

## F. 農薬使用履歴 FEN-100-W,FEN-100-E (F 1 - 3)

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

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

T：他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

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

\*\*正確な月日が不明な場合は”〇月”又は”〇月〇旬”という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日／ 署名・又は捺印
T	ミニトマト	コルト顆粒水和剤	21/8/24	4000 倍 散布	21/12/3 E. H.
		トップジン M 水和剤		2000 倍 散布	
		アグリメック	21/9/8	1000 倍 散布	
		ブレオフロアブル	21/9/18	1000 倍 散布	
		コサイド 3000		1000 倍 散布	
		モスピラン顆粒水溶剤	21/10/6	2000 倍 散布	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍 散布	
		スタークル顆粒水溶剤	21/10/22	2000 倍 散布	
		モベントフロアブル		2000 倍 散布	
		グレーシア乳剤		2000 倍 散布	
		パレード 20 フロアブル	21/11/17	2000 倍 散布	
		トリフミン水和剤	21/11/26	3000 倍 散布	
		ベジセイバー		1000 倍 散布	
		ミクロブタニル水和剤	21/11/29	1000 倍 散布	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

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

確認者署名（フルネーム） 内藤 覧

確認日 21/12/3

報告書 ID (非 GLP) : 2021TO2-B

これは原本の正確な複写である  
2022.2.22 署名 (内藤 覧)

## F 農薬使用履歴 MYC-300-W,MYC-300-E (F 2 - 2)

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

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

T : 他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

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

\*\*正確な月日が不明な場合は”〇月”又は”〇月〇旬”という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	みずな	デラウス顆粒水和剤	20/12/15	全面散布 100 倍 土壌混和	21/12/3 E. M.
		アファーム乳剤	20/12/25	2000 倍 敷布	
		アドマイヤー顆粒水和剤	21/1/22	10000 倍 敷布	
		アファーム乳剤		2000 倍 敷布	
ほうれんそう		デラウス顆粒水和剤	20/12/15	全面散布 100 倍 土壌混和	
		アファーム乳剤	20/12/25	2000 倍 敷布	
		アドマイヤー顆粒水和剤	21/1/22	10000 倍 敷布	
		アファーム乳剤		2000 倍 敷布	
サラダ菜	サラダ菜	デラウス顆粒水和剤	21/1/5	全面散布 100 倍 土壌混和	
		アドマイヤー顆粒水和剤	21/1/22	10000 倍 敷布	
		アファーム乳剤		2000 倍 敷布	
		リーフレタス	デラウス顆粒水和剤	全面散布 100 倍 土壌混和	
—	—	D C 油剤	21/3/10	200/10a	
		すいか	アドマイヤーフロアブル	21/5/5	4000 倍 敷布
		グレーシア乳剤	21/5/6/23	2000 倍 敷布	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）

主任試験員が判断した。  試験責任者に確認した。

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

確認者署名（フルネーム） 内藤 寛

確認日 21/12/3

報告書 ID (非 GLP) : 2021TO2-B

これは原本の正確な複写である  
日付 2. 2. 22 署名 (秀次)

IV- 1o

## F. 農薬使用履歴 MYC-300-W,MYC-300-E (F 2 - 2)

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

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

T:他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

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

\*\*正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	すいか	アファーム乳剤	21/5/21	1000 倍 散布	21/12/3 G.H.
		コルト顆粒水和剤	21/5/21	4000 倍 散布	
		ダニオーテフロアブル		2000 倍 散布	
		BAI-1604SL ジンプロビリダズ	21/5/31, 6/7,21,28	1000 倍 散布	
		フェニックス顆粒水和剤	21/6/9	2000 倍 散布	
		チエス顆粒水和剤		5000 倍 散布	
		カネマイツフロアブル	21/6/16	1000 倍 散布	
	ミニトマト	コルト顆粒水和剤	21/8/24 (育苗期)	4000 倍 散布	
		トップシンM 水和剤		2000 倍 散布	
		アグリメック	21/9/8	1000 倍 散布	
		ブレオフロアブル	21/9/18	1000 倍 散布	
		コサイド3000		1000 倍 散布	
		モスピラン顆粒水溶剤	21/10/6	2000 倍 散布	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍 散布	
		スタークル顆粒水溶剤	21/10/22	2000 倍 散布	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

主任試験員が判断した。  試験責任者に確認した。

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

確認者署名(フルネーム) 内藤 寛

確認日 21/12/3

報告書 ID(非 GLP) : 2021TO2-B

これは原本の正確な複写である  
2022.2.22 署名 (内藤 寛)

## F. 農薬使用履歴 MYC-300-W,MYC-300-E (F 2 - 2)

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

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

T: 他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

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

\*\*正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日／ 署名・又は捺印	
T	ミニトマト	モベントフロアブル	21/10/22	2000 倍 散布	21/12/3 E. H.	
		グレーシア乳剤		2000 倍 散布		
		バレード 20 フロアブル	21/11/17	2000 倍 散布		
		トリフミン水和剤	21/11/26	3000 倍 散布		
		ペジセイバー		1000 倍 散布		
		トルフェンピラド乳剤	21/11/29	1000 倍 散布		
		エトフェンプロックス乳剤		1000 倍 散布		
コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）						
<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。						

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 21/12/3

報告書 ID (非 GLP) : 2021TO2-B

これは原本の正確な複写である  
日付: 2.22 署名

## F. 農薬使用履歴 FEN-300-W,FEN-300-E (F 2 - 4)

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

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

T：他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

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

\*\*正確な月日が不明な場合は”〇月”又は”〇月〇旬”という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日／ 署名・又は捺印
T	—	D C 油剤	21/3/10	200/10a	21/12/3 E.H.
	ミニトマト	コルト顆粒水和剤	(育苗期) 21/8/24	4000 倍 散布	
		トップジン M 水和剤		2000 倍 散布	
		アグリメック	21/9/8	1000 倍 散布	
		ブレオフロアブル	21/9/18	1000 倍 散布	
		コサイド 3000		1000 倍 散布	
		モスピラン顆粒水溶剤	21/10/6	2000 倍 散布	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍 散布	
		スタークル顆粒水溶剤	21/10/22	2000 倍 散布	
		モベントフロアブル		2000 倍 散布	
		グレーシア乳剤		2000 倍 散布	
		バレード 20 フロアブル	21/11/17	2000 倍 散布	
		トリフミン水和剤	21/11/26	3000 倍 散布	
		ベジセイバー		1000 倍 散布	
		ミクロブタニル乳剤	21/11/29	1000 倍 散布	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）

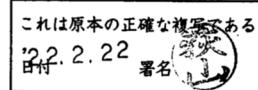
主任試験員が判断した。  試験責任者に確認した。

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

確認者署名（フルネーム） 内藤 寛

確認日 21/12/3

報告書 ID (非 GLP) : 2021TO2-B



## F. 農薬使用履歴 MYC-050-W,FEN-050-W (No. 7)

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

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

T:他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

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

\*\*正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日／ 署名・又は捺印
T	さやいんげん	グレーシア乳剤	20/12/23	2000倍 敷布 3000倍 敷布	21/12/3 e.n
		モスピラン顆粒水溶剤		4000倍 敷布	
		トップジンM水和剤	20/12/25	700倍 敷布	
さやえんどう		フェニックス顆粒水溶剤	20/12/4	3000倍 敷布	
		トリフミン水和剤	20/12/4, 21/1/7	2000倍 敷布	
		グレーシア乳剤	21/1/18	2000倍 敷布 3000倍 敷布	
		モスピラン顆粒水溶剤		4000倍 敷布	
きゅうり	ダコニール1000		21/4/9	1000倍 敷布	
		アドマイヤー顆粒水和剤	21/4/9,5/21	5000倍 敷布	
		モレスタン水和剤		2000倍 敷布	
		ESGAL-3AL剤 (カプリン酸グリセリル)	21/4/30,5/7	原液 敷布	
		ESGAL-1AL剤 (カプリン酸グリセリル)		原液 敷布	
ミニトマト	コルト顆粒水和剤	(育苗期)	21/8/15	4000倍 敷布	
		トップジンM水和剤		2000倍 敷布	
		アファーム乳剤	21/9/6	2000倍 敷布	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）

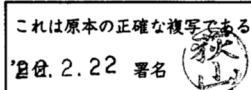
□主任試験員が判断した。 □試験責任者に確認した。

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

確認者署名（フルネーム） 内藤 覚

確認日 21/12/3

報告書 ID (非 GLP) : 2021TO2-B



IV-14

F. 農藥使用履歷 MYC-050-W,FEN-050-W (No. 7)

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

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

†：他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

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

\*正確な日付が不明な場合は”○月”又は”○月○旬”という表記でも可

\*\*正確な月日が不明な場合は「〇月 又は 〇月〇日」という表示でも可  
\*\*\*10. 当たりで表示する。正確な記録がない場合は「〇停歩車」又は「RU」（登録内容に準拠）という表示でも可

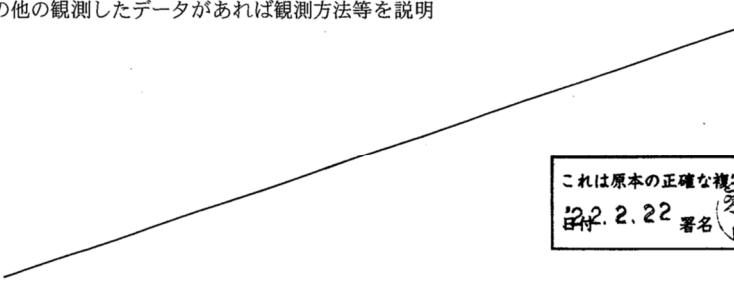
元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者と OA 以外の者）による確認

確認者署名（フルネーム） 内藤 寛

確認日 21/12/13

報告書 ID (非 GLP) : 2021TO2-B

## II-③ 気象に関する記録

VIII 気象に関する記録		VIII- 1
<b>A. 観測データ概要</b>		
観測地点	一般社団法人日本植物防疫協会高知試験場 F2 (MYC-300-E,W,FEN-300-E,W)	
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 5120) <input checked="" type="checkbox"/> 気象表はエクセルで作成 <input type="checkbox"/> 自記式温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式最高最低温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式温度計 <input type="checkbox"/> その他	
降水量の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input type="checkbox"/> 転倒ます型雨量計 (GLP 機器番号 ) <input type="checkbox"/> 自記式雨量計 <input type="checkbox"/> 読み取り式雨量計 <input type="checkbox"/> その他	
観測時刻 (読み取りの場合)	おおむね 時頃	
記入日： 21 / 12 / 22 署名又は捺印： E. M		
その他の観測したデータがあれば観測方法等を説明		
<div style="text-align: right; margin-right: 100px;">  <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; display: inline-block;">           これは原本の正確な複写である            2022.2.22 署名 (押印)         </div> </div>		
記入日： 署名又は捺印：		
報告書 ID (非 GLP) : 2021TO2-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)
2021年12月9日	19.0	31.9	11.8	-
2021年12月10日	18.8	31.6	11.8	-
2021年12月11日	19.7	32.0	11.9	-
2021年12月12日	19.6	31.9	12.1	-
2021年12月13日	17.9	31.0	11.3	-
2021年12月14日	18.8	31.4	11.3	-
2021年12月15日	17.9	30.2	10.6	-
2021年12月16日	18.6	31.5	11.6	-
2021年12月17日	18.4	29.6	12.2	-
2021年12月18日	17.0	29.6	10.5	-
2021年12月19日	17.6	30.9	9.9	-
2021年12月20日	17.9	30.5	10.6	-
2021年12月21日	17.9	30.3	11.4	-

観測地:高知県香南市野市町深渕 一般社団法人日本植物防疫協会高知試験場 当該試験施設  
観測機器:気温 おんどとり TR-71Ui(GLP機器番号5120) (F2)

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  
2021.2.22 署名

21 / 22 E. M.

報告書ID(非GLP): 2021 To 2-B

### 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	和田倉 誠也、日高 正浩、福元 義人、生田目 直樹、伊藤 拓摩、八丁 昭龍、小川 和己
4. 実験期間（ほ場試験期間）	2021年12月6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.	①22.10-12M141 ②25.10-KA5111
5-2. フエンプロパトリン	
(1) 一般名・剤型	①ロディー乳剤 ②ロディー水和剤
(2) 有効成分名及び成分含有率	①フェンプロパトリン 10.0% ②フェンプロパトリン 10.0%
(3) Lot No.	①24.10-NA016Z ②24.10-HL016Y
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） は種日 2021年8月7日、定植日 2021年9月24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	2021年 9月10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

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

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

### 10. 防除管理

被験物質処理開始から最終試料採取までの期間に、試験ほ場において分析妨害となる農薬が

使用されていないことを確認した。使用した農薬はIII-②に示した。

### 1.1. 試験区規模（施設の場合、面積・容積・高さ）

処理区MYC-100-E、MYC-100-W、MYC-300-E、MYC-300-W、  
 FEN-100-E、FEN-100W、FEN-300-E、FEN-300-W：各32.0m<sup>2</sup> (1.6m×20.0m) 、80株  
 処理区MYC-050-W、FEN-050-W：各16.0m<sup>2</sup> (1.6m×10.0m) 、40株  
 施設面積：150m<sup>2</sup>、高さ：3.3m

### 1.2. 処理方法

処理月日	有効成分	処理区*	処理濃度	処理量	
				10a当	試験区当 (農薬量/散布量/面積)
12月 6日	ミクロブタニル	MYC-100-E	833倍	100L	3.8mL/3.2L/32.0m <sup>2</sup>
		MYC-100-W	333倍	100L	9.6g/3.2L/32.0m <sup>2</sup>
		MYC-300-E	2500倍	300L	3.8mL/9.6L/32.0m <sup>2</sup>
		MYC-300-W	1000倍	300L	9.6g/9.6L/32.0m <sup>2</sup>
		MYC-050-W	167倍	50L	4.8g/0.8L/16.0m <sup>2</sup>
	フェンプロパトリン	FEN-100-E	333倍	100L	9.6mL/3.2L/32.0m <sup>2</sup>
		FEN-100-W	333倍	100L	9.6g/3.2L/32.0m <sup>2</sup>
		FEN-300-E	1000倍	300L	9.6mL/9.6L/32.0m <sup>2</sup>
		FEN-300-W	1000倍	300L	9.6g/9.6L/32.0m <sup>2</sup>
		FEN-050-W	167倍	50L	4.8g/0.8L/16.0m <sup>2</sup>
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-100-E	収穫期 (草丈180cm)	散布	晴	11:36a.m.～	
MYC-100-W	収穫期 (草丈180cm)	散布	晴	11:50a.m.～	
MYC-300-E	収穫期 (草丈180cm)	散布	晴	10:15a.m.～	
MYC-300-W	収穫期 (草丈180cm)	散布	晴	10:35a.m.～	
MYC-050-W	収穫期 (草丈180cm)	散布	晴	0:39p.m.～	
FEN-100-E	収穫期 (草丈180cm)	散布	晴	0:07p.m.～	
FEN-100-W	収穫期 (草丈180cm)	散布	晴	0:20p.m.～	
FEN-300-E	収穫期 (草丈180cm)	散布	晴	10:53a.m.～	
FEN-300-W	収穫期 (草丈180cm)	散布	晴	11:13a.m.～	
FEN-050-W	収穫期 (草丈180cm)	散布	晴	0:55p.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、処理区内の作物全体に時間を計測しながら目標量を均一に散布した。その際、散布機の吐出量と目標量から散布時間を算出し、1株当たりの散布時間に換算した。その散布時間の計測にメトロノームを用いた。

散布機型式：MSB1500Li（丸山製作所）

ノズル : 狹角コーンノズル（丸山製作所）  
 広角コーンノズル（丸山製作所）（-505-Wのみ）

**(2) 処理時の降雨の有無と降雨時間及び風が試験に及ぼした影響**

処理時はいずれも無風。降雨なし。

**(3) 展着剤の使用**

なし

**(4) 備考**

散布時は薬液の飛散防止のため、試験区の区界にポリエチレンシートによる遮蔽を設置した。

**13. 試料採取**

経過日数	試料採取日	試料番号	試料採取量	試料採取順*	処理時の天候及び処理時刻
処理前	11月 30日	MYC-B	1.2kg	①	曇 1:15p.m.～1:30p.m.
		FEN-B	1.2kg	②	曇 1:32p.m.～1:47p.m.
散布直後	12月 6日	MYC-300-E0	1.2kg	①	晴 1:20p.m.～1:32p.m.
		MYC-300-W0	1.2kg	②	晴 1:40p.m.～1:50p.m.
		FEN-300-E0	1.2kg	③	晴 1:57p.m.～2:07p.m.
		FEN-300-W0	1.2kg	④	晴 2:15p.m.～2:23p.m.
		MYC-100-E0	1.2kg	⑤	晴 2:32p.m.～2:40p.m.
		MYC-100-W0	1.2kg	⑥	晴 2:46p.m.～2:53p.m.
		FEN-100-E0	1.2kg	⑦	晴 3:00p.m.～3:07p.m.
		FEN-100-W0	1.2kg	⑧	晴 3:14p.m.～3:21p.m.
処理1日後	12月 7日	MYC-300-E1	1.2kg	①	晴 8:27a.m.～ 8:44a.m.
		MYC-300-W1	1.2kg	②	晴 8:46a.m.～ 9:02a.m.
		FEN-300-E1	1.2kg	③	晴 9:10a.m.～ 9:18a.m.
		FEN-300-W1	1.2kg	④	晴 9:24a.m.～ 9:33a.m.
		MYC-100-E1	1.2kg	⑤	晴 9:40a.m.～ 9:47a.m.
		MYC-100-W1	1.2kg	⑥	晴 9:55a.m.～10:02a.m.
		FEN-100-E1	1.2kg	⑦	晴 10:12a.m.～10:20a.m.
		FEN-100-W1	1.2kg	⑧	晴 10:26a.m.～10:36a.m.
		MYC-050-W	1.2kg	⑨	晴 10:42a.m.～10:56a.m.
		FEN-050-W	1.2kg	⑩	晴 11:01a.m.～11:10a.m.
処理3日後	12月 9日	MYC-300-E3	1.2kg	①	晴 1:10p.m.～ 1:20p.m.
		MYC-300-W3	1.2kg	②	晴 1:25p.m.～ 1:35p.m.
		FEN-300-E3	1.2kg	③	晴 1:40p.m.～ 1:48p.m.

処理3日後	12月 9日	FEN-300-W3	1.2kg	④	晴 1:53p.m.～ 2:02p.m.
		MYC-100-E3	1.2kg	⑤	晴 2:08p.m.～ 2:15p.m.
		MYC-100-W3	1.2kg	⑥	晴 2:22p.m.～ 2:30p.m.
		FEN-100-E3	1.2kg	⑦	晴 2:36p.m.～ 2:44p.m.
		FEN-100-W3	1.2kg	⑧	晴 2:50p.m.～ 2:58p.m.
処理7日後	12月13日	MYC-300-E7	1.2kg	①	晴 1:10p.m.～ 1:29p.m.
		MYC-300-W7	1.2kg	②	晴 1:35p.m.～ 1:50p.m.
		FEN-300-E7	1.2kg	③	晴 1:55p.m.～ 2:07p.m.
		FEN-300-W7	1.2kg	④	晴 2:12p.m.～ 2:23p.m.
		MYC-100-E7	1.2kg	⑤	晴 2:28p.m.～ 2:40p.m.
		MYC-100-W7	1.2kg	⑥	晴 2:45p.m.～ 2:58p.m.
		FEN-100-E7	1.2kg	⑦	晴 3:02p.m.～ 3:13p.m.
		FEN-100-W7	1.2kg	⑧	晴 3:18p.m.～ 3:31p.m.

#### (1) 試料採取方法

試料は試験区の境界部をはずし、偏りがないよう区全体から手で採取した。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

採取直後に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、隙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

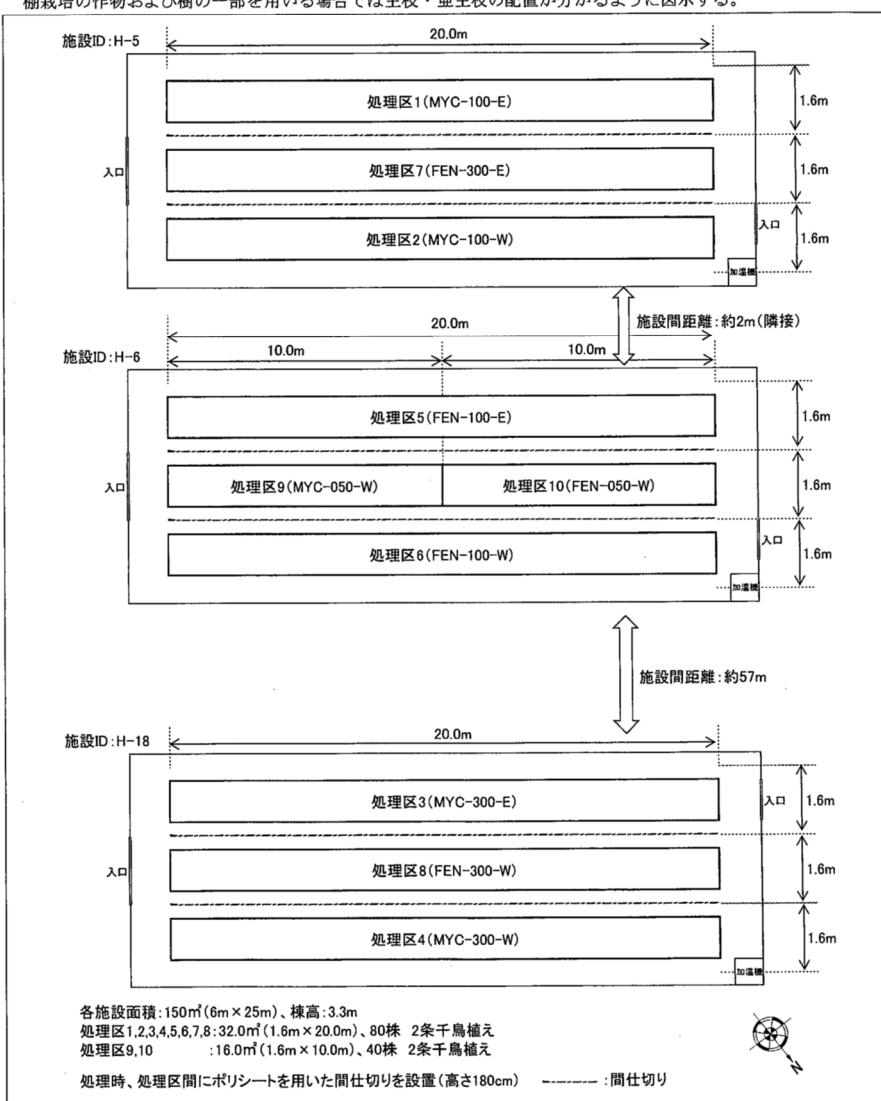
### III-① 試験区見取り図

これは原本の正確な複写である  
日付 2.22 署名 

IV-3

D. 試験区見取り図

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



各施設面積: 150m<sup>2</sup> (6m × 25m)、棟高: 3.3m  
 処理区1,2,3,4,5,6,7,8: 32.0m<sup>2</sup> (1.6m × 20.0m)、80株 2条干鳥植え  
 処理区9,10: 16.0m<sup>2</sup> (1.6m × 10.0m)、40株 2条干鳥植え  
 処理時、処理区間にポリシートを用いた間仕切りを設置(高さ180cm) ----- : 間仕切り

記入日: 21/11/26 署名又は捺印: スル

報告書 ID (非 GLP) : 2021TO2-C

### III-② 使用した農薬の記録

<p style="text-align: center;">これは原本の正確な複写である 2022.2.22 署名 </p> <p style="text-align: right;">IV- 5</p>					
<p><b>F. 農薬使用履歴 施設 ID : H-5 (処理区 1, 2, 7)</b></p> <p>試験計画書(8-7. ほ場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。</p> <p>*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）</p> <p>T:他の記録からの転記（第三者による確認が必要）</p> <p>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）</p> <p>**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</p> <p>***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</p>					
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
		セイビアーフロアブル 20	20/12/4	1000 倍	
		ハチハチフロアブル		1000 倍	
		アファーム乳剤		2000 倍	
		セイビアーフロアブル 20	20/12/25	1000 倍	
		トリフミン水和剤		3000 倍	
T	さやえ んどう	プレバソンフロアブル 5		2000 倍	21/11/29 木田合誠
		セイビアーフロアブル 20	21/1/19	1000 倍	
		トリフミン水和剤		3000 倍	
		トップシン M 水和剤	21/1/13,20, 27	2000 倍	
		プロバティフロアブル		3000 倍	
		ベニピア OD	21/2/16	2000 倍	
		アファーム乳剤		2000 倍	
		ディアナ SC	21/2/22	2500 倍	
		アファーム乳剤	21/3/3	2000 倍	
<p>コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）</p> <p><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。</p>					
<p>情報源が他の記録からの転記であった場合、元記録が正確に転記されていることの第三者（転記者以外の者）による確認</p> <p>確認者署名（フルネーム） <u>伊藤拓磨</u> 確認日 <u>21/11/29</u></p> <p>報告書 ID (非 GLP) : 2021TO2-C</p>					

これは原本の正確な複写である  
日付 2.2.22 署名

IV- 6

F. 農薬使用履歴 施設 ID : H-5 (処理区 1, 2, 7)

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

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

T : 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

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

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

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
		オルフィンプラスプロアブル		2000 倍	
		カナメプロアブル		4000 倍	
	さやえ んどう	ストロビーフロアブル	21/2/19, 26, 3/8, 19	3000 倍	
		アフェットプロアブル		2000 倍	
		シグナム WDG		1500 倍	
T		ジマンダイセン水和剤		600 倍	21/11/29 初回散布
		トリフミン水和剤		3000 倍	
		ベストガード水溶剤	21/5/21	1000 倍	
		ダコニール 1000		1000 倍	
		ダコニール 1000		1000 倍	
ミニトマト		ベストガード水溶剤	21/6/22	1000 倍	
		パルミノ		2000 倍	
		アファーム乳剤		2000 倍	
		ピリフルキナゾン 20WDG	21/6/29, 7/6, 13	4000 倍	
—	テロン		21/8/19	35L/10a 全 面土壤処理	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

主任試験員が判断した。  試験責任者に確認した。

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

確認者署名 (フルネーム) 伊藤吉彦

確認日 21/11/29

報告書 ID (非 GLP) : 2021TO2-C

これは原本の正確な複写である  
2022.2.22 署名

IV-7

F. 農薬使用履歴 施設 ID : H-6 (処理区 5、6、9、10)

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

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

T:他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

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

\*\*正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	すいか	オーソサイド水和剤 80	20/11/18	400 倍	
		B A I - 1 6 0 4 S L	20/11/23, 30	1000 倍	
		モスピランジェット	20/12/9	50g/400 m³	
さやいんげん	デラウス顆粒水和剤	21/1/6	100 倍 300g/10a 播種 前全面散布土壤混和		
	ゲッター水和剤	21/1/27	1000 倍		
	ケンジャフロアブル	21/2/12	1500 倍	21/11/29 和田倉誠也	
	アファーム乳剤		2000 倍		
	ロプラール水和剤	21/2/22, 3/1, 8	1000 倍		
	ゲッター水和剤	21/2/24	1000 倍		
	アファーム乳剤		2000 倍		
	プレバソンフロアブル 5		2000 倍		
きゅうり	ダコニール 1000	21/4/21	1000 倍		
	ジャストフィットフロアブル		5000 倍		
	ダコニール 1000	21/5/2	1000 倍		
	ジャストフィットフロアブル		5000 倍		
コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認(該当する場合)					
<input checked="" type="checkbox"/> 主任試験員が判断した。 <input type="checkbox"/> 試験責任者に確認した。					

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

確認者署名(フルネーム) 伊藤折磨 確認日 21/11/29  
(捺印) 2022/11/29 和田倉誠也  
報告書 ID: 2021TO2-C

これは原本の正確な複写である  
日付 2.2.22 署名

IV-8

F. 農薬使用履歴 施設 ID : H-6 (処理区 5、6、9、10)

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

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

T:他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

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

\*\*正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	きゅうり	プロパティフロアブル	21/5/2	3000 倍	
		パレード 20 フロアブル	21/5/12	2000 倍	
		ジャストフィットフロアブル		5000 倍	
		ジマンダイセンフロアブル		500 倍	
		S Y J - 2 9 3 フロアブル	21/5/14	3000 倍	
		I L - 2 1 0 1 S C		4000 倍	21/11/29 和田会成也
		I L - 2 1 0 4 S L		2000 倍	
		モベントフロアブル		2000 倍	
		ダコニール 1 0 0 0	21/5/19	1000 倍	
		ジャストフィットフロアブル		5000 倍	
		ジマンダイセンフロアブル		500 倍	
-		ネマトリンエース粒剤	21/6/29	20kg/10a 全面土壤混和	
かぼちゃ	ガードホープ液剤		21/7/4	4000 倍 2L/m <sup>2</sup> 土壤灌注	
		モleston水和剤	21/7/8	2000 倍	
		ウララ D F		2000 倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認(該当する場合)

主任試験員が判断した。  試験責任者に確認した。

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

確認者署名(フルネーム) 伊藤拓磨 確認日 21/11/29  
 (自己印) 運送 21/11/29 和田会成也  
 報告書 ID: 2021T02-C

これは原本の正確な複写である  
日付 22.2.22 署名

IV- 9

F. 農薬使用履歴 施設 ID : H-6 (処理区 5、6、9、10)

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

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

T : 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

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

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

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	かばちや	アファーム乳剤	21/7/8	2000 倍	
		モレスタン水和剤	21/7/16	2000 倍	
		サフォイル乳剤		500 倍	
		グレーシア乳剤		2000 倍	
		モレスタン水和剤	21/7/23	2000 倍	21/11/29 アザミ分撒
		アファーム乳剤		2000 倍	
		サンマイトフロアブル		1000 倍	
		サフォイル乳剤		500 倍	
		アルバリン顆粒水溶剤	21/7/27	2000 倍	
		モレスタン水和剤	21/7/30	2000 倍	
		アファーム乳剤		2000 倍	
		サンマイトフロアブル		1000 倍	
		サフォイル乳剤		500 倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)

主任試験員が判断した。  試験責任者に確認した。

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

確認者署名 (フルネーム) 伊藤 手磨

確認日 21/11/29

(非GLP) 2021.11.29 略

報告書 ID: 2021T02-C

これは原本の正確な複写である  
昭和2年2月22日 署名(印)

IV-10

F. 農藥使用履歷 施設 ID : H-6 (處理區 5、6、9、10)

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

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

T：他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

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

\*\*正確な日付が不明な場合は”○日”又は”○月○旬”という表記でも可

\*\*正確な月日が不明な場合は「〇月」又は「〇月〇旬」という表示でも可  
\*\*112. 当たりて表示する「正確な記載がない場合は」「傍敷数」又は「XX」（登録内容に準據）による表示でも可

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

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

確認者署名(フルネーム) 伊藤 手石

確認日 21/11/29

報告書 ID: 2021T02-C

これは原本の正確な複写である  
日202.2.22 署名

IV- 11

F. 農薬使用履歴 施設ID: H-18 (処理区3、4、8)

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

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

I: 他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

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

\*\*正確な月日が不明な場合は”〇月”又は”〇月〇旬”という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	小なす	アファーム乳剤	20/11/20	2000 倍	
		アプロードエースフロアブル		1000 倍	
		パルミノフロアブル	20/11/27	2000 倍	
		アファーム乳剤		2000 倍	
		アプロードエースフロアブル		1000 倍	21/11/29 和田玲城也
		B A I - 1 6 0 4 S L	20/12/5, 12	1000 倍	
		グレーシア乳剤	20/12/10	2000 倍	
		スターマイトフロアブル		2000 倍	
		パルミノフロアブル	20/12/21	2000 倍	
		グレーシア乳剤		2000 倍	
		ダブルフェースフロアブル		2000 倍	
		S Y J - 2 9 3 S C	20/12/23, 30, 21/1/6	2000 倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）

主任試験員が判断した。  試験責任者に確認した。

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

確認者署名（フルネーム） 伊藤折摩

確認日 21/11/29

(非GLP) 21/11/29 和田玲城也

報告書ID: 2021TO2-C

これは原本の正確な複写である  
202.2.22 署名

IV-12

F. 農薬使用履歴 施設ID : H-18 (処理区3、4、8)

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

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

T:他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

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

\*\*正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	小なす	アファーム乳剤	21/1/29	2000 倍	
		ウララD F		2000 倍	
		サフォイル乳剤		300 倍	
		モベントフロアブル	21/2/15	2000 倍	
		サフォイル乳剤		300 倍	
		ファインセーブフロアブル	21/2/24	1000 倍	21/11/29 伊藤琢磨
		アグリメック	21/3/4	500 倍	
		アファーム乳剤	21/3/19	1000 倍	
		ウララD F		2000 倍	
		CAF-2001SC	21/3/22, 29, 4/6, 16	1000 倍	
		SB-385顆粒水和剤(A)		1500 倍	
		SB-385顆粒水和剤(B)		1500 倍	
		SB-382顆粒水和剤		2000 倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認(該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

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

確認者署名(フルネーム) 伊藤琢磨

確認日 21/11/29

(非GLP) 認証 21/11/29 和田誠也

報告書ID: 2021TO2-C

これは原本の正確な複写である  
日付 2.2.22署名

IV-13

F. 農薬使用履歴 施設ID: H-18 (処理区3、4、8)

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

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

T:他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

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

\*\*正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	小なす	ダコニール1000	21/3/22, 29, 4/6, 16	1000倍	
		スミレックス水和剤		1500倍	
	すいか	ベルクートフロアブル	21/6/11	1000倍	
		アフェットフロアブル		2000倍	
		C A F - 2 0 0 1 S C	21/6/11, 18	1000倍	
		モレスタン水和剤		3000倍	21/11/29 伊藤拓磨
		グレーシア乳剤	21/6/23	2000倍	
		ヨーバルフロアブル		2500倍	
		ウララD F		2000倍	
		ダブルシューターSE	21/6/25	1000倍	
		プレバソンフロアブル5		2000倍	
		ベルクートフロアブル	21/7/1	1000倍	
		パルミノ		2000倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認(該当する場合)

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

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

確認者署名(フルネーム) 伊藤拓磨

確認日 21/11/29

(非GLP) 追記 21/12/14 和田誠也

報告書ID: 2021TO2-C

これは原本の正確な複写である  
昭和2.22 署名 

IV-14

#### F. 農藥使用履歷 施設 ID : H-18 (處理區 3、4、8)

試験計画書(8-7.ほ場試験報告書の作成及び提出)に従って記入する。ただし展着剤、前作の種子消毒や育苗期間中の農業は含まない。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ごとに表示する。

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

T：他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

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

\*\*正確な日付が不明な場合は”○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

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

確認者署名（フルネーム） 伊藤 手磨

確認日 21/11/29

(非GUP) 通記 21/12/14 和田倉誠也  
報告書 ID: 2021T02-C

これは原本の正確な複写である  
2022.2.22 署名

IV-15

F. 農薬使用履歴 各試験区共通（施設ID：H-5、6、18）

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

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

I：他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

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

\*\*正確な月日が不明な場合は”〇月”又は”〇月〇旬”という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	ミニトマト (育苗期)	トップシンM水和剤	21/8/10	2000 倍	
		ベストガード水溶剤		2000 倍	
		プリファード水和剤	21/8/31	1000 倍	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		ウララD F	21/9/10	2000 倍	
		ダコニール1000		1000 倍	21/11/29 和田会議室
		ミネクトデュオ粒剤	21/9/17	2g/株 株元散布	
	ミニトマト (現作)	ウララD F	21/10/5	2000 倍	
		チエス顆粒水和剤		5000 倍	
		ベストガード水溶剤	21/11/5	1000 倍	
		アグリメック		500 倍	
		カリグリーン		800 倍	
		アフェットフロアブル		2000 倍	

コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）

主任試験員が判断した。 試験責任者に確認した。

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

確認者署名（フルネーム） 伊藤折摩

確認日 21/11/29

（非GLP）追記 21/12/14 和田会議室

報告書ID: 2021TO2-C

これは原本の正確な複写である  
四村2.22署名

IV-16

#### F. 農藥使用履歷

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

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

T：他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

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

\*\*正確な日付が不明な場合は”〇月”又は”〇月〇旬”という表示でも可

\*\*\*正確な日付が、不正確な場合は「〇月〇日」又は「〇月〇日」の表示でも可

***10a 次に表示する。正確な記録がない場合は、○信頼性又は、RQ (立場内容に準拠) でマーク表示下さい。					
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 (現作)	處理区 3			
		トレボン乳剤	21/11/24	1000 倍	
		處理区 4			
		アークリン水和剤	21/11/24	1000 倍	
		處理区 5			
		ラリー乳剤	21/11/24	2500 倍	21/11/29 河合
		處理区 6			
		ラリー水和剤	21/11/24	1000 倍	
		處理区 8			
		ハチハチ乳剤	21/11/24	1000 倍	
		處理区 9・10			
		ハチハチフロアブル	21/11/24	1000 倍	

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

確認者署名（フルネーム） 目高正浩 確認日 2021/11/29

報告書 ID (非 GLP) : 2021T02-C

これは原本の正確な複写である  
日付 2.2.22 署名 ( )

N-19

## J. 防除管理の記録

**施設 ID : H-5 (処理区 1, 2, 7) H-6 (処理区 5, 6, 9, 10) H-18 (処理区 3, 4, 8)** 全試験区共通  
試験計画書（8-7.は場試験報告書の作成及び提出）に従って記入する。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれごとに表示する。

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

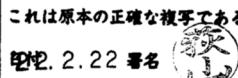
\*\*\*10a 当たりで表示する。正確な記録がない場合は”○倍散布”又は”RU”（登録内容に準拠）という表示でも可

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

確認者署名（フルネーム） 伊藤拓磨 確認日 21/12/17

報告書 ID (非 GLP) : 2021T02-C

### III-③ 気象に関する記録

VII 気象に関する記録		これは原本の正確な複写である  甲号 2.22 署名	VII- / /
<b>A. 観測データ概要</b>			
観測地点	一般社団法人日本植物防疫協会宮崎試験場当該試験施設（施設 ID : H-18）		
試験区と観測地点の凡そとの距離	<input checked="" type="checkbox"/> オンサイトである <input type="checkbox"/> 近傍である <input type="checkbox"/> km 程度である		
データ種別	<input type="checkbox"/> アメダスデータ <input type="checkbox"/> 常設観測機器によるデータ <input checked="" type="checkbox"/> オンサイトのデータ <input type="checkbox"/> その他		
気温の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input checked="" type="checkbox"/> データロガー付き温度計 (GLP 機器番号 5227) <input checked="" type="checkbox"/> 気象表はエクセルで作表 <input type="checkbox"/> 自記式温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式最高最低温度計 <input type="checkbox"/> 読み取り式温度計 <input type="checkbox"/> その他		
降水量の観測機器	<input type="checkbox"/> アメダス <input type="checkbox"/> 転倒ます型雨量計 (GLP 機器番号 ) <input type="checkbox"/> 自記式雨量計 <input type="checkbox"/> 読み取り式雨量計 <input type="checkbox"/> その他		
観測時刻 (読み取りの場合)	おおむね 時頃		
記入日： 21/12/16 署名又は捺印： <u>和田倉誠也</u>			
その他の観測したデータがあれば観測方法等を説明			
記入日： 21/12/16 署名又は捺印： <u>和田倉誠也</u>			
<u>報告書 ID (非 GLP) : 2021T02-C</u>			

**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(℃)	最高気温(℃)	最低気温(℃)
2021年11月30日	16.7	28.3	10.7
2021年12月1日	15.6	28.4	9.8
2021年12月2日	15.7	33.0	9.1
2021年12月3日	16.4	32.9	9.9
2021年12月4日	16.2	32.7	10.3
2021年12月5日	16.4	32.2	9.7
2021年12月6日	16.1	32.5	10.5
2021年12月7日	17.6	33.7	10.3
2021年12月8日	17.2	31.7	10.3
2021年12月9日	17.1	32.2	10.0
2021年12月10日	16.6	34.3	10.6
2021年12月11日	18.0	35.0	10.6
2021年12月12日	17.6	32.1	10.4
2021年12月13日	16.8	32.2	10.6

観測地：宮崎県宮崎市佐土原町下那珂11913番地

日本植物防疫協会 宮崎試験場内

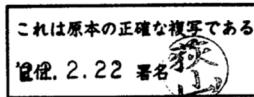
観測機器：気温 おんどり TR-71Ui (GLP機器番号 5227 )

## 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

2021/12/16 作成  
和田貞也



記入日： 21/12/16 署名又は捺印： 和田貞也

報告書 ID (非 GLP) : 2021TO2-C

### 3. 残留分析方法の詳細

試験実施場所名：一般社団法人日本植物防疫協会 茨城研究所  
試験担当者名：荒井 雄太、島崎 祐樹、六原 智子、天野 昭子

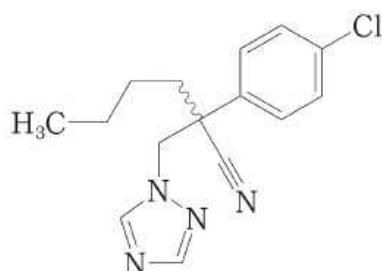
#### 3-1. 調査1

- (1) リーフレタス  
(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-(1*H*-1,2,4-triazol-1-ylmethyl)hexanenitrile

化学式：C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>4</sub>

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<sup>-6</sup>Pa

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（pH5,7,9）

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）  
グラファイトカーボンミニカラム：InertSep GC-e 250mg/6mL  
(ジーエルサイエンス製)  
濾紙：No.5A（桐山製作所製）  
ガラス纖維濾紙：GFP（桐山製作所製）

### 3. 装置及び機器

電子天秤：XSR205, XS4002S, PG2002（メトラー・トレド製）、S-BOX WP（イシダ製）  
ミキサー：GM-200（Retsch 製）  
振とう機：EL-01（スギヤマゲン製）  
減圧濃縮器：R-134（柴田科学器械工業製）  
液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）：  
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 1.7μm

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

A 液／B 液（10：90, v/v）

カラム温度：40°C

注入量：1 μL

ランタイム：10 分

保持時間：約 1.4 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：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

ミクロブタニル標準品20.0mgを精秤後アセトンで溶解し、20mL定容とし1000mg/L標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して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ミクロブタニルのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng)、縦軸にピーク面積をとて検量線を作成した。

## 6. 分析操作

### 6.1. 試料の前処理

試料は、適当な大きさに切断後ミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

### 6.2. 抽出

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

### 6.3. 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。

### 6.4. グラファイトカーボンミニカラムによる精製

グラファイトカーボンミニカラムにアセトニトリル5mLを流下し前処理をした。6.3の溶出液をミニカラムに流下後、さらにアセトニトリル5mL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°C以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

### 6.5. 定量

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

## 7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	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 (μL)	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、和歌山植の無処理試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg) , 0.1mg/kg及び10mg/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 (%)
	10	100, 100, 100, 99, 98	99	1
和歌山植	0.1	99, 97, 95, 93, 93	95	3
	0.01	100, 90, 90, 90, 90	92	5

