSC	22/9/22	2500倍	
		トランスフォームフロアブル		2000倍	
		ミネクトデュオ粒剤	22/9/26	2g/株 株元散布	
	ミトマ (現作)	ディアナSC	22/10/18	2500倍	
		チェス顆粒水和剤		5000倍	
		ポリオキシシンAL水溶剤		5000倍	
		ニマイバー水和剤	22/11/9	1000倍	
		バルミノ		2000倍	
		ベネビアOD		2000倍	
		コルト顆粒水和剤		4000倍	

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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)

畑直樹

確認日

22/11/9

報告書ID (非GLP) : 2022TO-C

これは原本の正確な複写である
23.2.2
日付 署名 

IV-10

F. 農薬使用履歴

試験計画書に従って記入する。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ぞれに表示する。

*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	ミトマ (現作)	ETO-E (収穫盛期)	-	-	2022/12/9 mh
		ラリー乳剤	22/11/21	2500 倍	
		MYC-E (収穫盛期)	-	-	
		ハチハチ乳剤	22/11/21	1000 倍	
		TOL-E (収穫盛期)	-	-	
		トレボン乳剤	22/11/21	1000 倍	
		ETO-W (収穫盛期)	-	-	
		ラリー水和剤	22/11/21	1000 倍	
		MYC-W (収穫盛期)	-	-	
		ハチハチフロアブル	22/11/21	1000 倍	
		TOL-F (収穫盛期)	-	-	
		アークリン水和剤	22/11/21	1000 倍	
/					

コード名農薬が分析妨害農薬にならないことの確認方法

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。 コード名農薬なし

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) 生田 直樹 確認日 22/12/9

報告書 ID (非 GLP) : 2022TO-C

Ⅲ-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 宮崎試験場 施設 (施設ID: H-16)
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 <u>5208</u>) <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 <input type="checkbox"/> 雨量記録監視装置 <input type="checkbox"/> 又はパルスロガー (GLP 機器番号)
観測時刻 (読み取りの場合)	おおむね _____ 時頃

記入日: 2022/12/22 署名又は捺印: mk

その他の観測したデータがあれば観測方法を説明

これは原本の正確な複写である
 '23.2.22 日付 署名 

記入日: 2022/12/22 署名又は捺印: mk

報告書 ID (非 GLP) : 2022TO-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Ver.3

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)
2022年11月15日	21.4	35.7	14.9
2022年11月16日	21.2	34.6	14.9
2022年11月17日	18.7	26.9	14.6
2022年11月18日	17.3	21.7	15.2
2022年11月19日	17.4	25.0	15.6
2022年11月20日	20.1	31.8	15.3
2022年11月21日	21.6	35.0	15.1
2022年11月22日	20.7	35.6	15.0
2022年11月23日	21.5	35.2	15.4
2022年11月24日	21.0	34.6	15.1
2022年11月25日	21.1	34.7	15.3
2022年11月26日	20.0	34.0	15.2
2022年11月27日	20.5	34.8	14.9
2022年11月28日	22.2	37.1	15.2
2022年11月29日	22.9	35.2	18.6
2022年11月30日	19.3	24.0	15.3
2022年12月1日	19.0	32.9	12.1
2022年12月2日	17.1	31.8	8.4
2022年12月3日	20.1	25.1	16.2
2022年12月4日	20.5	27.6	18.2
2022年12月5日	19.3	23.4	17.7
2022年12月6日	19.3	26.8	14.6
2022年12月7日	20.5	32.0	16.0
2022年12月8日	21.8	34.3	16.7
2022年12月9日	22.2	34.4	17.5
2022年12月10日	22.5	36.8	17.3
2022年12月11日	21.7	34.3	17.3
2022年12月12日	20.6	29.7	17.1
2022年12月13日	21.4	34.8	16.8

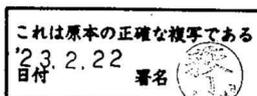
観測地:宮崎県宮崎市佐土原町下那珂11913番地 宮崎試験場内 施設ID:H-16
 観測機器:気温 おんどり TR-71UI(GLP機器番号 5208)

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

2022/12/22 作成 mh
 22
 SE 2022/12/22 mh



記入日:2022/12/22 署名又は捺印: mh

報告書 ID (非 GLP) : 2022TO-C

3. 残留分析方法の詳細

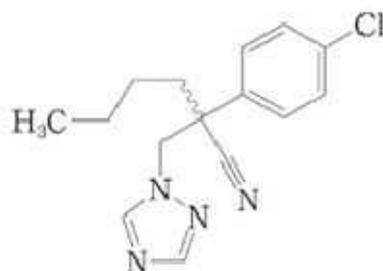
(1) ブロッコリー

(a) 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：白色，針状結晶，芳香臭

融点：71.7℃

蒸気圧（25℃）：1.72×10⁻⁶Pa

オクタノール／水分配係数（22℃）：log Pow = 1.98

溶解性（22℃）：水 142mg/L

メタノール >1000g/L，アセトン >1000g/L，ジクロロメタン >1000g/L，
酢酸エチル >1000g/L，ヘキサン 1.22g/L，キシレン 197.8g/L

安定性：熱；150℃まで安定

加水分解性半減期；加水分解を受けない

水中光分解性半減期（31℃）；591時間（自然水）

その他；酸，アルカリで安定（pH5，pH 7，pH 9）

出典：農薬ハンドブック 2021年版

2. 標準品及び試薬

ミクロブタニル標準品：純度99.8%（富士フイルム和光純薬製）

アセトン，アセトニトリル：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）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

PLS-2ミニカラム：InertSep PLS-2 500mg/6mL（ジーエルサイエンス製）

PSAミニカラム : Bond Elut PSA Jr 500 mg (アジレント・テクノロジー製)

濾紙 : No.5A (桐山製作所製)

ガラス繊維濾紙 : GFP (桐山製作所製)

3. 装置及び機器

電子天秤 : XSR205, XS4002S (メラー・トレド製), S-BOX WP (インダ製)

ミキサー : GM-200 (Retsch 製)

振とう機 : EL-01 (スギヤマゲン製)

減圧濃縮器 : R-134 型 (ビュッヒ製)

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

データ処理ソフトウェア : MassLynx (waters 製)

4. 測定機器の操作条件

4-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム : ACQUITY UPLC BEH C18 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.7 μ m

溶離液 : A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

[グラジエント テーブル]

時間(分)	流量(mL/分)	A 液 : B 液
Initial	0.20	15 : 85
6.0	0.20	15 : 85
8.0	0.20	5 : 95
10.0	0.20	5 : 95
12.0	0.20	15 : 85
15.0	0.20	15 : 85

カラム温度 : 40°C

注入量 : 1 μ L

ランタイム : 15 分

保持時間 : 約 1.5 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 (ES), 正モード

脱溶媒ガス流量 : 1000L/Hr

脱溶媒ガス温度 : 500°C

ソースブロック温度 : 150°C

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：32V

コリジョン電圧：28V

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 289.16

プロダクトイオン；m/z 125.02

5. 検量線の作成

マイ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20mg/L標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して0.0002, 0.0004, 0.0008, 0.004及び0.008mg/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マイ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、適当な大きさに切断し、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6-2. 抽出

磨砕均一化した試料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繊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2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

PLS-2ミニカラムとPSAミニカラムを接続し、アセトニトリル5mLを流下し前処理をした。残留物をアセトニトリル10mLで溶解しミニカラムに流下後、さらにアセトニトリル10mLで容器内を洗い込み流下した。全流出液を合わせ溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-4. 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、検量線よりマイ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 (μ L)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	0.2	5	1	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (mg/kg)
0.0002	0.2	5	1	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防高知の未検出試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg), 0.1mg/kg及び2.0mg/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 高知	2.0	98,	97,	97,	96,	95	97	1
	0.1	83,	83,	79,	77,	76	80	4
	0.01	80,	80,	80,	80,	70	78	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	水和剤
日植防茨城	処理前	<0.01	
	処理直後	0.44	0.45
	処理1日後	0.34	0.46
	処理3日後	0.40	0.39
	処理7日後	0.20	0.26
日植防高知	処理前	<0.01	
	処理直後	0.92	0.60
	処理1日後	1.03	0.63
	処理3日後	0.75	0.61
	処理7日後	0.40	0.25
日植防宮崎	処理前	<0.01	
	処理直後	0.44	0.54
	処理1日後	0.45	0.48
	処理3日後	0.29	0.32
	処理7日後	0.12	0.15

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の確認を行うごとに、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。

また2021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
2022/12/13	81	<0.01	日植防茨城	日植防茨城 日植防高知
2022/12/15	82	<0.01	日植防高知	日植防高知 日植防宮崎
2023/1/6	84	<0.01	日植防高知	保存安定性試料

11. 保存安定性の確認

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

添加濃度(mg/kg)	保存期間（日）	回収率(%)	平均回収率(%)
1.0	50 (2022/11/17 - 2023/1/6)	93, 86	90

実試料最長保存日数：日植防茨城 26日間，日植防高知 27日間，日植防宮崎 19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. 日植防茨城試料のクロマトグラム

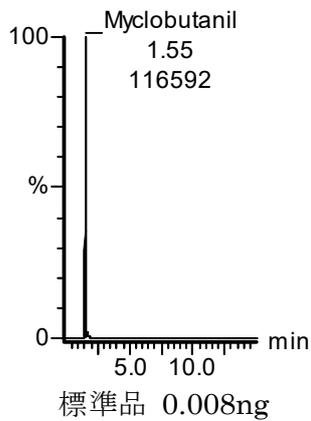
4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

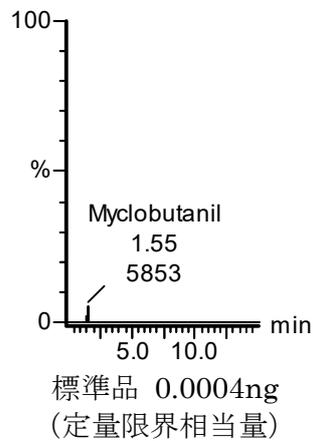
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(最終液量/注入量/試料量)
 (-/1 μ L/-)
 221006_06
 STD0.008ng



(-/1 μ L/-)
 221006_22
 STD0.0004ng



(5mL/1 μ L/-)
 221006_08
 42T

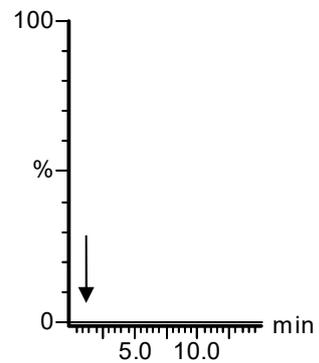
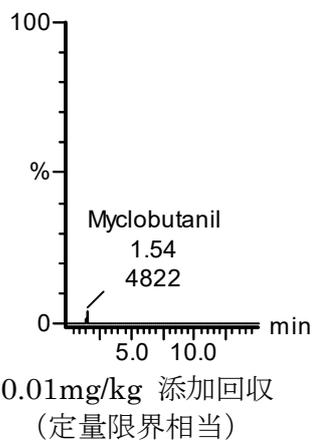


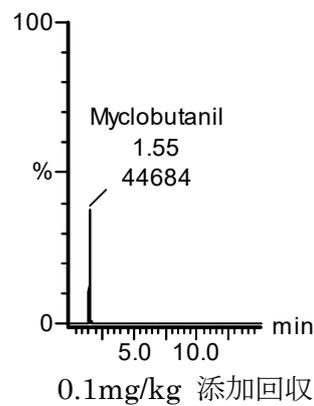
図1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)
 221006_10
 42S-1



(5mL/1 μ L/0.2g)
 221006_17
 42L0.1-1



(100mL/1 μ L/0.2g)
 230105_07
 42L2-1*20

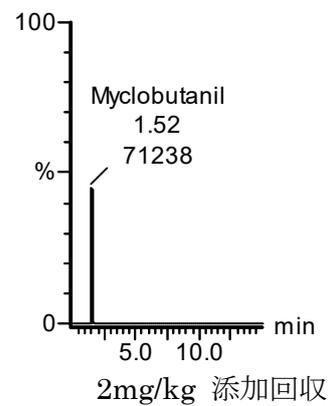
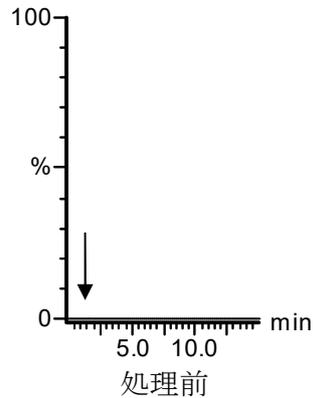


図3. 回収率のクロマトグラム

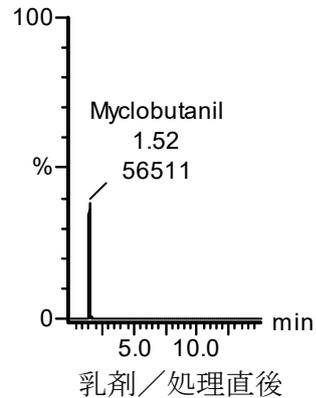
(5mL/1 μ L/0.2g)

221213_08
IBU-MYC-B



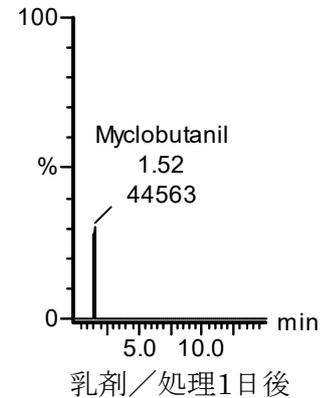
(25mL/1 μ L/0.2g)

221213_10
IBU-MYC-E0*5



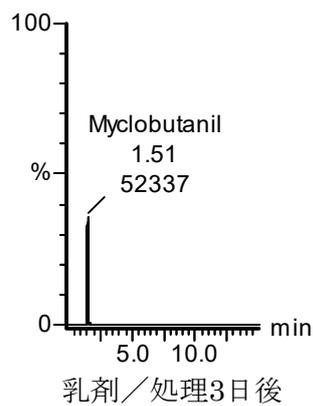
(25mL/1 μ L/0.2g)

221213_11
IBU-MYC-E1*5



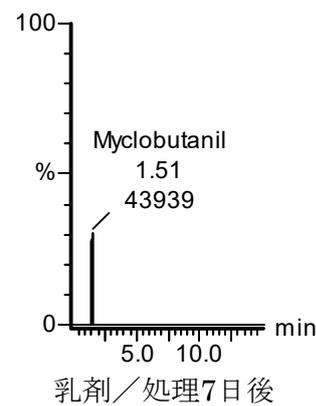
(25mL/1 μ L/0.2g)

221213_12
IBU-MYC-E3*5



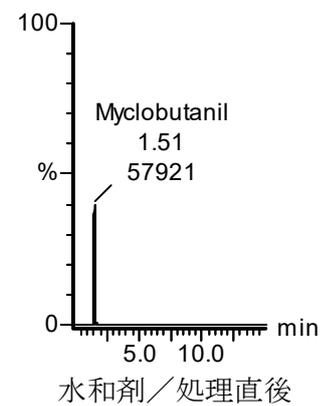
(15mL/1 μ L/0.2g)

221213_13
IBU-MYC-E7*3



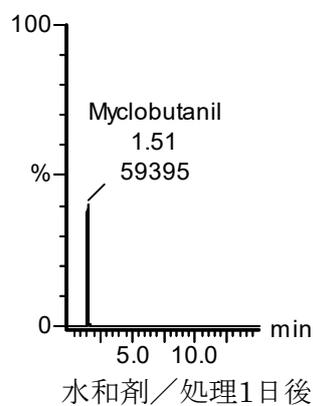
(25mL/1 μ L/0.2g)

221213_15
IBU-MYC-W0*5



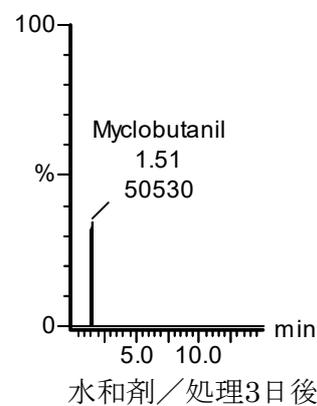
(25mL/1 μ L/0.2g)

221213_16
IBU-MYC-W1*5



(25mL/1 μ L/0.2g)

221213_17
IBU-MYC-W3*5



(15mL/1 μ L/0.2g)

221213_18
IBU-MYC-W7*3

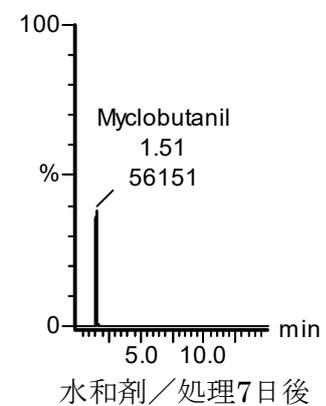
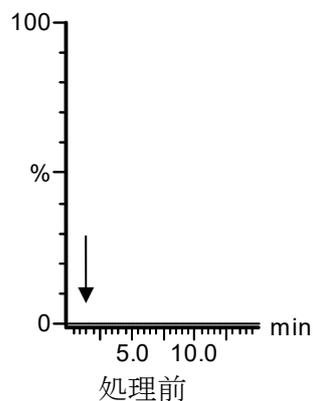
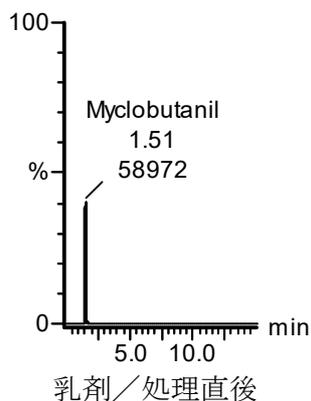


図4-1. 日植防茨城試料のクロマトグラム

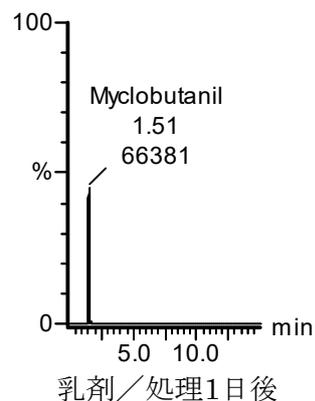
(5mL/1 μ L/0.2g)
221215_08
KBU-MYC-B



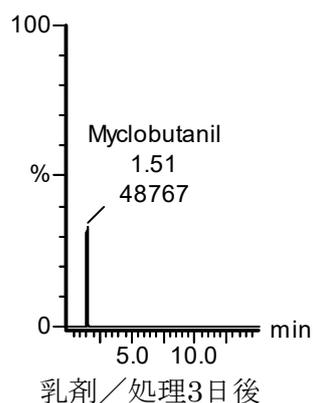
(50mL/1 μ L/0.2g)
221213_20
KBU-MYC-E0*10



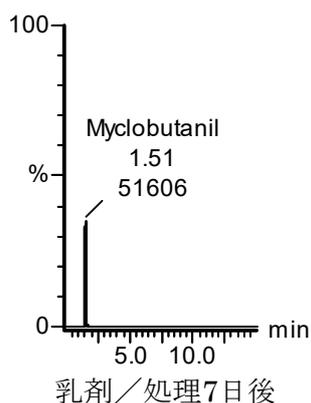
(50mL/1 μ L/0.2g)
221213_21
KBU-MYC-E1*10



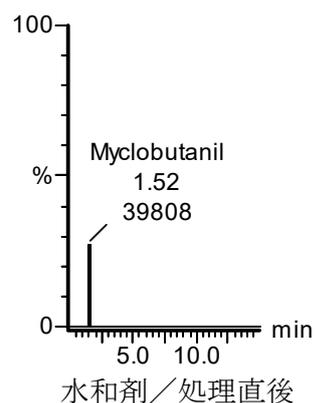
(50mL/1 μ L/0.2g)
221213_22
KBU-MYC-E3*10



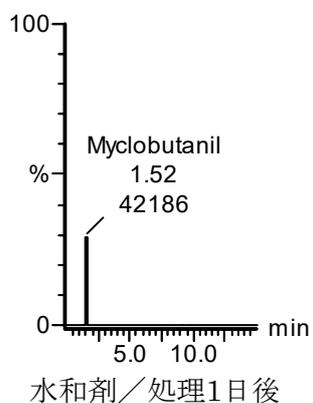
(25mL/1 μ L/0.2g)
221213_23
KBU-MYC-E7*5



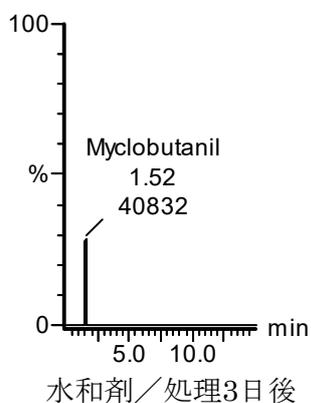
(50mL/1 μ L/0.2g)
221215_12
KBU-MYC-W0*10



(50mL/1 μ L/0.2g)
221215_13
KBU-MYC-W1*10



(50mL/1 μ L/0.2g)
221215_14
KBU-MYC-W3*10



(25mL/1 μ L/0.2g)
221215_15
KBU-MYC-W7*5

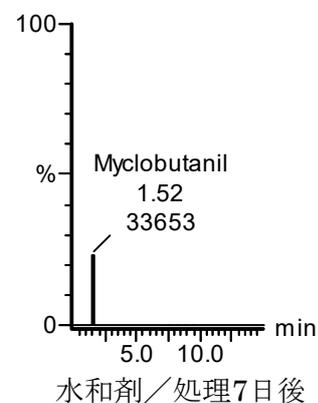
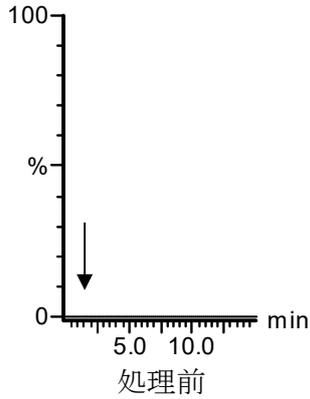
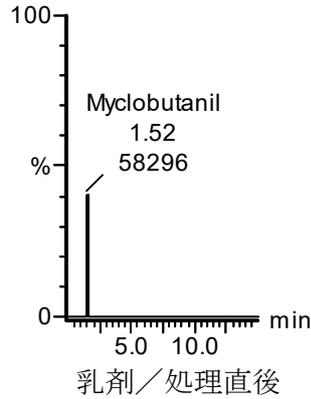


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

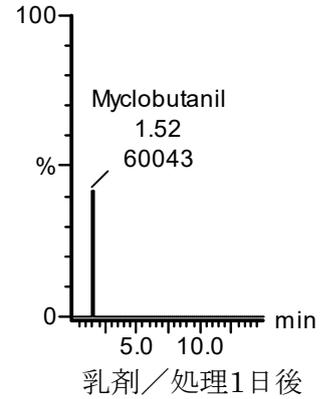
(5mL/1 μ L/0.2g)
221215_09
MBU-MYC-B



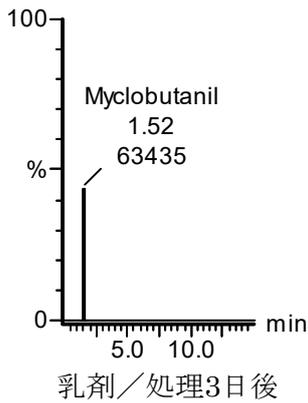
(25mL/1 μ L/0.2g)
221215_17
MBU-MYC-E0*5



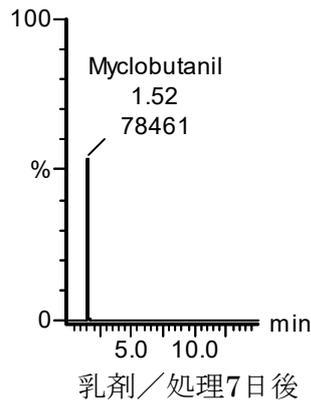
(25mL/1 μ L/0.2g)
221215_18
MBU-MYC-E1*5



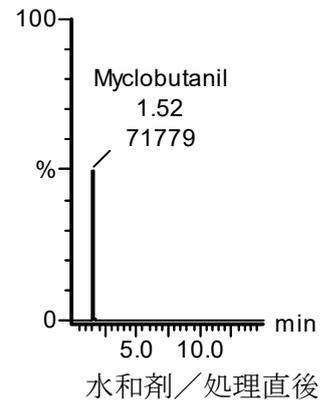
(15mL/1 μ L/0.2g)
221215_19
MBU-MYC-E3*3



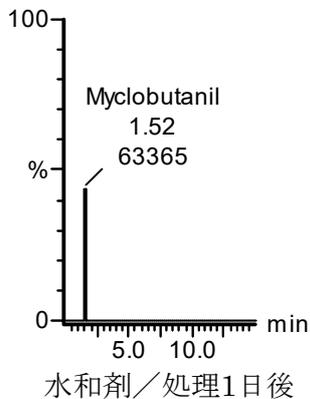
(5mL/1 μ L/0.2g)
221215_20
MBU-MYC-E7



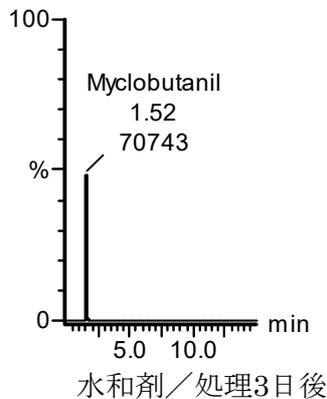
(25mL/1 μ L/0.2g)
221215_22
MBU-MYC-W0*5



(25mL/1 μ L/0.2g)
221215_23
MBU-MYC-W1*5



(15mL/1 μ L/0.2g)
221215_24
MBU-MYC-W3*3



(5mL/1 μ L/0.2g)
221215_25
MBU-MYC-W7

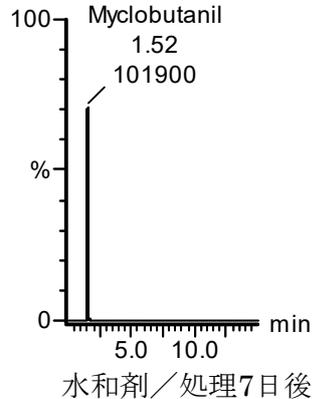
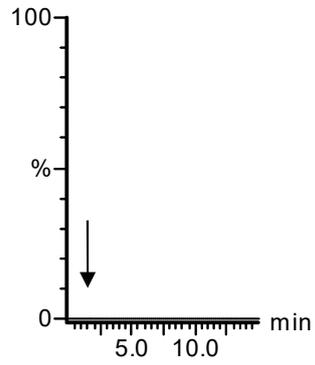


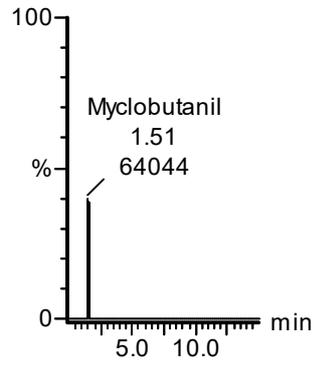
図4-3. 日植防宮崎のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)
230106_08
42Q-1



無処理

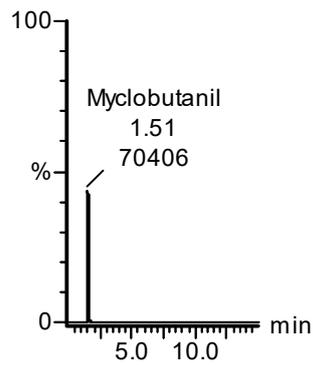
(5mL/1 μ L/0.2g)
230106_09
42QR-7



0.1mg/kg 添加回収

図5. 内部精度管理のクロマトグラム

(50mL/1 μ L/0.2g)
230106_10
42MYC H-1*10



1mg/kg 添加

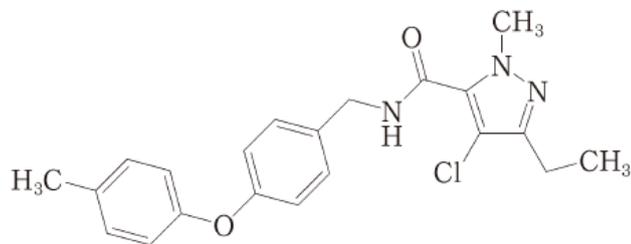
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(b) 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*-tolylloxy)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℃

蒸気圧（20℃）：5×10⁻⁷ Pa

オクタノール／水分配係数（25℃）：log Pow=5.61

溶解性（20℃）：水 0.087 mg/L, ヘキサン 7.41 g/L, トルエン 366 g/L, アセトン 368g/L
メタノール 59.6 /L, ジクロロメタン >500 g/L, 酢酸エチル 339 g/L

安定性：熱；安定

加水分解性半減期（25℃）；>1年（pH4, pH7, pH9）

水中光分解性半減期（25℃）；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 2021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，アセトニトリル：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）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

PLS-2ミニカラム：InertSep PLS-2 500mg/6mL（ジーエルサイエンス製）

PSAミニカラム：Bond Elut PSA Jr 500 mg（アジレント・テクノロジー製）

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

電子天秤: XSR205, XS4002S (メラー・トレド製), S-BOX WP (インダ製)

ミキサー: GM-200 (Retsch 製)

振とう機: EL-01 (スギヤマゲン製)

減圧濃縮器: R-134 型 (ビュッヒ製)

液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計 (LC-MS/MS): XEVO TQ-Smicro
(waters 製)

データ処理ソフトウェア: MassLynx (waters 製)

4. 測定機器の操作条件

4-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム: ACQUITY UPLC BEH C18 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.7 μ m

溶離液: A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

[グラジエント テーブル]

時間(分)	流量(mL/分)	A 液 : B 液
Initial	0.20	15 : 85
6.0	0.20	15 : 85
8.0	0.20	5 : 95
10.0	0.20	5 : 95
12.0	0.20	15 : 85
15.0	0.20	15 : 85

カラム温度: 40°C

注入量: 1 μ L

ランタイム: 15 分

保持時間: 約 2.4 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 (ES), 正モード

脱溶媒ガス流量: 1000L/Hr

脱溶媒ガス温度: 500°C

ソースブロック温度: 150°C

キャピラリー電圧: 1kV

コーン電圧: 14V

コリジョン電圧: 26V

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 384.23

プロダクトイオン；m/z 197.08

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20mg/L標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して0.0002, 0.0004, 0.0008, 0.004及び0.008mg/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、適当な大きさに切断し、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6-2. 抽出

磨砕均一化した試料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繊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2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

PLS-2ミニカラムとPSAミニカラムを接続し、アセトニトリル5mLを流下し前処理をした。残留物をアセトニトリル10mLで溶解しミニカラムに流下後、さらにアセトニトリル10mLで容器内を洗い込み流下した。全流出液を合わせ溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-4. 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 (μ L)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	0.2	5	1	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (mg/kg)
0.0002	0.2	5	1	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防高知の無処理試料を用いて、定量限界相当(0.01mg/kg) , 0.1mg/kg及び2.0mg/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以下に示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSDr (%)
日植防茨城	2.0	98, 98, 97, 97, 97	97	1
	0.1	98, 97, 92, 91, 88	93	5
	0.01	90, 90, 90, 80, 80	86	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
日植防茨城	処理前	<0.01	
	処理直後	0.82	0.92
	処理1日後	0.60	0.55
	処理3日後	0.61	0.62
	処理7日後	0.42	0.50
日植防高知	処理前	<0.01	
	処理直後	1.40	1.76
	処理1日後	1.27	1.50
	処理3日後	1.00	1.21
	処理7日後	0.38	0.80
日植防宮崎	処理前	<0.01	
	処理直後	0.83	1.23
	処理1日後	0.67	0.98
	処理3日後	0.53	0.91
	処理7日後	0.24	0.66

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の確認を行うごとに、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（クォ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。

また2021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
2022/12/16	96	<0.01	日植防茨城	日植防茨城 日植防高知
2022/12/19	94	<0.01	日植防高知	日植防高知 日植防宮崎
2023/1/6	95	<0.01	日植防高知	保存安定性試料

11. 保存安定性の確認

磨砕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℃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	50 (2022/11/17 - 2023/1/6)	92, 91	92

実試料最長保存日数：日植防茨城 29日間，日植防高知 31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. 日植防茨城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. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

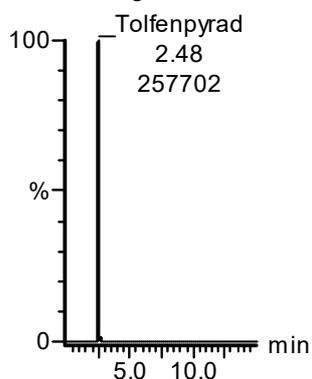
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(最終液量/注入量/試料量)

(-/1 μ L/-)

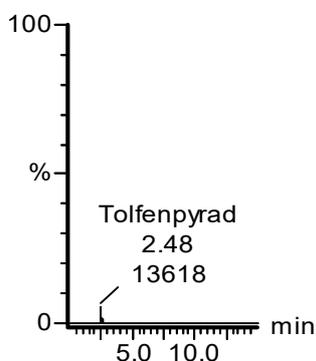
221006_06
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(-/1 μ L/-)

221006_22
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当量)

(5mL/1 μ L/-)

221006_08
42T

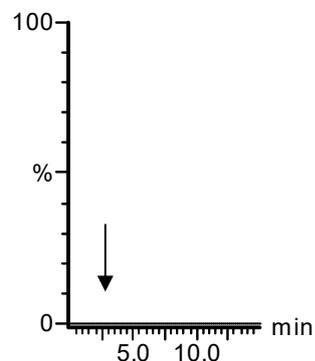
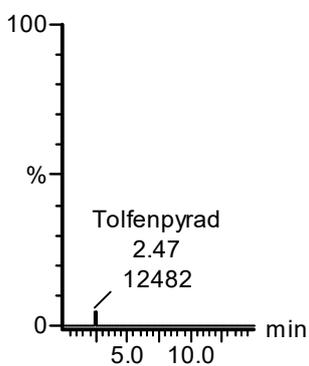


図1. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

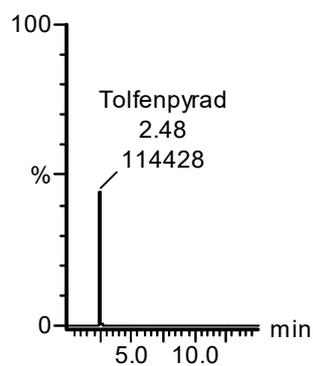
221006_10
42S-1



0.01mg/kg 添加回収
(定量限界相当)

(5mL/1 μ L/0.2g)

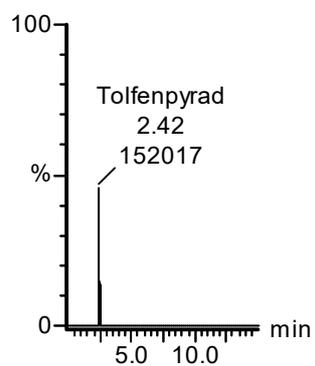
221006_17
42L0.1-1



0.1mg/kg 添加回収

(100mL/1 μ L/0.2g)

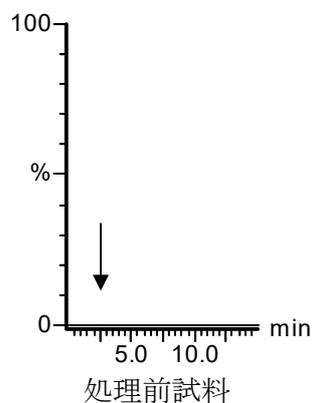
230105_07
42L2-1*20



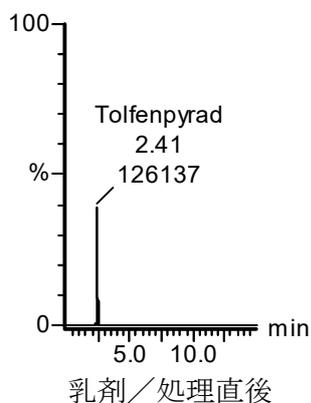
2mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

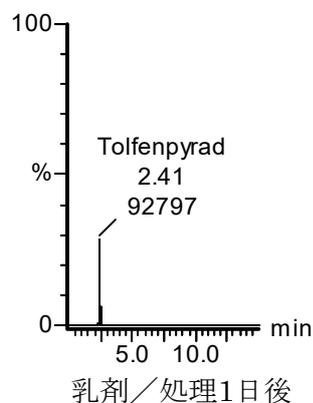
(5mL/1μL/0.2g)
221220_08
IBU-TOL-B



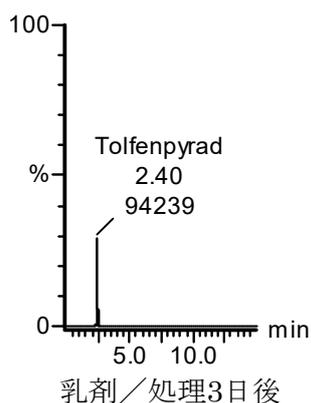
(50mL/1μL/0.2g)
221220_10
IBU-TOL-E0*10



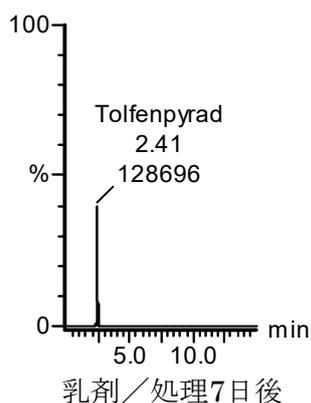
(50mL/1μL/0.2g)
221220_11
IBU-TOL-E1*10



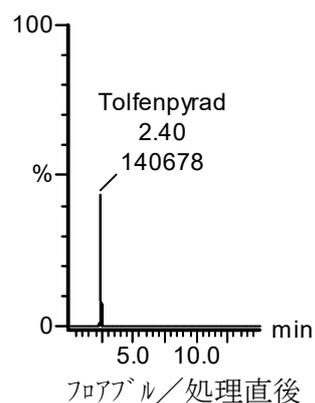
(50mL/1μL/0.2g)
221220_12
IBU-TOL-E3*10



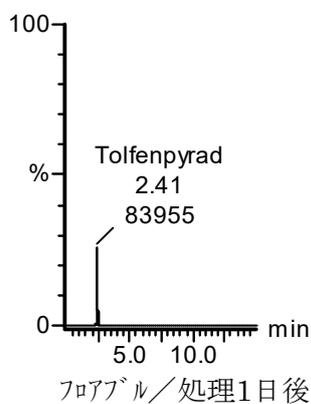
(25mL/1μL/0.2g)
221220_13
IBU-TOL-E7*5



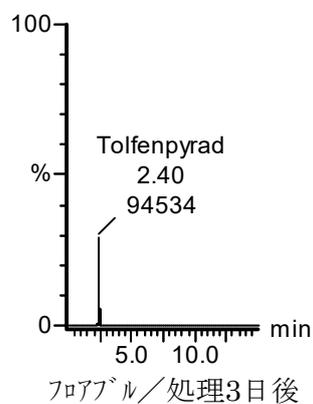
(50mL/1μL/0.2g)
221220_15
IBU-TOL-F0*10



(50mL/1μL/0.2g)
221220_16
IBU-TOL-F1*10



(50mL/1μL/0.2g)
221220_17
IBU-TOL-F3*10



(25mL/1μL/0.2g)
221220_18
IBU-TOL-F7*5

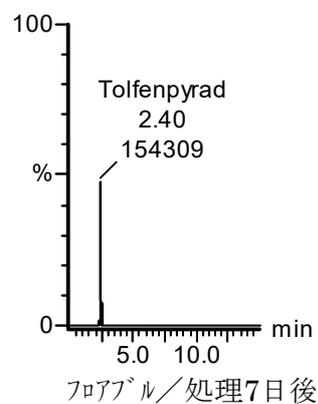
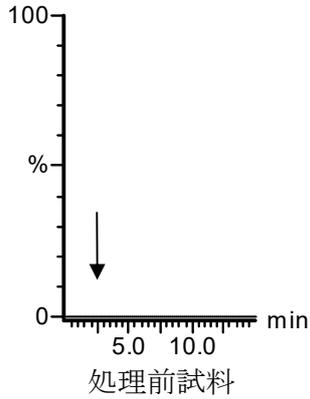
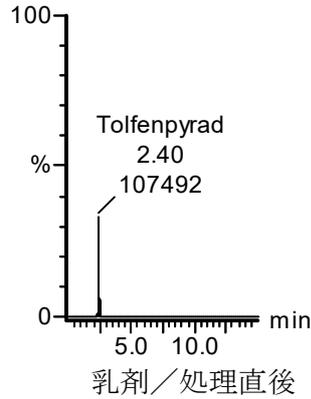


