

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ぞれに表示する。

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

T:他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

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

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	ミニトマト	コルト顆粒水和剤 (育苗期)	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	
		プレオフロアブル	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)					
<input checked="" type="checkbox"/> 主任試験員が判断した。 <input type="checkbox"/> 試験責任者に確認した。					

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

確認者署名(フルネーム) 内藤 寛

確認日 21/12/3

報告書 ID (非 GLP) : 2021T02-B

これは原本の正確な複写である
2022.2.22 署名

F. 農業使用履歴 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業は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれぞれに表示する。

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

T:他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

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

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農業名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	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
		アフーム乳剤	20/12/25	2000倍 散布	
		アドマイヤー顆粒水和剤	21/1/22	10000倍 散布	
		アフーム乳剤		2000倍 散布	
	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	
		アフーム乳剤	20/12/25	2000倍 散布	
		アドマイヤー顆粒水和剤	21/1/22	10000倍 散布	
		アフーム乳剤		2000倍 散布	
	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 散布	
		アフーム乳剤		2000倍 散布	
	リーフレタス	デラウス顆粒水和剤	21/1/5	全面散布 100倍 土壌混和	
	—	DC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 散布	
		グレースィア乳剤	21/5/5,6/23	2000倍 散布	
コード番号の農業が分析妨害にならないことの確認(該当する場合)					
<input checked="" type="checkbox"/> 主任試験員が判断した。 <input type="checkbox"/> 試験責任者に確認した。					

元記録が正確に転記されていることの第三者(転記者とQA以外の者)による確認

確認者署名(フルネーム) 内藤寛

確認日 21/12/3

報告書ID(非GLP): 2021TO2-B

これは原本の正確な複製である
日付 2.2.22 署名

F. 農薬使用履歴 MYC-300-W, MYC-300-E (F2-2)

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ぞれに表示する。

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

T:他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

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

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

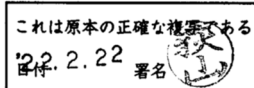
情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	すいか	アフーム乳剤	21/5/21	1000 倍 散布	21/12/3 E.H
		コルト顆粒水和剤	21/5/21	4000 倍 散布	
		ダニオーテフロアブル		2000 倍 散布	
		BAI-1604SL ジンプロピリダズ	21/5/31, 6/7,21,28	1000 倍 散布	
		フェニックス顆粒水和剤	21/6/9	2000 倍 散布	
		チェス顆粒水和剤		5000 倍 散布	
		カネマイトフロアブル	21/6/16	1000 倍 散布	
	ミニトマト	コルト顆粒水和剤 (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	
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



F. 農藥使用履歷 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ぞれに表示する。

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

T: 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

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

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

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	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. N
		グレースシア乳剤		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	
		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)

☐ 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 21/12/3

報告書ID (非 GLP) : 2021T02-B

これは原本の正確な複製である
 目付. 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)に従って記入する。ただし展着剤、前作での種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれぞれに表示する。

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

T: 他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

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

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	—	DC油剤	21/3/10	20g/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	
		グレースィア乳剤		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)					
<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製である
22.2.22 署名

F. 農薬使用履歴 MYC-050-W,FEN-050-W (No.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、前作での種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれぞれに表示する。

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

T: 他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

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

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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


情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	さやいんげん	グレーシア乳剤	20/12/23	2000 倍 散布 3000 倍 散布	21/12/3 E. h
		モスピラン顆粒水溶剤		4000 倍 散布	
		トップジンM水和剤	20/12/25	700 倍 散布	
	さやえんどう	フェニックス顆粒水溶剤	20/12/4	3000 倍 散布	
		トリフミン水和剤	20/12/4, 21/1/7	2000 倍 散布	
		グレーシア乳剤	21/1/18	2000 倍 散布 3000 倍 散布	
		モスピラン顆粒水溶剤		4000 倍 散布	
	きゅうり	ダコニール1000	21/4/9	1000 倍 散布	
		アドマイヤー顆粒水和剤	21/4/9,5/21	5000 倍 散布	
		モレスタン水和剤		2000 倍 散布	
		ESGAL-3AL剤(カブリン酸グリセリル)	21/4/30,5/7	原液 散布	
		ESGAL-1AL剤(カブリン酸グリセリル)		原液 散布	
	ミニトマト	コルト顆粒水和剤	(育苗期) 21/8/15	4000 倍 散布	
		トップジンM水和剤		2000 倍 散布	
		アフファーム乳剤	21/9/6	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
2021.2.22 署名 

F. 農薬使用履歴 MYC-050-W,FEN-050-W (No.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、前作での種子消毒や育苗期間中の農薬は含まない。試験区ごとに履歴が異なる時は、試験区名を明記してそれぞれに表示する。

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

T: 他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

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

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

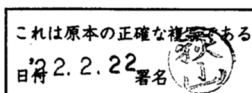
情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	ミニトマト	トリフミン水和剤 (育苗期)	21/9/6	3000 倍 散布	21/12/3 E. h
		スタークル顆粒水溶剤	21/9/21	2000 倍 散布	
		モベントフロアブル		2000 倍 散布	
		ゼンターリ顆粒水和剤	21/10/6	1000 倍 散布	
		モスピラン顆粒水溶剤		2000 倍 散布	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍 散布	
		トリフミン水和剤	21/11/26	3000 倍 散布	
		ベジセイバー		1000 倍 散布	
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



II-③ 気象に関する記録

VIII 気象に関する記録

VIII- 1

A. 観測データ概要

観測地点	一般社団法人日本植物防疫協会高知試験場 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)	<input checked="" type="checkbox"/> おおむね 時頃 <input type="checkbox"/> 雨量記録監視装置 (GLP 機器番号)

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

これは原本の正確な複製である
 22.2.22 署名

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(℃)	最高気温(℃)	最低気温(℃)	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淵 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

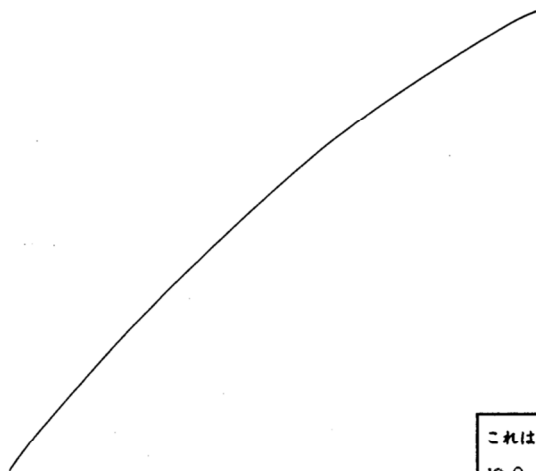
観測機器:気温 おんどとり TR-71Ui(GLP機器番号5120) (F2)

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製である
印付. 2. 22 署名

21 / 12 / 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. フェンプロパトリン
- (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32.0m²（1.6m×20.0m）、80株
処理区MYC-050-W、FEN-050-W：各16.0m²（1.6m×10.0m）、40株
施設面積：150m²、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 ²
		MYC-100-W	333倍	100L	9.6g/3.2L/32.0m ²
		MYC-300-E	2500倍	300L	3.8mL/9.6L/32.0m ²
		MYC-300-W	1000倍	300L	9.6g/9.6L/32.0m ²
		MYC-050-W	167倍	50L	4.8g/0.8L/16.0m ²
	フェンプロパトリン	FEN-100-E	333倍	100L	9.6mL/3.2L/32.0m ²
		FEN-100-W	333倍	100L	9.6g/3.2L/32.0m ²
		FEN-300-E	1000倍	300L	9.6mL/9.6L/32.0m ²
		FEN-300-W	1000倍	300L	9.6g/9.6L/32.0m ²
		FEN-050-W	167倍	50L	4.8g/0.8L/16.0m ²
処理区*	処理時の作物ステージ	散布方法の概略		処理時の天候及び処理時刻	
MYC-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 : 狭角コーンノズル (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。

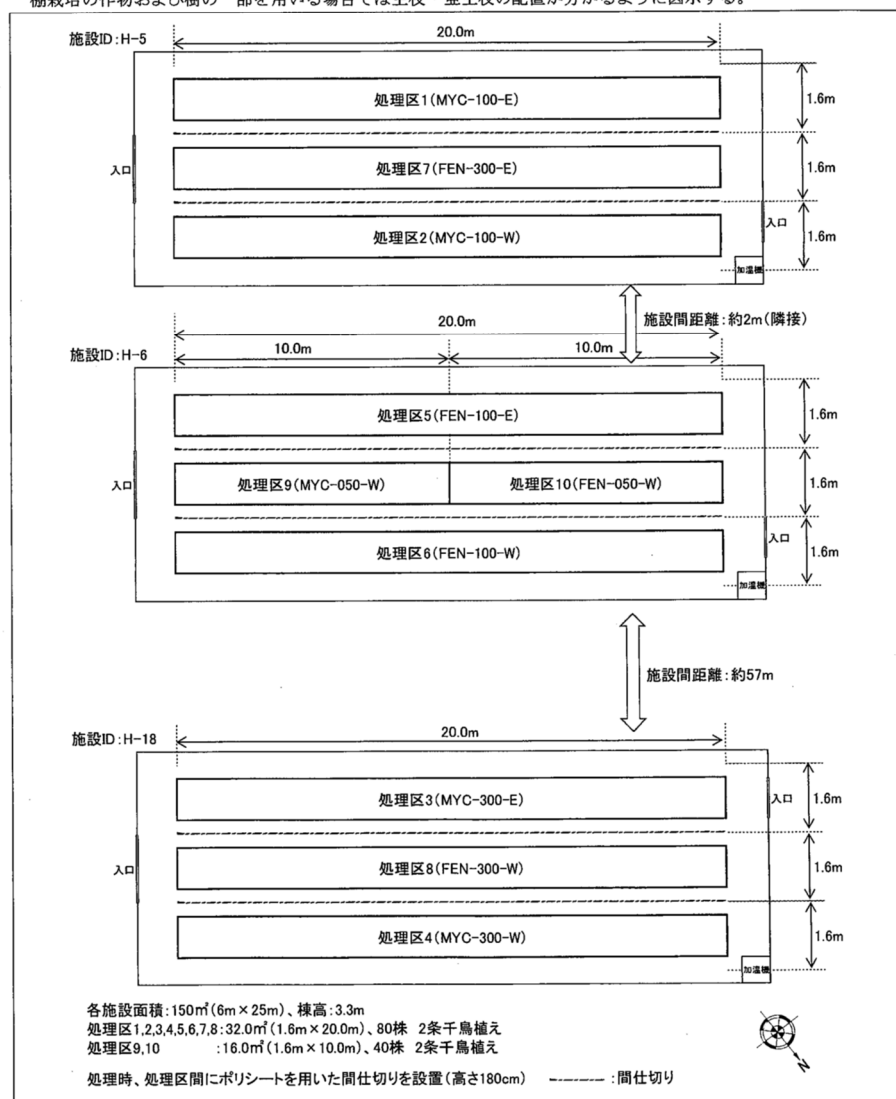
(5) 備考


なし

Ⅲ-① 試験区見取り図

D. 試験区見取り図

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



記入日: 21/11/26 署名又は捺印: 

報告書ID(非GLP): 2021T02-C

Ⅲ-② 使用した農薬の記録

これは原本の正確な複写である

2021.2.22 署名

IV-5

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. 現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ぞれに表示する。

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

T: 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

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

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

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
		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	ブレバソフフロアブル 5		2000 倍	21/11/29 初田誠也
		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	
		トップジン M 水和剤	21/1/13, 20, 27	2000 倍	
		プロバティフロアブル		3000 倍	
		ベネビア OD	21/2/16	2000 倍	
		アフーム乳剤		2000 倍	
		ディアナ SC	21/2/22	2500 倍	
		アフーム乳剤	21/3/3	2000 倍	
コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認 (該当する場合)					
<input 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) 伊藤拓磨 確認日 21/11/29

報告書 ID (非 GLP) : 2021TO2-C

これは原本の正確な複製である
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. 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ぞれに表示する。

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

T : 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

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

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
		オルフィンプラスフロアブル		2000 倍	
		カナメフロアブル		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	
		アフエットフロアブル		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 初田誠也
		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	
		バルミノ		2000 倍	
		アフファーム乳剤		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 面土壌処理	
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)					
<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。					

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

報告書 ID (非 GLP) : 2021TO2-C

これは原本の正確な複写である

昭和 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ぞれに表示する。

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

T: 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

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

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	すいか	オーソサイド水和剤 80	20/11/18	400 倍	
		BAI-1604SL	20/11/23, 30	1000 倍	
		モスピランジェット	20/12/9	50g/400 m ³	
	さやいんげん	デラウス顆粒水和剤	21/1/6	100 倍 300g/10a 播種 前全面散布土壌混和	
		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
		アフーム乳剤		2000 倍	
		ロブラール水和剤	21/2/22, 3/1, 8	1000 倍	
		ゲッター水和剤	21/2/24	1000 倍	
		アフーム乳剤		2000 倍	
		ブレバソフフロアブル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) 伊藤拓磨

確認日 21/11/29

(非4P) 追加 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

日付 2.2.22

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.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ぞれに表示する。

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

T: 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

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

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	きゅうり	プロパティフロアブル	21/5/2	3000 倍	
		バレード 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	
		SYJ-293 フロアブル	21/5/14	3000 倍	
		IL-2101SC		4000 倍	21/11/29 和田合誠也
		IL-2104SL		2000 倍	
		モベントフロアブル		2000 倍	
		ダコニール 1000	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 全面土壌混和	
	かぼちゃ	ガードホープ液剤	21/7/4	4000 倍 20/m ² 土壌灌注	
		モレスタン水和剤	21/7/8	2000 倍	
		ウララDF		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) 伊藤拓摩

確認日 21/11/29

(印) 追記 21/12/16 和田合誠也

報告書 ID: 2021T02-C

これは原本の正確な複写である

日付 2.2.22 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. 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ぞれに表示する。

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

T: 他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

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

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	かぼちゃ	アフーム乳剤	21/7/8	2000 倍	
		モレスタン水和剤	21/7/16	2000 倍	
		サフオイル乳剤		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 和田裕成
		アフーム乳剤		2000 倍	
		サンマイトフロアブル		1000 倍	
		サフオイル乳剤		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	
		アフーム乳剤		2000 倍	
		サンマイトフロアブル		1000 倍	
		サフオイル乳剤		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)					
<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。					

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

確認者署名(フルネーム) 伊藤拓摩 確認日 21/11/29

(非GLP) 追記 21/12/14 和田裕成

報告書ID: 2021T02-C

2.2.22 署名

これは原本の正確な複写である

日付 2. 2. 22 署名



IV - 11

F. 農薬使用履歴 施設 I D : H - 1 8 (処理区 3、4、8)

試験計画書 (8-7. 現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ぞれに表示する。

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

T : 他の記録からの転記 (第三者による確認が必要)

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

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

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日 / 署名・又は捺印
T	小なす	アフーム乳剤	20/11/20	2000 倍	
		アプロードエースフロアブル		1000 倍	
		バルミノフロアブル	20/11/27	2000 倍	
		アフーム乳剤		2000 倍	
		アプロードエースフロアブル		1000 倍	21/11/29 和田金誠也
		BAI-1604SL	20/12/5, 12	1000 倍	
		グレース乳剤	20/12/10	2000 倍	
		スターマイトフロアブル		2000 倍	
		バルミノフロアブル	20/12/21	2000 倍	
		グレース乳剤		2000 倍	
		ダブルフェースフロアブル		2000 倍	
		SYJ-293SC	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) <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) 伊藤拓摩 確認日 21/11/29

(非GLP) 追記 21/12/14 和田金誠也
報告書 ID: 2021TO2-C

これは原本の正確な複写である

2022.2.22 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・聞き取り日を区連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	小なす	アフーム乳剤	21/1/29	2000 倍	
		ウララDF		2000 倍	
		サフオイル乳剤		300 倍	
		モベントフロアブル	21/2/15	2000 倍	
		サフオイル乳剤		300 倍	
		ファインセーブフロアブル	21/2/24	1000 倍	21/11/29 和谷誠也
		アグリメック	21/3/4	500 倍	
		アフーム乳剤	21/3/19	1000 倍	
		ウララDF		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)					
<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 幸太郎 確認日 21/11/29

(非GLP) 2022/12/16 和谷誠也

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.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・聞き取り日を区連絡等の記録に記入)

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	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	ベルコートフロアブル	21/6/11	1000 倍	
		アフエットフロアブル		2000 倍	
		CAF-2001SC	21/6/11, 18	1000 倍	
		モレスタン水和剤		3000 倍	21/11/29 和田金誠也
		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DF		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	
		ベルコートフロアブル	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) <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 拓磨 確認日 21/11/29

(非GLP) 追記 21/12/14 和田金誠也

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. 農薬使用履歴 施設ID: H-18 (処理区3、4、8)

試験計画書(8-7. 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ぞれに表示する。

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

T: 他の記録からの転記(第三者による確認が必要)

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

**正確な月日が不明な場合は"○月"又は"○月○旬"という表示でも可

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

情報源*	作物名	農薬名 (商品名又は有効成分)	処理 年月日**	濃度又は 処理量***	記入日/ 署名・又は捺印
T	すいか	トランスフォームフロアブル	21/7/1	2000 倍	
		SYJ-295DC	21/7/12	2500 倍	21/11/29 和合誠也
		ディアナSC		2500 倍	
	-	テロン	21/8/19	350/10a 全面土壌処理	
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) <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) 伊藤拓磨 確認日 21/11/29

(非GAP) 追記 21/12/14 和合誠也
報告書ID: 2021TO2-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 I D : 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ぞれに表示する。

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

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)	トップジンM水和剤	21/8/10	2000 倍	
		ベストガード水溶剤		2000 倍	
		ブリファード水和剤	21/8/31	1000 倍	
		コルト顆粒水和剤		4000 倍	
		ウララDF	21/9/10	2000 倍	
		ダコニール1000		1000 倍	21/11/29 和田倉誠也
		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DF	21/10/5	2000 倍	
		チェス顆粒水和剤		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	
		アフエットフロアブル		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） 伊藤拓摩

確認日 21/11/29

(非GLP) 追記 21/12/14 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

2021.2.22 署名

IV-16

F. 農薬使用履歴

試験計画書（8-7. 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ぞれに表示する。

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

T：他の記録からの転記（第三者による確認が必要）

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

**正確な月日が不明な場合は”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
		処理区 3			
		トレボン乳剤	21/11/24	1000 倍	
		処理区 4			
		アークリン水和剤	21/11/24	1000 倍	
		処理区 5			
T	ミニトマト（現作）	ラリー乳剤	21/11/24	2500 倍	21/11/29 署名
		処理区 6			
		ラリー水和剤	21/11/24	1000 倍	
		処理区 8			
		ハチハチ乳剤	21/11/24	1000 倍	
		処理区 9・10			
		ハチハチフロアブル	21/11/24	1000 倍	
コード番号の農薬が分析妨害にならないことの確認（該当する場合）					
<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。					

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） 日高正浩 確認日 2021/11/29

報告書 ID（非 GLP）：2021TO2-C

日修 2.2.22 署名

IV-10

これは原本の正確な複写である

2021.2.22 署名

Ⅷー

Ⅷ 気象に関する記録

A. 観測データ概要

観測地点	一般社団法人日本植物防疫協会宮崎試験場当該試験施設（施設 ID : H-18）		
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 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）	<input type="checkbox"/> 雨量記録監視装置（GLP 機器番号 ） おおむね 時頃		

記入日： 21/12/16 署名又は捺印： 和田倉 誠也

その他の観測したデータがあれば観測方法を説明

記入日： 21/12/16 署名又は捺印： 和田倉 誠也

報告書 ID（非 GLP）： 2021TO2-C

B. 観測データ

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

気象表

てんきろくVer.3

日付	平均気温(℃)	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: 宮城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
初田倉誠也

これは原本の正確な複写である
2021.12.22 署名 初田倉誠也

記入日: 21/12/16 署名又は捺印: 初田倉誠也

報告書 ID (非 GLP) : 2021T02-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

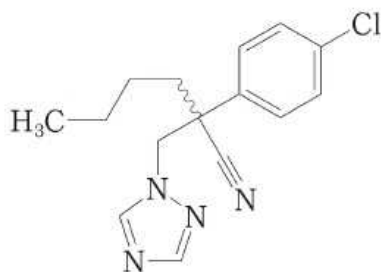
(1) リーフレタス

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

化学式：C₁₅H₁₇ClN₄

分子量：288.8

性状：白色，針状結晶，芳香臭

融点：71.7°C

蒸気圧（25°C）：1.72×10⁻⁶Pa

オクタノール／水分配係数（22°C）：log Pow = 1.98

溶解性（22°C）：水 142mg/L

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

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

安定性：熱；150°Cまで安定

加水分解性半減期；加水分解を受けない

水中光分解性半減期（31°C）；591時間（自然水）

その他；酸，アルカリで安定（pH5,7,9）

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%（富士フイルム和光純薬製）

アセトン、アセトニトリル：残留農薬試験用（関東化学製）

メタノール：LC-MS用（関東化学製）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

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

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

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）

ガラス繊維濾紙：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 1.7 μ m

溶離液：A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

A 液／B 液（10：90，v/v）

カラム温度：40℃

注入量：1 μ 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℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：32V

コリジョン電圧：28V

イオン抽出方法：MRM 法

モニタリングイオン：プリカーサーイオン；m/z 289.16

プロダクトイオン；m/z 125.02

5. 検量線の作成

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って検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、適当な大きさに切断後ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6.2. 抽出

磨砕均一化した試料20gをはかりとり、アセトン100mLを加え振とう機を用い30分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス繊維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン50mLで洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで200mLに定容した。この2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

PLS-2ミニカラムとPSAミニカラムを接続し、アセトニトリル5mLを流下し前処理をした。残留物をアセトニトリル10mLで溶解しミニカラムに流下後、さらにアセトニトリル10mLで容器内を洗い込み流下した。全流出液を合わせ溶出液とした。

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℃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 (%)
和歌山植	10	100, 100, 100, 99, 98	99	1
	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
和歌山植	処理前	<0.01	
	処理直後	7.03	7.63
	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
日植防高知	処理前	<0.01	
	処理直後	6.34	6.41
	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
日植防宮崎	処理前	<0.01	
	処理直後	6.74	6.39
	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

磨砕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℃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

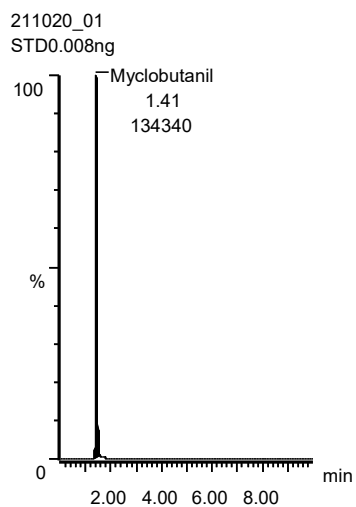
4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

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

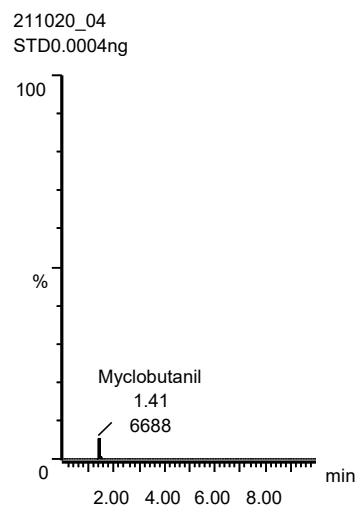
(最終液量/注入量/試料量)

(- / 1 μ L / -)



標準品 0.008ng

(- / 1 μ L / -)



標準品 0.0004ng
(定量限界相当)

(5mL/1 μ L / -)

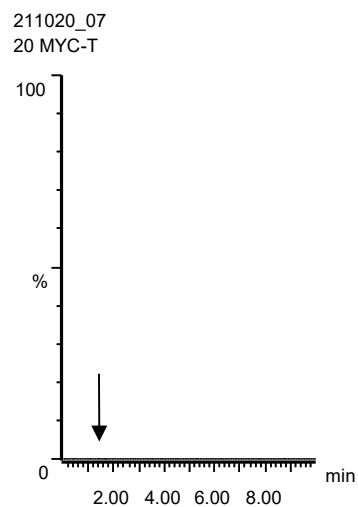
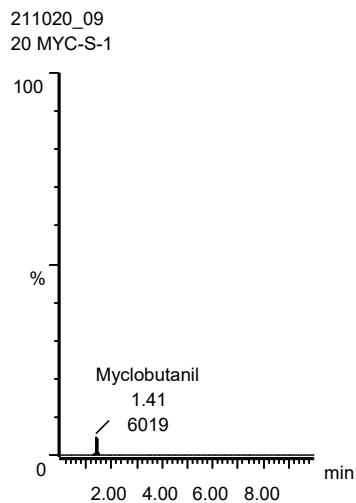


図1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

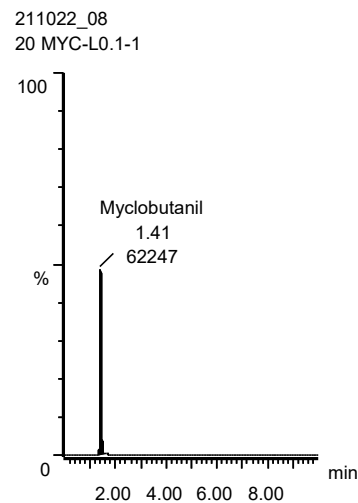
図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)



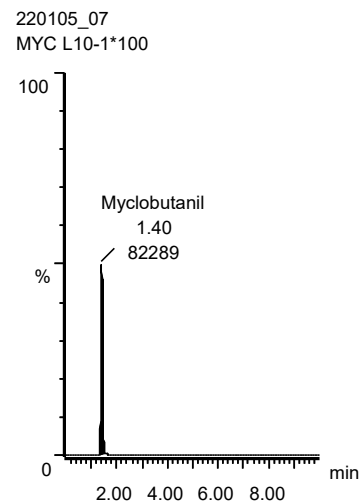
0.01mg/kg 添加回収

(5mL/1 μ L/0.2g)



0.1mg/kg 添加回収

(500mL/1 μ L/0.2g)



10mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

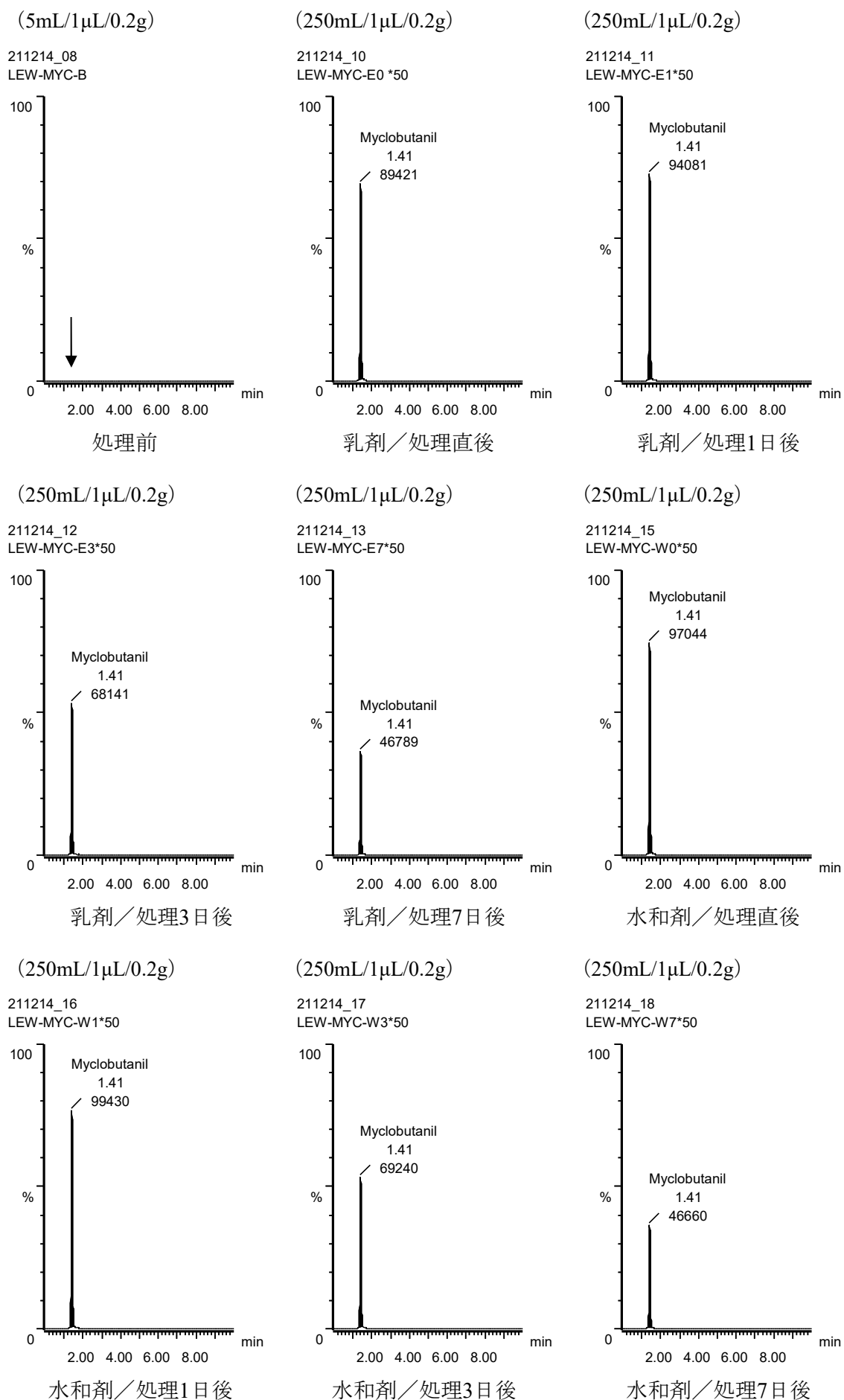


図4-1. 和歌山植試料のクロマトグラム

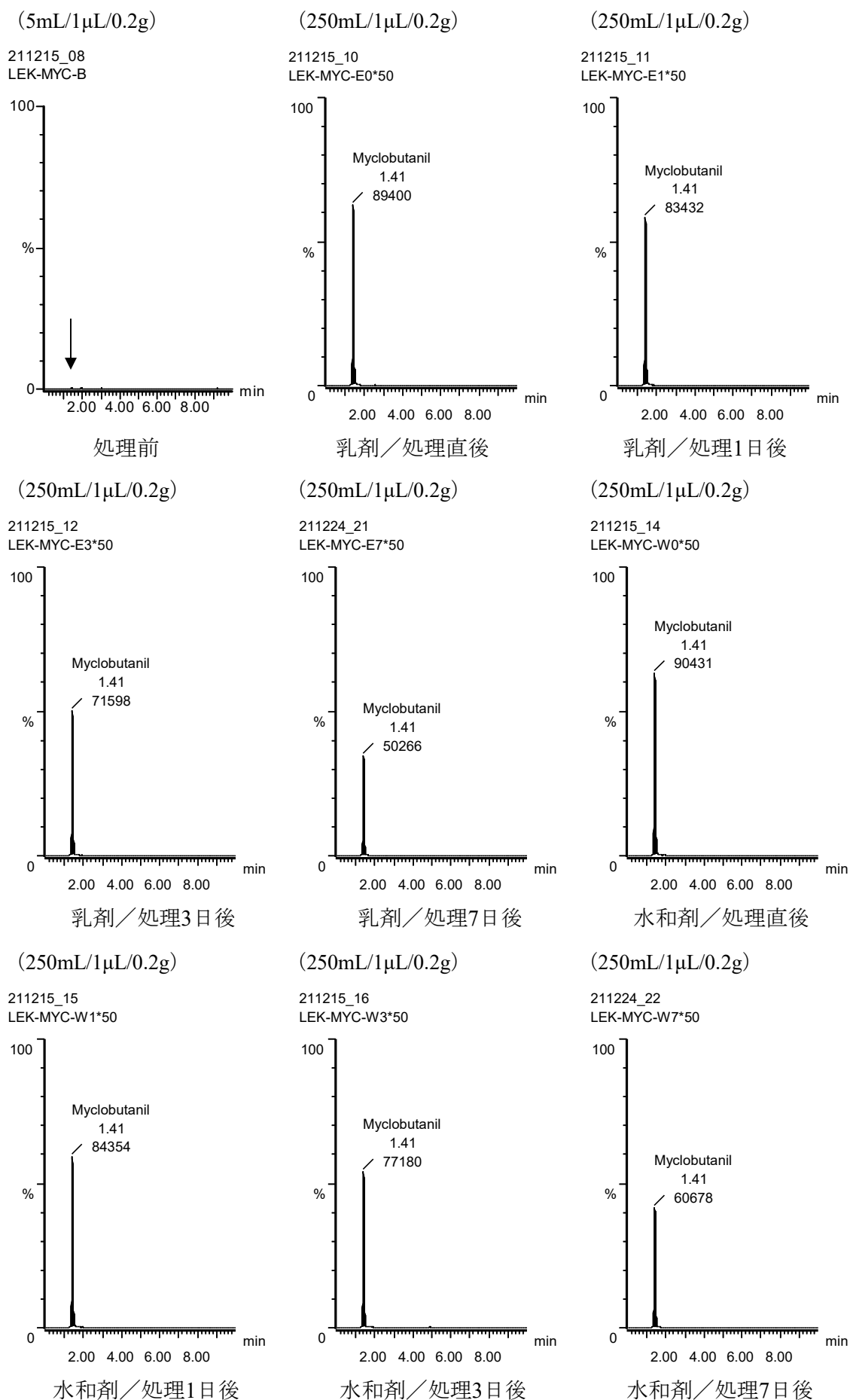


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

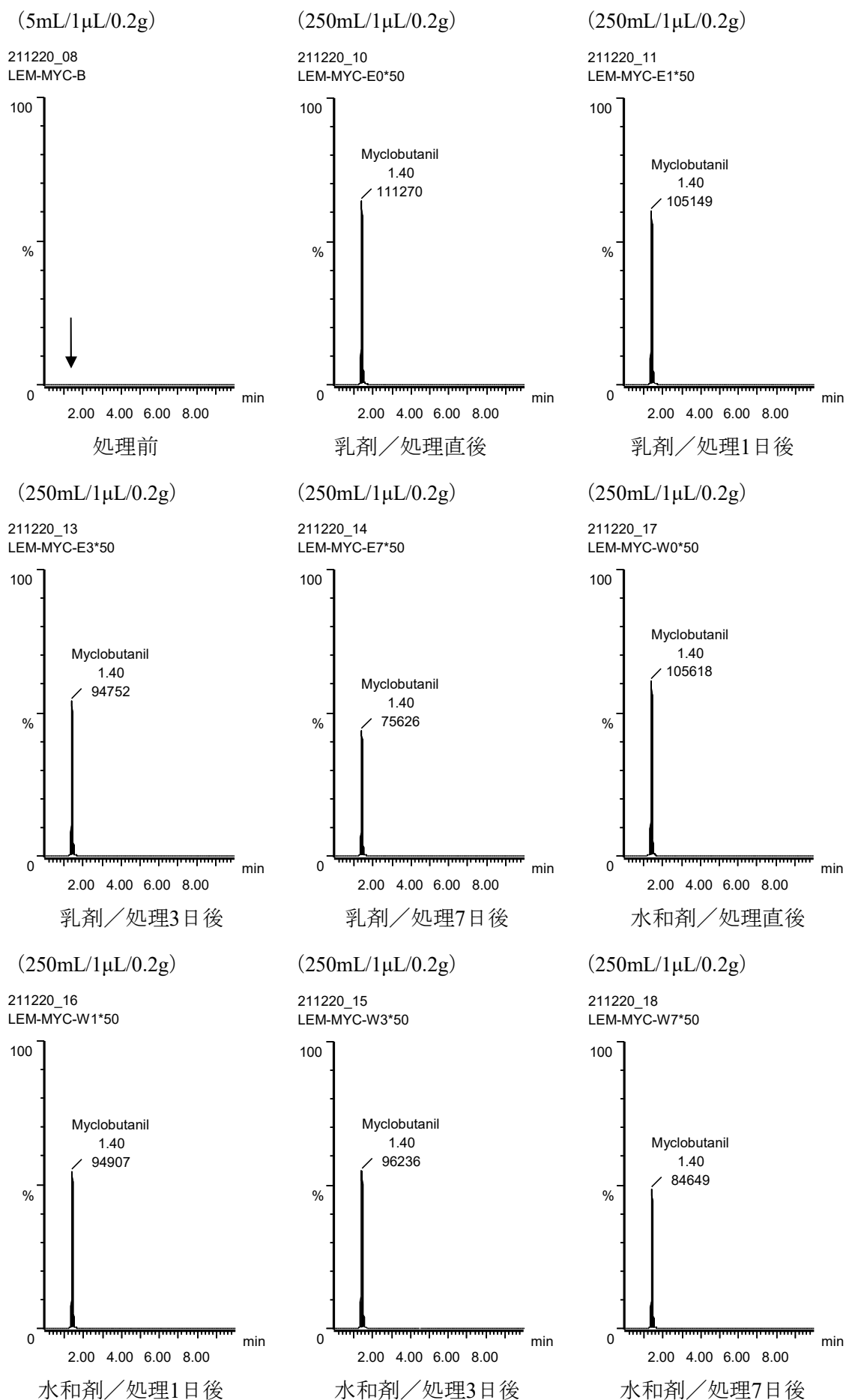


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

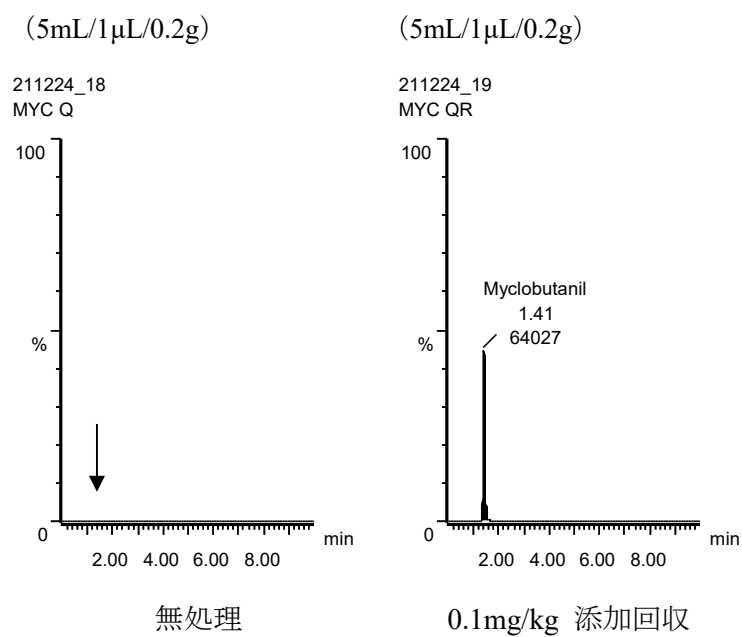


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

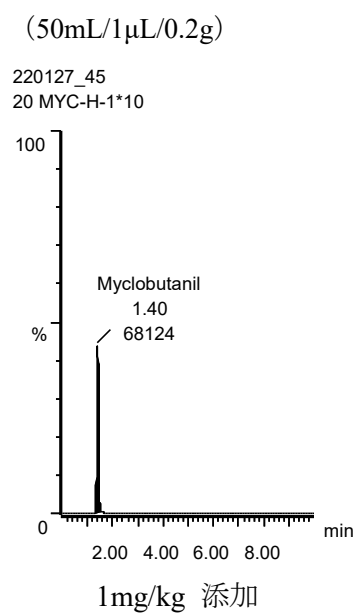


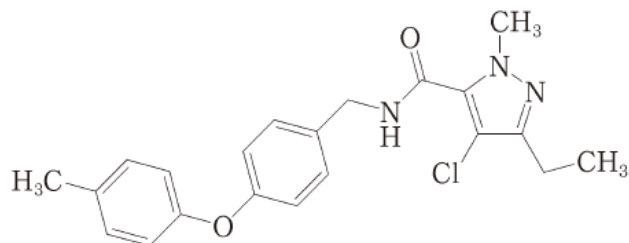
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

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

化学式：C₂₁H₂₂ClN₃O₂

分子量：383.9

性状：類白色粉末，無臭

融点：87.8～88.2℃

蒸気圧（20℃）：5×10⁻⁷ Pa

オクタノール／水分配係数（25℃）：log Pow=5.61

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

安定性：熱；安定

加水分解性半減期（25℃）；>1年（pH4，pH7，pH9）

水中光分解性半減期（25℃）；11.4日（蒸留水，太陽光），11.3日（自然水，太陽光）

出典：農薬ハンドブック 2021年版

2. 標準品及び試薬

トルフェンピラド標準品：純度99.8%（関東化学製）

アセトン，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）及びピュールックZII（オルガノ製）
で精製した水

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

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

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）

ガラス繊維濾紙：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 1.7 μ m

溶離液：A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

A 液／B 液（10：90, v/v）

カラム温度：40℃

注入量：1 μ L

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℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：14V

コリジョン電圧：26V

イオン抽出方法：MRM 法

モニタリングイオン：プリカーサーイオン；m/z 384.23

プロダクトイオン；m/z 197.09

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って検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、適当な大きさに切断後ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6.2. 抽出

磨砕均一化した試料20gをはかりとり、アセトン100mLを加え振とう機を用い30分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス繊維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン50mLで洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで200mLに定容した。この2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

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

6.4. 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℃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 (%)
和歌山植	20	103, 103, 102, 102, 99	102	2
	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	処理前	<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	処理前	<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	処理前	<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

磨砕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℃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

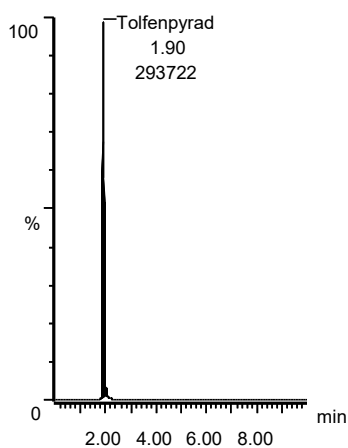
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

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)

(- / 1 μ L / -)

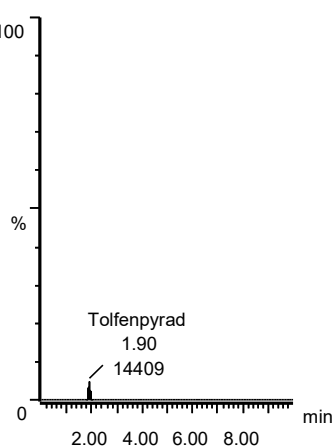
211026_06
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(- / 1 μ L / -)

211026_20
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当)

(5mL/1 μ L/-)

211022_17
20 TOL T

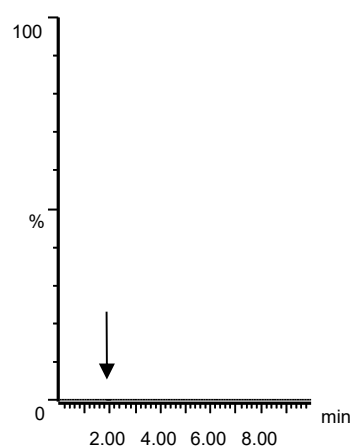
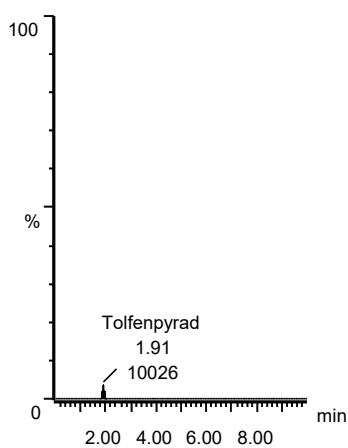


図1. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

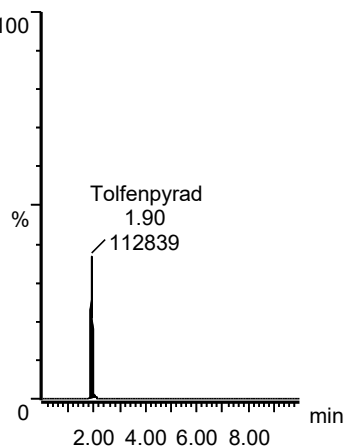
211026_14
20 TOL S-1



0.01mg/kg 添加回収

(5mL/1 μ L/0.2g)

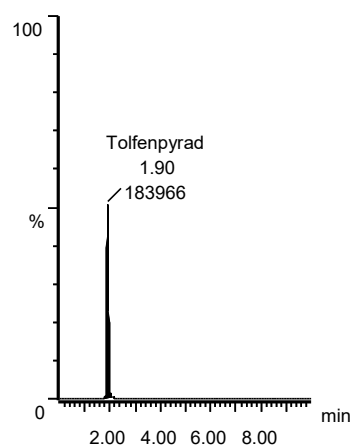
211028_14
20 TOL L0.1-1



0.1mg/kg 添加回収

(1000mL/1 μ L/0.2g)

220105_19
TOL L20-1*200

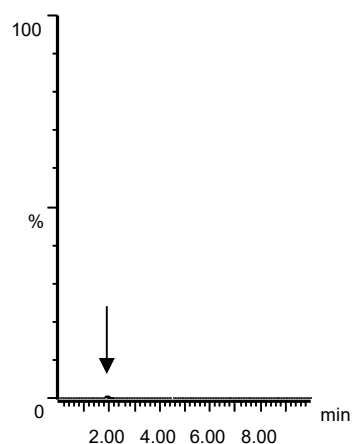


20mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

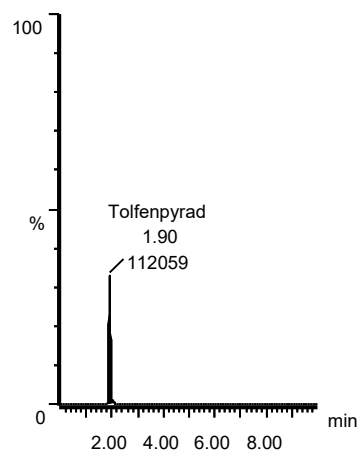
211221_08
LEFK-TOL-B



処理前

(1000mL/1 μ L/0.2g)

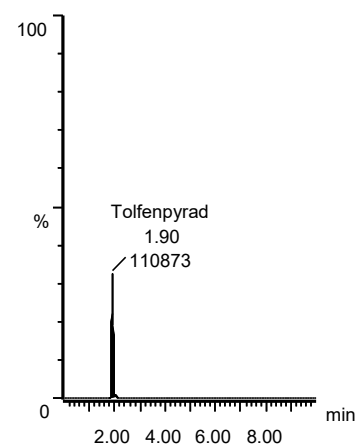
211221_10
LEFK-TOL-E0*200



乳剤／処理直後

(1000mL/1 μ L/0.2g)

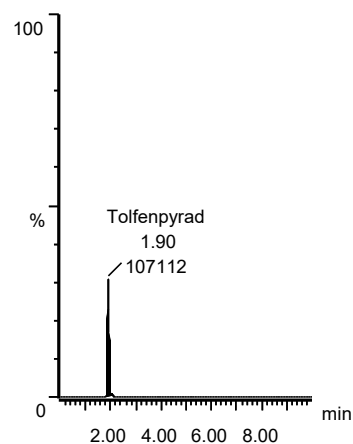
211221_11
LEFK-TOL-E1*200



乳剤／処理1日後

(1000mL/1 μ L/0.2g)

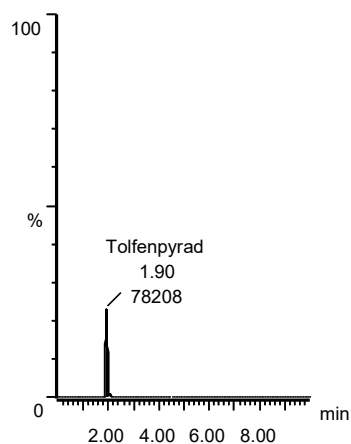
211221_13
LEFK-TOL-E3*200



乳剤／処理3日後

(1000mL/1 μ L/0.2g)

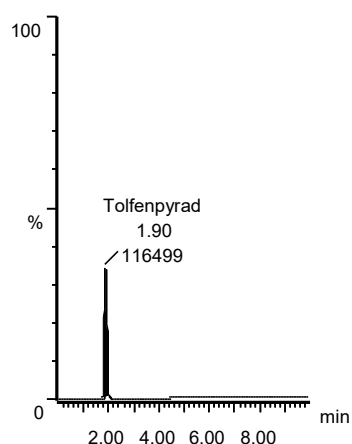
211221_14
LEFK-TOL-E7*200



乳剤／処理7日後

(1000mL/1 μ L/0.2g)

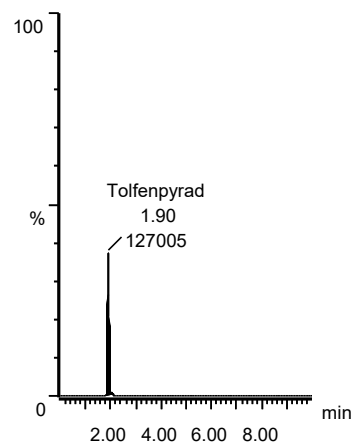
211221_15
LEFK-TOL-F0*200



フロアブル／処理直後

(1000mL/1 μ L/0.2g)

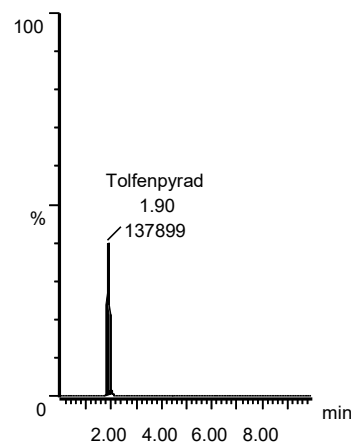
211221_16
LEFK-TOL-F1*200



フロアブル／処理1日後

(1000mL/1 μ L/0.2g)

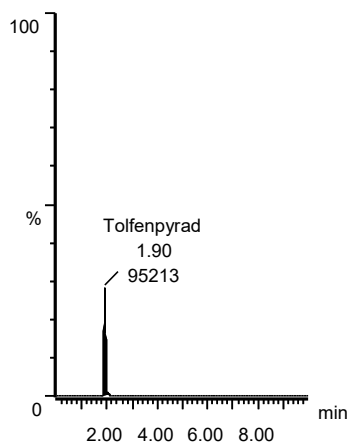
211221_17
LEFK-TOL-F3*200



フロアブル／処理3日後

(1000mL/1 μ L/0.2g)