## 9. 試料分析結果

試料調製場所	経過日数	分析値(mg/kg)	
		乳剤	水和剤
	処理前	<0.01	
	処理直後	7.03	7.63
和歌山植	処理1日後	7.40	7.82
	処理3日後	5.36	5.45
	処理7日後	3.69	3.68
	処理前	<0.01	
	処理直後	6.34	6.41
日植防高知	処理1日後	5.92	5.98
	処理3日後	5.08	5.48
	処理7日後	3.79	4.60
	処理前	<0.01	
	処理直後	6.74	6.39
日植防宮崎	処理1日後	6.37	5.75
	処理3日後	5.74	5.83
	処理7日後	4.58	5.12

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
2021/12/14	91	<0.01	和歌山植	和歌山植
2021/12/15	86	<0.01	和歌山植	日植防高知
2021/12/17	87	<0.01	和歌山植	日植防宮崎
2021/12/24	97	<0.01	和歌山植	日植防高知
2022/1/25	73	<0.01	和歌山植	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（和歌山植）にミクロブタニルを添加し、冷凍暗所（-20°C設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度(mg/kg)	保存期間 (日)	回収率(%)	平均回収率(%)
1	103 (2021/10/14 – 2022/1/25)	96, 90	93

実試料最長保存日数：和歌山植61日間、日植防高知31日間、日植防宮崎18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. 和歌山植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

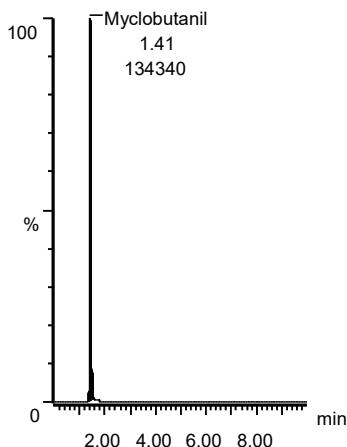
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

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)

(-/1μL/-)

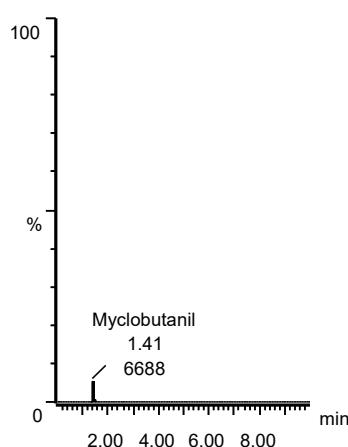
211020\_01  
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(-/1μL/-)

211020\_04  
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng  
(定量限界相当)

(5mL/1μL/-)

211020\_07  
20 MYC-T

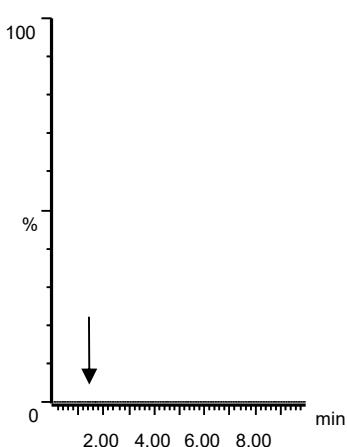
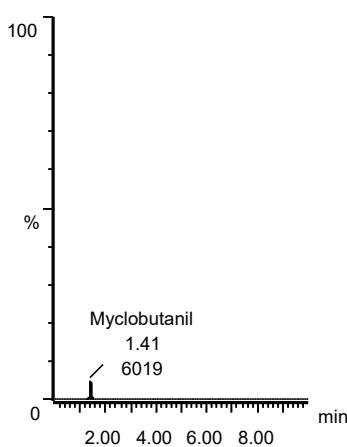


図1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬プランクのクロマトグラム

(5mL/1μL/0.2g)

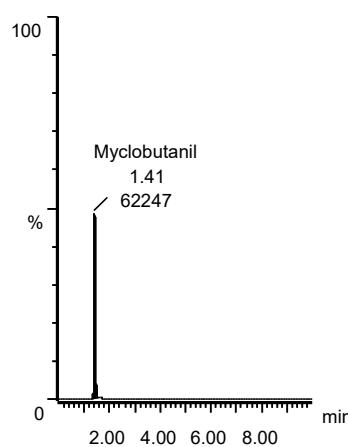
211020\_09  
20 MYC-S-1



0.01mg/kg 添加回収

(5mL/1μL/0.2g)

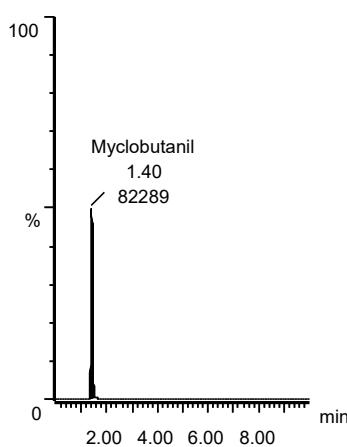
211022\_08  
20 MYC-L0.1-1



0.1mg/kg 添加回収

(500mL/1μL/0.2g)

220105\_07  
MYC L10-1\*100



10mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

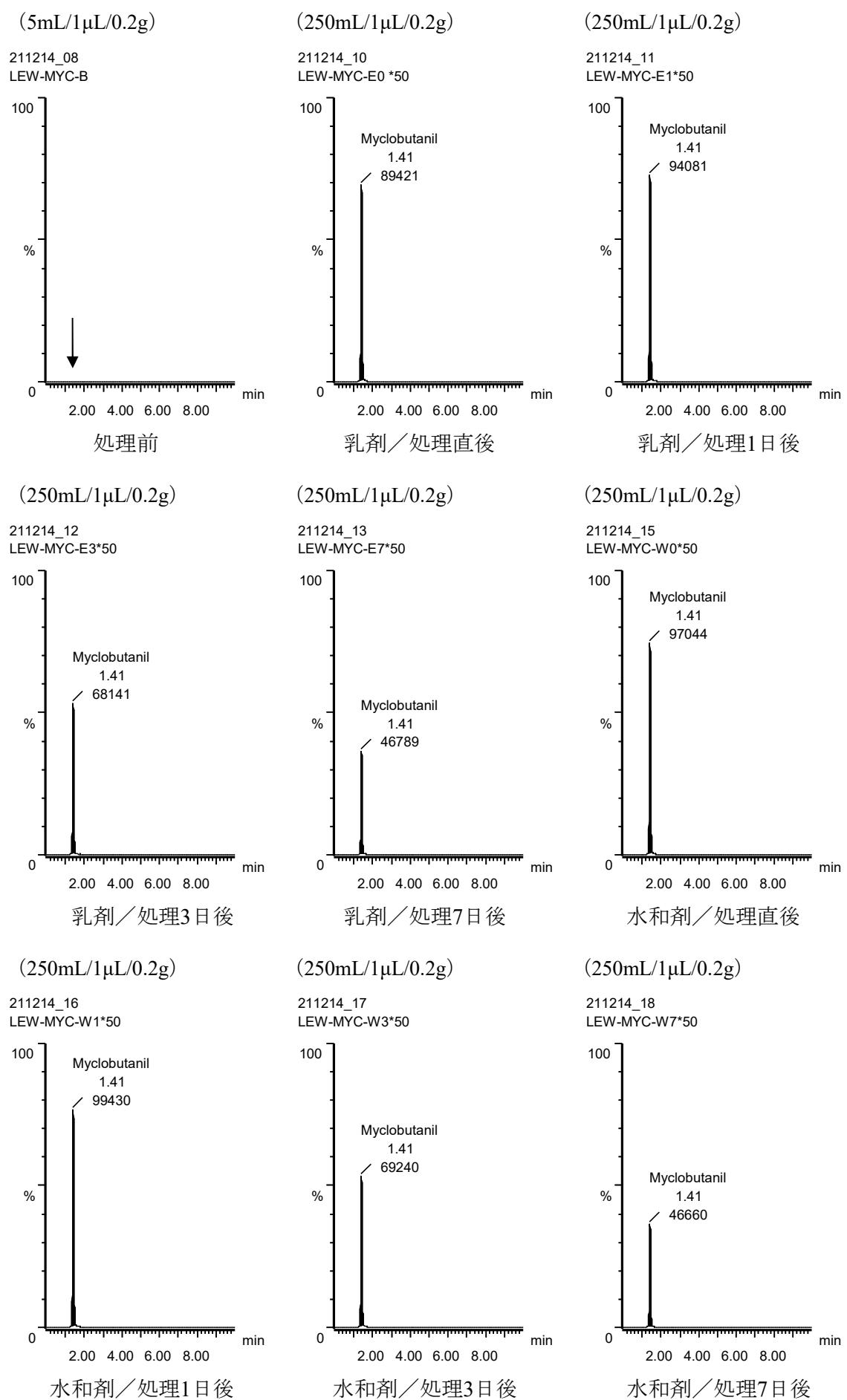


図4-1. 和歌山植試料のクロマトグラム

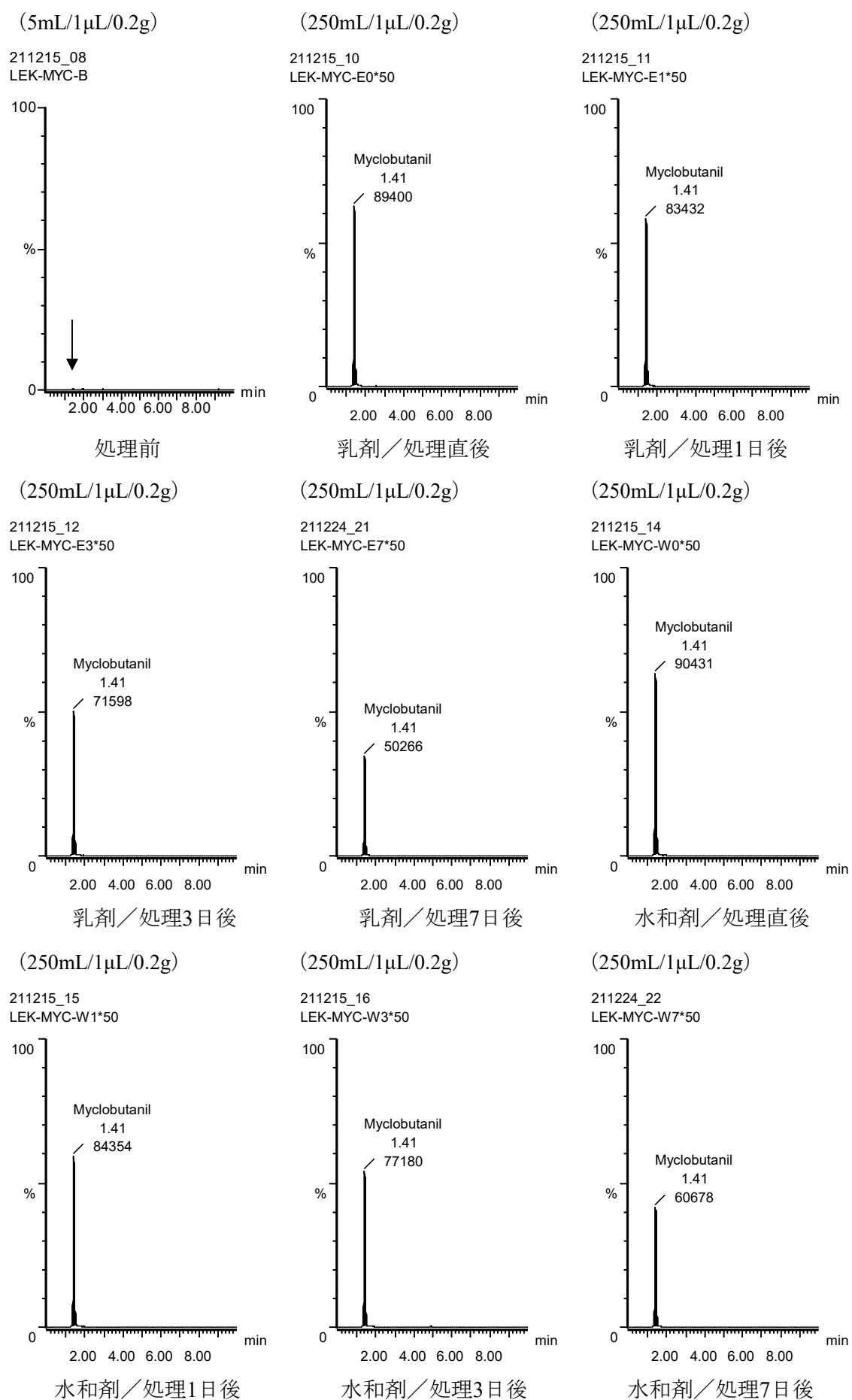


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

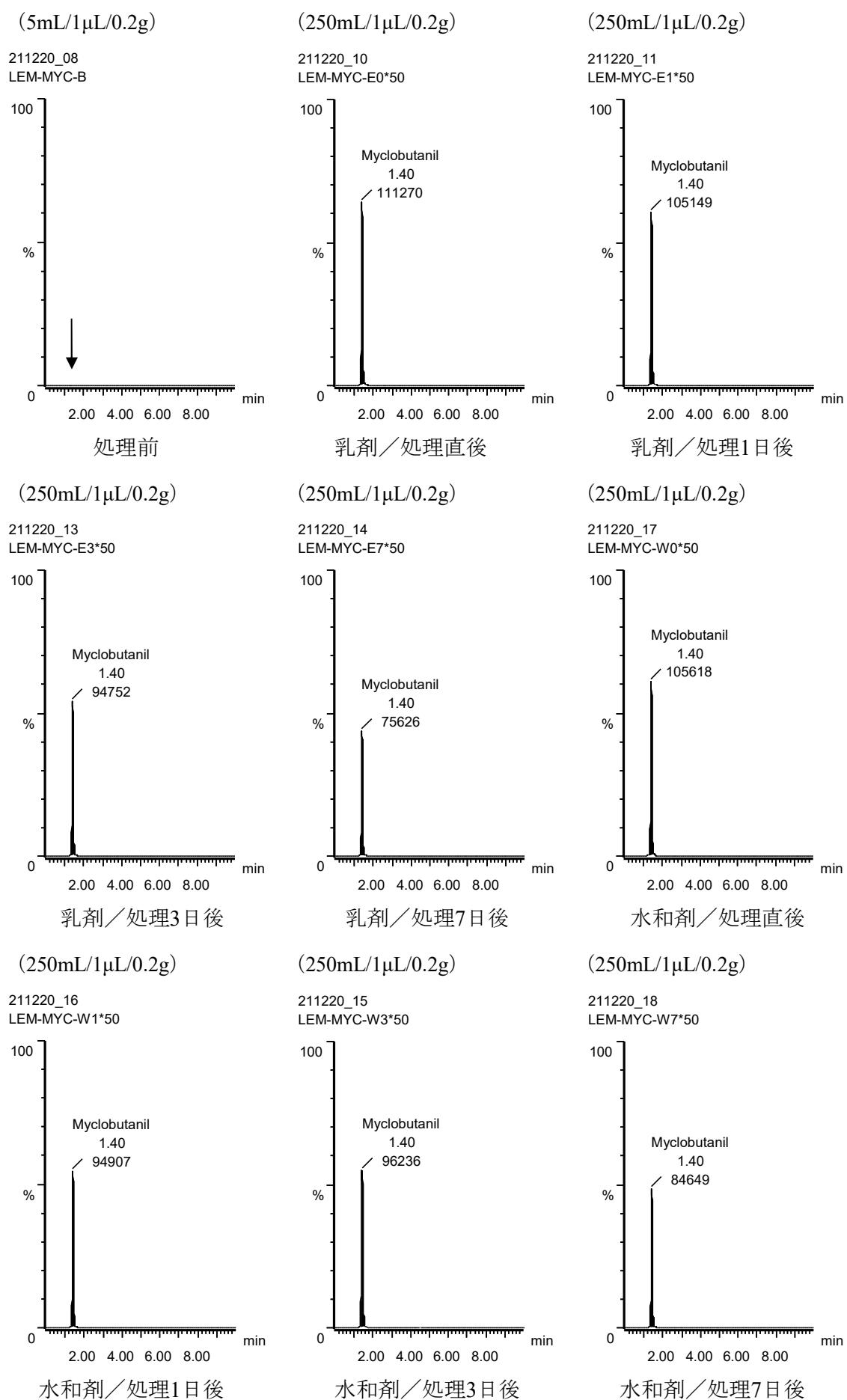


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

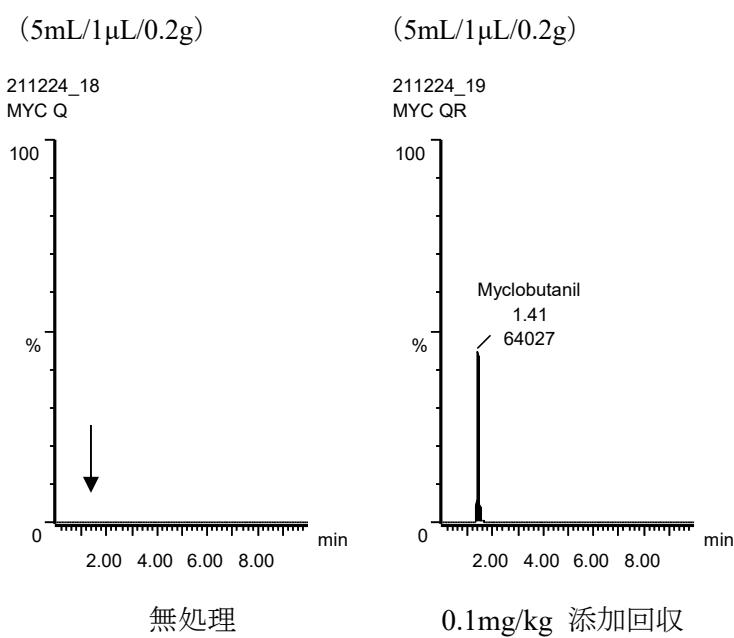


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

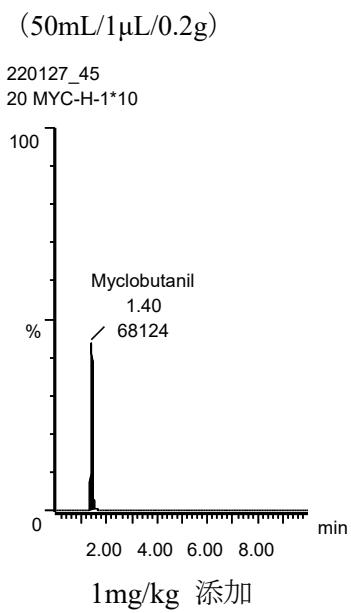


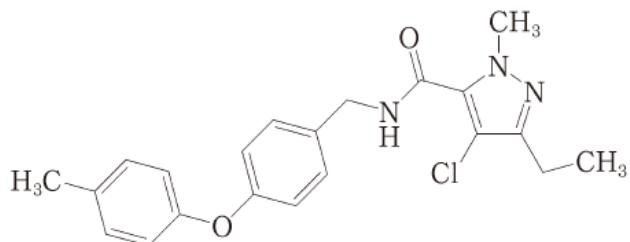
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(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*-tolyloxy)benzyl] pyrazole-5-carboxamide

化学式：C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>2</sub>

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) :  $5 \times 10^{-7}$  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, ヘキサン, 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)

グラファイトカーボンミニカラム：Supelclean ENVI-Carb 250mg/6mL（メルク製）  
濾紙：No.5A（桐山製作所製）  
ガラス纖維濾紙：GFP（桐山製作所製）

### 3. 装置及び機器

電子天秤：XSR205, XS4002S, PG2002（メトラー・トレド製）, S-BOX WP（イシダ製）  
ミキサー：GM-200（Retsch 製）  
振とう機：EL-01（スギヤマゲン製）  
減圧濃縮器：R-134（柴田科学器械工業製）  
液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS)：  
XEVO-TQS 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 1.7μm  
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  
A 液／B 液 (10 : 90, v/v)  
カラム温度：40°C  
注入量：1 μL  
ランタイム：10 分  
保持時間：約 1.9 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 197.09

## 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後ミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

### 6.2. 抽出

磨碎均一化した試料20gをはかりとり、アセトン100mLを加え振とう機を用い30分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス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°C以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

### 6.3. 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°C以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

### 6.4. グラファイトカーボンミニカラムによる精製

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

### 6.5. 定量

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

## 7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	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 (μL)	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、和歌山植の無処理試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg) , 0.1mg/kg及び20mg/kg添加濃度における回収試験を5連分析で実施した。

回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSDr (%)
	20	103, 103, 102, 102, 99	102	2
和歌山植	0.1	83, 79, 79, 77, 73	78	5
	0.01	80, 80, 70, 70, 70	74	7

## 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
福島植郡山		<0.01	
	処理直後	13.0	13.5
	処理1日後	12.9	14.8
	処理3日後	12.5	16.0
	処理7日後	9.11	11.1
日植防高知		<0.01	
	処理直後	8.73	9.66
	処理1日後	8.81	9.55
	処理3日後	8.35	9.31
	処理7日後	8.43	7.36
日植防宮崎		<0.01	
	処理直後	8.33	11.5
	処理1日後	7.79	10.2
	処理3日後	8.65	9.92
	処理7日後	8.79	11.5

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
2021/12/21	85	<0.01	和歌山植	福島植郡山
2021/12/22	86	<0.01	和歌山植	日植防高知
2021/12/23	88	<0.01	和歌山植	日植防宮崎
2022/1/25	90	<0.01	和歌山植	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（和歌山植）にトルフェンピラドを添加し、冷凍暗所（-20°C 設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度(mg/kg)	保存期間 (日)	回収率(%)	平均回収率(%)
1	103 (2021/10/14 — 2022/1/25)	96, 94	95

実試料最長保存日数：福島植郡山64日間、日植防高知36日間、日植防宮崎24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. 福島植郡山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

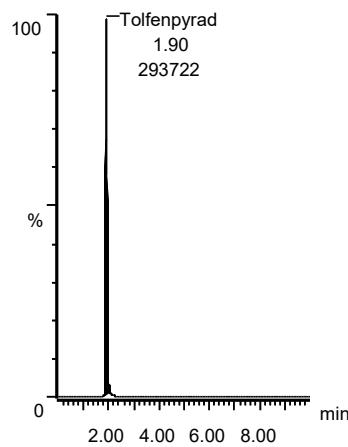
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

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)

(-/1μL/-)

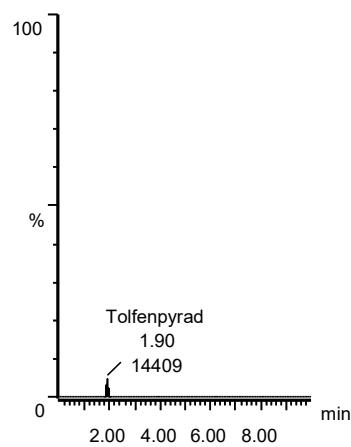
211026\_06  
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(-/1μL/-)

211026\_20  
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng  
(定量限界相当)

(5mL/1μL/-)

211022\_17  
20 TOL T

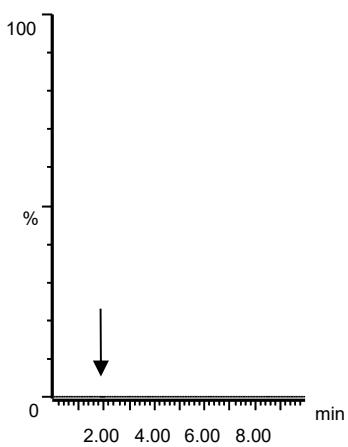
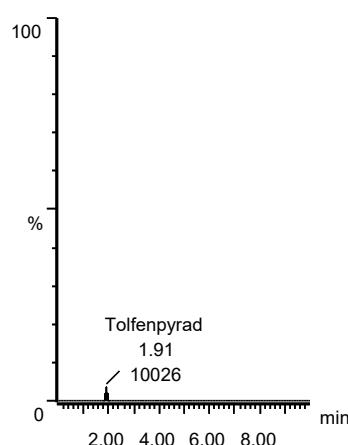


図2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

図1. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

(5mL/1μL/0.2g)

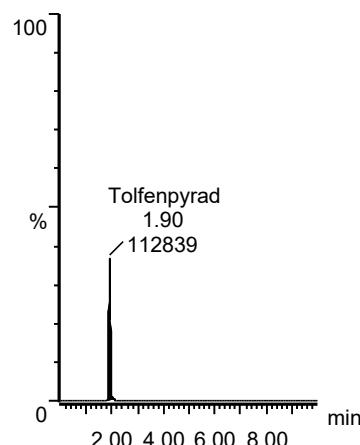
211026\_14  
20 TOL S-1



0.01mg/kg 添加回収

(5mL/1μL/0.2g)

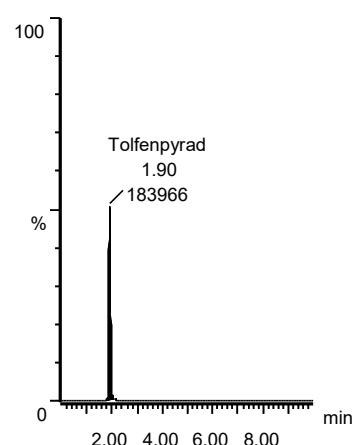
211028\_14  
20 TOL L0.1-1



0.1mg/kg 添加回収

(1000mL/1μL/0.2g)

220105\_19  
TOL L20-1\*200



20mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

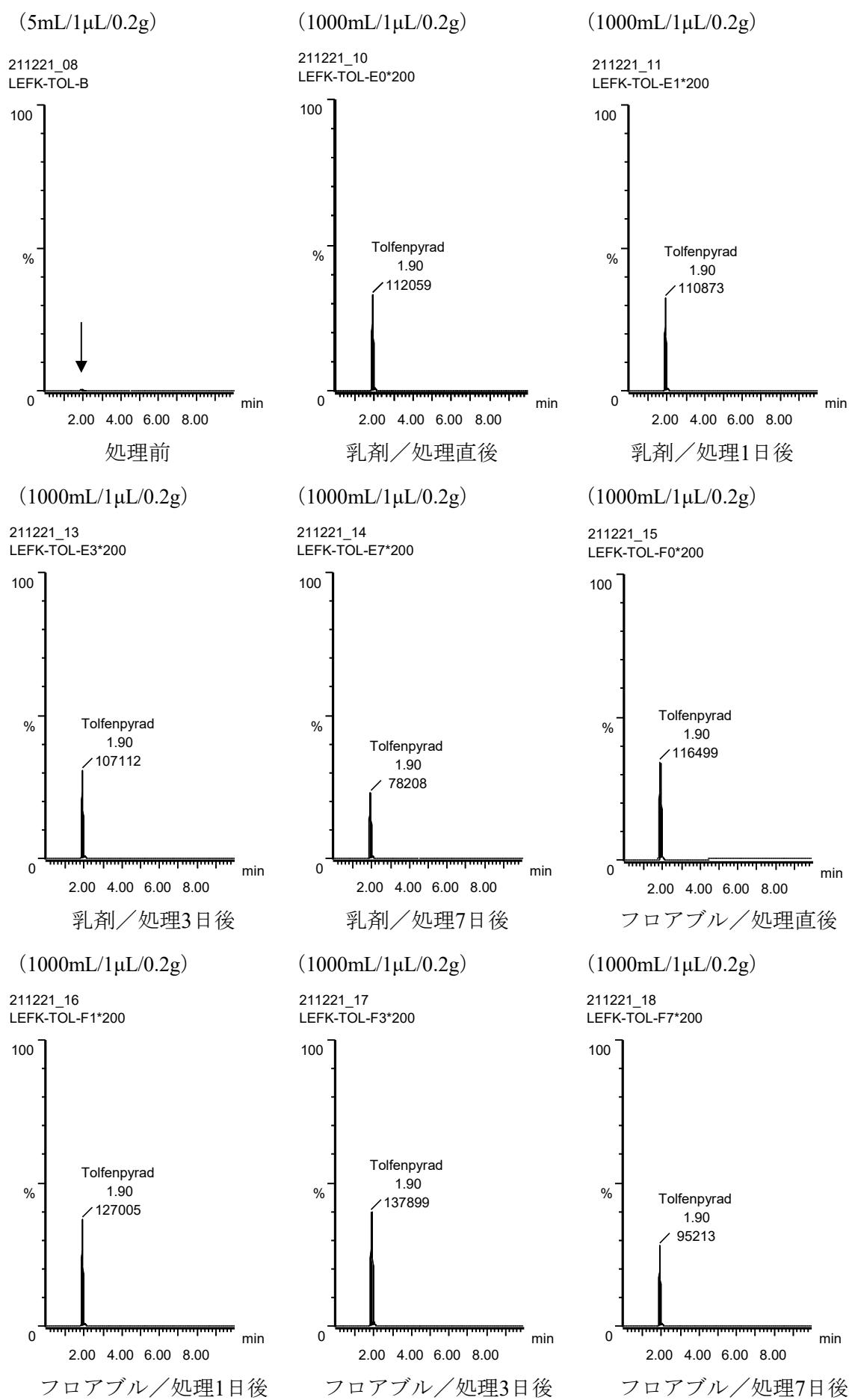


図4-1. 福島植郡山試料のクロマトグラム

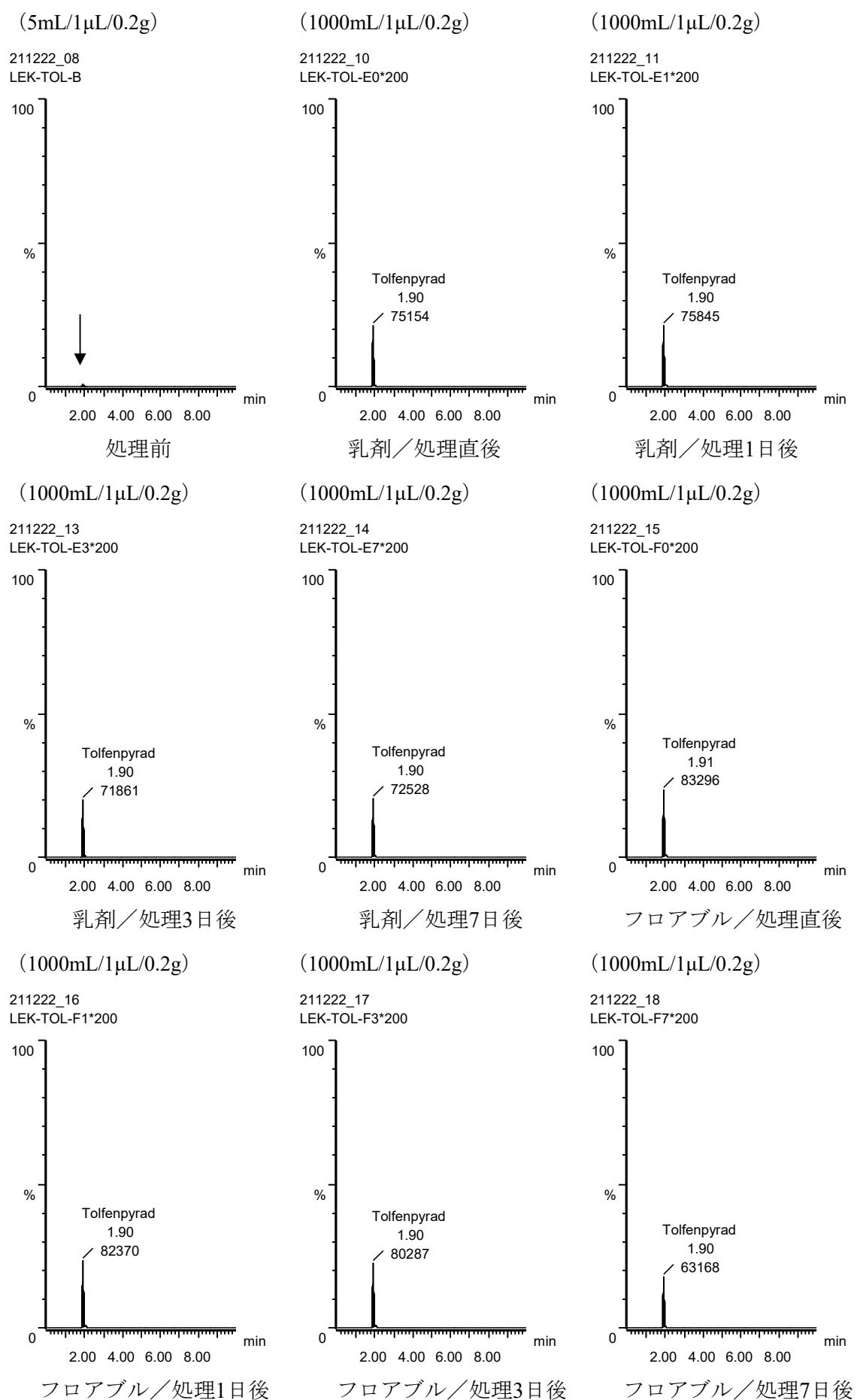


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

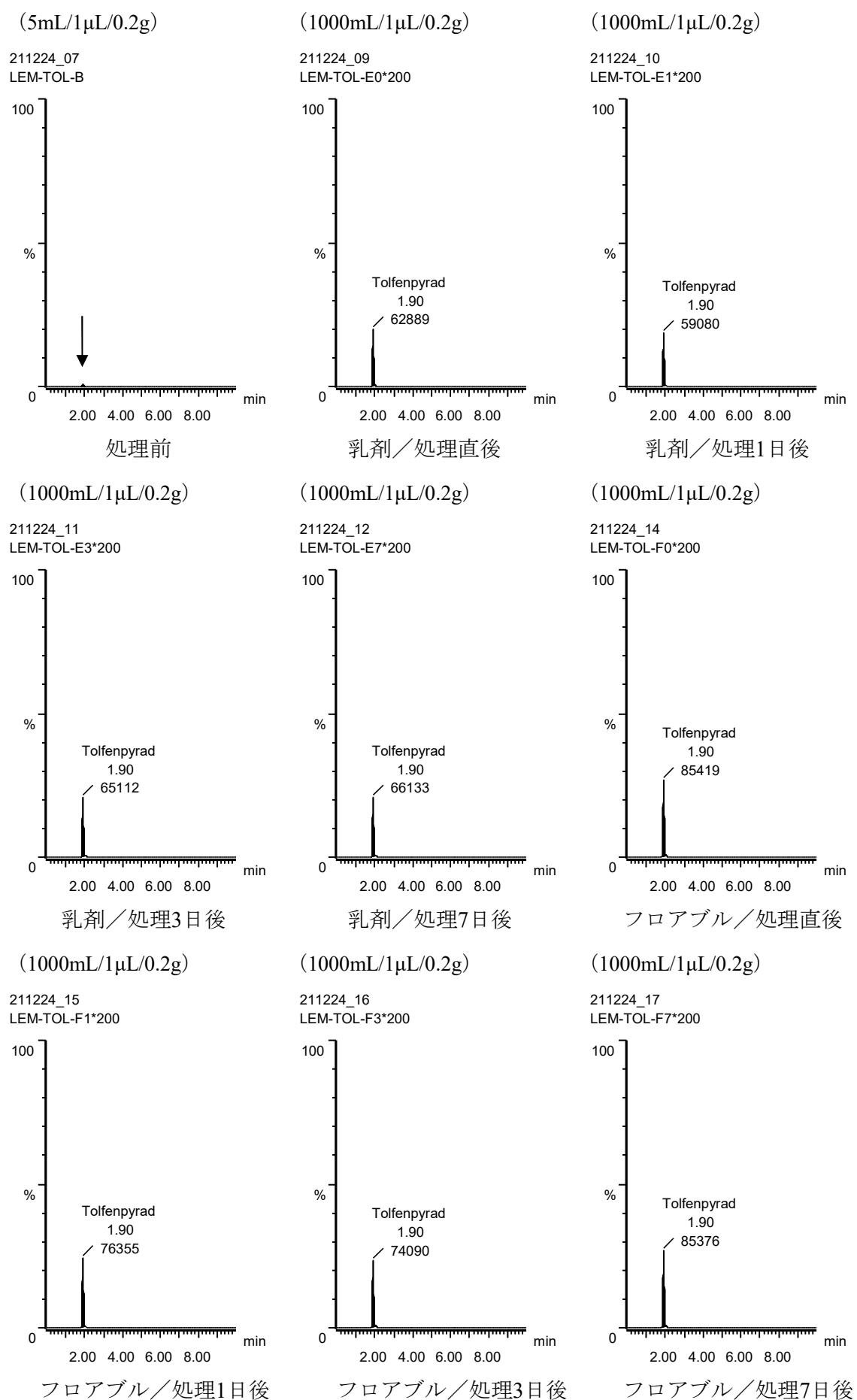


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

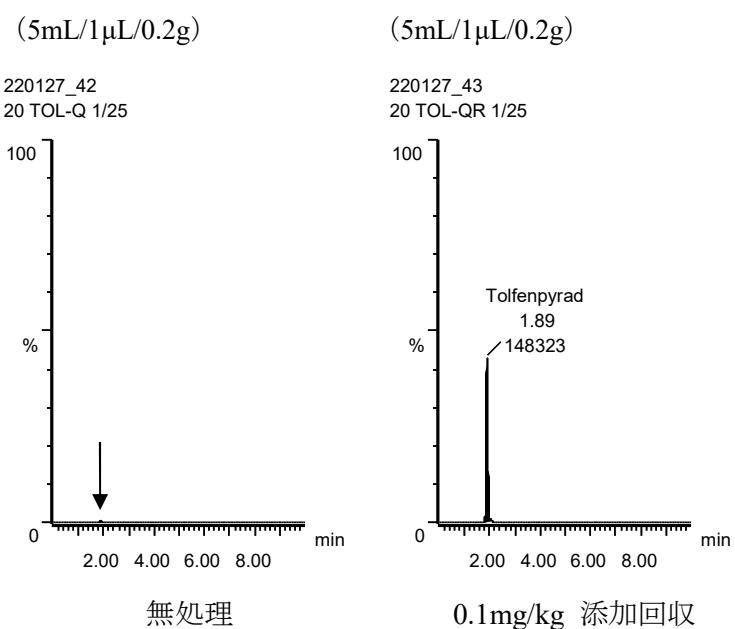


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

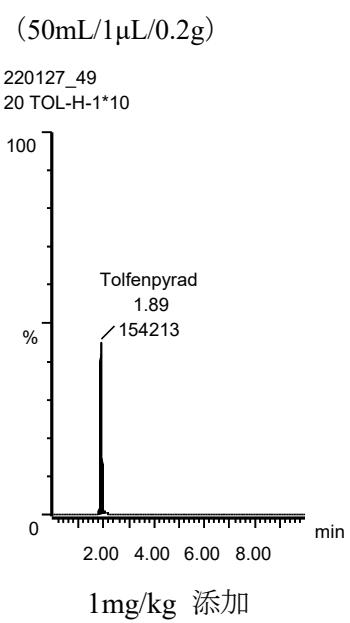


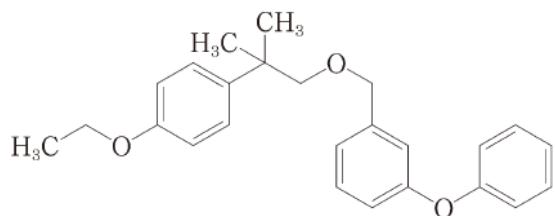
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(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 : C<sub>25</sub>H<sub>28</sub>O<sub>3</sub>

分子量 : 376.5

性状 : 白色結晶, 僅かに芳香臭

融点 : 37.4±0.1°C

蒸気圧 (25°C換算) : 8.13×10<sup>-7</sup> Pa

オクタノール／水分配係数 (20°C) : log Pow=6.9

溶解性 (20°C) : 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°C~150°Cの範囲で安定

加水分解性半減期 (25°C) ; >1年 (pH5, pH7, pH9)

水中光分解性半減期 (25°C) ; 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, ヘキサン, 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)

グラファイトカーボンミニカラム : InertSep GC-e 250mg/L 6mL

(ジーエルサイエンス製)

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス纖維濾紙：GFP（桐山製作所製）

### 3. 装置及び機器

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

ミキサー: GM-200(Retsch 製)

振とう機: EL-01(スギヤマゲン製)

減圧濃縮器: R-134(柴田科学器械工業製)

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

XEVO-TQS 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 1.7μm

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

A 液／B 液 (10 : 90, v/v)

カラム温度 : 40°C

注入量 : 1 μL

ランタイム : 10 分

保持時間 : 約 3.3 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 : 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 177.13

### 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後ミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

### 6.2. 抽出

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

### 6.3. 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°C以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

### 6.4. グラファイトカーボンミニカラムによる精製

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

### 6.5. 定量

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

## 7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	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 (μL)	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、和歌山植の無処理試料を用いて、定量限界相当（0.01mg/kg）、0.1mg/kg及び20mg/kg添加濃度における回収試験を5連分析で実施した。

回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSDr (%)
	20	109, 102, 102, 101, 101	103	3
和歌山植	0.1	100, 99, 98, 98, 92	97	2
	0.01	100, 100, 100, 90, 90	96	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
	処理前	<0.01	
	処理直後	11.7	5.63
日植防茨城	処理1日後	5.59	6.30
	処理3日後	6.10	5.41
	処理7日後	3.65	3.04
	処理前	<0.01	
	処理直後	10.5	14.0
日植防高知	処理1日後	9.21	10.7
	処理3日後	9.44	9.27
	処理7日後	7.43	5.62
	処理前	<0.01	
	処理直後	11.4	12.5
日植防宮崎	処理1日後	10.4	11.5
	処理3日後	10.6	10.8
	処理7日後	8.95	8.63

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
2021/11/25	108	<0.01	和歌山植	日植防茨城
				日植防高知
2021/12/20	91	<0.01	和歌山植	日植防茨城
				日植防高知
				日植防宮崎
2021/12/24	105	<0.01	和歌山植	日植防高知
				日植防宮崎
2021/12/27	95	<0.01	和歌山植	日植防宮崎
2022/1/25	92	<0.01	和歌山植	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(和歌山植)にエトフェンプロックスを添加、冷凍暗所(-20°C設定)に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度(mg/kg)	保存期間 (日)	回収率(%)	平均回収率 (%)
1	103 (2021/10/14 - 2022/1/25)	89, 87	88

実試料最長保存日数：日植防茨城32日間、日植防高知35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. 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