図4-1. 日植防茨城試料のクロマトグラム

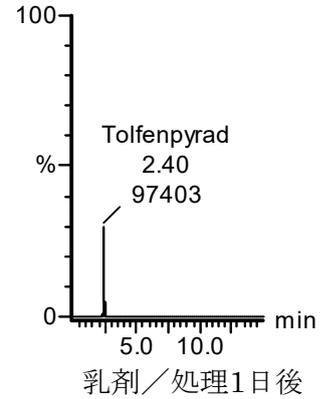
(5mL/1μL/0.2g)
221220_28
KBU-TOL-B



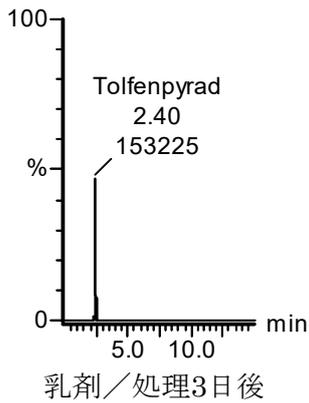
(100mL/1μL/0.2g)
221220_20
KBU-TOL-E0*20



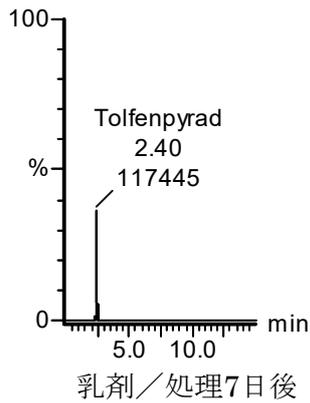
(100mL/1μL/0.2g)
221220_21
KBU-TOL-E1*20



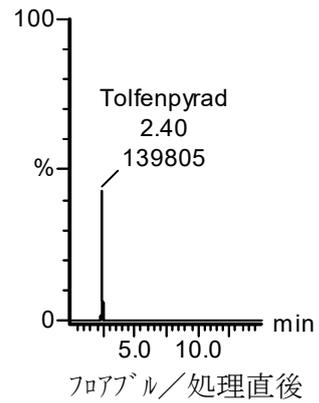
(50mL/1μL/0.2g)
221220_22
KBU-TOL-E3*10



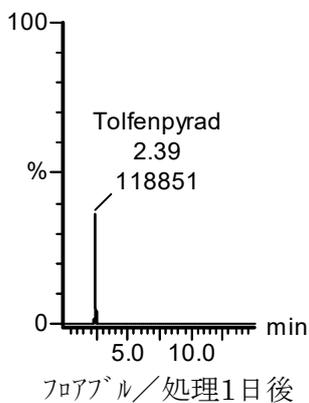
(25mL/1μL/0.2g)
221220_23
KBU-TOL-E7*5



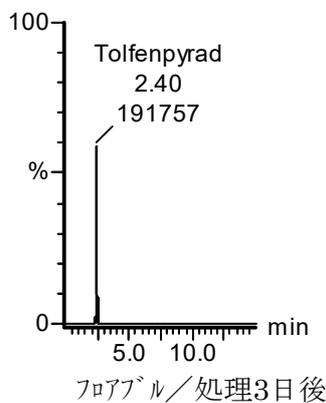
(100mL/1μL/0.2g)
221220_32
KBU-TOL-F0*20



(50mL/1μL/0.2g)
221220_33
KBU-TOL-F1*20



(50mL/1μL/0.2g)
221220_34
KBU-TOL-F3*10



(50mL/1μL/0.2g)
221220_35
KBU-TOL-F7*5

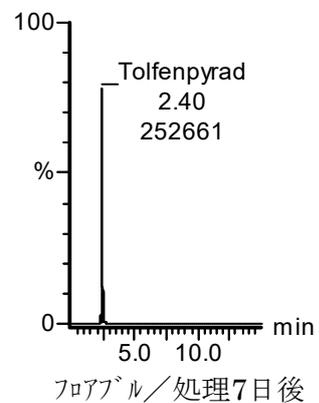
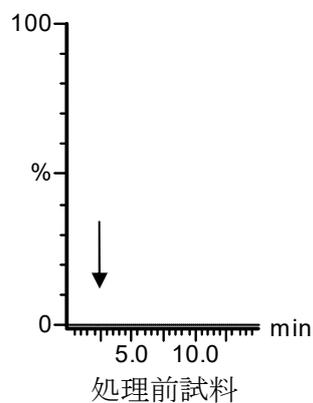
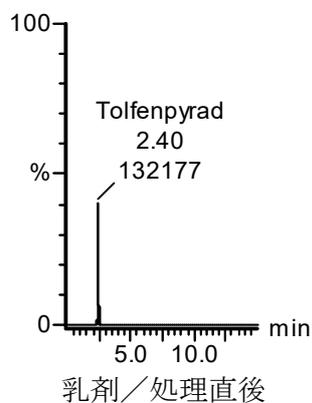


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

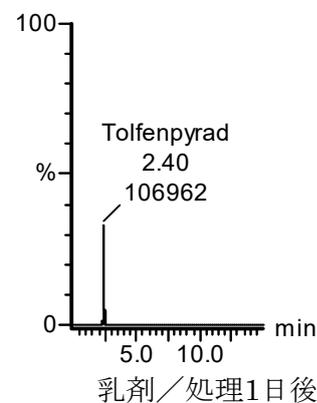
(5mL/1μL/0.2g)
221220_29
MBU-TOL-B



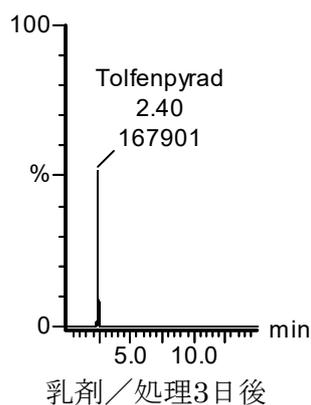
(50mL/1μL/0.2g)
221220_37
MBU-TOL-E0*10



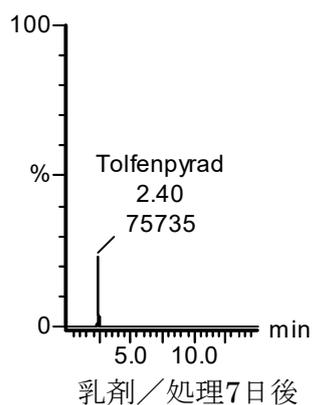
(50mL/1μL/0.2g)
221220_38
MBU-TOL-E1*10



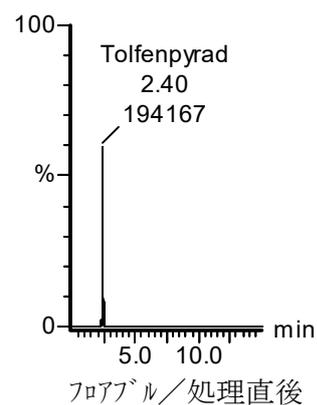
(25mL/1μL/0.2g)
221220_39
MBU-TOL-E3*5



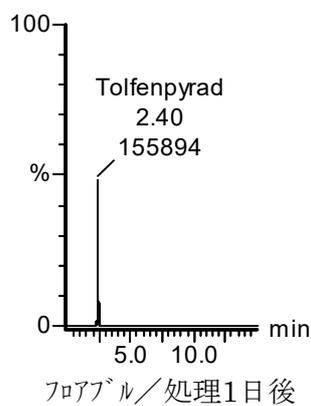
(25mL/1μL/0.2g)
221220_40
MBU-TOL-E7*5



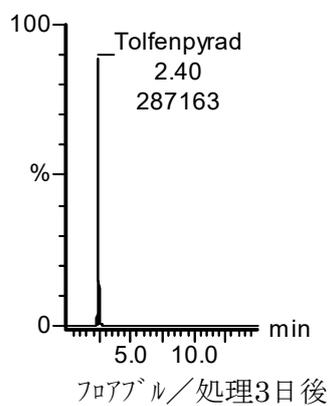
(50mL/1μL/0.2g)
221220_42
MBU-TOL-F0*10



(50mL/1μL/0.2g)
221220_43
MBU-TOL-F1*10



(25mL/1μL/0.2g)
221220_44
MBU-TOL-F3*5



(25mL/1μL/0.2g)
221220_45
MBU-TOL-F7*5

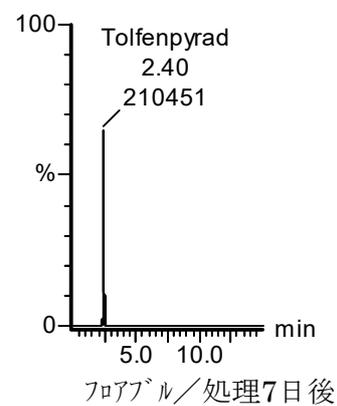
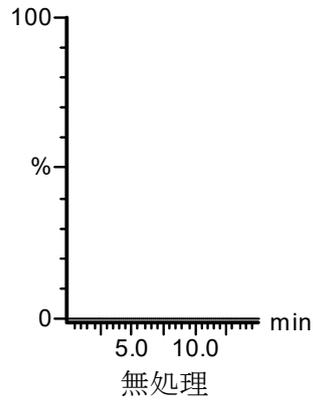


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)
230106_08
42Q-1



(5mL/1 μ L/0.2g)
230106_09
42QR-7

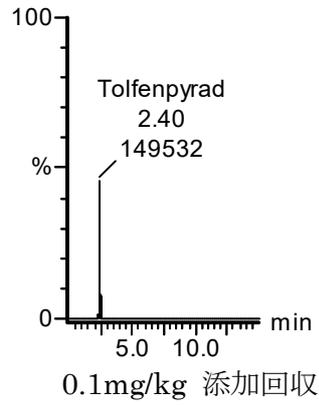
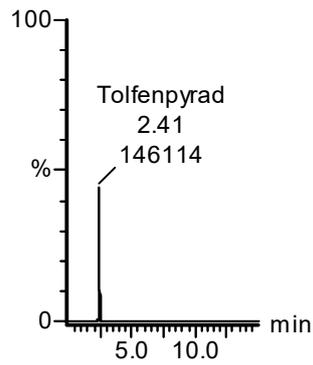


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

(50mL/1 μ L/0.2g)

230106_13
42TOL H-1*10



1mg/kg 添加

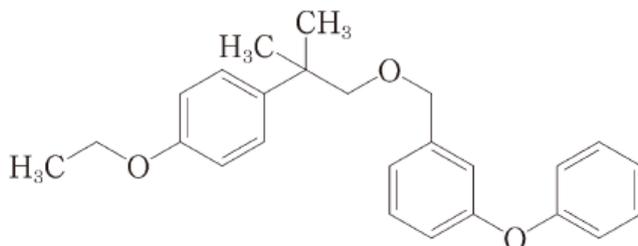
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(c) 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，僅かに芳香臭あり

融点：37.4±0.1℃

蒸気圧（25℃換算）：8.13×10⁻⁷ Pa

オクタノール／水分配係数（20℃）：log Pow=6.9

溶解性（20℃）：水 22.5μg/L, アセトン 877g/L, エタノール 98g/L, キシレン 856g/L,
ジクロロメタン 924g/L, 酢酸エチル 837g/L, トルエン 862g/L,
ヘキサン 667g/L, ヘプタン 621g/L, メタノール 49 g/L

安定性：熱；25℃～150℃の範囲で安定

加水分解性半減期（25℃）；>1年（pH5, pH7, pH9）

水中光分解性半減期（25℃）；4.7日（緩衝液），7.9日（自然水）

出典：農薬ハンドブック 2021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%（富士フイルム和光純薬製）

アセトン，アセトニトリル：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）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

PLS-2ミニカラム：InertSep PLS-2 500mg/6mL（ジーエルサイエンス製）

PSAミニカラム：Bond Elut PSA Jr 500 mg（アジレント・テクノロジー製）

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

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

ミキサー：GM-200（Retsch 製）

振とう機：EL-01（スギヤマゲン製）

減圧濃縮器：R-134 型（ビュッヒ製）

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）：XEVO TQ-Smicro

（waters 製）

データ処理ソフトウェア：MassLynx（waters 製）

4. 測定機器の操作条件

4-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム：ACQUITY UPLC BEH C18（waters 製）

径 2.1mm，長さ 100mm，粒径 1.7 μ m

溶離液：A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

[グラジエント テーブル]

時間(分)	流量(mL/分)	A 液 : B 液
Initial	0.20	15 : 85
6.0	0.20	15 : 85
8.0	0.20	5 : 95
10.0	0.20	5 : 95
12.0	0.20	15 : 85
15.0	0.20	15 : 85

カラム温度：40℃

注入量：1 μ L

ランタイム：15 分

保持時間：約 5.5 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（ES），正モード

脱溶媒ガス流量：1000L/Hr

脱溶媒ガス温度：500℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：14V

コリジョン電圧：12V

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 394.33

プロダクトイオン；m/z 359.19

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1000mg/L標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して20mg/L標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して0.0002, 0.0004, 0.0008, 0.004及び0.008mg/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、適当な大きさに切断し、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6-2. 抽出

磨砕均一化した試料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繊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2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

PLS-2ミニカラムとPSAミニカラムを接続し、アセトニトリル5mLを流下し前処理をした。残留物をアセトニトリル10mLで溶解しミニカラムに流下後、さらにアセトニトリル10mLで容器内を洗い込み流下した。全流出液を合わせ溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-4. 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 (μ L)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	0.2	5	1	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (mg/kg)
0.0002	0.2	5	1	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防高知の無処理試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg), 0.1mg/kg及び2.0mg/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以下に示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSDr (%)
日植防高知	2.0	98, 98, 98, 97, 96	97	1
	0.1	97, 96, 94, 93, 93	95	2
	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	水和剤
日植防茨城	処理前	<0.01	
	処理直後	0.94	1.39
	処理1日後	0.91	0.96
	処理3日後	1.16	1.33
	処理7日後	0.52	0.81
日植防高知	処理前	<0.01	
	処理直後	1.74	1.47
	処理1日後	1.29	1.68
	処理3日後	1.60	1.35
	処理7日後	0.60	0.72
日植防宮崎	処理前	<0.01	
	処理直後	1.18	1.60
	処理1日後	1.31	1.46
	処理3日後	0.77	1.13
	処理7日後	0.56	0.65

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の確認を行うごとに、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。

また2021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
2022/12/20	96	<0.01	日植防茨城	日植防茨城 日植防高知
2022/12/23	94	<0.01	日植防高知	日植防高知 日植防宮崎
2023/1/6	95	<0.01	日植防高知	保存安定性試料

11. 保存安定性の確認

磨砕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℃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	50 (2022/11/17 - 2023/1/6)	92, 89	91

実試料最長保存日数：日植防茨城 33日間，日植防高知 35日間，日植防宮崎 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. 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. 日植防茨城試料のクロマトグラム

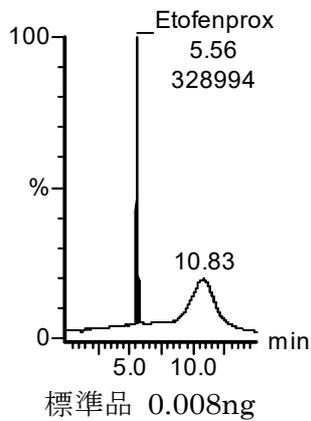
4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

4-3. 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

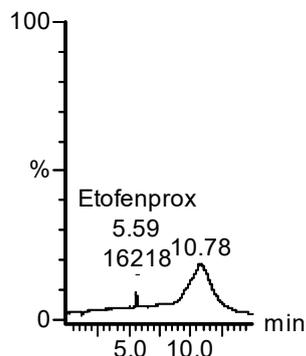
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(最終液量/注入量/試料量)
 (-/1 μ L/-)
 221006_06
 STD0.008ng



標準品 0.008ng

(-/1 μ L/-)
 221006_22
 STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
 (定量限界相当量)

(5mL/1 μ L/-)
 221006_08
 42T

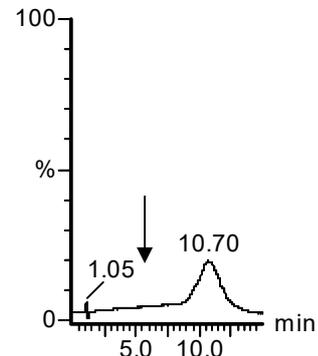
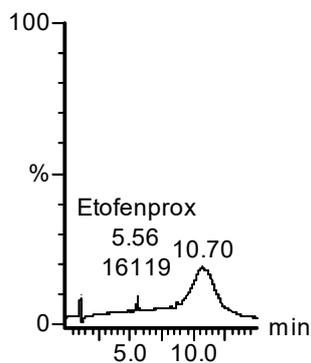


図1. エトフェンプロックス標準品のクロマトグラム

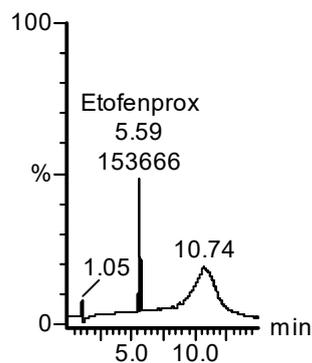
図2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)
 221006_10
 42S-1



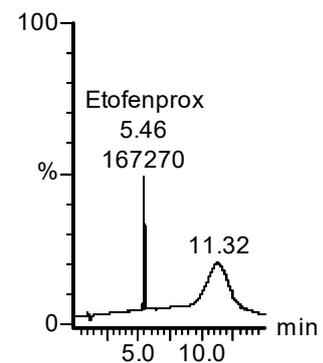
0.01mg/kg 添加回収
 (定量限界相当)

(5mL/1 μ L/0.2g)
 221006_17
 42L0.1-1



0.1mg/kg 添加回収

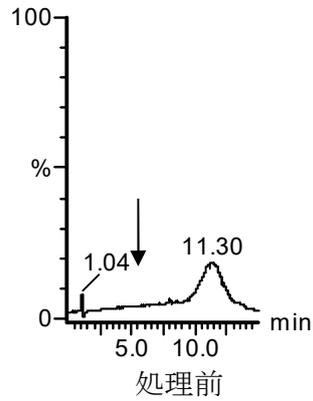
(100mL/1 μ L/0.2g)
 230105_07
 42L2-1*20



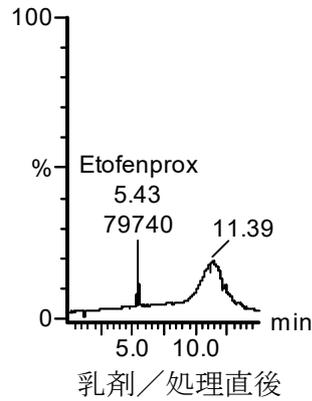
2mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

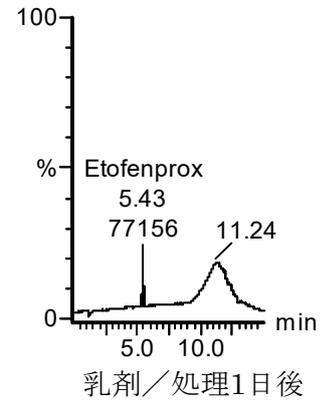
(5mL/1 μ L/0.2g)
221222_08
IBU-ETO-B



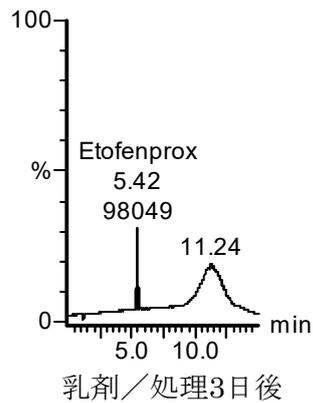
(100mL/1 μ L/0.2g)
221222_10
IBU-ETO-E0*20



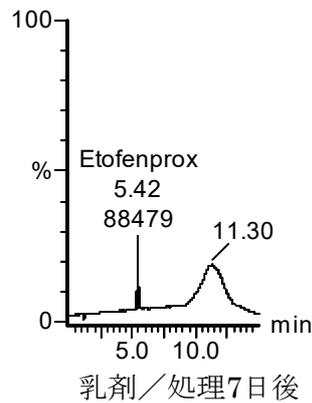
(100mL/1 μ L/0.2g)
221222_11
IBU-ETO-E1*20



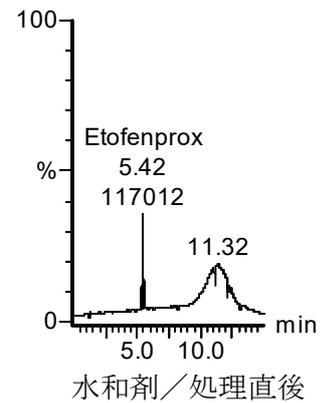
(100mL/1 μ L/0.2g)
221222_12
IBU-ETO-E3*20



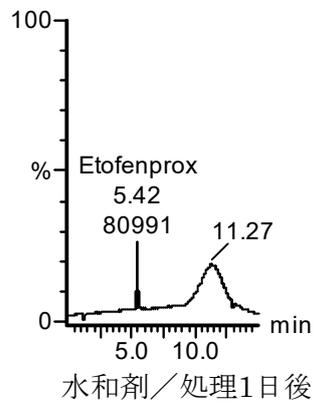
(50mL/1 μ L/0.2g)
221222_13
IBU-ETO-E7*10



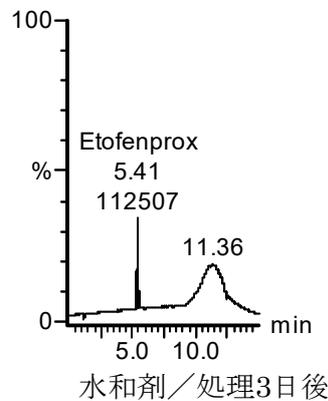
(100mL/1 μ L/0.2g)
221222_15
IBU-ETO-W0*20



(100mL/1 μ L/0.2g)
221222_16
IBU-ETO-W1*20



(100mL/1 μ L/0.2g)
221222_17
IBU-ETO-W3*20



(50mL/1 μ L/0.2g)
221222_18
IBU-ETO-W7*10

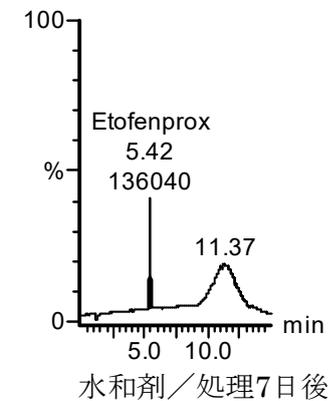
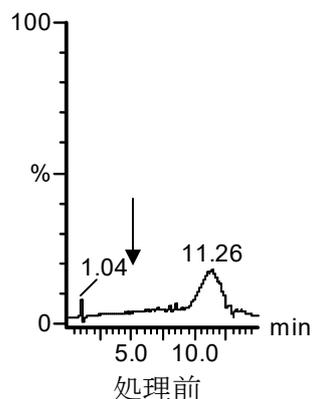
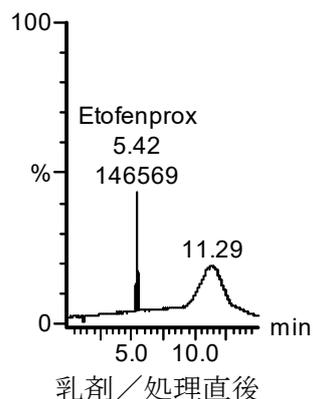


図4-1. 日植防茨城試料のクロマトグラム

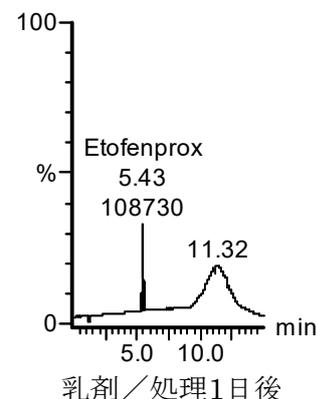
(5mL/1μL/0.2g)
221226_08
KBU-ETO-B



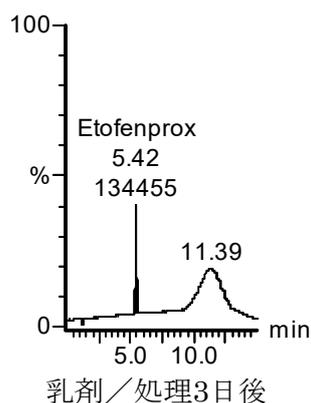
(100mL/1μL/0.2g)
221222_20
KBU-ETO-E0*20



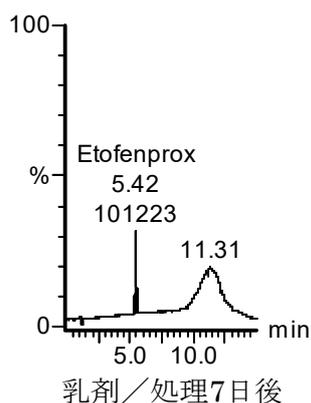
(100mL/1μL/0.2g)
221222_21
KBU-ETO-E1*20



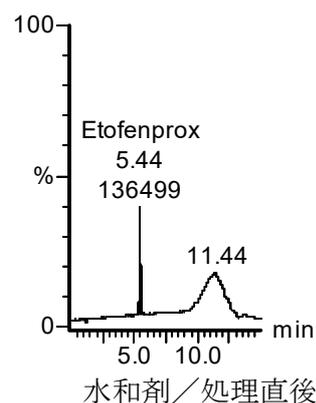
(100mL/1μL/0.2g)
221222_22
KBU-ETO-E3*20



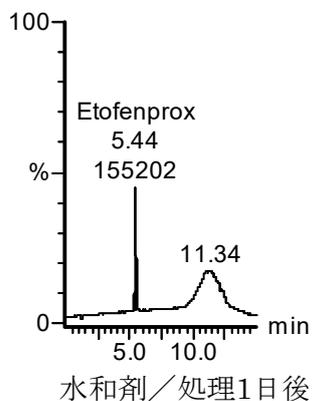
(50mL/1μL/0.2g)
221222_23
KBU-ETO-E7*10



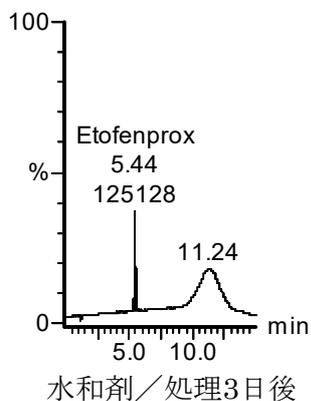
(100mL/1μL/0.2g)
221226_12
KBU-ETO-W0*20



(100mL/1μL/0.2g)
221226_13
KBU-ETO-W1*20



(100mL/1μL/0.2g)
221226_14
KBU-ETO-W3*20



(50mL/1μL/0.2g)
221226_15
KBU-ETO-W7*10

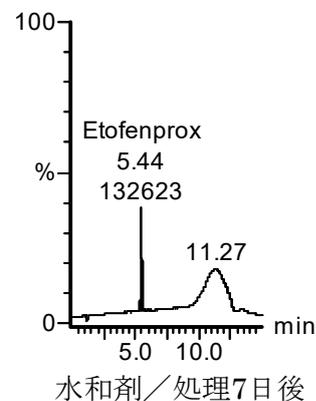
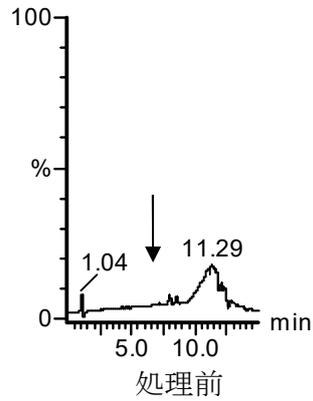
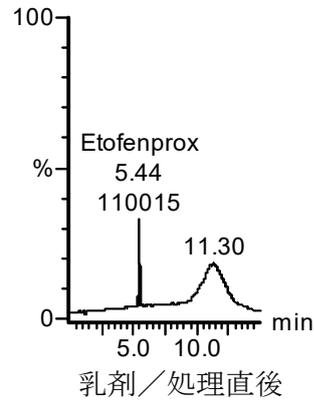


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

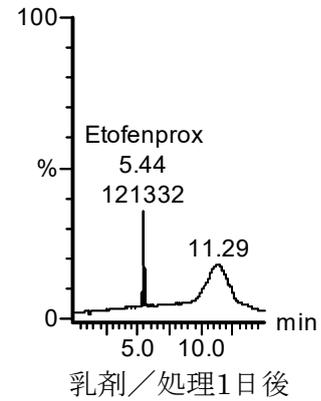
(5mL/1 μ L/0.2g)
221226_09
MBU-ETO-B



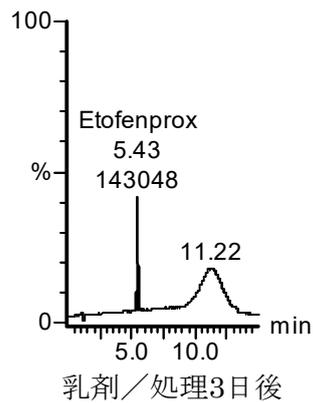
(100mL/1 μ L/0.2g)
221226_17
MBU-ETO-E0*20



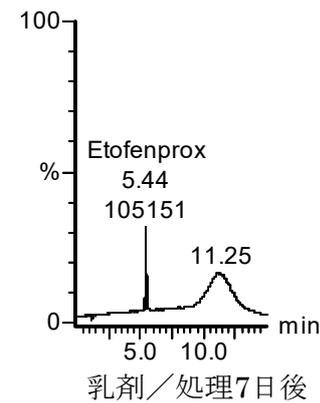
(100mL/1 μ L/0.2g)
221226_18
MBU-ETO-E1*20



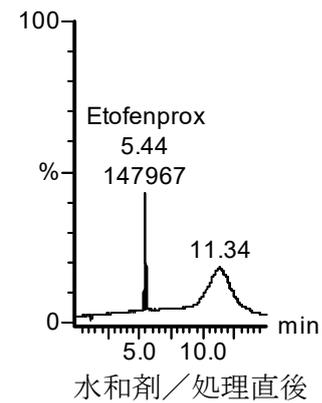
(50mL/1 μ L/0.2g)
221226_19
MBU-ETO-E3*10



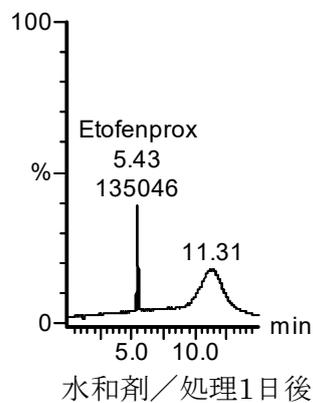
(50mL/1 μ L/0.2g)
221226_20
MBU-ETO-E7*10



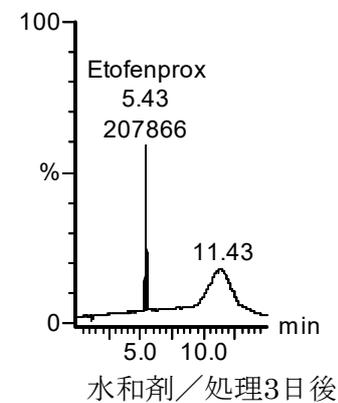
(100mL/1 μ L/0.2g)
221226_22
MBU-ETO-W0*20



(100mL/1 μ L/0.2g)
221226_23
MBU-ETO-W1*20



(50mL/1 μ L/0.2g)
221226_24
MBU-ETO-W3*10



(50mL/1 μ L/0.2g)
221226_25
MBU-ETO-W7*10

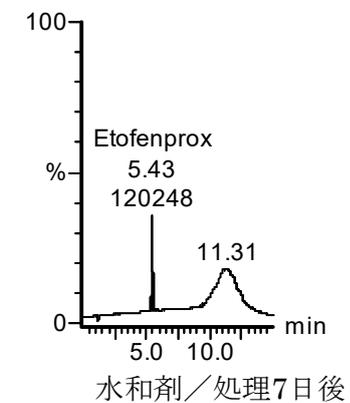
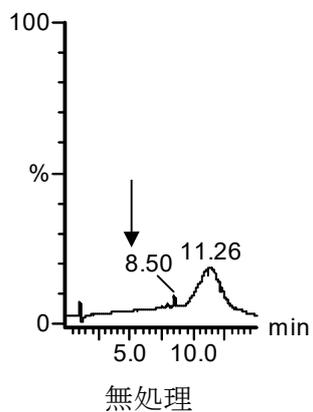


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)
230106_08
42Q-1



(5mL/1 μ L/0.2g)
230106_09
42QR-7

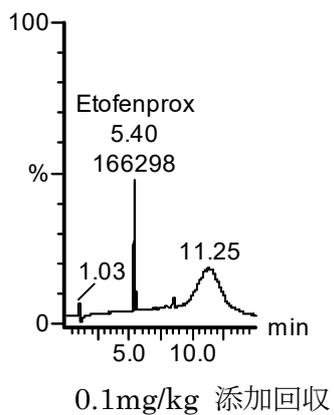


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

(50mL/1 μ L/0.2g)
230106_15
42ETO H-1*10

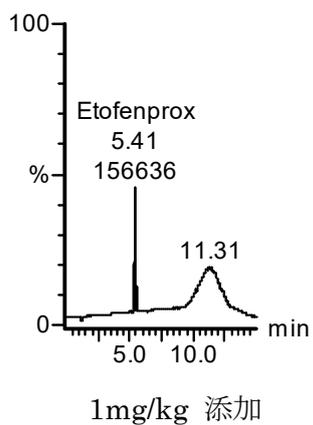


図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(d) 作物写真

1-1. ミクロブタニル



茨城 処理前



茨城 乳剤／処理直後



茨城 水和剤／処理直後



茨城 乳剤／処理1日後



茨城 水和剤／処理1日後



茨城 乳剤／処理3日後



茨城 水和剤／処理3日後



茨城 乳剤／処理7日後



茨城 水和剤／処理7日後



高知 処理前



高知 乳剤／処理直後



高知 水和剤／処理直後



高知 乳剤／処理1日後



高知 水和剤／処理1日後



高知 乳剤／処理3日後



高知 水和剤／処理3日後



高知 乳剤／処理7日後



高知 水和剤／処理7日後



宮崎 処理前



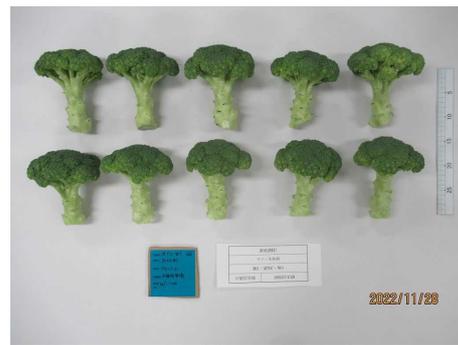
宮崎 乳剤／処理直後



宮崎 水和剤／処理直後



宮崎 乳剤／処理1日後



宮崎 水和剤／処理1日後



宮崎 乳剤／処理3日後



宮崎 水和剤／処理3日後



宮崎 乳剤／処理7日後



宮崎 水和剤／処理7日後

1-2. トルフェンピラド



茨城 処理前



茨城 乳剤／処理直後



茨城 フロアブル／処理直後



茨城 乳剤／処理1日後



茨城 フロアブル／処理1日後



茨城 乳剤／処理3日後



茨城 フロアブル／処理3日後



茨城 乳剤／処理7日後



茨城 フロアブル／処理7日後



高知 処理前



高知 乳剤／処理直後



高知 フロアブル／処理直後



高知 乳剤／処理1日後



高知 フロアブル／処理1日後



高知 乳剤／処理3日後



高知 フロアブル／処理3日後



高知 乳剤／処理7日後



高知 フロアブル／処理7日後



宮崎 処理前



宮崎 乳剤／処理直後



宮崎 フロアブル／処理直後



宮崎 乳剤／処理1日後



宮崎 フロアブル／処理1日後



宮崎 乳剤／処理3日後



宮崎 フロアブル／処理3日後



宮崎 乳剤／処理7日後



宮崎 フロアブル／処理7日後

1-3. エトフェンプロックス



茨城 処理前



茨城 乳剤／処理直後



茨城 水和剤／処理直後



茨城 乳剤／処理1日後



茨城 水和剤／処理1日後



茨城 乳剤／処理3日後



茨城 水和剤／処理3日後



茨城 乳剤／処理7日後



茨城 水和剤／処理7日後



高知 処理前



高知 乳剤／処理直後



高知 水和剤／処理直後



高知 乳剤／処理1日後



高知 水和剤／処理1日後



高知 乳剤／処理3日後



高知 水和剤／処理3日後



高知 乳剤／処理7日後



高知 水和剤／処理7日後



宮崎 処理前



宮崎 乳剤／処理直後



宮崎 水和剤／処理直後



宮崎 乳剤／処理1日後



宮崎 水和剤／処理1日後



宮崎 乳剤／処理3日後



宮崎 水和剤／処理3日後



宮崎 乳剤／処理7日後



宮崎 水和剤／処理7日後

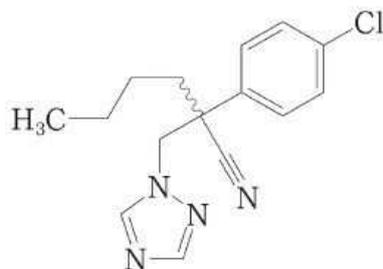
(2) さやいんげん

(a) 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：白色，針状結晶，芳香臭

融点：71.7℃

蒸気圧 (25℃)：1.72×10⁻⁶Pa

オクタノール／水分配係数 (22℃)：log Pow = 1.98

溶解性 (22℃)：水 142mg/L

メタノール >1000g/L, アセトン >1000g/L, ジクロロメタン >1000g/L,
酢酸エチル >1000g/L, ヘキサン 1.22g/L, キシレン 197.8g/L