211221_18
LEFK-TOL-F7*200



フロアブル／処理7日後

図4-1. 福島植郡山試料のクロマトグラム

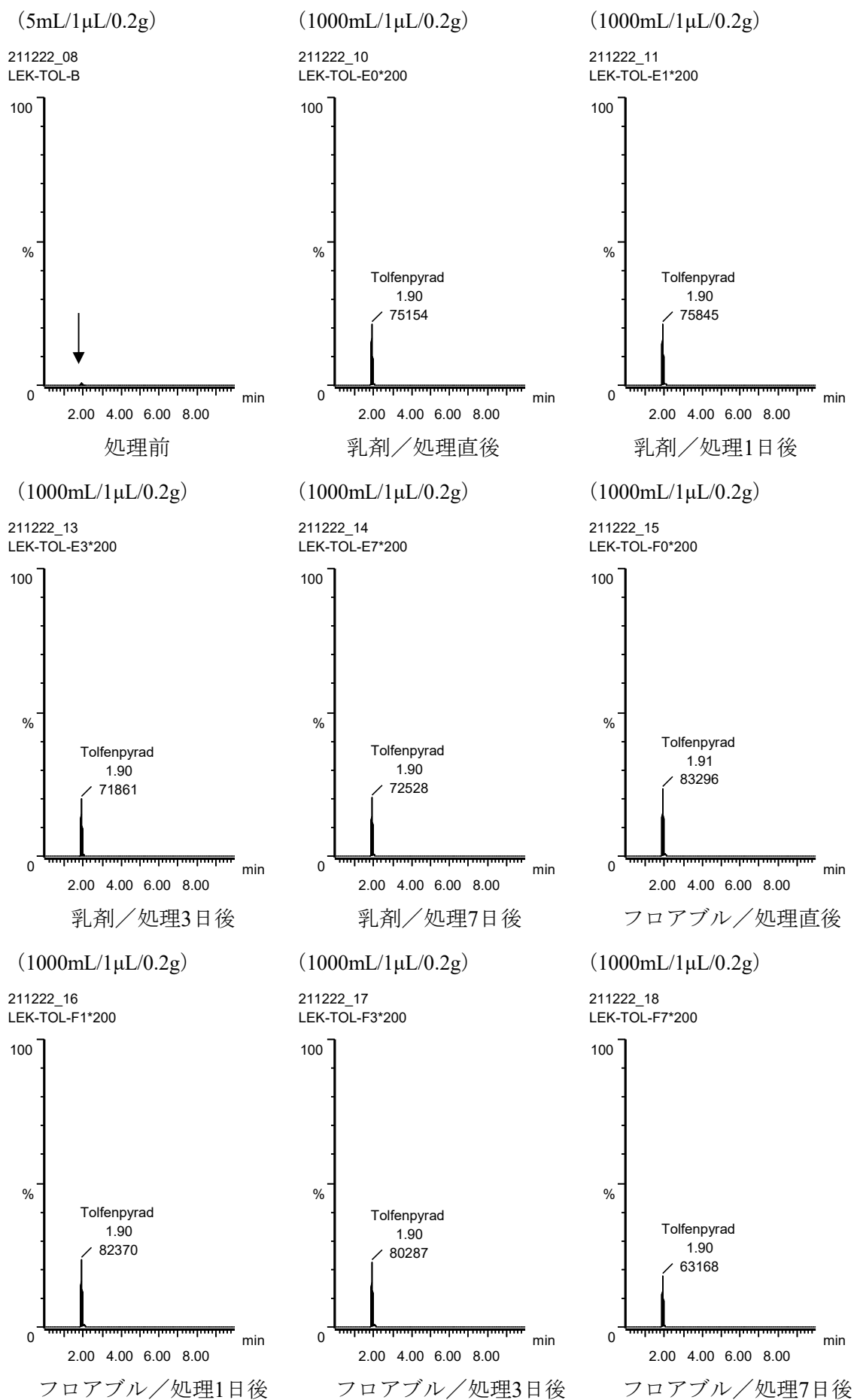


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

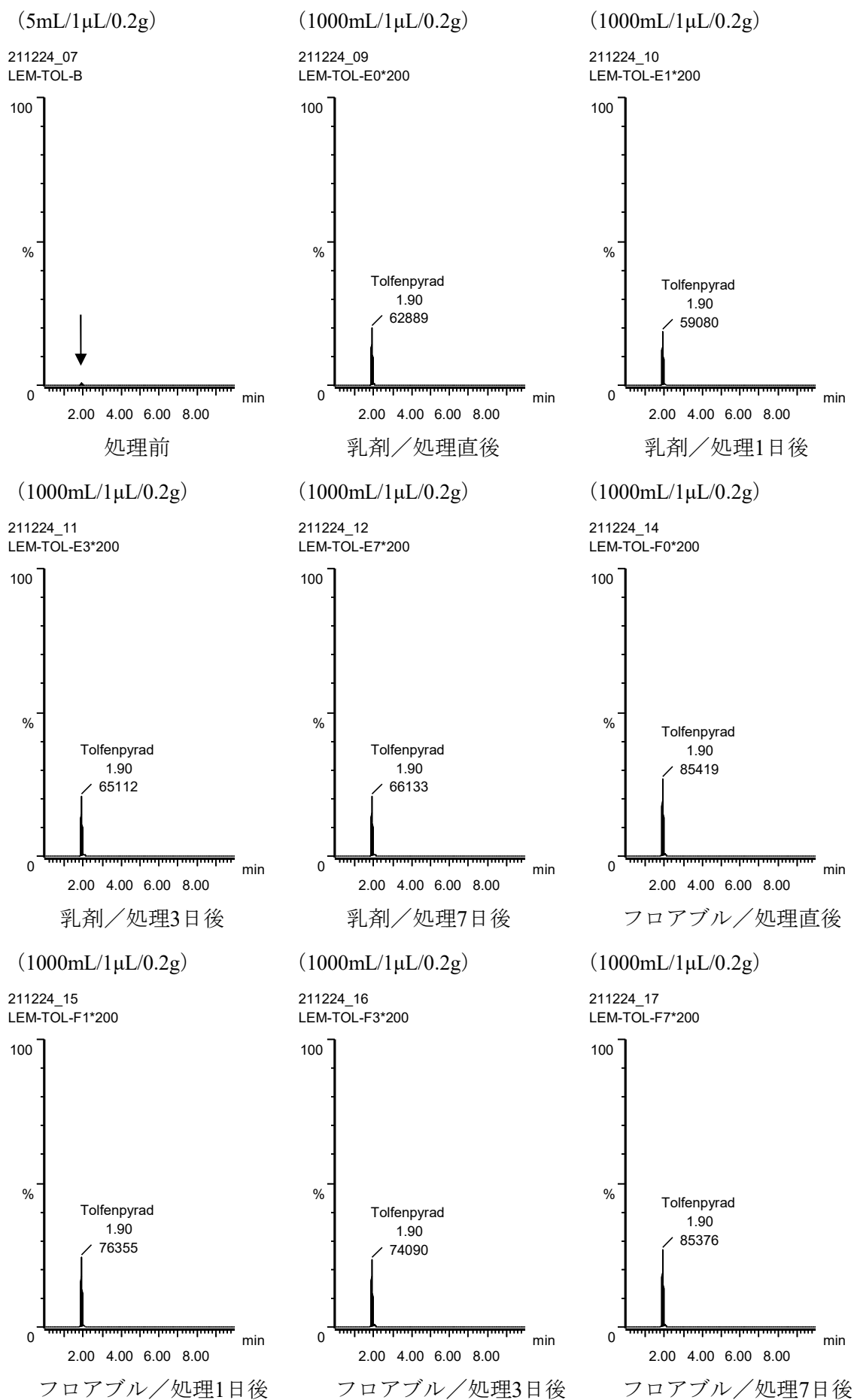


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

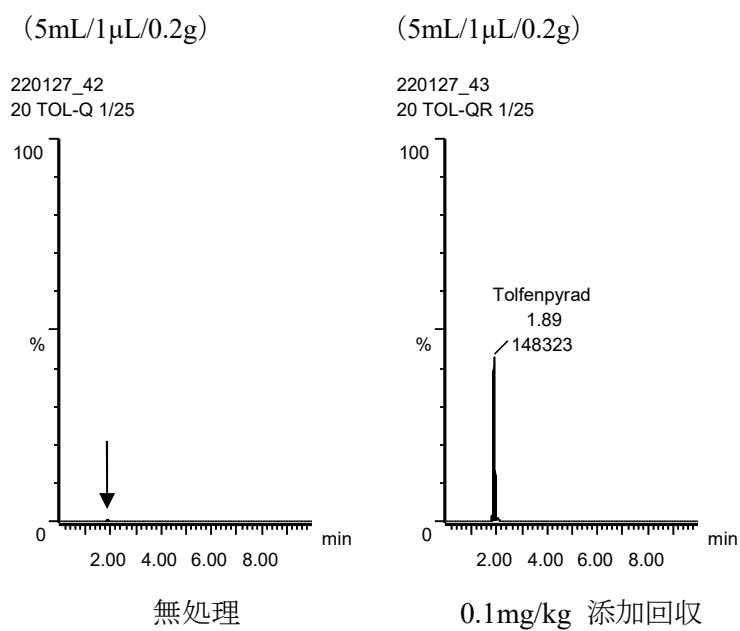


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

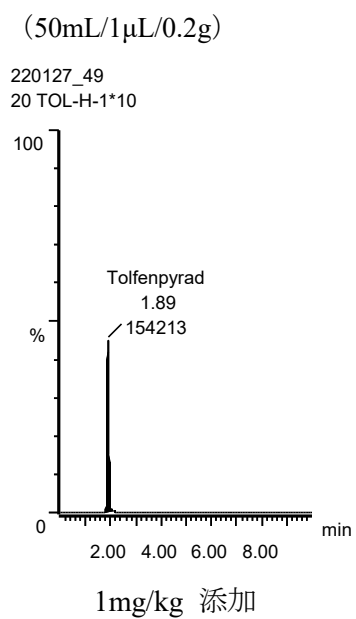


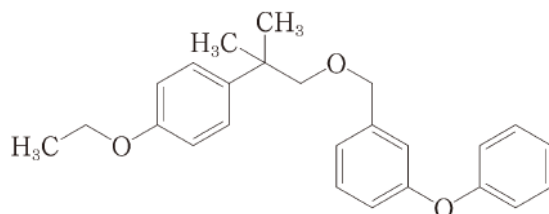
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(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：C₂₅H₂₈O₃

分子量：376.5

性状：白色結晶，僅かに芳香臭

融点：37.4±0.1℃

蒸気圧（25℃換算）：8.13×10⁻⁷ Pa

オクタノール／水分配係数（20℃）：log Pow=6.9

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

安定性：熱；25℃～150℃の範囲で安定

加水分解性半減期（25℃）；>1年（pH5，pH7，pH9）

水中光分解性半減期（25℃）；4.7日（緩衝液），7.9日（自然水）

出典：農薬ハンドブック 2021年版

2. 標準品及び試薬

エトフェンプロックス標準品：純度99.0%（富士フイルム和光純薬製）

アセトン，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）

ガラス繊維濾紙：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 1.7 μ m

溶離液：A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

A 液／B 液（10：90, v/v）

カラム温度：40℃

注入量：1 μ L

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℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：14V

コリジョン電圧：12V

イオン抽出方法：MRM 法

モニタリングイオン：プリカーサーイオン；m/z 394.33

プロダクトイオン；m/z 177.13

5. 検量線の作成

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

さらにこの標準溶液をメタノールで順次希釈して0.0002, 0.0004, 0.0008, 0.004及び0.008mg/Lの標準溶液を調製した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてエトフェンプロックスのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng)、縦軸にピーク面積をとって検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、適当な大きさに切断後ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6.2. 抽出

磨砕均一化した試料20gをはかりとり、アセトン100mLを加え振とう機を用い30分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス繊維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン50mLで洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで200mLに定容した。この2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

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

6.4. 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℃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 (%)
和歌山植	20	109, 102, 102, 101, 101	103	3
	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
日植防茨城	処理前	<0.01	
	処理直後	11.7	5.63
	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
日植防高知	処理前	<0.01	
	処理直後	10.5	14.0
	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
日植防宮崎	処理前	<0.01	
	処理直後	11.4	12.5
	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

磨砕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℃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

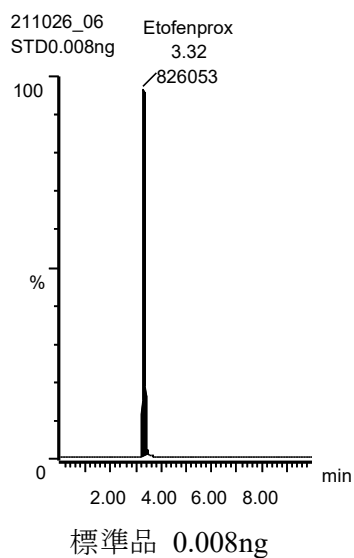
4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

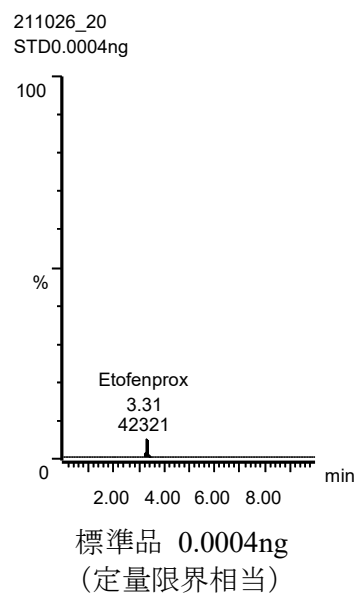
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(最終液量/注入量/試料量)
(-/1 μ L/-)



(-/1 μ L/-)



(5mL/1 μ L/-)

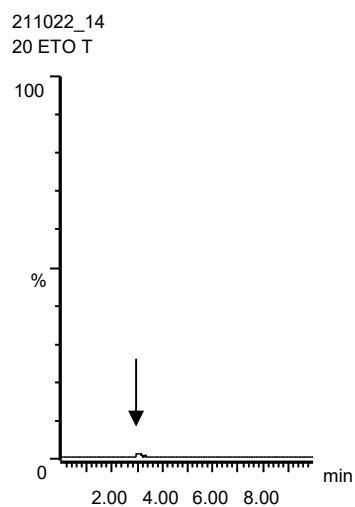
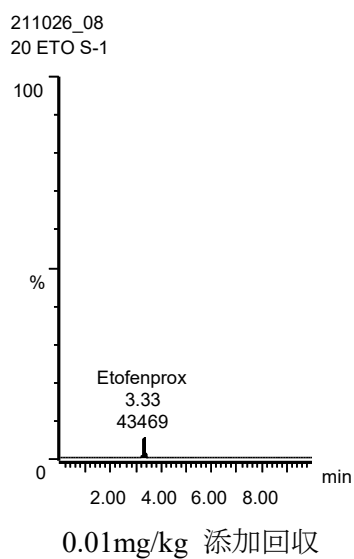


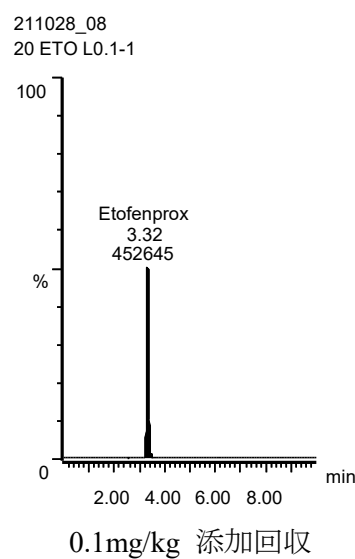
図1. エトフェンプロックス標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)



(5mL/1 μ L/0.2g)



(1000mL/1 μ L/0.2g)

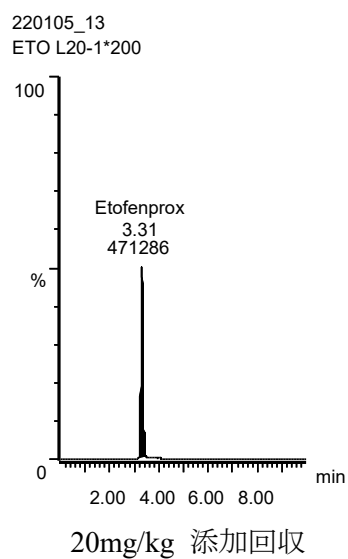
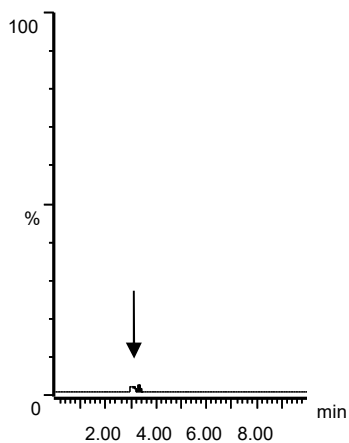


図3. 回収率のクロマトグラム

(5mL/1μL/0.2g)

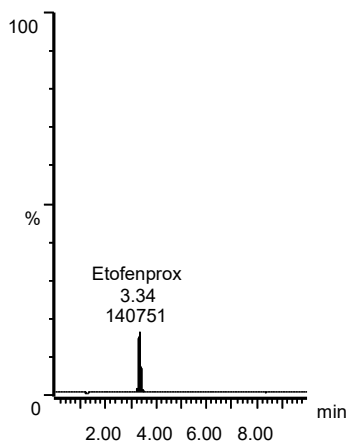
211125_08
LEI-ETO-B



処理前

(2000mL/1μL/0.2g)

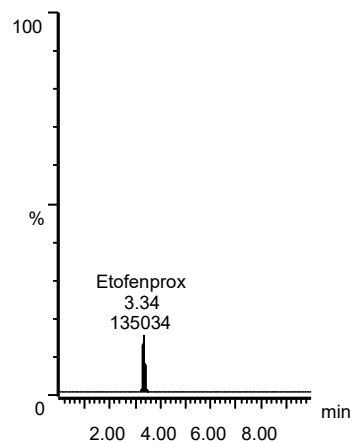
211125_12
LEI-ETO-E0*400



乳剤／処理直後

(1000mL/1μL/0.2g)

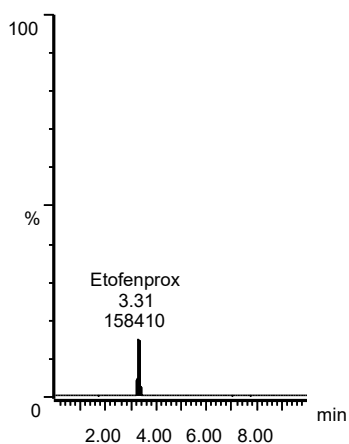
211125_13
LEI-ETO-E1*200



乳剤／処理1日後

(1000mL/1μL/0.2g)

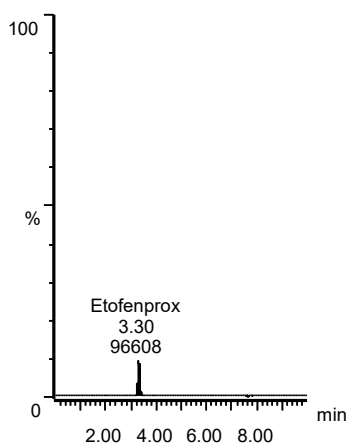
211220_26
LEI-ETO-E3*200



乳剤／処理3日後

(1000mL/1μL/0.2g)

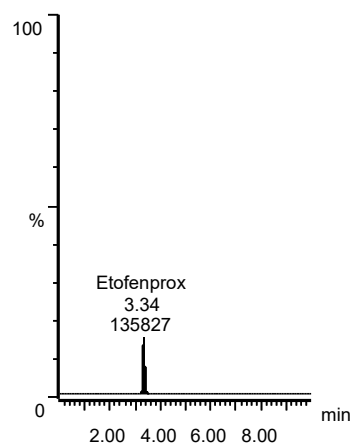
211220_28
LEI-ETO-E7*200



乳剤／処理7日後

(1000mL/1μL/0.2g)

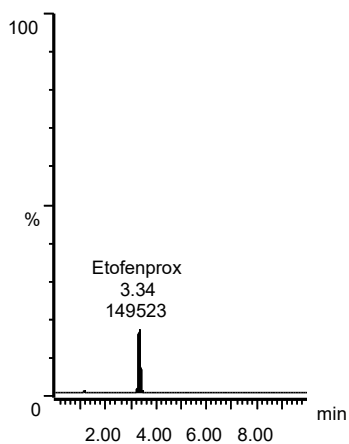
211125_14
LEI-ETO-W0*200



水和剤／処理直後

(1000mL/1μL/0.2g)

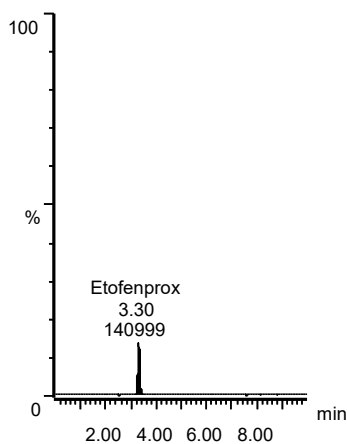
211125_15
LEI-ETO-W1*200



水和剤／処理1日後

(1000mL/1μL/0.2g)

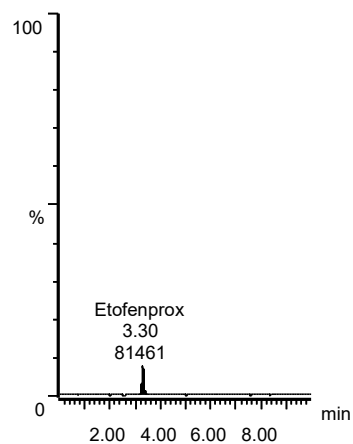
211220_27
LEI-ETO-W3*200



水和剤／処理3日後

(1000mL/1μL/0.2g)

211220_29
LEI-ETO-W7*200



水和剤／処理7日後

図4-1. 日植防茨城試料のクロマトグラム

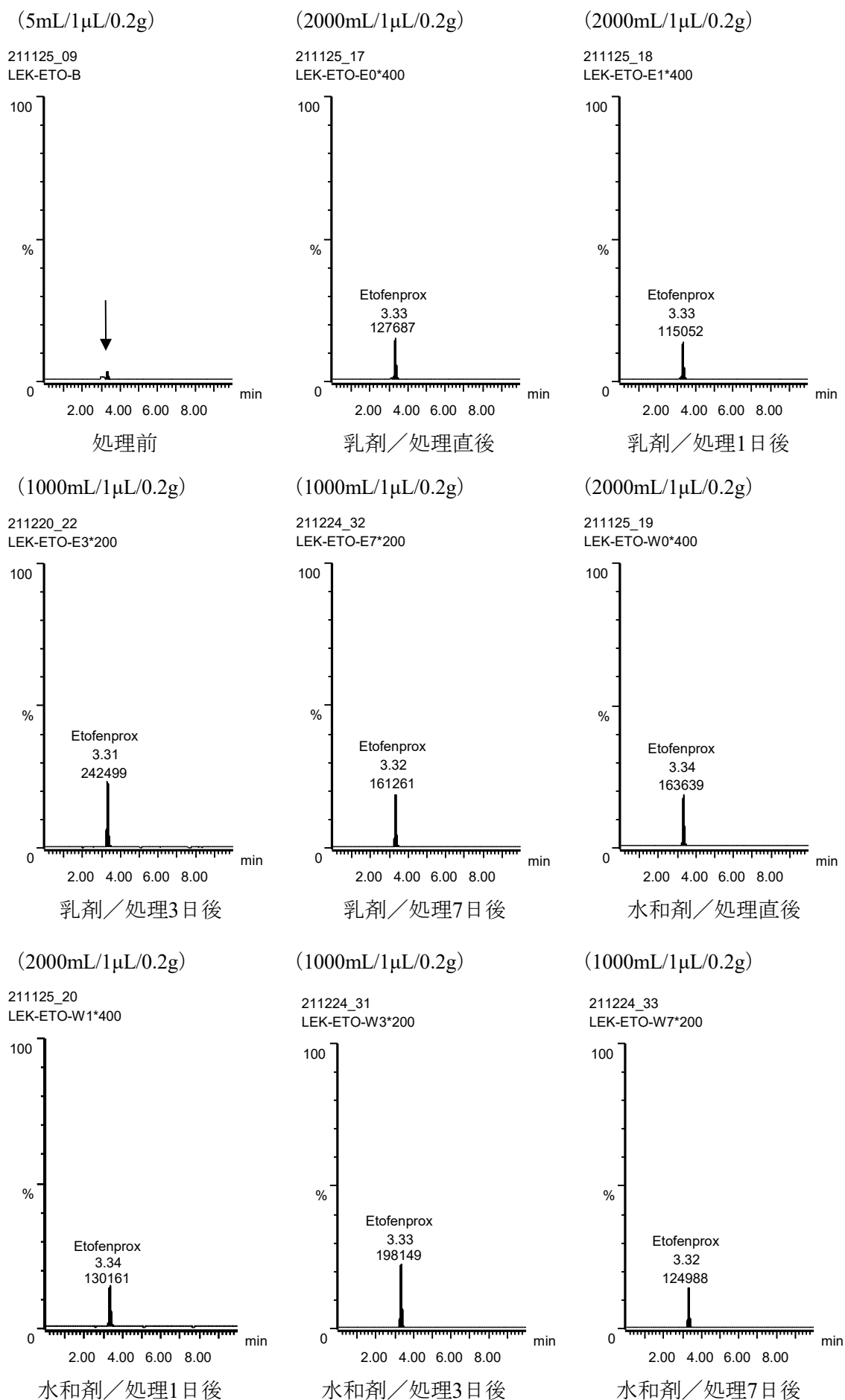


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

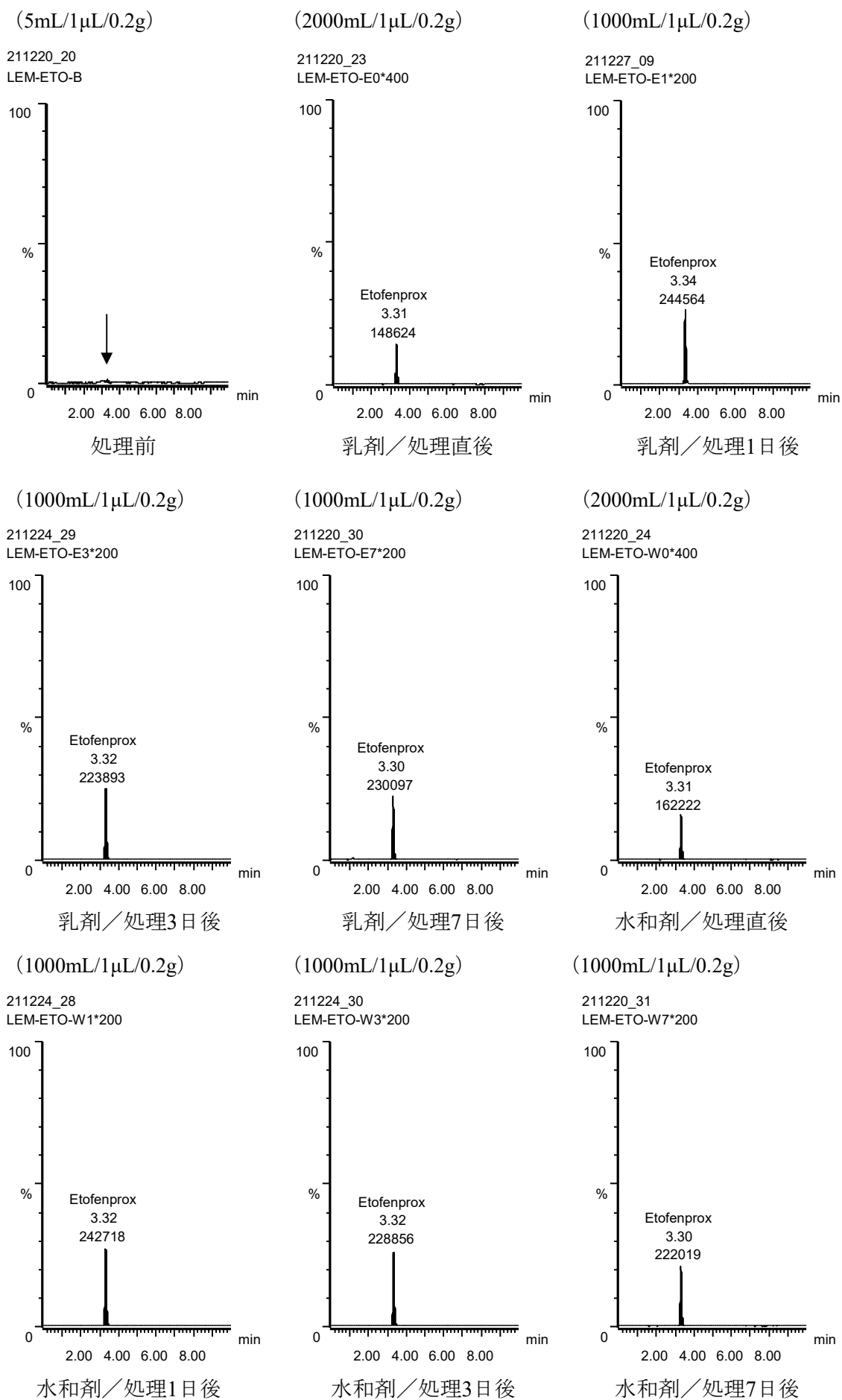


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

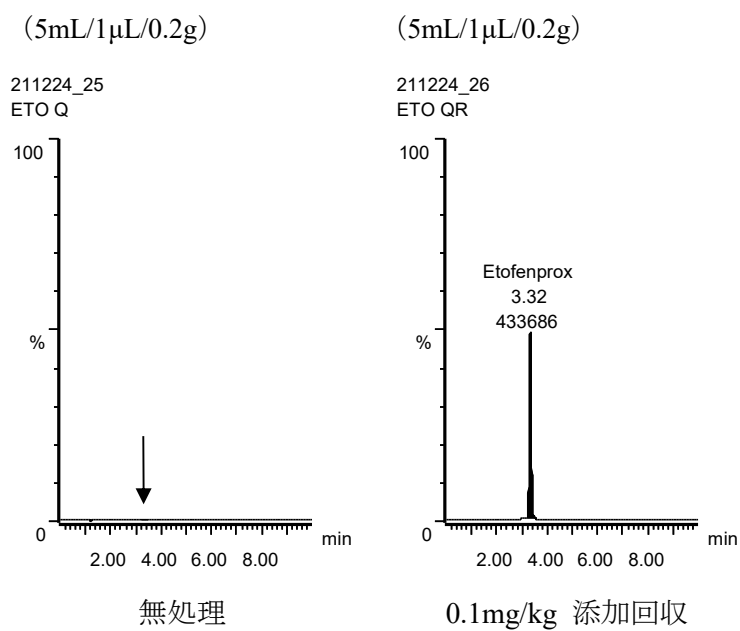


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

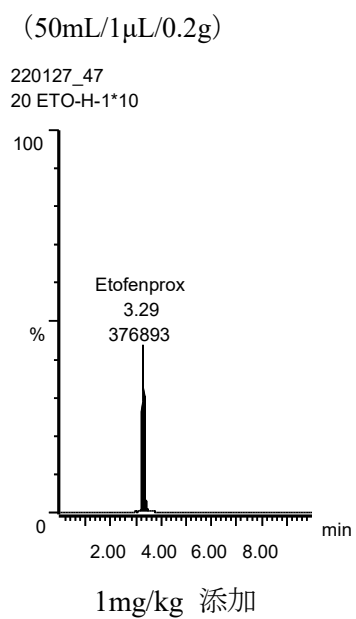


図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(d) 作物写真

1-1. ミクロブタニル



和歌山 処理前



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 乳剂／处理3日後



宮崎 水和剂／处理3日後



宮崎 乳剂／处理7日後



宮崎 水和剂／处理7日後

1.2. トルフェンピラド



福島植郡山 処理前



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



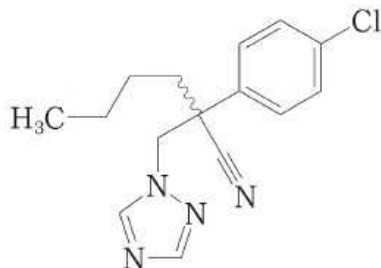
宮崎 水和剤／処理7日後

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

化学式：C₁₅H₁₇ClN₄

分子量：288.8

性状：白色，針状結晶，芳香臭

融点：71.7°C

蒸気圧 (25°C)：1.72×10⁻⁶Pa

オクタノール／水分配係数 (22°C)：log Pow = 1.98

溶解性 (22°C)：水 142mg/L

メタノール >1000g/L, アセトン >1000g/L, , 酢酸エチル >1000g/L,
ジクロロメタン >1000g/L, 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% (富士フイルム和光純薬製)