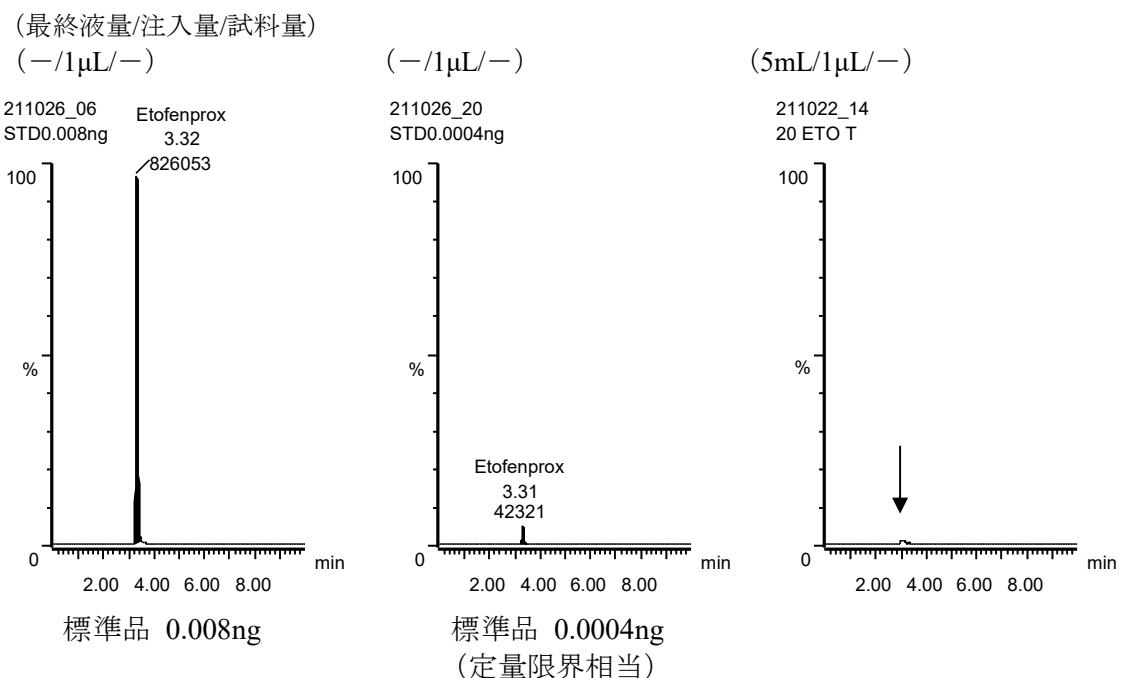


図2. 全操作試薬ブランク  
のクロマトグラム

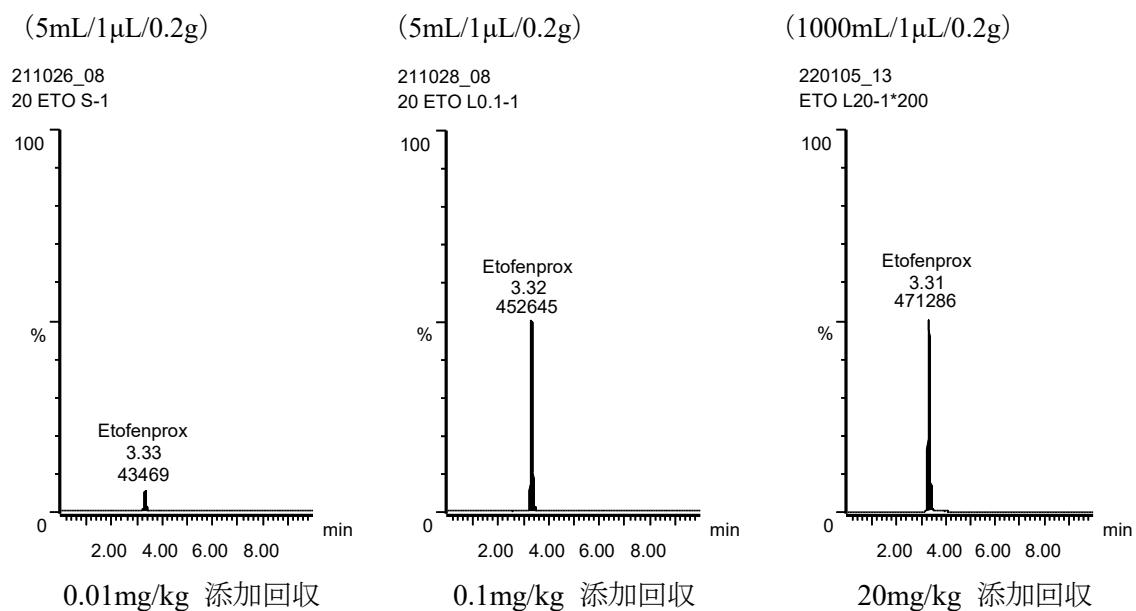


図3. 回収率のクロマトグラム

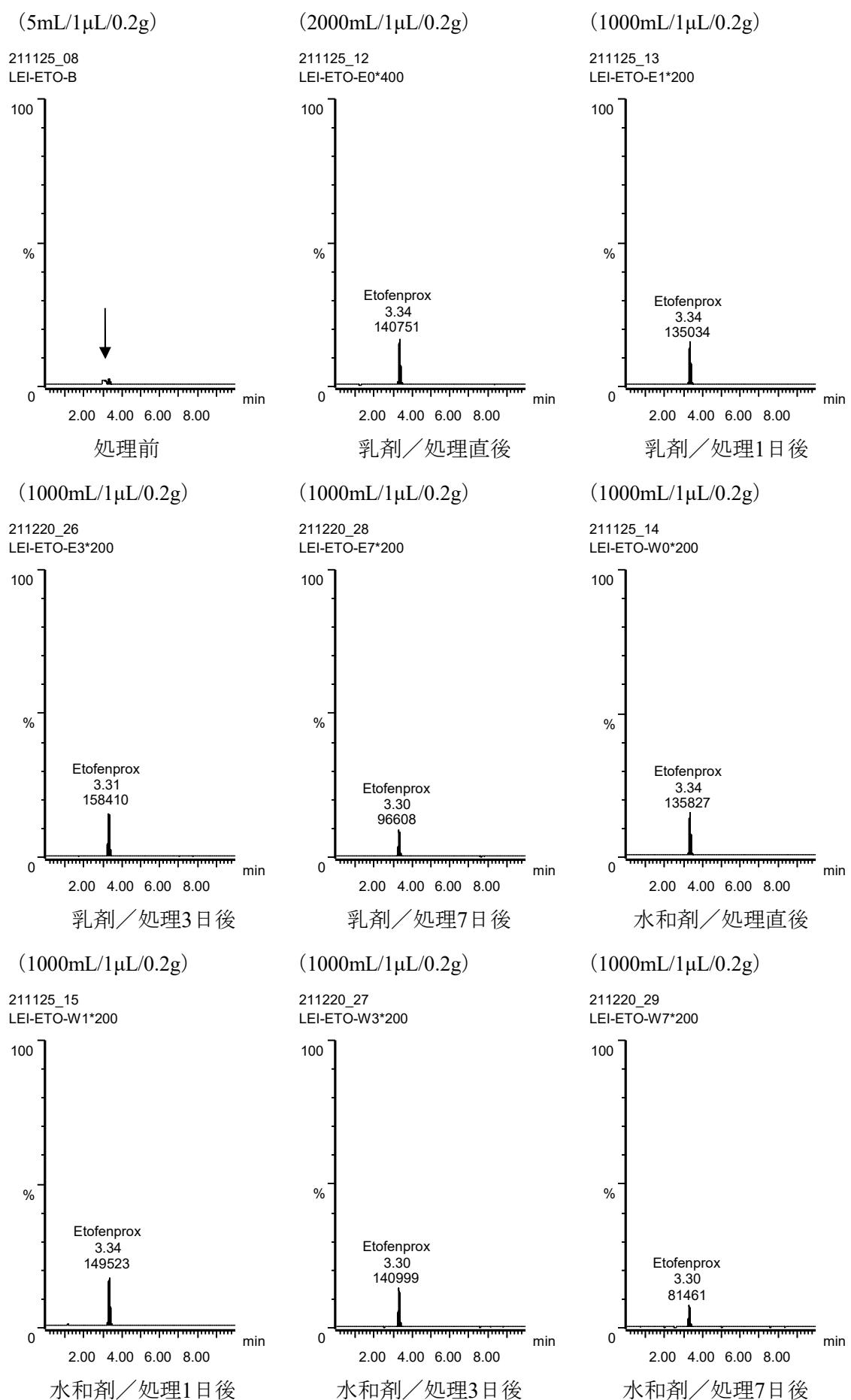


図4-1. 日植防茨城試料のクロマトグラム

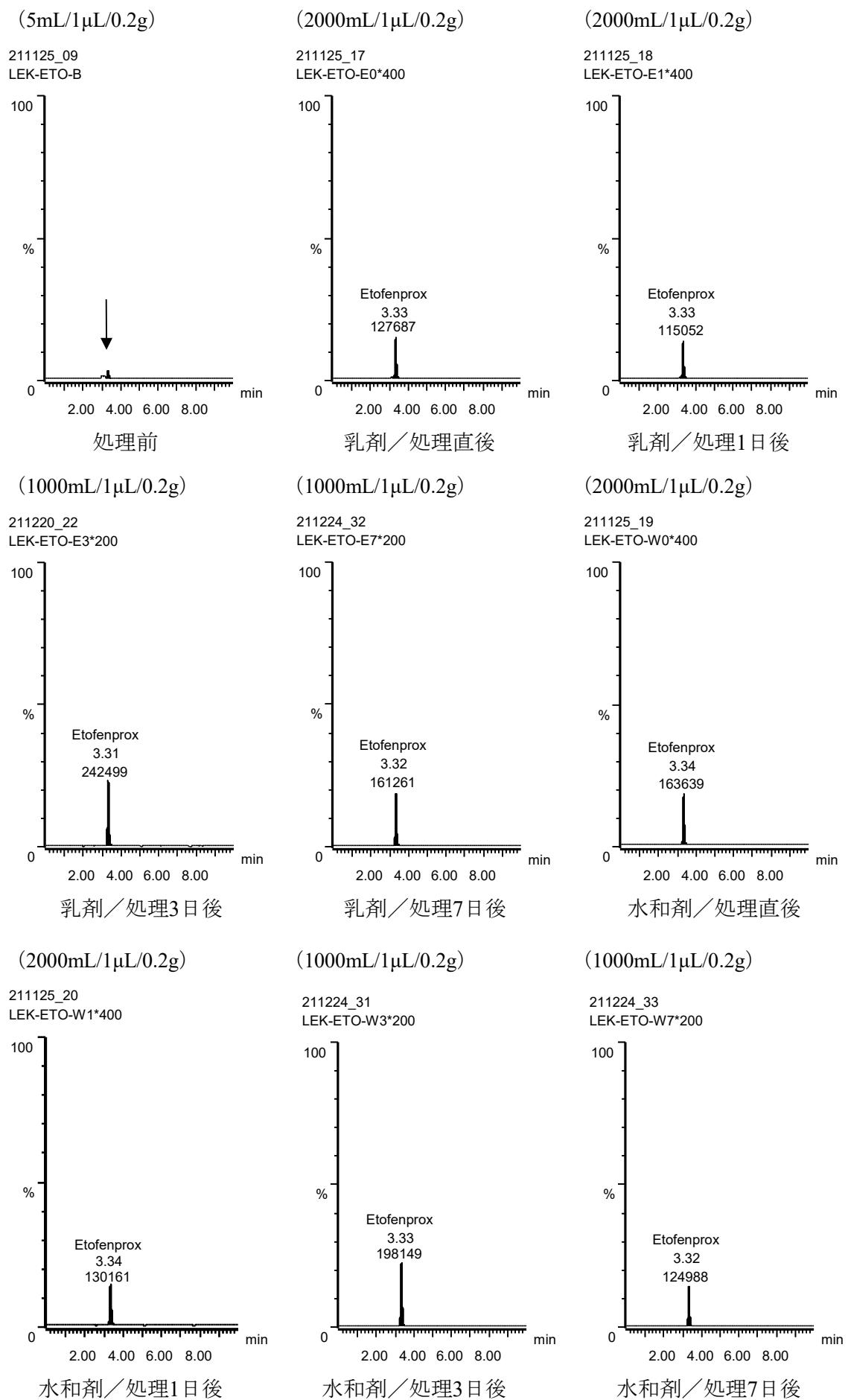


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

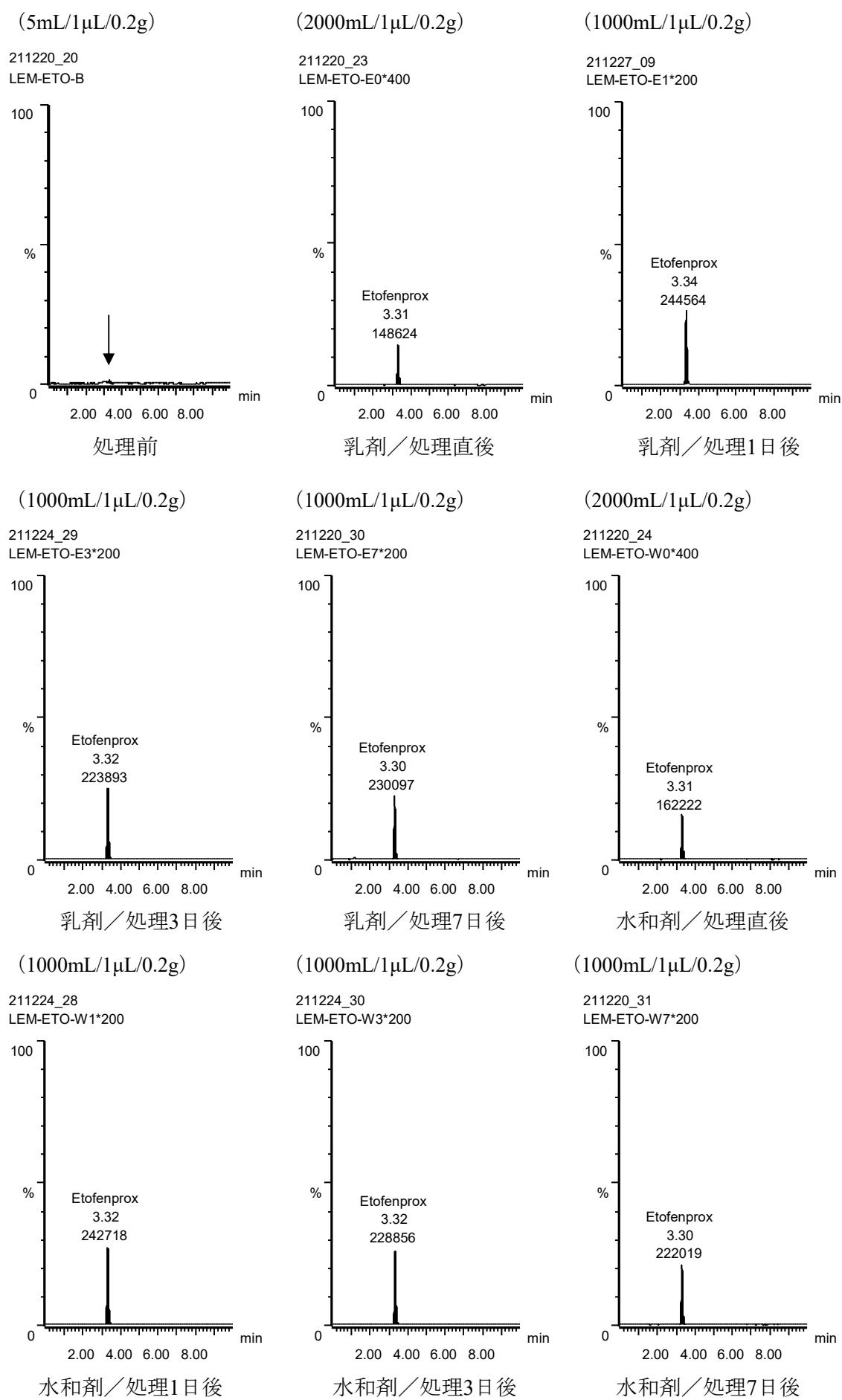


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

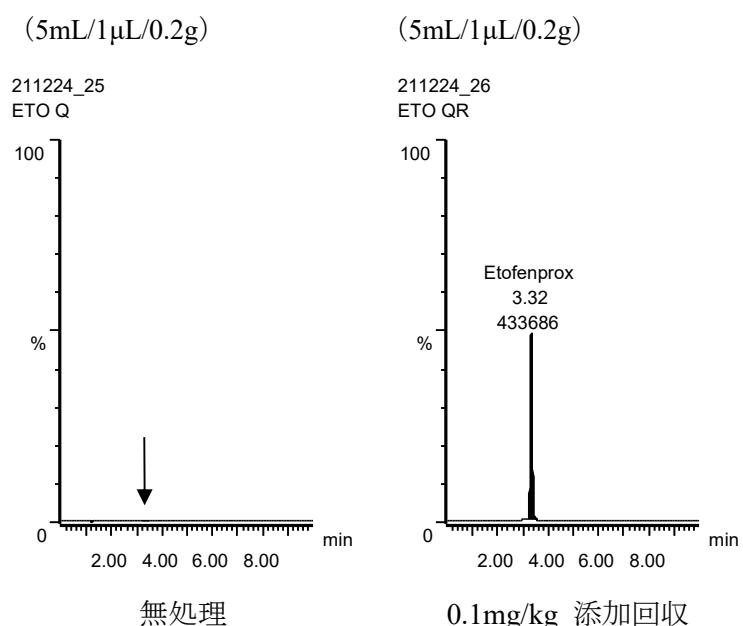


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

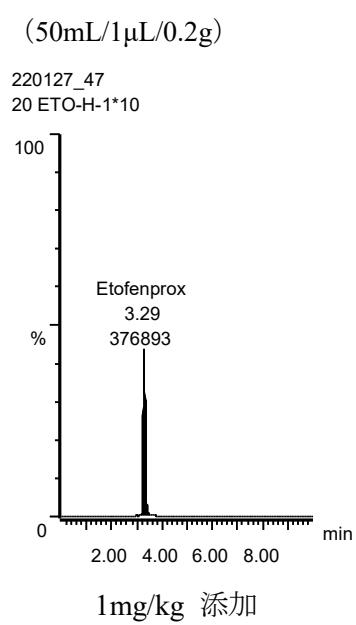


図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(d) 作物写真

1-1. ミクロブタニル



和歌山 处理前



和歌山 乳剤／処理直後



和歌山 水和剤／処理直後



和歌山 乳剤／処理1日後



和歌山 水和剤／処理1日後



和歌山 乳剤／処理3日後



和歌山 水和剤／処理3日後



和歌山 乳剤／処理7日後



和歌山 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



福島植郡山 处理前



福島植郡山 乳剤／処理直後



福島植郡山 フロアブル／処理直後



福島植郡山 乳剤／処理1日後



福島植郡山 フロアブル／処理1日後



福島植郡山 乳剤／処理3日後



福島植郡山 フロアブル／処理3日後



福島植郡山 乳剤／処理7日後



福島植郡山 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



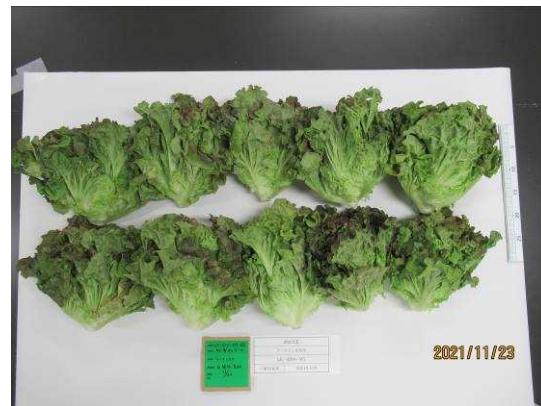
高知 乳剤／処理3日後



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

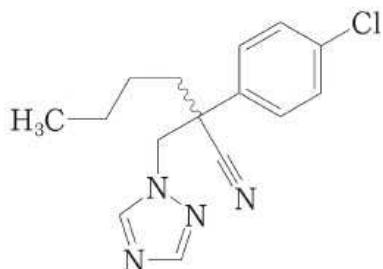
(2) ミニトマト

(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-(1*H*-1,2,4-triazol-1-ylmethyl)hexanenitrile

化学式：C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>4</sub>

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<sup>-6</sup>Pa

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, キシレン 197.8g/L, ヘキサン 1.22g/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 (pH5,7,9)

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）

ガラス纖維濾紙：GFP（桐山製作所製）

### 3. 装置及び機器

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

ミキサー: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-134(柴田科学器械工業製)

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

XEVO-TQS 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 $\mu$ 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

A 液/B 液 (10 : 90, v/v)

カラム温度 : 40°C

注入量 : 1  $\mu$ L

ランタイム : 10 分

保持時間 : 約 1.4 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 : 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

ミクロブタニル標準品20.0mgを精秤後アセトンで溶解し、20mL定容とし1000mg/L標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して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ミクロブタニルのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng)、縦軸にピーク面積をとて検量線を作成した。

## 6. 分析操作

### 6.1. 試料の前処理

試料は、ヘタを除き、ミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

### 6.2. 抽出

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

### 6.3. 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°C以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

### 6.4. 定量

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

## 7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	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 (μL)	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1mg/kg添加濃度における回収試験を5連分析で実施した。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)					平均回収率 (%)	RSDr (%)
	1	102,	100,	99,	99,	98	100	2
日植防茨城	0.1	96,	95,	94,	93,	87	93	4
	0.01	100,	100,	90,	90,	80	92	9

## 9. 試料分析結果

試料調製場所	経過日数	分析値(mg/kg)	
		乳剤	水和剤
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.35	0.32
日植防茨城	処理1日後	0.28	0.25
	処理3日後	0.24	0.27
	処理7日後	0.18	0.22
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.24	0.26
日植防高知	処理1日後	0.23	0.29
	処理3日後	0.21	0.24
	処理7日後	0.16	0.19
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.32	0.29
日植防宮崎	処理1日後	0.31	0.28
	処理3日後	0.26	0.30
	処理7日後	0.21	0.24

試験区試料の分析は1連で実施

## 10. 精度管理

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

管理基準： 各調製場所の実試料分析と保存安定性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
2022/1/5	91	<0.01	日植防茨城 日植防高知	日植防茨城
2022/1/6	81	<0.01		日植防宮崎
2022/1/27	90	<0.01	日植防茨城	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）にミクロブタニルを添加し、冷凍暗所（-20°C 設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度(mg/kg)	保存期間 (日)	回収率(%)	平均回収率(%)
1	79 (2021/11/9 – 2022/1/27)	97, 91	94

実試料最長保存日数：日植防茨城58日間、日植防高知40日間、日植防宮崎47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

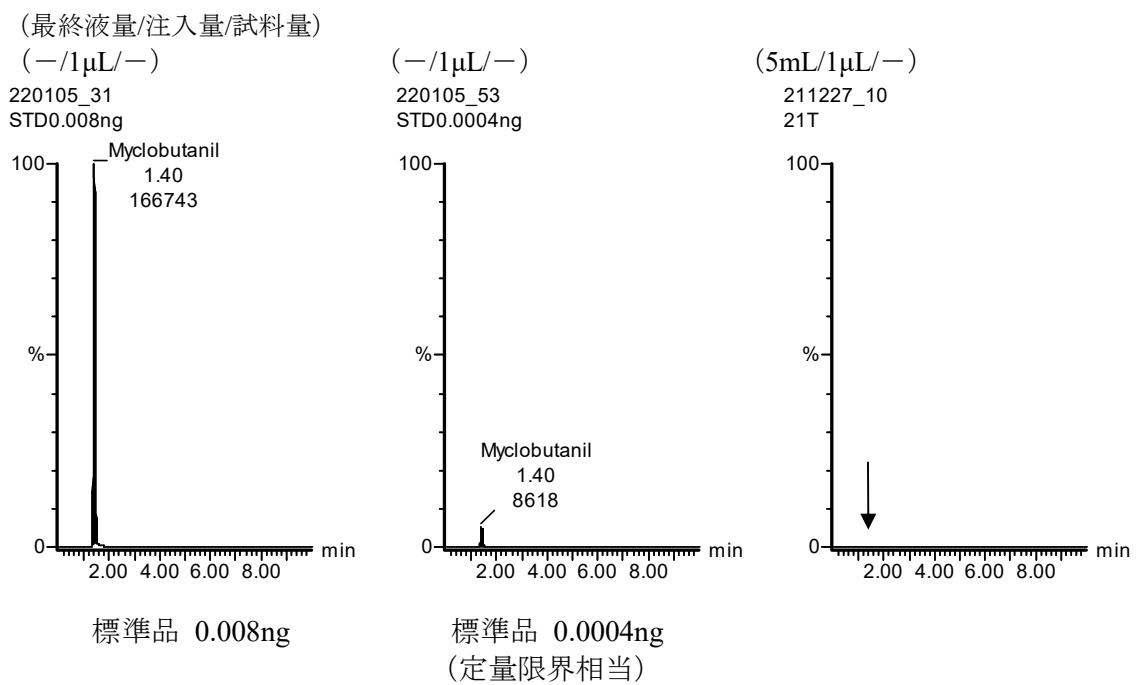


図1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク  
 のクロマトグラム

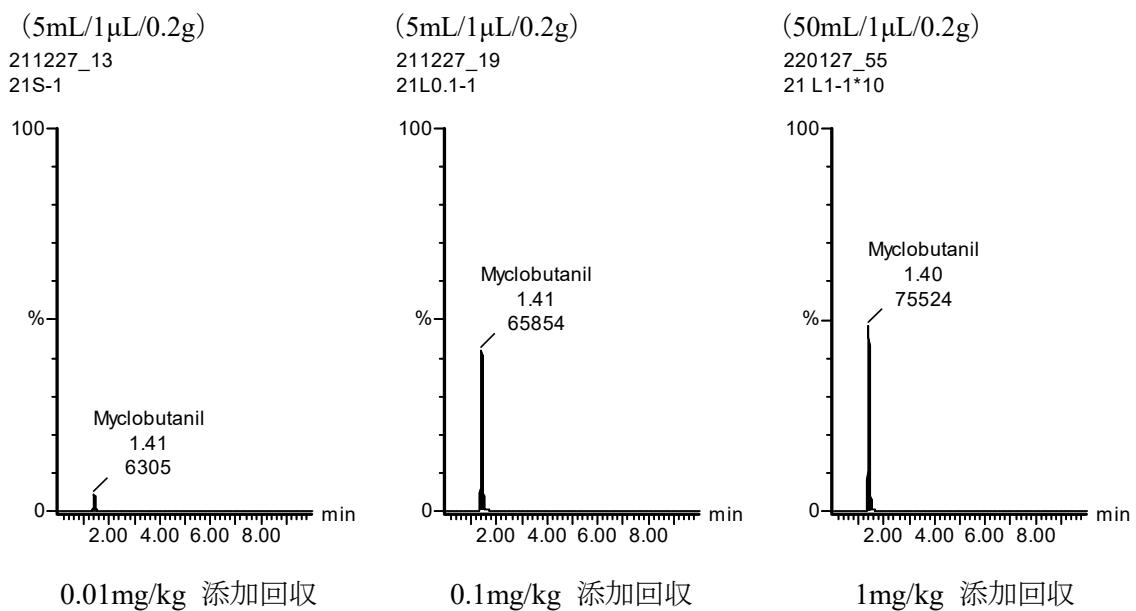


図3. 回収率のクロマトグラム

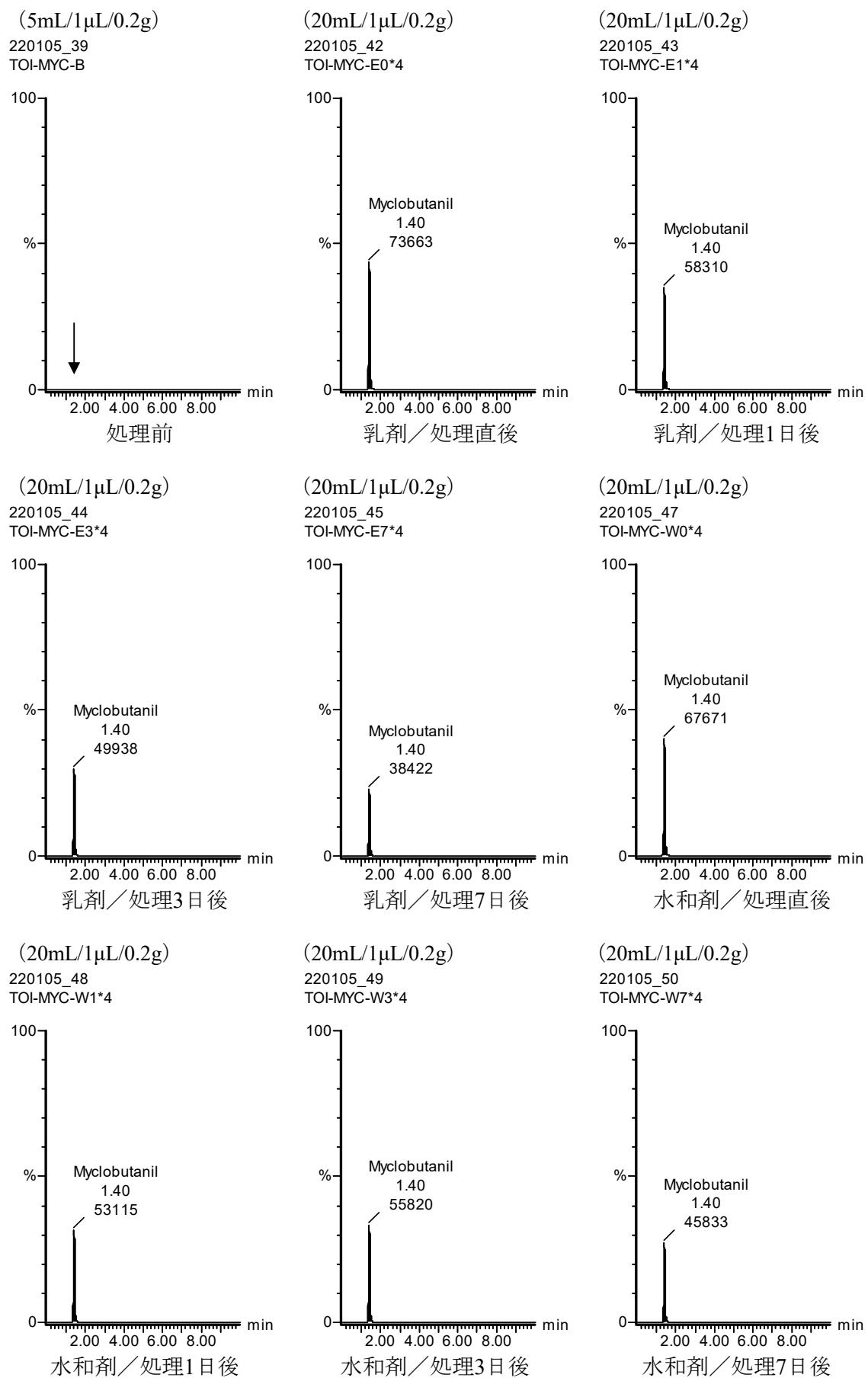


図4-1. 日植防茨城試料のクロマトグラム

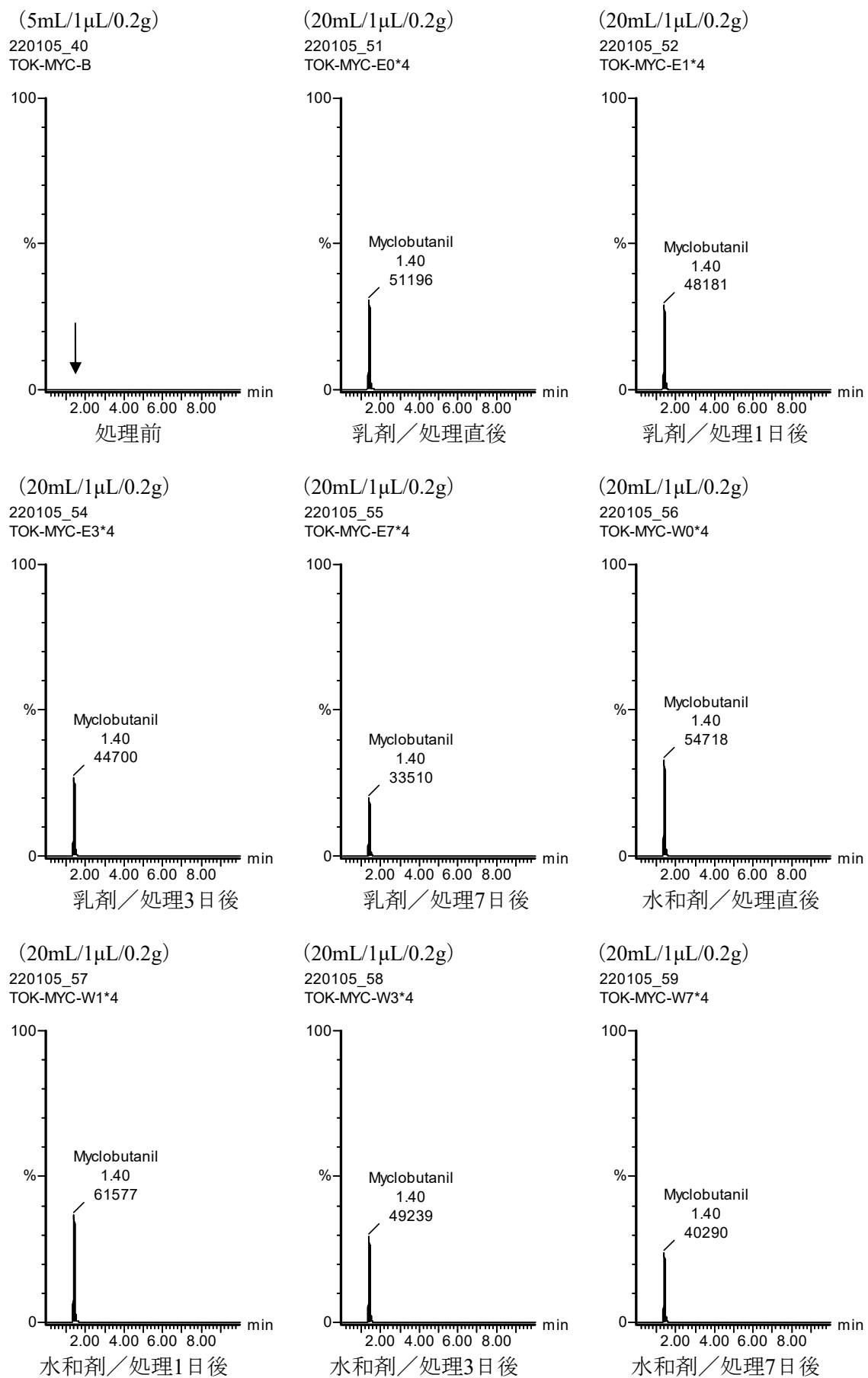


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

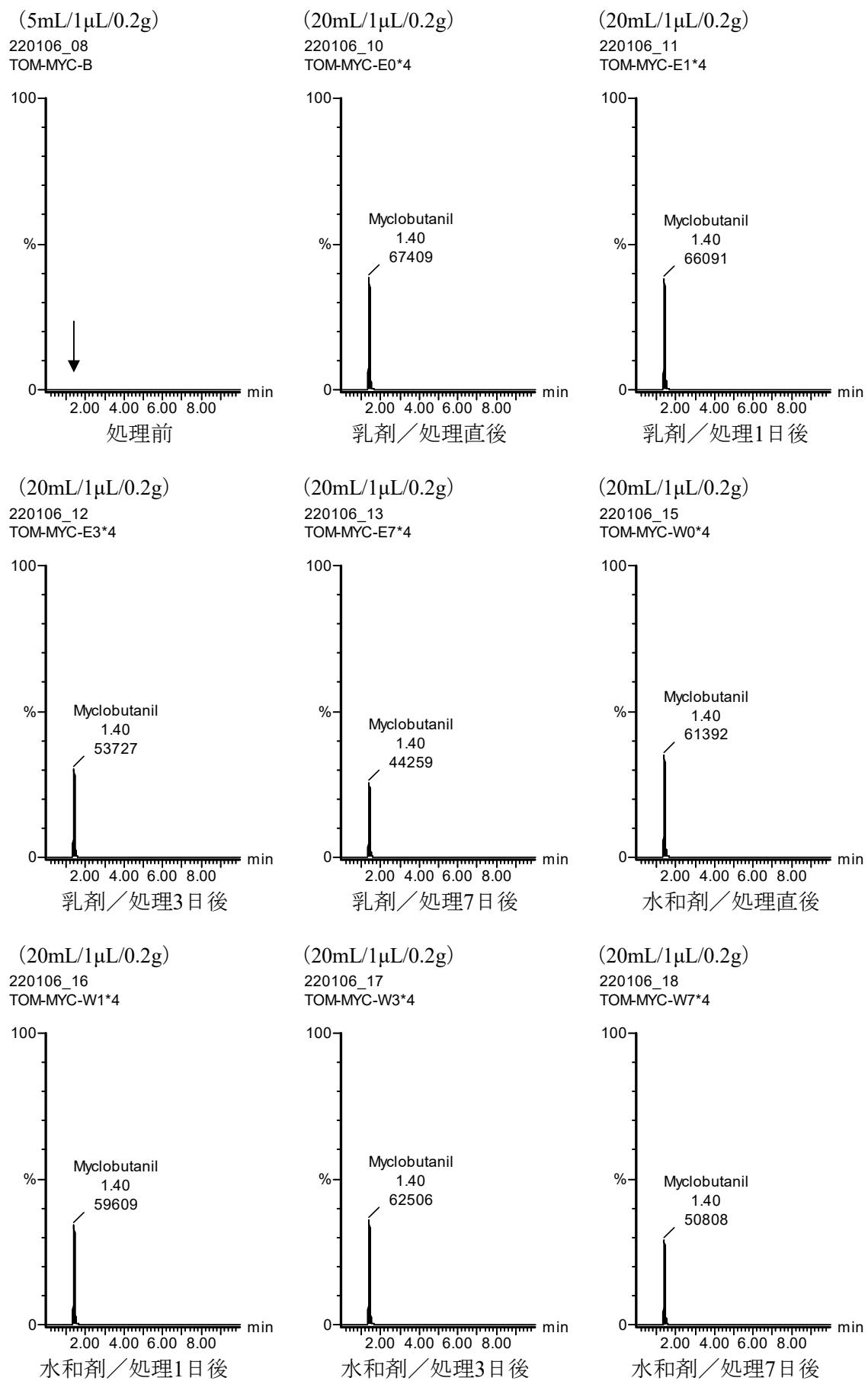


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

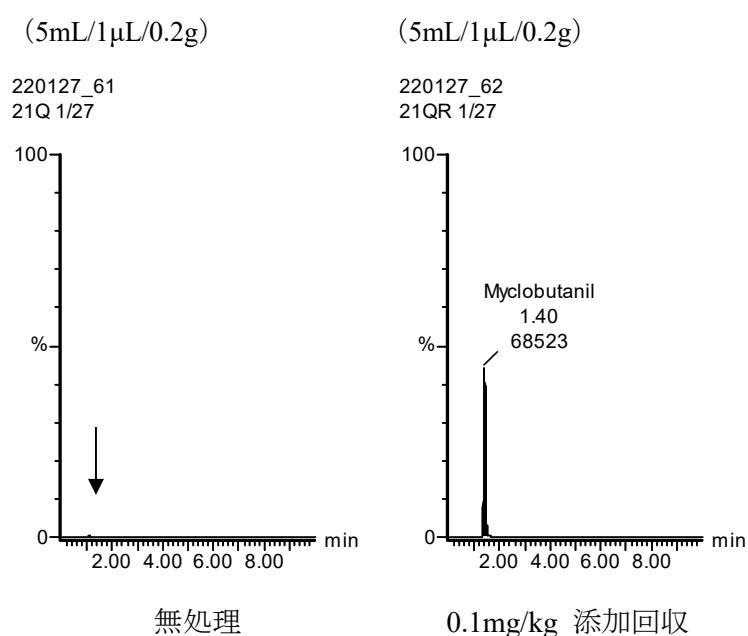


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

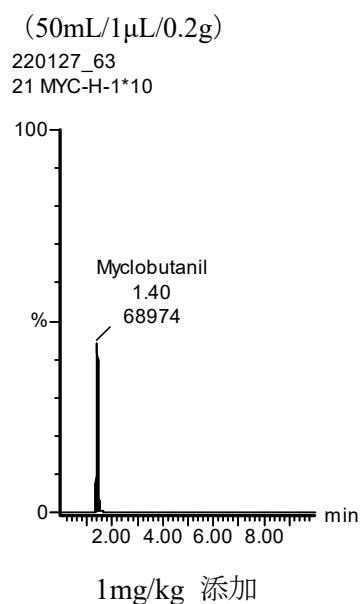


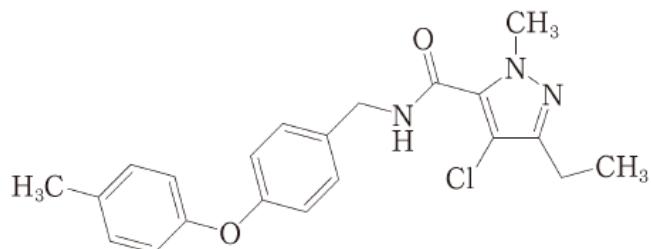
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(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*-tolyloxy)benzyl] pyrazole-5-carboxamide

化学式：C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>2</sub>

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）： $5 \times 10^{-7}$  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,  
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°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）

ガラス纖維濾紙：GFP（桐山製作所製）

### 3. 装置及び機器

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

ミキサー: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-134(柴田科学器械工業製)

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

XEVO-TQS 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 1.7μm

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

A 液/B 液 (10 : 90, v/v)

カラム温度 : 40°C

注入量 : 1 μL

ランタイム : 10 分

保持時間 : 約 1.9 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 197.09

### 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碎均一化した。

### 6.2. 抽出

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

### 6.3. 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°C以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

### 6.4. 定量

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

## 7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	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 (μL)	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1mg/kg添加濃度における回収試験を5連分析で実施した。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)						平均回収率 (%)	RSDr (%)
	1	102,	101,	101,	100,	99	101	101	1
日植防茨城	0.1	102,	102,	101,	100,	97	100	100	2
	0.01	100,	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	フロアブル
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.73	0.39
日植防茨城	処理1日後	0.73	0.42
	処理3日後	0.66	0.50
	処理7日後	0.67	0.65
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.52	0.46
日植防高知	処理1日後	0.48	0.46
	処理3日後	0.47	0.52
	処理7日後	0.43	0.51
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.60	0.50
日植防宮崎	処理1日後	0.51	0.40
	処理3日後	0.65	0.57
	処理7日後	0.55	0.55

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
2022/1/12	91	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/1/13	95	<0.01	日植防茨城	日植防高知 日植防宮崎
2022/1/27	98	<0.01	日植防茨城	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)にトルフェンピラドを添加し、冷凍暗所(-20°C設定)に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度(mg/kg)	保存期間 (日)	回収率(%)	平均回収率(%)
1	79 (2021/11/9 - 2022/1/27)	104, 101	103

実試料最長保存日数：日植防茨城65日間、日植防高知48日間、日植防宮崎54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