安定性：熱；150℃まで安定

加水分解性半減期；加水分解を受けない

水中光分解性半減期 (31℃)；591時間 (自然水)

その他；酸，アルカリで安定 (pH5, pH 7, pH 9)

出典：農薬ハンドブック 2021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，アセトニトリル：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)

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用 (関東化学製)

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

PLS-2ミニカラム：InertSep PLS-2 500mg/6mL (ジーエルサイエンス製)

PSAミニカラム : Bond Elut PSA Jr 500 mg (アジレント・テクノロジー製)

濾紙 : No.5A (桐山製作所製)

ガラス繊維濾紙 : GFP (桐山製作所製)

3. 装置及び機器

電子天秤 : XSR205, XS4002S (メラー・トレッド製), S-BOX WP (イシダ製)

ミキサー : GM-200 (Retsch 製)

振とう機 : EL-01 (スギヤマゲン製)

減圧濃縮器 : R-300 (ビュッヒ製)

液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

XEVO TQ-S micro (waters 製)

データ処理ソフトウェア : MassLynx (waters 製)

4. 測定機器の操作条件

4-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム : ACQUITY UPLC BEH C18 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.7 μ m

溶離液 : A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

[グラジエント テーブル]

時間(分)	流量(mL/分)	A 液 : B 液
Initial	0.20	15 : 85
6.0	0.20	15 : 85
8.0	0.20	5 : 95
10.0	0.20	5 : 95
12.0	0.20	15 : 85
15.0	0.20	15 : 85

カラム温度 : 40°C

注入量 : 1 μ L

ランタイム : 15 分

保持時間 : 約 1.5 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 (ES)，正モード

脱溶媒ガス流量：1000L/Hr

脱溶媒ガス温度：500℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：32V

コリジョン電圧：28V

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 289.16

プロダクトイオン；m/z 125.02

5. 検量線の作成

マイ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20mg/L標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して0.0002，0.0004，0.0008，0.004及び0.008mg/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マイ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、適当な大きさに切断し、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6-2. 抽出

磨砕均一化した試料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繊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2mL (試料0.2g相当量) をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

PLS-2ミニカラムとPSAミニカラムを接続し、アセトニトリル5mLを流下し前処理をした。残留物をアセトニトリル10mLで溶解しミニカラムに流下後、さらにアセトニトリル10mLで容器内を洗い込み流下した。全流出液を合わせ溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-4. 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、検量線よりマイ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 (μ L)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	0.2	5	1	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (mg/kg)
0.0002	0.2	5	1	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) , 0.1mg/kg及び2.0mg/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	2.0	102, 102, 101, 101, 99	101	1
	0.1	96, 93, 93, 92, 90	93	2
	0.01	100, 100, 100, 100, 100	100	0

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	処理前	<0.01	
	処理直後	0.87	0.75
	処理1日後	0.81	0.66
	処理3日後	0.60	0.61
	処理7日後	0.32	0.29
日植防高知	処理前	<0.01	
	処理直後	0.58	0.72
	処理1日後	0.45	0.59
	処理3日後	0.40	0.43
	処理7日後	0.32	0.28
日植防宮崎	処理前	<0.01	
	処理直後	1.01	0.94
	処理1日後	0.85	0.88
	処理3日後	0.57	0.56
	処理7日後	0.29	0.33

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の確認を行うごとに、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。

また2021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
2022/10/17	92	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/10/21	90	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/10/25	94	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/10/27	90	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/12/2	94	<0.01	日植防高知 日植防宮崎	日植防高知 日植防宮崎
2022/12/5	95	<0.01	日植防茨城	日植防宮崎
2022/12/6	95	<0.01	日植防茨城	日植防宮崎
2022/12/9	96	<0.01	日植防茨城	日植防高知
2022/12/13	90	<0.01	日植防茨城	日植防高知 日植防宮崎
2022/12/19	90	<0.01	日植防茨城	日植防高知
2023/1/6	92	<0.01	日植防茨城	保存安定性試料

11. 保存安定性の確認

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

添加濃度(mg/kg)	保存期間 (日)	回収率(%)	平均回収率(%)
1.0	84 (2022/10/14 - 2023/1/6)	95, 95	95

実試料最長保存日数：日植防茨城 3日間，日植防高知 5日間，日植防宮崎 3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. 日植防茨城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

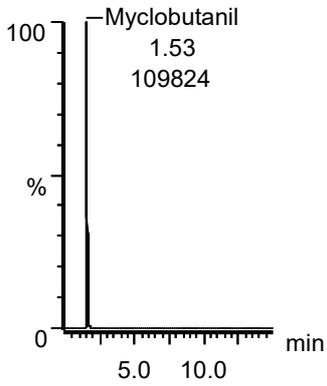
4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

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

(最終液量/注入量/試料量)
(-/1 μ L/-)

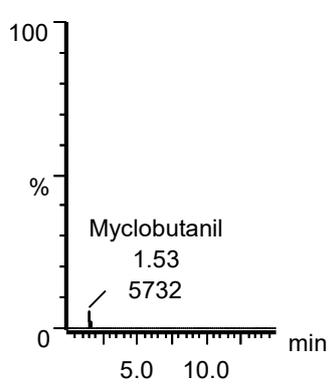
221027_06
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(-/1 μ L/-)

221027_18
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当量)

(5mL/1 μ L/-)

220621_08
41T

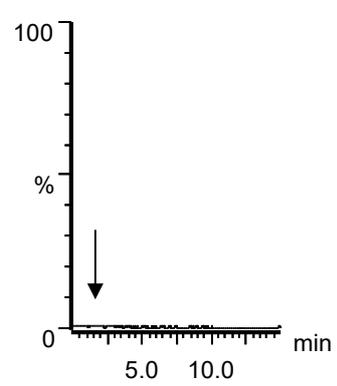
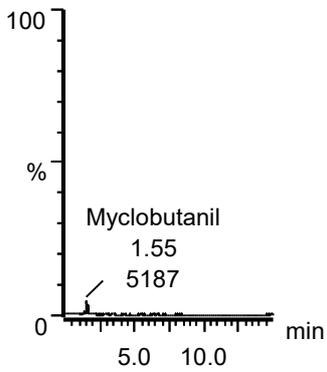


図1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

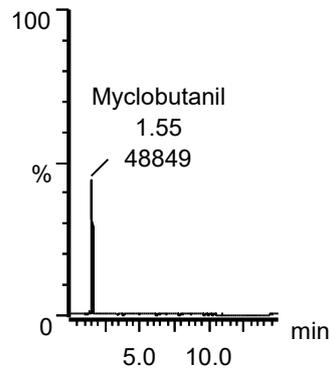
220621_10
41S-1



0.01mg/kg 添加回収
(定量限界相当)

(5mL/1 μ L/0.2g)

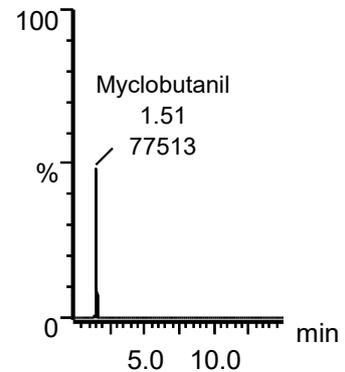
220622_08
41L0.1-2



0.1mg/kg 添加回収

(100mL/1 μ L/0.2g)

230105_17
41MYC_TOL L2-1*20



2mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

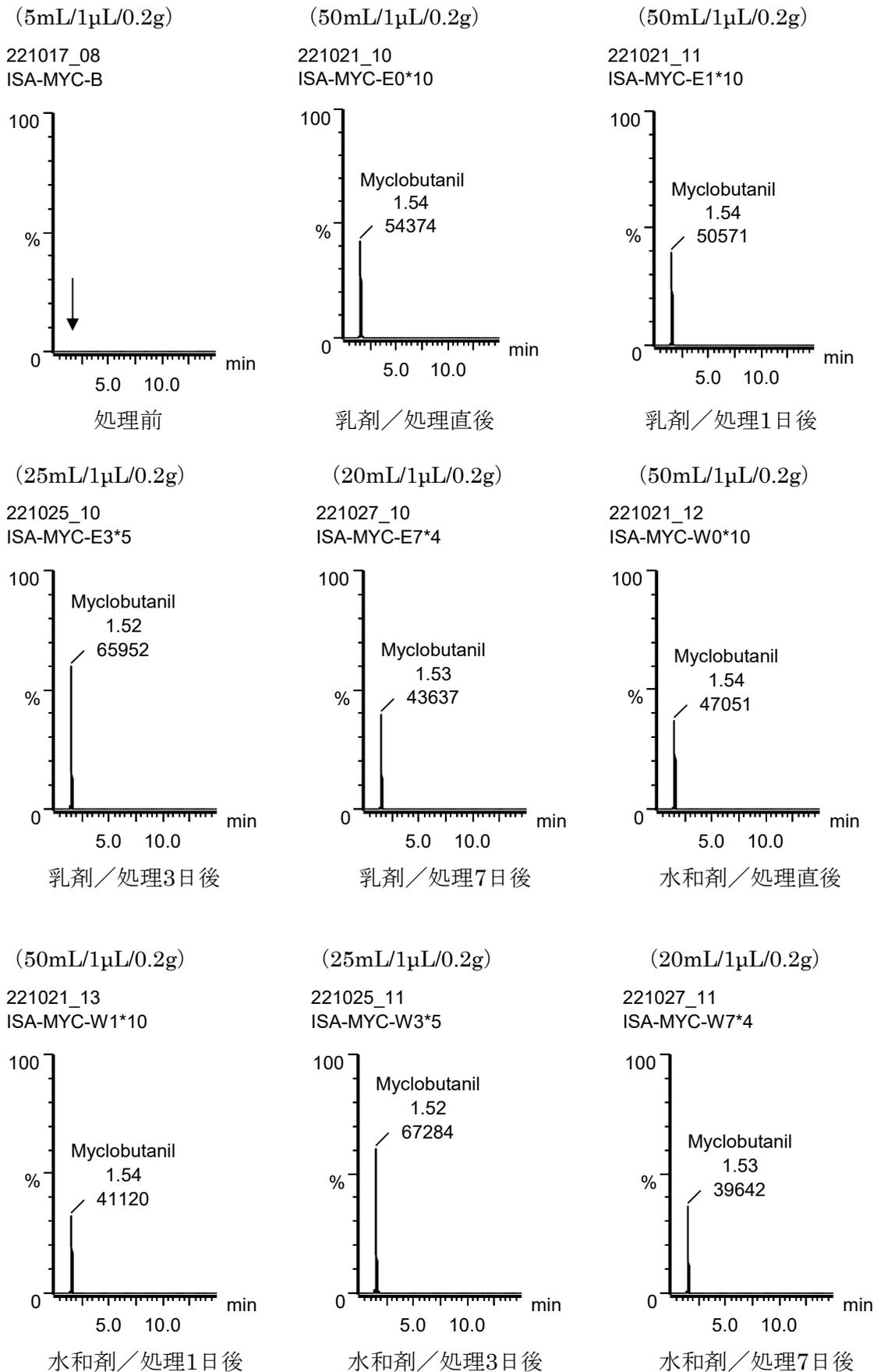


図4-1. 日植防茨城試料のクロマトグラム

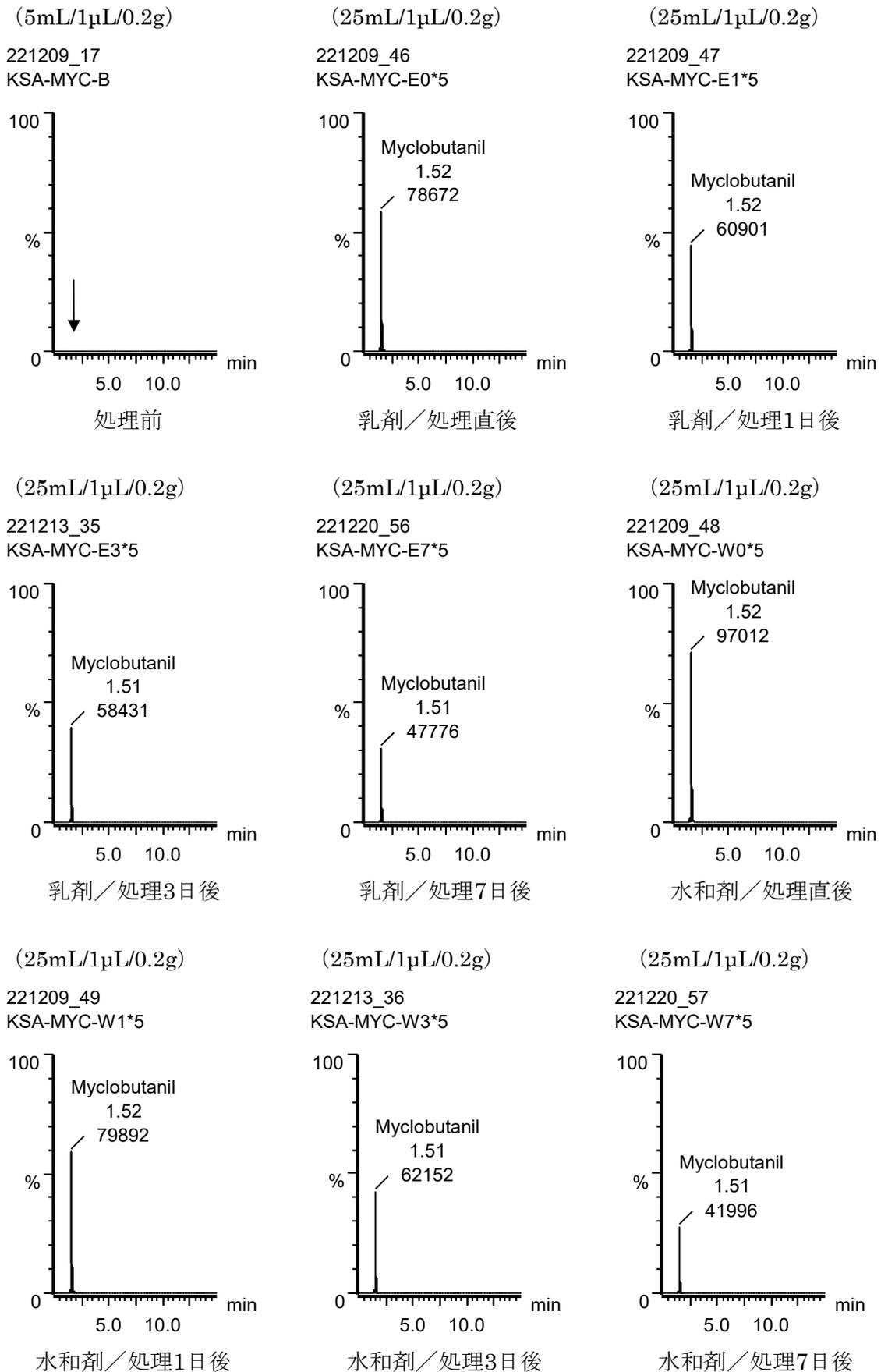


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

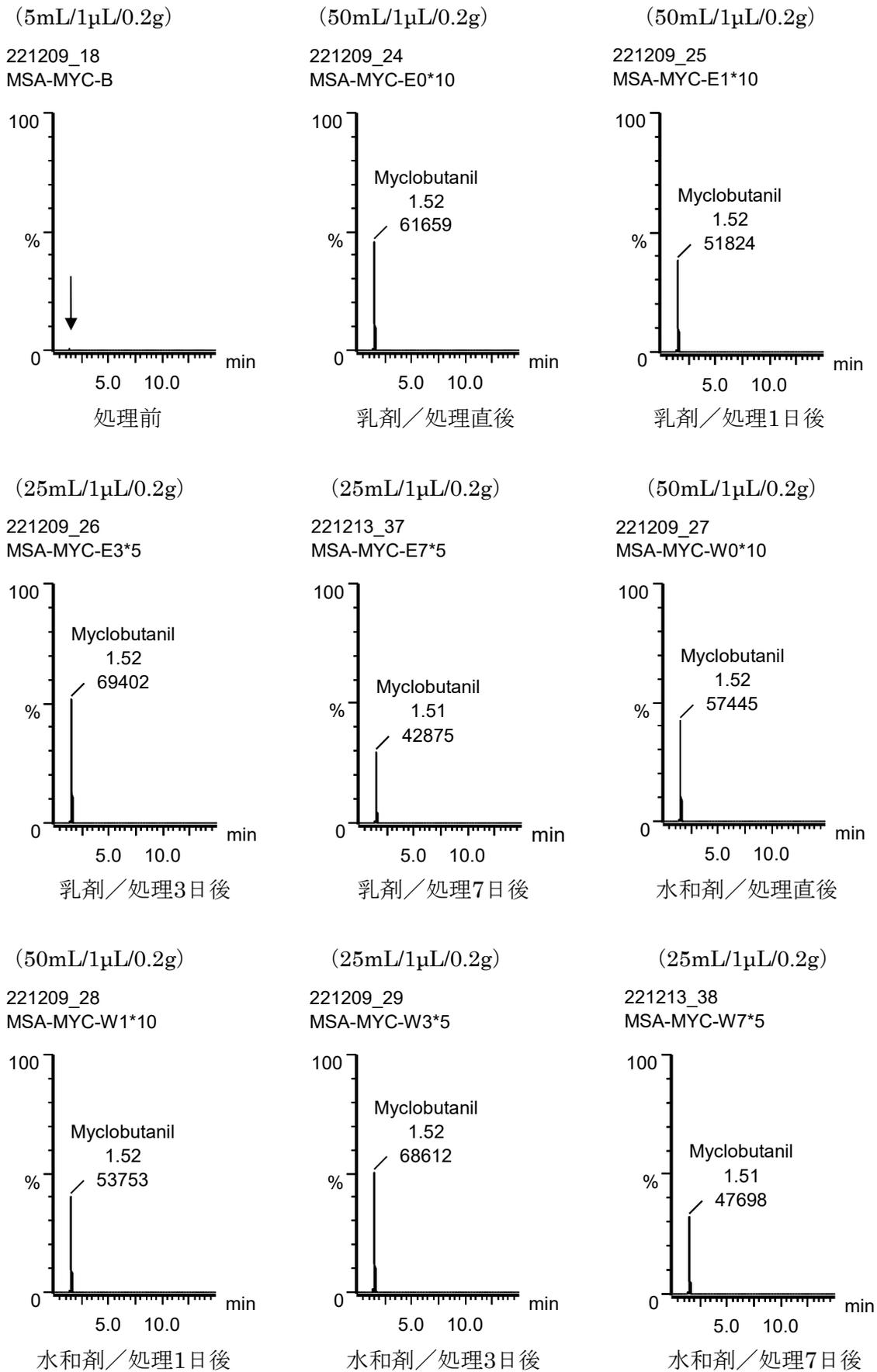


図4-3. 日植防宮崎のクロマトグラム

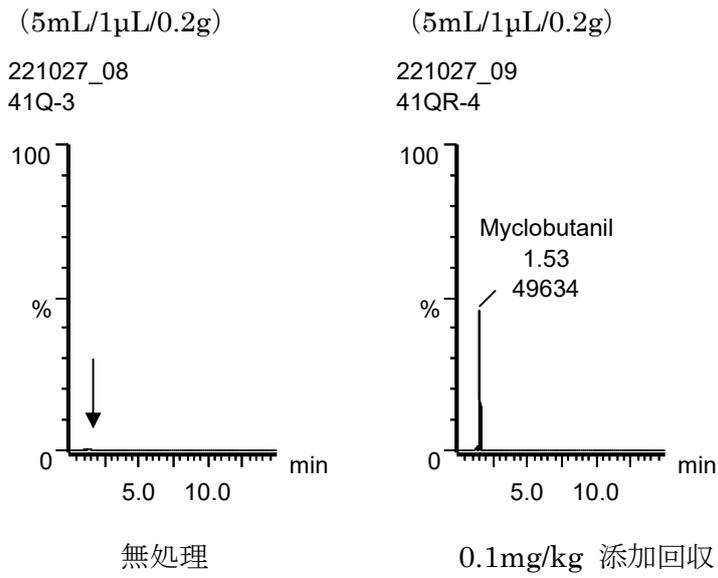


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

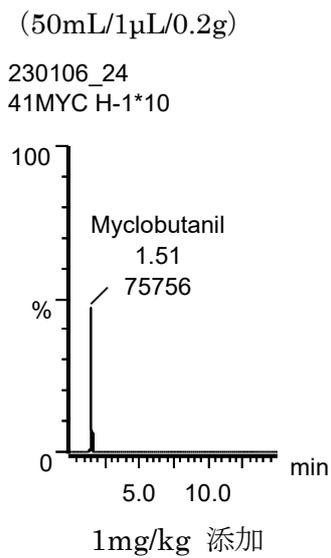


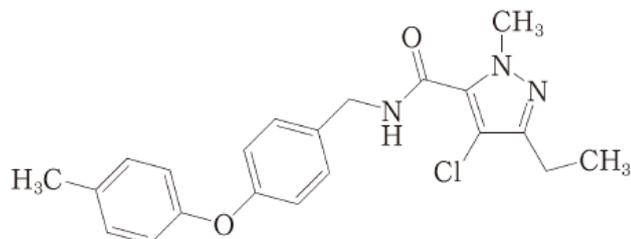
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(b) 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*-tolylloxy)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℃

蒸気圧（20℃）：5×10⁻⁷ Pa

オクタノール／水分配係数（25℃）：log Pow=5.61

溶解性（20℃）：水 0.087 mg/L，ヘキサン 7.41 g/L，トルエン 366 g/L，アセトン 368g/L
メタノール 59.6 /L，ジクロロメタン >500 g/L，酢酸エチル 339 g/L

安定性：熱；安定

加水分解性半減期（25℃）；>1年（pH4，pH7，pH9）

水中光分解性半減期（25℃）；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 2021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，アセトニトリル：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）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

PLS-2ミニカラム：InertSep PLS-2 500mg/6mL（ジーエルサイエンス製）

PSAミニカラム：Bond Elut PSA Jr 500 mg（アジレント・テクノロジー製）

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

電子天秤: XSR205, XS4002S (メラー・トロード製), S-BOX WP (インダ製)

ミキサー: GM-200 (Retsch 製)

振とう機: EL-01 (スギヤマゲン製)

減圧濃縮器: R-300 (ビュッヒ製)

液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

XEVO TQ-S micro (waters 製)

データ処理ソフトウェア: MassLynx (waters 製)

4. 測定機器の操作条件

4-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム: ACQUITY UPLC BEH C18 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.7 μ m

溶離液: A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

[グラジエント テーブル]

時間(分)	流量(mL/分)	A 液 : B 液
Initial	0.20	15 : 85
6.0	0.20	15 : 85
8.0	0.20	5 : 95
10.0	0.20	5 : 95
12.0	0.20	15 : 85
15.0	0.20	15 : 85

カラム温度: 40°C

注入量: 1 μ L

ランタイム: 15 分

保持時間: 約 2.4 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 (ES)，正モード

脱溶媒ガス流量：1000L/Hr

脱溶媒ガス温度：500℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：14V

コリジョン電圧：26V

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 384.23

プロダクトイオン；m/z 197.08

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20mg/L標準溶液を調製し，さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して0.0002，0.0004，0.0008，0.004及び0.008mg/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，適当な大きさに切断し，ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6-2. 抽出

磨砕均一化した試料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繊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2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り，適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し，最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

PLS-2ミニカラムとPSAミニカラムを接続し，アセトニトリル5mLを流下し前処理をした。残留物をアセトニトリル10mLで溶解しミニカラムに流下後，さらにアセトニトリル10mLで容器内を洗い込み流下した。全流出液を合わせ溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し，最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-4. 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 (μ L)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	0.2	5	1	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (mg/kg)
0.0002	0.2	5	1	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)、0.1mg/kg及び2.0mg/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	2.0	99, 98, 98, 98, 97	98	1
	0.1	102, 99, 98, 98, 95	98	3
	0.01	110, 110, 110, 100, 100	106	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	フロアブル
日植防茨城	処理前	<0.01	
	処理直後	1.48	1.81
	処理1日後	1.44	1.69
	処理3日後	1.00	1.32
	処理7日後	0.53	0.64
	処理前	<0.01	
日植防高知	処理直後	1.14	1.58
	処理1日後	0.99	1.25
	処理3日後	0.88	1.29
	処理7日後	0.64	0.76
	処理前	<0.01	
	日植防宮崎	処理直後	1.51
処理1日後		1.45	1.38
処理3日後		0.96	0.91
処理7日後		0.60	0.68
処理前		<0.01	
処理直後		1.51	1.41

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の確認を行うごとに、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（クォ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。

また2021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
2022/10/17	99	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/10/21	95	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/10/25	97	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/10/27	94	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/12/2	102	<0.01	日植防高知	日植防高知

			日植防宮崎	日植防宮崎
2022/12/5	99	<0.01	日植防茨城	日植防宮崎
2022/12/6	99	<0.01	日植防茨城	日植防宮崎
2022/12/9	103	<0.01	日植防茨城	日植防高知
2022/12/13	96	<0.01	日植防茨城	日植防高知 日植防宮崎
2022/12/19	95	<0.01	日植防茨城	日植防高知
2023/1/6	96	<0.01	日植防茨城	保存安定性試料

11. 保存安定性の確認

磨砕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℃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	84 (2022/10/14 - 2023/1/6)	98, 95	97

実試料最長保存日数：日植防茨城 3日間，日植防高知 5日間，日植防宮崎 3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. 日植防茨城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. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

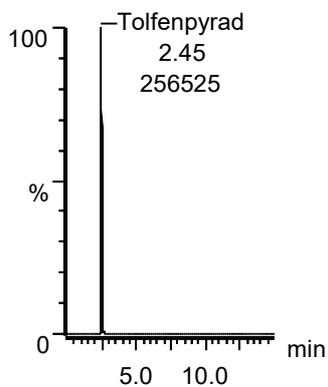
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(最終液量/注入量/試料量)

(-/1 μ L/-)

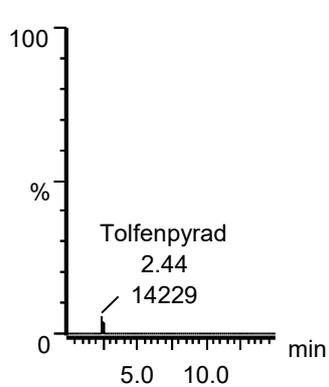
221027_06
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(-/1 μ L/-)

221027_18
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当量)

(5mL/1 μ L/-)

220621_08
41T

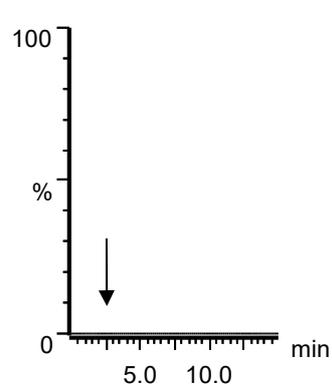
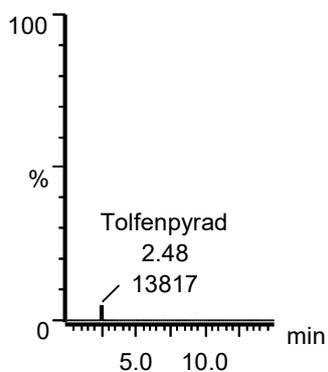


図1. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

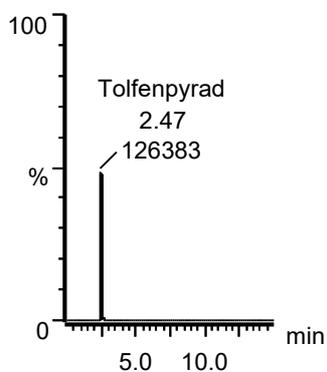
220621_13
41S-2



0.01mg/kg 添加回収
(定量限界相当)

(5mL/1 μ L/0.2g)

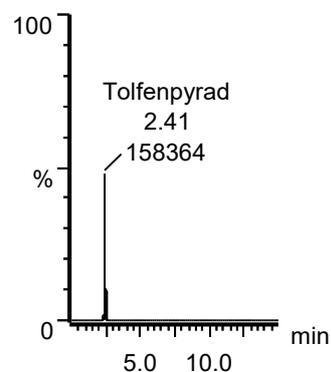
220622_09
41L0.1-3



0.1mg/kg 添加回収

(100mL/1 μ L/0.2g)

230105_17
41MYC_TOL L2-1*20



2mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

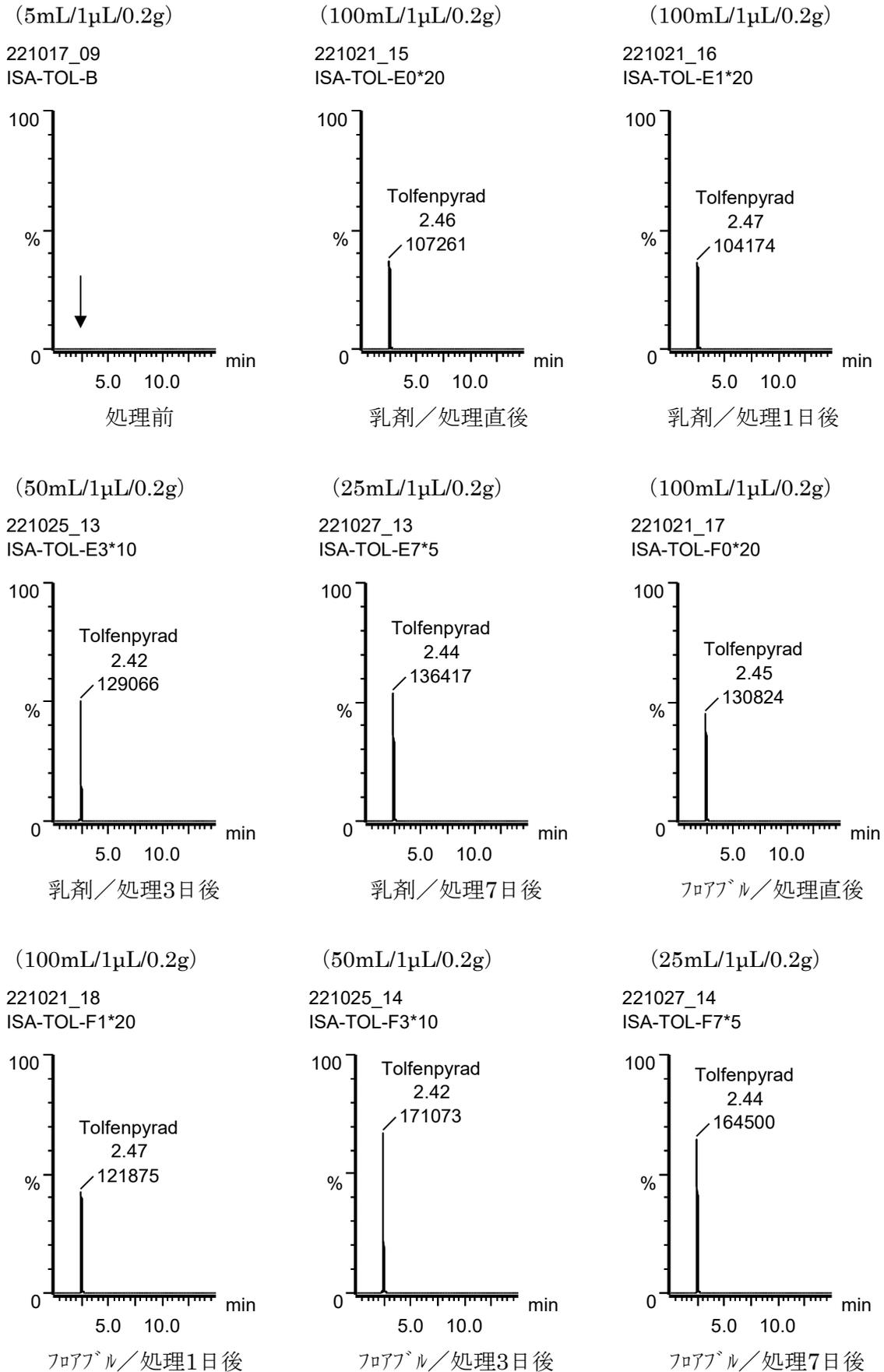


図4-1. 日植防茨城試料のクロマトグラム

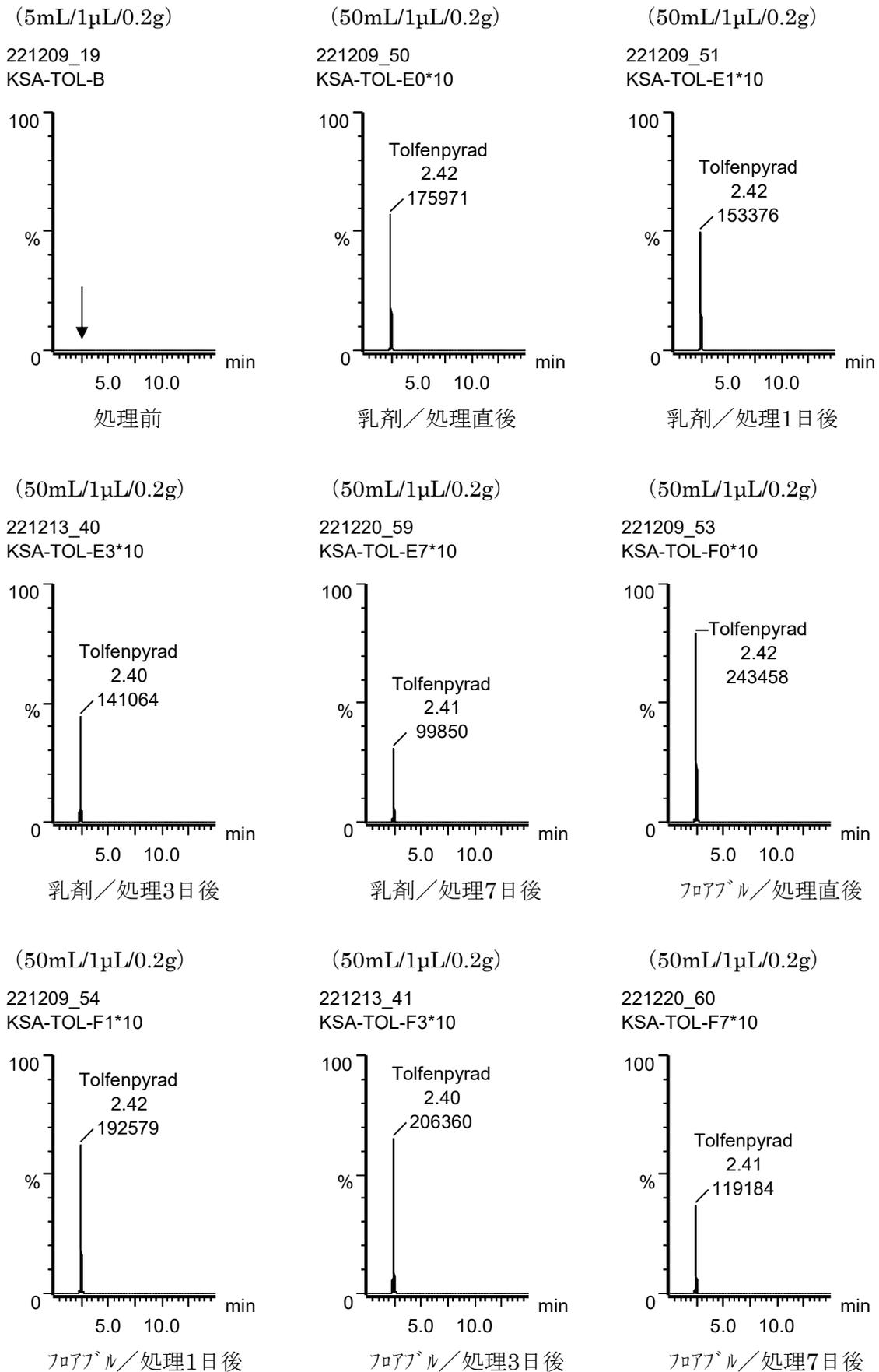
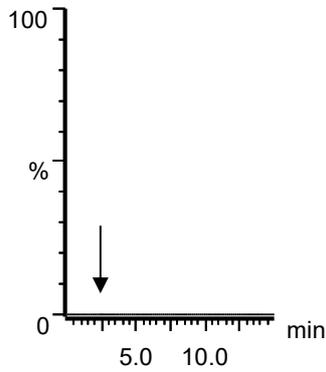


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

(5mL/1μL/0.2g)

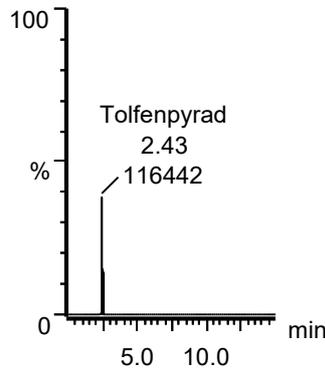
221209_20
MSA-TOL-B



処理前

(100mL/1μL/0.2g)

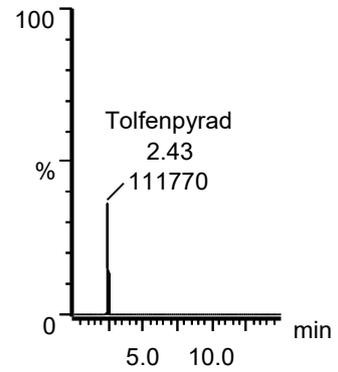
221209_32
MSA-TOL-E0*20



乳剤／処理直後

(100mL/1μL/0.2g)