アセトン，アセトニトリル：残留農薬試験用 (関東化学製)

メタノール：LC-MS用 (関東化学製)

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用 (関東化学製)

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

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

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

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

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

ミキサー：DLC-NXPLUS（クイジナート製）

振とう機：EL-01（スギヤマゲン製）

減圧濃縮器：R-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 1.7 μ m

溶離液：A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

A 液／B 液（10：90, v/v）

カラム温度：40℃

注入量：1 μ 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℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：32V

コリジョン電圧：28V

イオン抽出方法：MRM 法

モニタリングイオン：プリカーサーイオン；m/z 289.16

プロダクトイオン；m/z 125.02

5. 検量線の作成

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って検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、ヘタを除き、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6.2. 抽出

磨砕均一化した試料20gをはかりとり、アセトン100mLを加え振とう機を用い30分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス繊維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン50mLで洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで200mLに定容した。この2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

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

6.4. 定量

残留物を適量のメタノールで溶解し、前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入してピーク面積を求め、検量線より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 (%)
日植防茨城	1	102,	100,	99,	99,	98	100	2
	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
日植防茨城	処理前	<0.01	
	処理直後	0.35	0.32
	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
日植防高知	処理前	<0.01	
	処理直後	0.24	0.26
	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
日植防宮崎	処理前	<0.01	
	処理直後	0.32	0.29
	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	日植防茨城 日植防高知
2022/1/6	81	<0.01	日植防茨城	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

磨砕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℃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

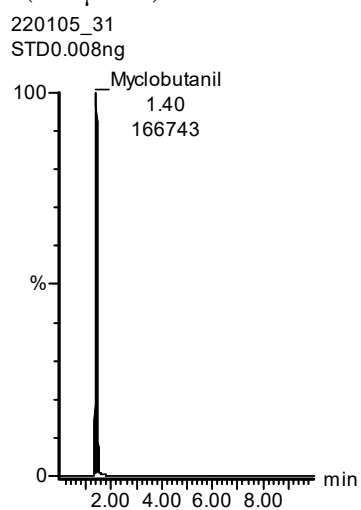
4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

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

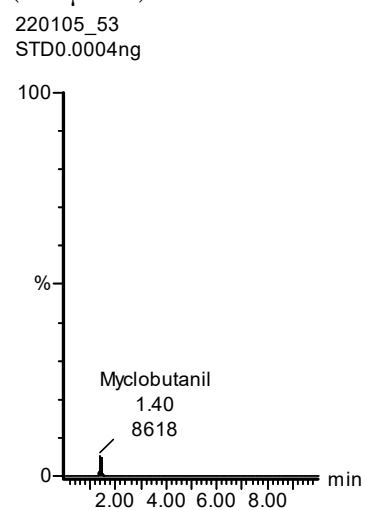
(最終液量/注入量/試料量)

(- / 1 μ L / -)



標準品 0.008ng

(- / 1 μ L / -)



標準品 0.0004ng
(定量限界相当)

(5mL/1 μ L/-)

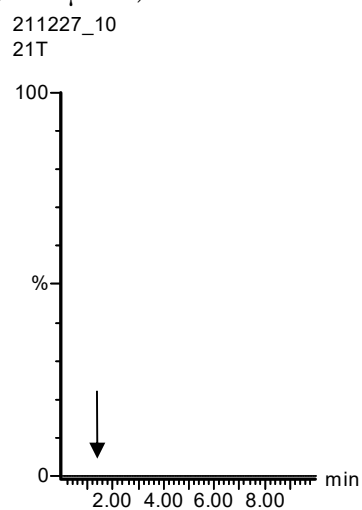
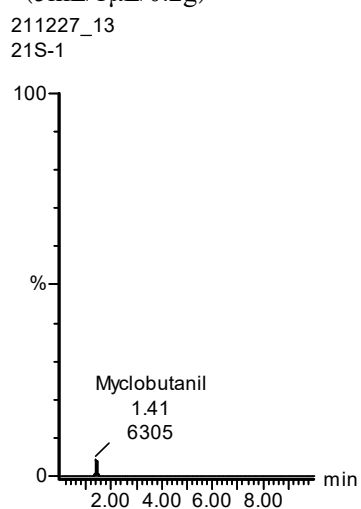


図1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

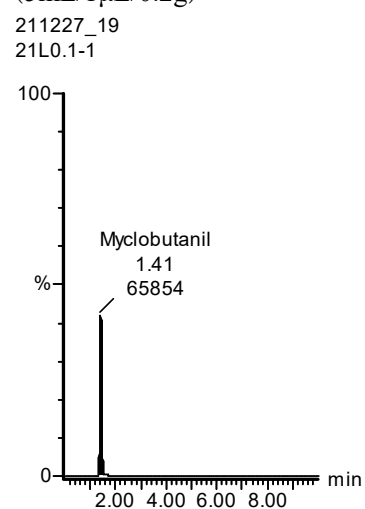
図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)



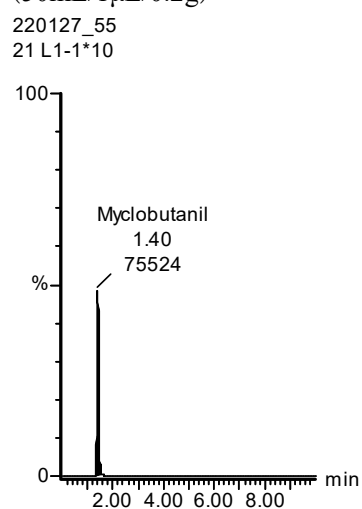
0.01mg/kg 添加回収

(5mL/1 μ L/0.2g)



0.1mg/kg 添加回収

(50mL/1 μ L/0.2g)

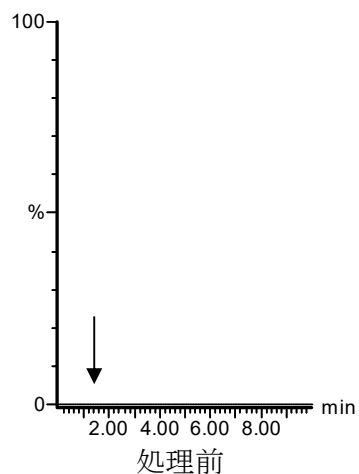


1mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

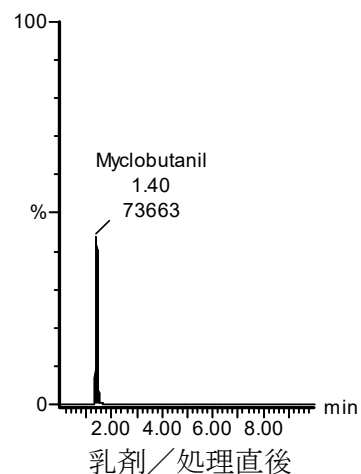
(5mL/1μL/0.2g)

220105_39
TOI-MYC-B



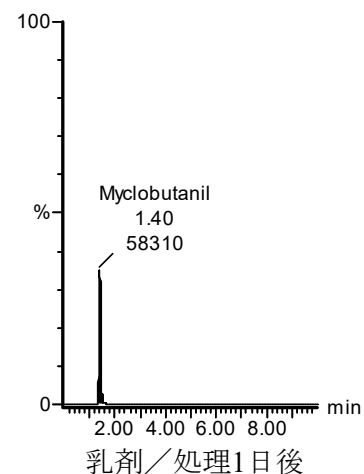
(20mL/1μL/0.2g)

220105_42
TOI-MYC-E0*4



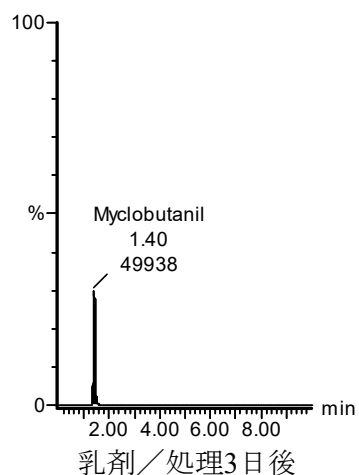
(20mL/1μL/0.2g)

220105_43
TOI-MYC-E1*4



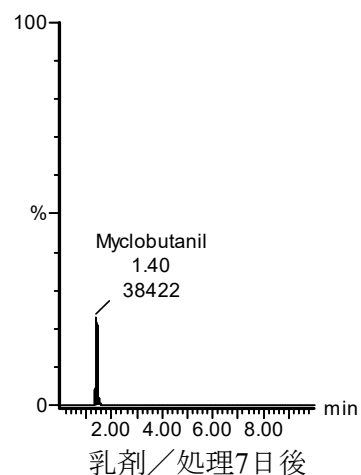
(20mL/1μL/0.2g)

220105_44
TOI-MYC-E3*4



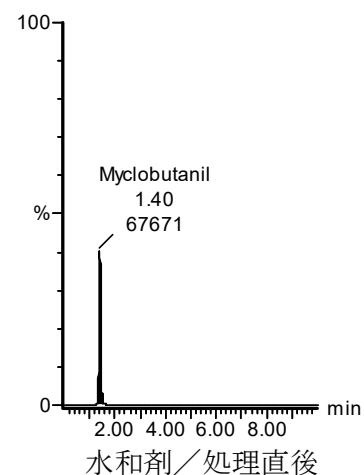
(20mL/1μL/0.2g)

220105_45
TOI-MYC-E7*4



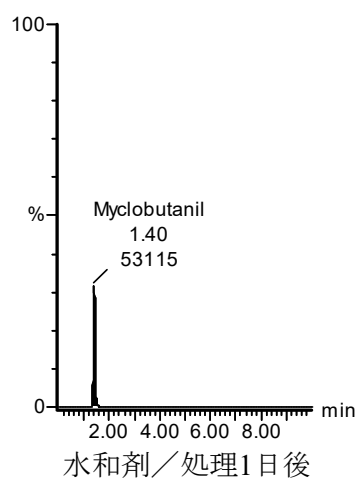
(20mL/1μL/0.2g)

220105_47
TOI-MYC-W0*4



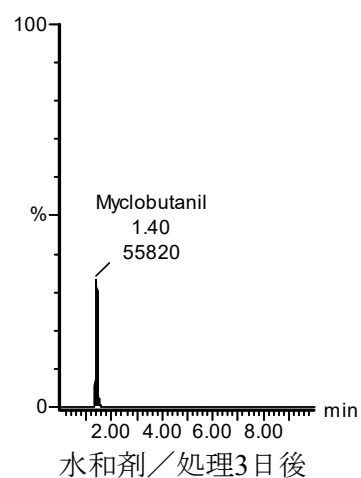
(20mL/1μL/0.2g)

220105_48
TOI-MYC-W1*4



(20mL/1μL/0.2g)

220105_49
TOI-MYC-W3*4



(20mL/1μL/0.2g)

220105_50
TOI-MYC-W7*4

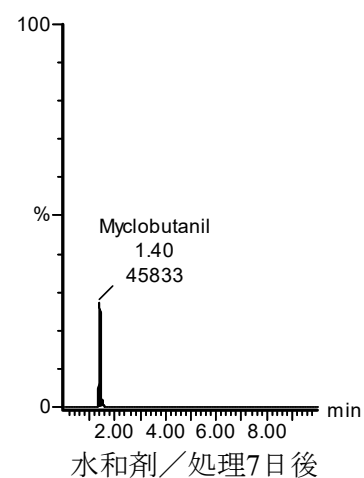
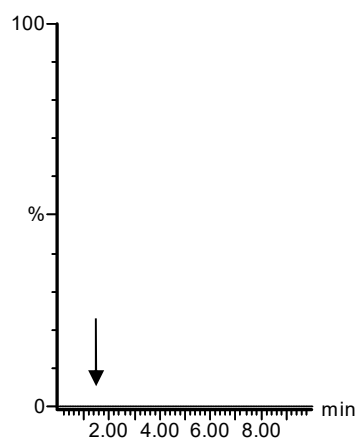


図4-1. 日植防茨城試料のクロマトグラム

(5mL/1μL/0.2g)

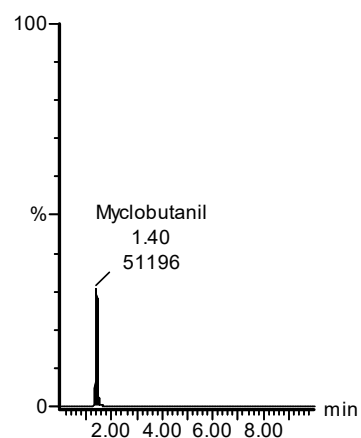
220105_40
TOK-MYC-B



処理前

(20mL/1μL/0.2g)

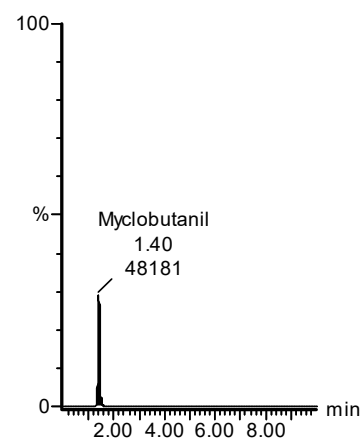
220105_51
TOK-MYC-E0*4



乳剤／処理直後

(20mL/1μL/0.2g)

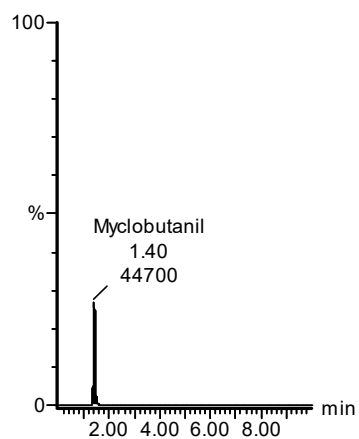
220105_52
TOK-MYC-E1*4



乳剤／処理1日後

(20mL/1μL/0.2g)

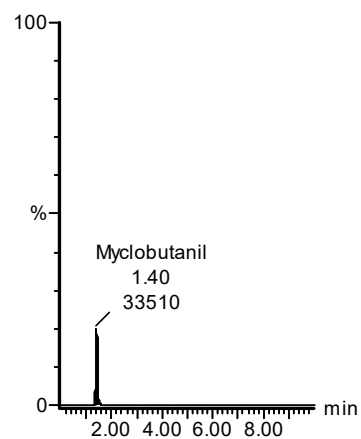
220105_54
TOK-MYC-E3*4



乳剤／処理3日後

(20mL/1μL/0.2g)

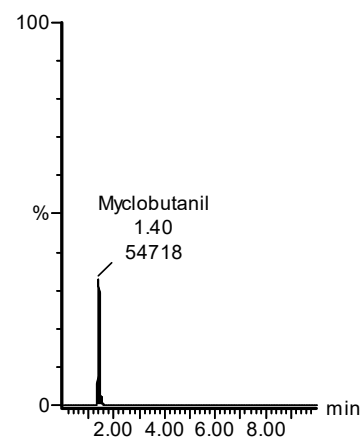
220105_55
TOK-MYC-E7*4



乳剤／処理7日後

(20mL/1μL/0.2g)

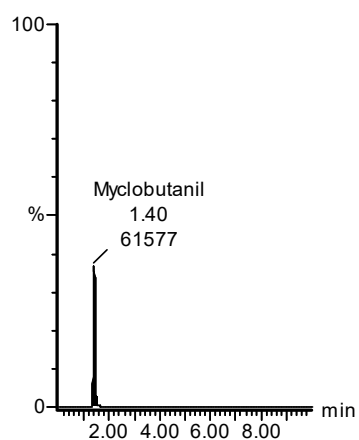
220105_56
TOK-MYC-W0*4



水和剤／処理直後

(20mL/1μL/0.2g)

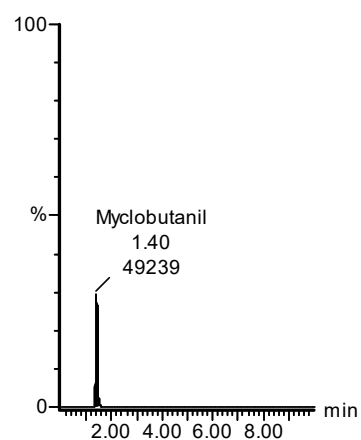
220105_57
TOK-MYC-W1*4



水和剤／処理1日後

(20mL/1μL/0.2g)

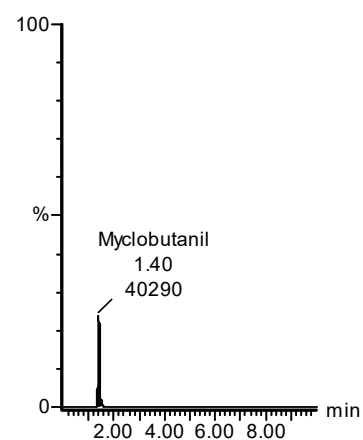
220105_58
TOK-MYC-W3*4



水和剤／処理3日後

(20mL/1μL/0.2g)

220105_59
TOK-MYC-W7*4

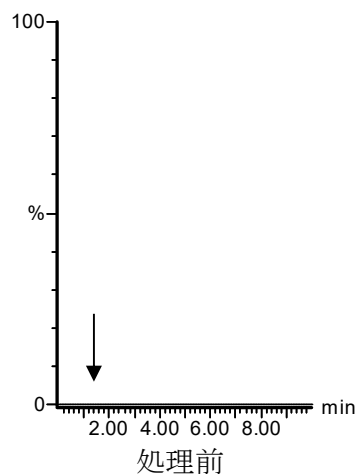


水和剤／処理7日後

図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

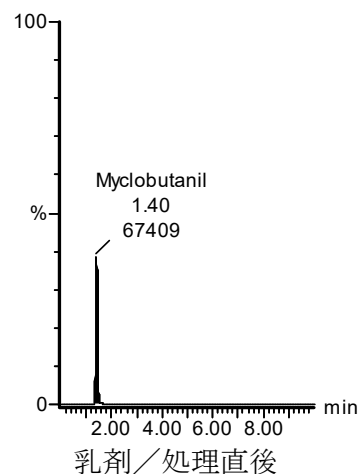
(5mL/1μL/0.2g)

220106_08
TOM-MYC-B



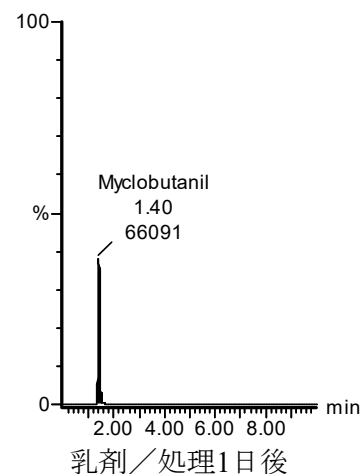
(20mL/1μL/0.2g)

220106_10
TOM-MYC-E0*4



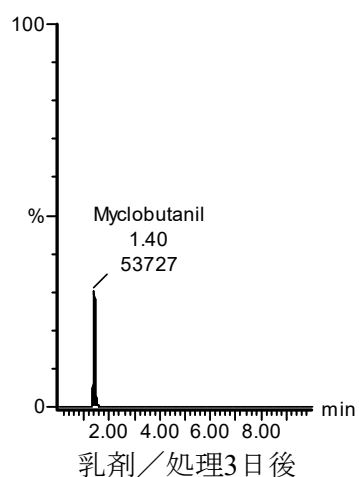
(20mL/1μL/0.2g)

220106_11
TOM-MYC-E1*4



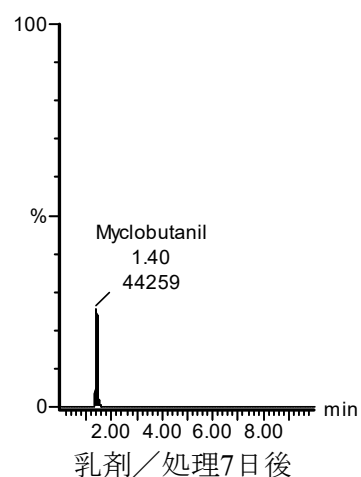
(20mL/1μL/0.2g)

220106_12
TOM-MYC-E3*4



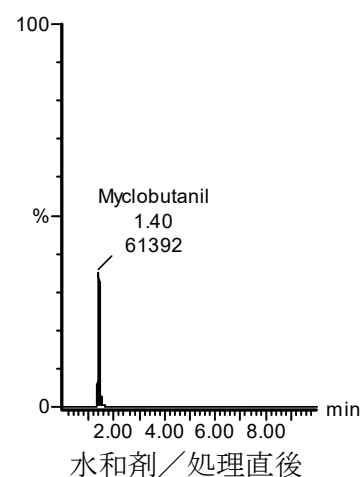
(20mL/1μL/0.2g)

220106_13
TOM-MYC-E7*4



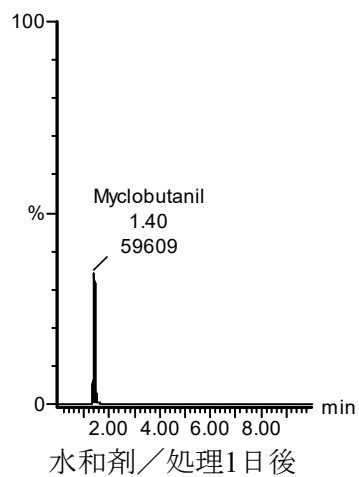
(20mL/1μL/0.2g)

220106_15
TOM-MYC-W0*4



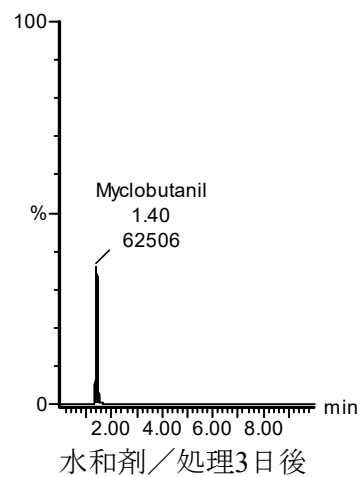
(20mL/1μL/0.2g)

220106_16
TOM-MYC-W1*4



(20mL/1μL/0.2g)

220106_17
TOM-MYC-W3*4



(20mL/1μL/0.2g)

220106_18
TOM-MYC-W7*4

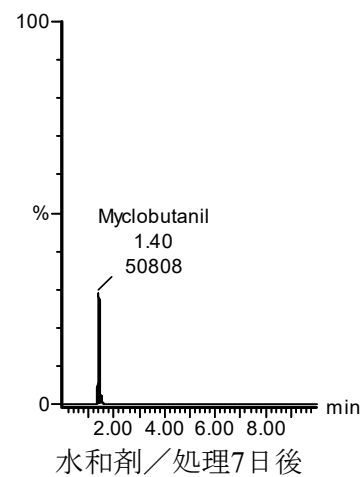


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

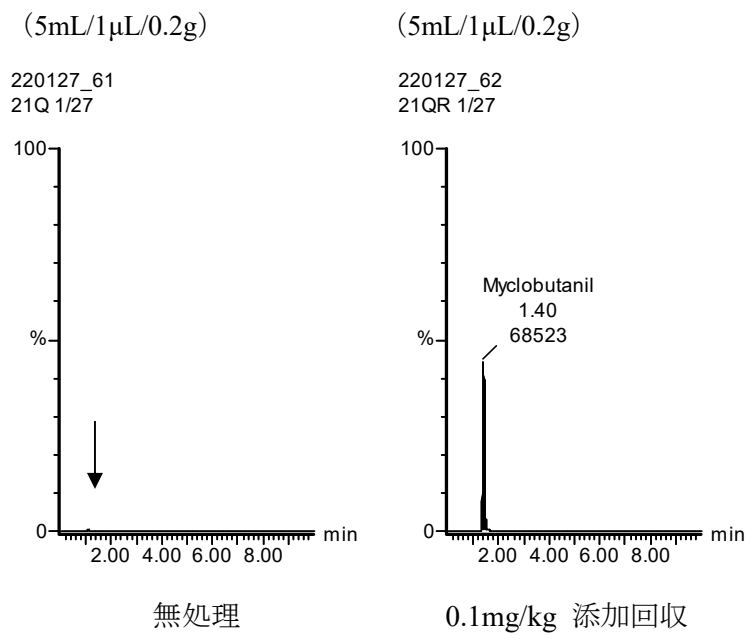


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

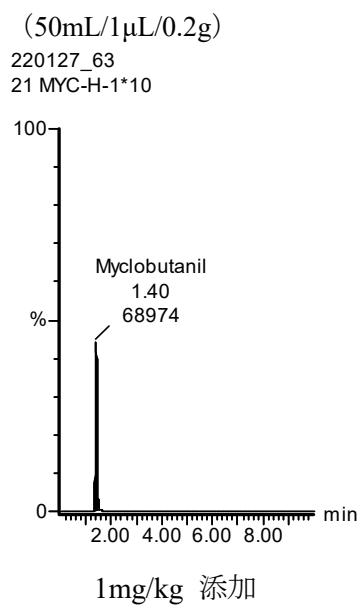


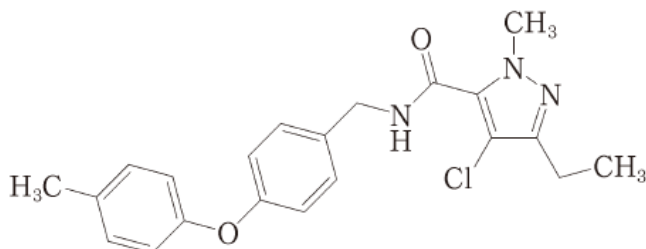
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

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

化学式：C₂₁H₂₂ClN₃O₂

分子量：383.9

性状：類白色粉末，無臭

融点：87.8～88.2℃

蒸気圧（20℃）：5×10⁻⁷ Pa

オクタノール／水分配係数（25℃）：log Pow=5.61

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

安定性：熱；安定，

加水分解性半減期（25℃）；>1年（pH4，pH7，pH9）

水中光分解性半減期（25℃）；11.4日（蒸留水，太陽光），
11.3日（自然水，太陽光）

出典：農薬ハンドブック 2021年版

2. 標準品及び試薬

トルフェンピラド標準品：純度99.8%（関東化学製）

アセトン，アセトニトリル：残留農薬試験用（関東化学製）

メタノール：LC-MS用（関東化学製）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

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

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

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

電子天秤:XSR205, XS4002S, PG2002(メラー・トレド製), S-BOX WP(インダ製)

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 1.7 μ m

溶離液: A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

A 液／B 液 (10 : 90, v/v)

カラム温度: 40°C

注入量: 1 μ L

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って検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、ヘタを除き、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6.2. 抽出

磨砕均一化した試料20gをはかりとり、アセトン100mLを加え振とう機を用い30分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス繊維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン50mLで洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで200mLに定容した。この2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

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

6.4. 定量

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

7. 定量限界値（LOQ）及び検出限界値（LOD）

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (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 (%)
日植防茨城	1	102,	101,	101,	100,	99	101	1
	0.1	102,	102,	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	フロアブル
日植防茨城	処理前	<0.01	
	処理直後	0.73	0.39
	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
日植防高知	処理前	<0.01	
	処理直後	0.52	0.46
	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
日植防宮崎	処理前	<0.01	
	処理直後	0.60	0.50
	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

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

添加濃度(mg/kg)	保存期間（日）	回収率(%)	平均回収率(%)
1	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

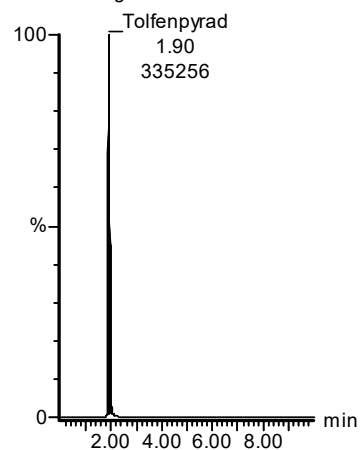
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(最終液量/注入量/試料量)