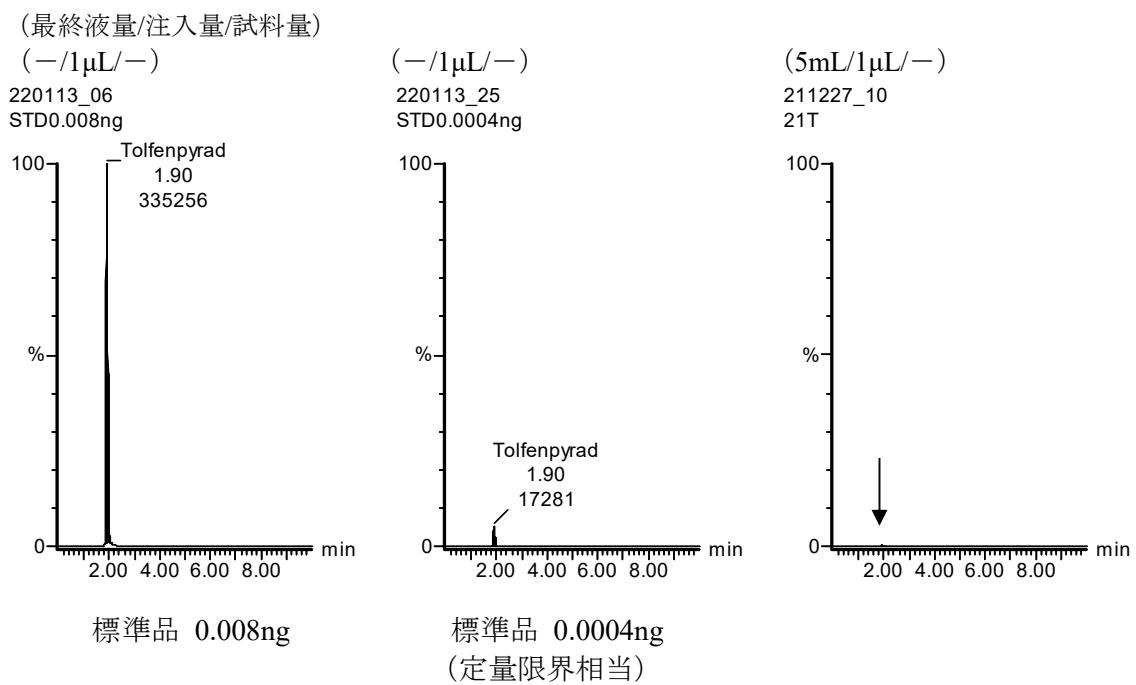


図1. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク  
のクロマトグラム

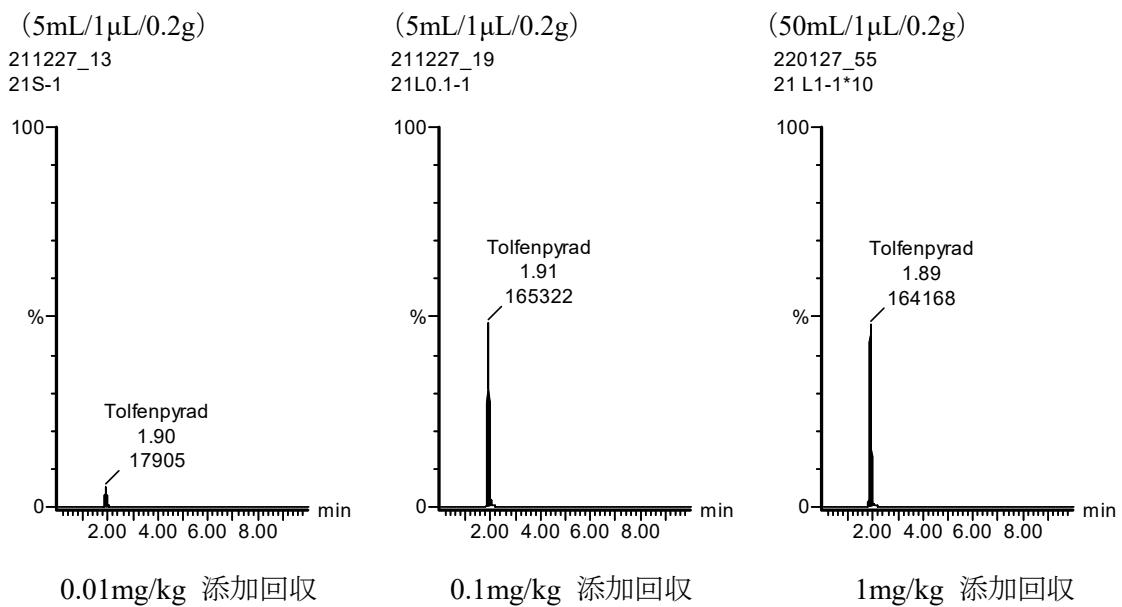


図3. 回収率のクロマトグラム

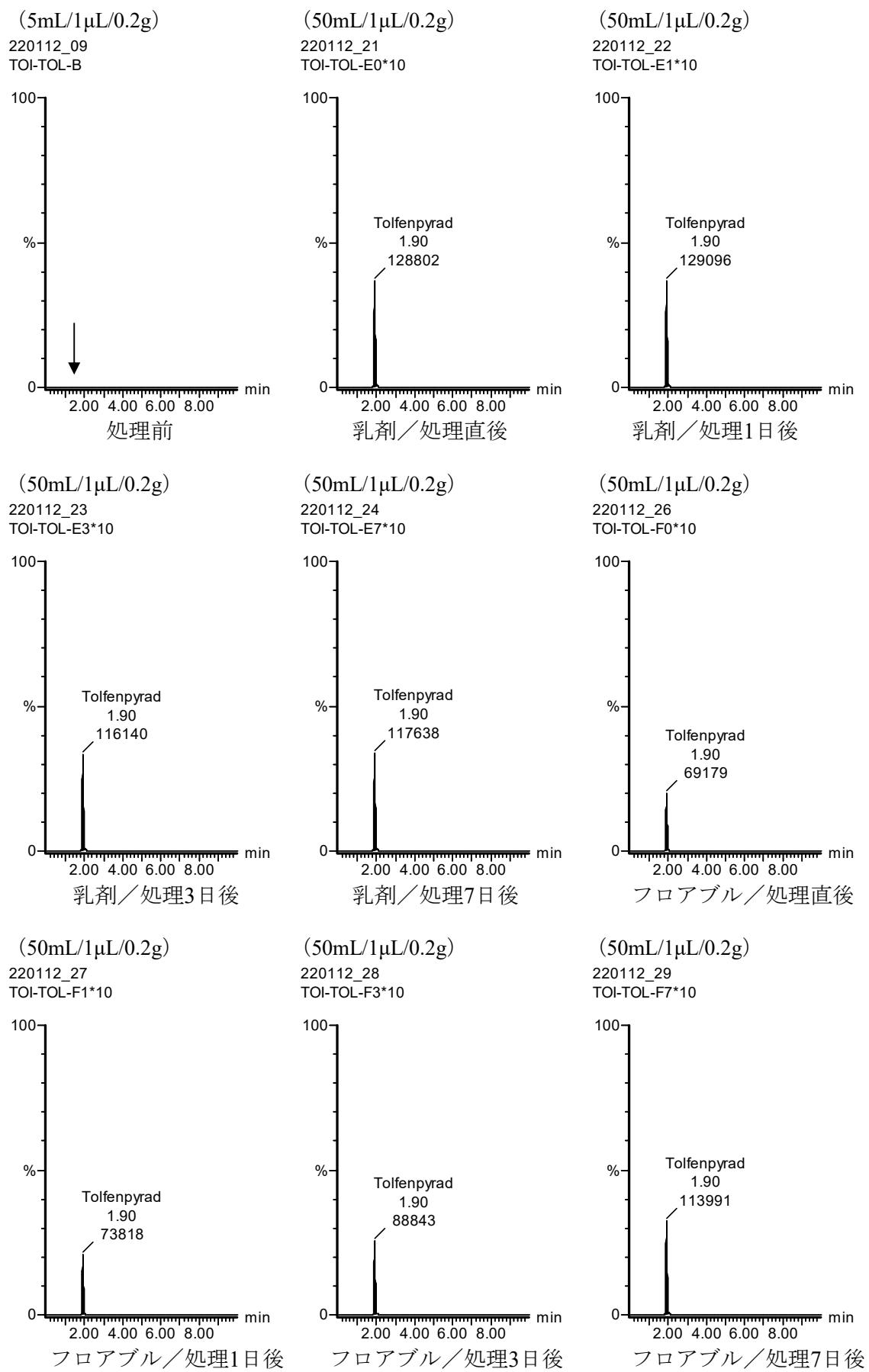


図4-1. 日植防茨城植試料のクロマトグラム

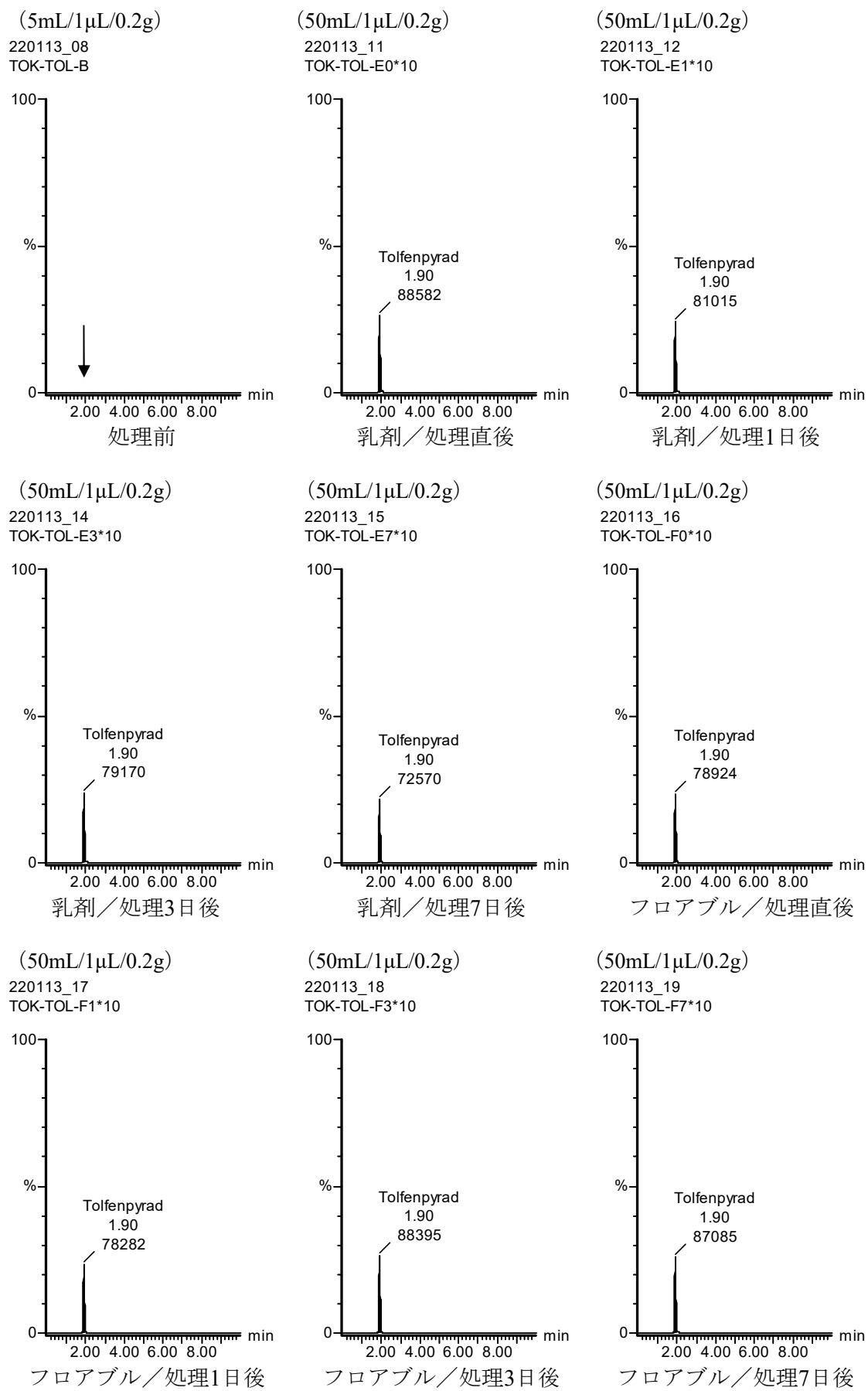


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

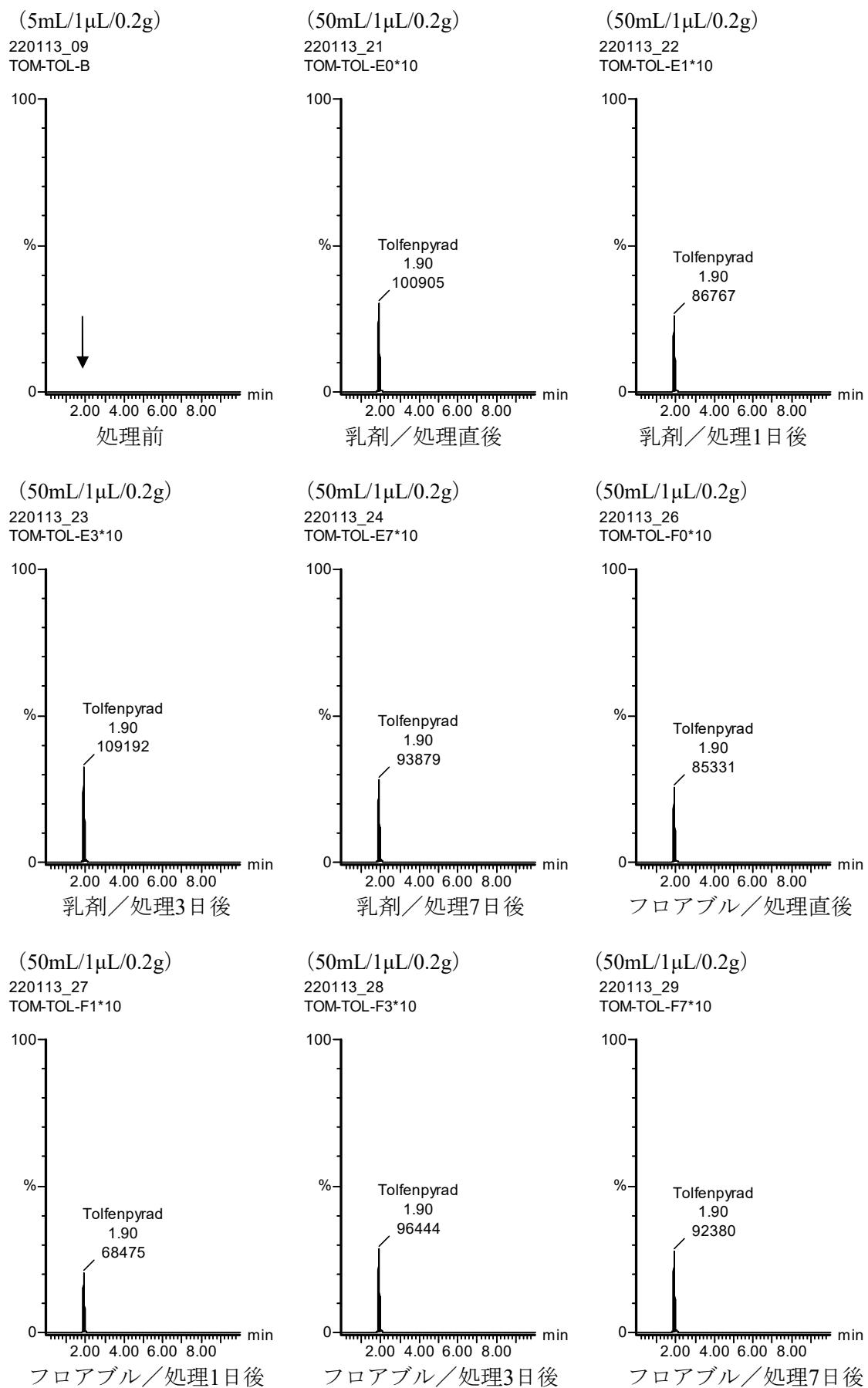


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

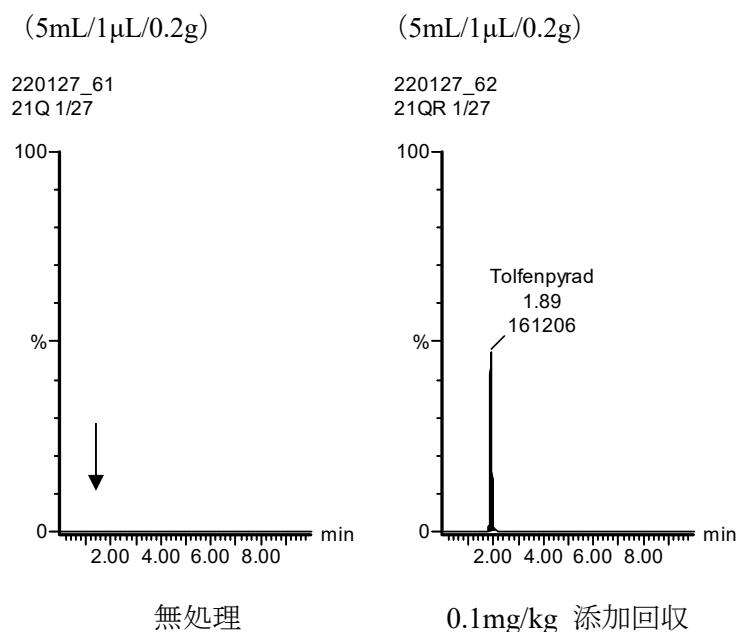


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

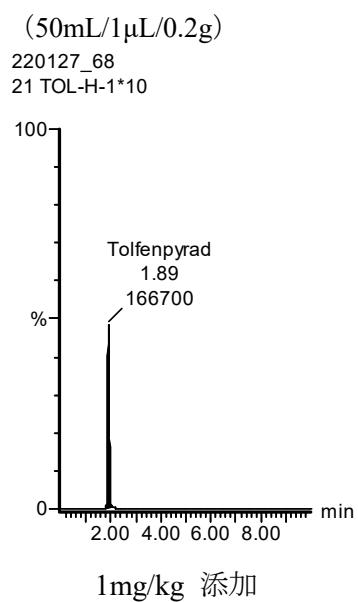


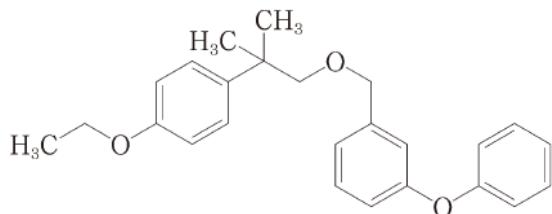
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

### (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：C<sub>25</sub>H<sub>28</sub>O<sub>3</sub>

分子量：376.5

性状：白色結晶，僅かに芳香臭

融点：37.4±0.1°C

蒸気圧（25°C換算）：8.13×10<sup>-7</sup> Pa

オクタノール／水分配係数（20°C）：log Pow=6.9

溶解性（20°C）：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°C～150°Cの範囲で安定

加水分解性半減期（25°C）；>1年（pH5, pH7, pH9）

水中光分解性半減期（25°C）；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）

ガラス纖維濾紙：GFP（桐山製作所製）

### 3. 装置及び機器

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

ミキサー: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-134(柴田科学器械工業製)

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

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 1.7μm

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

A 液/B 液 (10 : 90, v/v)

カラム温度 : 40°C

注入量 : 1 μL

ランタイム : 10 分

保持時間 : 約 3.3 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 : 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 177.13

### 5. 検量線の作成

エトフェンプロックス標準品20.2mgを精秤後アセトンで溶解し, 20mL定容とした1000mg/L標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して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碎均一化した。

### 6.2. 抽出

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

### 6.3. 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°C以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

### 6.4. 定量

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

## 7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	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 (μL)	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1mg/kg添加濃度における回収試験を5連分析で実施した。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)					平均回収率 (%)	RSDr (%)
	1	98,	98,	96,	96,	94	96	2
日植防茨城	0.1	101,	101,	101,	100,	97	100	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
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.61	0.35
日植防茨城	処理1日後	0.60	0.41
	処理3日後	0.61	0.54
	処理7日後	0.65	0.64
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.66	0.51
日植防高知	処理1日後	0.64	0.55
	処理3日後	0.64	0.51
	処理7日後	0.60	0.42
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.68	0.48
日植防宮崎	処理1日後	0.64	0.55
	処理3日後	0.85	0.63
	処理7日後	0.68	0.63

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
2022/1/11	88	<0.01	日植防茨城 日植防高知	日植防茨城
2022/1/12	94	<0.01		日植防宮崎
2022/1/27	95	<0.01	日植防茨城	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）にエトフェンプロックスを添加し、冷凍暗所（-20°C設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度(mg/kg)	保存期間 (日)	回収率(%)	平均回収率(%)
1	79 (2021/11/9 – 2022/1/27)	94, 92	93

実試料最長保存日数：日植防茨城64日間、日植防高知46日間、日植防宮崎53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

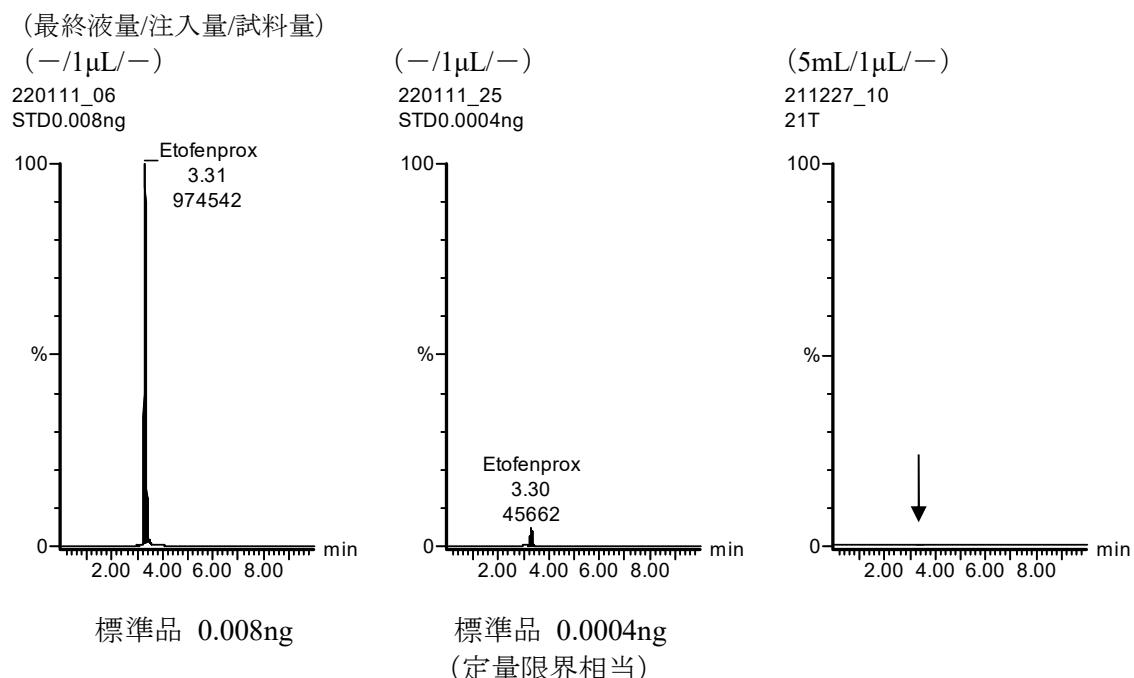


図1. エトフェンプロックス標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク  
のクロマトグラム

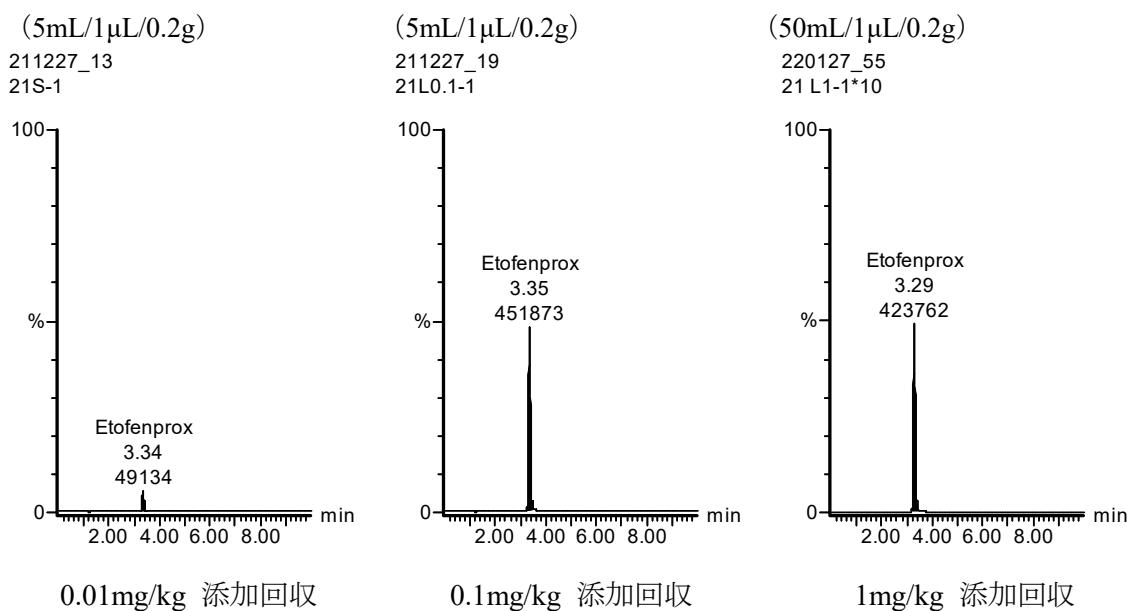


図3. 回収率のクロマトグラム

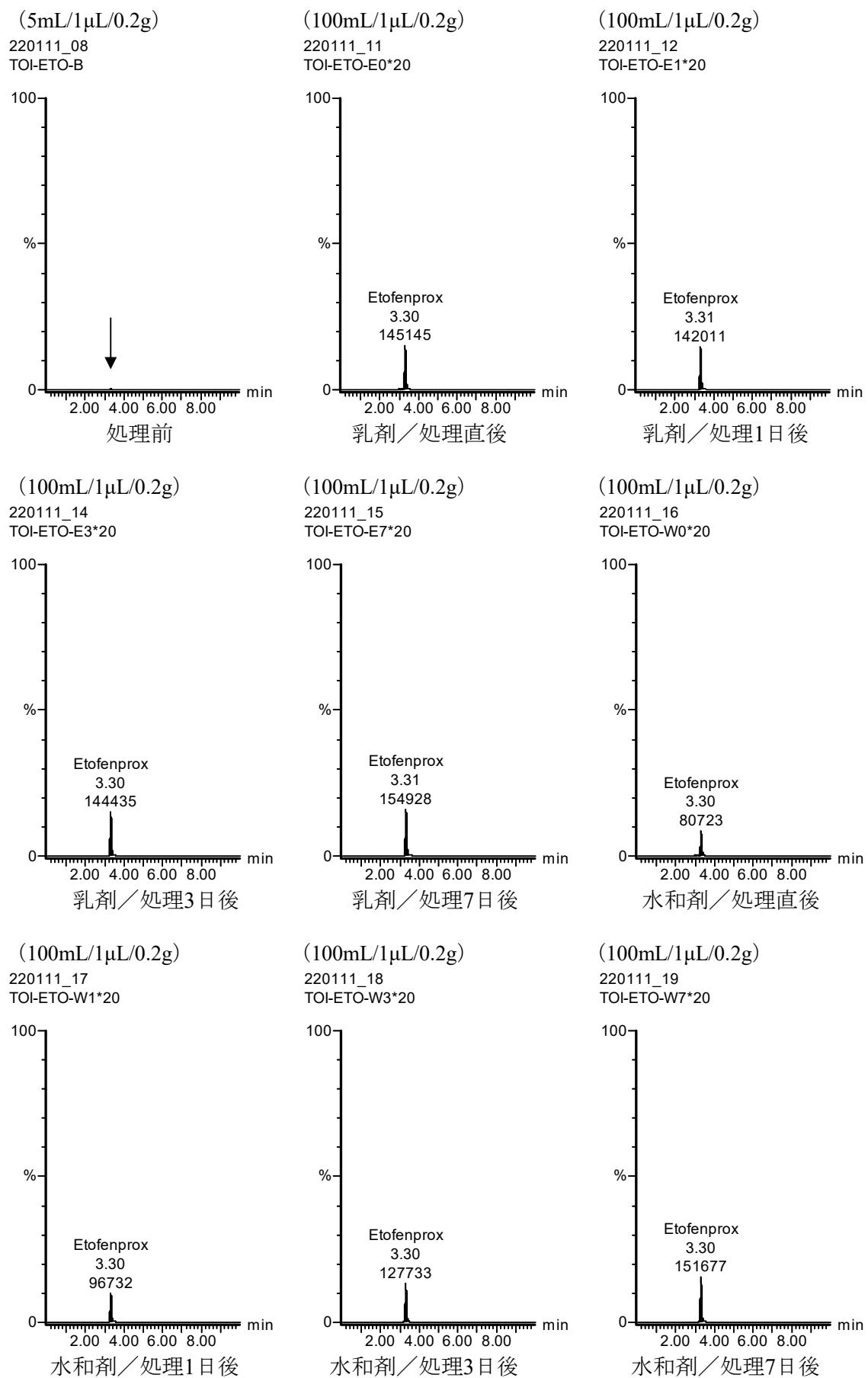


図4-1. 日植防茨城植試料のクロマトグラム

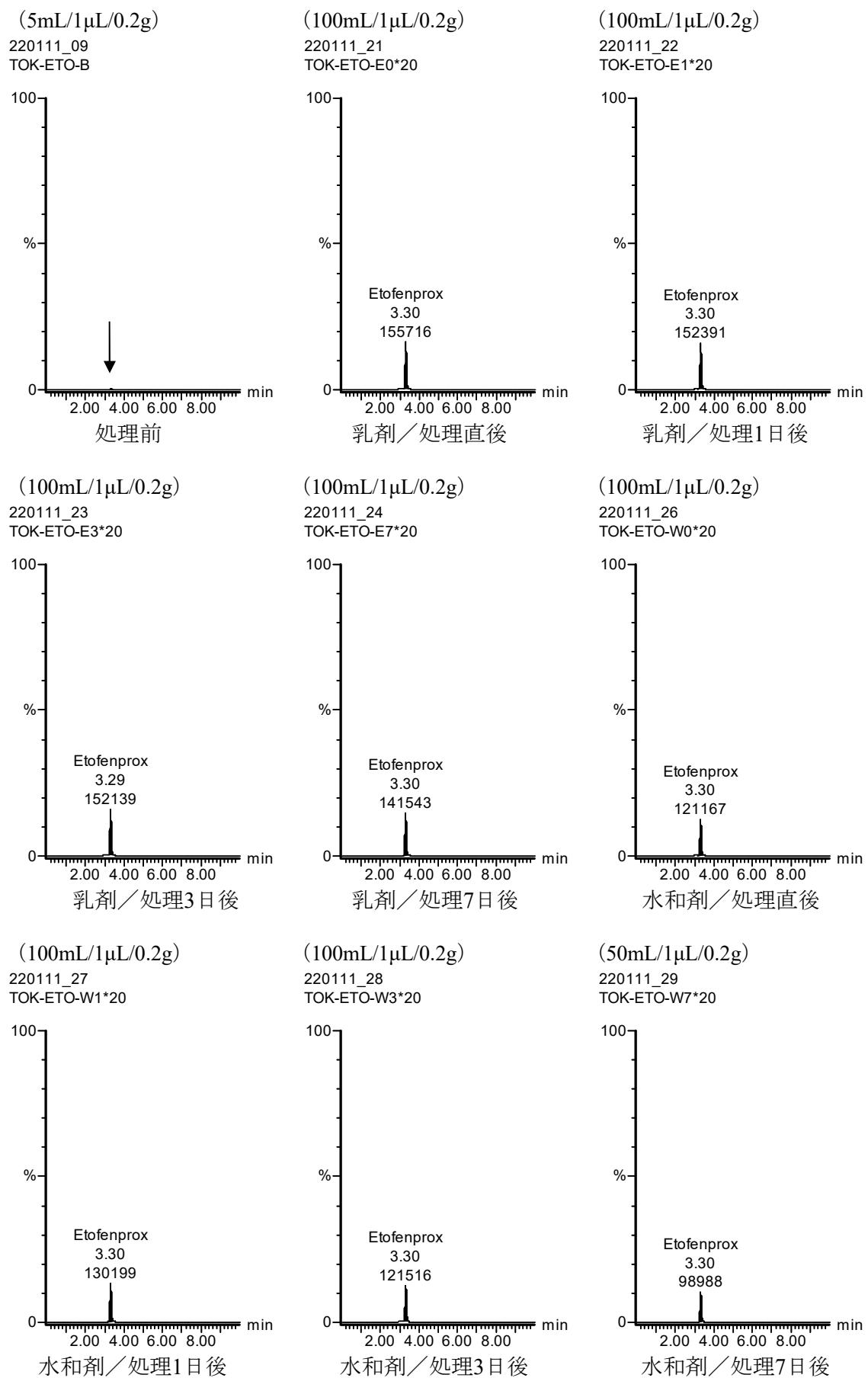


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

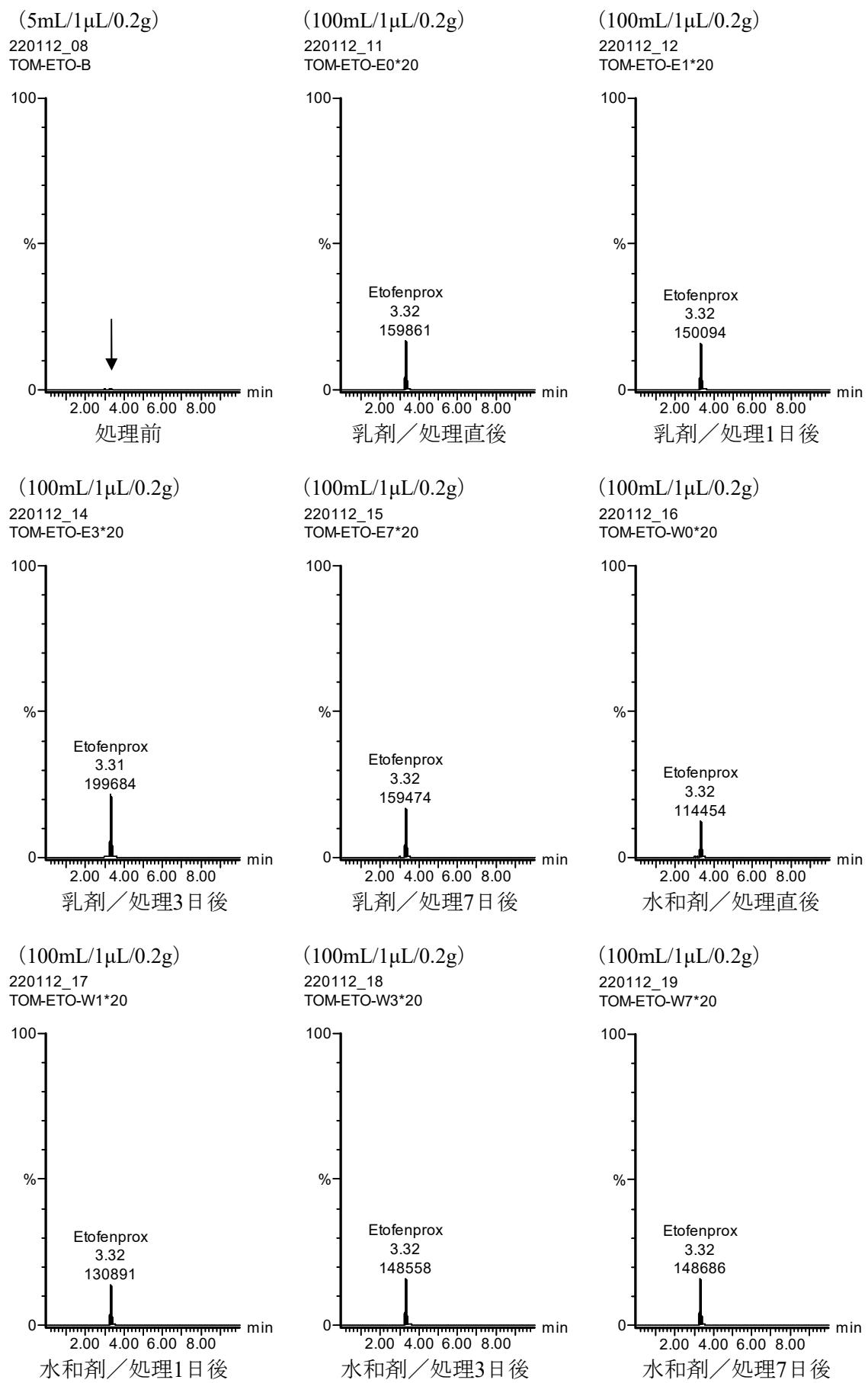


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

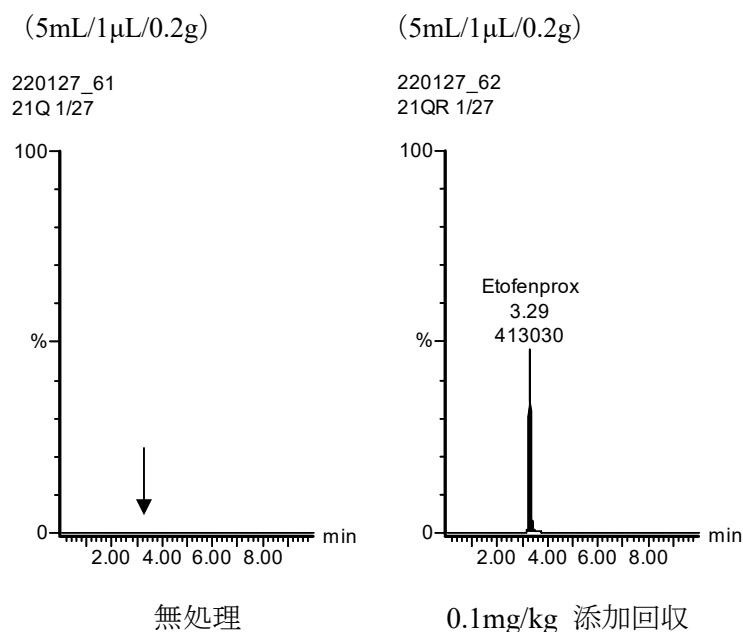


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

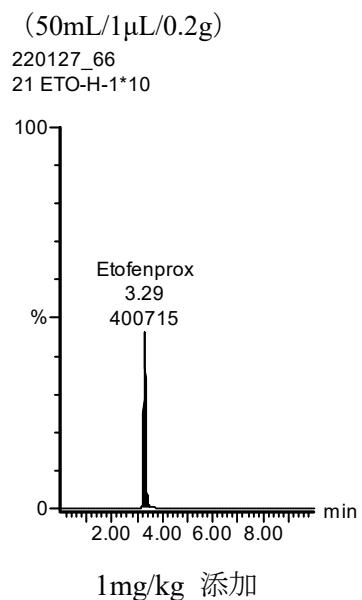


図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(d) 作物写真

1-1. ミクロブタニル



茨城 处理前



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



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



## 1.2. トルフェンピラド



茨城 处理前



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



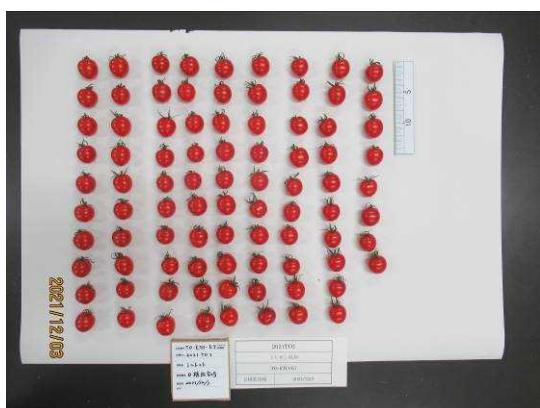
宮崎 処理前



宮崎 乳剤／処理直後



宮崎 水和剤／処理直後



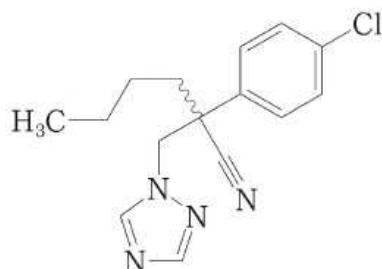
(3) 日本なし

(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-(1*H*-1,2,4-triazol-1-ylmethyl)hexanenitrile

化学式：C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>4</sub>

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<sup>-6</sup>Pa

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, 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°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 (pH5,7,9)

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）  
ガラス纖維濾紙：GFP（桐山製作所製）

### 3. 装置及び機器

電子天秤: XSR205, XS4002S, PG2002(メトラー・トレド製), S-BOX WP(イシダ製)  
ミキサー: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-134(柴田科学器械工業製)  
液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):  
XEVO-TQS 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 1.7μm  
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  
A 液/B 液 (10 : 90, v/v)  
カラム温度 : 40°C  
注入量 : 1 μL  
ランタイム : 10 分  
保持時間 : 約 1.4 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 : 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

ミクロブタニル標準品20.0mgを精秤後アセトンで溶解し, 20mL定容とし1000mg/L標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して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ミクロブタニルのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng)、縦軸にピーク面積をとて検量線を作成した。

## 6. 分析操作

### 6.1. 試料の前処理

試料は、果梗を除き、細切後ミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

### 6.2. 抽出

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

### 6.3. 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°C以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

### 6.4. 定量

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

## 7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	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 (μL)	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、日植防山梨の無処理試料を用いて、定量限界相当 (0.01mg/kg)、0.1mg/kg及び0.5mg/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 (%)
	0.5	100,	96,	94,	94,	94		96	3
日植防山梨	0.1	95,	90,	89,	86,	77		87	8
	0.01	100,	100,	100,	100,	90		98	5

## 9. 試料分析結果

試料調製場所	経過日数	分析値(mg/kg)	
		乳剤	水和剤
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.10	0.11
新潟植	処理1日後	0.08	0.10
	処理3日後	0.11	0.11
	処理7日後	0.08	0.07
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.14	0.16
日植防茨城	処理1日後	0.17	0.17
	処理3日後	0.16	0.18
	処理7日後	0.12	0.13
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.11	0.09
日植防山梨	処理1日後	0.05	0.06
	処理3日後	0.06	0.08
	処理7日後	0.02	0.03

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
2021/9/24	91	<0.01	日植防山梨	日植防山梨
2021/9/28	94	<0.01	日植防山梨	日植防茨城
2021/11/1	80	<0.01	日植防山梨	新潟植
2021/11/4	80	<0.01	日植防山梨	新潟植
2021/11/8	79	<0.01	日植防山梨	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（日植防山梨）にミクロブタニルを添加し、冷凍暗所（-20°C 設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度(mg/kg)	保存期間 (日)	回収率(%)	平均回収率(%)
1	96 (2021/8/4-2021/11/8)	84, 77	81

実試料最長保存日数：新潟植4日間、日植防茨城36日間、日植防山梨51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. 全操作試葉ブランクのクロマトグラム