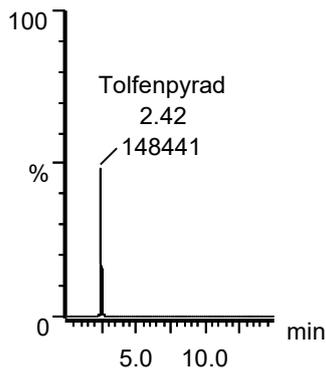
221209_33
MSA-TOL-E1*20



乳剤／処理1日後

(50mL/1μL/0.2g)

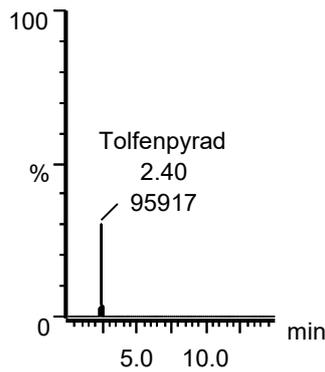
221209_34
MSA-TOL-E3*10



乳剤／処理3日後

(50mL/1μL/0.2g)

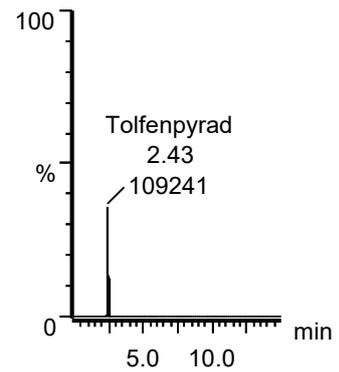
221213_42
MSA-TOL-E7*10



乳剤／処理7日後

(100mL/1μL/0.2g)

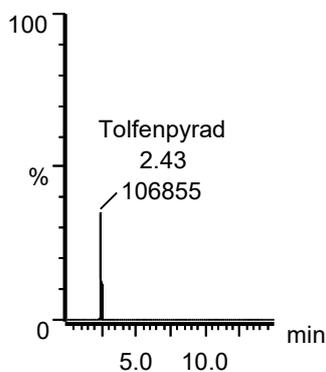
221209_35
MSA-TOL-F0*20



フロアブル／処理直後

(100mL/1μL/0.2g)

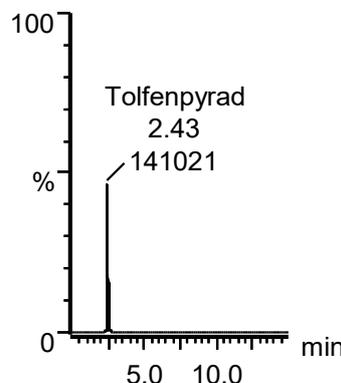
221209_36
MSA-TOL-F1*20



フロアブル／処理1日後

(50mL/1μL/0.2g)

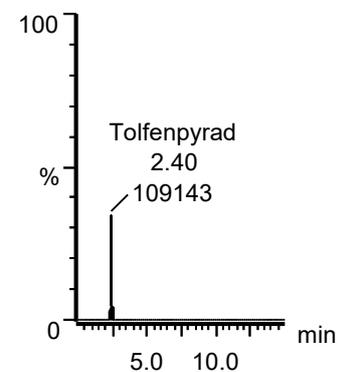
221209_37
MSA-TOL-F3*10



フロアブル／処理3日後

(50mL/1μL/0.2g)

221213_43
MSA-TOL-F7*10



フロアブル／処理7日後

図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

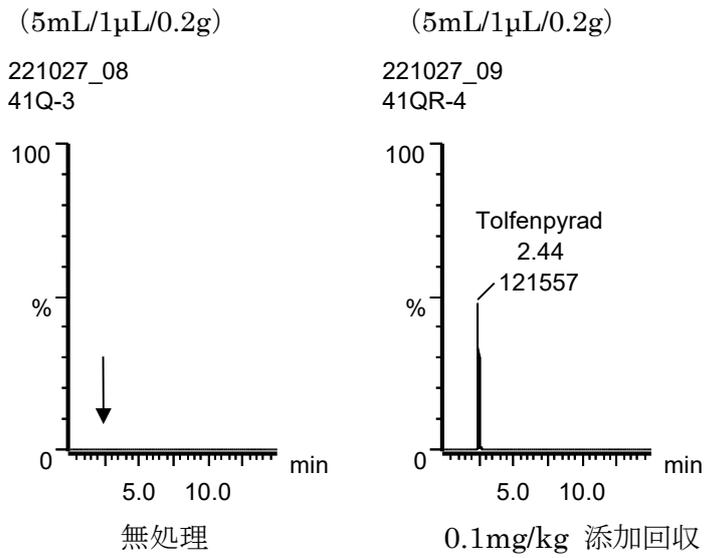


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

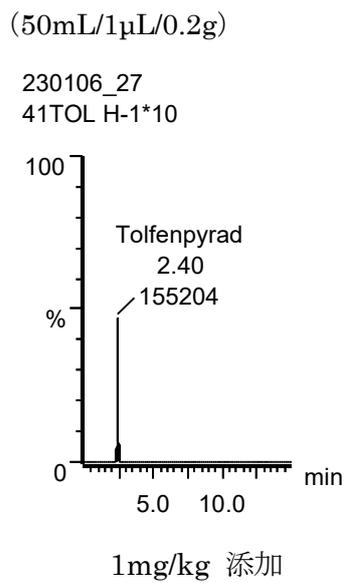


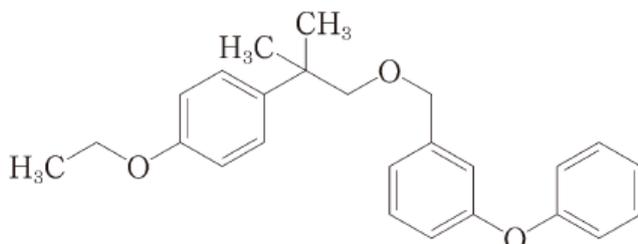
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(c) 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，僅かに芳香臭あり

融点：37.4±0.1℃

蒸気圧（25℃換算）：8.13×10⁻⁷ Pa

オクタノール／水分配係数（20℃）：log Pow=6.9

溶解性（20℃）：水 22.5µg/L, アセトン 877g/L, エタノール 98g/L, キシレン 856g/L,
ジクロロメタン 924g/L, 酢酸エチル 837g/L, トルエン 862g/L,
ヘキサン 667g/L, ヘプタン 621g/L, メタノール 49 g/L

安定性：熱；25℃～150℃の範囲で安定

加水分解性半減期（25℃）；>1年（pH5, pH7, pH9）

水中光分解性半減期（25℃）；4.7日（緩衝液），7.9日（自然水）

出典：農薬ハンドブック 2021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，アセトニトリル：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）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

PLS-2ミニカラム：InertSep PLS-2 500mg/6mL（ジーエルサイエンス製）

PSAミニカラム：Bond Elut PSA Jr 500 mg（アジレント・テクノロジー製）

濾紙：No.5A（桐山製作所製）
ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

電子天秤：XSR205, XS4002S（メラー・トレド製）, S-BOX WP（イシダ製）
ミキサー：GM-200（Retsch 製）
振とう機：EL-01（スギヤマゲン製）
減圧濃縮器：R-300（ビュッヒ製）
液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）：
XEVO-TQSmicro（waters 製）
データ処理ソフトウェア：MassLynx（waters 製）

4. 測定機器の操作条件

4-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム：ACQUITY UPLC BEH C18（waters 製）

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.7 μ m

溶離液：A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

[グラジエント テーブル]

時間(分)	流量(mL/分)	A 液 : B 液
Initial	0.20	15 : 85
6.0	0.20	15 : 85
8.0	0.20	5 : 95
10.0	0.20	5 : 95
12.0	0.20	15 : 85
15.0	0.20	15 : 85

カラム温度：40°C

注入量：1 μ L

ランタイム：15 分

保持時間：約 5.5 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 (ES)，正モード

脱溶媒ガス流量：1000L/Hr

脱溶媒ガス温度：500℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：14V

コリジョン電圧：12V

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 394.33

プロダクトイオン；m/z 359.19

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1000mg/L標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して20mg/L標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して0.0002, 0.0004, 0.0008, 0.004及び0.008mg/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、適当な大きさに切断し、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6-2. 抽出

磨砕均一化した試料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繊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2mL (試料0.2g相当量) をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

PLS-2ミニカラムとPSAミニカラムを接続し、アセトニトリル5mLを流下し前処理をした。残留物をアセトニトリル10mLで溶解しミニカラムに流下後、さらにアセトニトリル10mLで容器内を洗い込み流下した。全流出液を合わせ溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-4. 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 (μ L)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	0.2	5	1	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (mg/kg)
0.0002	0.2	5	1	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), 0.1mg/kg及び4mg/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	4	101, 101, 101, 99, 99	100	1
	0.1	102, 100, 100, 99, 9	99	3
	0.01	110, 100, 100, 100, 10	102	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	処理前	<0.01	
	処理直後	1.23	1.25
	処理1日後	1.12	1.33
	処理3日後	1.08	0.98
	処理7日後	0.52	0.46
日植防高知	処理前	<0.01	
	処理直後	1.21	1.12
	処理1日後	0.97	0.84
	処理3日後	0.87	0.83
	処理7日後	0.71	0.71
日植防宮崎	処理前	<0.01	
	処理直後	2.14	1.44
	処理1日後	1.80	1.41
	処理3日後	1.29	0.99
	処理7日後	0.93	0.74

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の確認を行うごとに、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。

また2021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
2022/10/17	109	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/10/21	108	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/10/25	98	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/10/27	94	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/12/2	103	<0.01	日植防高知	日植防高知

			日植防宮崎	日植防宮崎
2022/12/5	98	<0.01	日植防茨城	日植防宮崎
2022/12/6	100	<0.01	日植防茨城	日植防宮崎
2022/12/9	100	<0.01	日植防茨城	日植防高知
2022/12/13	99	<0.01	日植防茨城	日植防高知 日植防宮崎
2022/12/19	96	<0.01	日植防茨城	日植防高知
2023/1/6	96	<0.01	日植防茨城	保存安定性試料

11. 保存安定性の確認

磨砕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℃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	84 (2022/10/14 - 2023/1/6)	93, 90	92

実試料最長保存日数：日植防茨城 3日間，日植防高知 5日間，日植防宮崎 3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. 日植防茨城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

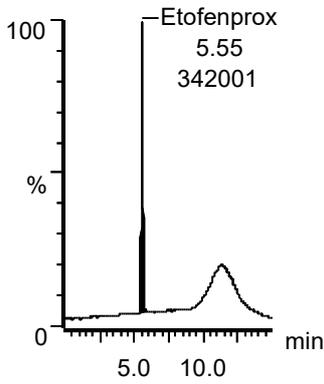
4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

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

(最終液量/注入量/試料量)
(-/1 μ L/-)

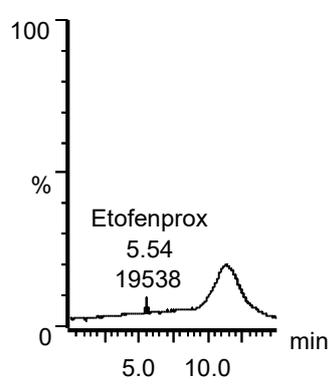
221027_06
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(-/1 μ L/-)

221027_18
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当量)

(5mL/1 μ L/-)

220621_08
41T

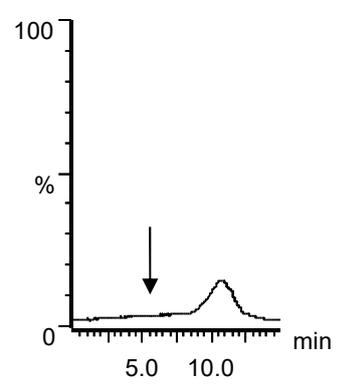
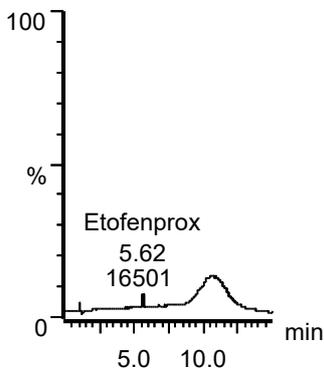


図1. エトフェンプロックス標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

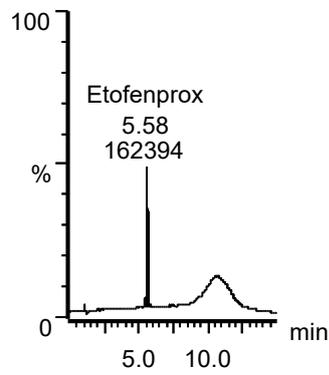
220621_13
41S-2



0.01mg/kg 添加回収
(定量限界相当)

(5mL/1 μ L/0.2g)

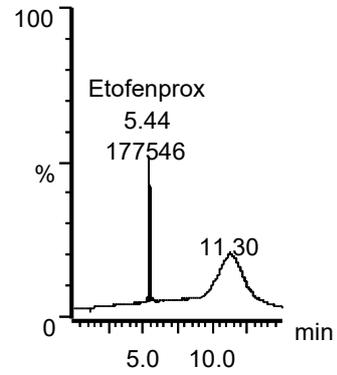
220622_09
41L0.1-3



0.1mg/kg 添加回収

(200mL/1 μ L/0.2g)

230105_23
41ETO L4-1*40



4mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

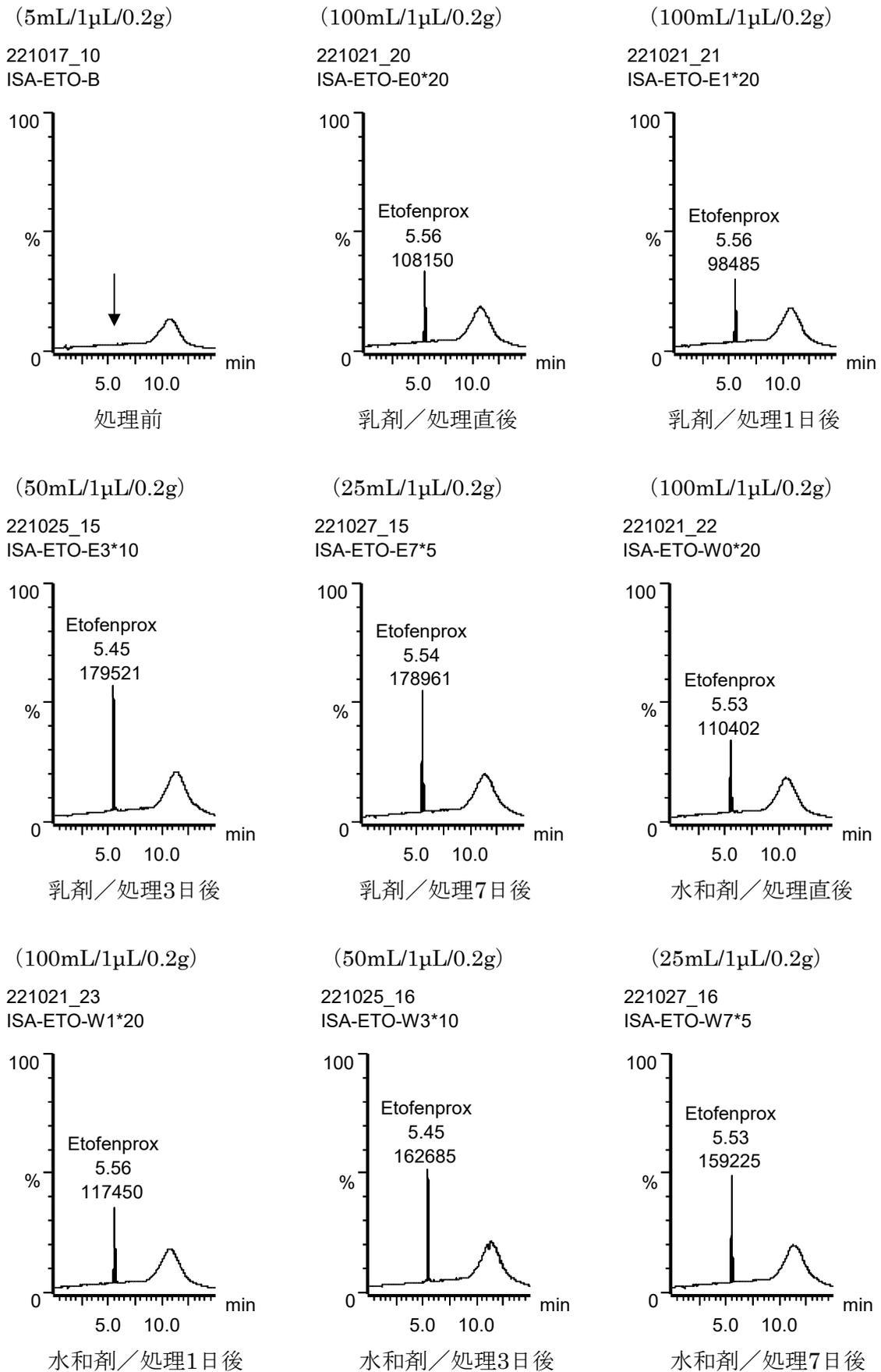


図4-1. 日植防茨城試料のクロマトグラム

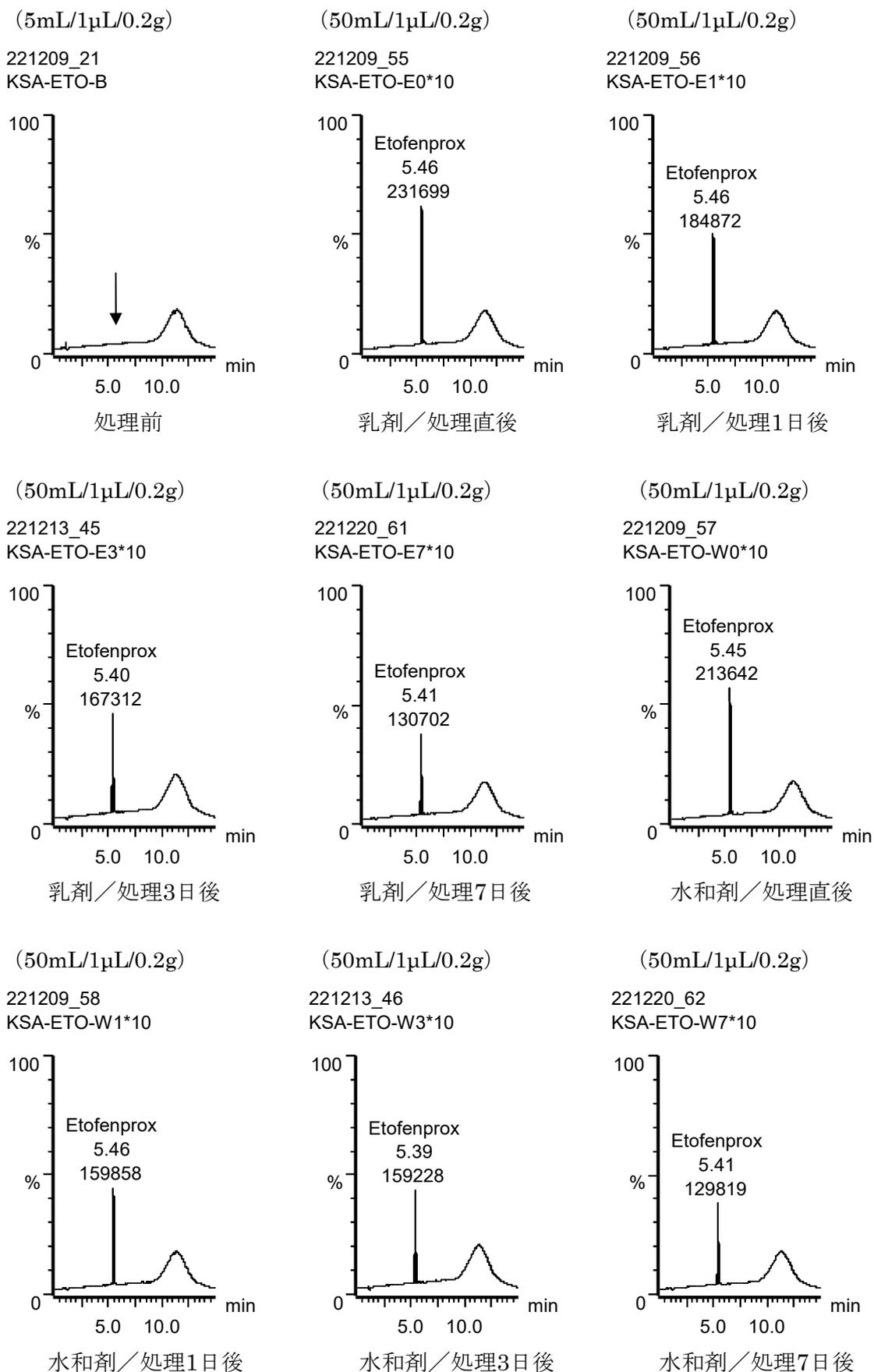


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

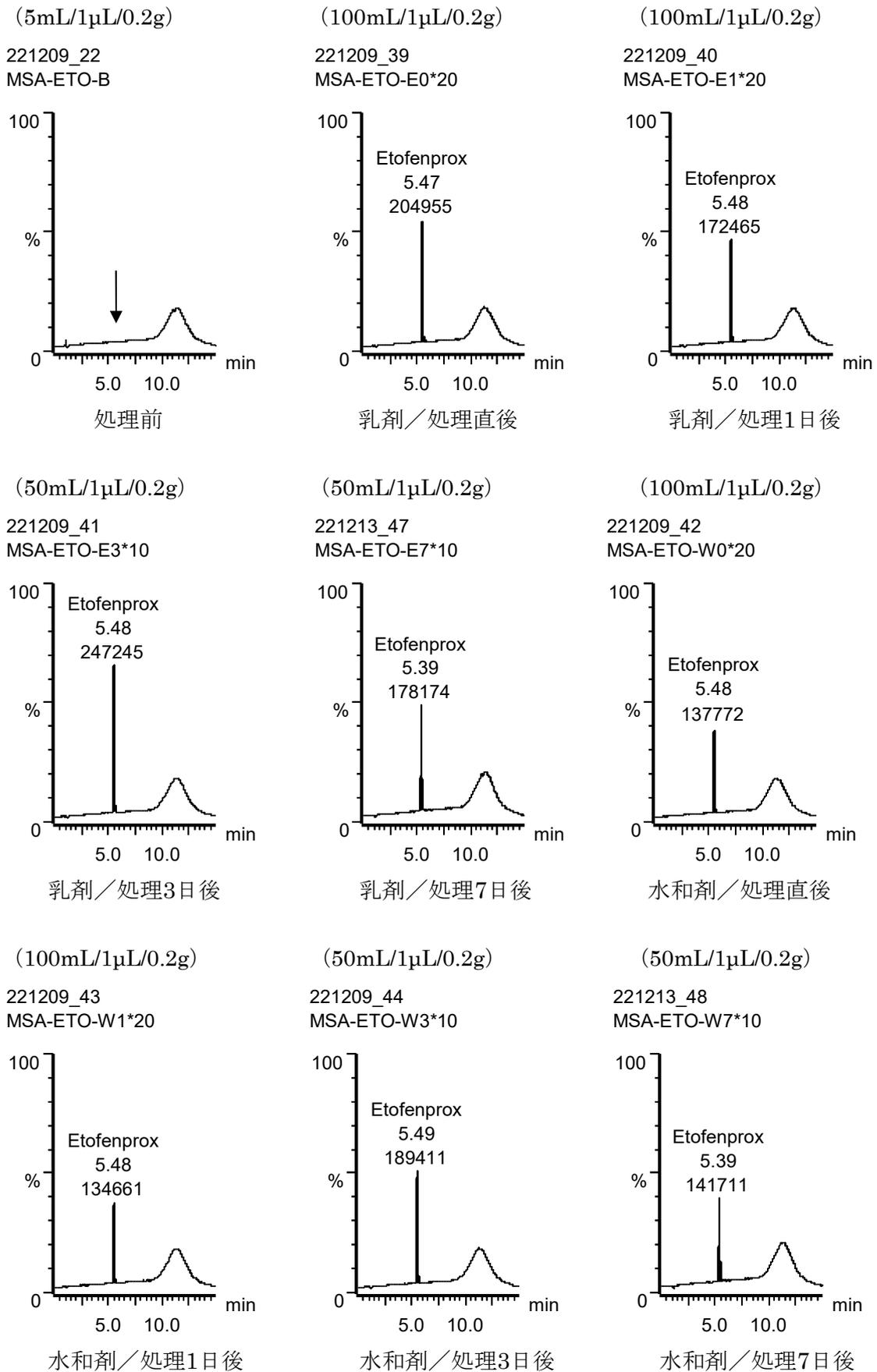
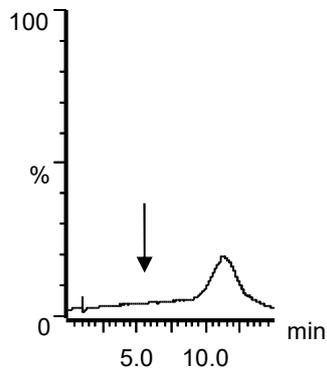


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

(5mL/1μL/0.2g)

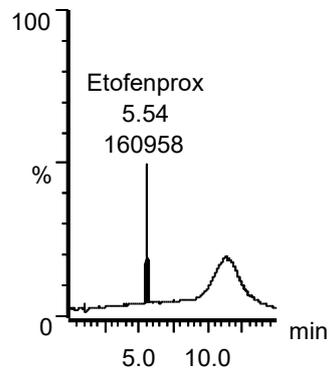
221027_08
41Q-3



無処理

(5mL/1μL/0.2g)

221027_09
41QR-4

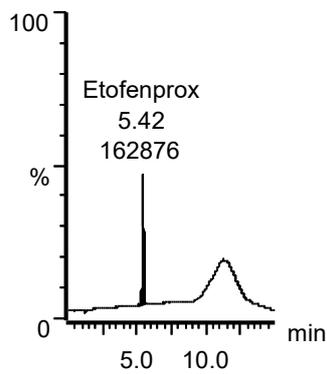


0.1mg/kg 添加回収

図5. 内部精度管理のクロマトグラム

(50mL/1μL/0.2g)

230106_29
41ETO H-1*10



1mg/kg 添加

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(d) 作物写真

1-1. ミクロブタニル



茨城 処理前



茨城 乳剤/処理直後



茨城 水和剤/処理直後



茨城 乳剤/処理1日後



茨城 水和剤/処理1日後



茨城 乳剤／処理3日後



茨城 水和剤／処理3日後



茨城 乳剤／処理7日後



茨城 水和剤／処理7日後



高知 処理前



高知 乳剤／処理直後



高知 水和剤／処理直後



高知 乳剤／処理1日後



高知 水和剤／処理1日後



高知 乳剤／処理3日後



高知 水和剤／処理3日後



高知 乳剤／処理7日後



高知 水和剤／処理7日後



宮崎 処理前



宮崎 乳剤／処理直後



宮崎 水和剤／処理直後



宮崎 乳剤／処理1日後



宮崎 水和剤／処理1日後



宮崎 乳剤／処理3日後



宮崎 水和剤／処理3日後



宮崎 乳剤／処理7日後



宮崎 水和剤／処理7日後

1-2. トルフェンピラド



茨城 処理前



茨城 乳剤／処理直後



茨城 フロアブル／処理直後



茨城 乳剤／処理1日後



茨城 フロアブル／処理1日後



茨城 乳剤／処理3日後



茨城 フロアブル／処理3日後



茨城 乳剤／処理7日後



茨城 フロアブル／処理7日後



高知 処理前



高知 乳剤／処理直後



高知 フロアブル／処理直後



高知 乳剤／処理1日後



高知 フロアブル／処理1日後



高知 乳剤／処理3日後



高知 フロアブル／処理3日後



高知 乳剤／処理7日後



高知 フロアブル／処理7日後



宮崎 処理前



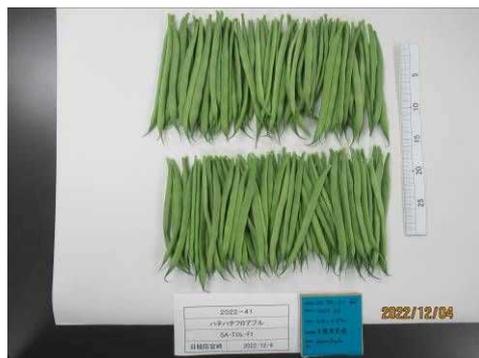
宮崎 乳剤／処理直後



宮崎 フロアブル／処理直後



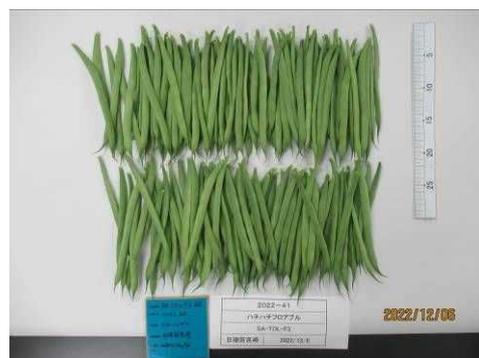
宮崎 乳剤／処理1日後



宮崎 フロアブル／処理1日後



宮崎 乳剤／処理3日後



宮崎 フロアブル／処理3日後



宮崎 乳剤／処理7日後



宮崎 フロアブル／処理7日後

1-3. エトフェンプロックス



茨城 処理前



茨城 乳剤／処理直後



茨城 水和剤／処理直後



茨城 乳剤／処理1日後



茨城 水和剤／処理1日後



茨城 乳剤／処理3日後



茨城 水和剤／処理3日後



茨城 乳剤／処理7日後



茨城 水和剤／処理7日後



高知 処理前



高知 乳剤／処理直後



高知 水和剤／処理直後



高知 乳剤／処理1日後



高知 水和剤／処理1日後



高知 乳剤／処理3日後



高知 水和剤／処理3日後



高知 乳剤／処理7日後



高知 水和剤／処理7日後



宮崎 処理前



宮崎 乳剤／処理直後



宮崎 水和剤／処理直後



宮崎 乳剤／処理1日後



宮崎 水和剤／処理1日後



宮崎 乳剤／処理3日後



宮崎 水和剤／処理3日後



宮崎 乳剤／処理7日後



宮崎 水和剤／処理7日後

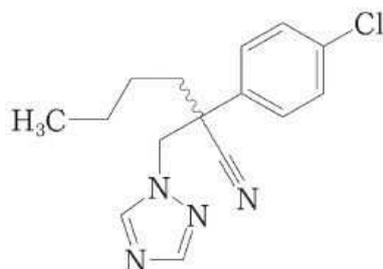
(3) ぶどう

(a) 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：白色，針状結晶，芳香臭

融点：71.7°C

蒸気圧 (25°C)：1.72×10⁻⁶Pa

オクタノール／水分配係数 (22°C)：log Pow = 1.98

溶解性 (22°C)：水 142mg/L

メタノール >1000g/L, アセトン >1000g/L, 酢酸エチル >1000g/L,
ジクロロメタン >1000g/L, ヘキサン 1.22g/L, キシレン 197.8g/L

安定性：熱；150°Cまで安定

加水分解性半減期；加水分解を受けない

水中光分解性半減期 (31°C)；591時間 (自然水)

その他；酸，アルカリで安定 (pH5, pH 7, pH9)

出典：農薬ハンドブック 2021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，アセトニトリル：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)

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用 (関東化学製)

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

PLS-2ミニカラム：InertSep PLS-2 500mg/6mL (ジーエルサイエンス製)

PSAミニカラム：Bond Elut PSA Jr 500 mg (アジレント・テクノロジー製)

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

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

ミキサー：GM-200（Retsch 製）

振とう機：EL-01（スギヤマゲン製）

減圧濃縮器：R-300（ビュッヒ製）

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS)：

XEVO TQ-S micro（waters 製）

データ処理ソフトウェア：MassLynx（waters 製）

4. 測定機器の操作条件

4-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム：ACQUITY UPLC BEH C18（waters 製）

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.7 μ m

溶離液：A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

[グラジエント テーブル]

時間(分)	流量(mL/分)	A 液 : B 液
Initial	0.20	15 : 85
6.0	0.20	15 : 85
8.0	0.20	5 : 95
10.0	0.20	5 : 95
12.0	0.20	15 : 85
15.0	0.20	15 : 85

カラム温度：40℃

注入量：1 μ L

ランタイム：15 分

保持時間：約 1.5 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 (ES)，正モード

脱溶媒ガス流量：1000L/Hr

脱溶媒ガス温度：500℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：32V

コリジョン電圧：28V

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 289.16

プロダクトイオン；m/z 125.02

5. 検量線の作成

マイ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20mg/L標準溶液を調製し，さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して0.0002，0.0004，0.0008，0.004及び0.008mg/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マイ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，果梗を除き凍結させた後，ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6-2. 抽出

磨砕均一化した試料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繊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2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り，適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し，最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

PLS-2ミニカラムとPSAミニカラムを接続し，アセトニトリル5mLを流下し前処理をした。残留物をアセトニトリル10mLで溶解し，ミニカラムに流下後，さらにアセトニトリル10mLで容器内を洗い込み流下した。全流出液を合わせ溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し，最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-4. 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、検量線よりマイ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 (μ L)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	0.2	5	1	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (mg/kg)
0.0002	0.2	5	1	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、市販品 (栃木県産 大粒種)、日植防宮崎 (小粒種) の試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg) 及び0.1mg/kg添加濃度における回収試験を6連 (大粒種, 小粒種各3連) 分析で実施した。また2.0mg/kg添加濃度における回収試験は10連 (品種毎各2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 (%)
日植防高知		83, 82		
日植防宮崎		88, 88		
青森植	2.0	93, 87	87	5
新潟植		93, 92		
長野植須坂		82, 82		
日植防宮崎	0.1	79, 76, 72, 79, 77, 72	76	4
市販品	0.01	80, 80, 80, 80, 80, 80	80	0

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	
大粒種	処理前	<0.01		
	処理直後	0.43	0.53	
	日植防山梨	処理1日後	0.37	0.51
	処理3日後	0.34	0.39	
	処理7日後	0.28	0.22	
青森植	処理前	<0.01		
	処理直後	0.77	0.73	
	処理1日後	0.77	0.65	
	処理3日後	0.68	0.70	
	処理7日後	0.64	0.61	
小粒種	処理前	<0.01		
	処理直後	0.88	1.19	
	日植防宮崎	処理1日後	0.83	1.11
	処理3日後	0.71	1.35	
	処理7日後	0.79	1.31	
石川植	処理前	<0.01		
	処理直後	0.42	0.55	
	処理1日後	0.49	0.86	
	処理3日後	0.43	0.70	
	処理7日後	0.42	0.73	

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の確認を行うごとに、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。

また2021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
2022/7/7	85	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/7/13	92	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/7/20	94	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/8/18	92	<0.01	日植防宮崎	石川植
2022/8/29	96	<0.01	日植防宮崎	保存安定性試料
2022/9/2	88	<0.01	長野植須坂	日植防山梨
2022/9/7	86	<0.01	長野植須坂	日植防山梨
2022/10/4	93	<0.01	青森植	青森植
2022/10/7	93	<0.01	青森植	青森植
2022/10/11	82	<0.01	青森植	保存安定性試料
	87		長野植須坂	

11. 保存安定性の確認

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

試料	添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
青森植		11(2022/9/30-2022/10/11)	88, 85	87
長野植須坂	1.0	81(2022/7/22-2022/10/11)	93, 88	91
日植防宮崎		54(2022/7/6-2022/8/29)	89, 86	88

実試料最長保存日数：大粒種；日植防山梨 5日間，青森植 5日間

小粒種；日植防宮崎 5日間，石川植 19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. 日植防山梨試料（大粒種）のクロマトグラム

4-2. 青森植試料（大粒種）のクロマトグラム

4-3. 日植防宮崎試料（小粒種）のクロマトグラム

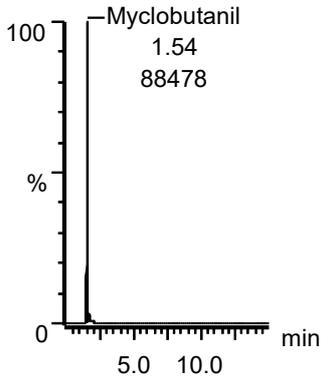
4-4. 石川植試料（小粒種）のクロマトグラム

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

(最終液量/注入量/試料量)
(-/1 μ L/-)

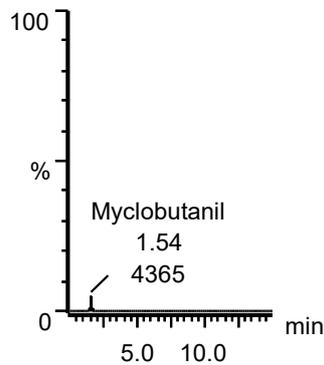
220713_06
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(-/1 μ L/-)

220713_24
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当量)

(5mL/1 μ L/-)

220620_08
40T

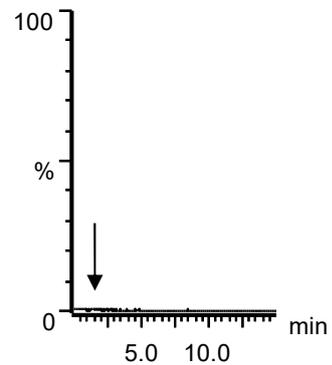
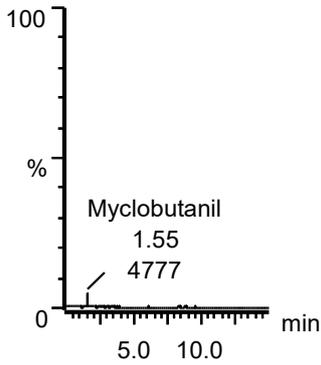


図1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g) (大粒種)

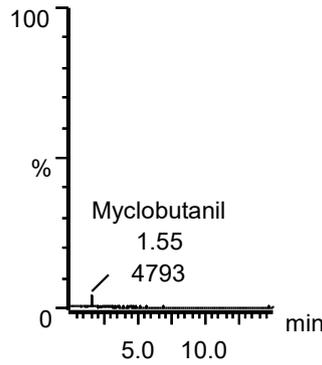
220620_16
40S-4



0.01mg/kg 添加回収 (定量限界相当)

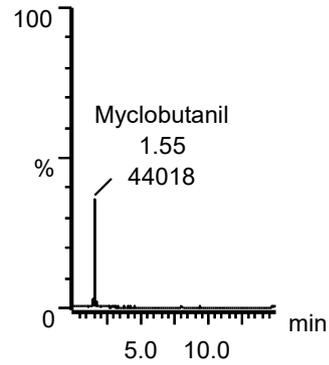
(5mL/1 μ L/0.2g) (小粒種)

220620_14
40S-2



(5mL/1 μ L/0.2g) (大粒種)