(-/1 μ L/-)

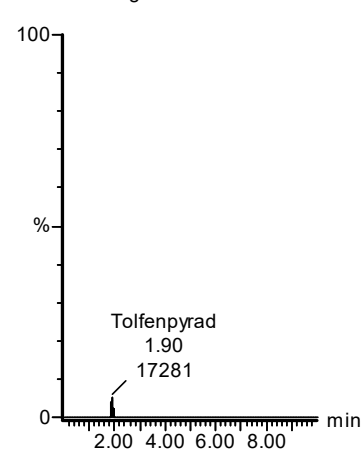
220113_06
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(-/1 μ L/-)

220113_25
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当)

(5mL/1 μ L/-)

211227_10
21T

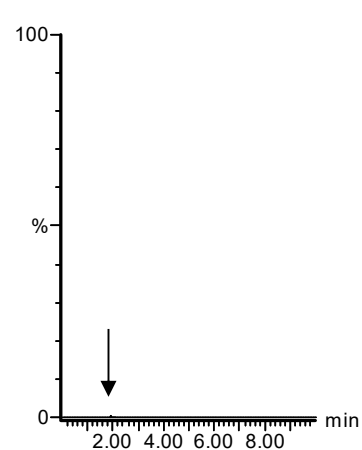
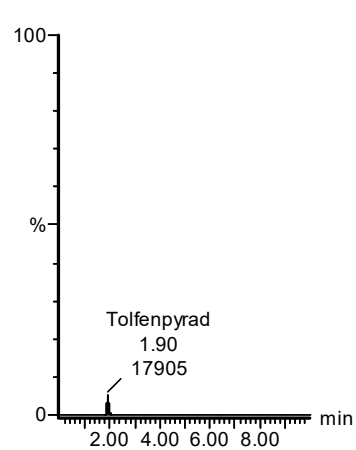


図1. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

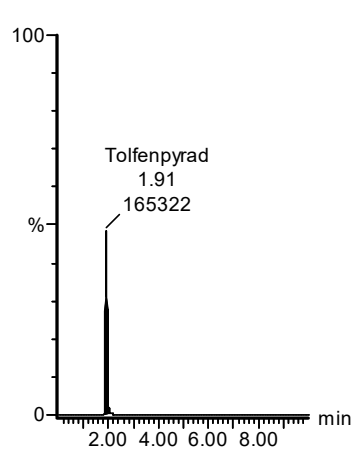
211227_13
21S-1



0.01mg/kg 添加回収

(5mL/1 μ L/0.2g)

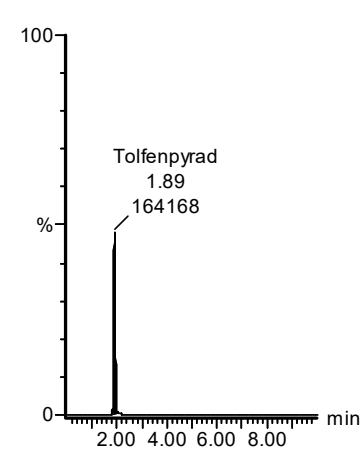
211227_19
21L0.1-1



0.1mg/kg 添加回収

(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_55
21 L1-1*10

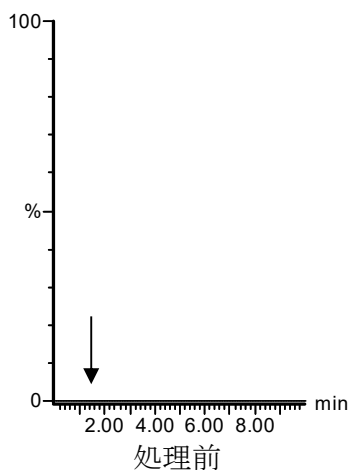


1mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

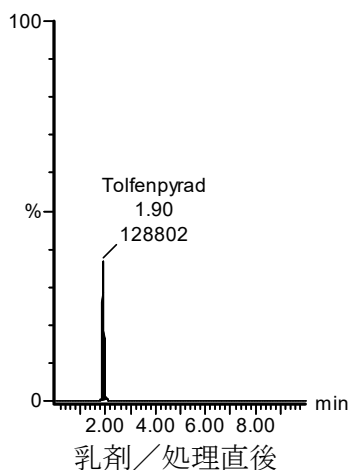
(5mL/1μL/0.2g)

220112_09
TOI-TOL-B



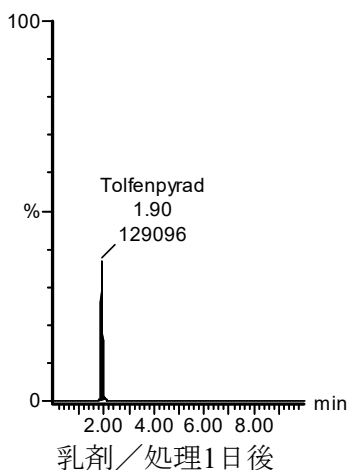
(50mL/1μL/0.2g)

220112_21
TOI-TOL-E0*10



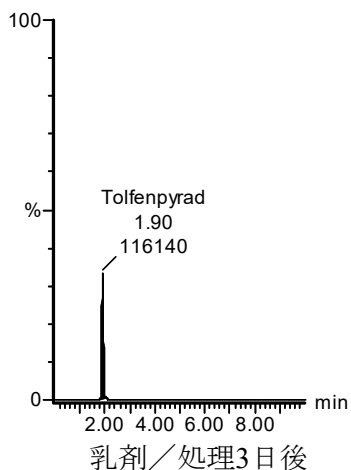
(50mL/1μL/0.2g)

220112_22
TOI-TOL-E1*10



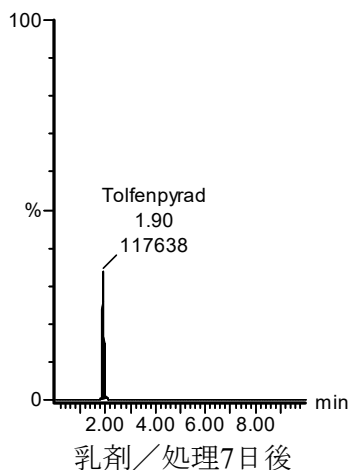
(50mL/1μL/0.2g)

220112_23
TOI-TOL-E3*10



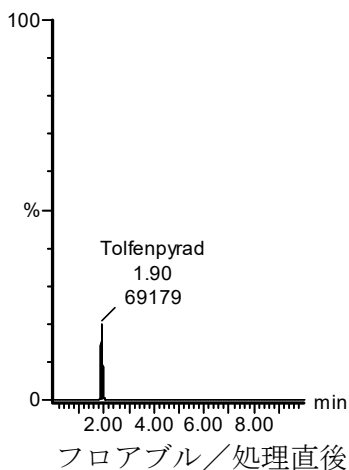
(50mL/1μL/0.2g)

220112_24
TOI-TOL-E7*10



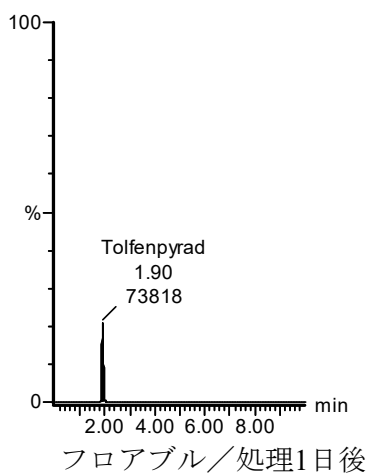
(50mL/1μL/0.2g)

220112_26
TOI-TOL-F0*10



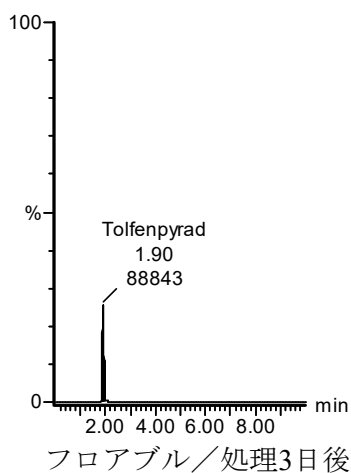
(50mL/1μL/0.2g)

220112_27
TOI-TOL-F1*10



(50mL/1μL/0.2g)

220112_28
TOI-TOL-F3*10



(50mL/1μL/0.2g)

220112_29
TOI-TOL-F7*10

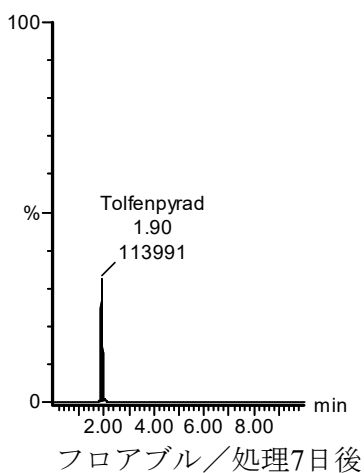
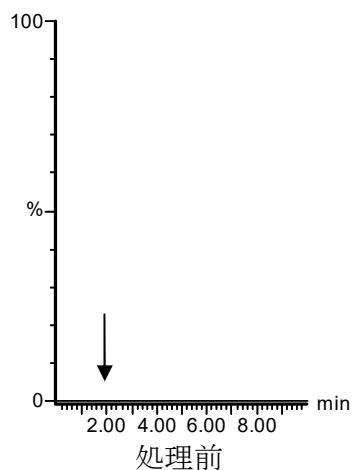


図4-1. 日植防茨城植試料のクロマトグラム

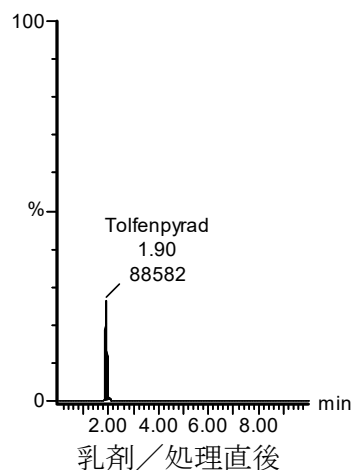
(5mL/1μL/0.2g)

220113_08
TOK-TOL-B



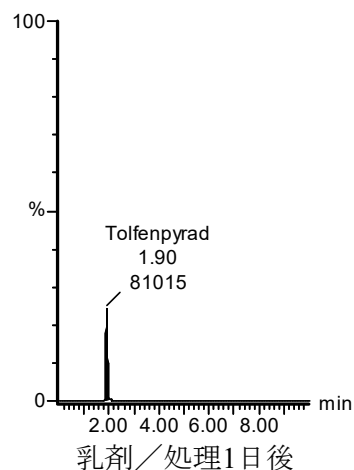
(50mL/1μL/0.2g)

220113_11
TOK-TOL-E0*10



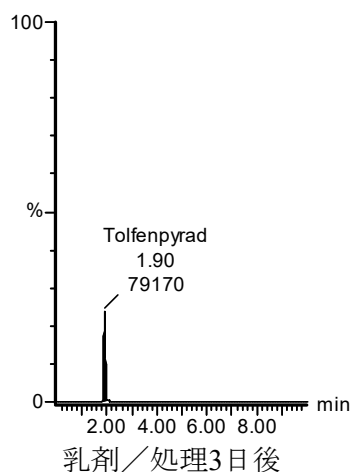
(50mL/1μL/0.2g)

220113_12
TOK-TOL-E1*10



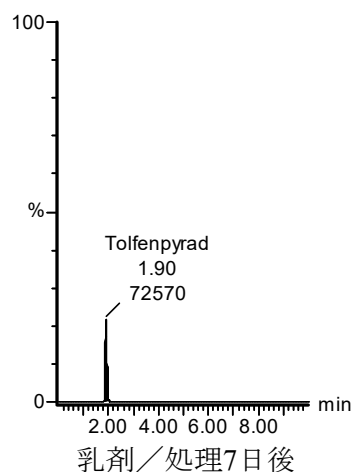
(50mL/1μL/0.2g)

220113_14
TOK-TOL-E3*10



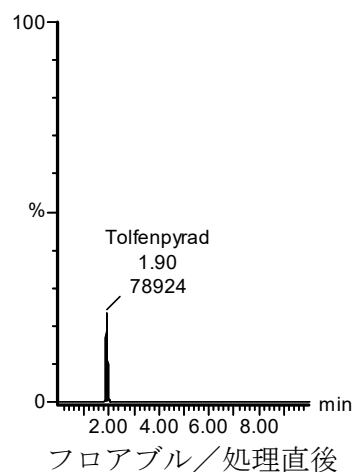
(50mL/1μL/0.2g)

220113_15
TOK-TOL-E7*10



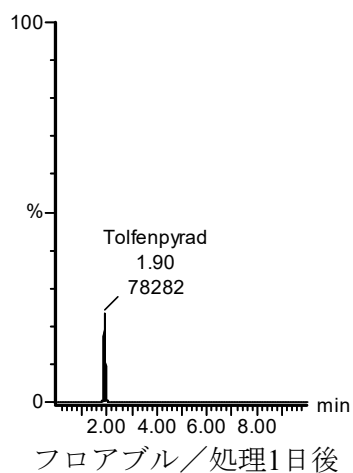
(50mL/1μL/0.2g)

220113_16
TOK-TOL-F0*10



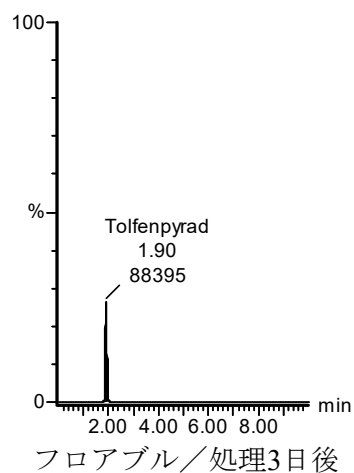
(50mL/1μL/0.2g)

220113_17
TOK-TOL-F1*10



(50mL/1μL/0.2g)

220113_18
TOK-TOL-F3*10



(50mL/1μL/0.2g)

220113_19
TOK-TOL-F7*10

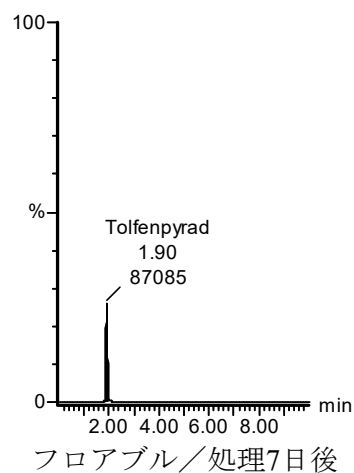


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

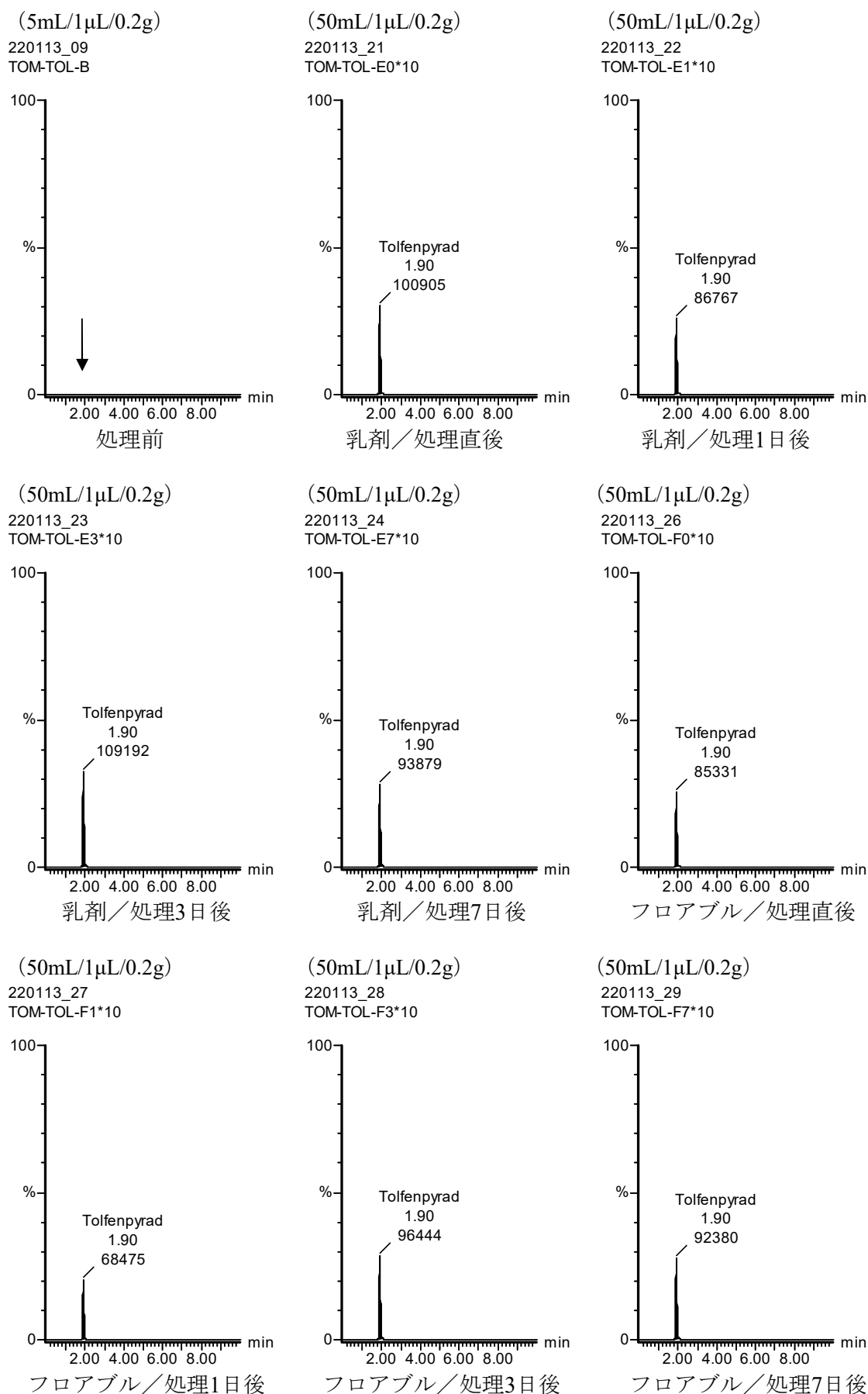


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

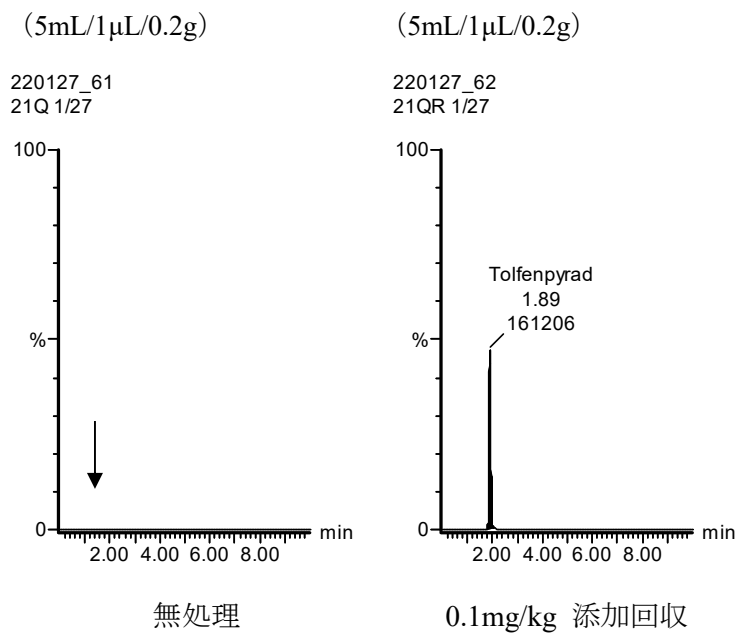


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

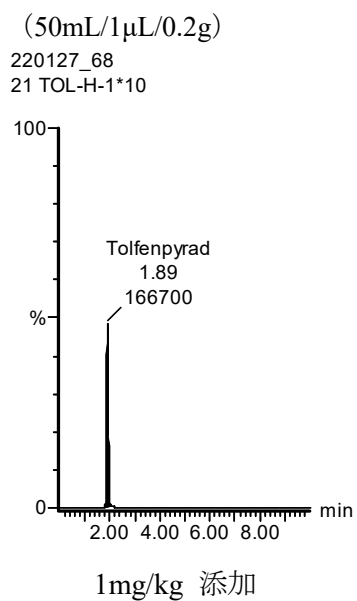


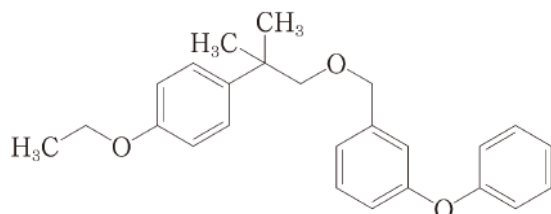
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(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：C₂₅H₂₈O₃

分子量：376.5

性状：白色結晶，僅かに芳香臭

融点：37.4±0.1℃

蒸気圧（25℃換算）：8.13×10⁻⁷ Pa

オクタノール／水分配係数（20℃）：log Pow=6.9

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

安定性：熱；25℃～150℃の範囲で安定

加水分解性半減期（25℃）；>1年（pH5，pH7，pH9）

水中光分解性半減期（25℃）；4.7日（緩衝液），7.9日（自然水）

出典：農薬ハンドブック 2021年版

2. 標準品及び試薬

エトフェンプロックス標準品：純度99.0%（富士フイルム和光純薬製）

アセトン，アセトニトリル：残留農薬試験用（関東化学製）

メタノール：LC-MS用（関東化学製）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

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

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

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

電子天秤:XSR205, XS4002S, PG2002(メラー・トレド製), S-BOX WP(インダ製)

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 1.7 μ m

溶離液: A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

A 液／B 液 (10 : 90, v/v)

カラム温度: 40°C

注入量: 1 μ L

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

エトフェンブロックス標準品 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ブロックスのピーク面積を測定し, 横軸に重量 (ng), 縦軸にピーク面積をとって検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、ヘタを除き、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6.2. 抽出

磨砕均一化した試料20gをはかりとり、アセトン100mLを加え振とう機を用い30分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス繊維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン50mLで洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで200mLに定容した。この2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

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

6.4. 定量

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

7. 定量限界値（LOQ）及び検出限界値（LOD）

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (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 (%)
日植防茨城	1	98,	98,	96,	96,	94	96	2
	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
日植防茨城	処理前	<0.01	
	処理直後	0.61	0.35
	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
日植防高知	処理前	<0.01	
	処理直後	0.66	0.51
	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
日植防宮崎	処理前	<0.01	
	処理直後	0.68	0.48
	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（クォリティーコントロール試料）を分析した。その結果、下表に示すように問題は認められなかった。

また2021年6月実施の食品衛生精度管理比較調査（一般財団法人食品薬品安全センター）における結果は良好であった。

分析日 (抽出日)	回収率 (%)	無処理試料の 分析値 (mg/kg)	使用した 無処理試料	対象試料
2022/1/11	88	<0.01	日植防茨城	日植防茨城 日植防高知
2022/1/12	94	<0.01	日植防茨城	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

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

添加濃度(mg/kg)	保存期間（日）	回収率(%)	平均回収率(%)
1	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

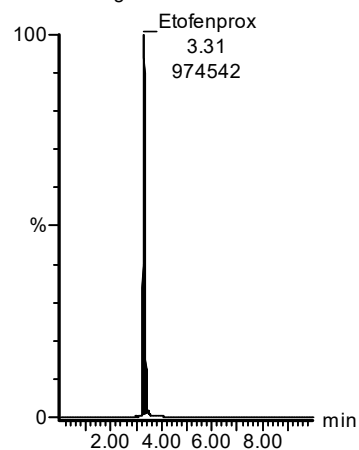
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(最終液量/注入量/試料量)

(- / 1 μ L / -)

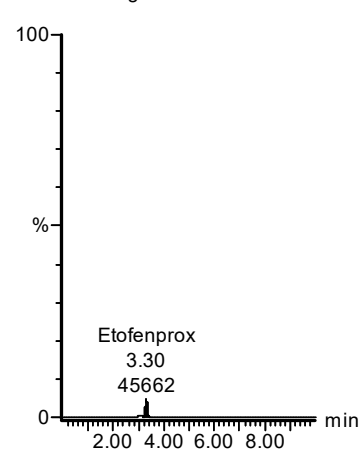
220111_06
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(- / 1 μ L / -)

220111_25
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当)

(5mL/1 μ L/-)

211227_10
21T

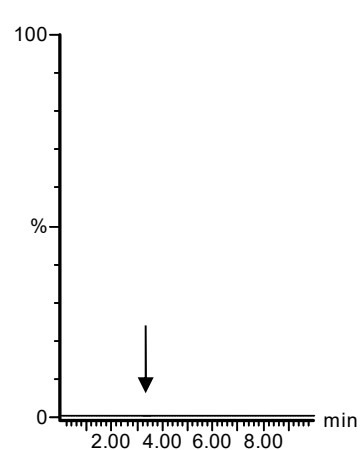
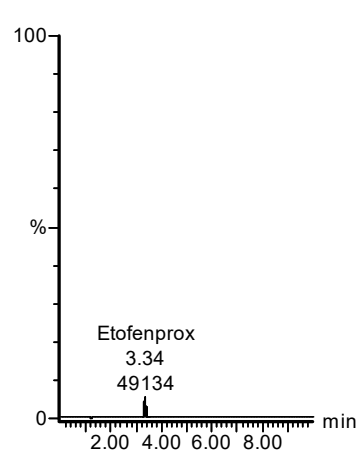


図1. エトフェンプロックス標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

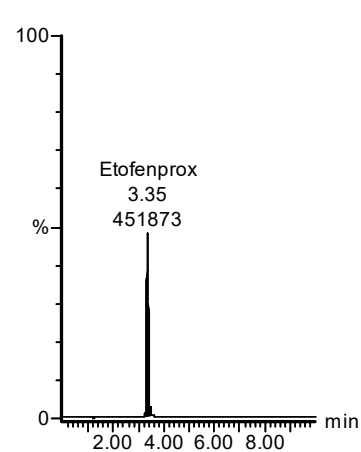
211227_13
21S-1



0.01mg/kg 添加回収

(5mL/1 μ L/0.2g)

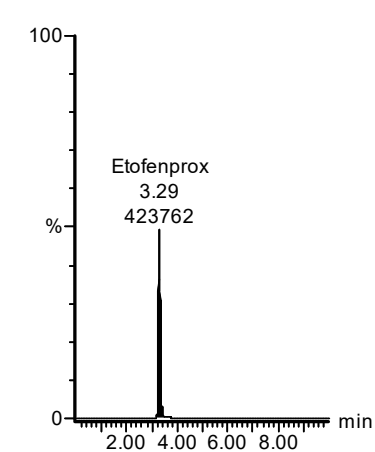
211227_19
21L0.1-1



0.1mg/kg 添加回収

(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_55
21 L1-1*10

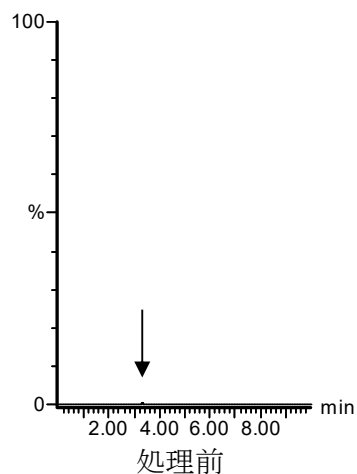


1mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

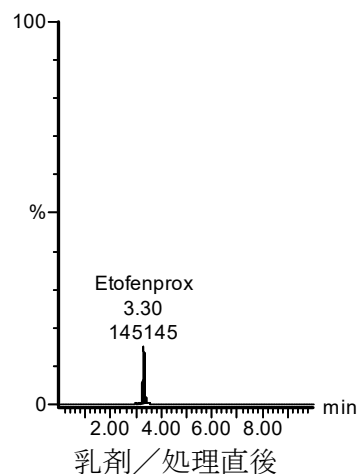
(5mL/1μL/0.2g)