図3. 回収率のクロマトグラム

図4-1. 新潟植試料のクロマトグラム

4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム

4-3. 日植防山梨試料のクロマトグラム

図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

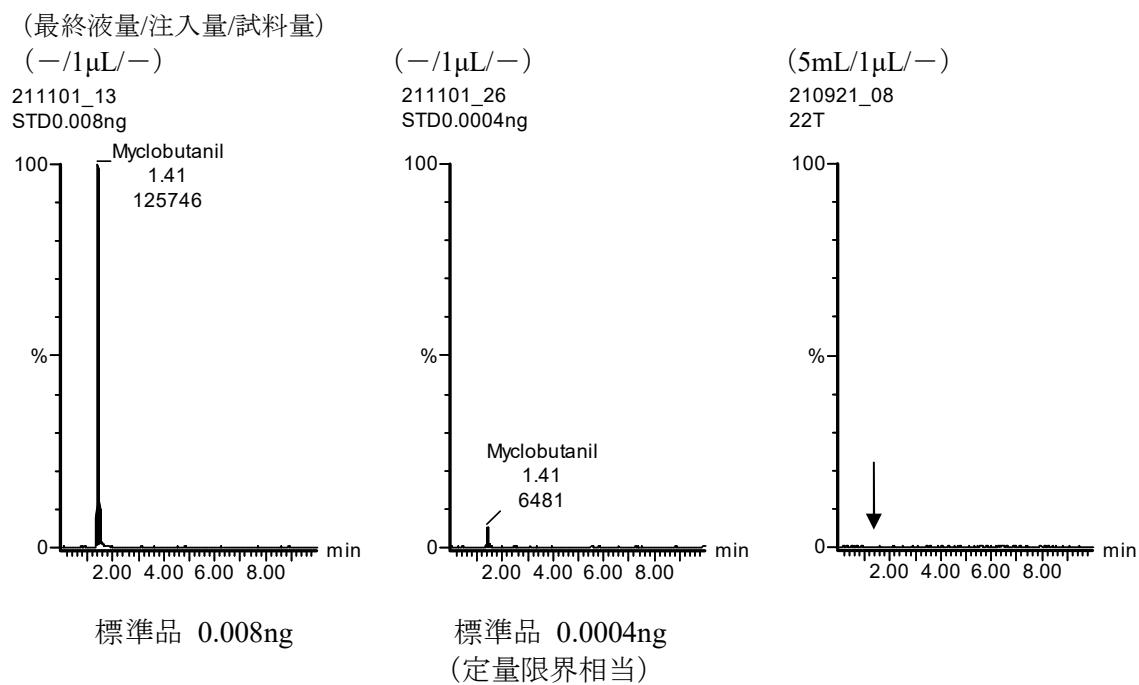


図1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク  
のクロマトグラム

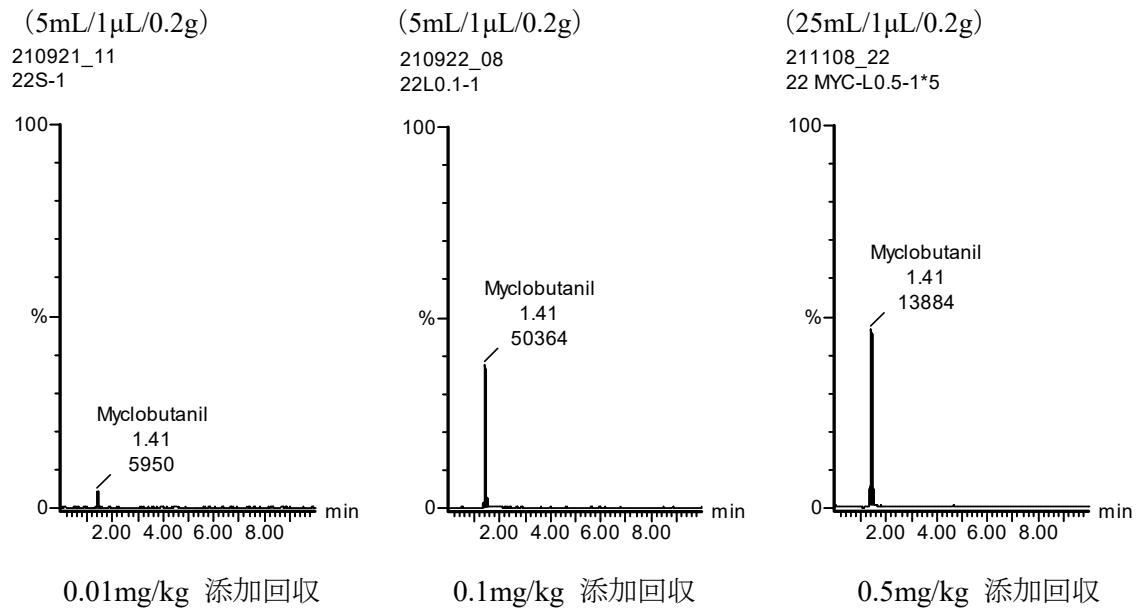


図3. 回収率のクロマトグラム

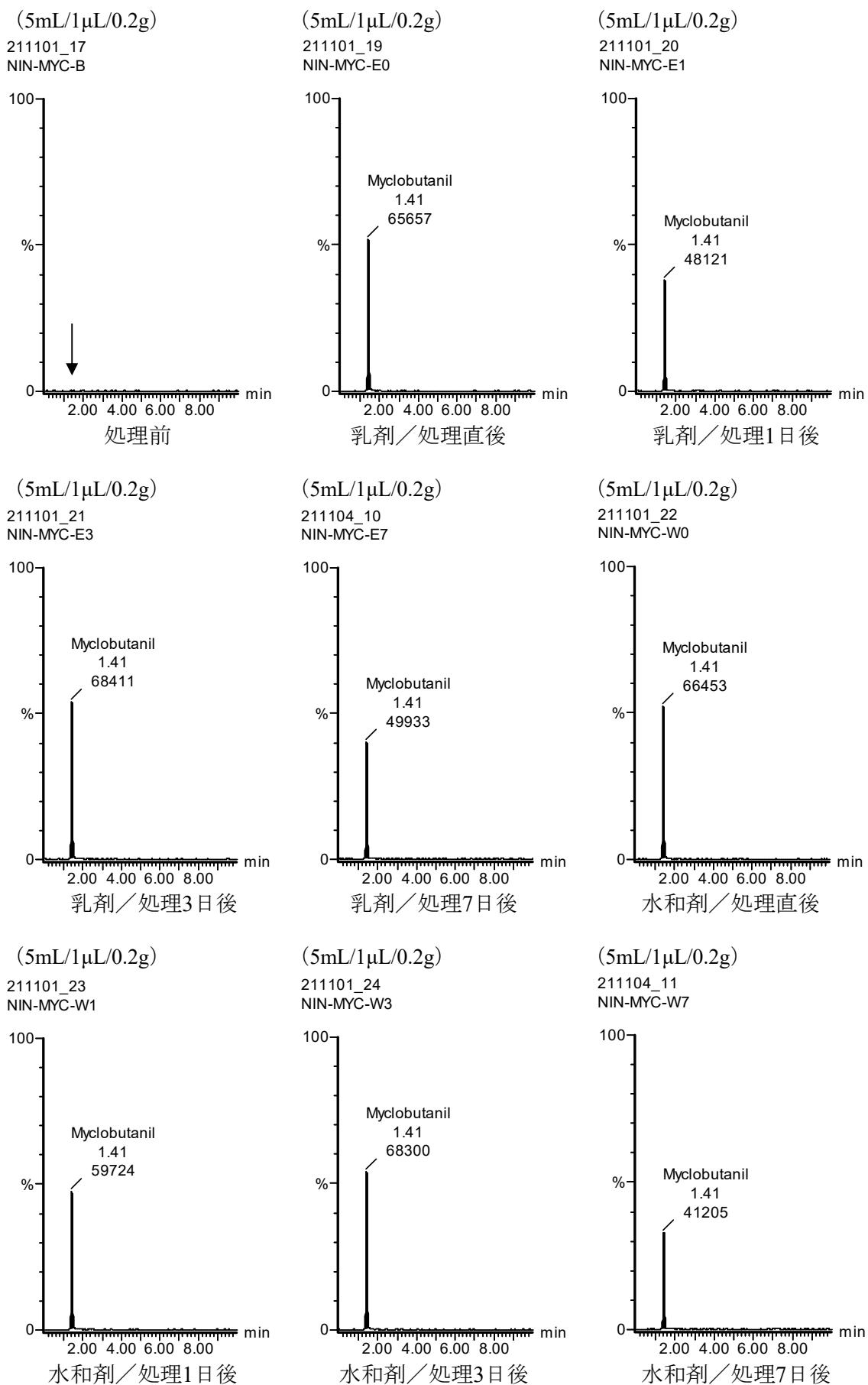


図4-1. 新潟植試料のクロマトグラム

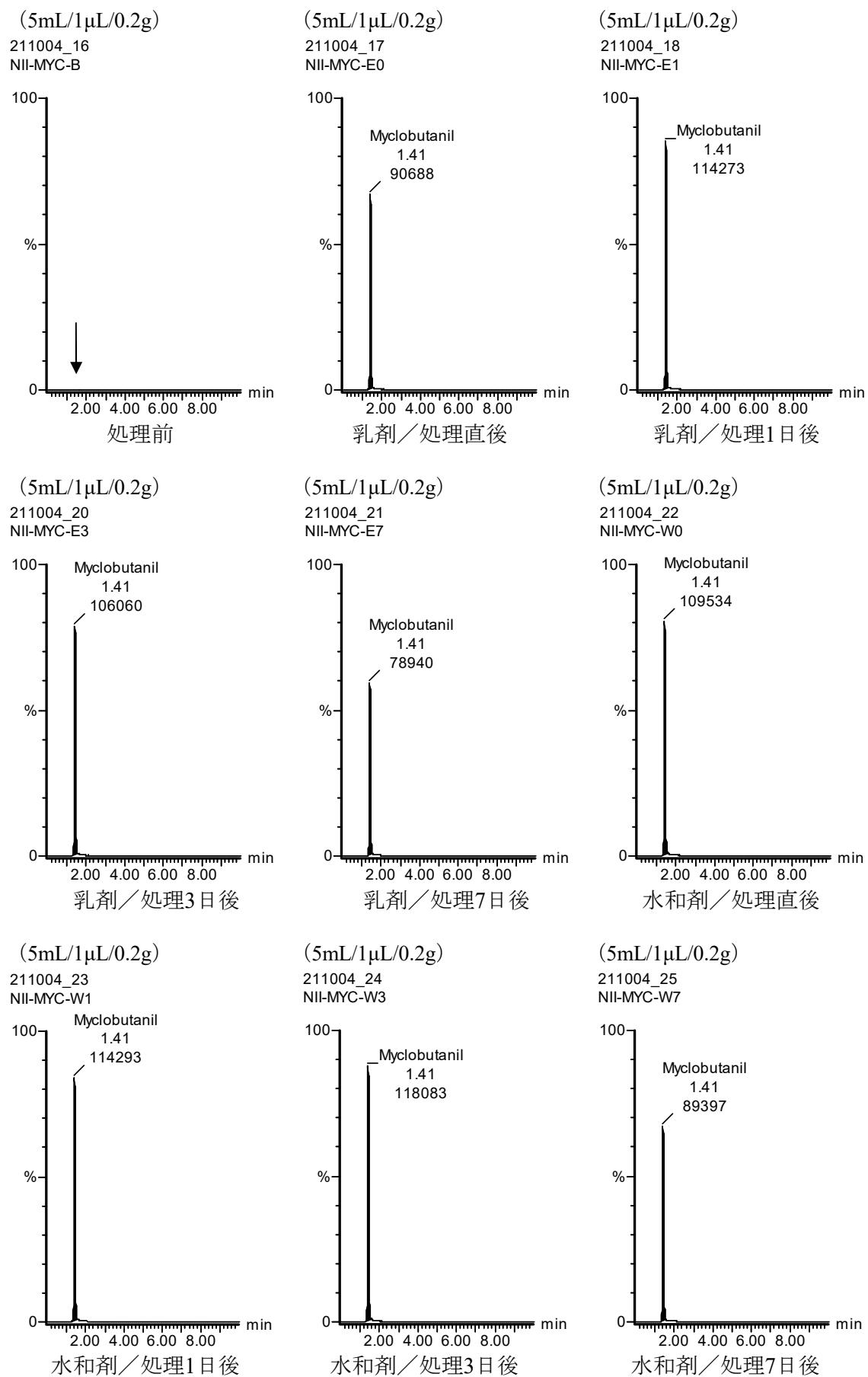


図4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム

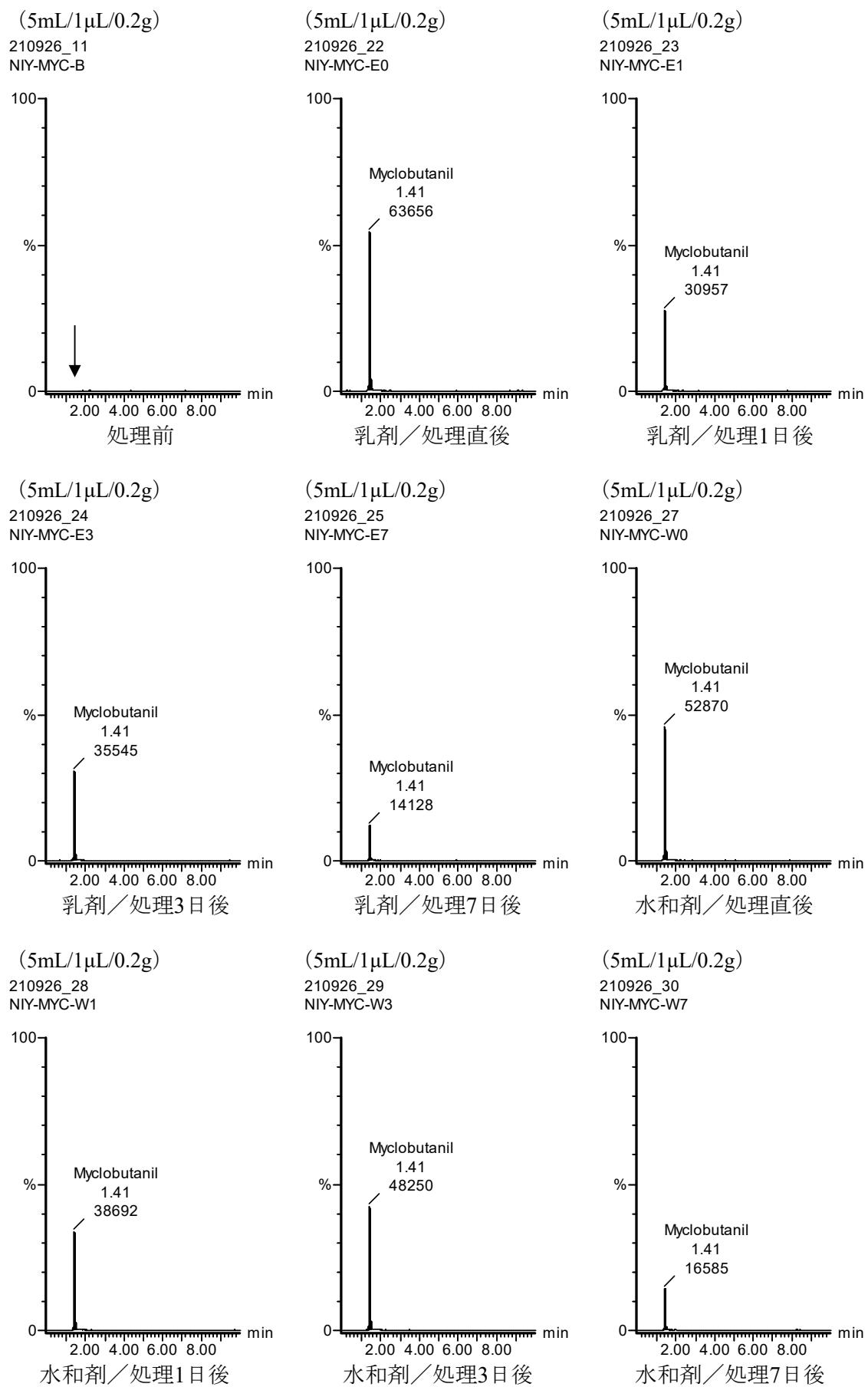


図4-3. 日植防山梨試料のクロマトグラム

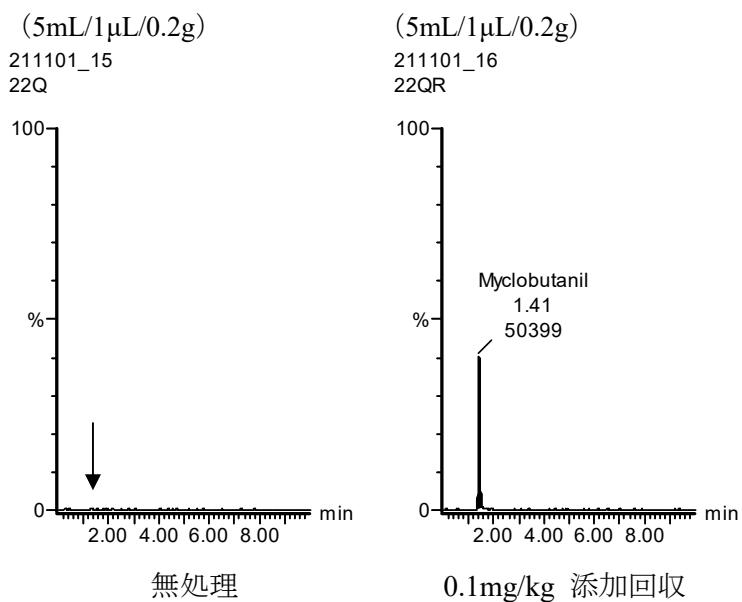


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

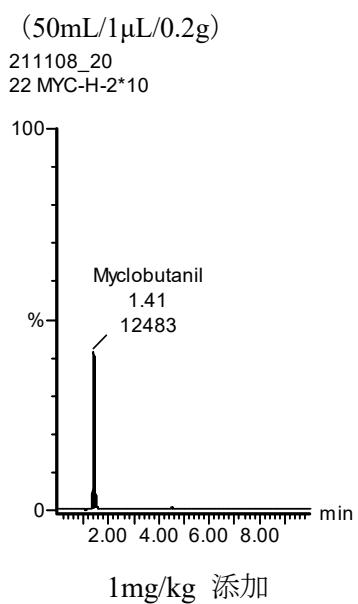


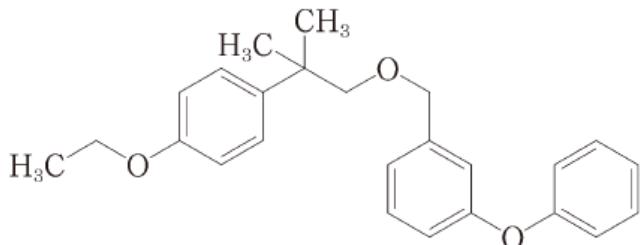
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(b) 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：C<sub>25</sub>H<sub>28</sub>O<sub>3</sub>

分子量：376.5

性状：白色結晶，僅かに芳香臭

融点：37.4±0.1°C

蒸気圧（25°C換算）：8.13×10<sup>-7</sup> Pa

オクタノール／水分配係数（20°C）：log Pow=6.9

溶解性（20°C）：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°C～150°Cの範囲で安定

加水分解性半減期（25°C）；>1年（pH5, pH7, pH9）

水中光分解性半減期（25°C）；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. 標準品及び試葉

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）

ガラス纖維濾紙：GFP（桐山製作所製）

### 3. 装置及び機器

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

ミキサー: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-134(柴田科学器械工業製)

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

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 1.7μm

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

A 液/B 液 (10 : 90, v/v)

カラム温度 : 40°C

注入量 : 1 μL

ランタイム : 10 分

保持時間 : 約 3.3 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 : 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 177.13

### 5. 検量線の作成

エトフェンプロックス標準品20.2mgを精秤後アセトンで溶解し, 20mL定容とした1000mg/L標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して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、細切後ミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

### 6.2. 抽出

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

### 6.3. 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°C以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

### 6.4. 定量

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

## 7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	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 (μL)	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、日植防山梨の無処理試料を用いて、定量限界相当(0.01mg/kg)、0.1mg/kg及び1mg/kg添加濃度における回収試験を5連分析で実施した。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD <sub>r</sub> (%)
日植防山梨	1	108, 107, 106, 103, 92	103	6
	0.1	103, 100, 96, 96, 88	97	6

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
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.44	0.35
福島植	処理1日後	0.51	0.41
	処理3日後	0.35	0.39
	処理7日後	0.31	0.41
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.52	0.43
日植防茨城	処理1日後	0.49	0.33
	処理3日後	0.39	0.44
	処理7日後	0.39	0.39
	処理前	<0.01	
	処理直後	0.41	0.41
日植防山梨	処理1日後	0.44	0.40
	処理3日後	0.39	0.44
	処理7日後	0.30	0.30

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
2021/9/24	99	<0.01	日植防山梨	日植防山梨
2021/9/27	97	<0.01	日植防山梨	日植防茨城
2021/9/30	91	<0.01	日植防山梨	福島植

2021/10/7	90	<0.01	日植防山梨	福島植
2021/10/8	86	<0.01	日植防山梨	福島植
2021/10/12	86	<0.01	日植防山梨	福島植
2021/11/8	81	<0.01	日植防山梨	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（日植防山梨）にエトフェンプロックスを添加し、冷凍暗所（-20°C設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度(mg/kg)	保存期間 (日)	回収率(%)	平均回収率(%)
1	96 (2021/8/4-2021/11/8)	91, 87	89

実試料最長保存日数：福島植2日間、日植防茨城35日間、日植防山梨51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. 福島植試料のクロマトグラム

4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム

4-3. 日植防山梨試料のクロマトグラム

図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

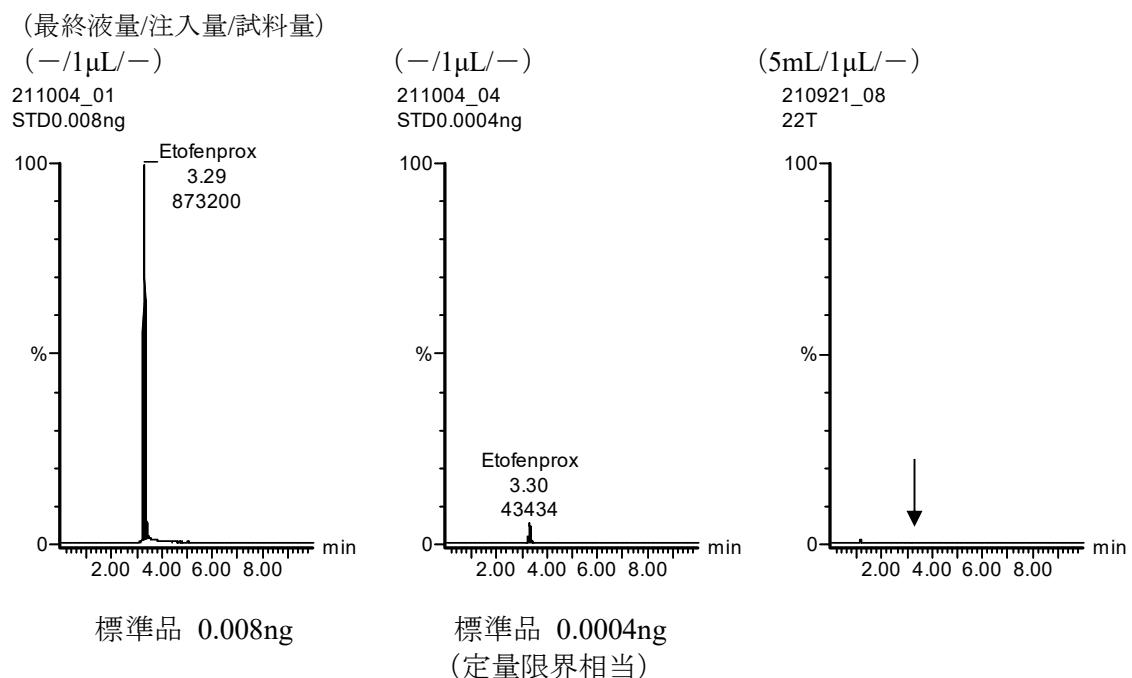


図1. エトフェンプロックス標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク  
 のクロマトグラム

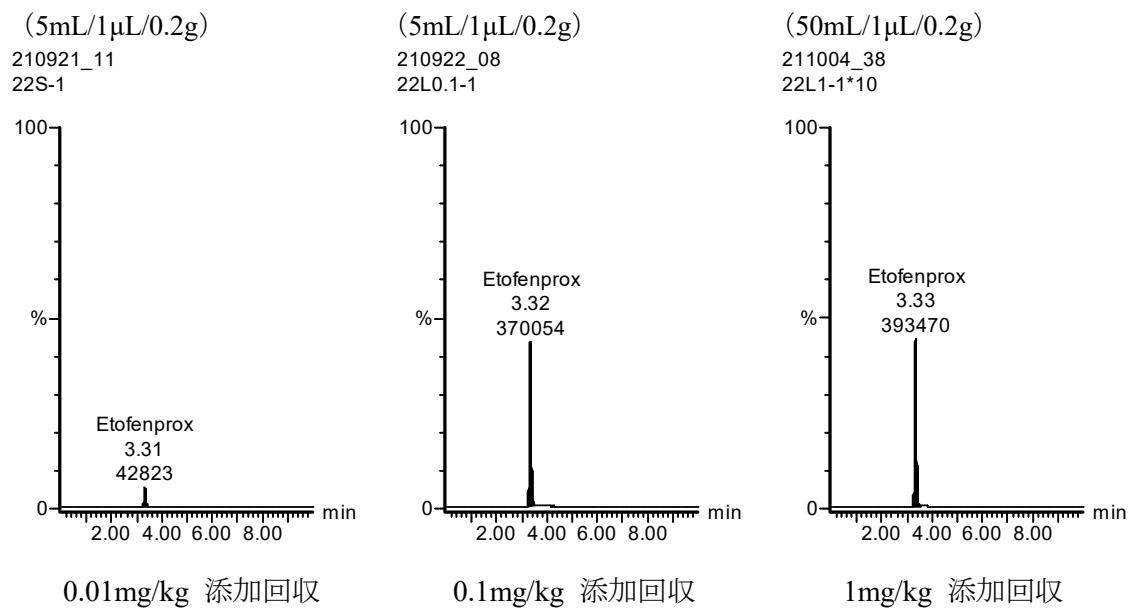


図3. 回収率のクロマトグラム

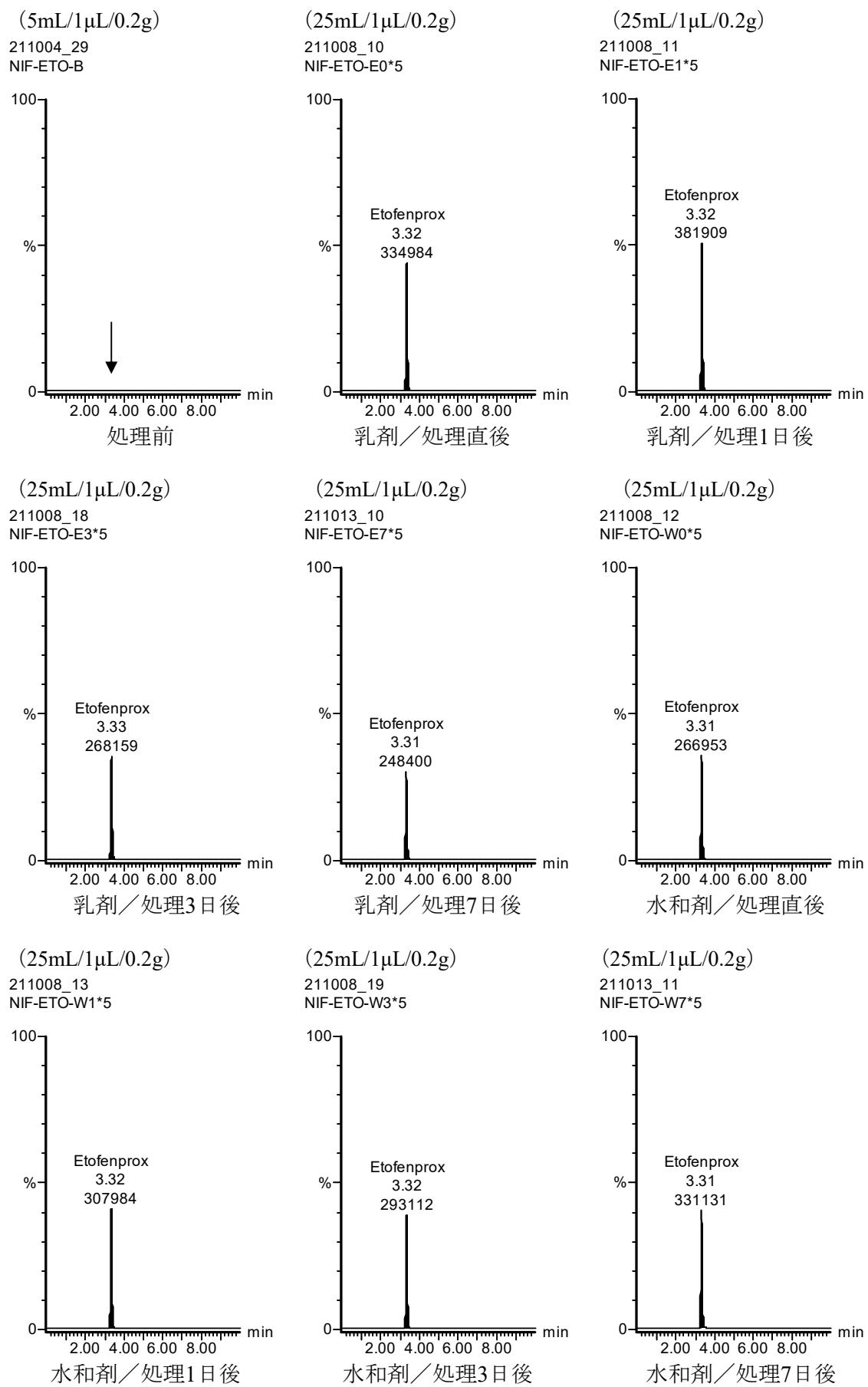


図4-1. 福島植試料のクロマトグラム

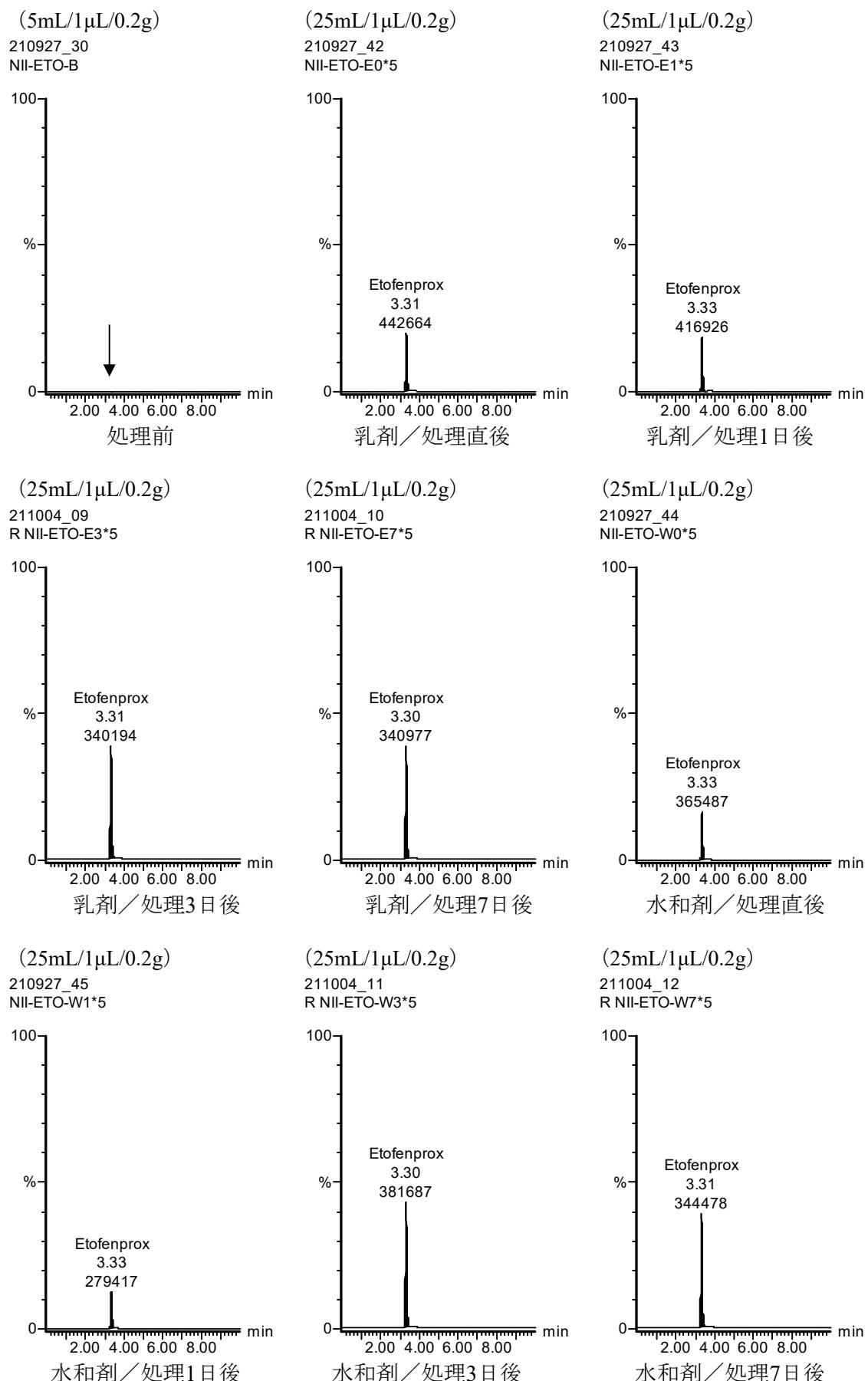


図4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム

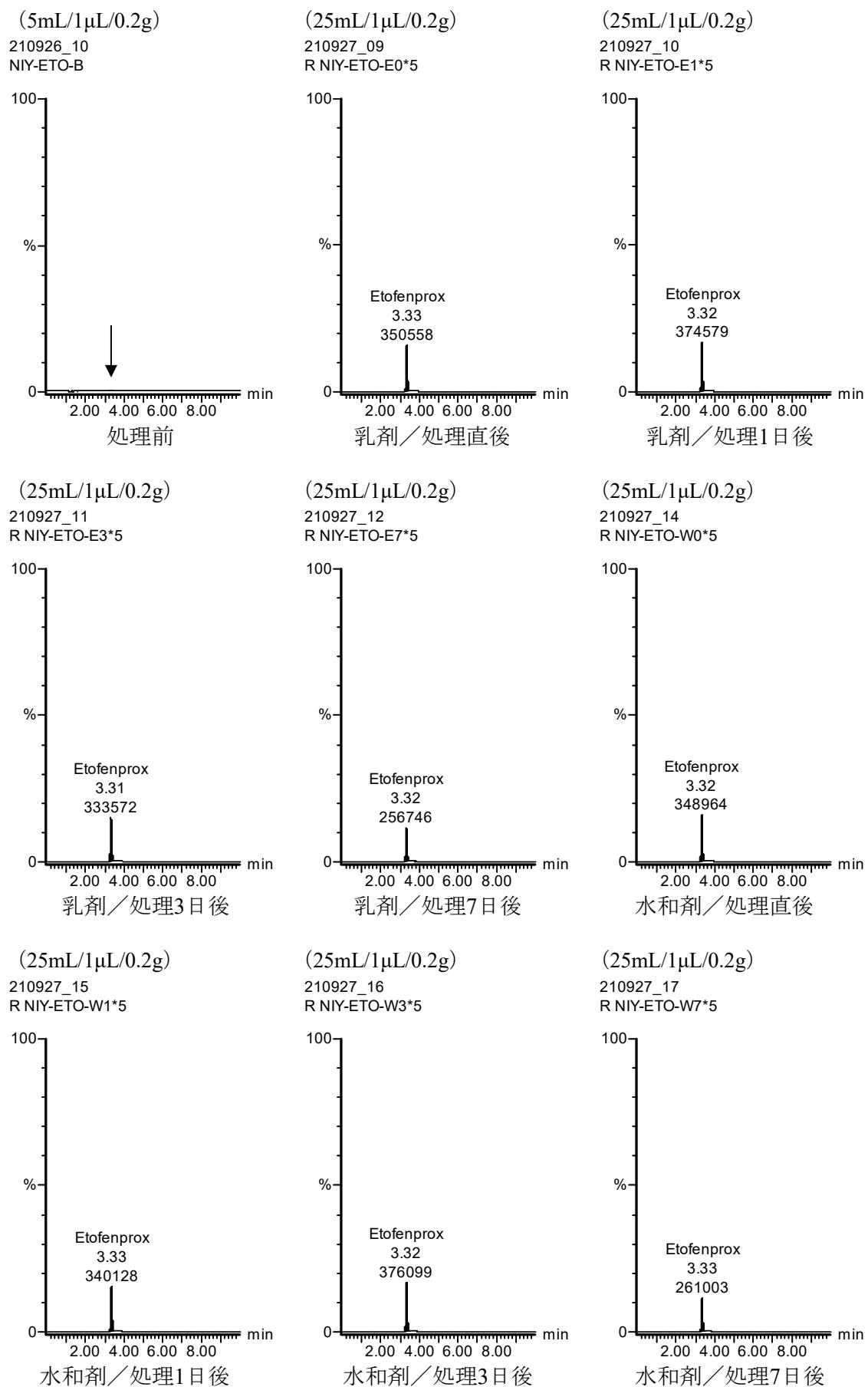


図4-3. 日植防山梨試料のクロマトグラム

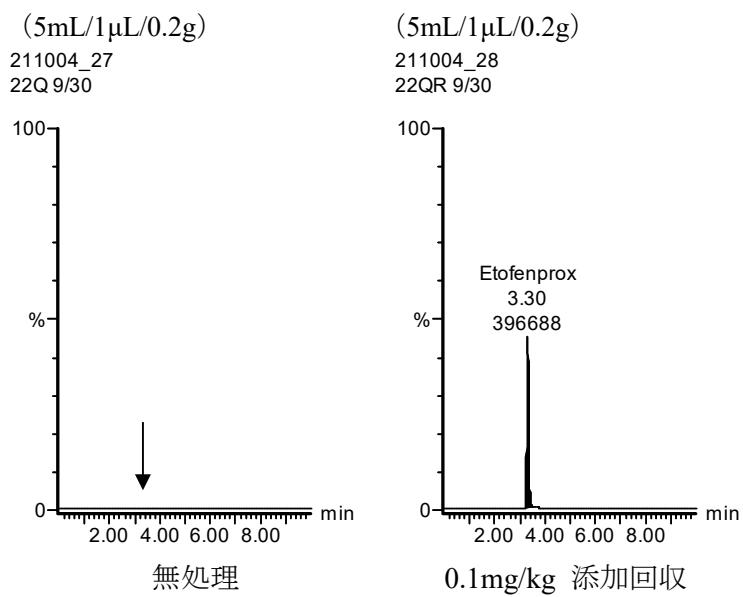


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

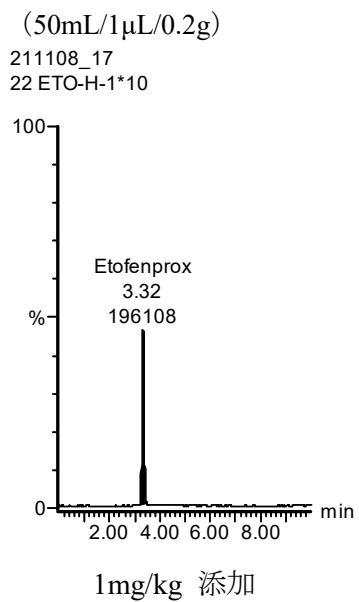


図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(c) 作物写真

1-1. ミクロブタニル



新潟 处理前



新潟 处理直後



新潟 水和剤／処理直後



新潟 乳剤／処理1日後



新潟 水和剤／処理1日後



新潟 乳剤／処理3日後



新潟 水和剤／処理3日後



新潟 乳剤／処理7日後



新潟 水和剤／処理7日後



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



山梨 処理前



山梨 乳剤／処理直後



山梨 水和剤／処理直後



山梨 ラ剤／処理1日後



山梨 水和剤／処理1日後



山梨 ラ剤／処理3日後



山梨 水和剤／処理3日後



山梨 ラ剤／処理7日後



山梨 水和剤／処理7日後

## 1.2. エトフェンプロックス



福島　処理前



福島　乳剤／処理直後



福島　水和剤／処理直後



福島　乳剤／処理1日後



福島　水和剤／処理1日後



福島 乳剤／処理3日後



福島 水和剤／処理3日後



福島 乳剤／処理7日後



福島 水和剤／処理7日後



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



山梨 処理前



山梨 乳剤／処理直後



山梨 水和剤／処理直後



山梨 乳剤／処理1日後



山梨 水和剤／処理1日後



山梨 乳剤／処理3日後



山梨 水和剤／処理3日後



山梨 乳剤／処理7日後



山梨 水和剤／処理7日後

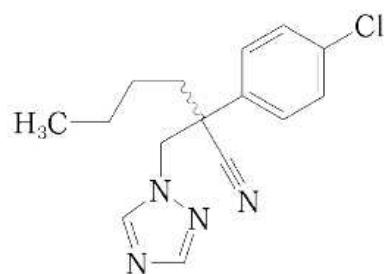
### 3-2. 調査2

#### (1) ミクロブタニル

##### 1. 分析対象物質

###### ミクロブタニル

化学構造式：



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

化学式：C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>4</sub>

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<sup>-6</sup>Pa

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, 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°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 (pH5,7,9)

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)  
ガラス纖維濾紙：GFP (桐山製作所製)

### 3. 装置及び機器

電子天秤: XSR205, XS4002S, PG2002(メトラー・トレド製), S-BOX WP(イシダ製)  
ミキサー: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-134(柴田科学器械工業製)  
液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):  
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 1.7μm  
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  
A 液/B 液 (10 : 90, v/v)  
カラム温度 : 40°C  
注入量 : 1 μL  
ランタイム : 10 分  
保持時間 : 約 1.4 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 : 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

ミクロブタニル標準品20.0mgを精秤後アセトンで溶解し、20mL定容とし1000mg/L標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して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ミクロブタニルのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng)、縦軸にピーク面積をとて検量線を作成した。

## 6. 分析操作

### 6.1. 試料の前処理

試料は、ヘタを除き、ミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

### 6.2. 抽出

磨碎均一化した試料20gをはかりとり、アセトン100mLを加え振とう機を用い30分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス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°C以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

### 6.3. 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°C以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

### 6.4. 定量

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

## 7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	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 (μL)	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1mg/kg添加濃度における回収試験を5連分析で実施した。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)					平均回収率 (%)	RSDr (%)
	1	100	97,	96,	95,	94	96	2
日植防茨城	0.1	98,	98,	97,	96,	93	96	2
	0.01	90,	90,	90,	90,	90	90	0

## 9. 試料分析結果

試料調製場所	処理量	経過日数	分析値(mg/kg)	
			乳剤	水和剤
	—	処理前	<0.01	
		処理直後	0.41	0.31
日植防茨城	100L/10a	処理1日後	0.41	0.21
		処理3日後	0.30	0.25
		処理7日後	0.26	0.23
		処理直後	0.33	0.30
	300L/10a	処理1日後	0.36	0.25
		処理3日後	0.38	0.29
		処理7日後	0.27	0.28
		処理1日後	—	0.21
	—	処理前	<0.01	
		処理直後	0.29	0.22
日植防高知	100L/10a	処理1日後	0.29	0.25
		処理3日後	0.26	0.23
		処理7日後	0.17	0.17
		処理直後	0.27	0.23
	300L/10a	処理1日後	0.35	0.26
		処理3日後	0.22	0.20
		処理7日後	0.17	0.15
		処理1日後	—	0.17

	一	処理前	<0.01
		処理直後	0.32
日植防宮崎	100L/10a	処理1日後	0.30
		処理3日後	0.27
		処理7日後	0.21
		処理直後	0.41
	300L/10a	処理1日後	0.39
		処理3日後	0.33
		処理7日後	0.31
	50L/10a	処理1日後	—
			0.26