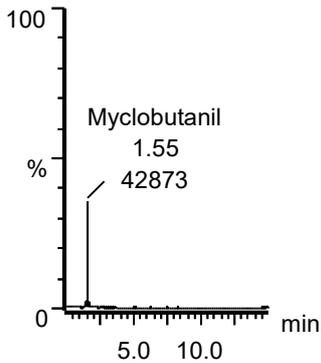
220621_26
40L0.1-6



0.1mg/kg 添加回収

(5mL/1 μ L/0.2g) (小粒種)

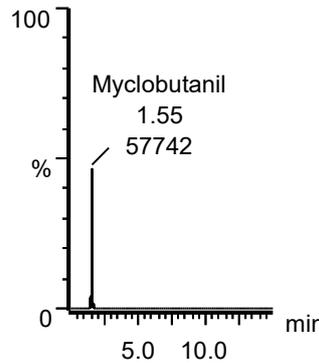
220621_22
40L0.1-2



0.1mg/kg 添加回収

(100mL/1 μ L/0.2g) (大粒種)

221013_16
ST40MYC-L2-9*20



2mg/kg 添加回収

(100mL/1 μ L/0.2g) (小粒種)

221013_07
D40MYC-L2-1*20

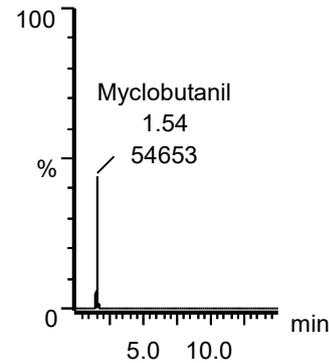


図3. 回収率のクロマトグラム

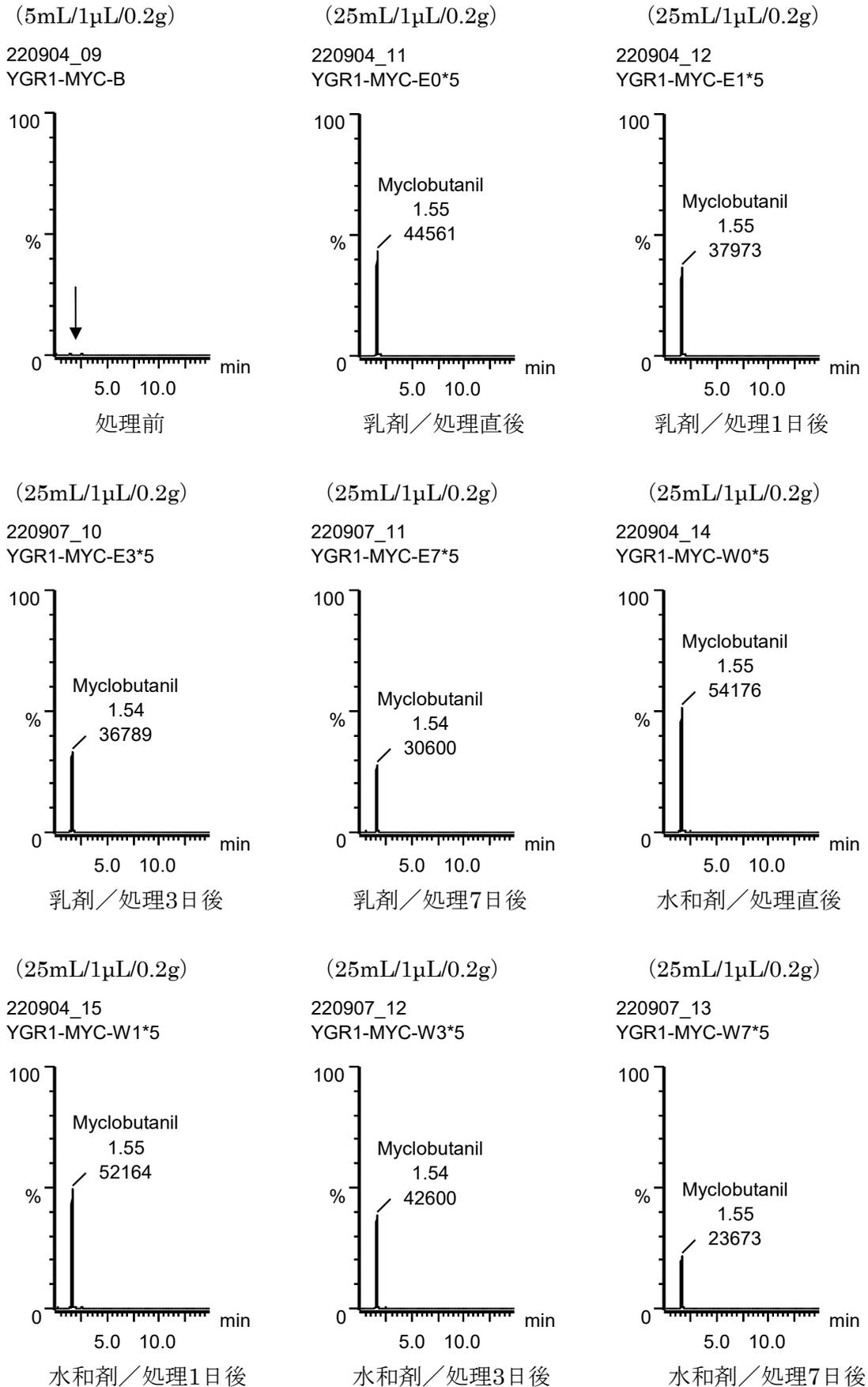


図4-1. 日植防山梨試料（大粒種）のクロマトグラム

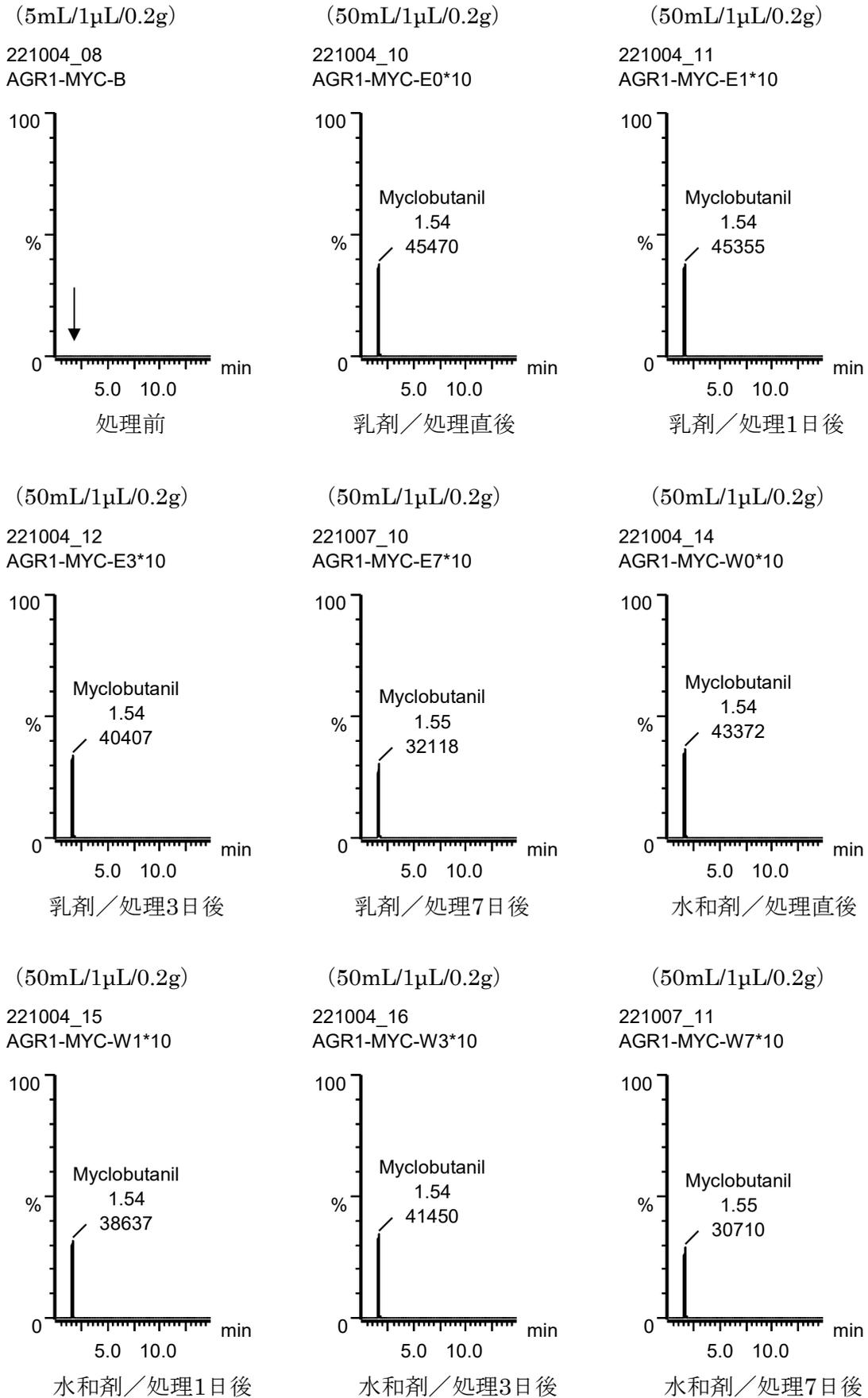


図4-2. 青森植試料（大粒種）のクロマトグラム

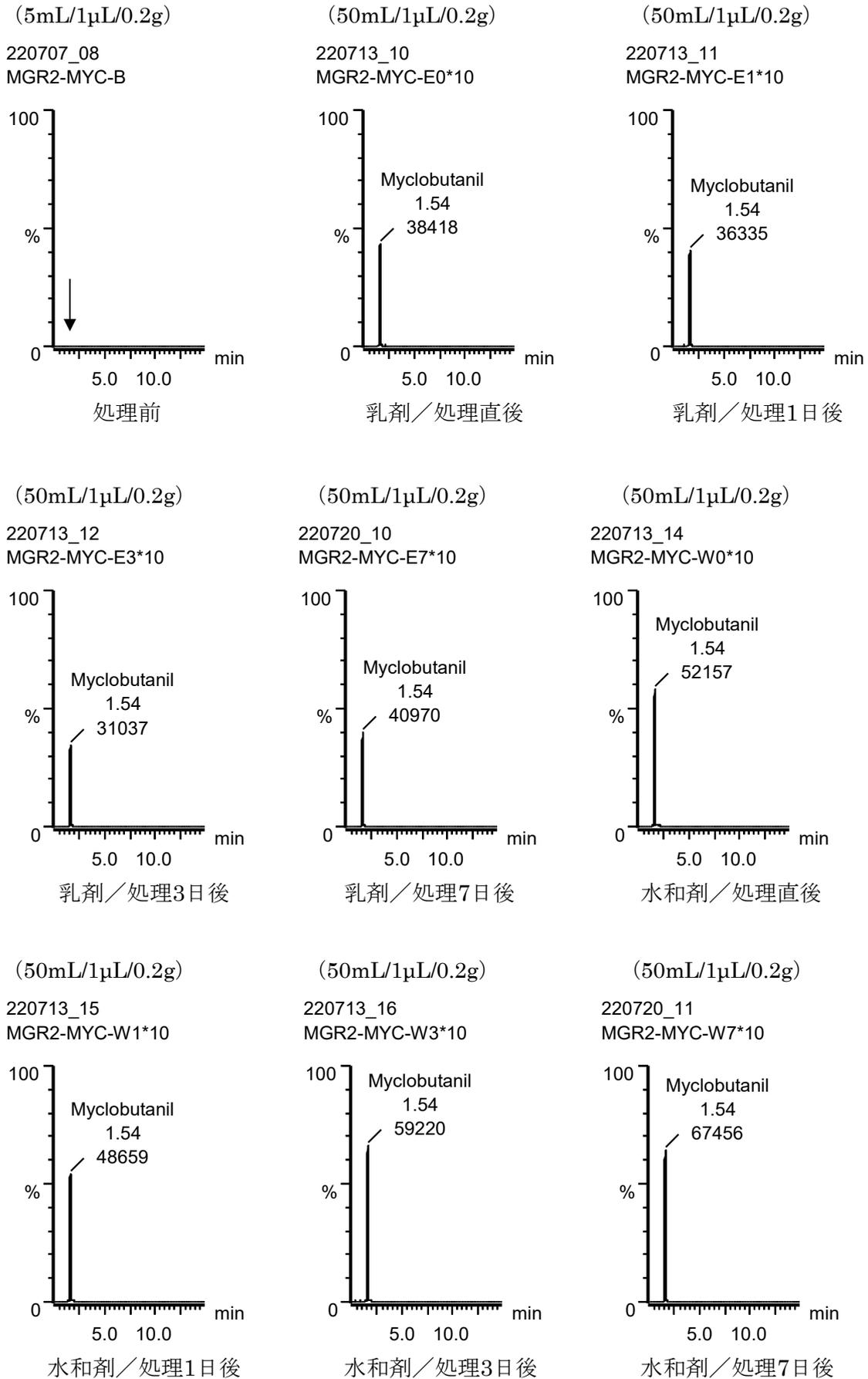


図4-3. 日植防宮崎試料（小粒種）のクロマトグラム

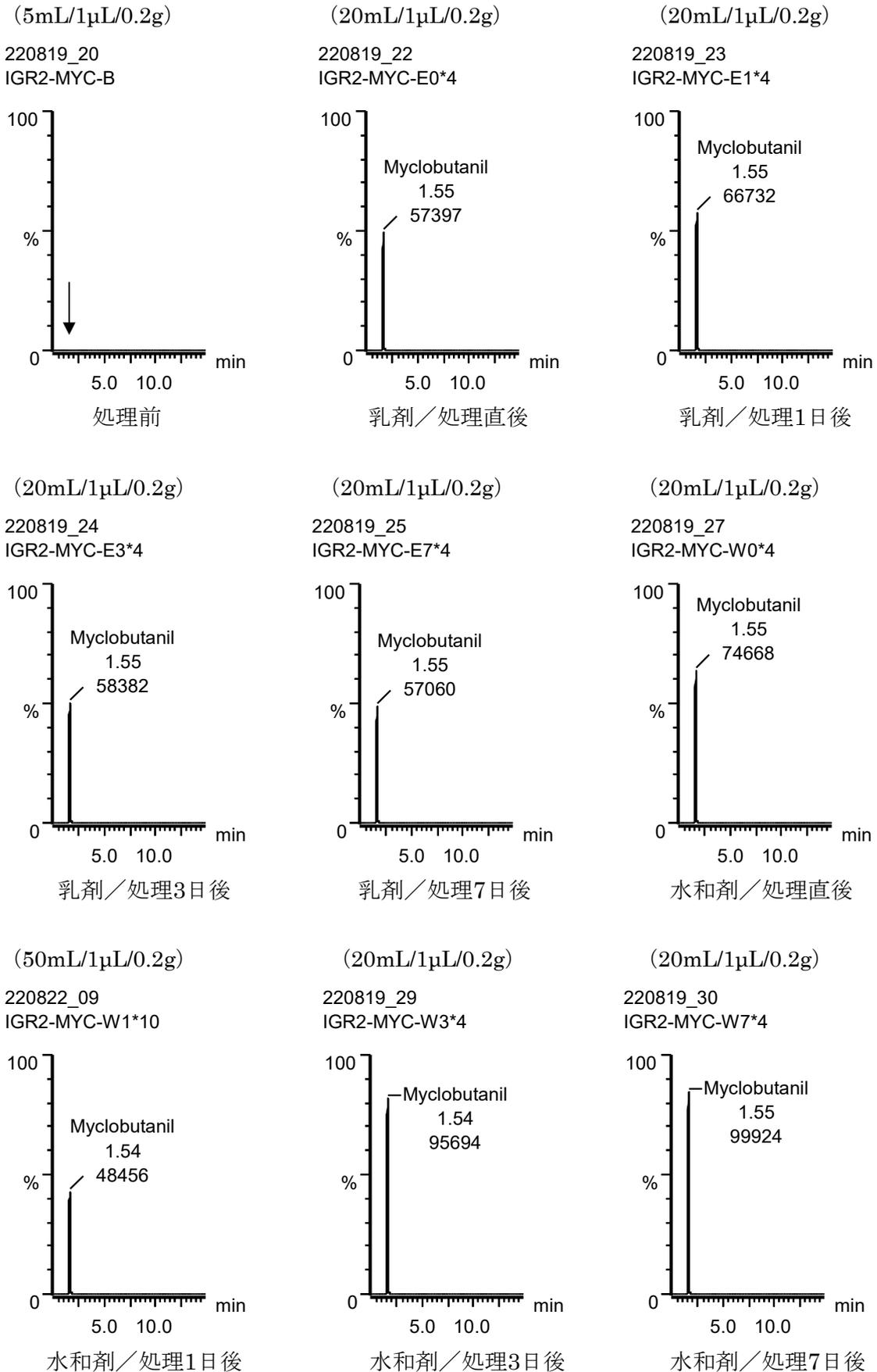


図4-4. 石川植試料（小粒種）のクロマトグラム

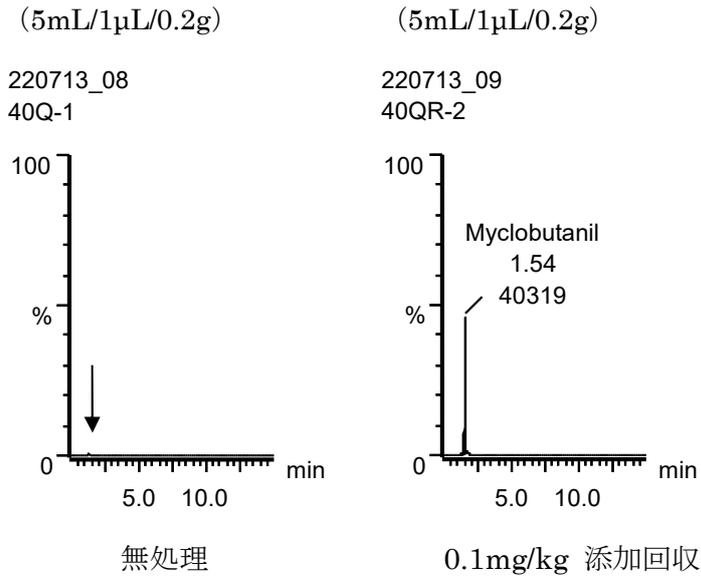


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

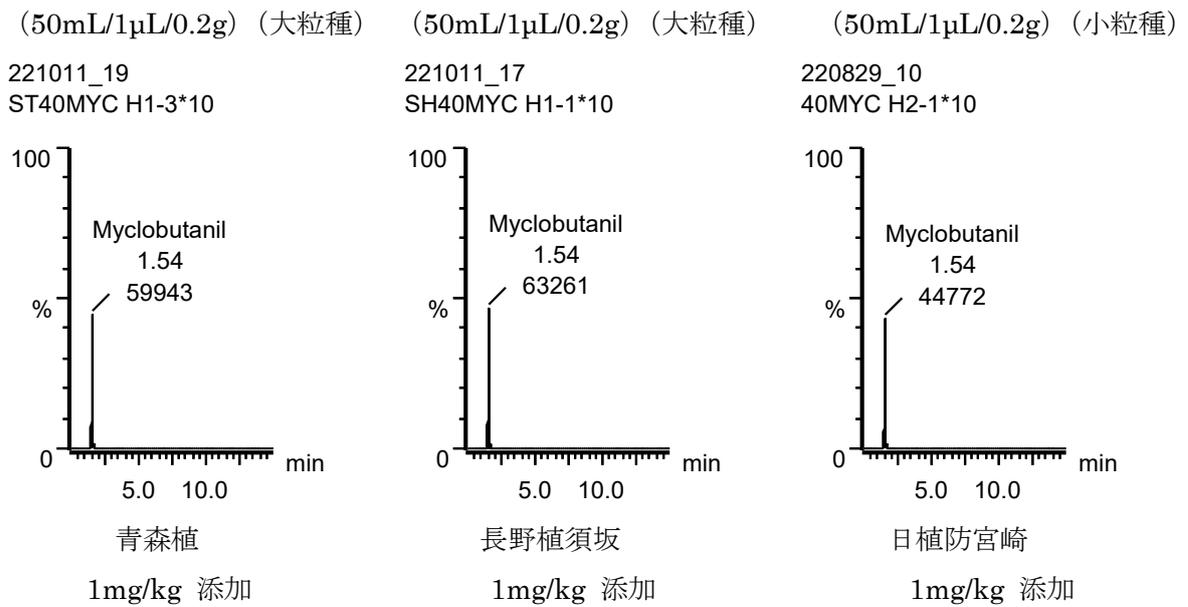


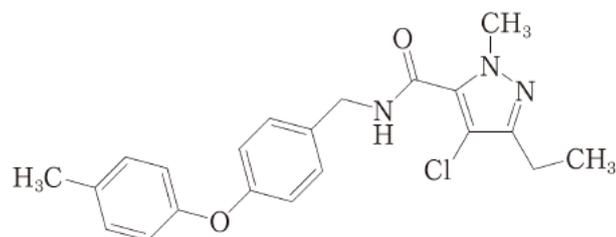
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(b) 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*-tolylloxy)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（20°C）：5×10⁻⁷ Pa

オクタノール／水分配係数（25°C）：log Pow=5.61

溶解性(20°C)：水 0.087 mg/L，ヘキサン 7.41 g/L，トルエン 366 g/L，アセトン 368g/L，
メタノール 59.6 /L，ジクロロメタン >500 g/L，酢酸エチル 339 g/L

安定性：熱；安定

加水分解性半減期（25°C）；>1年（pH4，pH7，pH9）

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 2021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，アセトニトリル：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）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

PLS-2ミニカラム：InertSep PLS-2 500mg/6mL（ジーエルサイエンス製）

PSAミニカラム：Bond Elut PSA Jr 500 mg（アジレント・テクノロジー製）

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

電子天秤: XSR205, XS4002S (メラー・トレド製), S-BOX WP (インダ製)

ミキサー: GM-200 (Retsch 製)

振とう機: EL-01 (スギヤマゲン製)

減圧濃縮器: R-300 (ビュッヒ製)

液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

XEVO-TQSmicro (waters 製)

データ処理ソフトウェア: MassLynx (waters 製)

4. 測定機器の操作条件

4-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム: ACQUITY UPLC BEH C18 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.7 μ m

溶離液: A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

[グラジエント テーブル]

時間(分)	流量(mL/分)	A 液 : B 液
Initial	0.20	15 : 85
6.0	0.20	15 : 85
8.0	0.20	5 : 95
10.0	0.20	5 : 95
12.0	0.20	15 : 85
15.0	0.20	15 : 85

カラム温度: 40°C

注入量: 1 μ L

ランタイム: 15 分

保持時間: 約 2.5 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 (ES)，正モード

脱溶媒ガス流量：1000L/Hr

脱溶媒ガス温度：500℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：14V

コリジョン電圧：26V

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 384.23

プロダクトイオン；m/z 197.08

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20mg/L標準溶液を調製し，さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して0.0002，0.0004，0.0008，0.004及び0.008mg/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，果梗を除き凍結させた後，ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6-2. 抽出

磨砕均一化した試料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繊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2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り，適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し，最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

PLS-2ミニカラムとPSAミニカラムを接続し，アセトニトリル5mLを流下し前処理をした。残留物をアセトニトリル10mLで溶解しミニカラムに流下後，さらにアセトニトリル10mLで容器内を洗い込み流下した。全流出液を合わせ溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し，最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-4. 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 (μ L)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	0.2	5	1	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (mg/kg)
0.0002	0.2	5	1	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、市販品（栃木県産 大粒種）及び日植防宮崎（小粒種）の試料を用いて、定量限界相当（0.01mg/kg）及び0.1mg/kg添加濃度における回収試験を6連（小粒種，大粒種 各3連）分析で実施した。また4.0mg/kg添加濃度における回収試験は10連（品種毎各2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 (%)
日植防高知	4.0	90, 87	90	5
日植防宮崎		95, 82		
青森植		96, 89		
新潟植		95, 88		
長野植須坂		88, 86		
日植防宮崎	0.1	85, 81, 78, 81, 80, 7	80	4
市販品	0.01	90, 90, 90, 90, 80, 8	87	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	水和剤
大粒種	処理前	<0.01	
	処理直後	0.53	0.49
	日植防高知	0.49	0.52
	処理3日後	0.44	0.63
	処理7日後	0.48	0.55
大粒種	処理前	<0.01	
	処理直後	0.47	0.44
	長野植須坂	0.43	0.30
	処理3日後	0.53	0.42
	処理7日後	0.48	0.49
小粒種	処理前	<0.01	
	処理直後	1.12	0.90
	日植防山梨	0.86	0.76
	処理3日後	1.03	0.82
	処理7日後	0.94	0.71
小粒種	処理前	<0.01	
	処理直後	1.75	1.74
	日植防宮崎	1.48	1.80
	処理3日後	1.72	1.74
	処理7日後	1.74	1.93

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の確認を行うごとに、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。

また2021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
2022/7/7	86	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/7/13	94	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/7/20	95	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/7/27	87	<0.01	長野植須坂	長野植須坂
2022/8/4	96	<0.01	長野植須坂	長野植須坂
2022/8/4	90	<0.01	日植防山梨	日植防山梨
2022/8/18	88	<0.01	日植防宮崎	日植防山梨
2022/8/22	86	<0.01	日植防高知	日植防高知
2022/8/25	79	<0.01	日植防高知	日植防高知
2022/8/29	94	<0.01	日植防宮崎	保存安定性試料
2022/10/11	86 89	<0.01	日植防高知 長野植須坂	保存安定性試料

11. 保存安定性の確認

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

試料	添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
日植防高知		62 (2022/8/10-2022/10/11)	92, 87	90
長野植須坂	1	81 (2022/7/22-2022/10/11)	90, 82	86
日植防宮崎		54 (2022/7/6-2022/8/29)	87, 81	84

実試料最長保存日数：大粒種；日植防高知 13日間，長野植須坂 5日間
小粒種；日植防山梨 10日間，日植防宮崎 5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. 日植防高知試料（大粒種）のクロマトグラム

4-2. 長野植須坂試料（大粒種）のクロマトグラム

4-3. 日植防山梨試料（小粒種）のクロマトグラム

4-4. 日植防宮崎試料（小粒種）のクロマトグラム

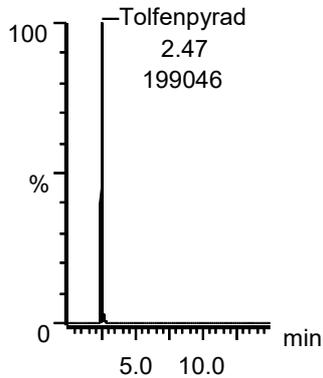
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(最終液量/注入量/試料量)

(-/1 μ L/-)

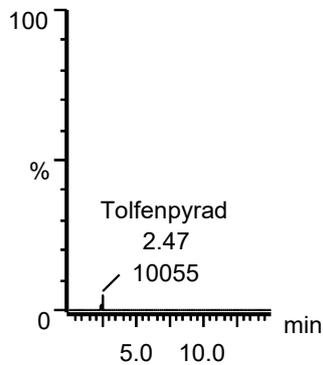
220713_06
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(-/1 μ L/-)

220713_24
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当量)

(5mL/1 μ L/-)

220620_08
40T

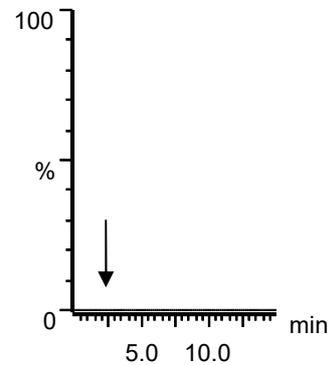
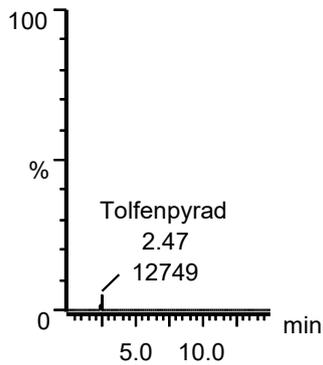


図1. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g) (大粒種)

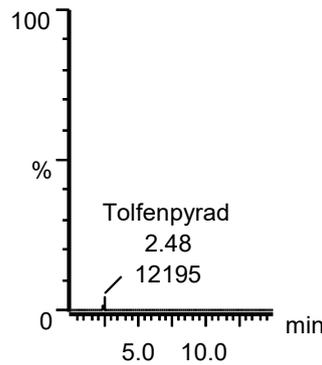
220620_16
40S-4



0.01mg/kg 添加回収 (定量限界相当)

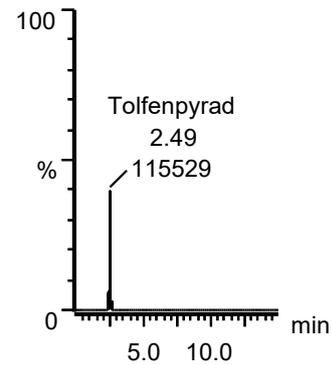
(5mL/1 μ L/0.2g) (小粒種)

220620_14
40S-2



(5mL/1 μ L/0.2g) (大粒種)

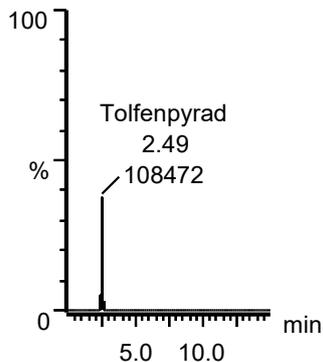
220621_26
40L0.1-6



0.1mg/kg 添加回収

(5mL/1 μ L/0.2g) (小粒種)

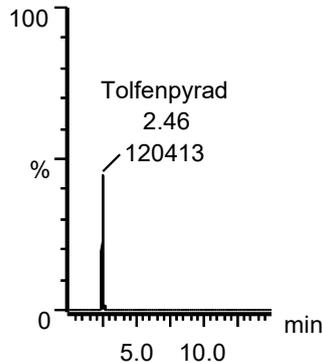
220621_22
40L0.1-2



0.1mg/kg 添加回収

(200mL/1 μ L/0.2g) (大粒種)

221013_21
SH40ET-L4-3*40



4mg/kg 添加回収

(200mL/1 μ L/0.2g) (小粒種)