220111_08
TOI-ETO-B



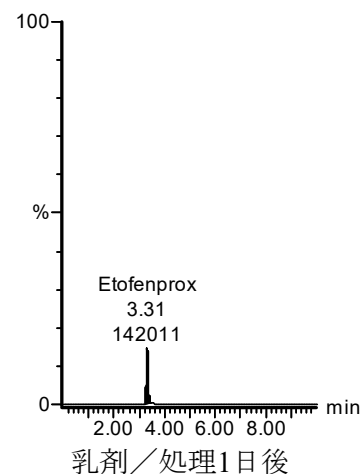
(100mL/1μL/0.2g)

220111_11
TOI-ETO-E0*20



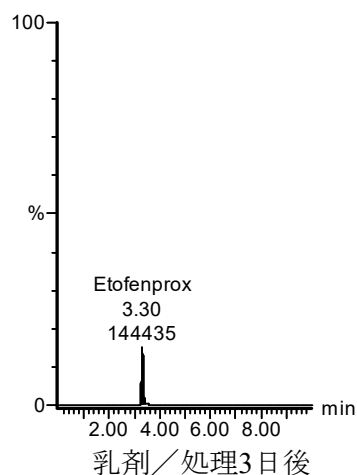
(100mL/1μL/0.2g)

220111_12
TOI-ETO-E1*20



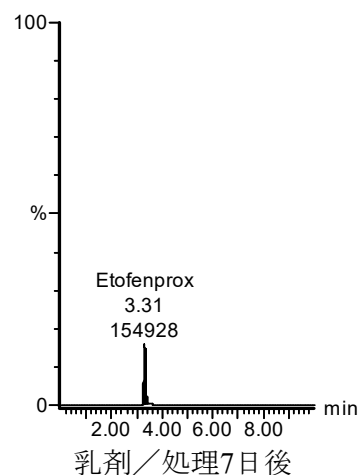
(100mL/1μL/0.2g)

220111_14
TOI-ETO-E3*20



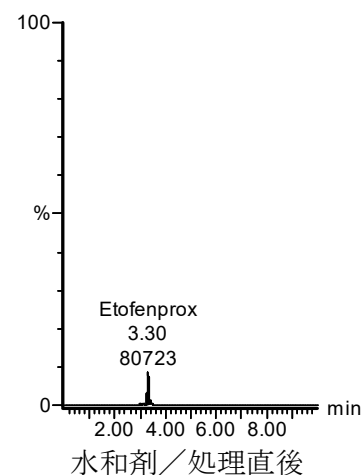
(100mL/1μL/0.2g)

220111_15
TOI-ETO-E7*20



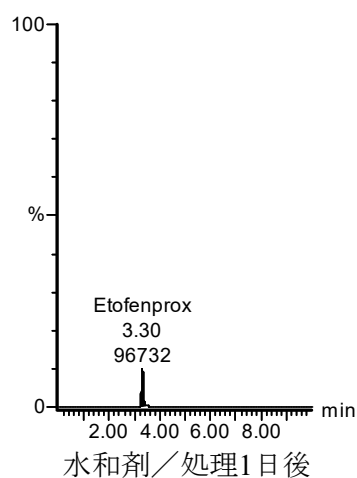
(100mL/1μL/0.2g)

220111_16
TOI-ETO-W0*20



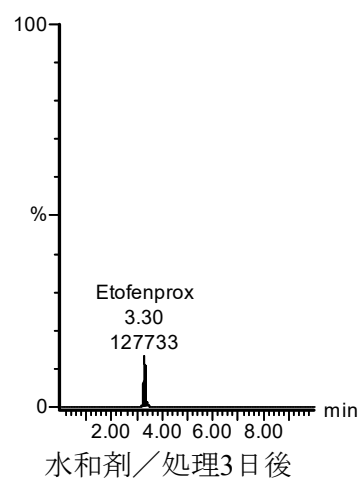
(100mL/1μL/0.2g)

220111_17
TOI-ETO-W1*20



(100mL/1μL/0.2g)

220111_18
TOI-ETO-W3*20



(100mL/1μL/0.2g)

220111_19
TOI-ETO-W7*20

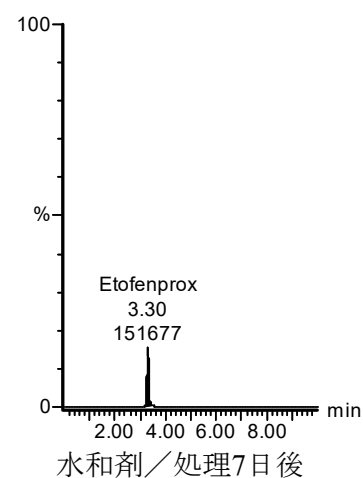
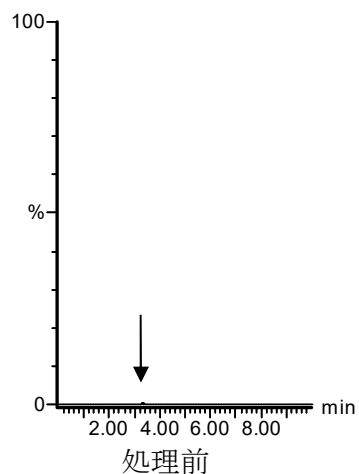


図4-1. 日植防茨城植試料のクロマトグラム

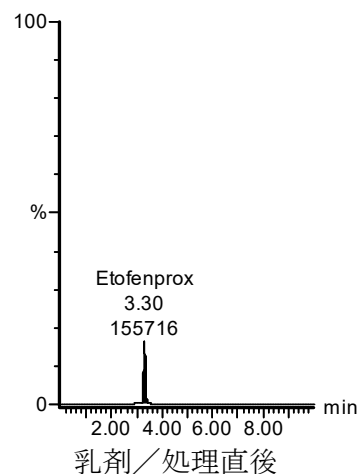
(5mL/1 μ L/0.2g)

220111_09
TOK-ETO-B



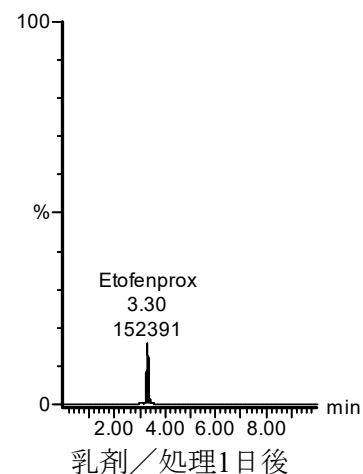
(100mL/1 μ L/0.2g)

220111_21
TOK-ETO-E0*20



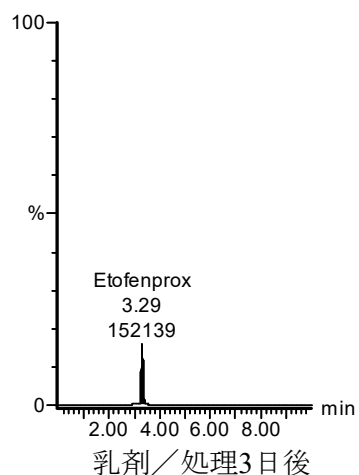
(100mL/1 μ L/0.2g)

220111_22
TOK-ETO-E1*20



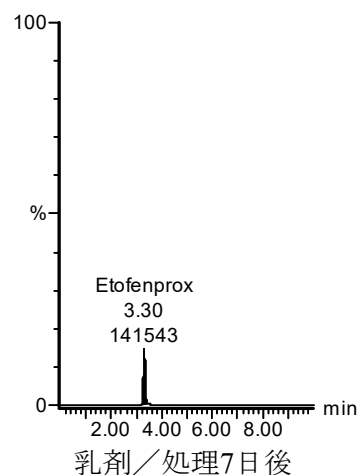
(100mL/1 μ L/0.2g)

220111_23
TOK-ETO-E3*20



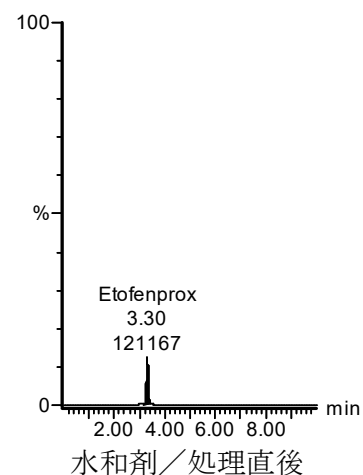
(100mL/1 μ L/0.2g)

220111_24
TOK-ETO-E7*20



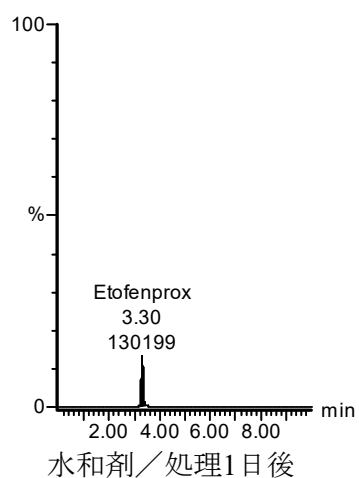
(100mL/1 μ L/0.2g)

220111_26
TOK-ETO-W0*20



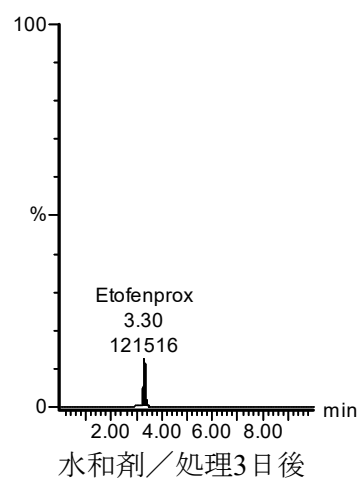
(100mL/1 μ L/0.2g)

220111_27
TOK-ETO-W1*20



(100mL/1 μ L/0.2g)

220111_28
TOK-ETO-W3*20



(50mL/1 μ L/0.2g)

220111_29
TOK-ETO-W7*20

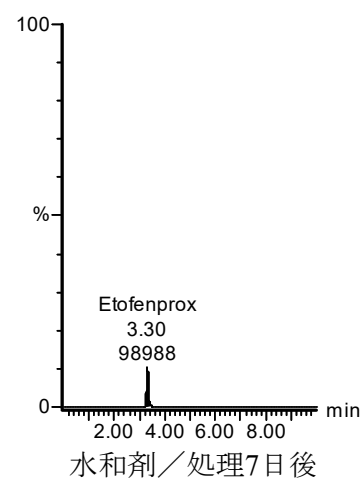
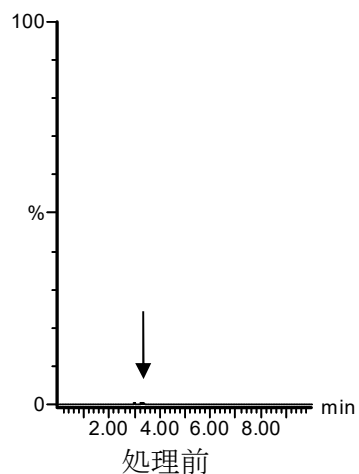


図4-2. 日植防高知試料のクロマトグラム

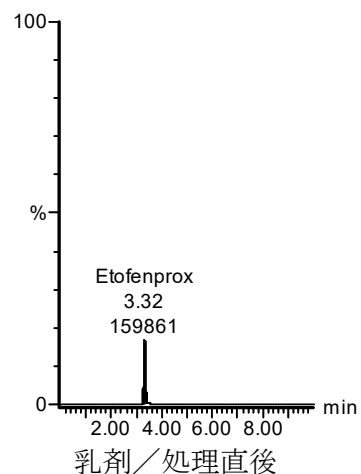
(5mL/1 μ L/0.2g)

220112_08
TOM-ETO-B



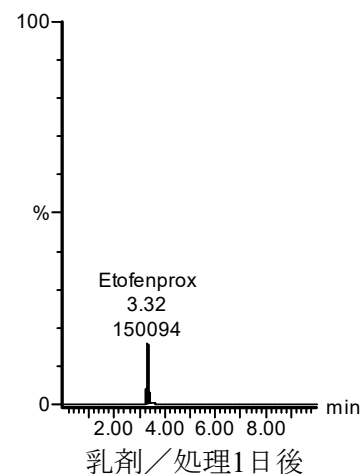
(100mL/1 μ L/0.2g)

220112_11
TOM-ETO-E0*20



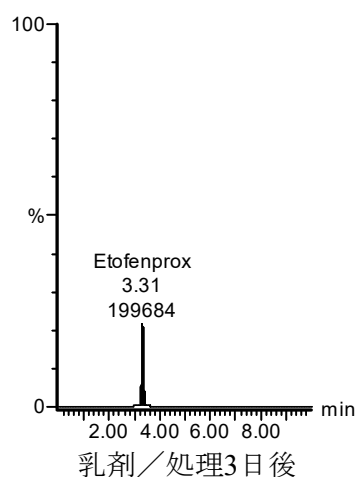
(100mL/1 μ L/0.2g)

220112_12
TOM-ETO-E1*20



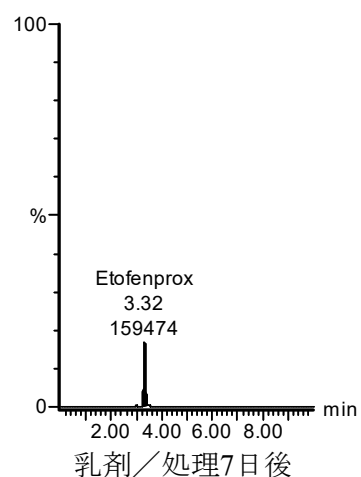
(100mL/1 μ L/0.2g)

220112_14
TOM-ETO-E3*20



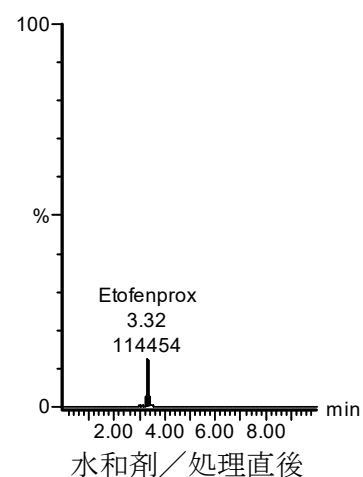
(100mL/1 μ L/0.2g)

220112_15
TOM-ETO-E7*20



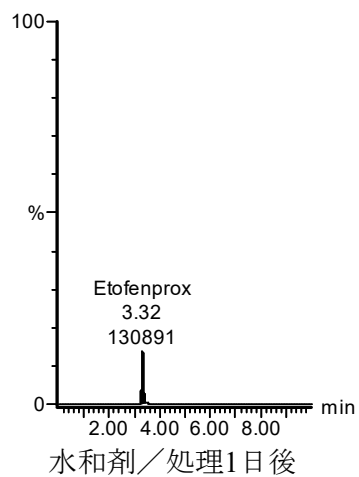
(100mL/1 μ L/0.2g)

220112_16
TOM-ETO-W0*20



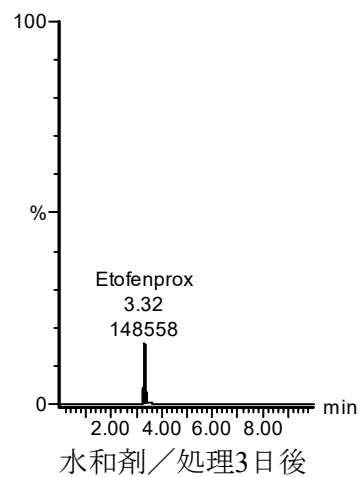
(100mL/1 μ L/0.2g)

220112_17
TOM-ETO-W1*20



(100mL/1 μ L/0.2g)

220112_18
TOM-ETO-W3*20



(100mL/1 μ L/0.2g)

220112_19
TOM-ETO-W7*20

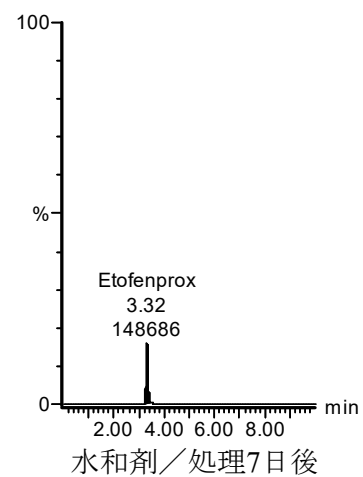


図4-3. 日植防宮崎試料のクロマトグラム

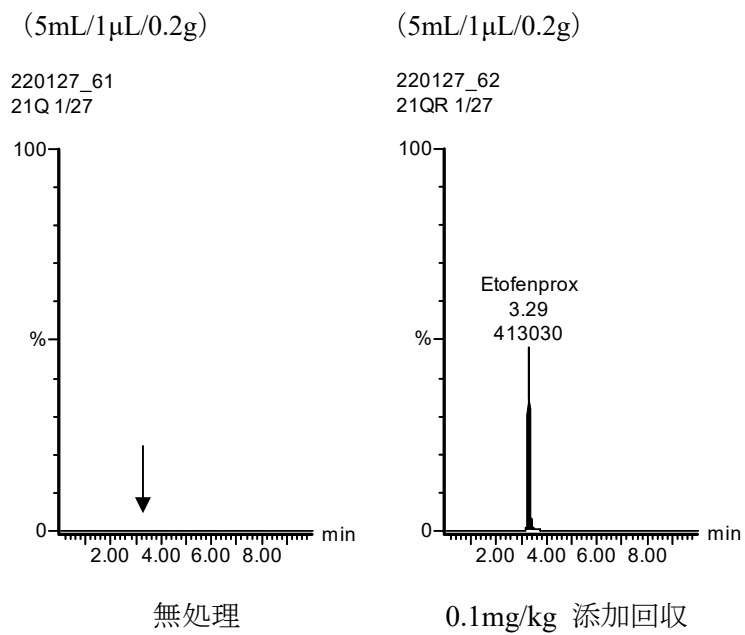


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

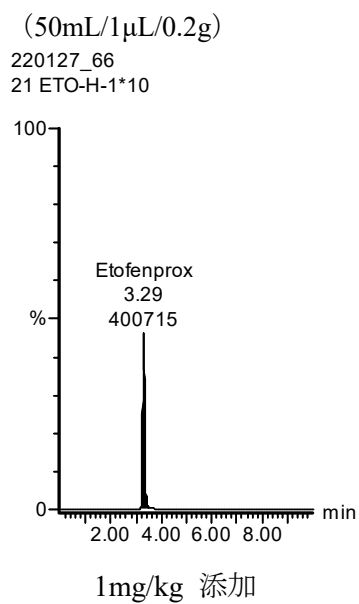


図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(d) 作物写真

1-1. ミクロブタニル



茨城 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



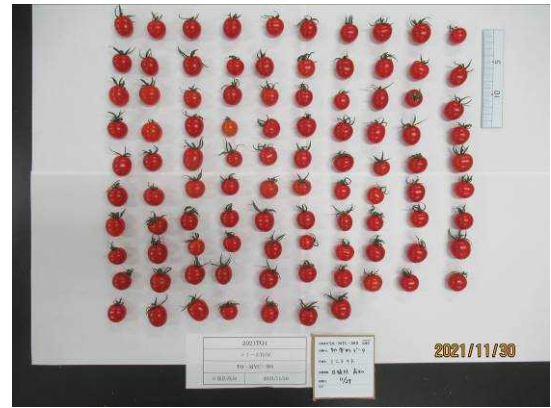
茨城 水和剤／処理7日



高知 処理前



高知 乳剂／处理直後



高知 水和剂／处理直後



高知 乳剂／处理1日後



高知 水和剂／处理1日後



高知 乳剂／处理3日後



高知 水和剂／处理3日後



高知 乳剤／処理7日後



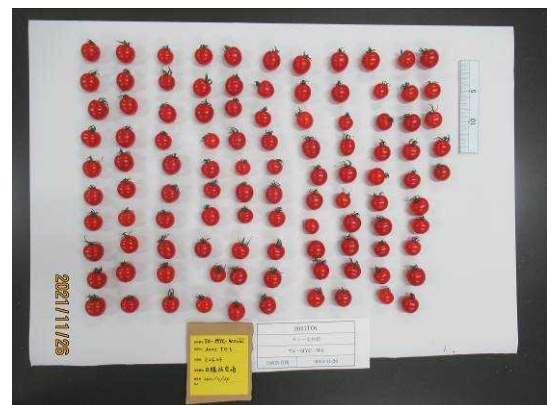
高知 水和剤／処理7日後



宮崎 処理前



宮崎 乳剤／処理直後



宮崎 水和剤／処理直後



宮崎 乳剤／処理1日後



宮崎 水和剤／処理1日後



宮崎 乳剤／処理3日後



宮崎 水和剤／処理3日後



宮崎 乳剤／処理7日後



宮崎 水和剤／処理7日後

1.2. トルフェンピラド



茨城 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



宮崎 乳剤／処理1日後



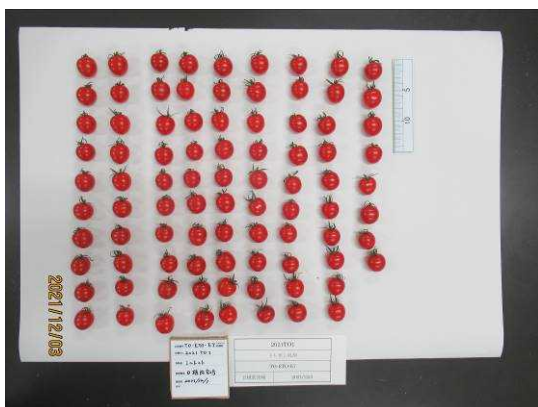
宮崎 水和剤／処理1日後



宮崎 乳剤／処理3日後



宮崎 水和剤／処理3日後



宮崎 乳剤／処理7日後



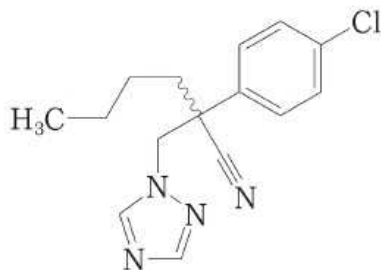
宮崎 水和剤／処理7日後

- (3) 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-(1H-1,2,4-triazol-1-ylmethyl)hexanenitrile

化学式：C₁₅H₁₇ClN₄

分子量：288.8

性状：白色，針状結晶，芳香臭

融点：71.7°C

蒸気圧（25°C）：1.72×10⁻⁶Pa

オクタノール／水分配係数（22°C）：log Pow = 1.98

溶解性（22°C）：水 142mg/L

メタノール >1000g/L，アセトン>1000g/L，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%（富士フイルム和光純薬製）

アセトン，アセトニトリル：残留農薬試験用（関東化学製）

メタノール：LC-MS用（関東化学製）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

で精製した水

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

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

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

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

ミキサー：DLC-NXPLUS（クイジナート製）

振とう機：EL-01（スギヤマゲン製）

減圧濃縮器：R-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 1.7 μ m

溶離液：A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

A 液／B 液（10：90, v/v）

カラム温度：40℃

注入量：1 μ 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℃

ソースブロック温度：150℃

キャピラリー電圧：1kV

コーン電圧：32V

コリジョン電圧：28V

イオン抽出方法：MRM 法

モニタリングイオン：プリカーサーイオン；m/z 289.16

プロダクトイオン；m/z 125.02

5. 検量線の作成

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って検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、果梗を除き、細切後ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6.2. 抽出

磨砕均一化した試料20gをはかりとり、アセトン100mLを加え振とう機を用い30分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス繊維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン50mLで洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで200mLに定容した。この2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

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

6.4. 定量

残留物を適量のメタノールで溶解し、前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入してピーク面積を求め、検量線より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 (%)
日植防山梨	0.5	100,	96,	94,	94,	94	96	3
	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
新潟植	処理前	<0.01	
	処理直後	0.10	0.11
	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
日植防茨城	処理前	<0.01	
	処理直後	0.14	0.16
	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
日植防山梨	処理前	<0.01	
	処理直後	0.11	0.09
	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

磨砕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℃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

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

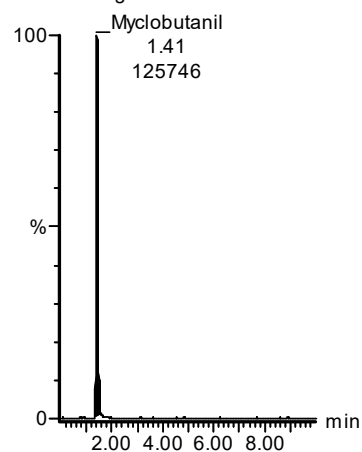
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(最終液量/注入量/試料量)

(-/1 μ L/-)

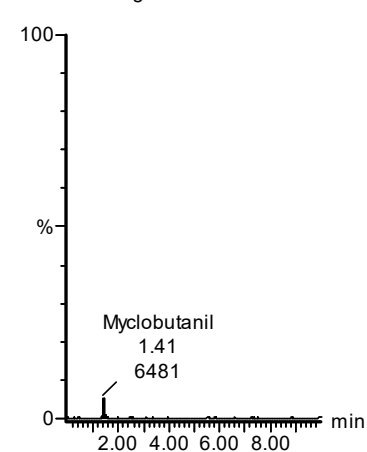
211101_13
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(-/1 μ L/-)

211101_26
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当)

(5mL/1 μ L/-)

210921_08
22T

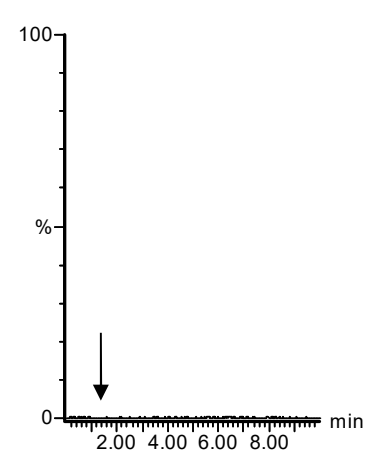
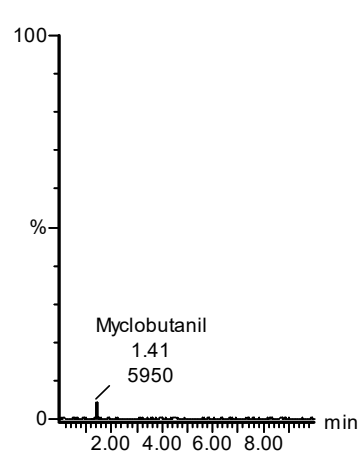


図1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

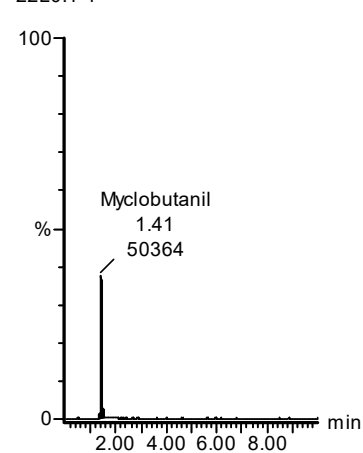
210921_11
22S-1



0.01mg/kg 添加回収

(5mL/1 μ L/0.2g)

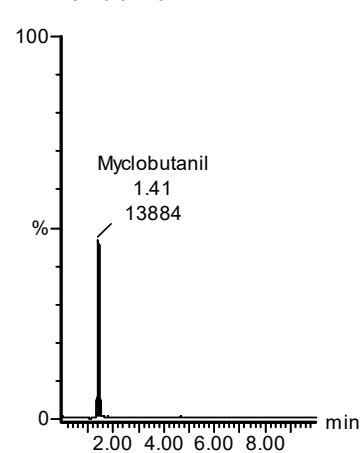
210922_08
22L0.1-1



0.1mg/kg 添加回収

(25mL/1 μ L/0.2g)