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
2022/1/17	88	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/1/18	92	<0.01	日植防茨城	日植防高知
2022/1/19	91	<0.01	日植防茨城	日植防宮崎
2022/1/28	86	<0.01	日植防茨城	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）にミクロブタニルを添加し、冷凍暗所（-20°C 設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度(mg/kg)	保存期間 (日)	回収率(%)	平均回収率(%)
1	56 2021/12/3 – 2022/1/28	93, 89	91

実試料最長保存日数：日植防茨城45日間、日植防高知39日間、日植防宮崎48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（100L/10a）試料のクロマトグラム

4-2. 日植防茨城（300L/10a）試料のクロマトグラム

4-3. 日植防茨城（50L/10a）試料のクロマトグラム

4-4. 日植防高知（100L/10a）試料のクロマトグラム

4-5. 日植防高知（300L/10a）試料のクロマトグラム

4-6. 日植防高知（50L/10a）試料のクロマトグラム

4-7. 日植防宮崎（100L/10a）試料のクロマトグラム

4-8. 日植防宮崎（300L/10a）試料のクロマトグラム

4-9. 日植防宮崎（50L/10a）試料のクロマトグラム

図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

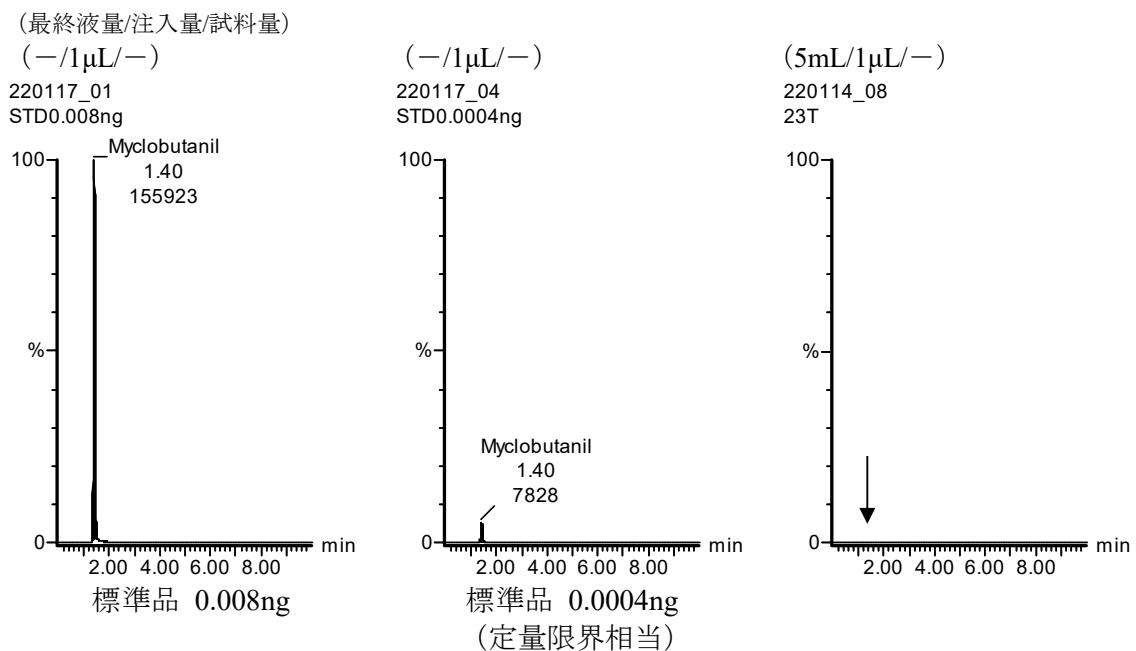


図1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク  
のクロマトグラム

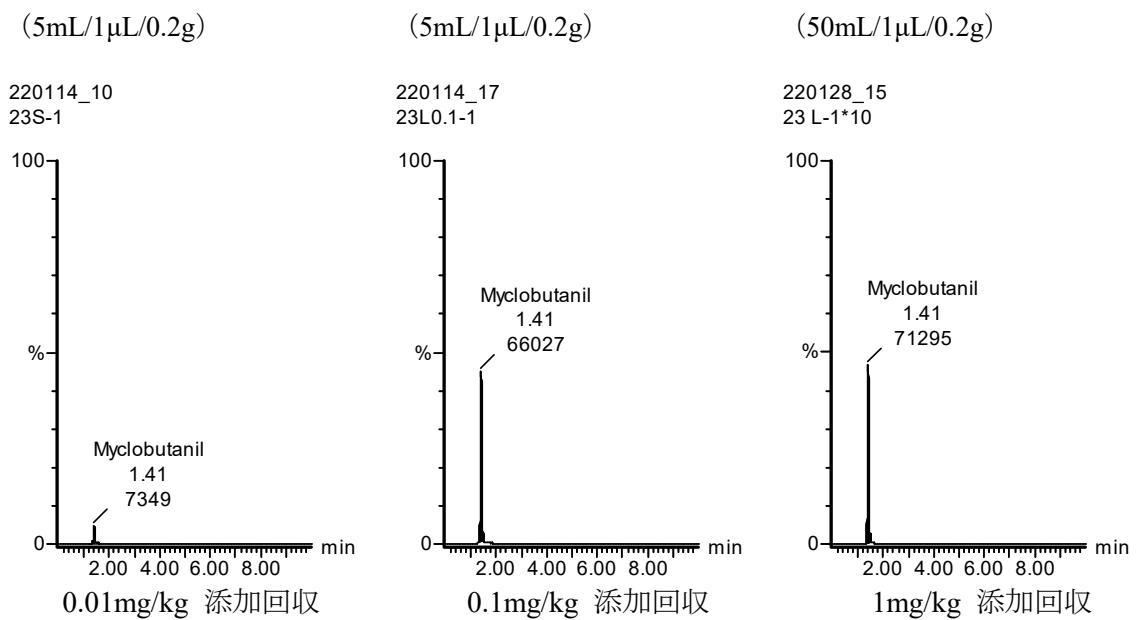


図3. 回収率のクロマトグラム

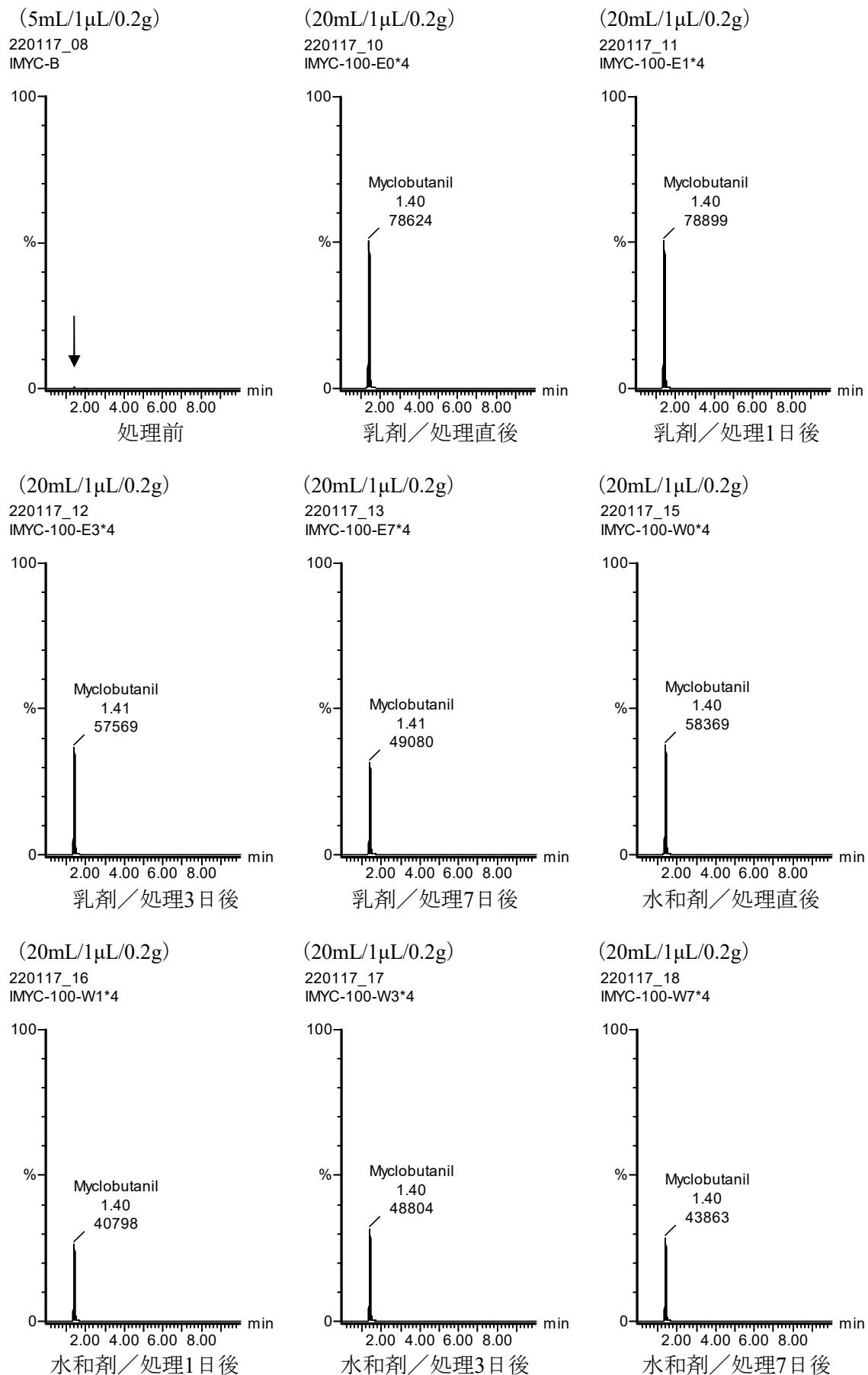


図4-1. 日植防茨城（100L/10a）試料のクロマトグラム

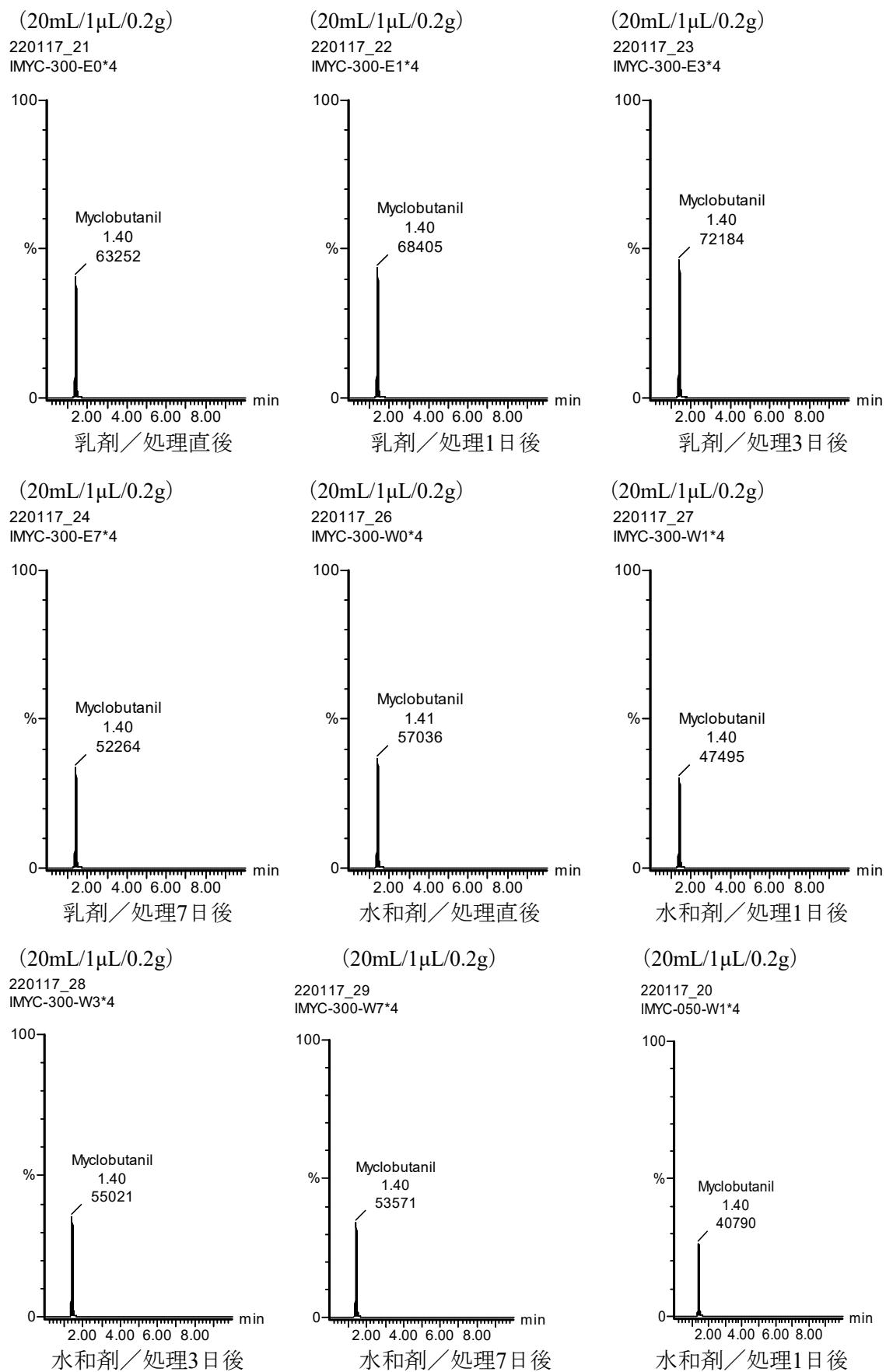
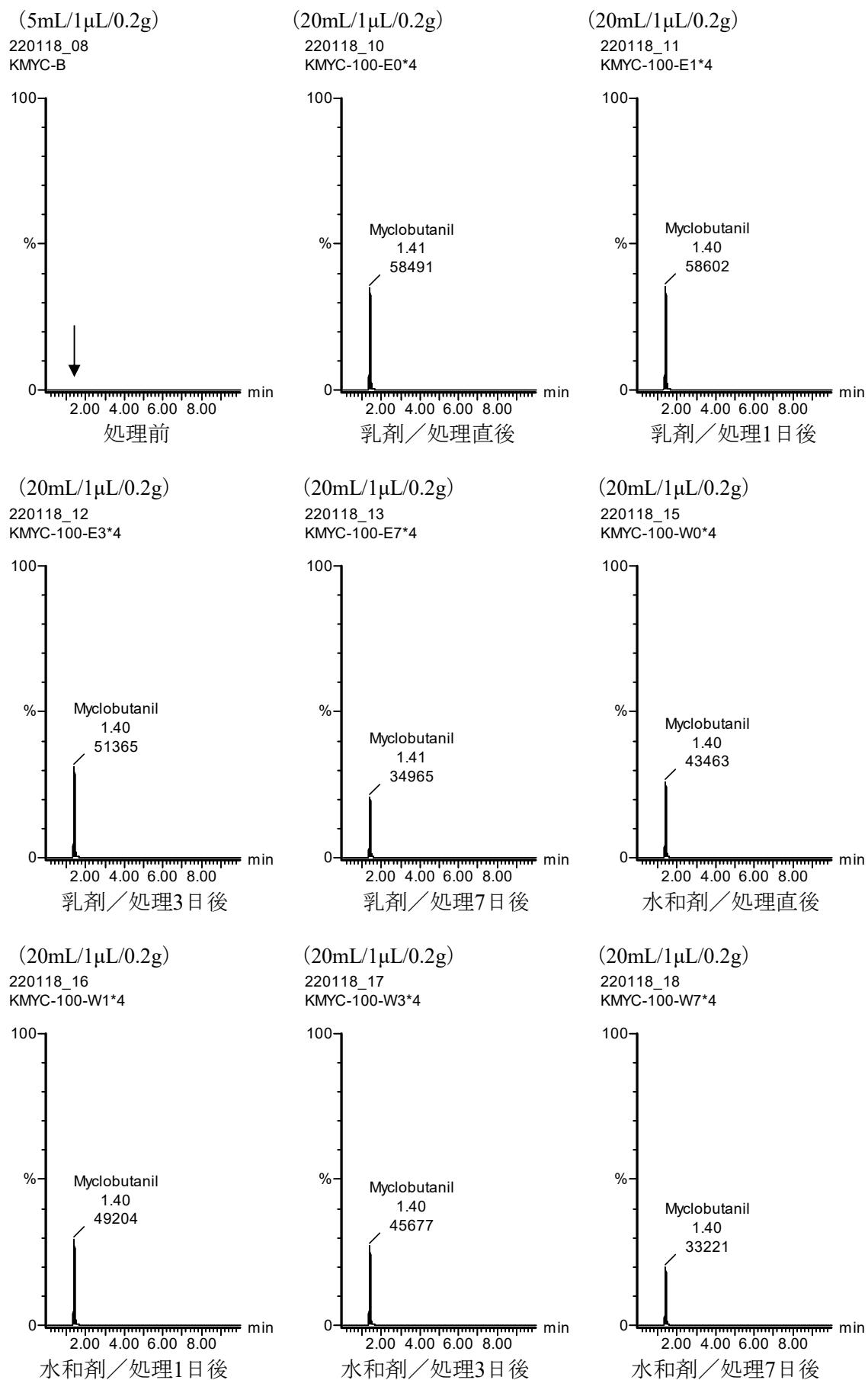
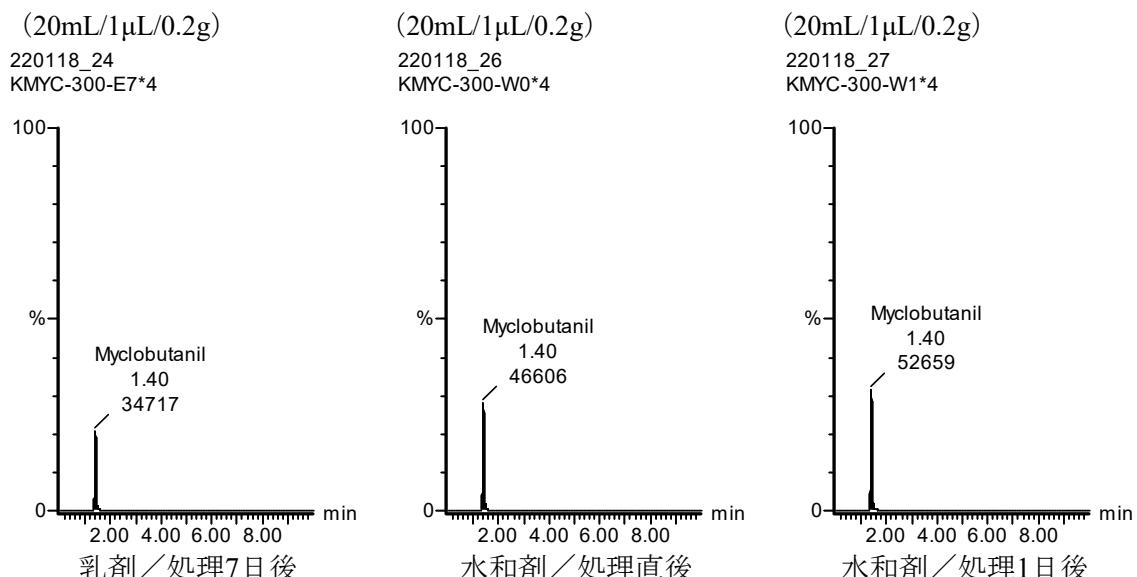
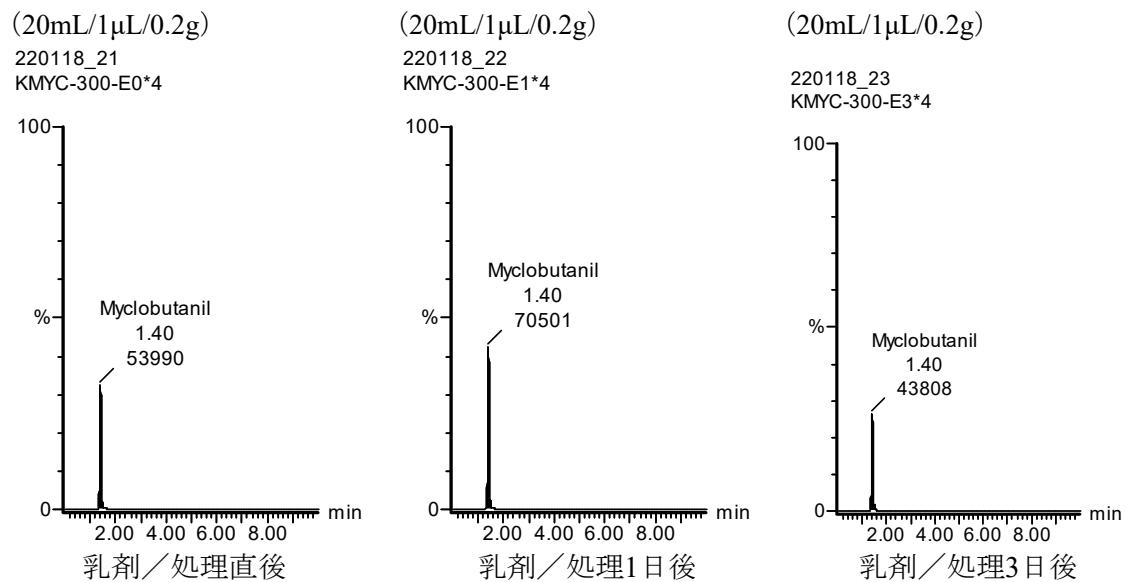


図4-2. 日植防茨城（300L/10a）試料のクロマトグラム

図4-3. 日植防茨城（50L/10a）試料のクロマトグラム



4-4. 日植防高知 (100L/10a) 試料のクロマトグラム



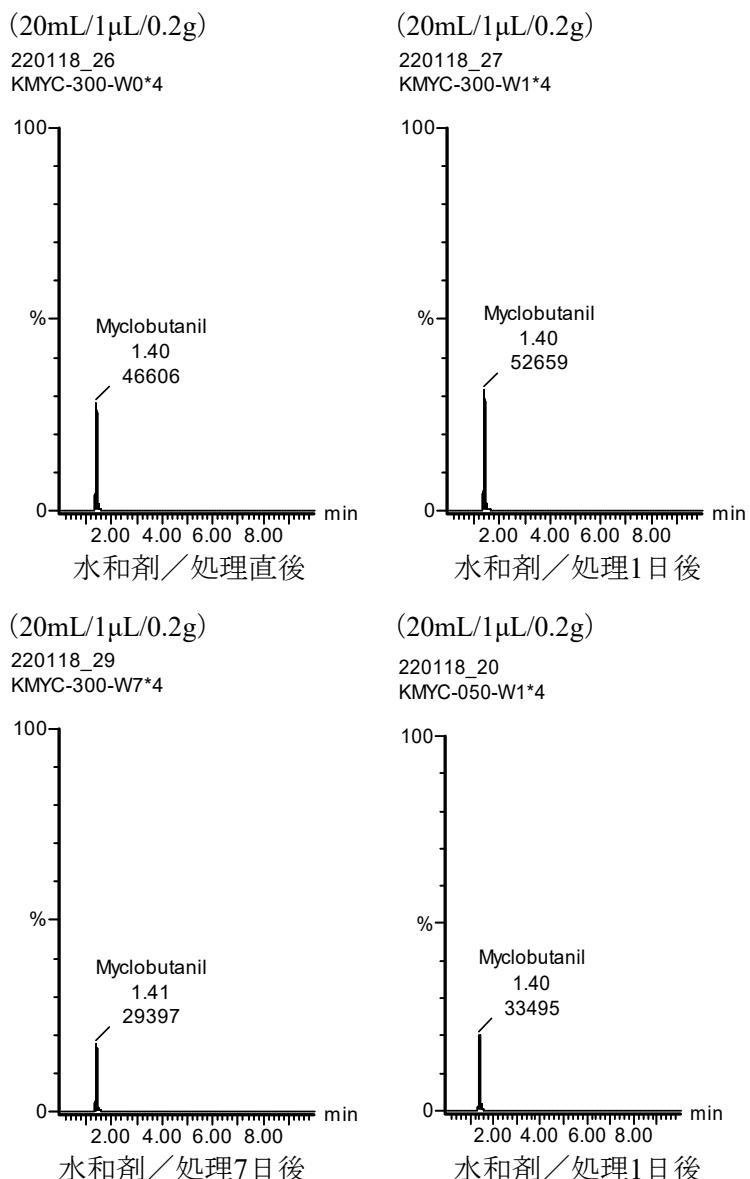
(20mL/1μL/0.2g)

220118\_28  
KMYC-300-W3\*4

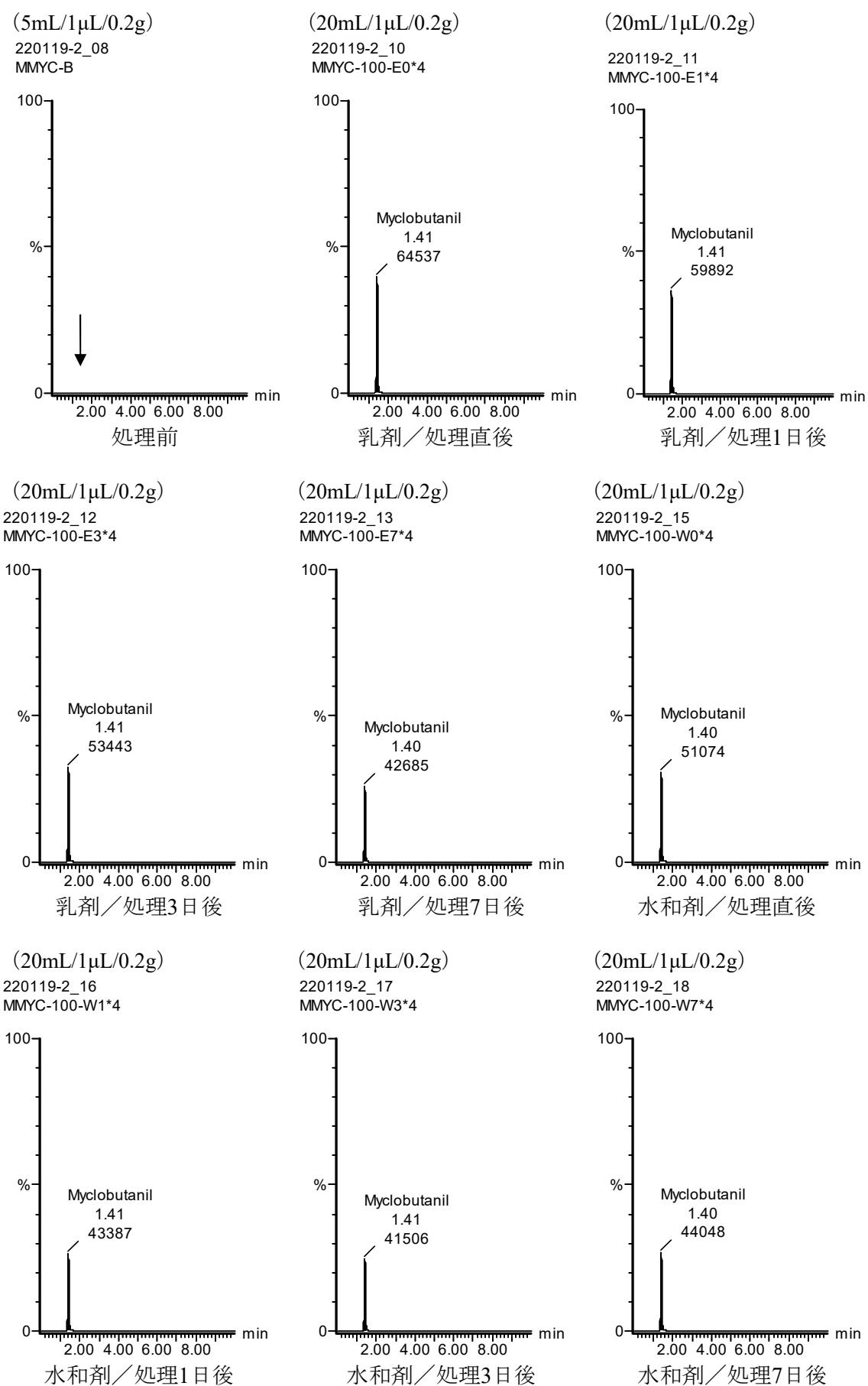
Time (min)	Concentration (%)
0.00 - 1.40	0
1.40	100
2.00 - 8.00	0

水和剤／処理3日後

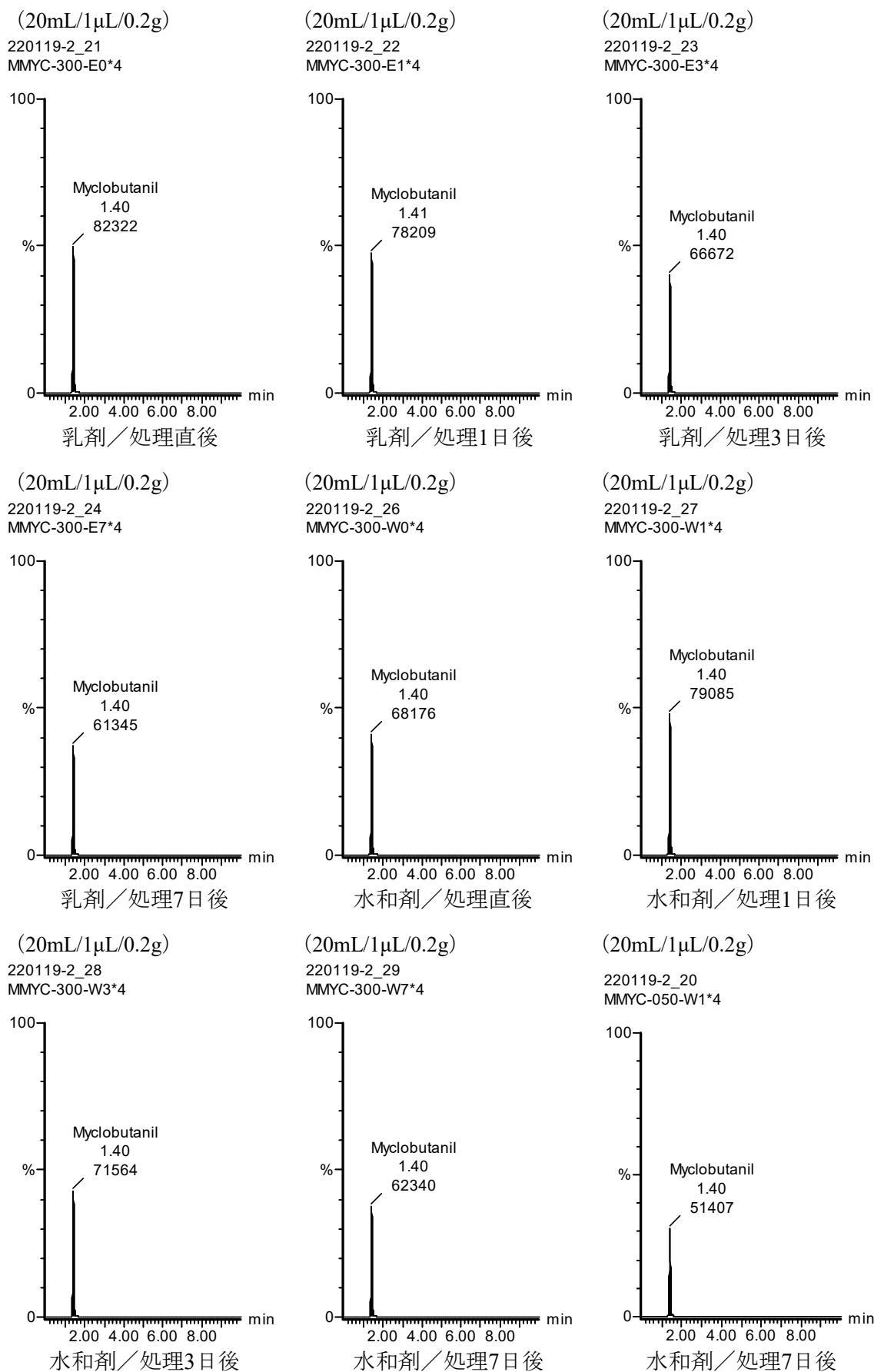
#### 4-5. 目植防高知 (300L/10a) 試料のクロマトグラム



#### 4-6. 日植防高知 (50L/10a) 試料のクロマトグラム



4-7. 日植防宮崎 (100L/10a) 試料のクロマトグラム



4-8. 日植防宮崎 (300L/10a) 試料のクロマトグラム

4-9. 日植防宮崎 (50L/10a)  
試料のクロマトグラム

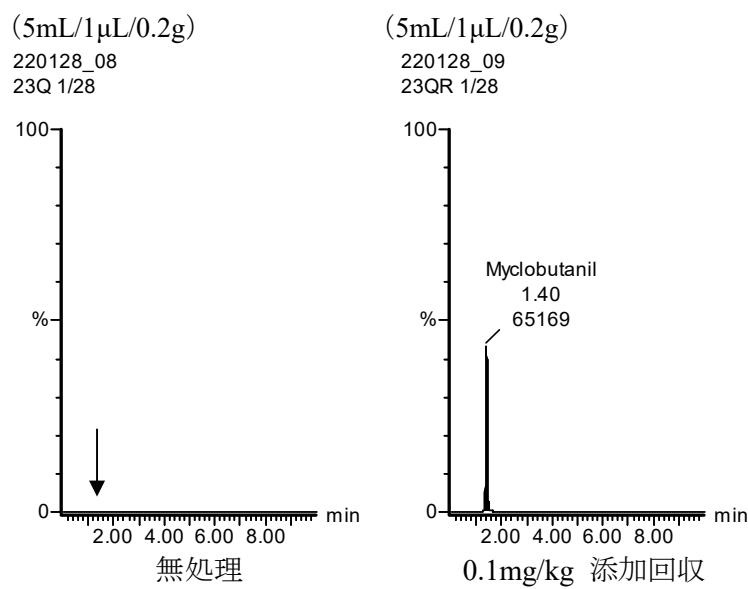


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

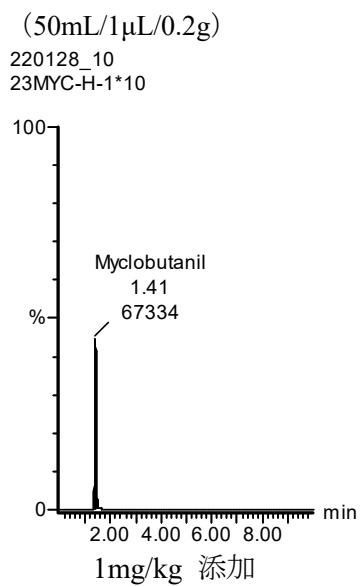


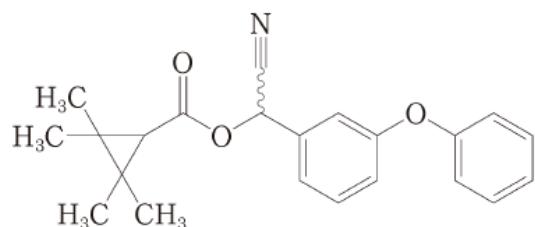
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

## (2) フエンプロパトリン

### 1. 分析対象物質

#### フエンプロパトリン

化学構造式：



化学名：(RS)- $\alpha$ -cyano-3-phenoxybenzyl 2,2,3,3-tetramethylcyclopropanecarboxylate

化学式：C<sub>22</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub>

分子量：349.4

性状：白色結晶性粉末，僅かな特異臭

融点：48.9～50.6°C

蒸気圧 (25°C) :  $2.15 \times 10^{-6}$  Pa

オクタノール／水分配係数 (室温) : log Pow=6.00

溶解性 (25°C) : 水 10.3μg/L, 有機溶剤易溶

安定性：熱；安定

加水分解性半減期 (25°C) ; 酸性～中性で安定，アルカリ側で分解

水中光分解性半減期 (25°C) ; 2.7週間 (河川水)

出典：農薬ハンドブック 2021年版

### 2. 標準品及び試薬

フエンプロパトリン標準品：純度100% (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)

ガラス纖維濾紙：GFP (桐山製作所製)

### 3. 装置及び機器

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

ミキサー: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-134(柴田科学器械工業製)

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

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 1.7μm

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

A 液/B 液 (10 : 90, v/v)

カラム温度 : 40°C

注入量 : 1 μL

ランタイム : 10 分

保持時間 : 約 2.1 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 : 20V

コリジョン電圧 : 14V

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 367.16

プロダクトイオン ; m/z 125.02

### 5. 検量線の作成

フェンプロパトリン標準品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フェンプロパトリンのピーク面積を測定し, 横軸に重量 (ng), 縦軸にピーク面積をとて検量線を作成した。

## 6. 分析操作

### 6.1. 試料の前処理

試料は、ヘタを除き、ミキサーを用いて全量を磨碎均一化した。

### 6.2. 抽出

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

### 6.3. 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°C以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

### 6.4. 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、検量線よりフェンプロパトリンの重量を求めて試料中の残留濃度を算出した。

## 7. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.0004	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 (μL)	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1mg/kg添加濃度における回収試験を5連分析で実施した。回収率の算出結果を示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD <sub>r</sub> (%)
	1	102, 100, 96, 96, 95	98	3
日植防茨城	0.1	107, 107, 102, 101, 99	103	3
	0.01	100, 100, 90, 90, 90	94	6

## 9. 試料分析結果

試料調製場所	処理量	経過日数	分析値(mg/kg)	
			乳剤	水和剤
<hr/>		—	処理前	
日植防茨城	100L/10a	処理直後	0.33	0.25
		処理1日後	0.37	0.34
		処理3日後	0.46	0.39
	300L/10a	処理7日後	0.45	0.36
		処理直後	0.28	0.36
		処理1日後	0.30	0.32
日植防高知	300L/10a	処理3日後	0.31	0.35
		処理7日後	0.31	0.39
		50L/10a	処理1日後	—
	100L/10a	—	処理前	
		処理直後	0.38	0.32
		処理1日後	0.37	0.32
日植防宮崎	300L/10a	処理3日後	0.38	0.32
		処理7日後	0.37	0.32
		処理直後	0.33	0.31
	50L/10a	処理1日後	0.32	0.31
		処理3日後	0.31	0.32
		処理7日後	0.31	0.37
日植防宮崎	100L/10a	50L/10a	処理1日後	—
		—	処理前	
		処理直後	0.41	0.38
	300L/10a	処理1日後	0.43	0.37
		処理3日後	0.37	0.38
		処理7日後	0.31	0.37
日植防宮崎	300L/10a	処理直後	0.41	0.40
		処理1日後	0.37	0.41
		処理3日後	0.48	0.40
	50L/10a	処理7日後	0.44	0.38
		処理直後	—	0.39
		処理1日後	<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フェンプロパトリン 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
2022/1/20	103	<0.01	日植防茨城	日植防茨城
2022/1/21	99	<0.01	日植防茨城	日植防高知
2022/1/24	97	<0.01	日植防茨城	日植防宮崎
2022/1/28	94	<0.01	日植防茨城	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）にフェンプロパトリンを添加し、冷凍暗所（-20°C設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を示す。

添加濃度(mg/kg)	保存期間（日）	回収率(%)	平均回収率(%)
1	56 (2021/12/3－2022/1/28)	97, 97	97

実試料最長保存日数：日植防茨城48日間、日植防高知42日間、日植防宮崎53日間

## 12. 参考添付図

各クロマトグラムの一例を示す。

図1. フェンプロパトリン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（100L/10a）試料のクロマトグラム

4-2. 日植防茨城（300L/10a）試料のクロマトグラム

4-3. 日植防茨城（50L/10a）試料のクロマトグラム

4-4. 日植防高知（100L/10a）試料のクロマトグラム

4-5. 日植防高知（300L/10a）試料のクロマトグラム

4-6. 日植防高知（50L/10a）試料のクロマトグラム

4-7. 日植防宮崎（100L/10a）試料のクロマトグラム

4-8. 日植防宮崎（300L/10a）試料のクロマトグラム

4-9. 日植防宮崎（50L/10a）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)

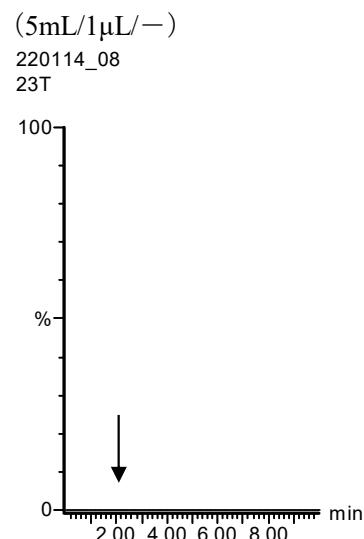
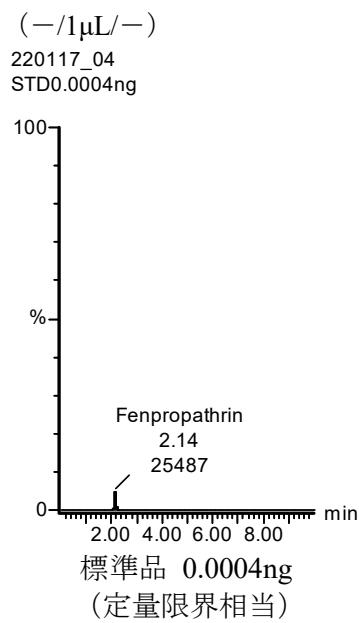
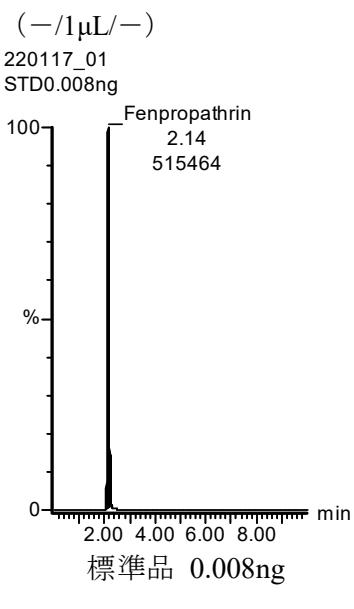
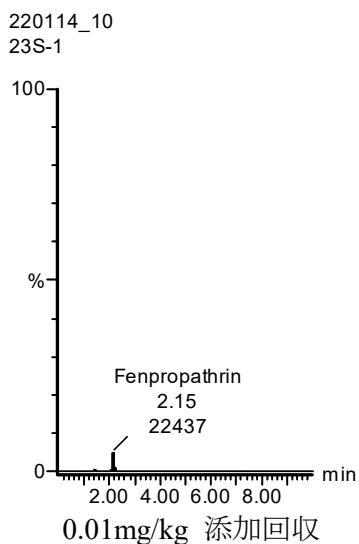


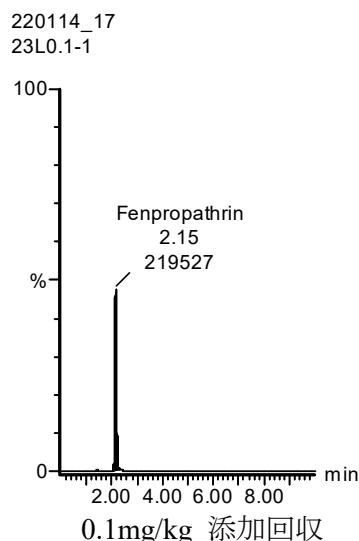
図1. フェンプロパトリン標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランクのクロマトグラム

(5mL/1μL/0.2g)



(5mL/1μL/0.2g)



(50mL/1μL/0.2g)

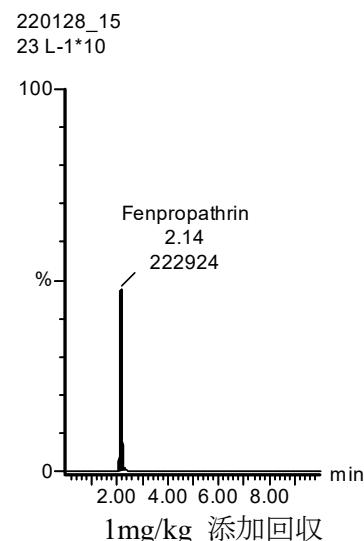


図3. 回収率のクロマトグラム

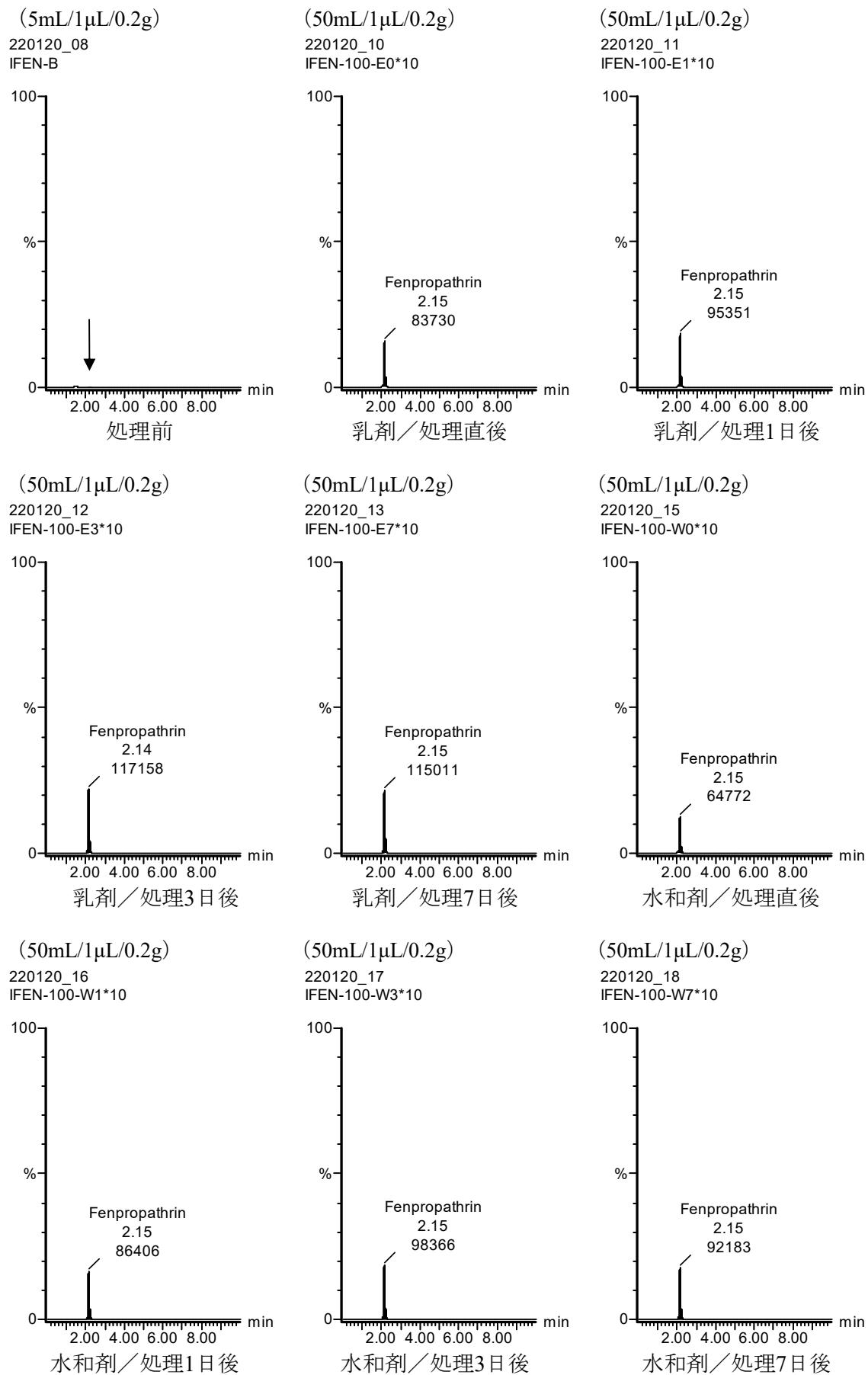


図4-1. 日植防茨城（100L/10a）試料のクロマトグラム

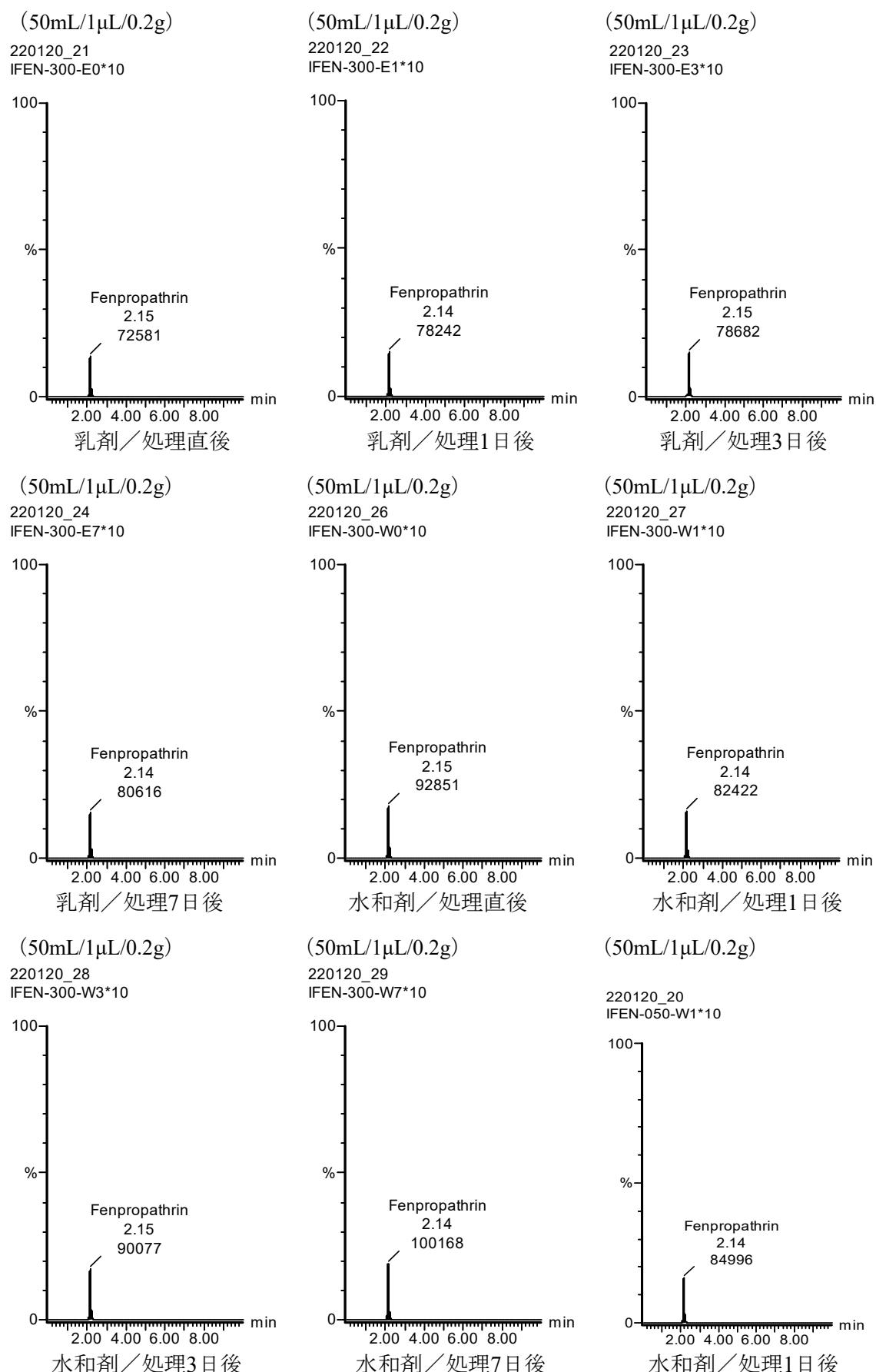


図4-2. 日植防茨城（300L/10a）試料のクロマトグラム

図4-3. 日植防茨城（50L/10a）  
試料のクロマトグラム

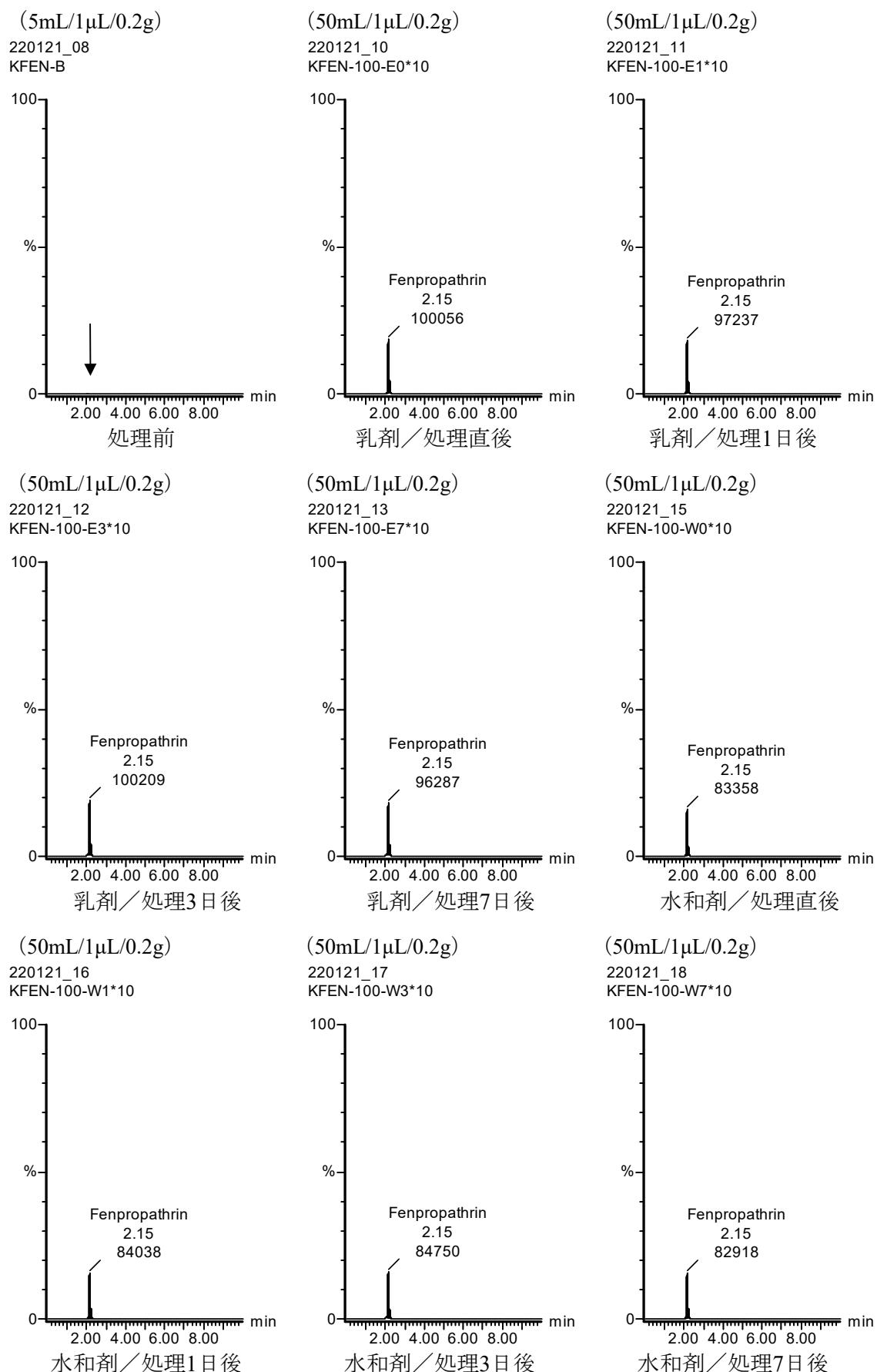


図4-4. 日植防高知（100L/10a）試料のクロマトグラム

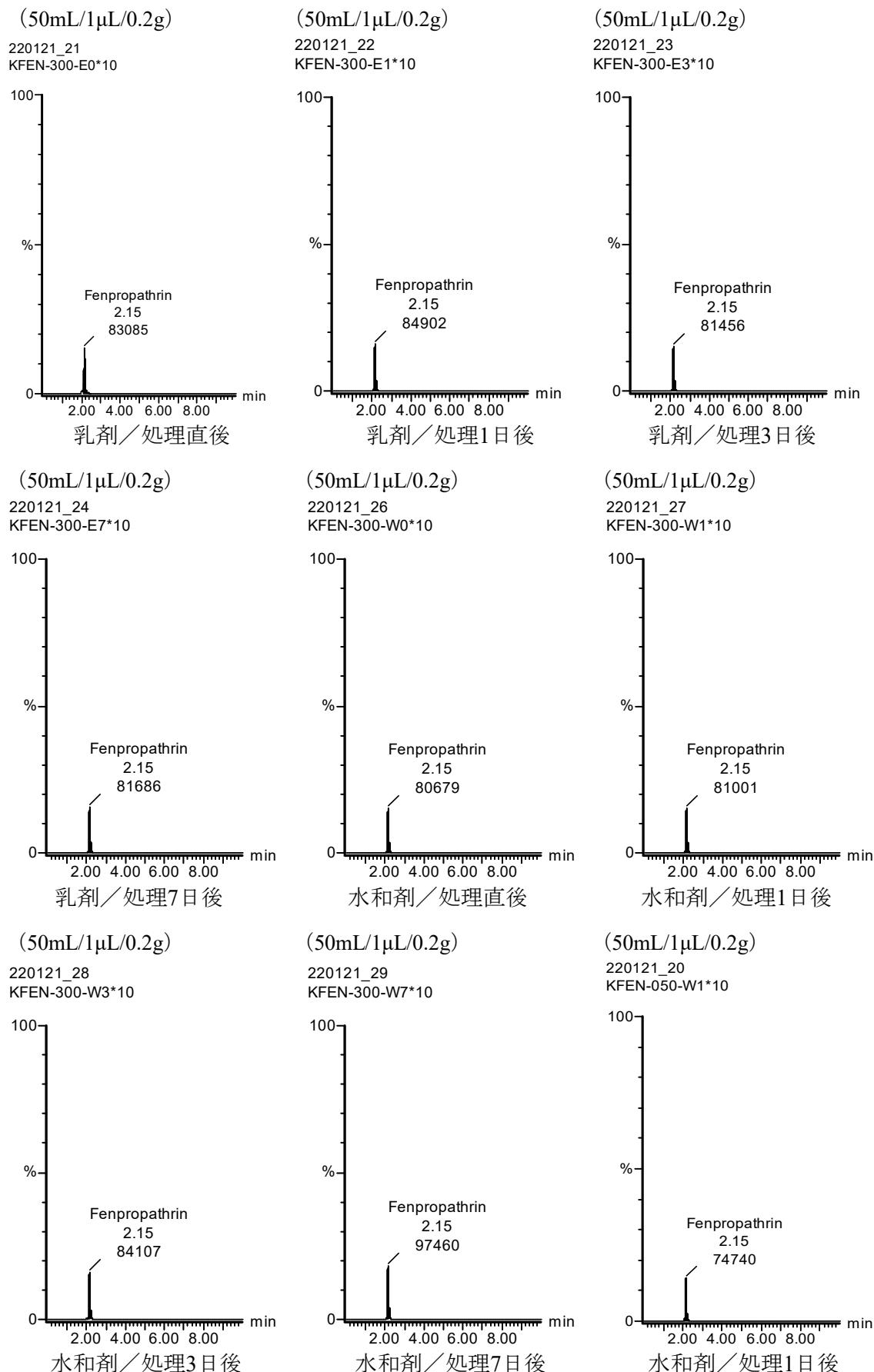


図4-5. 日植防高知 (300L/10a) 試料のクロマトグラム

図4-6. 日植防高知 (50L/10a) 試料のクロマトグラム

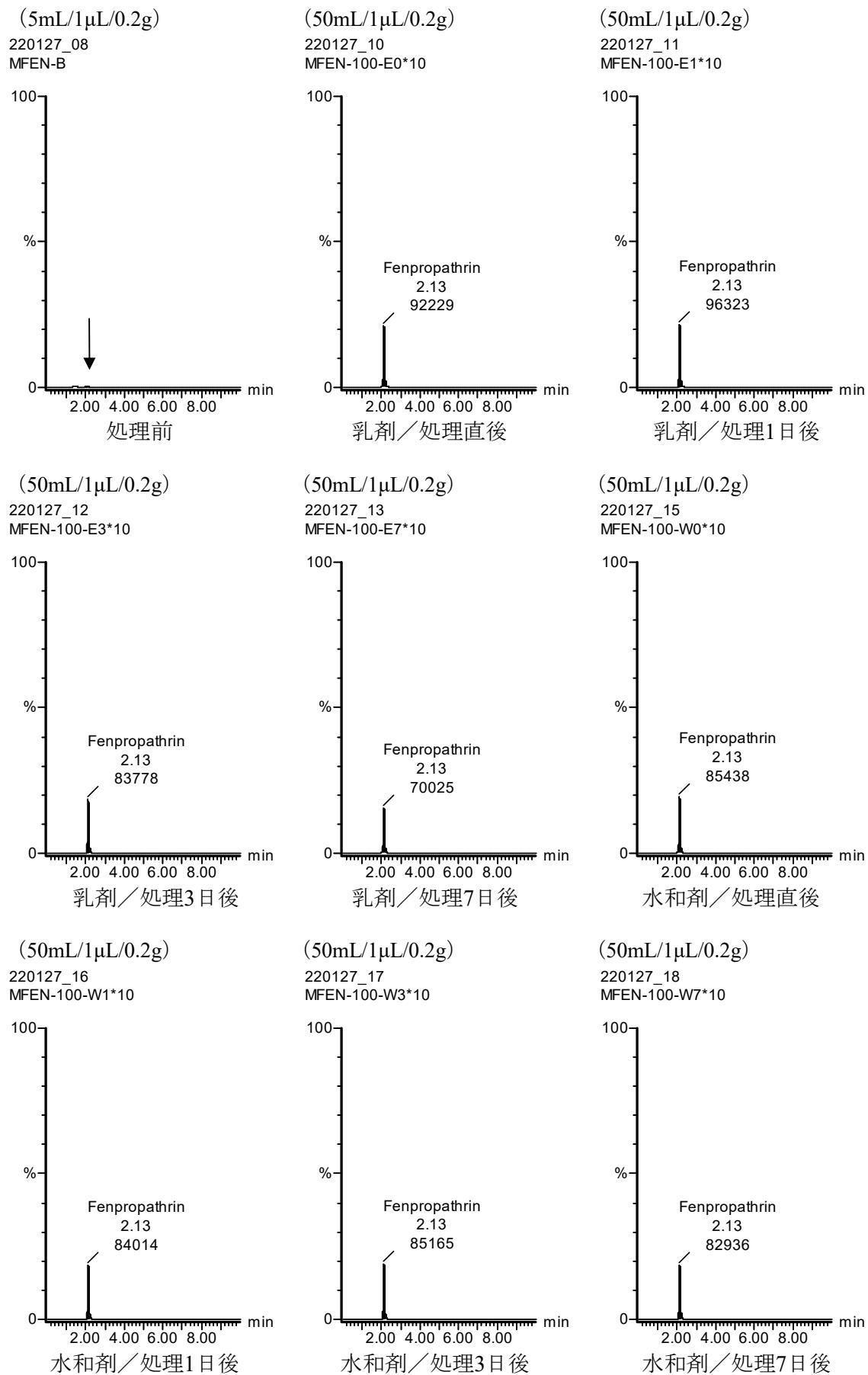


図4-7. 日植防宮崎 (100L/10a) 試料のクロマトグラム

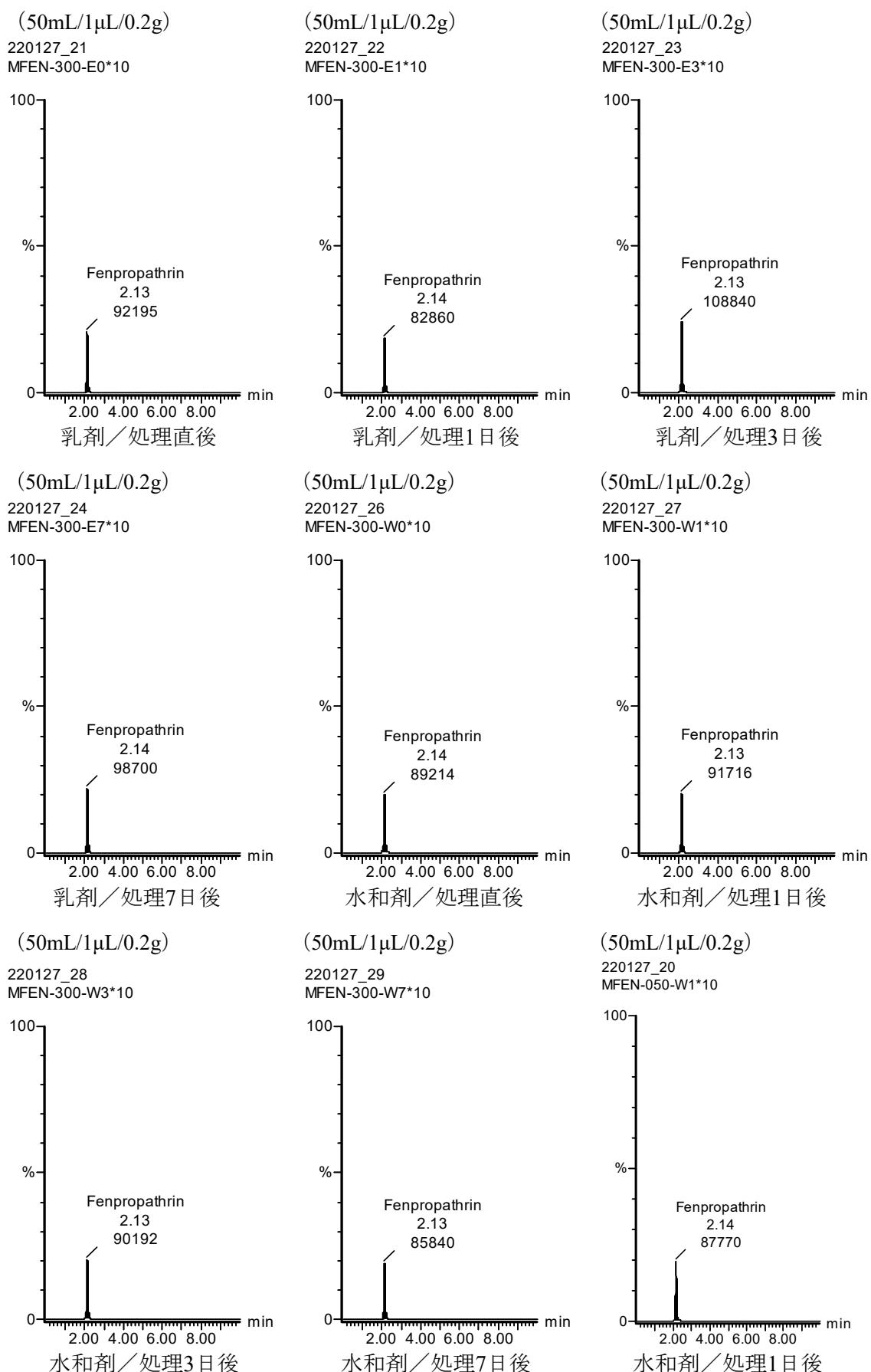


図4-8. 日植防宮崎 (300L/10a) 試料のクロマトグラム

図4-9. 日植防宮崎 (50L/10a)  
試料のクロマトグラム

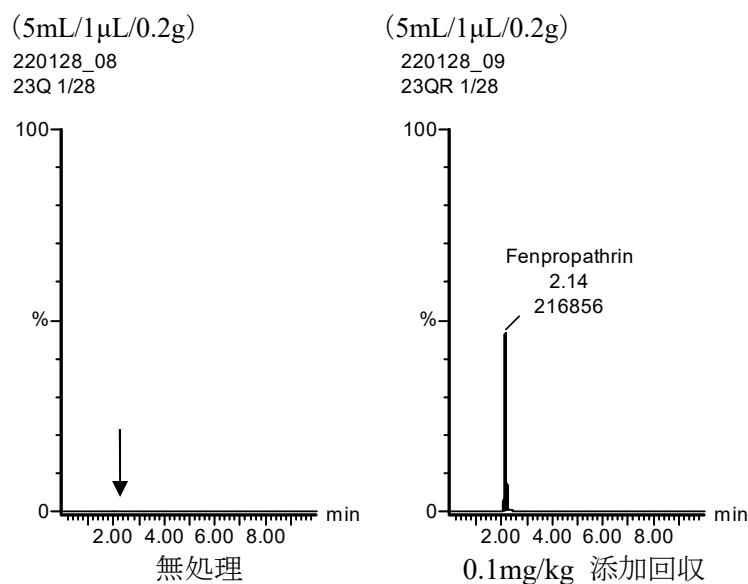


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

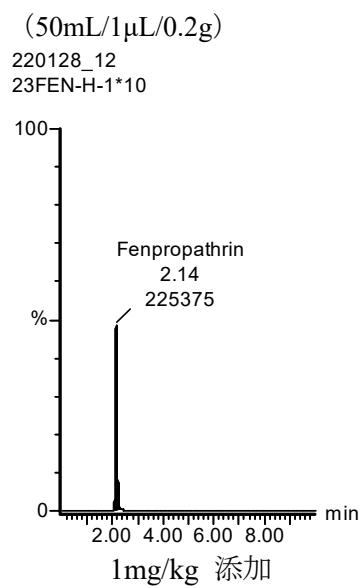


図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

### (3) 作物写真

#### 1-1. ミクロブタニル（日植防茨城）



処理前



水和剤／50L/10a／処理1日後



乳剤／100L/10a／処理直後



水和剤／100L/10a／処理直後



乳剤／100L/10a／処理1日後



水和剤／100L/10a／処理1日後



乳剤／100L/10a／処理3日後



水和剤／100L/10a／処理3日後



乳剤／100L/10a／処理7日後



水和剤／100L/10a／処理7日後



乳剤／300L/10a／処理直後



水和剤／300L/10a／処理直後



乳剤／300L/10a／処理1日後



水和剤／300L/10a／処理1日後



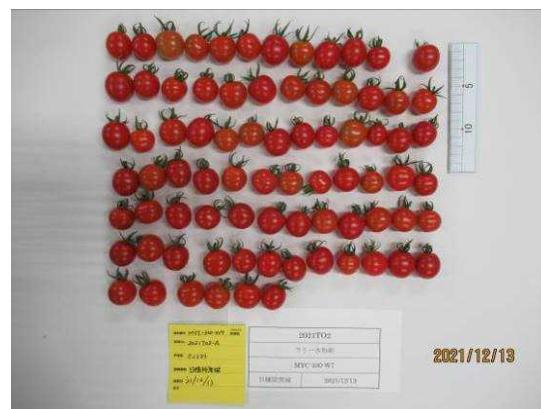
乳剤／300L/10a／処理3日後



水和剤／300L/10a／処理3日後



乳剤／300L/10a／処理7日後



水和剤／300L/10a／処理7日後

1-2. ミクロブタニル（日植防高知）



処理前



水和剤／50L/10a／処理1日後



乳剤／100L/10a／処理直後



水和剤／100L/10a／処理直後



乳剤／100L/10a／処理1日後



水和剤／100L/10a／処理1日後



乳剤／100L/10a／処理3日後



水和剤／100L/10a／処理3日後



乳剤／100L/10a／処理7日後



水和剤／100L/10a／処理7日後



乳剤／300L/10a／処理直後



水和剤／300L/10a／処理直後



### 1-3. ミクロブタニル（日植防宮崎）



処理前



水和剤／50L/10a／処理1日後



乳剤／100L/10a／処理直後



水和剤／100L/10a／処理直後



乳剤／100L/10a／処理1日後



水和剤／100L/10a／処理1日後



乳剤／100L/10a／処理3日後



水和剤／100L/10a／処理3日後



乳剤／100L/10a／処理7日後



水和剤／100L/10a／処理7日後



乳剤／300L/10a／処理直後



水和剤／300L/10a／処理直後



乳剤／300L/10a／処理1日後



水和剤／300L/10a／処理1日後



乳剤／300L/10a／処理3日後



水和剤／300L/10a／処理3日後



乳剤／300L/10a／処理7日後



水和剤／300L/10a／処理7日後

#### 1.4. フェンプロパトリン（日植防茨城）



処理前

水和剤／50L/10a／処理1日後



乳剤／100L/10a／処理直後

水和剤／100L/10a／処理直後



乳剤／100L/10a／処理1日後

水和剤／100L/10a／処理1日後



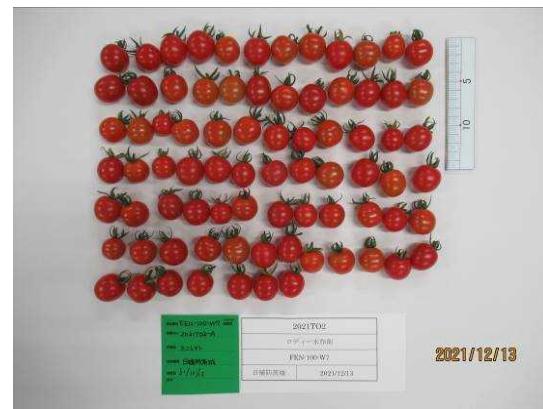
乳剤／100L/10a／処理3日後



水和剤／100L/10a／処理3日後



乳剤／100L/10a／処理7日後



水和剤／100L/10a／処理7日後



乳剤／300L/10a／処理直後



水和剤／300L/10a／処理直後



乳剤／300L/10a／処理1日後



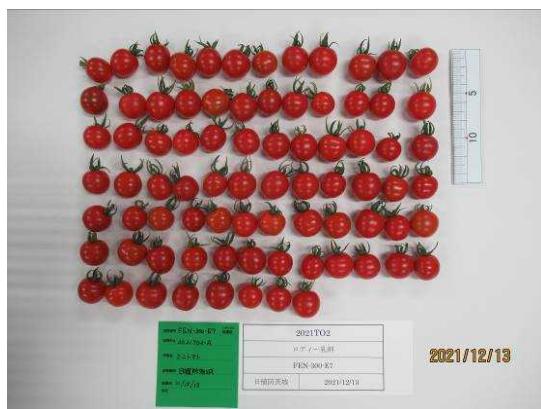
水和剤／300L/10a／処理1日後



乳剤／300L/10a／処理3日後



水和剤／300L/10a／処理3日後



乳剤／300L/10a／処理7日後



水和剤／300L/10a／処理7日後

## 1.5. フェンプロパトリン（日植防高知）



处理前



水和剤／50L/10a／処理1日後



乳剤／100L/10a／処理直後



水和剤／100L/10a／処理直後



乳剤／100L/10a／処理1日後



水和剤／100L/10a／処理1日後



乳剤／100L/10a／処理3日後



水和剤／100L/10a／処理3日後



乳剤／100L/10a／処理7日後



水和剤／100L/10a／処理7日後



乳剤／300L/10a／処理直後



水和剤／300L/10a／処理直後



乳剤／300L/10a／処理1日後



水和剤／300L/10a／処理1日後



乳剤／300L/10a／処理3日後



水和剤／300L/10a／処理3日後



乳剤／300L/10a／処理7日後



水和剤／300L/10a／処理7日後

## 1.6. フェンプロパトリン（日植防宮崎）



処理前



水和剤／50L/10a／処理1日後



乳剤／100L/10a／処理直後



水和剤／100L/10a／処理直後



乳剤／100L/10a／処理1日後



水和剤／100L/10a／処理1日後



乳剤／100L/10a／処理3日後



水和剤／100L/10a／処理3日後



乳剤／100L/10a／処理7日後



水和剤／100L/10a／処理7日後



乳剤／300L/10a／処理直後



水和剤／300L/10a／処理直後



乳剤／300L/10a／処理1日後



水和剤／300L/10a／処理1日後



乳剤／300L/10a／処理3日後



水和剤／300L/10a／処理3日後



乳剤／300L/10a／処理7日後



水和剤／300L/10a／処理7日後

### 3-3. 残留分析報告書

トルフェンビラド 日本なし作物残留試験報告書

株式会社 化学分析コンサルタント

トルフェンピラド  
日本なし作物残留試験

**報告書**

2021年11月26日

**株式会社 化学分析コンサルタント**

1. 試験委託者及び試験場所等

試験委託者

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

試料調製場所 1

名 称：一般社団法人日本植物防疫協会 茨城研究所  
所在地：茨城県牛久市結束町 535

試料調製場所 2

名 称：一般社団法人長野県植物防疫協会 南信研究所  
所在地：長野県下伊那郡高森町下市田

試料調製場所 3

名 称：公益社団法人石川県植物防疫協会  
所在地：石川県金沢市田中町か 26-1

分析場所

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

試験期間

分析開始日：2021 年 9 月 21 日  
分析終了日：2021 年 10 月 13 日

2. 試験目的

日本なしにおいてトルフェンピラドの乳剤、フロアブルの散布量を同じにした場合、かつ異なる製剤間の農薬付着量の違いの有無を調査する。また、製剤間での減衰の比較も行う。

3. 被験物質

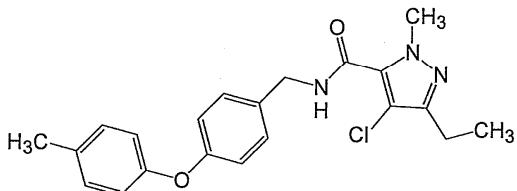
名称 (一般名): トルフェンピラド  
 商品名、コード番号: ハチハチ  
 剤型: 水和剤、乳剤

4. 分析対象物質

トルフェンピラド

[物理的化学的性質]

化学構造式:



化 学 名: 4-クロロ-3-エチル-1-メチル-N-[4-(p-トリルオキシ)ベンジル]ピラゾール-5-カルボキサミド

分 子 量: 383.9

色 調: 類白色

形 状: 粉末

臭 気: 無臭

融 点: 87.8~88.2°C

蒸 気 壓:  $5 \times 10^{-7}$ Pa (20°C)

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

オクタノール/水分配係数: log pow=5.61 (25°C)

土壤吸着性: Koc=15,140~149,220 (25°C)

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)

**5. 標準品**

名 称: トルフェンピラド

ロット番号: 811H1332(2018年3月27日受領)

純 度: 99.8%

入 手 先: 関東化学㈱

保存条件: 冷凍暗所(-10℃以下)

**6. 分析試料**

作 物 名: 日本なし

分析部位: 果実(果梗を除去したもの)

分析試料の保存条件: 冷凍暗所(-20℃以下)

**7. 試料識別**

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

**試料調製場所の略称**

分析場所で用いた略称	試料調製場所
日植防茨城	一般社団法人日本植物防疫協会 茨城研究所
長野植南信	一般社団法人長野県植物防疫協会 南信研究所
石川植	公益社団法人石川県植物防疫協会

試料識別対応表

試験場所	分析場所での 識別表示(略号)	試験区名	試料調製場所 試料番号	採取時期
	1回処理直後 (21NC095-12)	乳剤区	NI-TOL-E0	処理直後
	1回処理1日後 (21NC095-13)	乳剤区	NI-TOL-E1	処理1日後
	1回処理3日後 (21NC095-14)	乳剤区	NI-TOL-E3	処理3日後
	1回処理7日後 (21NC095-15)	乳剤区	NI-TOL-E7	処理7日後
日植防茨城	1回処理直後 (21NC095-16)	プロアブル区	NI-TOL-F0	処理直後
	1回処理1日後 (21NC095-17)	プロアブル区	NI-TOL-F1	処理1日後
	1回処理3日後 (21NC095-18)	プロアブル区	NI-TOL-F3	処理3日後
	1回処理7日後 (21NC095-19)	プロアブル区	NI-TOL-F7	処理7日後
	無処理区 (21NC095-11)	無処理区	NI-TOL-B	処理前
	1回処理直後 (21NC095-32)	乳剤区	NI-TOL-E0	処理直後
	1回処理1日後 (21NC095-33)	乳剤区	NI-TOL-E1	処理1日後
	1回処理3日後 (21NC095-34)	乳剤区	NI-TOL-E3	処理3日後
	1回処理7日後 (21NC095-35)	乳剤区	NI-TOL-E7	処理7日後
長野植南信	1回処理直後 (21NC095-36)	プロアブル区	NI-TOL-F0	処理直後
	1回処理1日後 (21NC095-37)	プロアブル区	NI-TOL-F1	処理1日後
	1回処理3日後 (21NC095-38)	プロアブル区	NI-TOL-F3	処理3日後
	1回処理7日後 (21NC095-39)	プロアブル区	NI-TOL-F7	処理7日後
	無処理区 (21NC095-31)	無処理区	NI-TOL-B	処理前

試験場所	分析場所での識別表示(略号)	試験区名	試料調製場所 試料番号	採取時期
石川植	1回処理直後 (21NC095-22)	乳剤区	NI-TOL-E0	処理直後
	1回処理1日後 (21NC095-23)	乳剤区	NI-TOL-E1	処理1日後
	1回処理3日後 (21NC095-24)	乳剤区	NI-TOL-E3	処理3日後
	1回処理7日後 (21NC095-25)	乳剤区	NI-TOL-E7	処理7日後
	1回処理直後 (21NC095-26)	プロアブル区	NI-TOL-F0	処理直後
	1回処理1日後 (21NC095-27)	プロアブル区	NI-TOL-F1	処理1日後
	1回処理3日後 (21NC095-28)	プロアブル区	NI-TOL-F3	処理3日後
	1回処理7日後 (21NC095-29)	プロアブル区	NI-TOL-F7	処理7日後
	無処理区 (21NC095-21)	無処理区	NI-TOL-B	処理前

## 8. 残留分析の実施方法

### 8-1. 試料調製

受領した試料の重量等を記録後、果実(果梗を除去したもの)全量をミキサーを用いて磨碎均一化して小分け(2~4等分)し、冷凍暗所(-20℃以下)に保存した。分析直前に冷凍試料の1等分を解凍し分析に供した。

### 8-2. 分析法

#### 1) 試薬及び機器

- アセトン：試薬特級(富士フィルム和光純薬㈱)
- ヘキサン：試薬特級(富士フィルム和光純薬㈱)
- 塩化ナトリウム：試薬特級(富士フィルム和光純薬㈱)
- 無水硫酸ナトリウム：試薬特級(富士フィルム和光純薬㈱)
- アセトニトリル：高速液体クロマトグラフ用(富士フィルム和光純薬㈱)
- 水：Milli-Q IQ 7003(メルク㈱)で精製した水
- S I ミニカラム：InertSep Slim-J SI 1000mg(ジーエルサイエンス㈱製)
- ミキサー：HBH650(ハミルトンビーチ社製)
- 振とう機：MMV-1000W(東京理化器械㈱製)
- ロータリーエバポレーター：Type N-1(東京理化器械㈱製)
- 高速液体クロマトグラフ質量分析計(LC-MS)：アジレント・テクノロジー社製 6120
- ソフトウェア：アジレント・テクノロジー社製 OpenLAB

2) 高速液体クロマトグラフ質量分析計(LC-MS)の測定条件①. 高速液体クロマトグラフの測定条件

カラム: Inertsil ODS-3

内径 2.1mm、長さ 10cm、粒径 4μm

移動相: 0.1%ぎ酸溶液/アセトニトリル/(25: 75 v/v)

流量: 0.2mL/分

温度: カラムオーブン 40°C

注入量: 1μL

保持時間: 約 5.0 分

②. 質量分析計の測定条件

イオン化法: API-ES

極性: Positive

採取イオン: m/z 348.2

フラグメンター電圧: 120V

キャピラリー電圧: 3000V

ドライングガス: 10L/分(350°C)

ネプライザガス: 35psi

3) 検量線の作成

トルフェンピラド標準品 20.0mg(純度換算相当量)を正確に量りとり、アセトンで溶解し100mLに定容して200mg/L標準原液を調製した。この原液をアセトニトリルで希釈し、0.002, 0.004, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08mg/L標準溶液を調製した。この各1μLを前記2)の測定条件に設定した高速液体クロマトグラフ質量分析計(LC-MS)に注入してクロマトグラムを記録させた。重量(ng)を横軸に、ピーク高さを縦軸にとり最小二乗法により検量線を作成した。

4) 分析操作①. 抽出

磨碎均一化した試料 20.0g を 300mL 容分液ロートに量りとり、アセトン 100mL を加えて 30 分間振とう後、桐山式ロートを用いて吸引ろ過した。残渣をアセトン 30mL で 2 回洗浄した。ろ液及び洗液を合わせ、アセトンを用いて 200mL に定容した。定容液から 20mL(試料 2.0g 相当量)をナス型フラスコにとり、ロータリーエバボレーター(水浴 40°C 以下)を用いて減圧濃縮し、アセトンを留去した。

②. 転溶

濃縮液に 10% 塩化ナトリウム溶液 50mL を加え分液ロートに移し、ヘキサン 50mL を加え 5 分間振とうした。静置分離後、ヘキサン層は無水硫酸ナトリウムをのせたろ紙(No.5A)を通過させ脱水しながらナス型フラスコに受けた。水層を分液ロートに戻し、新たにヘキサン 50mL を加え同様の操作を繰り返した。脱水したヘキサン層を合わせロータリーエバボレーター(水浴 40°C 以下)を用いて減圧濃縮後、通風で乾固した。残留物はヘキサン 5mL を加え、溶解した。

### ③. SIミニカラムによる精製

SIミニカラムをミニカラム吸引装置に取り付け、ヘキサン 10mL を流下させて洗浄した。先の溶解液をミニカラムに移し入れ流下させた後、ジエチルエーテル/ヘキサン(10:90v/v) 15mL 同様に流下させ流出液は捨てた。受器をナス型フラスコに替え、ジエチルエーテル/ヘキサン(30:70v/v) 15mL を同様に流下させ、トルフェンピラドを溶出した。溶出液はロータリーエバポレーター(水浴 40°C以下)を用いて減圧濃縮後、通風で乾固した。残留物はアセトニトリル 5mL を正確に加え溶解し測定溶液とした。

### ④. 定量

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

尚、実験操作中を除く測定完了までの期間、測定溶液は冷蔵暗所に保存した。

### 8-3. 定量限界及び検出限界

#### 1) 定量限界

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終液量 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.004	2.0	5	1	0.01

#### 2) 検出限界

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終液量 (mL)	注入量 (μL)	検出限界 (mg/kg)
0.002	2.0	5	1	0.005