221013_19
D40ET-L4-1*40

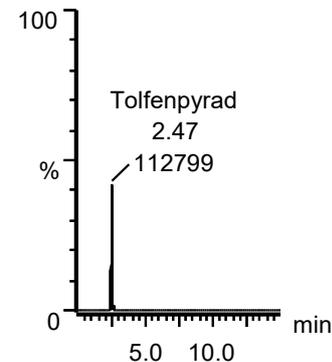


図3. 回収率のクロマトグラム

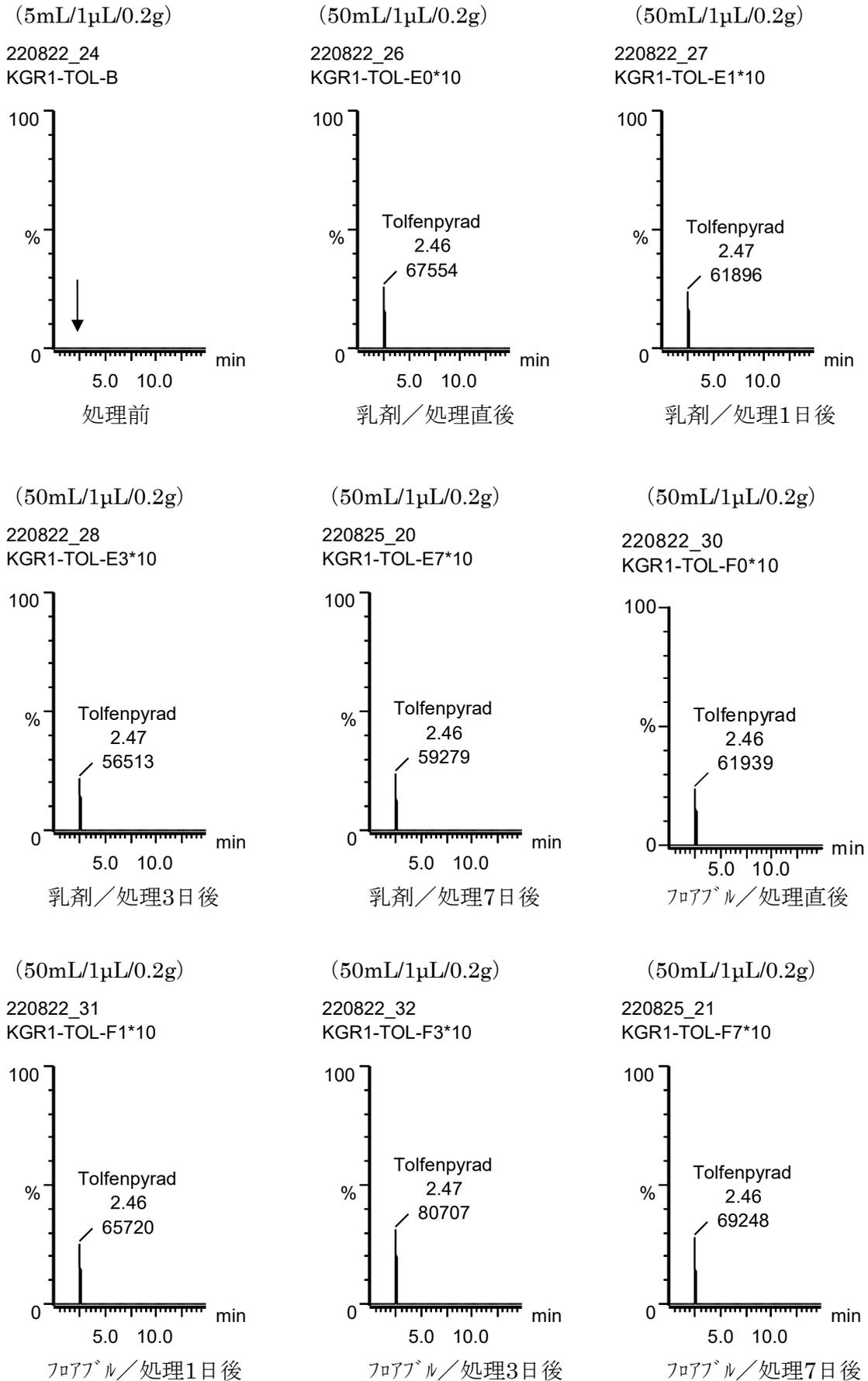


図4-1. 日植防高知試料（大粒種）のクロマトグラム

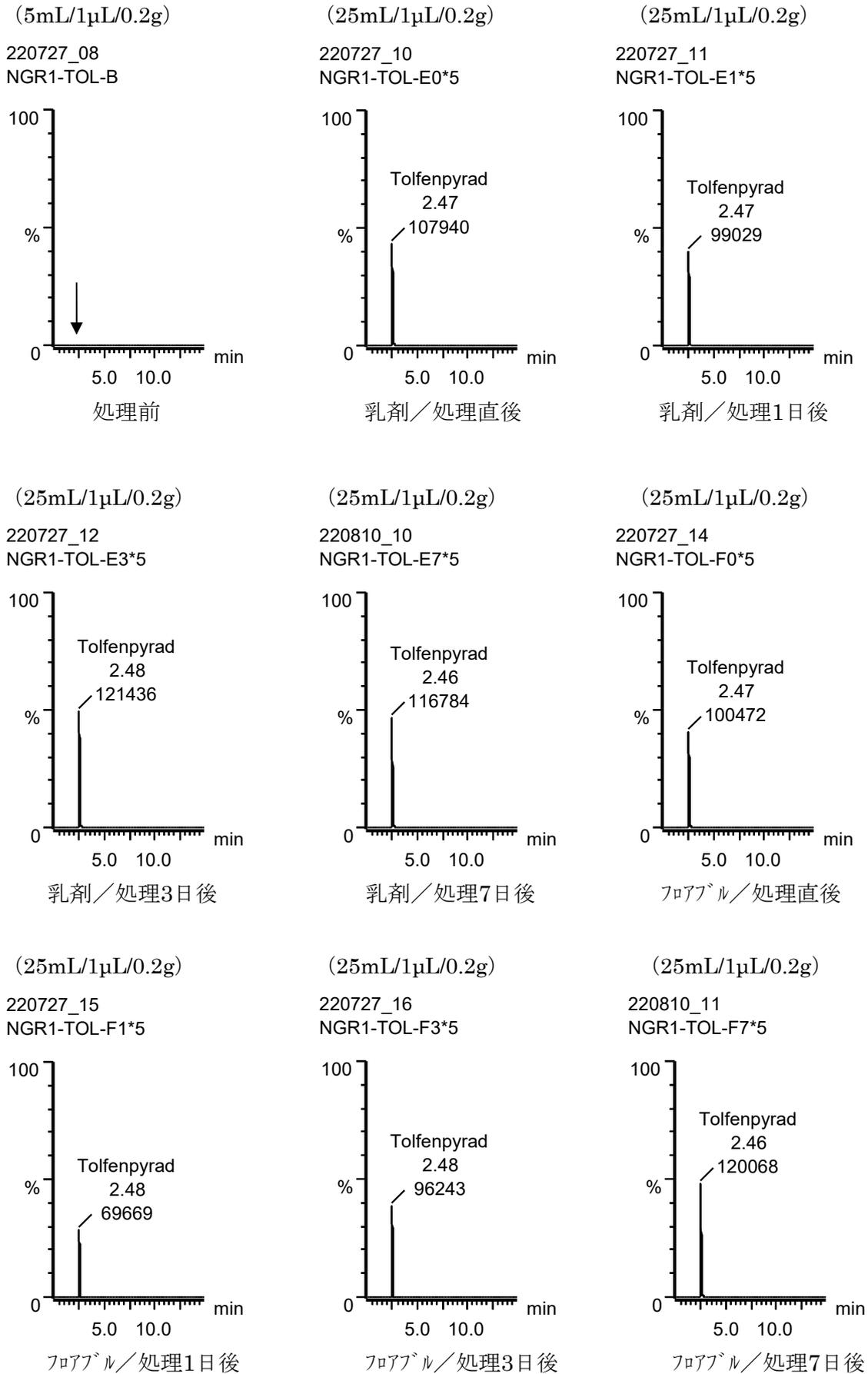


図4-2. 長野植須坂試料（大粒種）のクロマトグラム

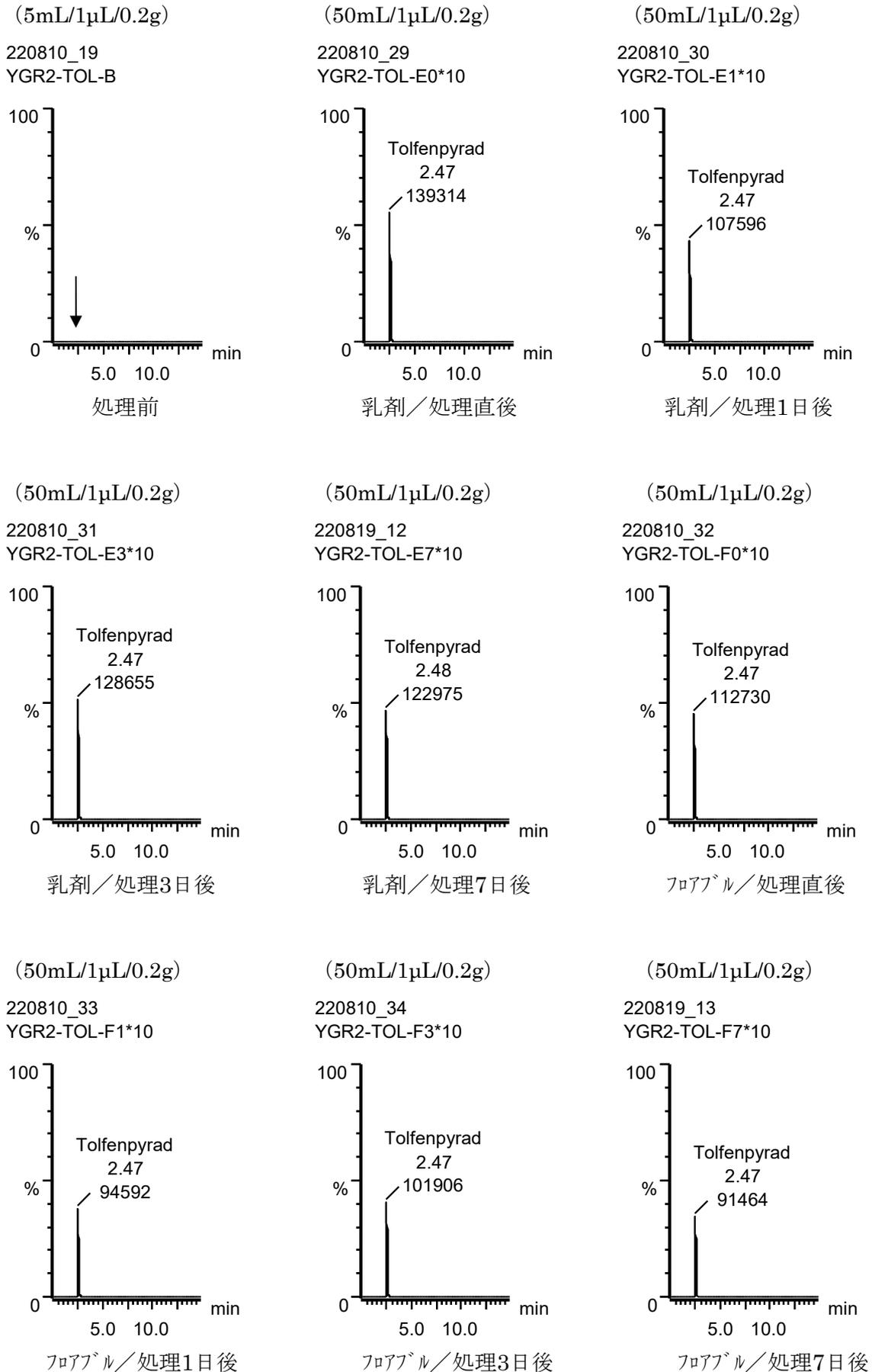


図4-3. 日植防山梨試料（小粒種）のクロマトグラム

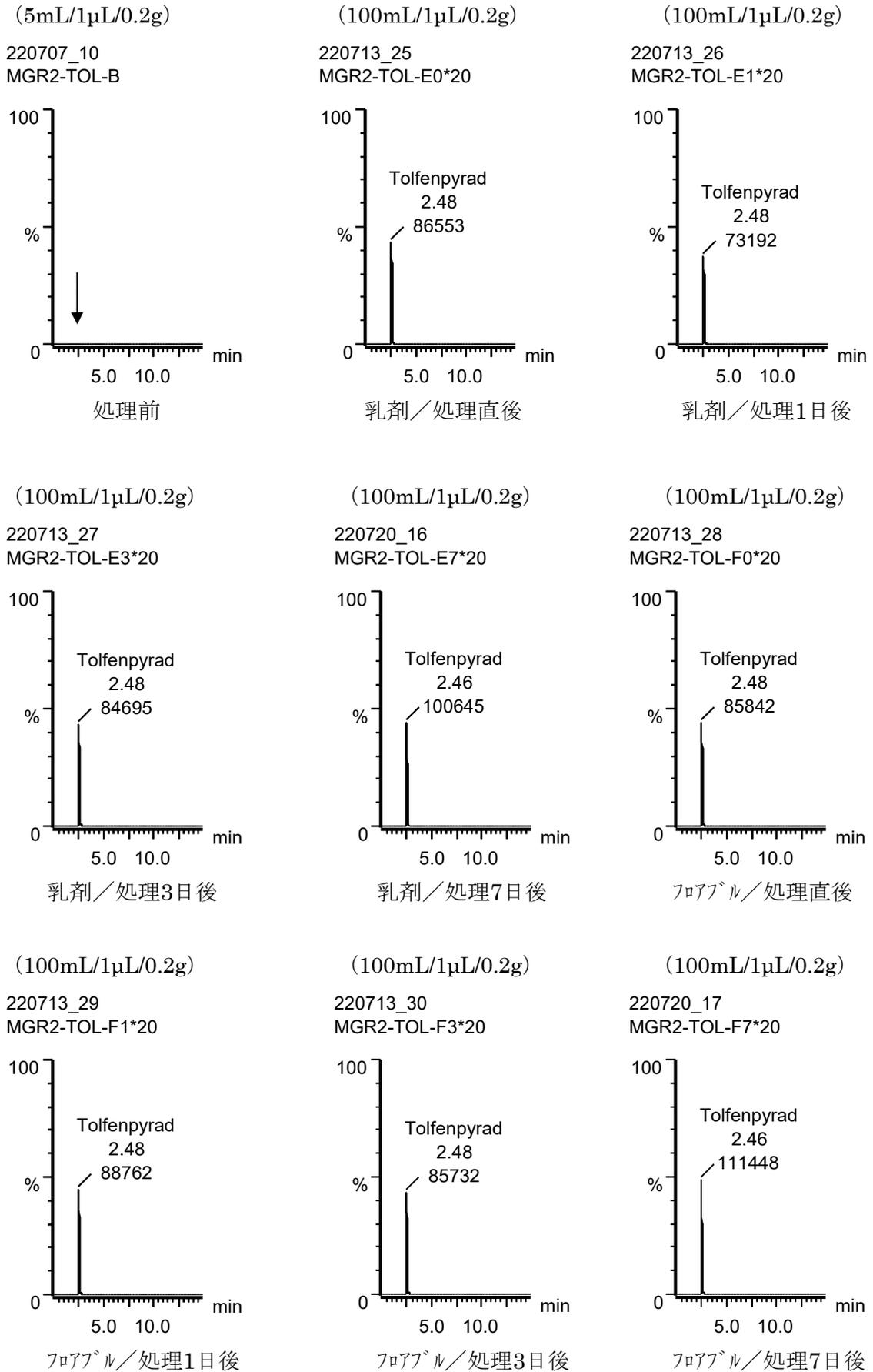
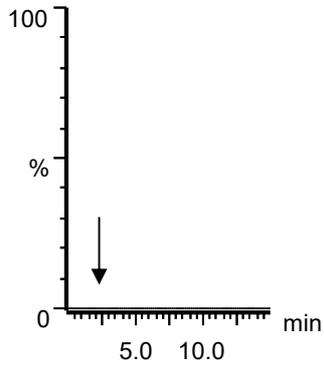


図4-4. 日植防宮崎試料（小粒種）のクロマトグラム

(5mL/1μL/0.2g)

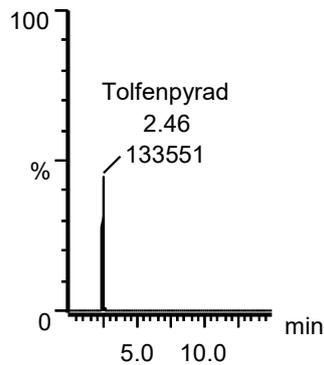
221011_08
40Q-9



無処理

(5mL/1μL/0.2g)

221011_12
40QR-18

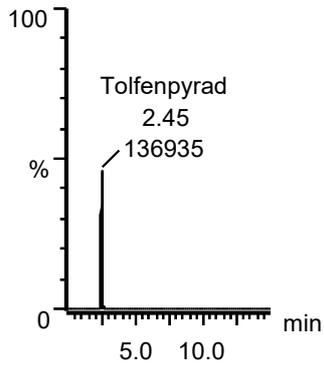


0.1mg/kg 添加回収

図5. 内部精度管理のクロマトグラム

(50mL/1μL/0.2g) (大粒種)

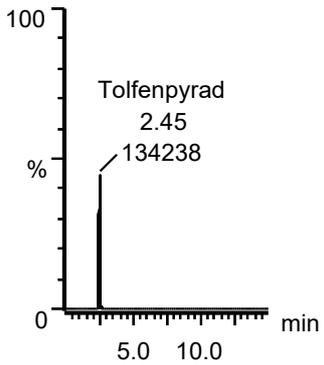
221011_25
F40TOL H1-4*10



日植防高知
1mg/kg 添加

(50mL/1μL/0.2g) (大粒種)

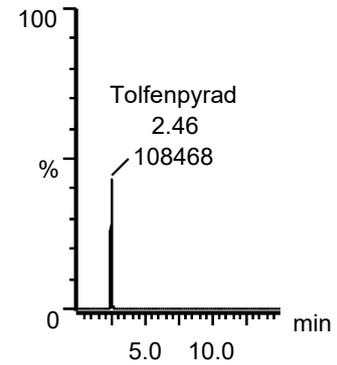
221011_22
SH40TOL H1-1*10



長野植須坂
1mg/kg 添加

(50mL/1μL/0.2g) (小粒種)

220829_14
40TOL H2-2*10



日植防宮崎
1mg/kg 添加

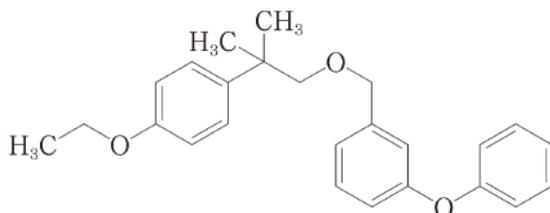
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(c) 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，僅かに芳香臭あり

融点：37.4±0.1℃

蒸気圧（25℃換算）：8.13×10⁻⁷ Pa

オクタノール／水分配係数（20℃）：log Pow=6.9

溶解性（20℃）：水 22.5µg/L, アセトン 877g/L, エタノール 98g/L, キシレン 856g/L,
ジクロロメタン 924g/L, 酢酸エチル 837g/L, トルエン 862g/L,
ヘキサン 667g/L, ヘプタン 621g/L, メタノール 49 g/L

安定性：熱；25℃～150℃の範囲で安定

加水分解性半減期（25℃）；>1年（pH5, pH7, pH9）

水中光分解性半減期（25℃）；4.7日（緩衝液），7.9日（自然水）

出典：農薬ハンドブック 2021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%（富士フイルム和光純薬製）

アセトン，アセトニトリル：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）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

PLS-2ミニカラム：InertSep PLS-2 500mg/6mL（ジーエルサイエンス製）

PSAミニカラム：Bond Elut PSA Jr 500 mg（アジレント・テクノロジー製）

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

電子天秤: XSR205, XS4002S (メラー・トレド製), S-BOX WP (インダ製)

ミキサー: GM-200 (Retsch 製)

振とう機: EL-01 (スギヤマゲン製)

減圧濃縮器: R-300 (ビュッヒ製)

液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

XEVO-TQSmicro (waters 製)

データ処理ソフトウェア: MassLynx (waters 製)

4. 測定機器の操作条件

4-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム: ACQUITY UPLC BEH C18 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.7 μ m

溶離液: A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

[グラジエント テーブル]

時間(分)	流量(mL/分)	A 液 : B 液
Initial	0.20	15 : 85
6.0	0.20	15 : 85
8.0	0.20	5 : 95
10.0	0.20	5 : 95
12.0	0.20	15 : 85
15.0	0.20	15 : 85

カラム温度: 40°C

注入量: 1 μ L

ランタイム: 15 分

保持時間: 約 5.6 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 (ES)，正モード

脱溶媒ガス流量：1000L/Hr

脱溶媒ガス温度：500℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：14V

コリジョン電圧：12V

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 394.33

プロダクトイオン；m/z 359.19

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1000mg/L標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して20mg/L標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して0.0002, 0.0004, 0.0008, 0.004及び0.008mg/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、果梗を除き凍結させた後、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6-2. 抽出

磨砕均一化した試料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繊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2mL (試料0.2g相当量) をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

PLS-2ミニカラムとPSAミニカラムを接続し、アセトニトリル5mLを流下し前処理をした。残留物をアセトニトリル10mLで溶解しミニカラムに流下後、さらにアセトニトリル10mLで容器内を洗い込み流下した。全流出液を合わせ溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-4. 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 (μ L)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	0.2	5	1	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (mg/kg)
0.0002	0.2	5	1	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、市販品 (栃木県産 大粒種)、日植防宮崎 (小粒種) の試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg) 及び0.1mg/kg添加濃度における回収試験を6連 (大粒種、小粒種各3連) 分析で実施した。また4.0mg/kg添加濃度における回収試験は10連 (品種毎各2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 (%)
日植防高知	4.0	89, 87	91	5
日植防宮崎		94, 89		
青森植		97, 95		
新潟植		95, 93		
長野植須坂		86, 85		
日植防宮崎	0.1	85, 82, 80, 83, 80,	81	3
市販品	0.01	100, 100, 90, 90, 90,	92	8

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
大粒種	処理前	<0.01	
	処理直後	1.04	0.96
	日植防高知	1.07	0.97
	処理3日後	0.99	1.20
	処理7日後	0.83	1.06
新潟植	処理前	<0.01	
	処理直後	1.25	0.82
	処理1日後	1.49	0.83
	処理3日後	1.15	0.79
	処理7日後	1.28	0.71
小粒種	処理前	<0.01	
	処理直後	1.66	1.30
	日植防山梨	1.71	1.08
	処理3日後	1.51	1.24
	処理7日後	1.64	1.07
日植防宮崎	処理前	<0.01	
	処理直後	1.93	1.90
	処理1日後	2.29	2.41
	処理3日後	2.80	1.86
	処理7日後	2.70	2.09

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の確認を行うごとに、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（クォ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。

また2021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
2022/7/7	85	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/7/13	91	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/7/20	95	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/8/4	89	<0.01	日植防宮崎	日植防山梨
2022/8/18	89	<0.01	日植防宮崎	日植防山梨
2022/8/19	84	<0.01	日植防高知	日植防高知
2022/8/22	89	<0.01	新潟植	新潟植
2022/8/25	80	<0.01	日植防高知	日植防高知
2022/8/25	91	<0.01	新潟植	新潟植
2022/8/29	93	<0.01	日植防宮崎	保存安定性試料
2022/10/11	88 97	<0.01	日植防高知 新潟植	保存安定性試料

11. 保存安定性の確認

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

試料	添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
日植防高知		62(2022/8/10-2022/10/11)	91, 87	89
新潟植	1	55(2022/8/17-2022/10/11)	96, 93	95
日植防宮崎		54(2022/7/6-2022/8/29)	89, 86	88

実試料最長保存日数：大粒種；日植防高知 10日間，新潟植 6日間
小粒種；日植防山梨 10日間，日植防宮崎 5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. 日植防高知試料（大粒種）のクロマトグラム

4-2. 新潟植試料（大粒種）のクロマトグラム

4-3. 日植防山梨試料（小粒種）のクロマトグラム

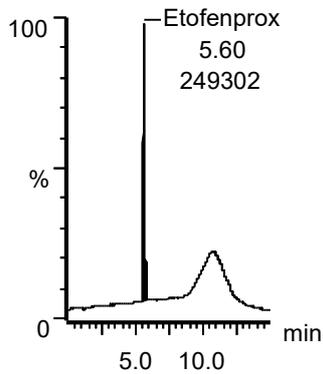
4-4. 日植防宮崎試料（小粒種）のクロマトグラム

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

(最終液量/注入量/試料量)
(-/1 μ L/-)

220713_06
STD0.008ng

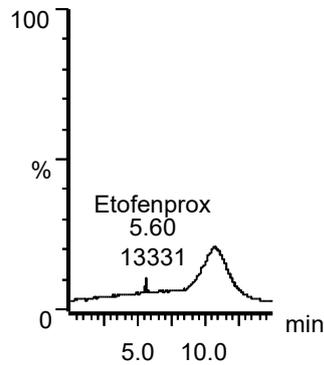


標準品 0.008ng

図1. エトフェンプロックス標準品のクロマトグラム

(-/1 μ L/-)

220713_24
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当量)

(5mL/1 μ L/-)

220620_08
40T

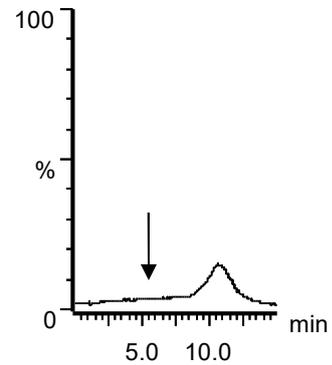
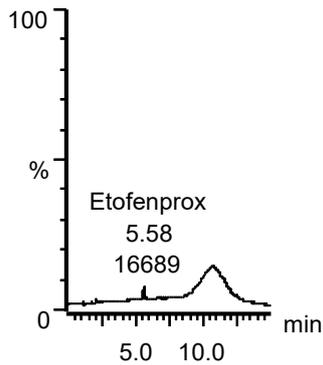


図2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g) (大粒種)

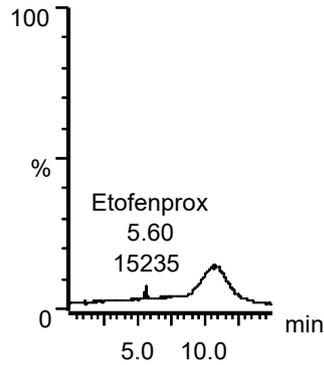
220620_16
40S-4



0.01mg/kg 添加回収 (定量限界相当)

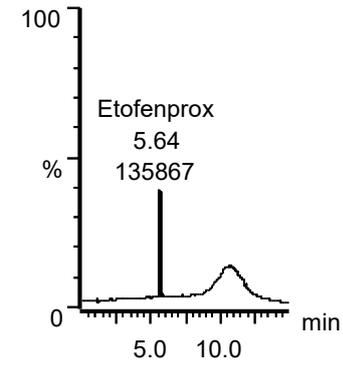
(5mL/1 μ L/0.2g) (小粒種)

220620_14
40S-2



(5mL/1 μ L/0.2g) (大粒種)

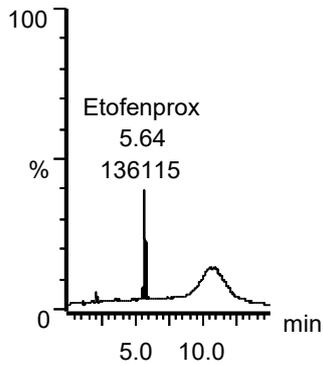
220621_24
40L0.1-4



0.1mg/kg 添加回収

(5mL/1 μ L/0.2g) (小粒種)

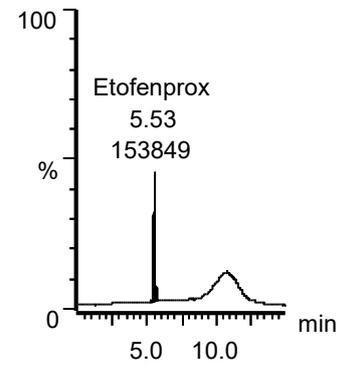
220621_22
40L0.1-2



0.1mg/kg 添加回収

(200mL/1 μ L/0.2g) (大粒種)

221013_24
F40ET-L4-5*40



4mg/kg 添加回収

(200mL/1 μ L/0.2g) (小粒種)

221013_20
D40ET-L4-2*40

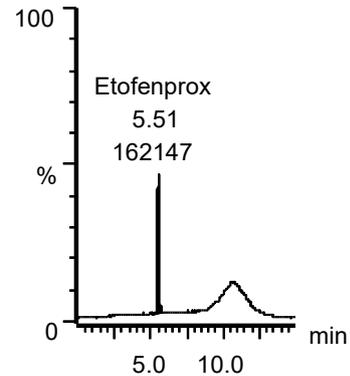


図3. 回収率のクロマトグラム

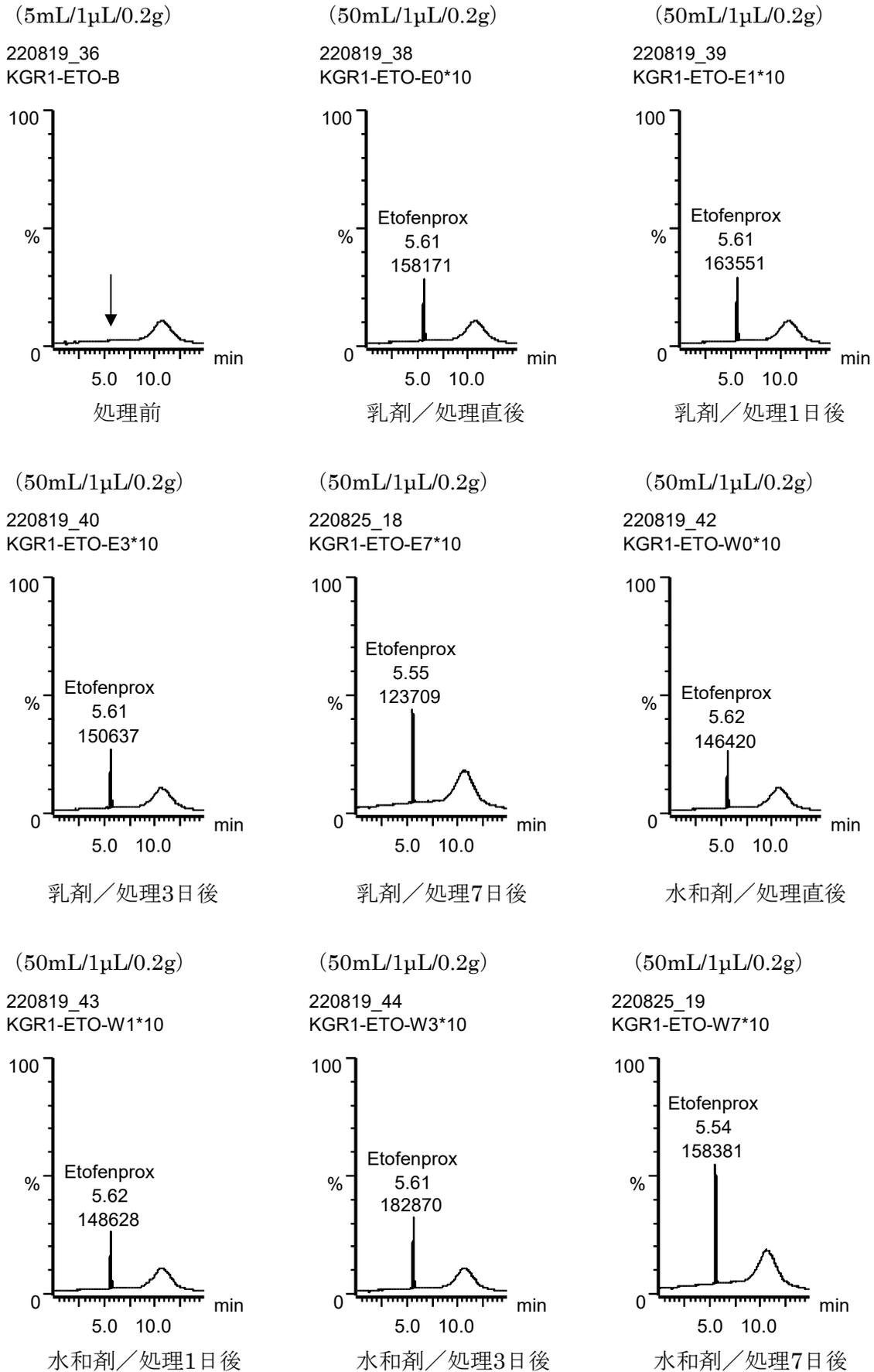


図4-1. 日植防高知試料（大粒種）のクロマトグラム

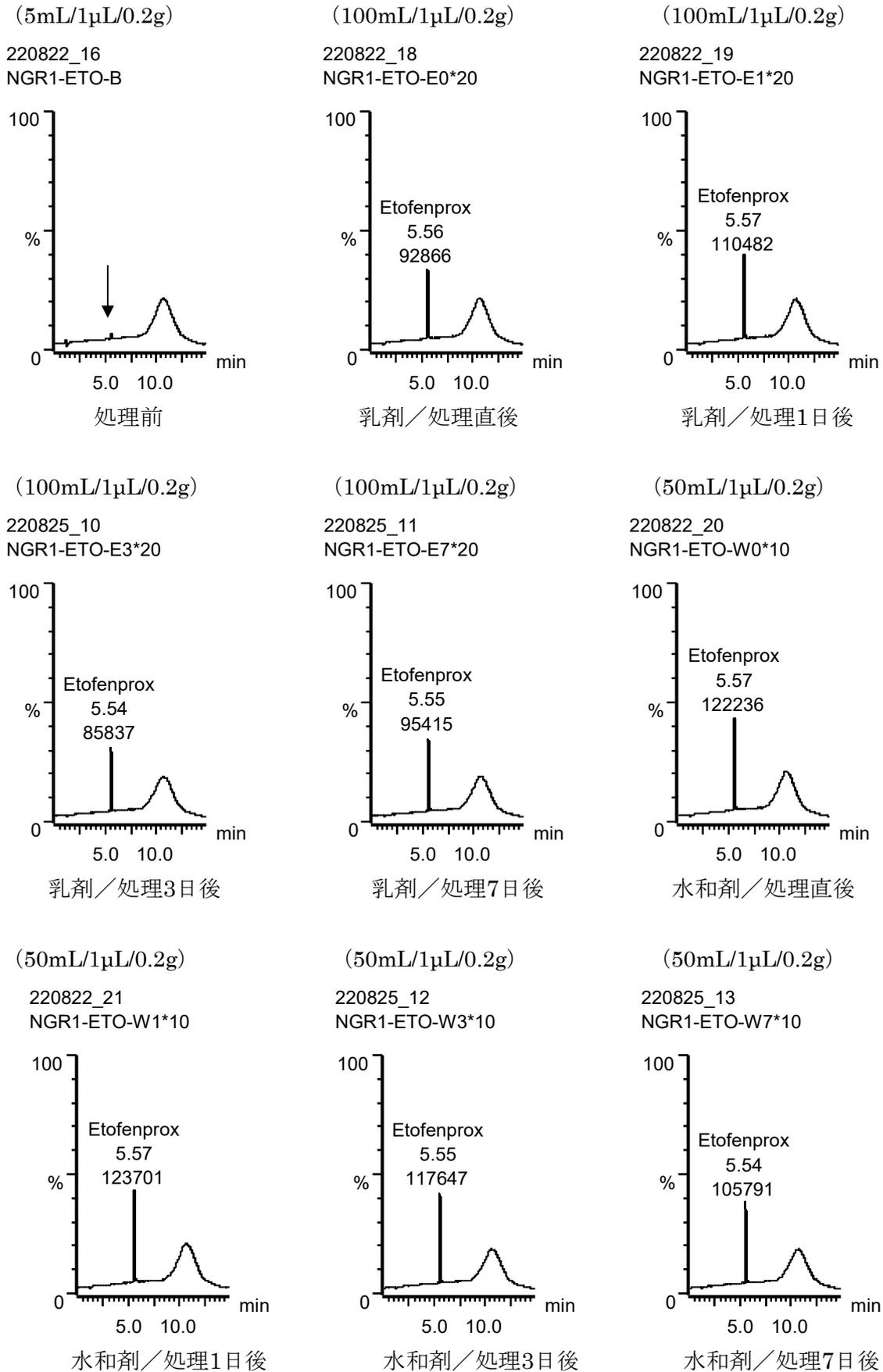


図4-2. 新潟植試料（大粒種）のクロマトグラム

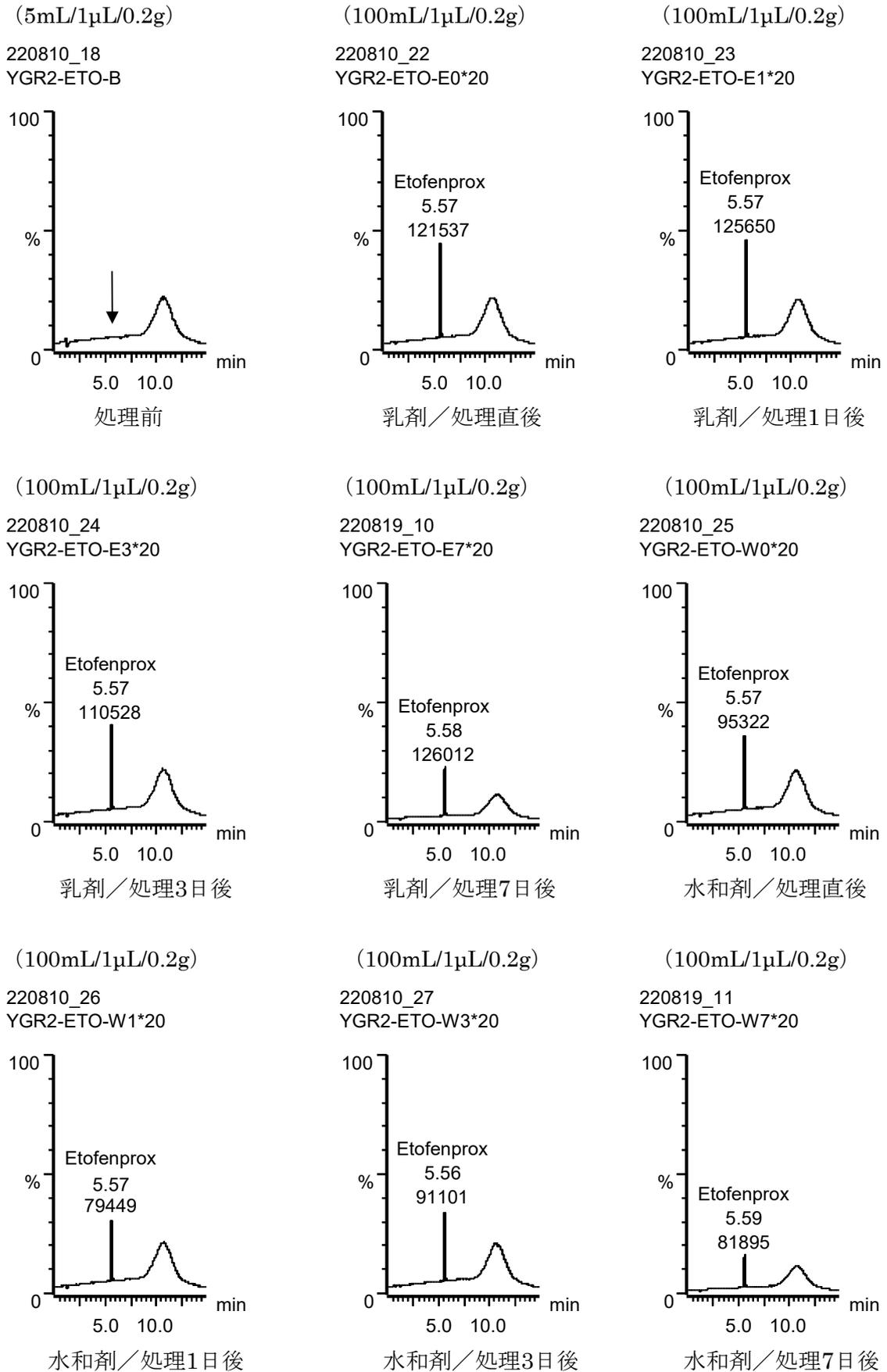


図4-3. 日植防山梨試料（小粒種）のクロマトグラム

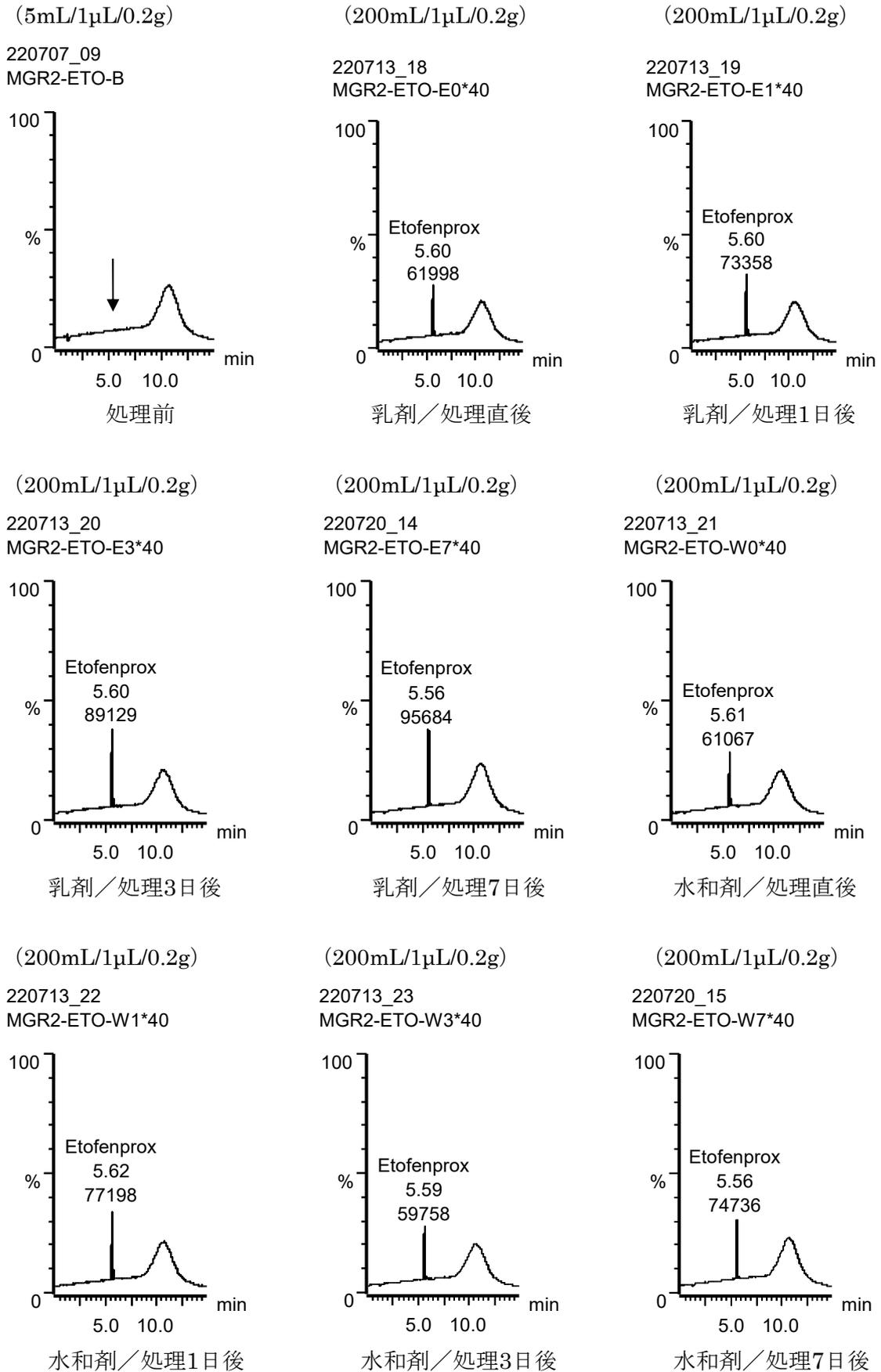


図4-4. 日植防宮崎（小粒種）のクロマトグラム

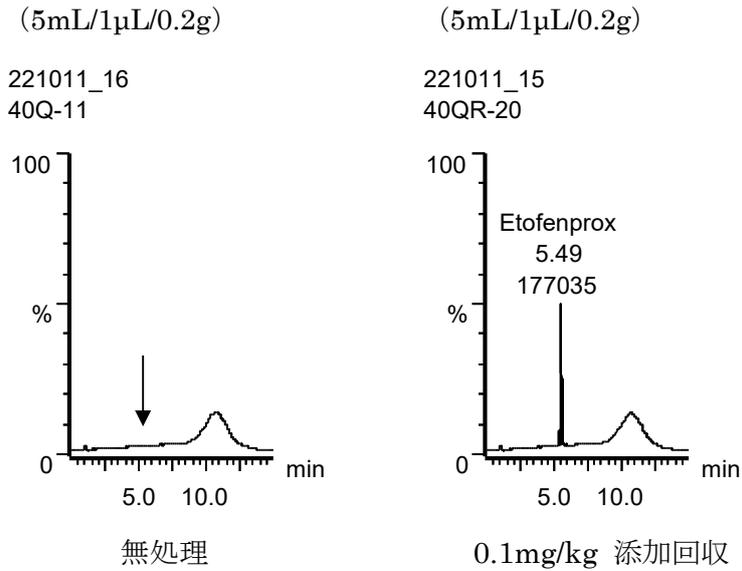


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

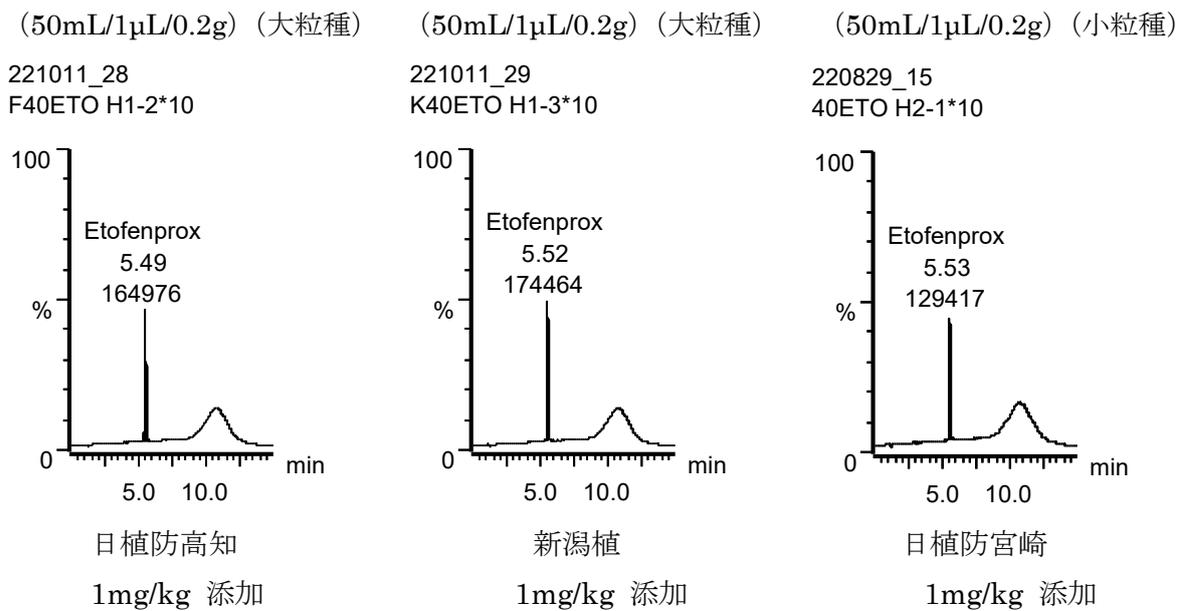


図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(d) 作物写真

1-1. ミクロブタニル



日植防山梨 処理前



日植防山梨 乳剤／処理直後



日植防山梨 水和剤／処理直後



日植防山梨 乳剤／処理1日後



日植防山梨 水和剤／処理1日後



日植防山梨 乳剤／処理3日後



日植防山梨 水和剤／処理3日後



日植防山梨 乳剂/处理7日後



日植防山梨 水和剂/处理7日後



青森植 处理前



青森植 乳剂/处理直後



青森植 水和剂/处理直後



青森植 乳剂/处理1日後



青森植 水和剂/处理1日後



青森植 乳剂／处理3日後



青森植 水和剂／处理3日後



青森植 乳剂／处理7日後



青森植 水和剂／处理7日後



日植防宮崎 处理前



日植防宮崎 乳剂／处理直後



日植防宮崎 水和剂／处理直後



日植防宮崎 乳剤／処理1日後



日植防宮崎 水和剤／処理1日後



日植防宮崎 乳剤／処理3日後



日植防宮崎 水和剤／処理3日後



日植防宮崎 乳剤／処理7日後



日植防宮崎 水和剤／処理7日後



石川植 処理前



石川植 乳剤／処理直後



石川植 水和剤／処理直後



石川植 乳剤／処理1日後



石川植 水和剤／処理1日後



石川植 乳剤／処理3日後



石川植 水和剤／処理3日後



石川植 乳剤／処理7日後



石川植 水和剤／処理7日後

1-2. トルフェンピラド



日植防高知 処理前



日植防高知 乳剤／処理直後



日植防高知 フロアブル／処理直後



日植防高知 乳剤／処理1日後



日植防高知 フロアブル／処理1日後



日植防高知 乳剤／処理3日後



日植防高知 フロアブル／処理3日後



日植防高知 乳剤／処理7日後



日植防高知 フロアブル／処理7日後



長野植須坂 処理前



長野植須坂 乳剤／処理直後



長野植須坂 フロアブル／処理直後



長野植須坂 乳剤／処理1日後



長野植須坂 フロアブル／処理1日後



長野植須坂 乳剤／処理3日後



長野植須坂 フロアブル／処理3日後



長野植須坂 乳剤／処理7日後



長野植須坂 フロアブル／処理7日後



日植防山梨 処理前



日植防山梨 乳剤／処理直後



日植防山梨 フロアブル／処理直後



日植防山梨 乳剤／処理1日後



日植防山梨 フロアブル／処理1日後



日植防山梨 乳剤／処理3日後



日植防山梨 フロアブル／処理3日後



日植防山梨 乳剤／処理7日後



日植防山梨 フロアブル／処理7日後



日植防宮崎 処理前



日植防宮崎 乳剤／処理直後



日植防宮崎 フロアブル／処理直後



日植防宮崎 乳剤／処理1日後



日植防宮崎 フロアブル／処理1日後



日植防宮崎 乳剤／処理3日後



日植防宮崎 フロアブル／処理3日後



日植防宮崎 乳剤／処理7日後



日植防宮崎 フロアブル／処理7日後

1-3. エトフェンプロックス (大粒種)