211108_22
22 MYC-L0.5-1*5

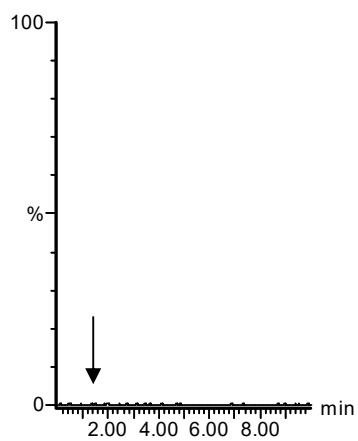


0.5mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

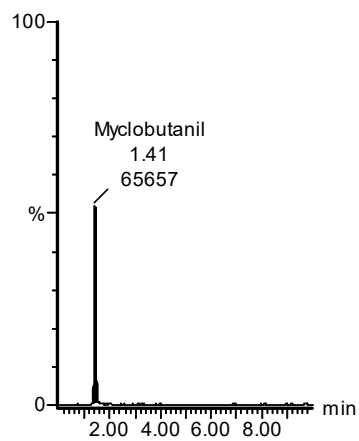
211101_17
NIN-MYC-B



処理前

(5mL/1 μ L/0.2g)

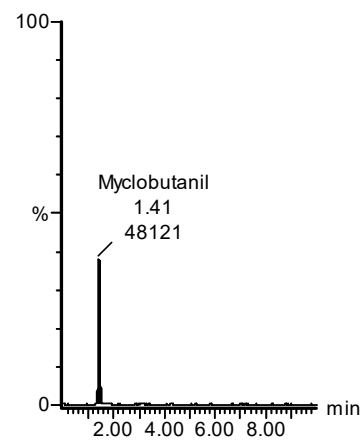
211101_19
NIN-MYC-E0



乳剤／処理直後

(5mL/1 μ L/0.2g)

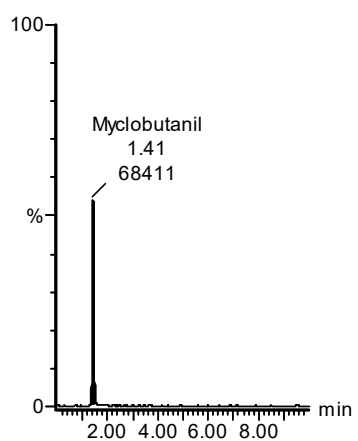
211101_20
NIN-MYC-E1



乳剤／処理1日後

(5mL/1 μ L/0.2g)

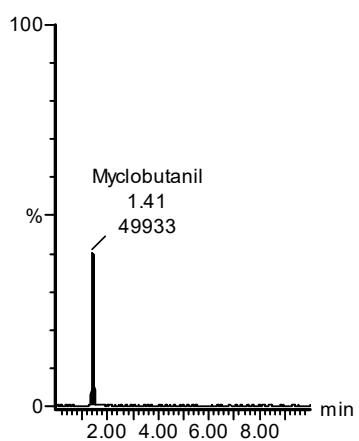
211101_21
NIN-MYC-E3



乳剤／処理3日後

(5mL/1 μ L/0.2g)

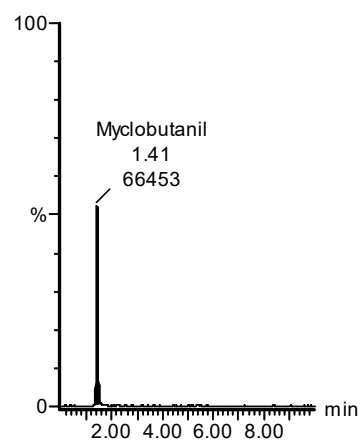
211104_10
NIN-MYC-E7



乳剤／処理7日後

(5mL/1 μ L/0.2g)

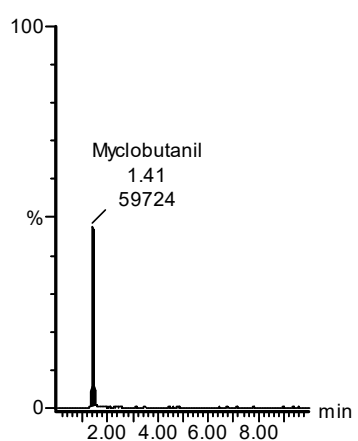
211101_22
NIN-MYC-W0



水和剤／処理直後

(5mL/1 μ L/0.2g)

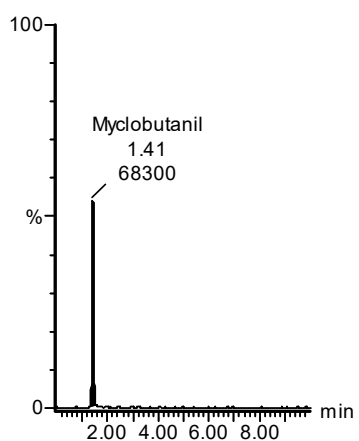
211101_23
NIN-MYC-W1



水和剤／処理1日後

(5mL/1 μ L/0.2g)

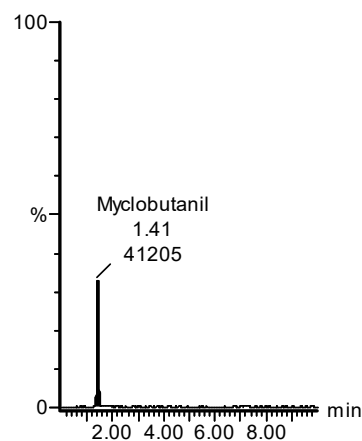
211101_24
NIN-MYC-W3



水和剤／処理3日後

(5mL/1 μ L/0.2g)

211104_11
NIN-MYC-W7

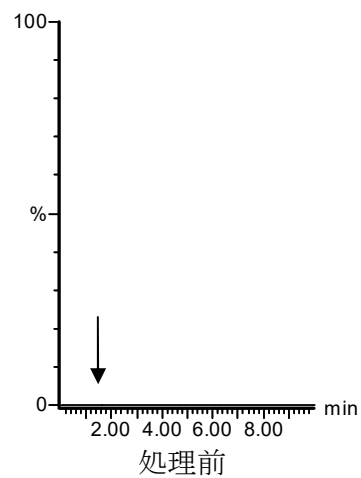


水和剤／処理7日後

図4-1. 新潟植試料のクロマトグラム

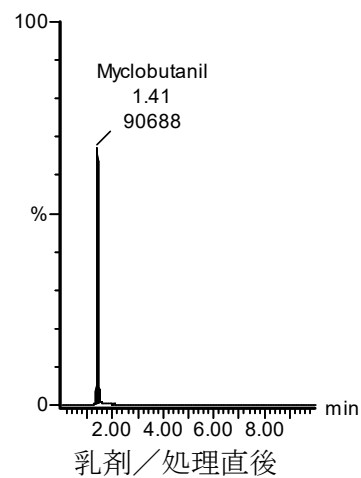
(5mL/1 μ L/0.2g)

211004_16
NII-MYC-B



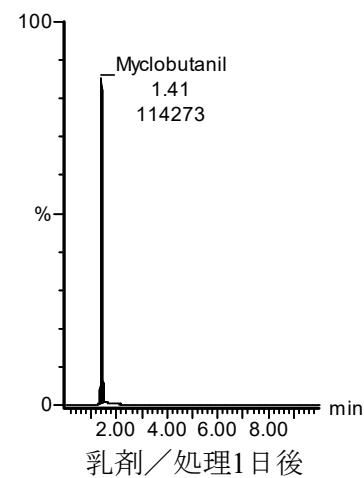
(5mL/1 μ L/0.2g)

211004_17
NII-MYC-E0



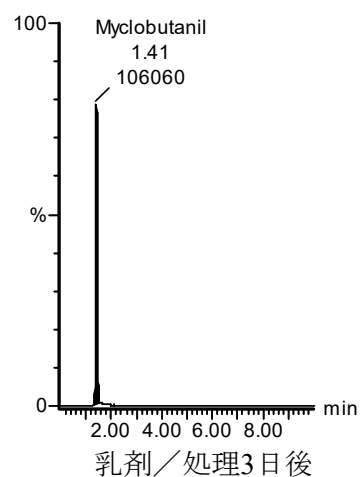
(5mL/1 μ L/0.2g)

211004_18
NII-MYC-E1



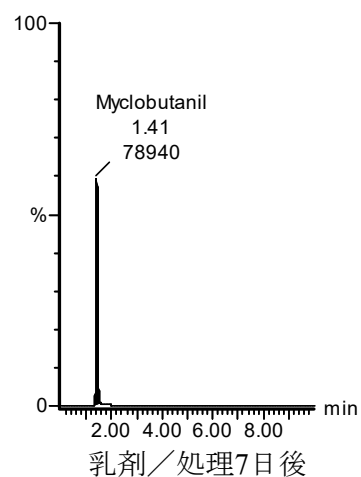
(5mL/1 μ L/0.2g)

211004_20
NII-MYC-E3



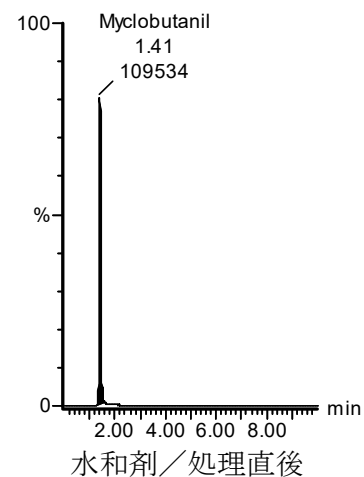
(5mL/1 μ L/0.2g)

211004_21
NII-MYC-E7



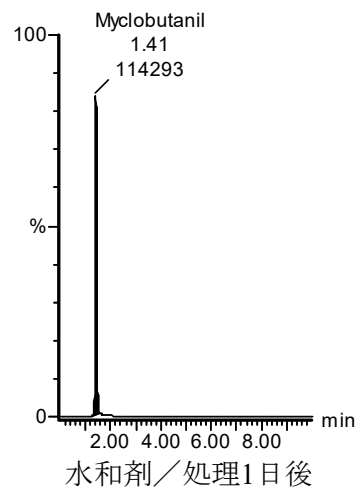
(5mL/1 μ L/0.2g)

211004_22
NII-MYC-W0



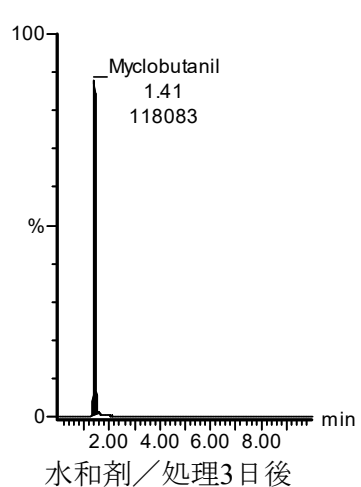
(5mL/1 μ L/0.2g)

211004_23
NII-MYC-W1



(5mL/1 μ L/0.2g)

211004_24
NII-MYC-W3



(5mL/1 μ L/0.2g)

211004_25
NII-MYC-W7

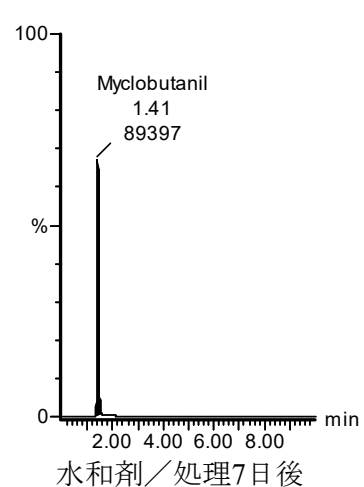
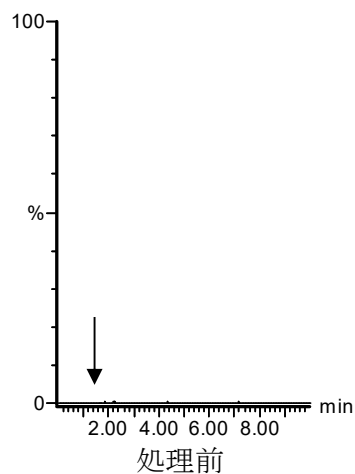


図4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム

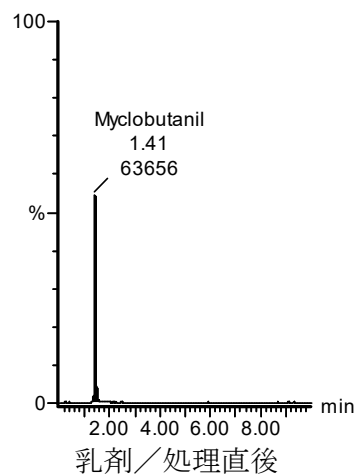
(5mL/1 μ L/0.2g)

210926_11
NIY-MYC-B



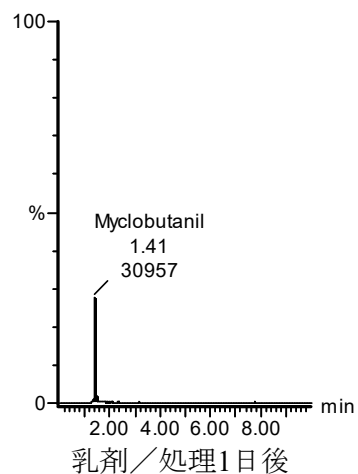
(5mL/1 μ L/0.2g)

210926_22
NIY-MYC-E0



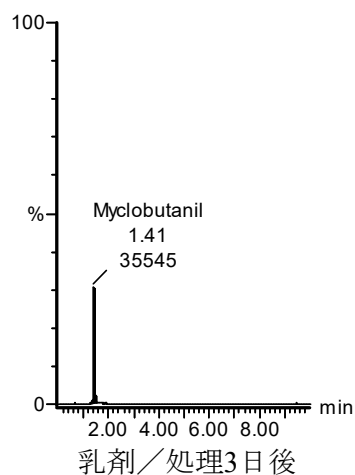
(5mL/1 μ L/0.2g)

210926_23
NIY-MYC-E1



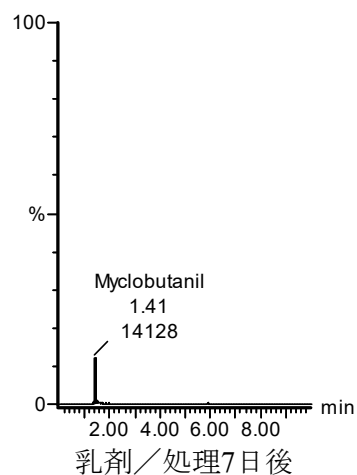
(5mL/1 μ L/0.2g)

210926_24
NIY-MYC-E3



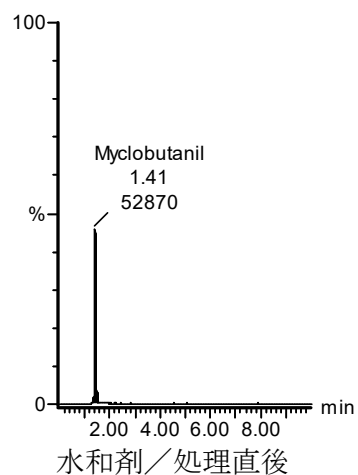
(5mL/1 μ L/0.2g)

210926_25
NIY-MYC-E7



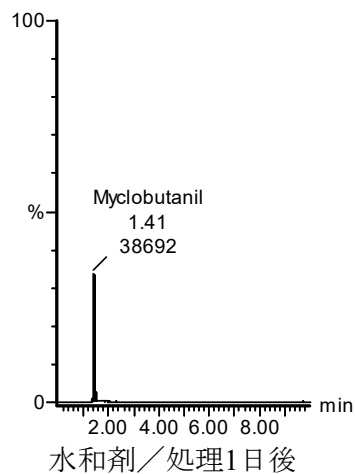
(5mL/1 μ L/0.2g)

210926_27
NIY-MYC-W0



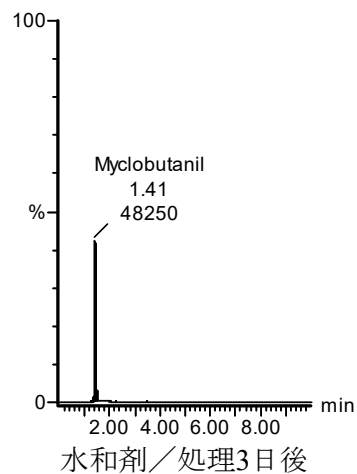
(5mL/1 μ L/0.2g)

210926_28
NIY-MYC-W1



(5mL/1 μ L/0.2g)

210926_29
NIY-MYC-W3



(5mL/1 μ L/0.2g)

210926_30
NIY-MYC-W7

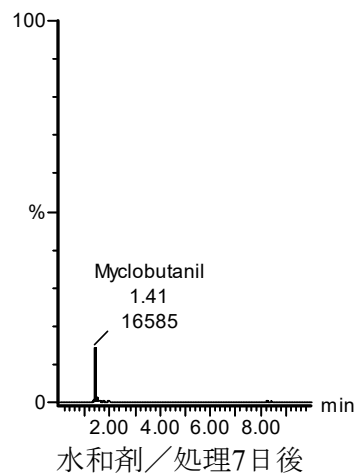


図4-3. 日植防山梨試料のクロマトグラム

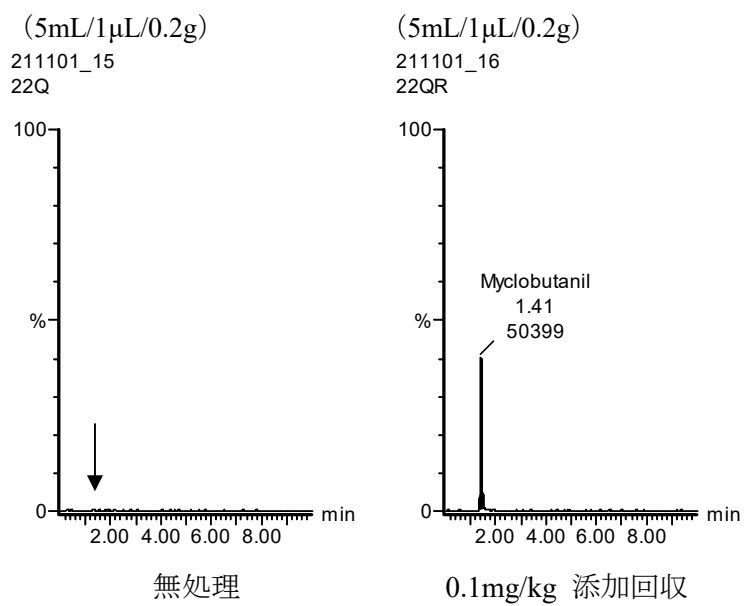


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

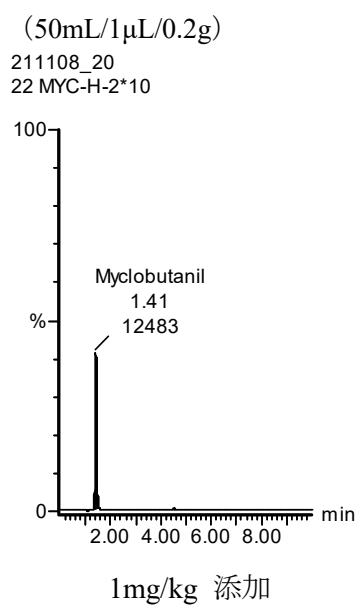


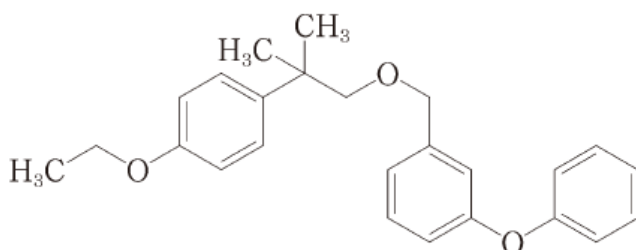
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(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：C₂₅H₂₈O₃

分子量：376.5

性状：白色結晶，僅かに芳香臭

融点：37.4±0.1℃

蒸気圧（25℃換算）：8.13×10⁻⁷ Pa

オクタノール／水分配係数（20℃）：log Pow=6.9

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

安定性：熱；25℃～150℃の範囲で安定

加水分解性半減期（25℃）；>1年（pH5，pH7，pH9）

水中光分解性半減期（25℃）；4.7日（緩衝液），7.9日（自然水）

出典：農薬ハンドブック 2021年版

2. 標準品及び試薬

エトフェンプロックス標準品：純度99.0%（富士フイルム和光純薬製）

アセトン，アセトニトリル：残留農薬試験用（関東化学製）

メタノール：LC-MS用（関東化学製）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

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

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

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

電子天秤:XSR205, XS4002S, PG2002(メラー・トレド製), S-BOX WP(インダ製)

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 1.7 μ m

溶離液: A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

A 液／B 液 (10 : 90, v/v)

カラム温度: 40°C

注入量: 1 μ L

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

エトフェンブロックス標準品 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ブロックスのピーク面積を測定し, 横軸に重量 (ng), 縦軸にピーク面積をとって検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、果梗を除き、細切後ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6.2. 抽出

磨砕均一化した試料20gをはかりとり、アセトン100mLを加え振とう機を用い30分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス繊維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン50mLで洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで200mLに定容した。この2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

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

6.4. 定量

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

7. 定量限界値（LOQ）及び検出限界値（LOD）

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (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 (%)	RSDr (%)
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
福島植	処理前	<0.01	
	処理直後	0.44	0.35
	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
日植防茨城	処理前	<0.01	
	処理直後	0.52	0.43
	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
日植防山梨	処理前	<0.01	
	処理直後	0.41	0.41
	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

磨砕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℃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

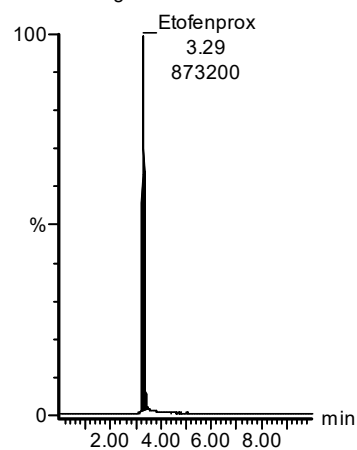
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(最終液量/注入量/試料量)

(- / 1 μ L / -)

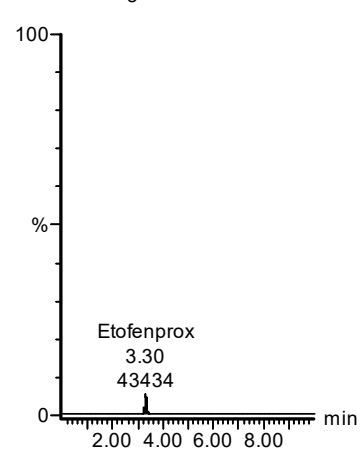
211004_01
STD0.008ng



標準品 0.008ng

(- / 1 μ L / -)

211004_04
STD0.0004ng



標準品 0.0004ng
(定量限界相当)

(5mL/1 μ L/-)

210921_08
22T

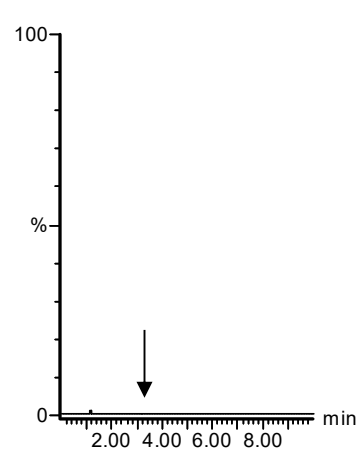
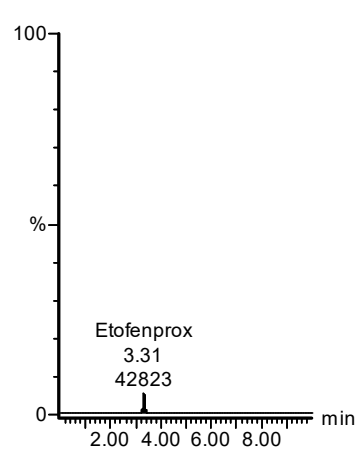


図1. エトフェンプロックス標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

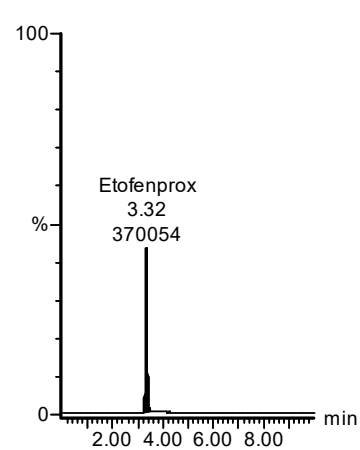
210921_11
22S-1



0.01mg/kg 添加回収

(5mL/1 μ L/0.2g)

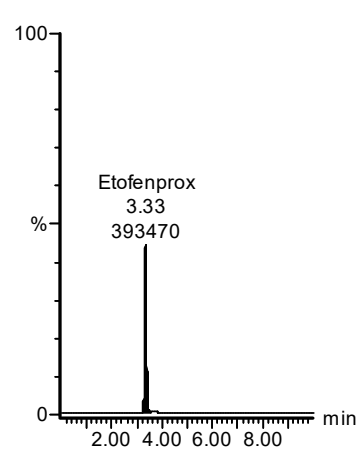
210922_08
22L0.1-1



0.1mg/kg 添加回収

(50mL/1 μ L/0.2g)

211004_38
22L1-1*10

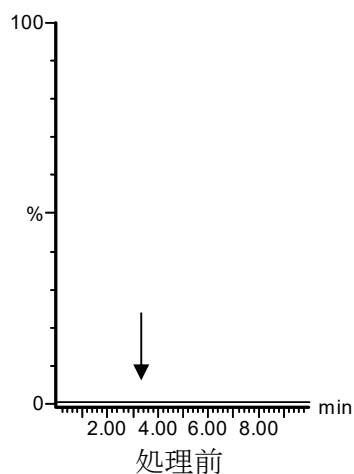


1mg/kg 添加回収

図3. 回収率のクロマトグラム

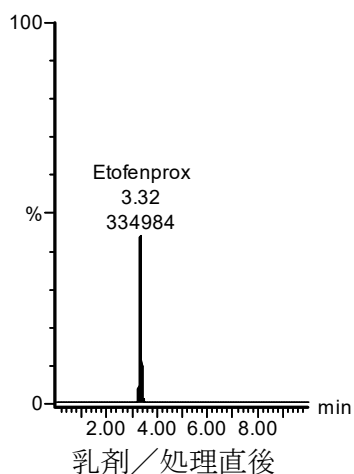
(5mL/1μL/0.2g)

211004_29
NIF-ETO-B



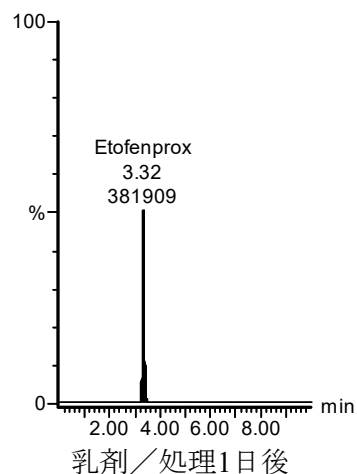
(25mL/1μL/0.2g)

211008_10
NIF-ETO-E0*5



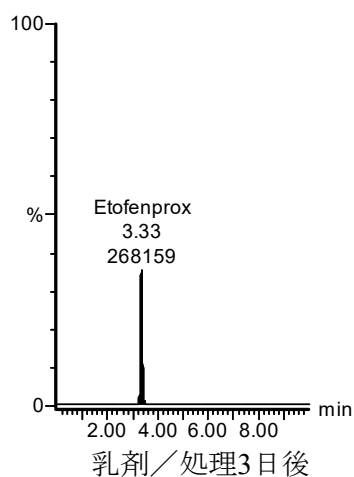
(25mL/1μL/0.2g)