### 8-4. 分析法の妥当性評価

定量限界相当(0.01mg/kg)及びその10倍(0.1mg/kg)添加試料による回収率の算出結果、ならびに、無処理区試料の測定結果により、採用する分析法の妥当性を確認した。更に追加で0.4mg/kg 添加試料による回収率の算出結果、ならびに、無処理区試料の測定結果により、採用する分析法の妥当性を確認した。

### 8-5. 保存安定性

磨碎均一化した無処理区試料 20.0g を量りとり、トルフェンピラドの 2mg/L アセトン溶液 1mL を添加して冷凍暗所(-20°C以下)に保存した。各試料調製場所試料の分析終了後、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。

尚、保存安定性の確認は、各試料調製場所試料について2連で実施した。

### 8-6. 内部精度管理試料の分析

実試料及び保存安定性確認試料の分析に際しては、分析を行う都度、各 1 検体の無処理区試料及び 0.1 mg/kg 添加試料(内部精度管理試料)の併行分析を行った。

尚、分析試料に無処理区試料が含まれている場合には精度管理として代用した。

## 9. 結果及び考察

### 9-1. 残留分析結果

トルフェンピラドの乳剤及びフロアブルを1回処理した直後、1日後、3日後及び7日後に採取された日本なし試料中の残留濃度調査結果を表1に示す。

トルフェンピラドの残留濃度は、日植防茨城、長野植南信、石川植とも乳剤及びフロアブルの結果は同様の値であった。(表1参照)

### 9-2. 分析法の妥当性評価

#### 1) 検量線の直線性

妥当性確認において作成した検量線の直線性は、0.002～0.08ng(標準溶液の濃度として0.002～0.08mg/L)の範囲で相関係数0.999以上と良好であった(図3-1参照)。

#### 2) 選択性

無処理区試料の分析結果は全て定量限界未満(<0.01mg/kg)であり、それらのクロマトグラム上のトルフェンピラド保持時間に妨害ピークは認められなかった(表1及び図3-5～3-8参照)。

#### 3) 回収率

0.01mg/kg添加試料での平均回収率は84%であり、併行相対標準偏差(RSDr)は3.3%であった。0.1mg/kg添加試料での平均回収率は92%であり、併行相対標準偏差(RSDr)は1.9%であった。0.4mg/kg添加試料での平均回収率は91%であり、併行相対標準偏差(RSDr)は1.2%であった。以上のように、全ての添加濃度において平均回収率及び併行相対標準偏差は良好であった(表2参照)。

#### 回収率の規定値

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

#### 9-3. 保存安定性の確認

冷凍保存した安定性確認試料の平均回収率は85～91%であり、問題は認められなかった(表3参照)。

#### 9-4. 精度管理の概要

内部精度管理試料の分析結果は、86～92%、且つ無処理区試料の分析結果は全て定量限界未満(<0.01mg/kg)であり、問題は認められなかった(表4参照)。

分析場所における外部精度管理情報は付表3に示す。

### 9-5. 検討事項

採用した分析法のフローシートを図 1 に示す。通知試験法を考慮して検討を行い、アセトン抽出、ヘキサン転溶、SI ミニカラムによる精製後、LC-MS で定量した。その結果、良好な妥当性確認結果が得られたので、これを採用した。

トルフェンピラドのマススペクトルの一例を参考として図 2 に示す。

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

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

### 11. 参考資料

食安発第 0124001 号 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知(平成 17 年 1 月 24 日)

別添 食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法

:トルフェンピラド試験法(農産物)

### 12. 参考添付図表

#### [表]

表 1. 残留分析結果

表 2. 回収率の算出結果

表 3. 保存安定性の確認結果

表 4. 内部精度管理試料の分析結果

#### [図]

図 1. 分析フローシート

図 2. マススペクトルの一例

図 3. トルフェンピラドの検量線とクロマトグラムの一例

#### [付表]

付表 1. 試料重量表

付表 2. 作物写真

付表 3. 外部精度管理

付表 4. 農薬作物残留量分析試料調製明細書

表 1. 残留分析結果

試料調製場所	試験区	試料調製場所 試料番号	処理回数 経過日数	分析値 (mg/kg)	試料到着年月日	試料分析年月日	保存日数
日植防 茨城	乳剤区	NI-TOL-B	無処理区	<0.01	2021/8/24	2021/10/8	45
		NI-TOL-E0	1回処理直後	0.18	2021/8/25	2021/10/8	44
		NI-TOL-E1	1回処理1日後	0.18	2021/8/26	2021/10/8	43
		NI-TOL-E3	1回処理3日後	0.14	2021/8/28	2021/10/8	41
	プロアブル区	NI-TOL-E7	1回処理7日後	0.16	2021/9/1	2021/10/8	37
		NI-TOL-F0	1回処理直後	0.15	2021/8/25	2021/10/8	44
		NI-TOL-F1	1回処理1日後	0.14	2021/8/26	2021/10/8	43
長野植 南信	乳剤区	NI-TOL-F3	1回処理3日後	0.20	2021/8/28	2021/10/8	41
		NI-TOL-F7	1回処理7日後	0.15	2021/9/1	2021/10/8	37
		NI-TOL-B	無処理区	<0.01	2021/8/31	2021/10/8	38
		NI-TOL-E0	1回処理直後	0.17	2021/8/31	2021/10/8	38
	プロアブル区	NI-TOL-E1	1回処理1日後	0.18	2021/9/1	2021/10/8	37
		NI-TOL-E3	1回処理3日後	0.15	2021/9/3	2021/10/8	35
		NI-TOL-E7	1回処理7日後	0.14	2021/9/7	2021/10/8	31
石川植	乳剤区	NI-TOL-F0	1回処理直後	0.16	2021/8/31	2021/10/8	38
		NI-TOL-F1	1回処理1日後	0.16	2021/9/1	2021/10/8	37
		NI-TOL-F3	1回処理3日後	0.13	2021/9/3	2021/10/8	35
		NI-TOL-F7	1回処理7日後	0.09	2021/9/7	2021/10/8	31
	プロアブル区	NI-TOL-B	無処理区	<0.01	2021/8/10	2021/10/8	59
		NI-TOL-E0	1回処理直後	0.25	2021/8/10	2021/10/8	59
		NI-TOL-E1	1回処理1日後	0.18	2021/8/11	2021/10/8	58

表 2. 回収率の算出結果

分析対象物質	試料調製場所	添加濃度(mg/kg)	回収率(%)	平均回収率(%)	併行相対標準偏差(RSDr,%)
トルフェンピラド	日植防茨城		87	82	
	長野植南信	0.01	86	86	84
	石川植		83	80	
トルフェンピラド	日植防茨城		94	93	
	長野植南信	0.1	92	91	92
	石川植		92	89	
トルフェンピラド	日植防茨城		91	89	
	長野植南信	0.4	90	90	91
	石川植		92	91	

表 3. 保存安定性の確認結果

分析対象物質	試料調製場所	添加濃度(mg/kg)	保存期間(日)	回収率(%)	平均回収率(%)
	日植防茨城		49 日間 (2021/8/24-10/12)	87	82
トルフェンピラド	長野植南信	0.1	42 日間 (2021/8/31-10/12)	92	89
	石川植		63 日間 (2021/8/10-10/12)	90	86

表 4. 内部精度管理試料の分析結果

分析対象物質	添加濃度(mg/kg)	分析日	使用した試料調製場所	回収率	無処理区試料の分析値(mg/kg)
トルフェンピラド	0.1	2021/10/8	日植防茨城	86	< 0.01
		2021/10/12		86	< 0.01
トルフェンピラド	0.1	2021/10/8	長野植南信	92	< 0.01
		2021/10/12		88	< 0.01
		2021/10/8	石川植	90	< 0.01
		2021/10/12		86	< 0.01

図 1. 分析フローシート

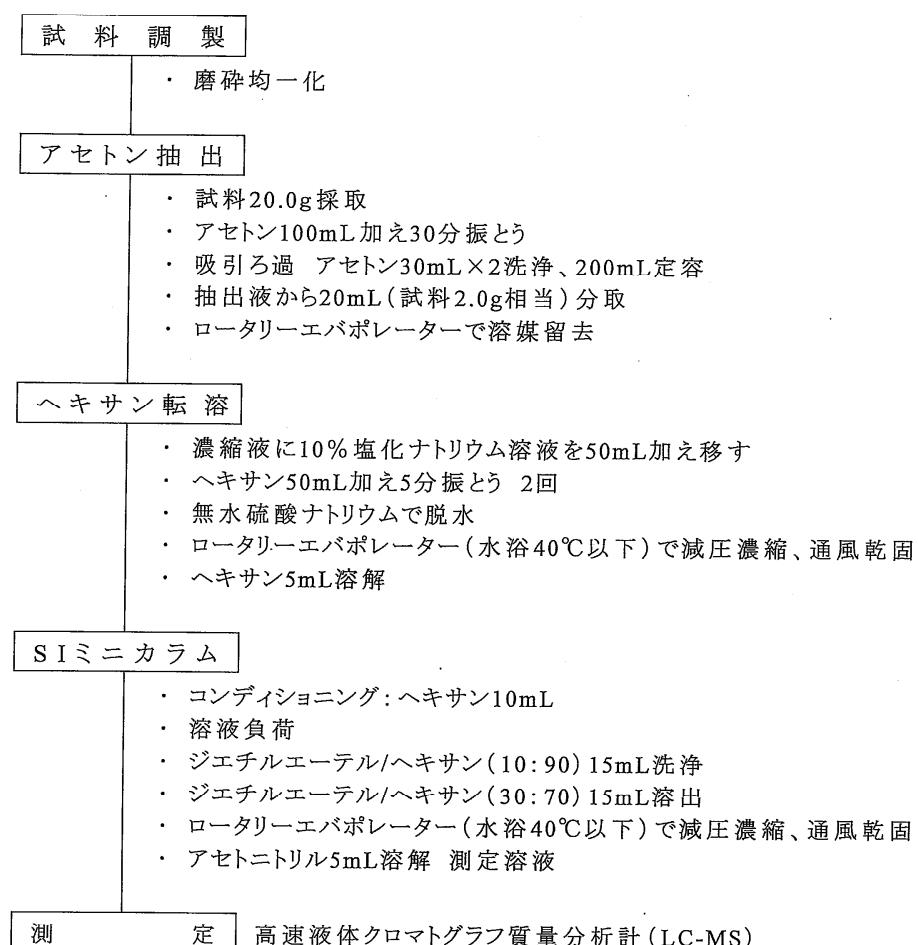


図 2. マススペクトルの一例

(採取イオン m/z 348.2 Positive モード)

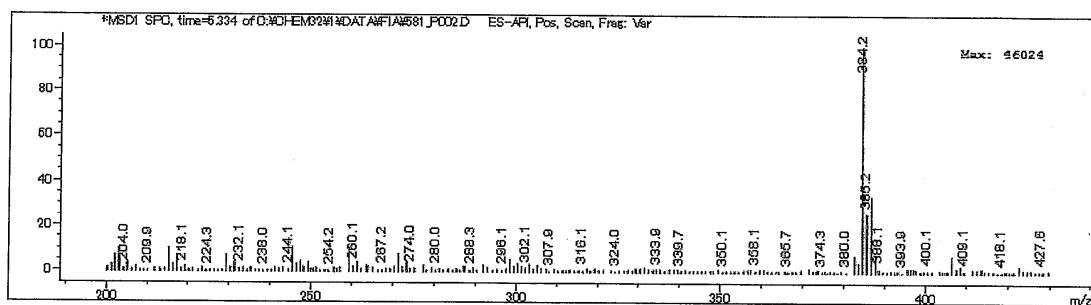


図3. トルフェンピラドの検量線とクロマトグラムの一例  
図3-1. 検量線の一例

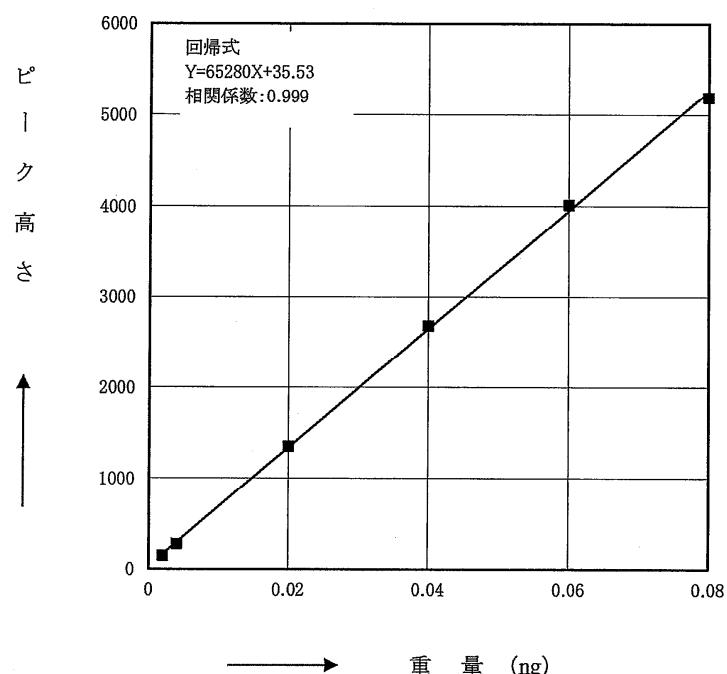


図3-2. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

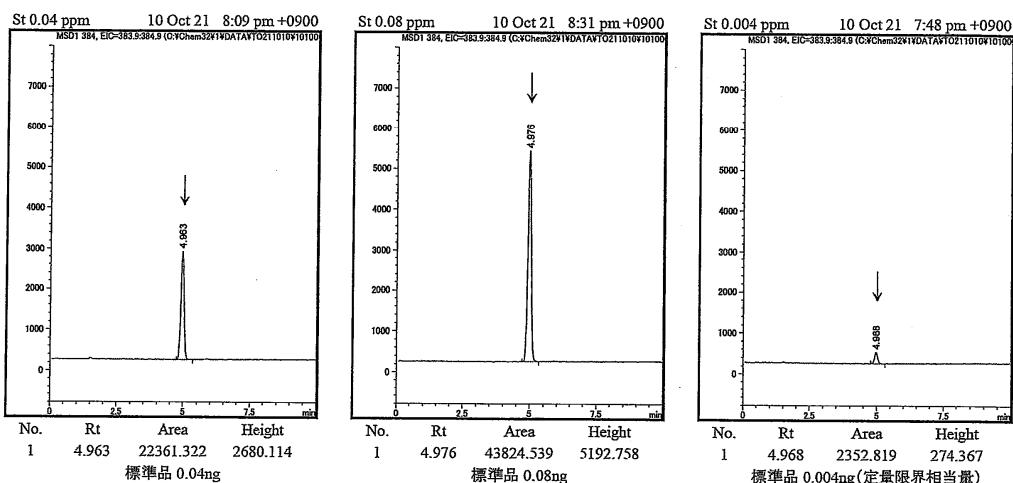


図3-3. 試薬ブランクのクロマトグラム

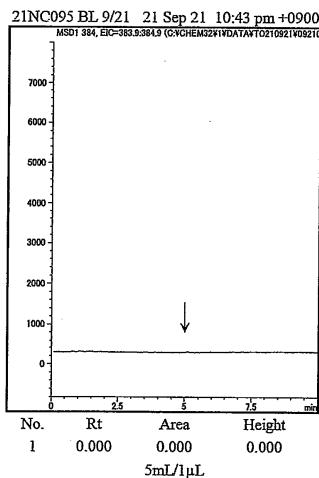


図3-4-1. 添加試料の回収率のクロマトグラム

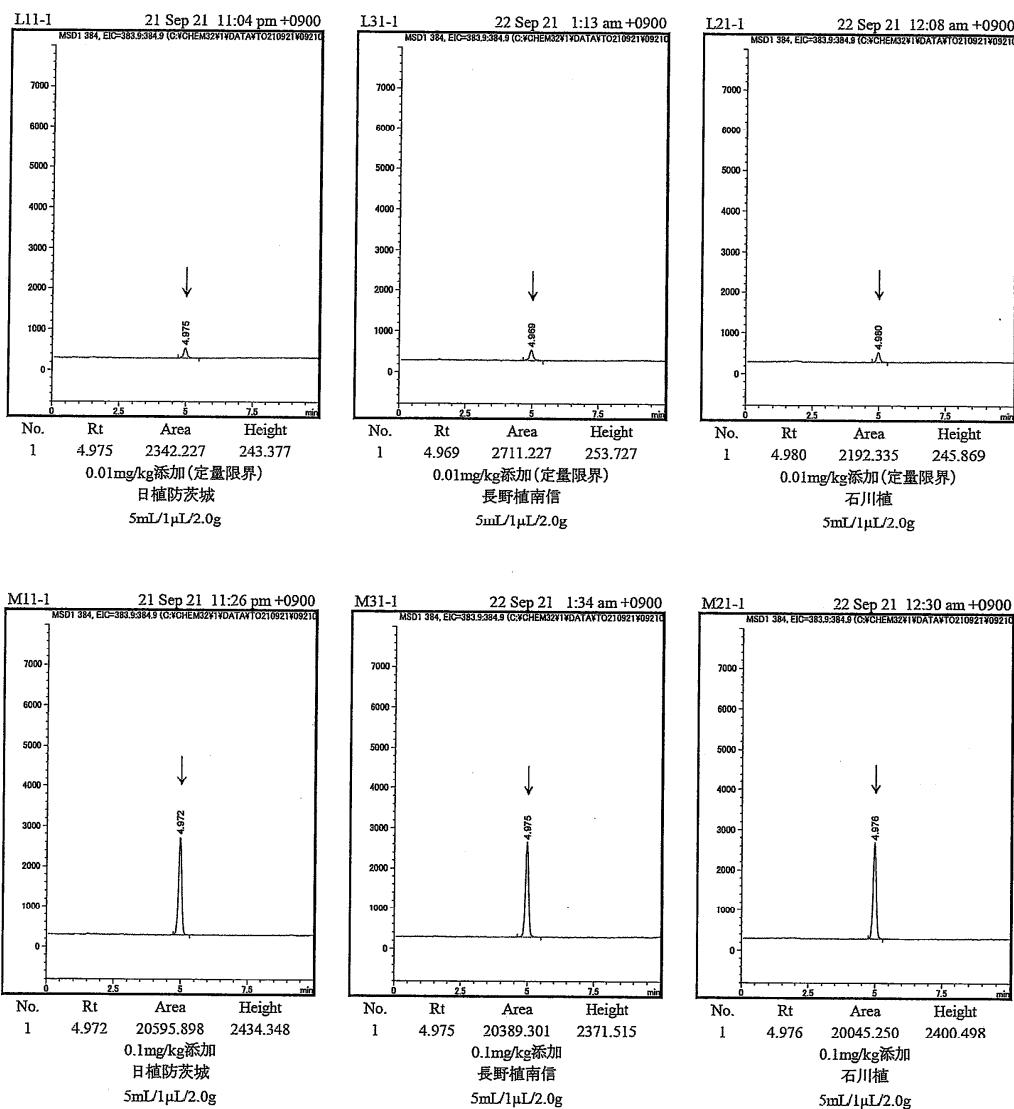


図3-4-2. 添加試料の回収率のクロマトグラム

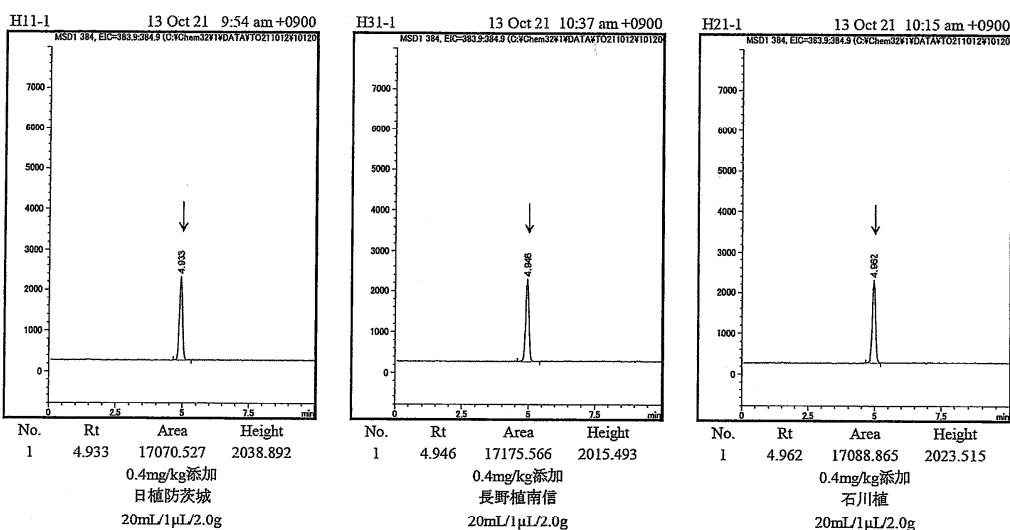


図3-5. 日植防茨城試料のクロマトグラム

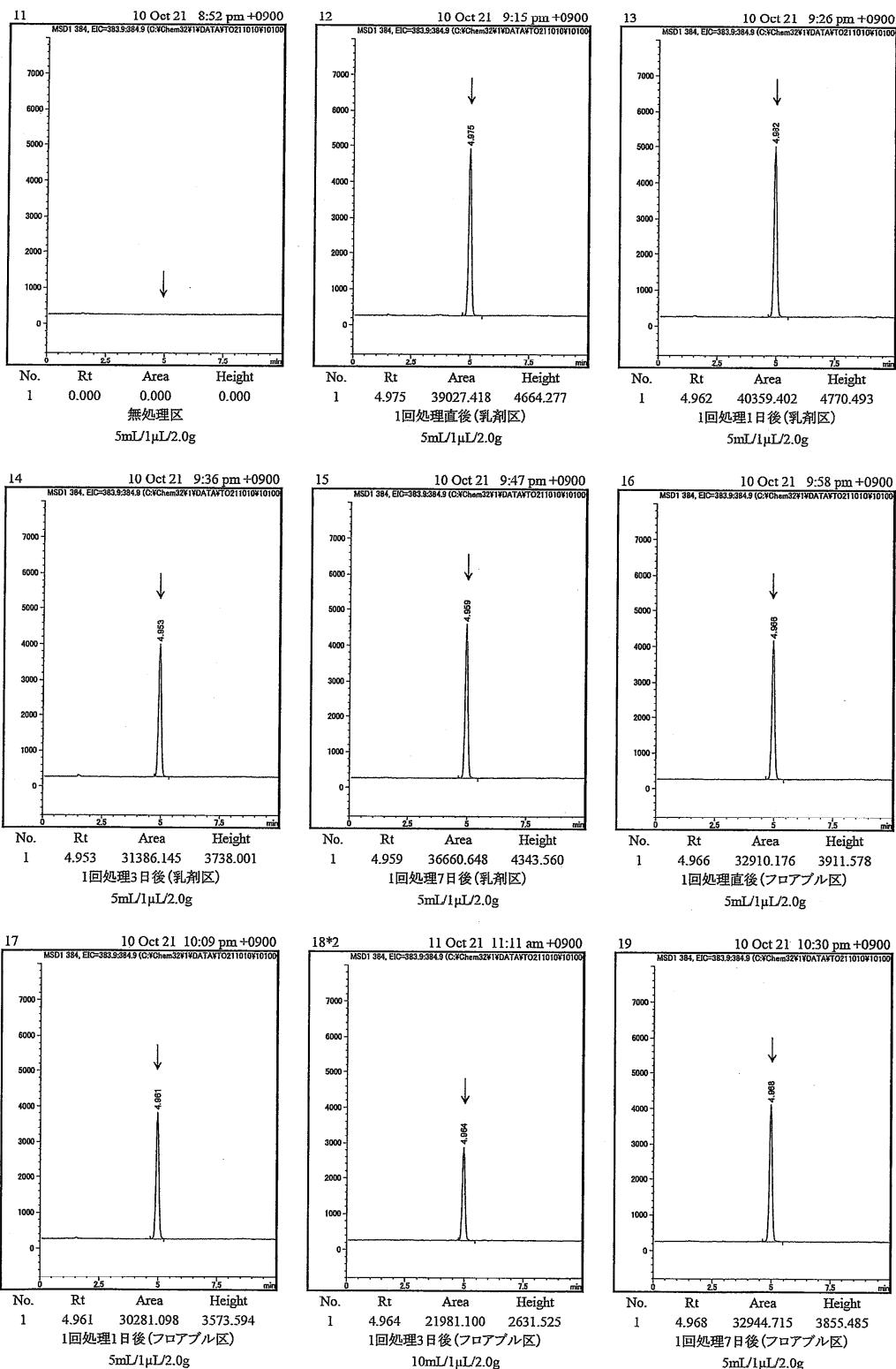


図3-6. 長野植南信試料のクロマトグラム

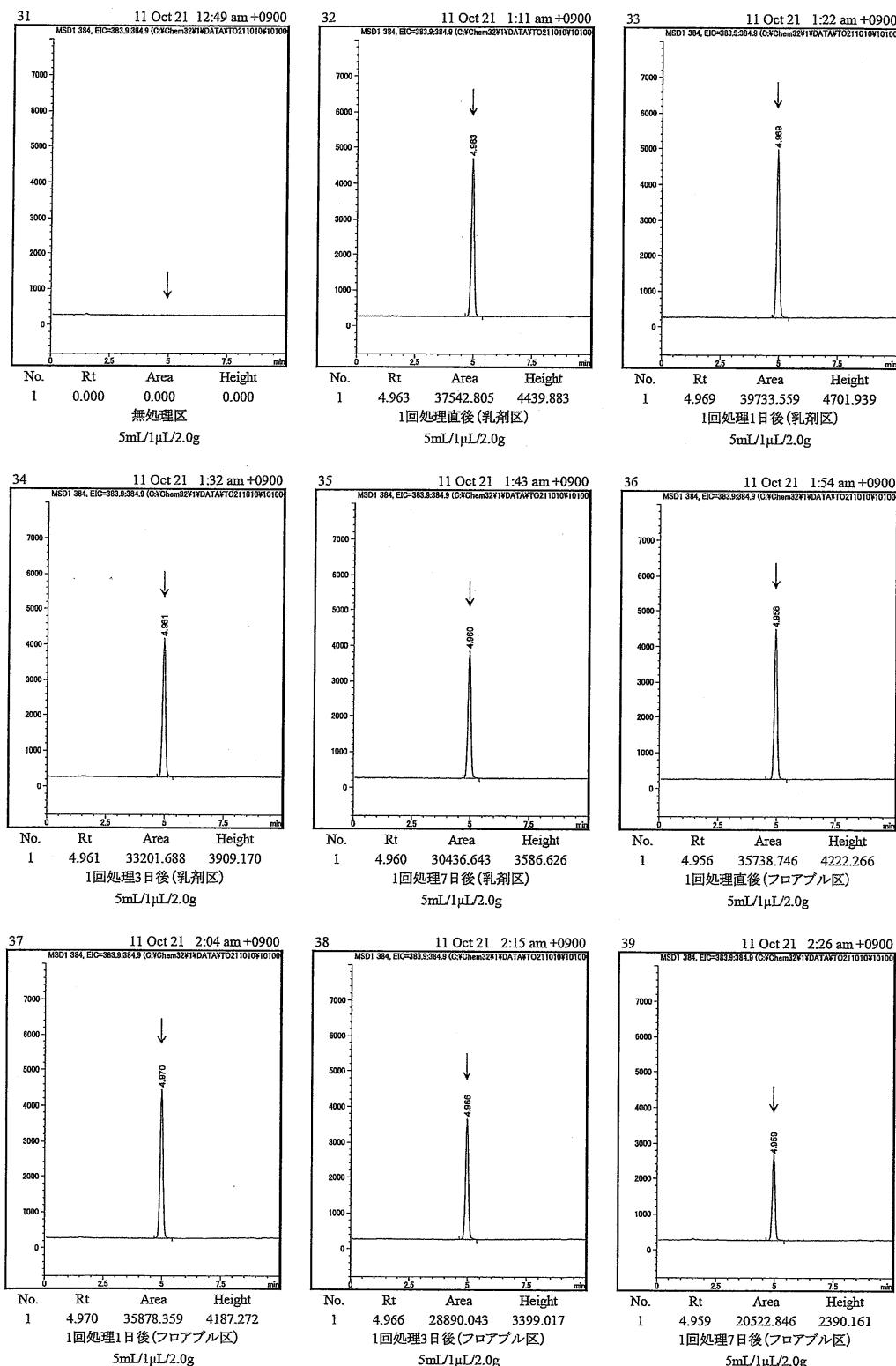


図3-7. 石川植試料のクロマトグラム

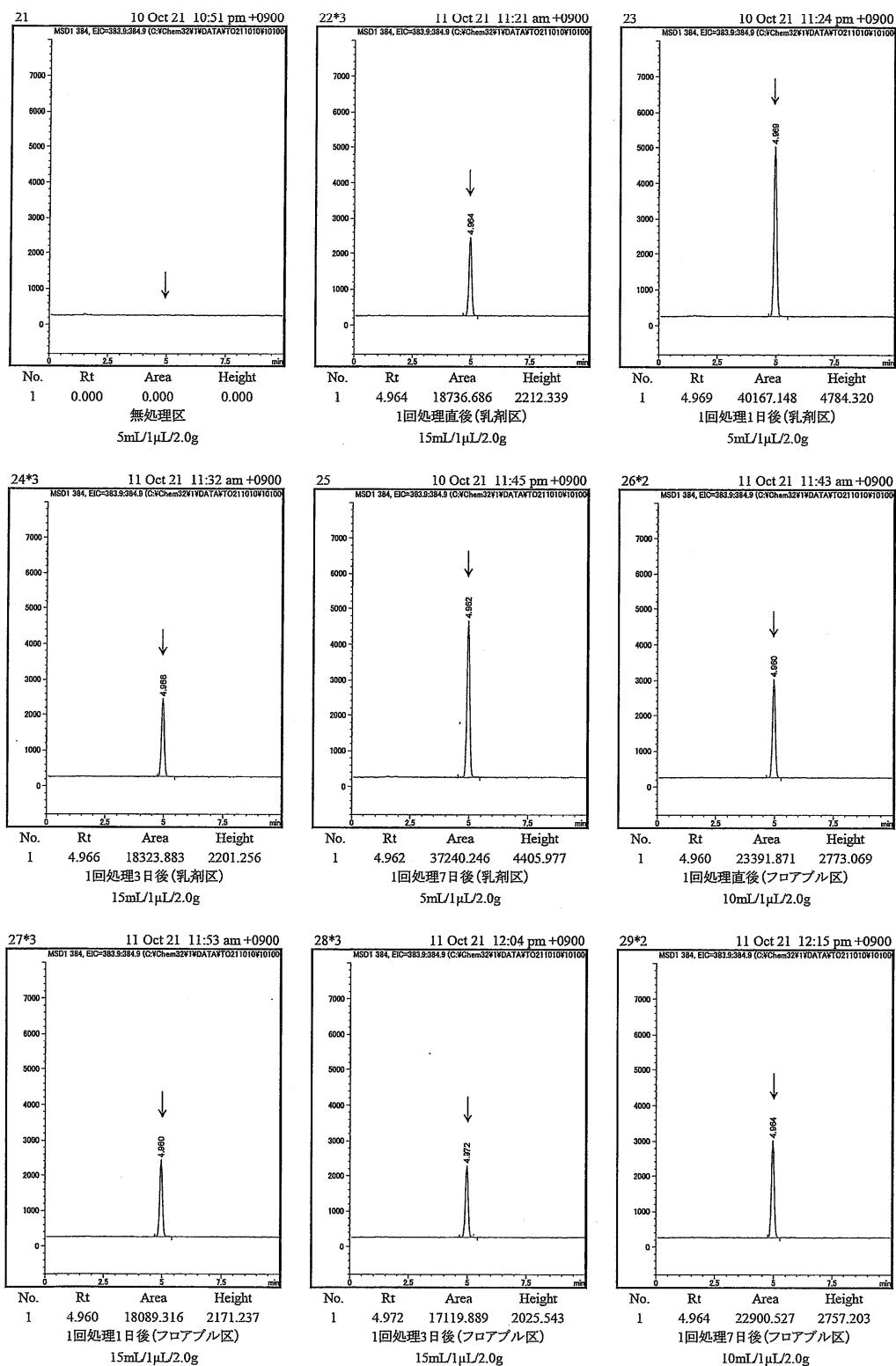


図3-8-1. 内部精度管理のクロマトグラム

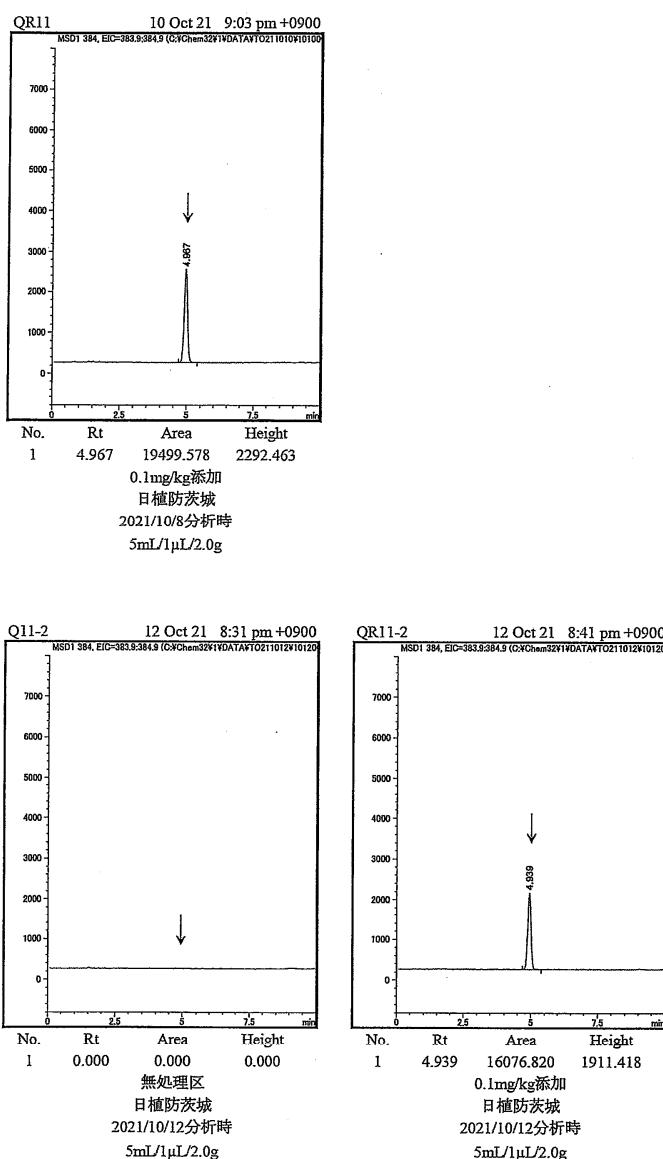


図3-8-2. 内部精度管理のクロマトグラム

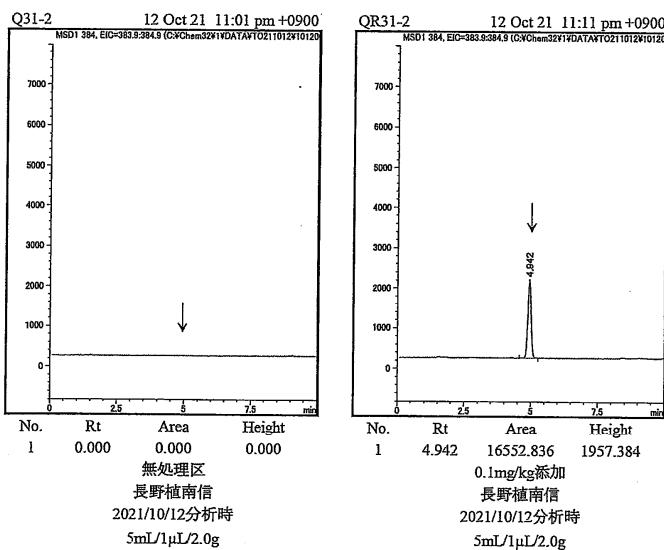
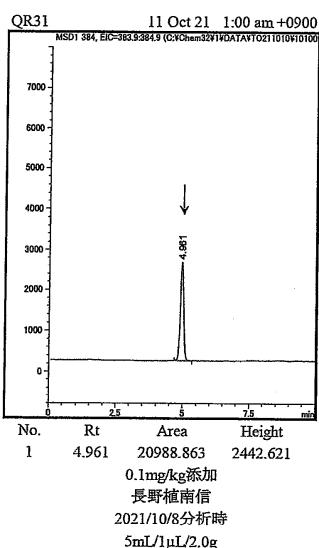


図3-8-3. 内部精度管理のクロマトグラム

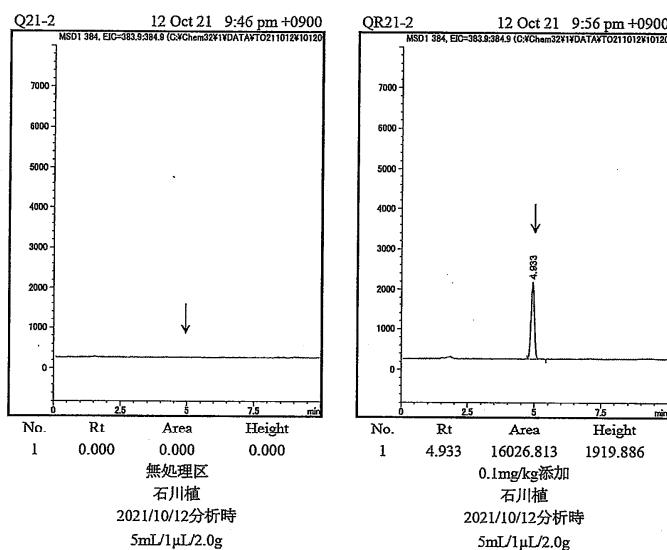
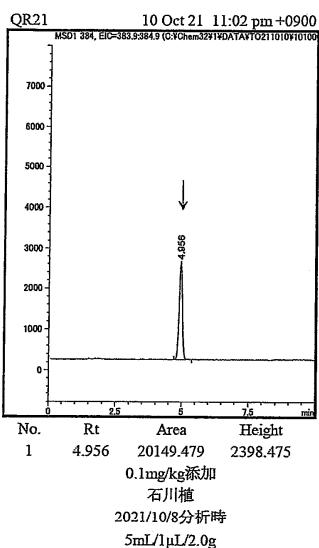
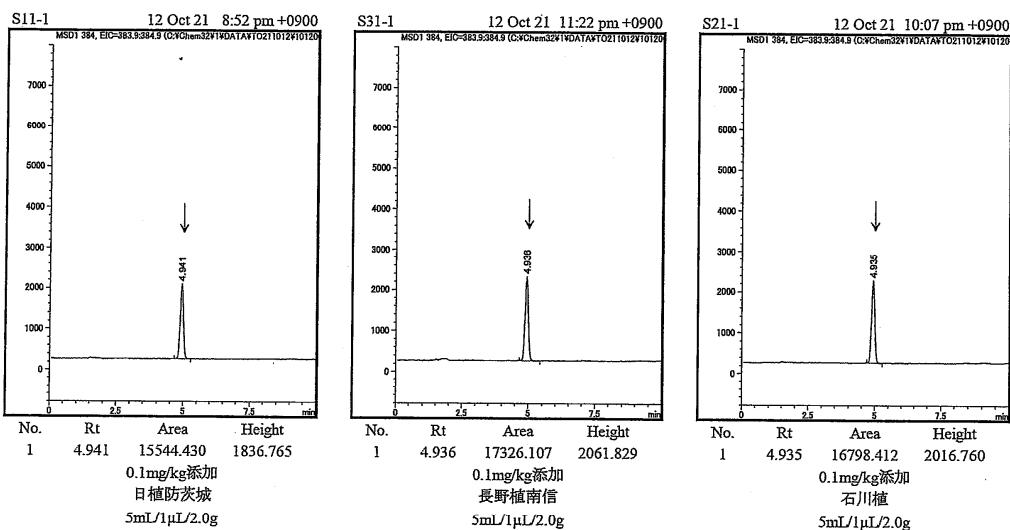


図3-9. 保存安定性試験のクロマトグラム



付表 1. 試料重量表

試料調製場所	処理回数 経過日数	個数	総重量 (g)	平均重量 (g/個)	小～大 (g/個)	
日植防茨城	無処理区	10	4340	434	388～469	
	1回処理直後	10	4010	401	300～491	
	1回処理1日後	乳 剤 区	10	3990	399	325～474
	1回処理3日後	10	4000	400	354～426	
	1回処理7日後	10	3990	399	356～449	
	1回処理直後	フ ロ ア 区	10	3980	398	352～443
	1回処理1日後	10	4010	401	357～451	
	1回処理3日後	ブ ル 区	10	4010	401	325～486
	1回処理7日後	10	3980	398	365～420	
	無処理区	11	4680	425	391～457	
長野植南信	1回処理直後	11	4270	388	298～450	
	1回処理1日後	乳 剤 区	10	4390	439	387～511
	1回処理3日後	11	4260	387	352～429	
	1回処理7日後	10	4410	441	390～497	
	1回処理直後	フ ロ ア 区	11	4400	400	330～460
	1回処理1日後	10	4370	437	379～522	
	1回処理3日後	ブ ル 区	11	4340	395	338～472
	1回処理7日後	10	4380	438	381～492	
石川植	無処理区	10	3800	380	296～470	
	1回処理直後	10	3750	375	321～429	
	1回処理1日後	乳 剤 区	10	4250	425	346～509
	1回処理3日後	10	4360	436	354～545	
	1回処理7日後	10	3970	397	338～505	
	1回処理直後	フ ロ ア 区	10	3820	382	337～434
	1回処理1日後	10	4060	406	344～508	
	1回処理3日後	ブ ル 区	10	4090	409	328～486
	1回処理7日後	10	3760	376	333～439	

付表 2. 作物写真



日植防茨城：無処理区



日植防茨城：1回処理直後（乳剤区）



日植防茨城：1回処理1日後（乳剤区）



日植防茨城：1回処理3日後（乳剤区）



日植防茨城：1回処理7日後（乳剤区）



日植防茨城：1回処理直後（フロアブル区）



日植防茨城：1回処理1日後（フロアブル区）



日植防茨城：1回処理3日後（フロアブル区）



日植防茨城：1回処理7日後（フロアブル区）



長野植南信：無処理区



長野植南信：1回処理直後（乳剤区）



長野植南信：1回処理1日後（乳剤区）



長野植南信：1回処理3日後（乳剤区）



長野植南信：1回処理7日後（乳剤区）



長野植南信：1回処理直後（フルアルブーム区）



長野植南信：1回処理1日後（フルアルブーム区）



長野植南信：1回処理3日後（フルアルブーム区）



長野植南信：1回処理7日後（フルアルブーム区）



石川植：無処理区



石川植：1回処理直後(乳剤区)



石川植：1回処理1日後(乳剤区)



石川植：1回処理3日後(乳剤区)



石川植：1回処理7日後(乳剤区)



石川植：1回処理直後(フロアブル区)



石川植：1回処理1日後(フロアブル区)



石川植：1回処理3日後(フロアブル区)



石川植：1回処理7日後(フロアブル区)

## 付表 3. 外部精度管理

名称	食品衛生精度管理比較調査
参加時期	2020年7月
プロバイダー	一般財団法人 食品薬品安全センター
マトリックス	にんじんペースト
分析種	残留農薬検査 I
結果	良好 (Z-スコア: クロルピリホス -0.800、プロチオホス 0.019)