日植防高知 処理前



日植防高知 乳剤／処理直後



日植防高知 水和剤／処理直後



日植防高知 乳剤／処理1日後



日植防高知 水和剤／処理1日後



日植防高知 乳剤／処理3日後



日植防高知 水和剤／処理3日後



日植防高知 乳剤／処理7日後



日植防高知 水和剤／処理7日後



新潟植 処理前



新潟植 乳剤／処理直後



新潟植 水和剤／処理直後



新潟植 乳剤／処理1日後



新潟植 水和剤／処理1日後



新潟植 乳剤／処理3日後



新潟植 水和剤／処理3日後



新潟植 乳剤／処理7日後



新潟植 水和剤／処理7日後



日植防山梨 処理前



日植防山梨 乳剤／処理直後



日植防山梨 水和剤／処理直後



日植防山梨 乳剤／処理1日後



日植防山梨 水和剤／処理1日後



日植防山梨 乳剤／処理3日後



日植防山梨 水和剤／処理3日後



日植防山梨 乳剤／処理7日後



日植防山梨 水和剤／処理7日後



日植防宮崎 処理前



日植防宮崎 乳剤/処理直後



日植防宮崎 水和剤/処理直後



日植防宮崎 乳剤/処理1日後



日植防宮崎 水和剤/処理1日後



日植防宮崎 乳剤/処理3日後



日植防宮崎 水和剤/処理3日後



日植防宮崎 乳剤/処理7日後



日植防宮崎 水和剤/処理7日後

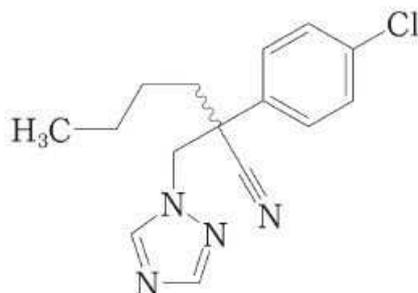
(4) ミニトマト (調査2)

(a) 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：白色，針状結晶，芳香臭

融点：71.7℃

蒸気圧 (25℃)：1.72×10⁻⁶Pa

オクタノール／水分配係数 (22℃)：log Pow = 1.98

溶解性 (22℃)：水 142mg/L

メタノール >1000g/L, アセトン >1000g/L, 酢酸エチル >1000g/L,

ジクロロメタン >1000g/L, キシレン 197.8g/L, ヘキサン 1.22g/L

安定性：熱；150℃まで安定

加水分解性半減期；加水分解を受けない

水中光分解性半減期 (31℃)；591時間 (自然水)

その他；酸，アルカリで安定 (pH5, pH7, pH9)

出典：農薬ハンドブック 2021年版

2. 標準品及び試薬

ミクロブタニル標準品：純度99.8% (富士フイルム和光純薬製)

アセトン，アセトニトリル：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)

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用 (関東化学製)

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

PLS-2ミニカラム：InertSep PLS-2 500mg/6mL (ジーエルサイエンス製)

PSAミニカラム : Bond Elut PSA Jr 500 mg (アジレント・テクノロジー製)

濾紙 : No.5A (桐山製作所製)

ガラス繊維濾紙 : GFP (桐山製作所製)

3. 装置及び機器

電子天秤 : XSR205, XS4002S (メラー・トレッド製), S-BOX WP (イシダ製)

ミキサー : DLC-NXPLUS (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-300 (ビュッヒ製)

液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

XEVO TQ-S micro (waters 製)

データ処理ソフトウェア : MassLynx (waters 製)

4. 測定機器の操作条件

4-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム : ACQUITY UPLC BEH C18 (waters 製)

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.7 μ m

溶離液 : A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

[グラジエント テーブル]

時間(分)	流量(mL/分)	A 液 : B 液
Initial	0.20	15 : 85
6.0	0.20	15 : 85
8.0	0.20	5 : 95
10.0	0.20	5 : 95
12.0	0.20	15 : 85
15.0	0.20	15 : 85

カラム温度 : 40°C

注入量 : 1 μ L

ランタイム : 15 分

保持時間 : 約 1.5 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 (ES)，正モード

脱溶媒ガス流量：1000L/Hr

脱溶媒ガス温度：500℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：32V

コリジョン電圧：28V

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 289.16

プロダクトイオン；m/z 125.02

5. 検量線の作成

マイ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20mg/L標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して0.0002，0.0004，0.0008，0.004及び0.008mg/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マイ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、ヘタを除き、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6-2. 抽出

磨砕均一化した試料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繊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2mL (試料0.2g相当量) をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

PLS-2ミニカラムとPSAミニカラムを接続し、アセトニトリル5mLを流下し前処理をした。残留物をアセトニトリル10mLで溶解しミニカラムに流下後、さらにアセトニトリル10mLで容器内を洗い込み流下した。全流出液を合わせ溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-4. 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、検量線よりマイ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 (μ L)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	0.2	5	1	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (mg/kg)
0.0002	0.2	5	1	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防宮崎の無処理試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg) , 0.1mg/kg及び1.0mg/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 (%)
日植防宮崎	1.0	101, 98, 98, 94, 94	97	3
	0.1	87, 82, 81, 76, 72	80	7
	0.01	90, 90, 90, 80, 80	86	6

9. 試料分析結果

試料調製場所	処理時期	経過日数	分析値(mg/kg)	
			乳剤	水和剤
日植防茨城	収穫初期	処理前	< 0.01	
		処理直後	0.29	0.30
		処理1日後	0.25	0.22
	収穫盛期	処理直後	0.40	0.40
		処理1日後	0.42	0.37
		処理前	< 0.01	
日植防高知	収穫初期	処理直後	0.38	0.36
		処理1日後	0.32	0.32
		処理前	< 0.01	
	収穫盛期	処理直後	0.41	0.37
		処理1日後	0.33	0.36
		処理前	< 0.01	
日植防宮崎	収穫初期	処理直後	0.38	0.38
		処理1日後	0.34	0.33
		処理前	< 0.01	
	収穫盛期	処理直後	0.45	0.47
		処理1日後	0.34	0.32
		処理前	< 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の確認を行うごとに、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。

また2021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
2022/11/16	87	< 0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/11/18	89	< 0.01	日植防宮崎	日植防茨城
2022/11/21	89	< 0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/11/22	93	< 0.01	日植防高知	日植防高知
2022/11/24	91	< 0.01	日植防宮崎	日植防宮崎

2022/11/25	93	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/11/29	89	<0.01	日植防宮崎	日植防高知
2022/12/20	83	<0.01	日植防宮崎	日植防茨城
2022/12/21	94	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/12/22	92	<0.01	日植防宮崎	日植防高知
2023/1/6	92	<0.01	日植防宮崎	保存安定性試料

11. 保存安定性の確認

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

添加濃度(mg/kg)	保存期間（日）	回収率(%)	平均回収率(%)
1	52 (2022/11/15 - 2023/1/6)	91, 90	91

実試料最長保存日数：日植防茨城 13日間，日植防高知 7日間，日植防宮崎 7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. 日植防茨城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. 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

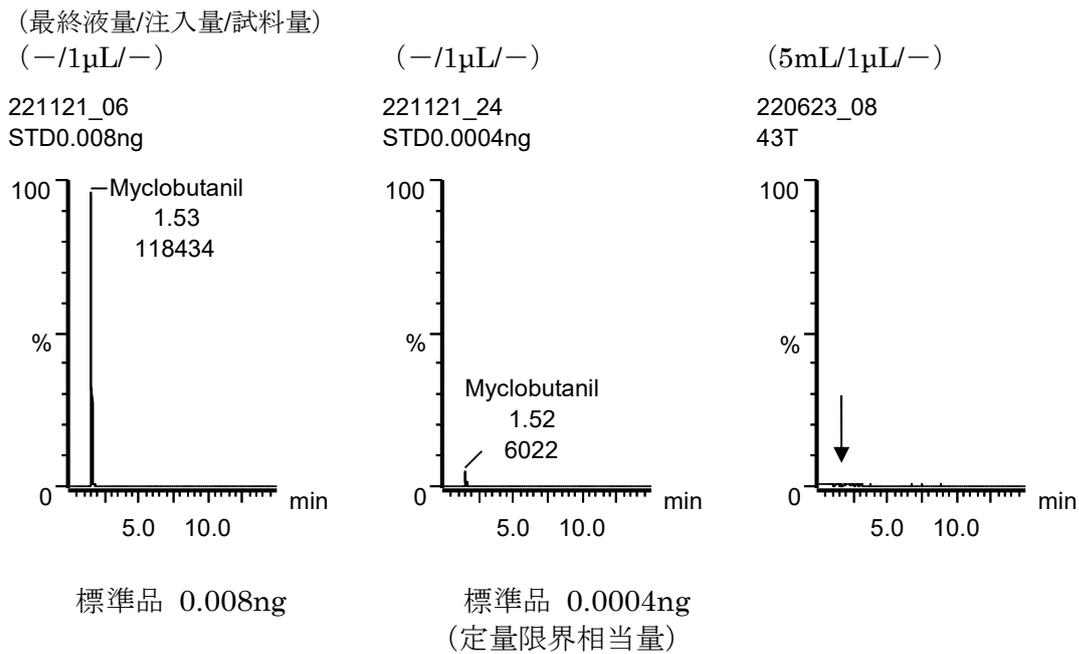


図1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

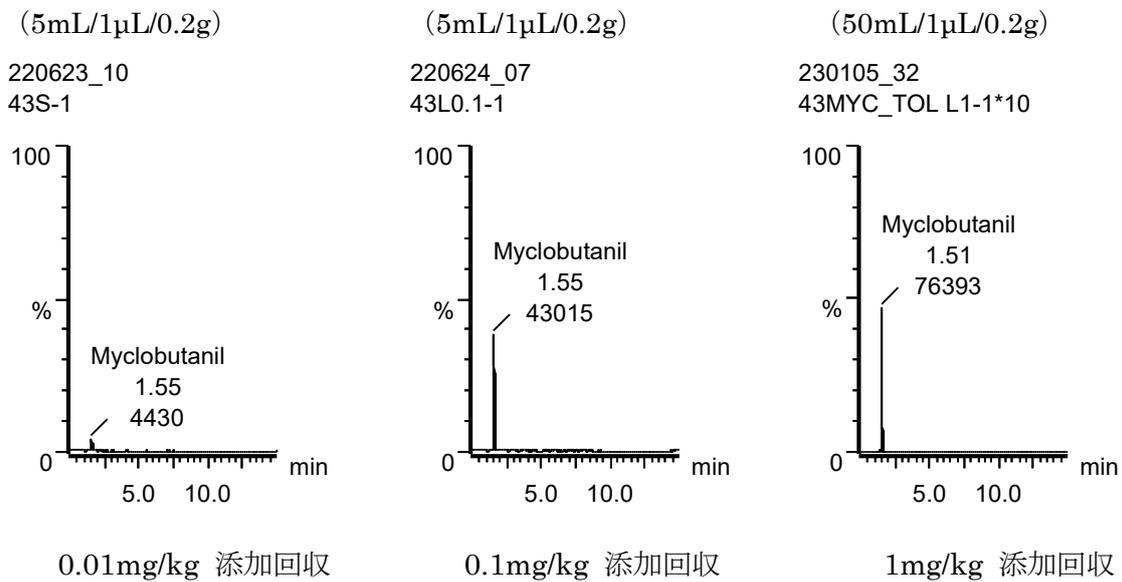
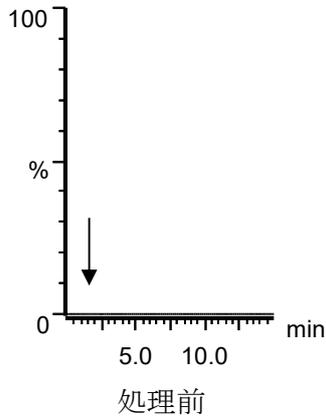


図3. 回収率のクロマトグラム

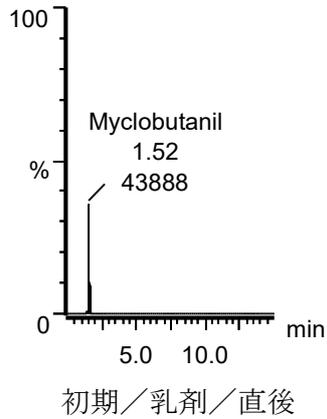
(5mL/1μL/0.2g)

221121_14
ITO1-MYC-B



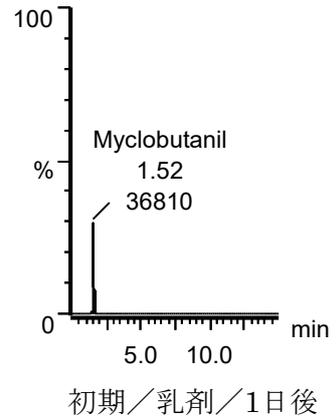
(20mL/1μL/0.2g)

221121_25
ITO1-MYC-E0*4



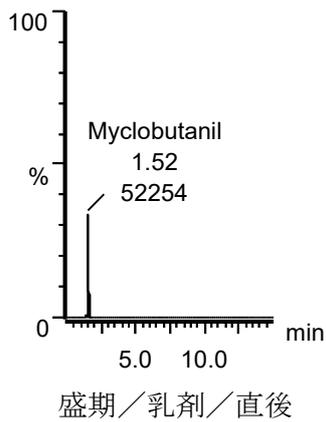
(20mL/1μL/0.2g)

221121_26
ITO1-MYC-E1*4



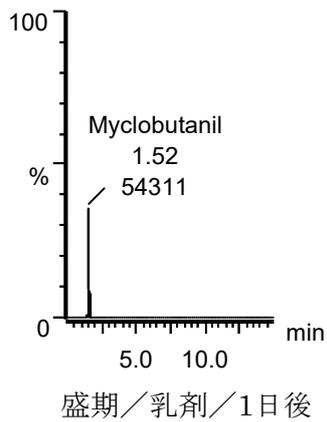
(25mL/1μL/0.2g)

221220_75
ITO2-MYC-E0*5



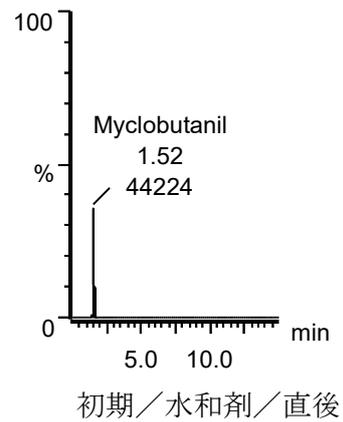
(25mL/1μL/0.2g)

221220_76
ITO2-MYC-E1*5



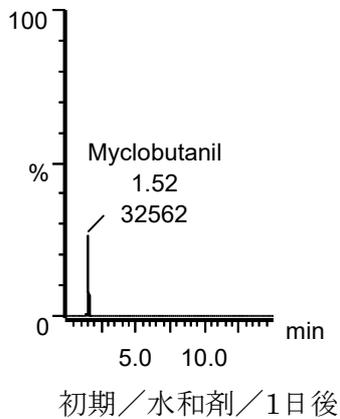
(20mL/1μL/0.2g)

221121_27
ITO1-MYC-W0*4



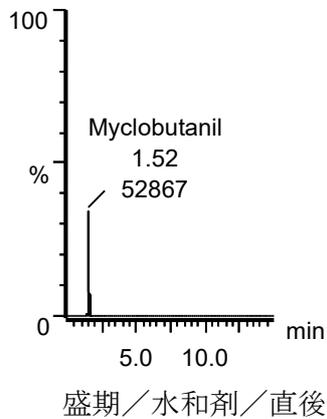
(20mL/1μL/0.2g)

221121_28
ITO1-MYC-W1*4



(25mL/1μL/0.2g)

221220_77
ITO2-MYC-W0*5



(25mL/1μL/0.2g)

221220_78
ITO2-MYC-W1*5

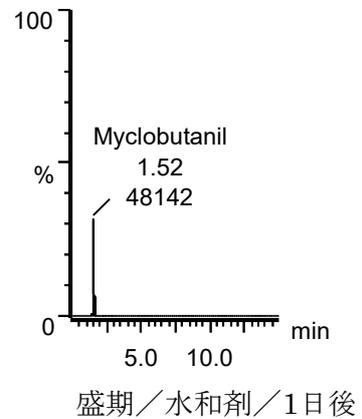


図4-1. 日植防茨城試料のクロマトグラム

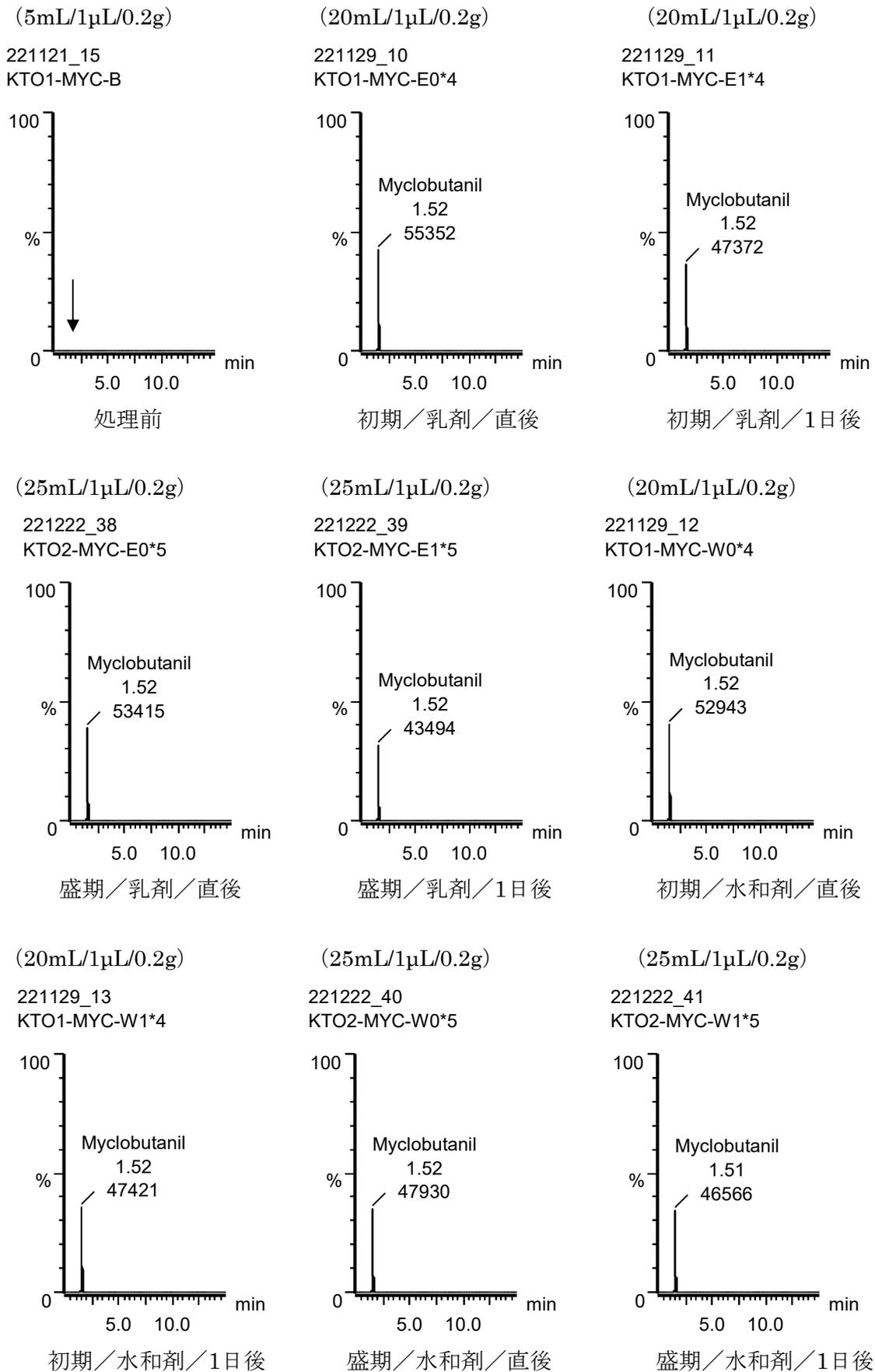


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

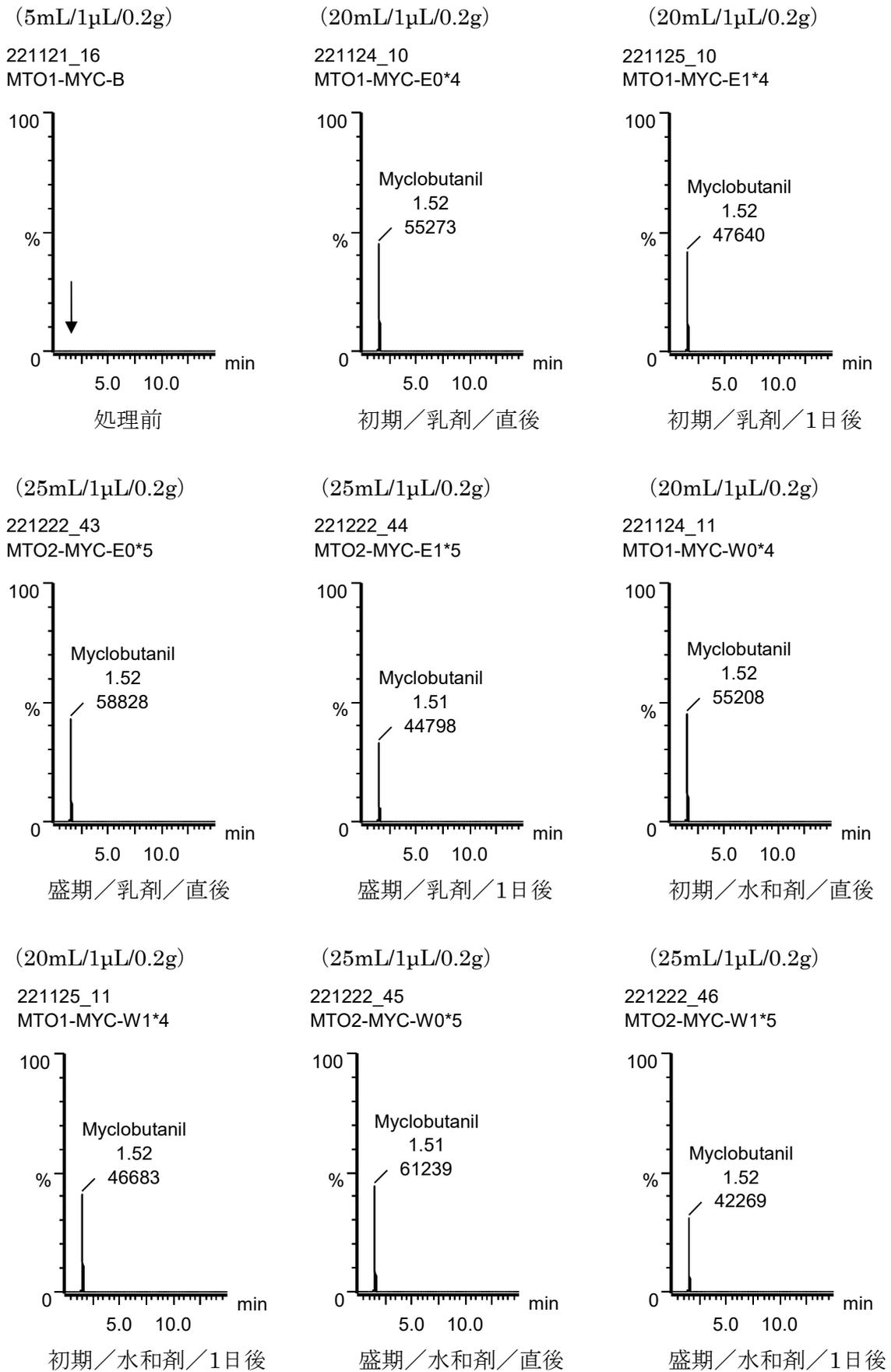
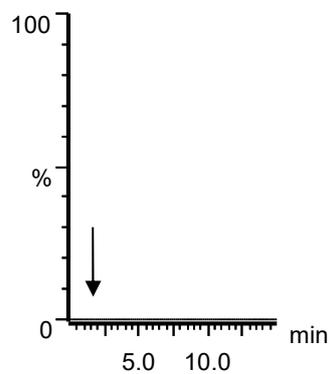


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

(5mL/1μL/0.2g)

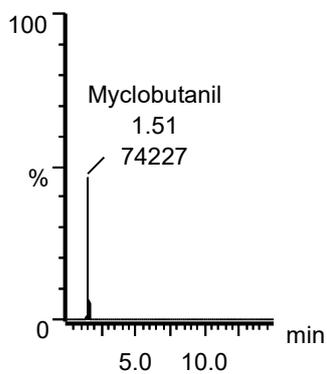
230106_36
43Q-8



無処理

(5mL/1μL/0.2g)

230106_37
43QR-11

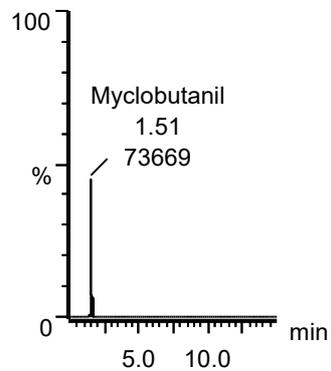


0.1mg/kg 添加回収

図5. 内部精度管理のクロマトグラム

(50mL/1μL/0.2g)

230106_38
43MYC H-1*10



1mg/kg 添加

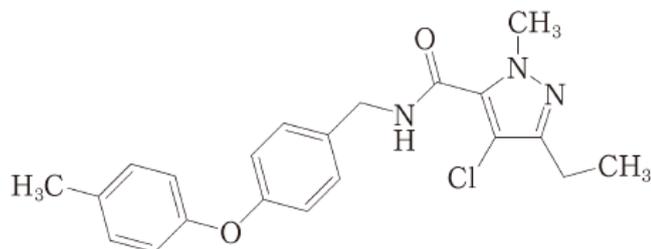
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(b) 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*-tolylloxy)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℃

蒸気圧（20℃）：5×10⁻⁷ Pa

オクタノール／水分配係数（25℃）：log Pow=5.61

溶解性（20℃）：水 0.087 mg/L, 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

安定性：熱；安定

加水分解性半減期（25℃）；>1年（pH4, pH7, pH9）

水中光分解性半減期（25℃）；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 2021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，アセトニトリル：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）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

PLS-2ミニカラム：InertSep PLS-2 500mg/6mL（ジーエルサイエンス製）

PSAミニカラム：Bond Elut PSA Jr 500 mg（アジレント・テクノロジー製）

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

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

ミキサー：DLC-NXPLUS（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-300（ビュッヒ製）

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）：

XEVO TQ-S micro（waters 製）

データ処理ソフトウェア：MassLynx（waters 製）

4. 測定機器の操作条件

4-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム：ACQUITY UPLC BEH C18（waters 製）

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.7 μ m

溶離液：A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

[グラジエント テーブル]

時間(分)	流量(mL/分)	A 液 : B 液
Initial	0.20	15 : 85
6.0	0.20	15 : 85
8.0	0.20	5 : 95
10.0	0.20	5 : 95
12.0	0.20	15 : 85
15.0	0.20	15 : 85

カラム温度：40℃

注入量：1 μ L

ランタイム：15 分

保持時間：約 2.4 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 (ES)，正モード

脱溶媒ガス流量：1000L/Hr

脱溶媒ガス温度：500℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：14V

コリジョン電圧：26V

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 384.23

プロダクトイオン；m/z 197.08

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20mg/L標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して0.0002, 0.0004, 0.0008, 0.004及び0.008mg/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、ヘタを除き、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6-2. 抽出

磨砕均一化した試料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繊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2mL (試料0.2g相当量) をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

PLS-2ミニカラムとPSAミニカラムを接続し、アセトニトリル5mLを流下し前処理をした。残留物をアセトニトリル10mLで溶解しミニカラムに流下後、さらにアセトニトリル10mLで容器内を洗い込み流下した。全流出液を合わせ溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-4. 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 (μ L)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	0.2	5	1	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (mg/kg)
0.0002	0.2	5	1	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防宮崎の無処理試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg) , 0.1mg/kg及び1.0mg/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 (%)
日植防宮崎	1.0	98, 96, 95, 94, 92	95	2
	0.1	92, 88, 87, 84, 82	87	4
	0.01	100, 100, 100, 90, 90	96	6

9. 試料分析結果

試料調製場所	処理時期	経過日数	分析値(mg/kg)	
			乳剤	フロアブル
日植防茨城	収穫初期	処理前	<0.01	
		処理直後	0.68	0.42
		処理1日後	0.62	0.50
	収穫盛期	処理直後	0.70	0.61
		処理1日後	0.57	0.51
		処理前	<0.01	
日植防高知	収穫初期	処理直後	0.53	0.48
		処理1日後	0.56	0.52
		処理前	<0.01	
	収穫盛期	処理直後	0.74	0.66
		処理1日後	0.66	0.57
		処理前	<0.01	
日植防宮崎	収穫初期	処理直後	0.74	0.53
		処理1日後	0.77	0.57
		処理前	<0.01	
	収穫盛期	処理直後	0.70	0.59
		処理1日後	0.70	0.53
		処理前	<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の確認を行うごとに、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（クォ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。

また2021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
2022/11/16	89	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/11/18	92	<0.01	日植防宮崎	日植防茨城
2022/11/21	90	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/11/22	94	<0.01	日植防高知	日植防高知
2022/11/24	95	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎

2022/11/25	96	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/11/29	95	<0.01	日植防宮崎	日植防高知
2022/12/20	90	<0.01	日植防宮崎	日植防茨城
2022/12/21	95	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/12/22	94	<0.01	日植防宮崎	日植防高知
2023/1/6	94	<0.01	日植防宮崎	保存安定性試料

11. 保存安定性の確認

磨砕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℃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	52 (2022/11/15－2023/1/6)	95, 94	95

実試料最長保存日数：日植防茨城 13日間，日植防高知 7日間，日植防宮崎 7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. 日植防茨城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

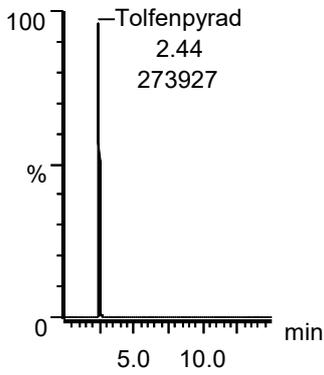
4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

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

(最終液量/注入量/試料量)
(-/1 μ L/-)

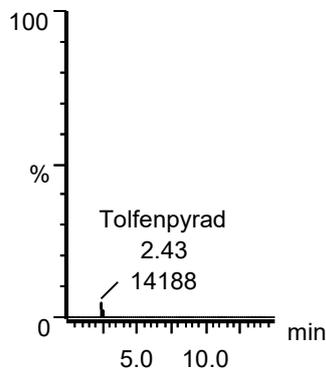
221121_06
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(-/1 μ L/-)

221121_24
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当量)

(5mL/1 μ L/-)

220623_08
43T

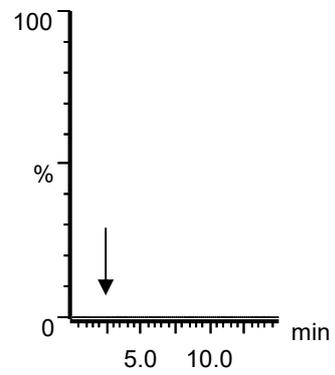
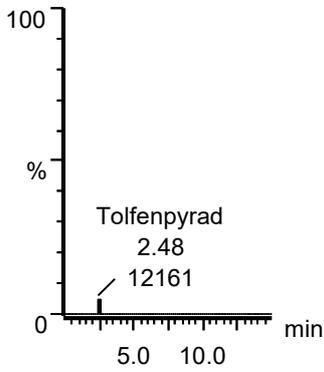


図1. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

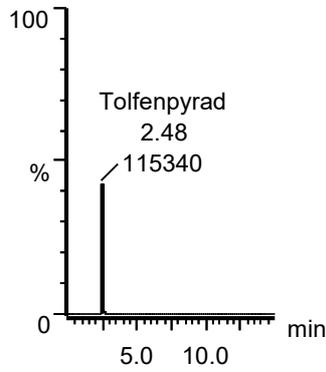
220623_10
43S-1



0.01mg/kg 添加回収
(定量限界相当)

(5mL/1 μ L/0.2g)

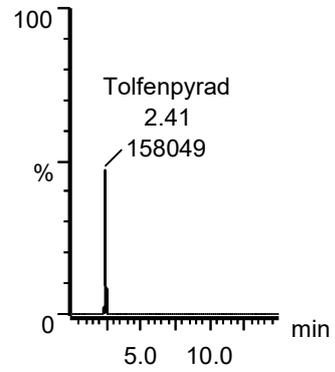
220624_07
43L0.1-1



0.1mg/kg 添加回収

(50mL/1 μ L/0.2g)

230105_32
43MYC_TOL L1-1*10



1mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

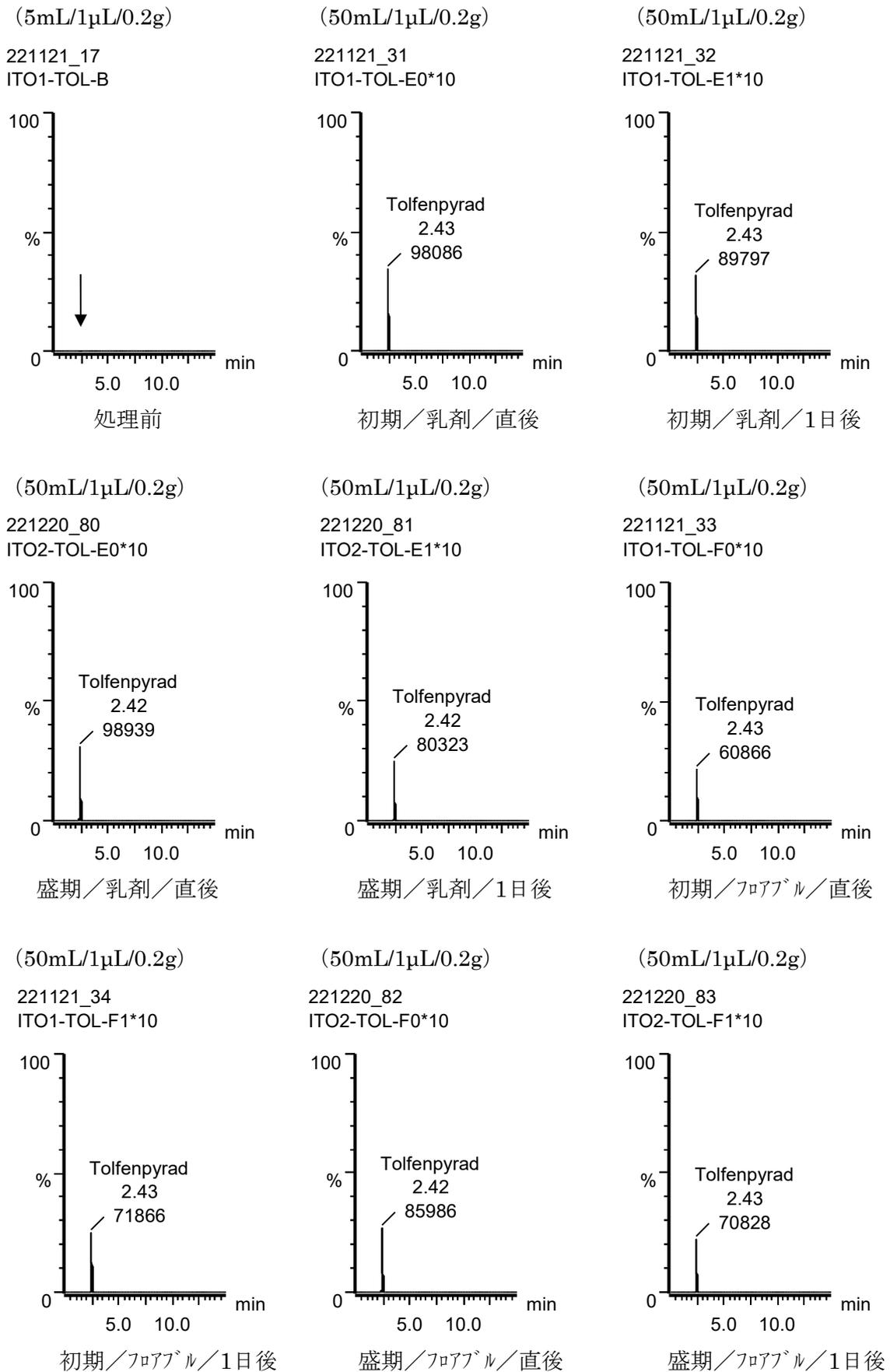


図4-1. 日植防茨城試料のクロマトグラム

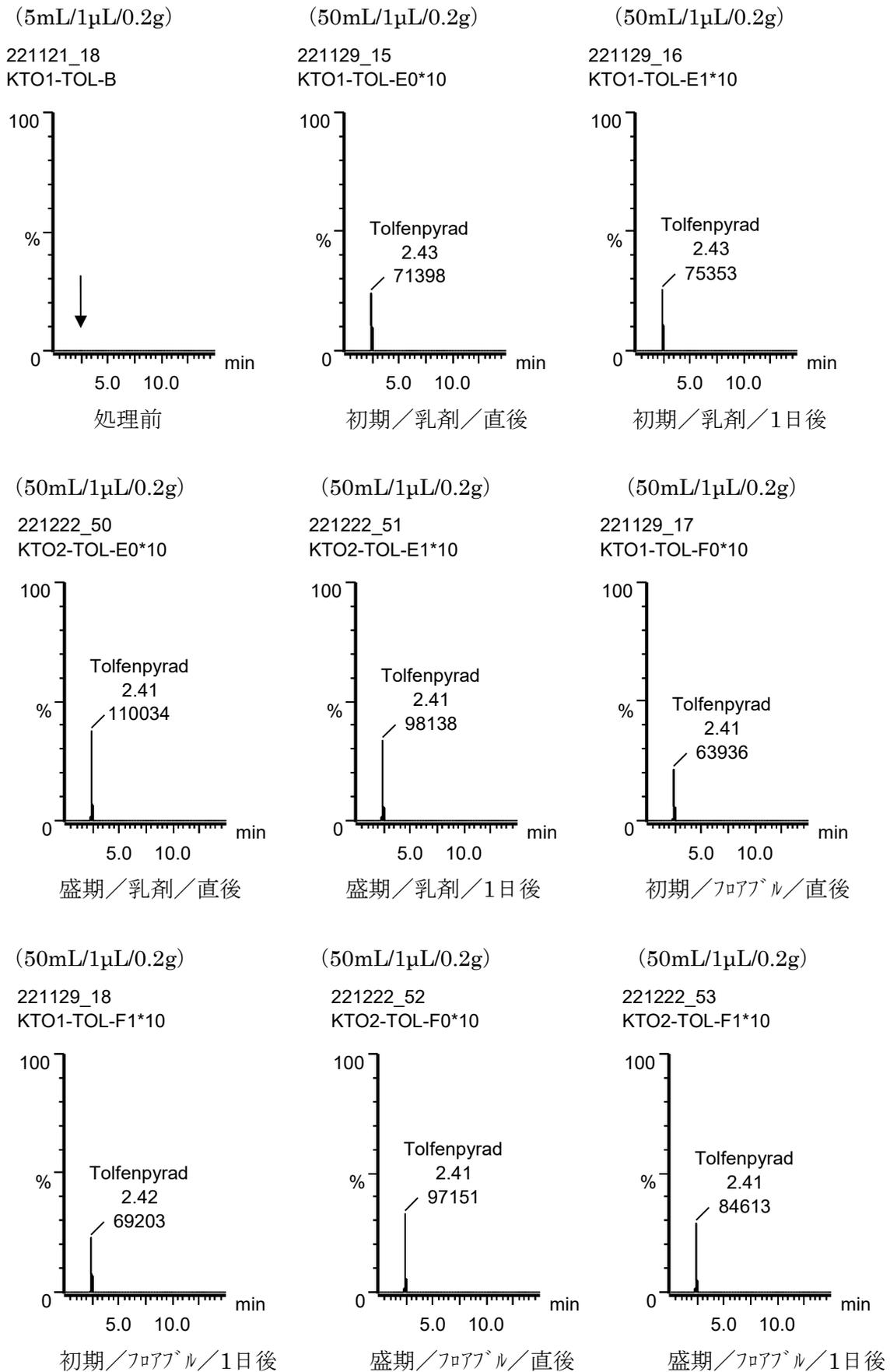


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

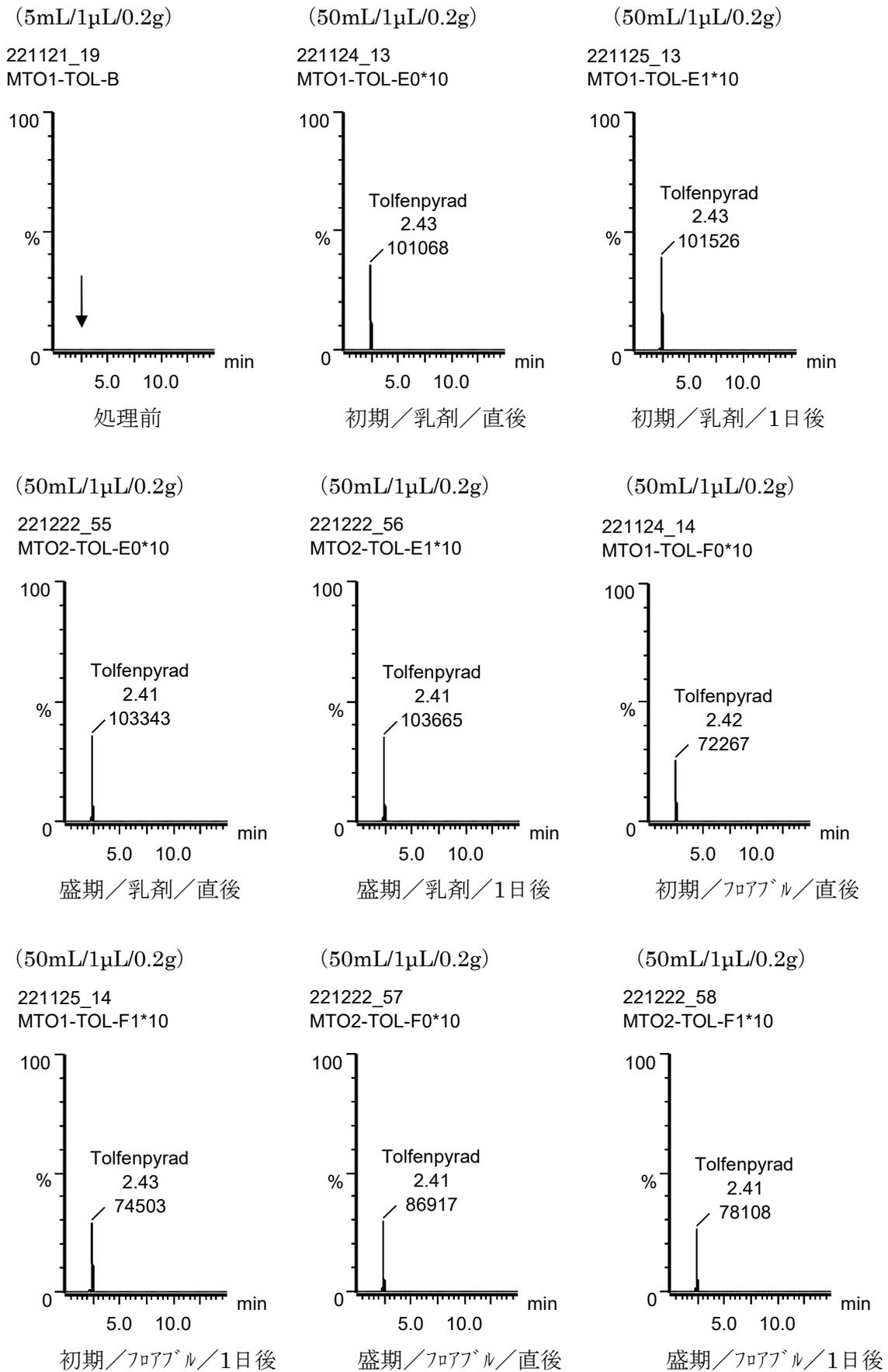
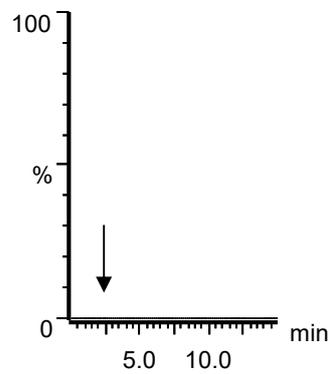


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

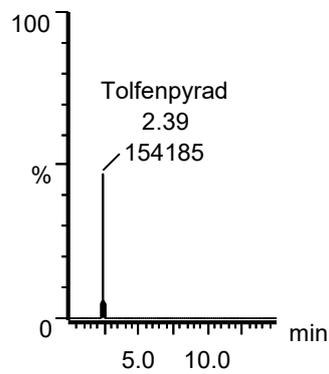
230106_36
43Q-8



無処理

(5mL/1 μ L/0.2g)

230106_37
43QR-11

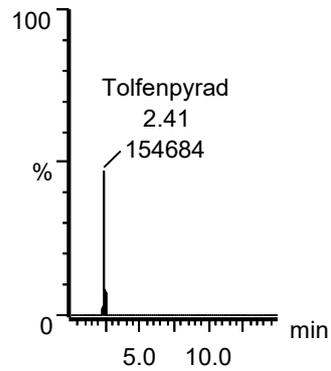


0.1mg/kg 添加回収

図5. 内部精度管理のクロマトグラム

(50mL/1 μ L/0.2g)

230106_41
43TOL H-1*10



1mg/kg 添加

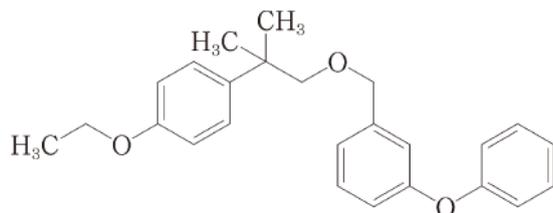
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(c) 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，僅かに芳香臭あり

融点：37.4±0.1℃

蒸気圧（25℃換算）：8.13×10⁻⁷ Pa

オクタノール／水分配係数（20℃）：log Pow=6.9

溶解性（20℃）：水 22.5µg/L, アセトン 877g/L, エタノール 98g/L, キシレン 856g/L,
ジクロロメタン 924g/L, 酢酸エチル 837g/L, トルエン 862g/L,
ヘキサン667g/L, ヘプタン 621g/L, メタノール 49 g/L

安定性：熱；25℃～150℃の範囲で安定

加水分解性半減期（25℃）；>1年（pH5, pH7, pH9）

水中光分解性半減期（25℃）；4.7日（緩衝液），7.9日（自然水）

出典：農薬ハンドブック 2021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%（富士フイルム和光純薬製）

アセトン，アセトニトリル：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）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

PLS-2ミニカラム：InertSep PLS-2 500mg/6mL（ジーエルサイエンス製）

PSAミニカラム：Bond Elut PSA Jr 500 mg（アジレント・テクノロジー製）

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

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

ミキサー：DLC-NXPLUS（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-300（ビュッヒ製）

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）：

XEVO TQ-S micro（waters 製）

データ処理ソフトウェア：MassLynx（waters 製）

4. 測定機器の操作条件

4-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム：ACQUITY UPLC BEH C18（waters 製）

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.7 μ m

溶離液：A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

[グラジエント テーブル]

時間(分)	流量(mL/分)	A 液 : B 液
Initial	0.20	15 : 85
6.0	0.20	15 : 85
8.0	0.20	5 : 95
10.0	0.20	5 : 95
12.0	0.20	15 : 85
15.0	0.20	15 : 85

カラム温度：40℃

注入量：1 μ L

ランタイム：15 分

保持時間：約 5.5 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 (ES)，正モード

脱溶媒ガス流量：1000L/Hr

脱溶媒ガス温度：500℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：14V

コリジョン電圧：12V

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 394.33

プロダクトイオン；m/z 359.19

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1000mg/L標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して20mg/L標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して0.0002，0.0004，0.0008，0.004及び0.008mg/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、ヘタを除き、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6-2. 抽出

磨砕均一化した試料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繊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2mL (試料0.2g相当量) をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

PLS-2ミニカラムとPSAミニカラムを接続し、アセトニトリル5mLを流下し前処理をした。残留物をアセトニトリル10mLで溶解しミニカラムに流下後、さらにアセトニトリル10mLで容器内を洗い込み流下した。全流出液を合わせ溶出液とした。この溶出液を40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6-4. 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 (μ L)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	0.2	5	1	0.01

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (mg/kg)
0.0002	0.2	5	1	0.005

8. 回収率

分析法確認のため、日植防宮崎の無処理試料を用いて、定量限界相当(0.01mg/kg) , 0.1mg/kg及び2.0mg/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 (%)
日植防宮崎	2.0	100,	98,	98,	96,	94	97	2
	0.1	92,	91,	88,	87,	85	89	3
	0.01	90,	90,	90,	80,	80	86	6

9. 試料分析結果

試料調製場所	処理時期	経過日数	分析値(mg/kg)	
			乳剤	水和剤
日植防茨城	収穫初期	処理前	< 0.01	
		処理直後	0.61	0.36
		処理1日後	0.57	0.44
	収穫盛期	処理直後	0.75	0.55
		処理1日後	0.74	0.42
		処理前	<0.01	
日植防高知	収穫初期	処理直後	0.50	0.66
		処理1日後	0.71	0.54
		処理前	<0.01	
	収穫盛期	処理直後	0.44	0.36
		処理1日後	0.44	0.37
		処理前	<0.01	
日植防宮崎	収穫初期	処理直後	0.89	0.52
		処理1日後	1.06	0.63
		処理前	<0.01	
	収穫盛期	処理直後	1.00	0.63
		処理1日後	0.90	0.58
		処理前	<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の確認を行うごとに、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。

また2021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
2022/11/16	95	< 0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/11/18	96	< 0.01	日植防宮崎	日植防茨城
2022/11/21	94	< 0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/11/22	101	< 0.01	日植防高知	日植防高知
2022/11/24	96	< 0.01	日植防宮崎	日植防宮崎

2022/11/25	98	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/11/29	93	<0.01	日植防宮崎	日植防高知
2022/12/20	94	<0.01	日植防宮崎	日植防茨城
2022/12/21	99	<0.01	日植防宮崎	日植防宮崎
2022/12/22	94	<0.01	日植防宮崎	日植防高知
2023/1/6	95	<0.01	日植防宮崎	保存安定性試料

11. 保存安定性の確認

磨砕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℃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	52 (2022/11/15 - 2023/1/6)	96, 94	95

実試料最長保存日数：日植防茨城 13日間，日植防高知 7日間，日植防宮崎 7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. 日植防茨城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. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

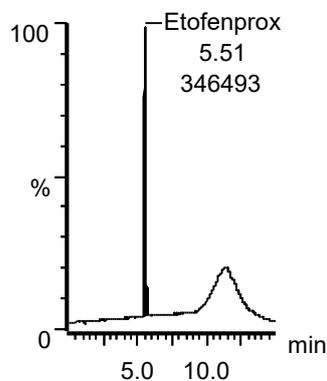
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(最終液量/注入量/試料量)

(-/1 μ L/-)

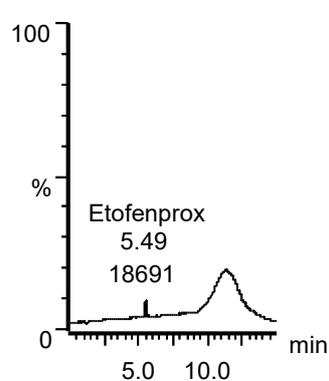
221121_06
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(-/1 μ L/-)

221121_24
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当量)

(5mL/1 μ L/-)

220623_08
43T

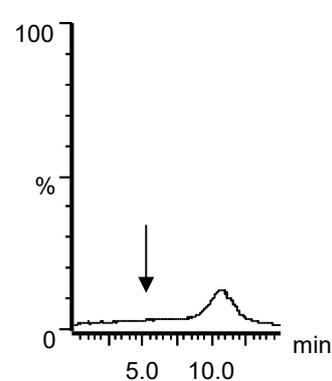
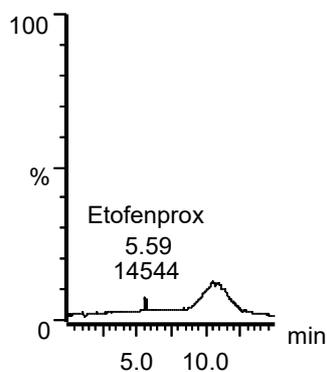


図1. エトフェンプロックス標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

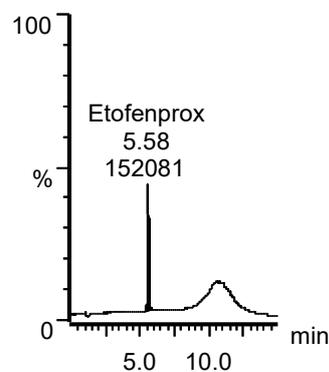
220623_10
43S-1



0.01mg/kg 添加回収
(定量限界相当)

(5mL/1 μ L/0.2g)

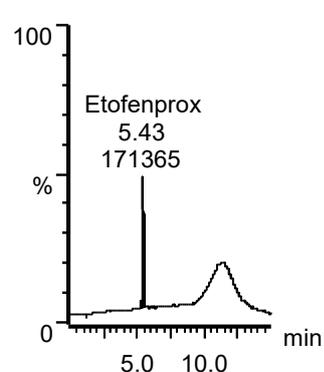
220624_07
43L0.1-1



0.1mg/kg 添加回収

(100mL/1 μ L/0.2g)

230105_39
43ETO L2-2*20



2mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

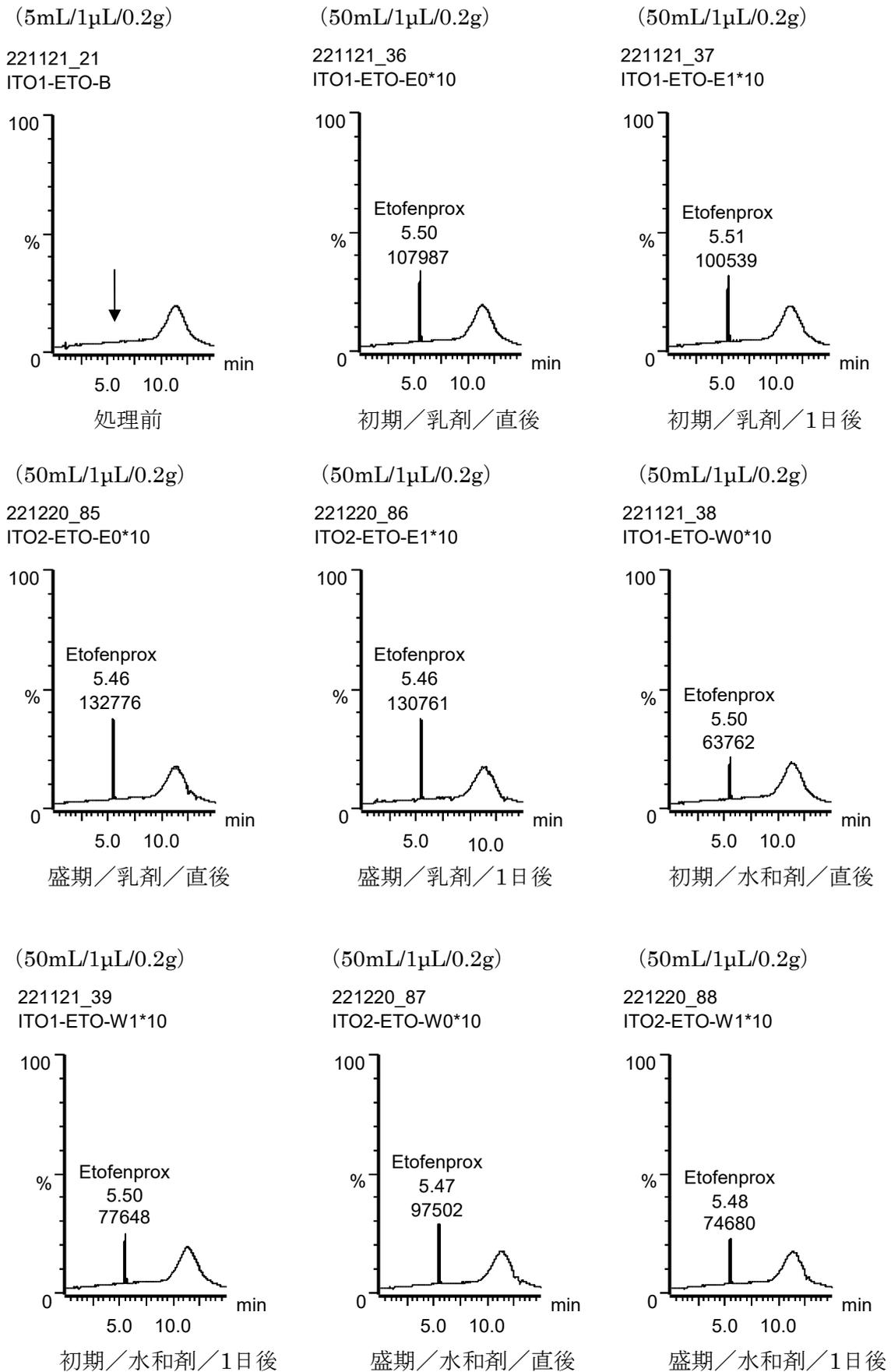
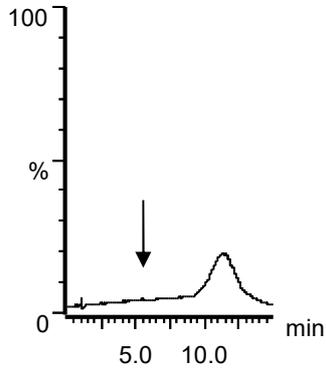


図4-1. 日植防茨城試料のクロマトグラム

(50mL/1μL/0.2g)

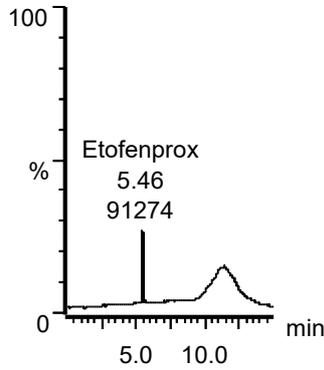
221121_22
KTO1-ETO-B



处理前

(50mL/1μL/0.2g)

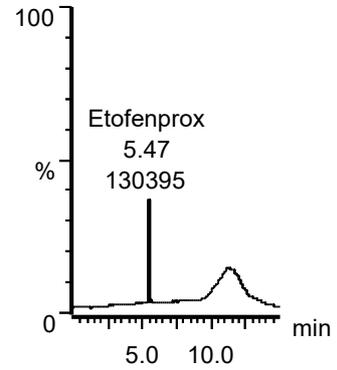
221129_20
KTO1-ETO-E0*10



初期/乳剂/直後

(50mL/1μL/0.2g)

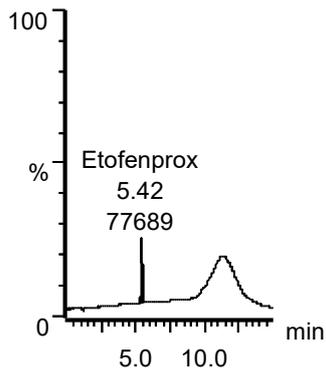
221129_21
KTO1-ETO-E1*10



初期/乳剂/1日後

(50mL/1μL/0.2g)

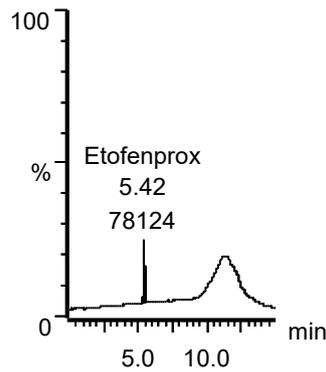
221222_60
KTO2-ETO-E0*10



盛期/乳剂/直後

(50mL/1μL/0.2g)

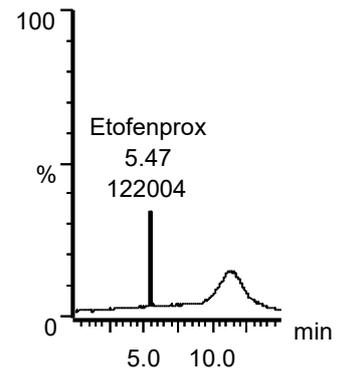
221222_61
KTO2-ETO-E1*10



盛期/乳剂/1日後

(50mL/1μL/0.2g)

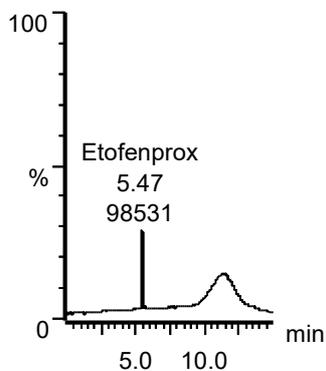
221129_22
KTO1-ETO-W0*10



初期/水和剂/直後

(50mL/1μL/0.2g)

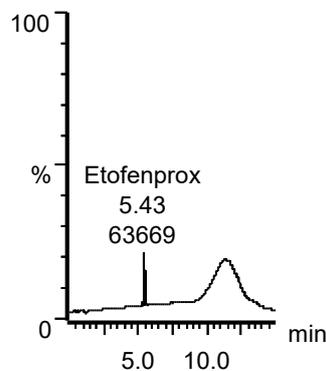
221129_23
KTO1-ETO-W1*10



初期/水和剂/1日

(50mL/1μL/0.2g)

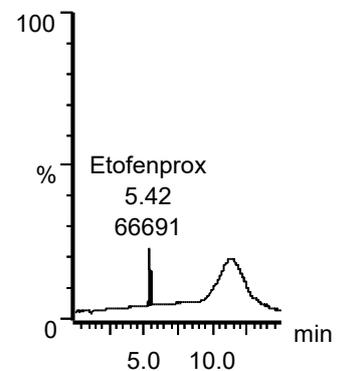
221222_62
KTO2-ETO-W0*10



盛期/水和剂/直後

(50mL/1μL/0.2g)

221222_63
KTO2-ETO-W1*10



盛期/水和剂/1日後

図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

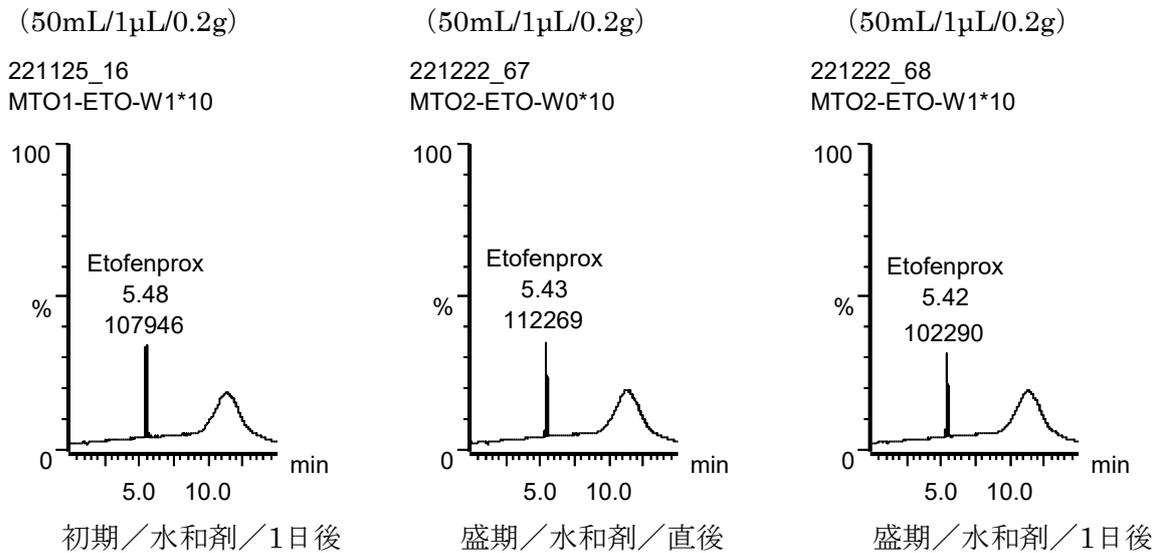
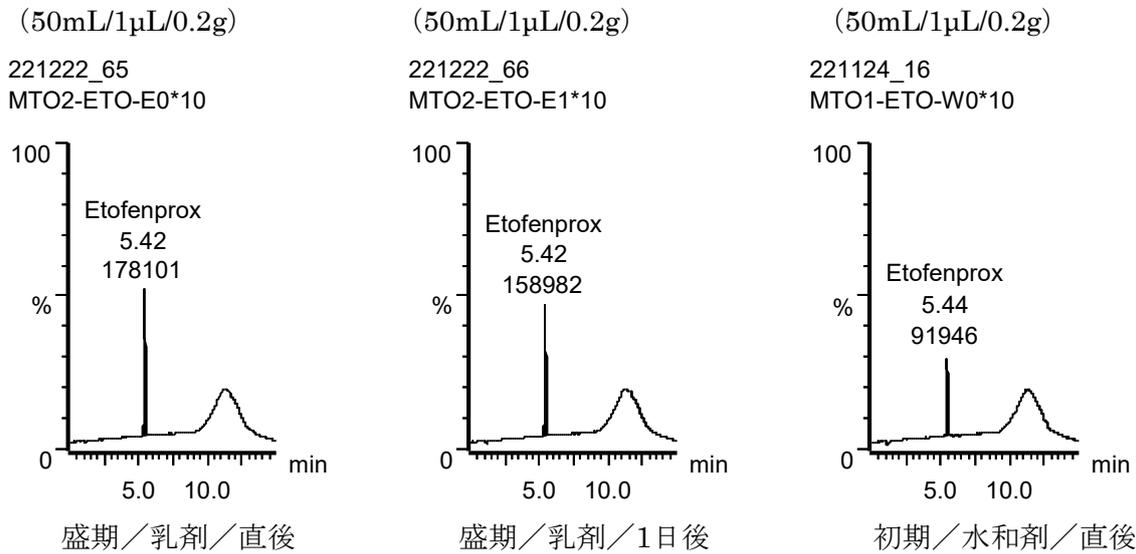
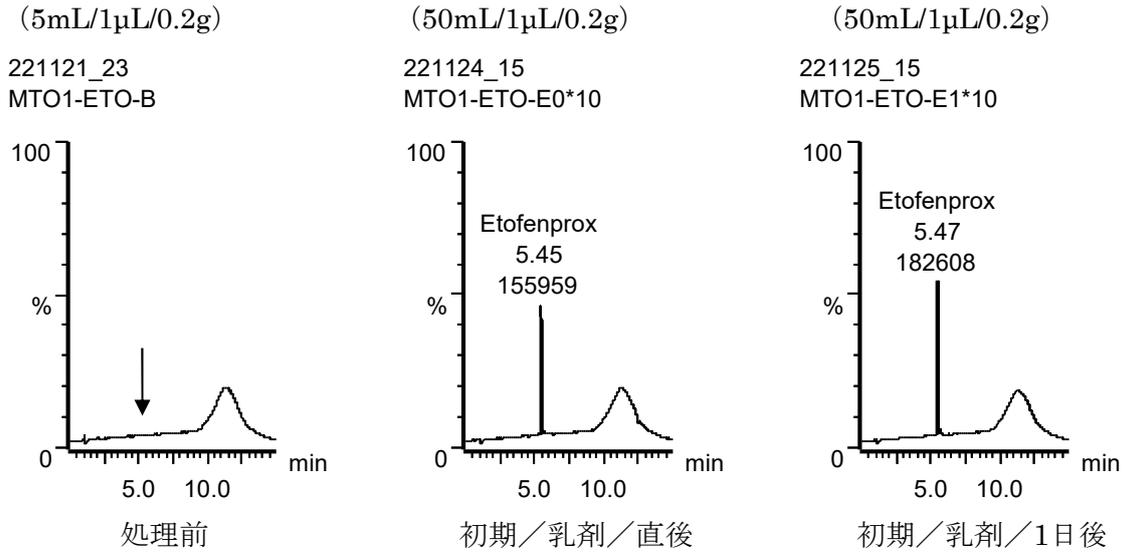


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

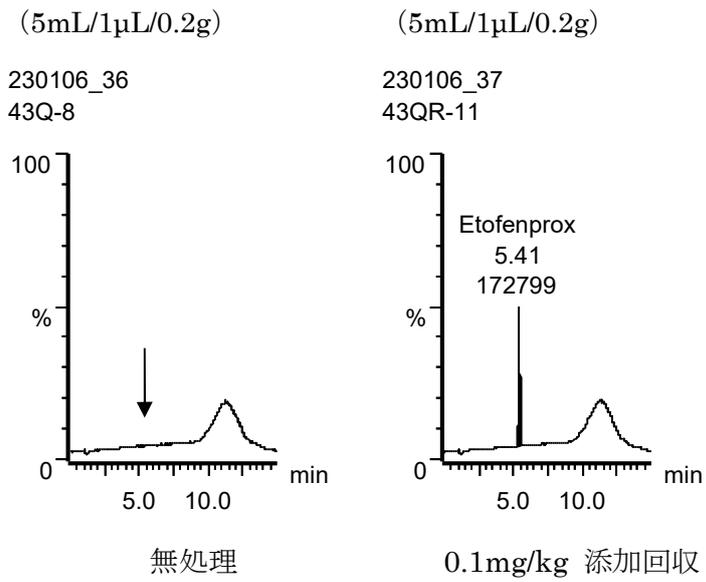


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

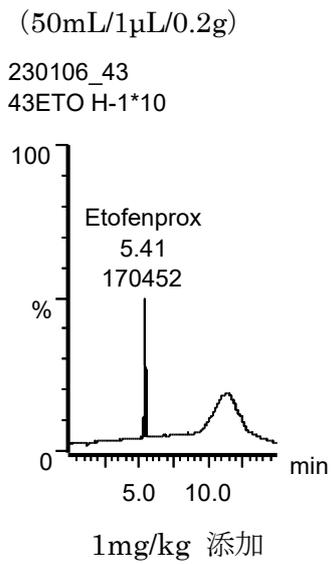


図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(d) 作物写真

1-1. ミクロブタニル

1-1-1. 日植防茨城試料



処理前



収穫初期/乳剤/処理直後



収穫初期/乳剤/処理1日後



収穫盛期/乳剤/処理直後



収穫盛期/乳剤/処理1日後



収穫初期/水和剤/処理直後



収穫初期/水和剤/処理1日後



収穫盛期／水和剤／処理直後



収穫盛期／水和剤／処理1日後

1-1-2. 日植防高知試料



処理前



収穫初期／乳剤／処理直後



収穫初期／乳剤／処理1日後



収穫盛期／乳剤／処理直後



収穫盛期／乳剤／処理1日後



収穫初期／水和剤／処理直後



収穫初期／水和剤／処理1日後



収穫盛期／水和剤／処理直後



収穫盛期／水和剤／処理1日後

1-1-3. 日植防宮崎試料



処理前



収穫初期／乳剤／処理直後



収穫初期／乳剤／処理1日後



収穫盛期／乳剤／処理直後



収穫盛期／乳剤／処理1日後



収穫初期／水和剤／処理直後



収穫初期／水和剤／処理1日後



収穫盛期／水和剤／処理直後



収穫盛期／水和剤／処理1日後

1-2. トルフェンピラド

1-2-1. 日植防茨城試料



処理前



収穫初期／乳剤／処理直後



収穫初期／乳剤／処理1日後



収穫盛期／乳剤／処理直後



収穫盛期／乳剤／処理1日後



収穫初期／フロアブル／処理直後



収穫初期／フロアブル／処理1日後



収穫盛期／フロアブル／処理直後



収穫盛期／フロアブル／処理1日後

1-2-2. 日植防高知試料



処理前



収穫初期／乳剤／処理直後



収穫初期／乳剤／処理1日後



収穫盛期／乳剤／処理直後



収穫盛期／乳剤／処理1日後



収穫初期／フロアブル／処理直後



収穫初期／フロアブル／処理1日後



収穫盛期／フロアブル／処理直後



収穫盛期／フロアブル／処理1日後

1-2-3. 日植防宮崎試料



処理前



収穫初期／乳剤／処理直後



収穫初期／乳剤／処理1日後



収穫盛期／乳剤／処理直後



収穫盛期／乳剤／処理1日後



収穫初期／フロアブル／処理直後



収穫初期／フロアブル／処理1日後



収穫盛期／フロアブル／処理直後



収穫盛期／フロアブル／処理1日後

1-3.エトフェンプロックス

1-3-1. 日植防茨城試料



処理前



収穫初期／乳剤／処理直後



収穫初期／乳剤／処理1日後



収穫盛期／乳剤／処理直後



収穫盛期／乳剤／処理1日後



収穫初期／水和剤／処理直後



収穫初期／水和剤／処理1日後