211008_11
NIF-ETO-E1*5



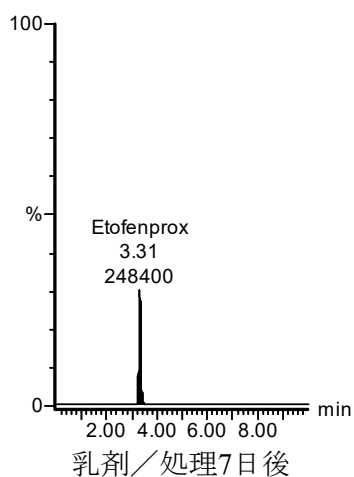
(25mL/1μL/0.2g)

211008_18
NIF-ETO-E3*5



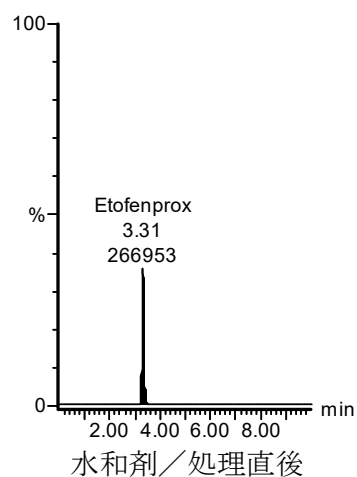
(25mL/1μL/0.2g)

211013_10
NIF-ETO-E7*5



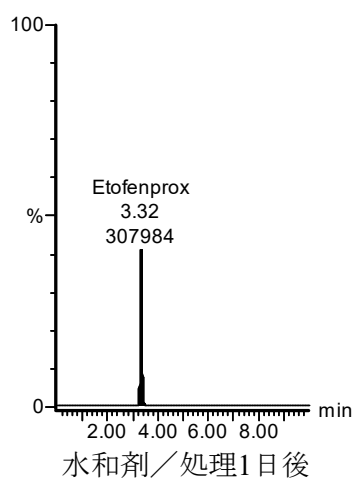
(25mL/1μL/0.2g)

211008_12
NIF-ETO-W0*5



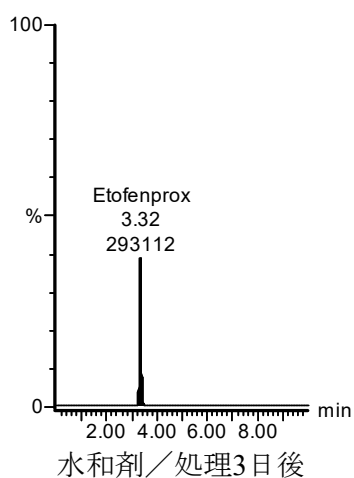
(25mL/1μL/0.2g)

211008_13
NIF-ETO-W1*5



(25mL/1μL/0.2g)

211008_19
NIF-ETO-W3*5



(25mL/1μL/0.2g)

211013_11
NIF-ETO-W7*5

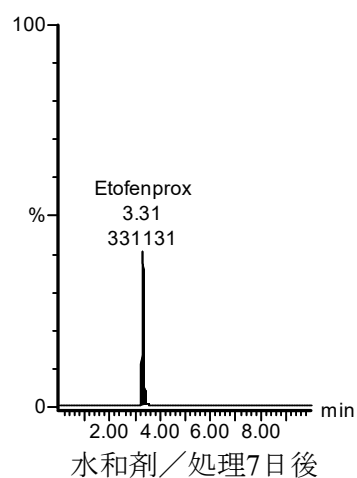
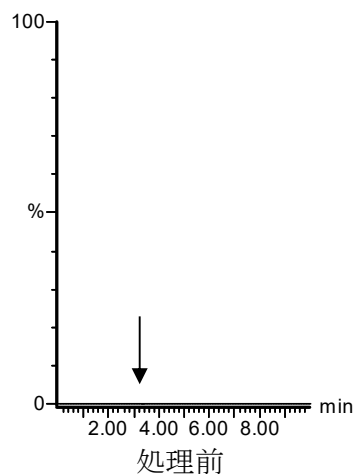


図4-1. 福島植試料のクロマトグラム

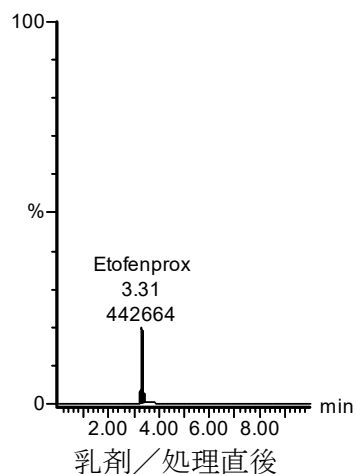
(5mL/1μL/0.2g)

210927_30
NII-ETO-B



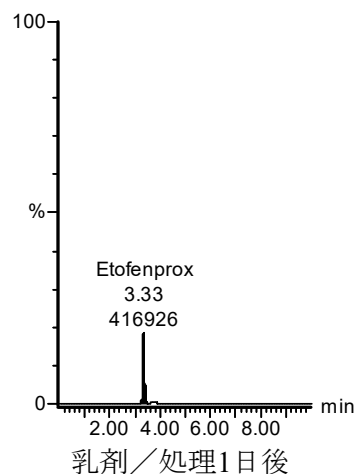
(25mL/1μL/0.2g)

210927_42
NII-ETO-E0*5



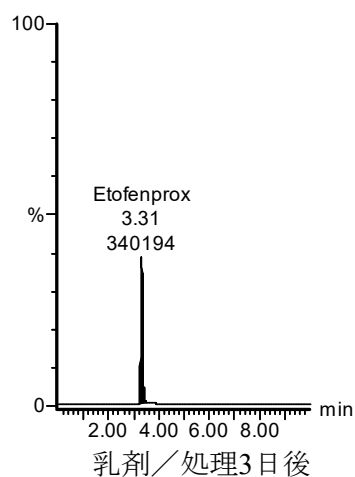
(25mL/1μL/0.2g)

210927_43
NII-ETO-E1*5



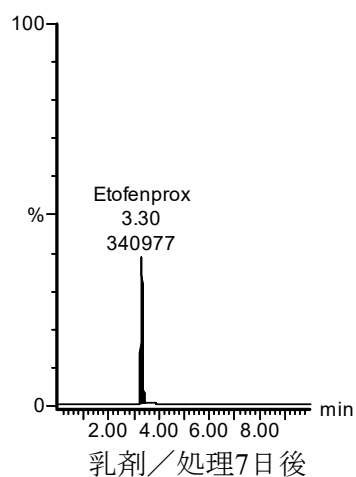
(25mL/1μL/0.2g)

211004_09
R NII-ETO-E3*5



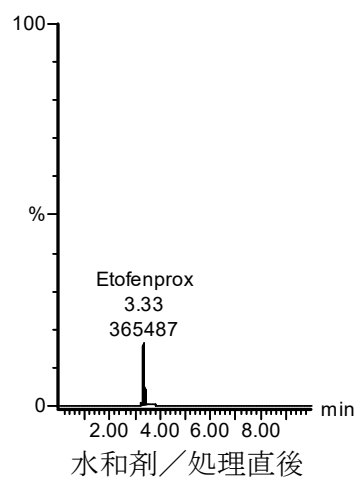
(25mL/1μL/0.2g)

211004_10
R NII-ETO-E7*5



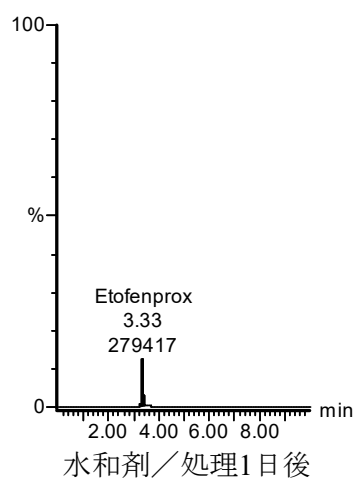
(25mL/1μL/0.2g)

210927_44
NII-ETO-W0*5



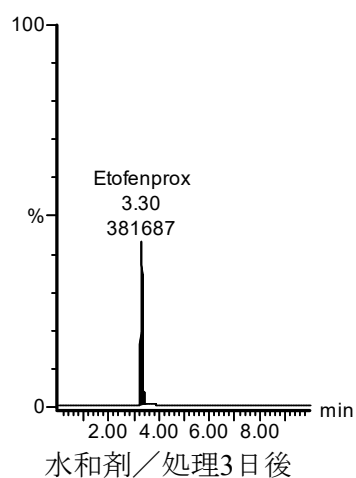
(25mL/1μL/0.2g)

210927_45
NII-ETO-W1*5



(25mL/1μL/0.2g)

211004_11
R NII-ETO-W3*5



(25mL/1μL/0.2g)

211004_12
R NII-ETO-W7*5

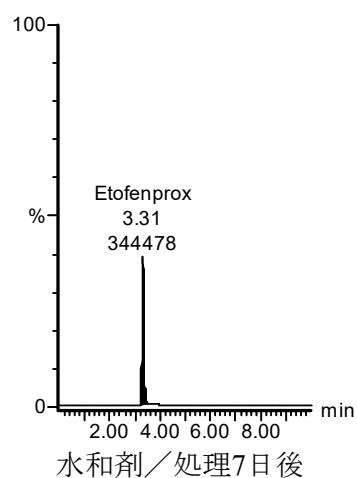
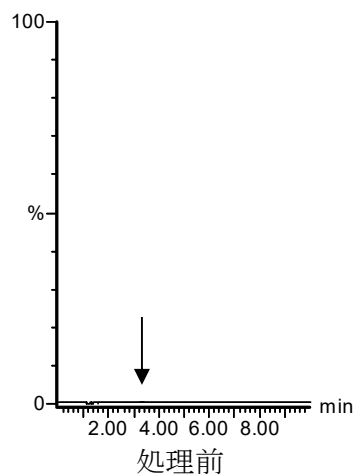


図4-2. 日植防茨城試料のクロマトグラム

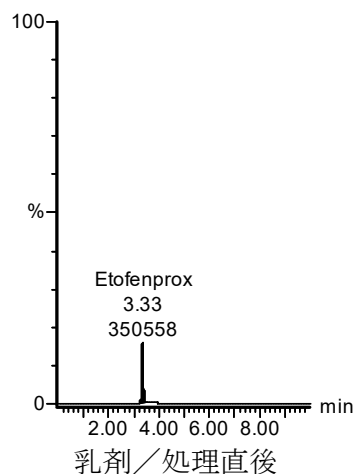
(5mL/1μL/0.2g)

210926_10
NIY-ETO-B



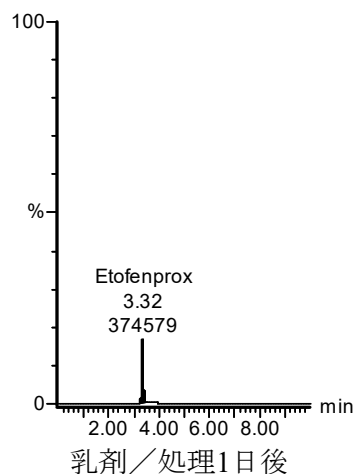
(25mL/1μL/0.2g)

210927_09
R NIY-ETO-E0*5



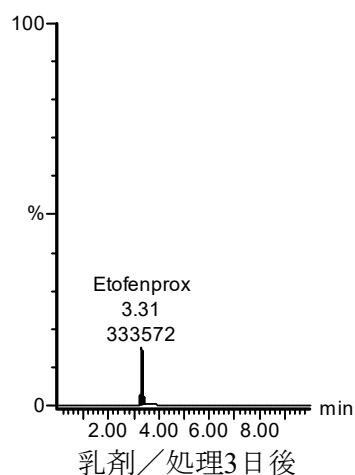
(25mL/1μL/0.2g)

210927_10
R NIY-ETO-E1*5



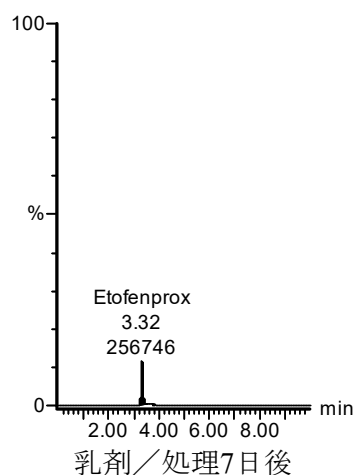
(25mL/1μL/0.2g)

210927_11
R NIY-ETO-E3*5



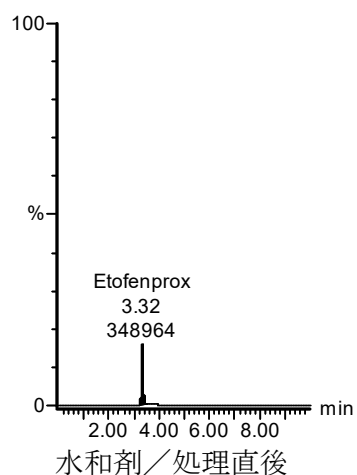
(25mL/1μL/0.2g)

210927_12
R NIY-ETO-E7*5



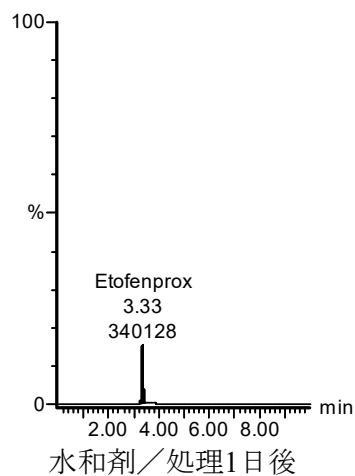
(25mL/1μL/0.2g)

210927_14
R NIY-ETO-W0*5



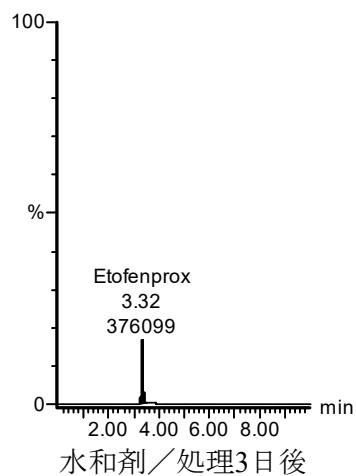
(25mL/1μL/0.2g)

210927_15
R NIY-ETO-W1*5



(25mL/1μL/0.2g)

210927_16
R NIY-ETO-W3*5



(25mL/1μL/0.2g)

210927_17
R NIY-ETO-W7*5

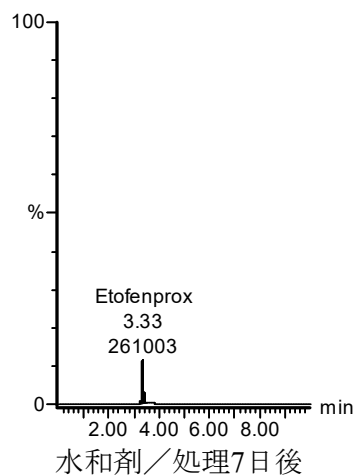


図4-3. 日植防山梨試料のクロマトグラム

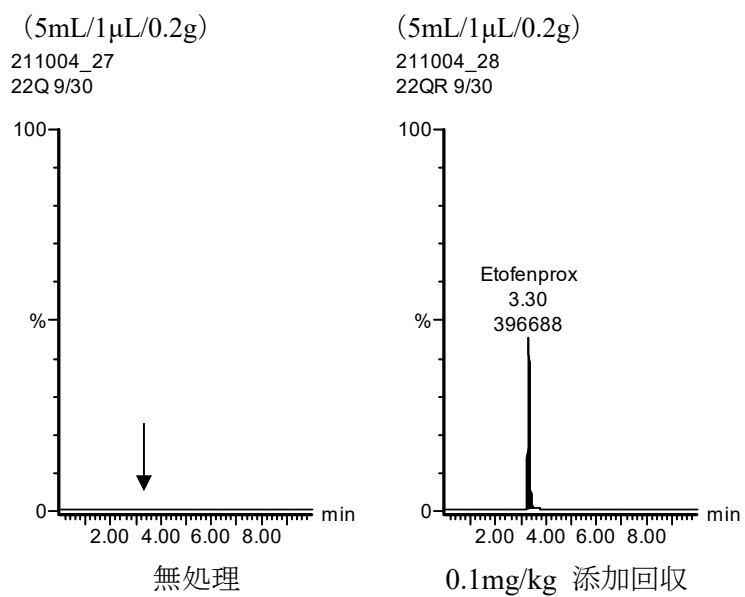


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

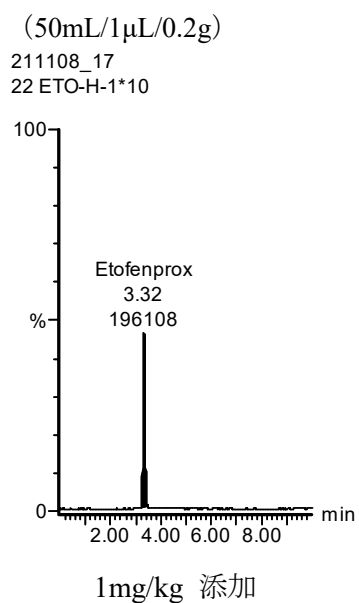


図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(c) 作物写真

1-1. ミクロブタニル



新潟 処理前



新潟 処理直後



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



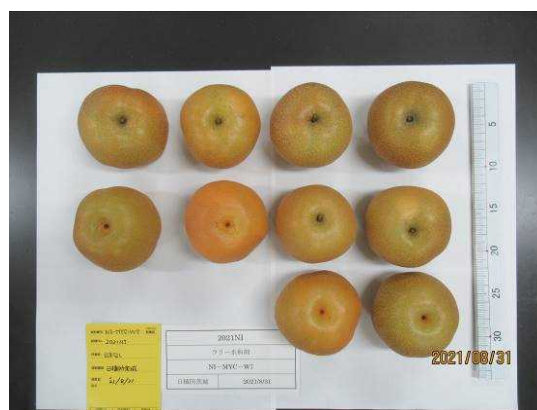
茨城 乳剤／処理3日後



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 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

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

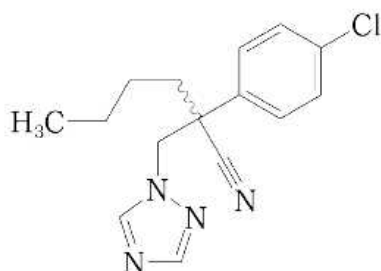
3-2. 調査2

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

化学式：C₁₅H₁₇ClN₄

分子量：288.8

性状：白色，針状結晶，芳香臭

融点：71.7°C

蒸気圧 (25°C)：1.72×10⁻⁶Pa

オクタノール／水分配係数 (22°C)：log Pow = 1.98

溶解性 (22°C)：水 142mg/L

メタノール >1000g/L, アセトン >1000g/L, 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% (富士フイルム和光純薬製)

アセトン，アセトニトリル：残留農薬試験用 (関東化学製)

メタノール：LC-MS用 (関東化学製)

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用 (関東化学製)

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

PLS-2ミニカラム：InertSep PLS-2 500mg/6mL（ジーエルサイエンス製）
PSAミニカラム：Bond Elut PSA Jr 500 mg（アジレント・テクノロジー製）
濾紙：No.5A（桐山製作所製）
ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

電子天秤：XSR205, XS4002S, PG2002（メラー・トレド製），S-BOX WP（イシダ製）
ミキサー：DLC-NXPLUS（クイジナート製）
振とう機：EL-01（スギヤマゲン製）
減圧濃縮器：R-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 1.7 μ m
溶離液：A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液
B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液
A 液／B 液（10：90，v/v）
カラム温度：40°C
注入量：1 μ 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って検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、ヘタを除き、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6.2. 抽出

磨砕均一化した試料20gをはかりとり、アセトン100mLを加え振とう機を用い30分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス繊維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン50mLで洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで200mLに定容した。この2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

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

6.4. 定量

残留物を適量のメタノールで溶解し、前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入してピーク面積を求め、検量線より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 (%)
日植防茨城	1	100 97, 96, 95, 94	96	2
	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
日植防茨城	—	処理前	<0.01	
	100L/10a	処理直後	0.41	0.31
		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
	300L/10a	処理直後	0.33	0.30
		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
	50L/10a	処理1日後	—	0.21
日植防高知	—	処理前	<0.01	
	100L/10a	処理直後	0.29	0.22
		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
	300L/10a	処理直後	0.27	0.23
		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
	50L/10a	処理1日後	—	0.17

	—	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	0.22
		処理3日後	0.27	0.21
		処理7日後	0.21	0.22
	300L/10a	処理直後	0.41	0.34
		処理1日後	0.39	0.40
		処理3日後	0.33	0.36
		処理7日後	0.31	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

磨砕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℃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

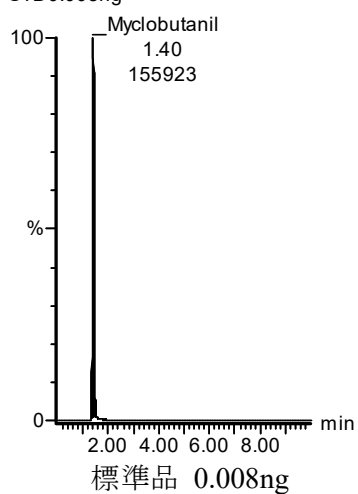
図5. 内部精度管理のクロマトグラム

図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(最終液量/注入量/試料量)

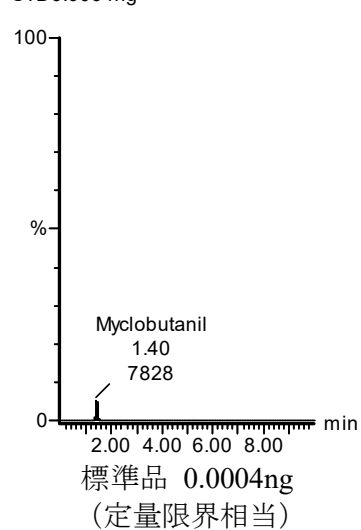
(- / 1 μ L / -)

220117_01
STD0.008ng



(- / 1 μ L / -)

220117_04
STD0.0004ng



(5mL/1 μ L/-)

220114_08
23T

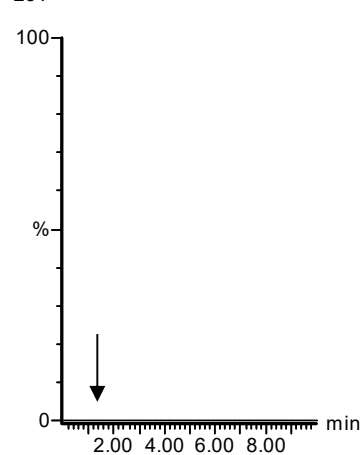
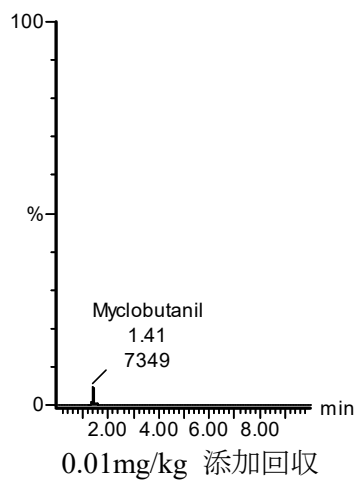


図1. ミクロブタニル標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

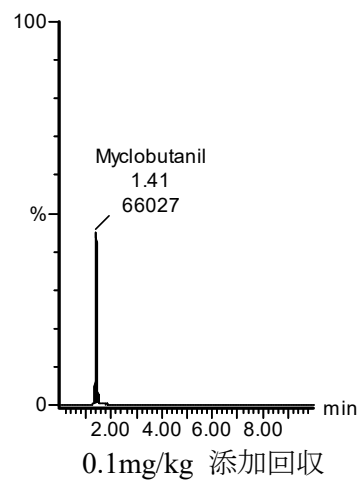
(5mL/1 μ L/0.2g)

220114_10
23S-1



(5mL/1 μ L/0.2g)

220114_17
23L0.1-1



(50mL/1 μ L/0.2g)

220128_15
23 L-1*10

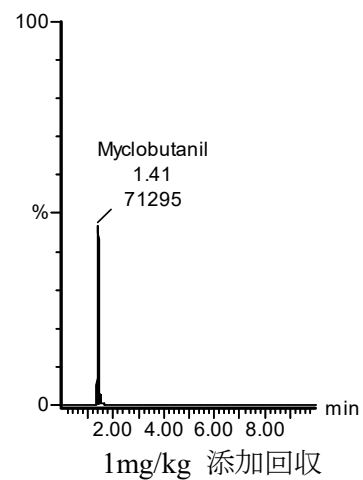
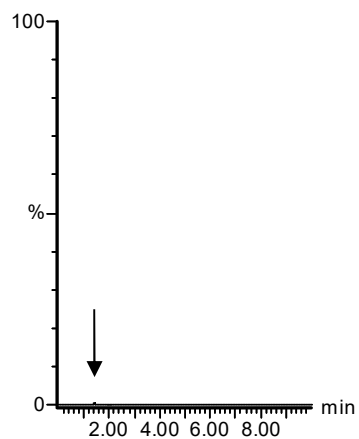


図3. 回収率のクロマトグラム

(5mL/1μL/0.2g)

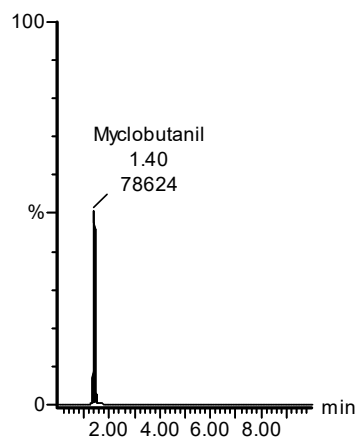
220117_08
IMYC-B



処理前

(20mL/1μL/0.2g)

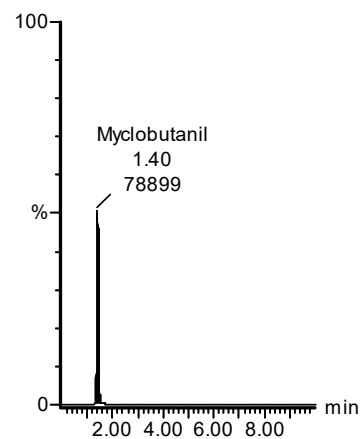
220117_10
IMYC-100-E0*4



乳剤／処理直後

(20mL/1μL/0.2g)

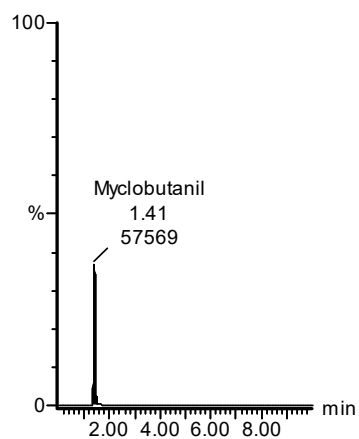
220117_11
IMYC-100-E1*4



乳剤／処理1日後

(20mL/1μL/0.2g)

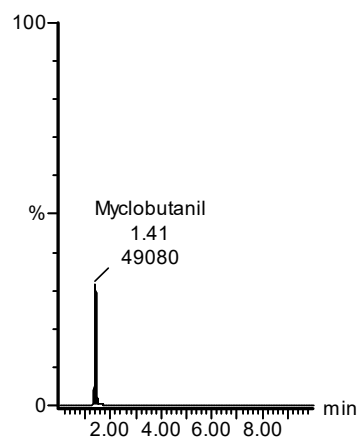
220117_12
IMYC-100-E3*4



乳剤／処理3日後

(20mL/1μL/0.2g)

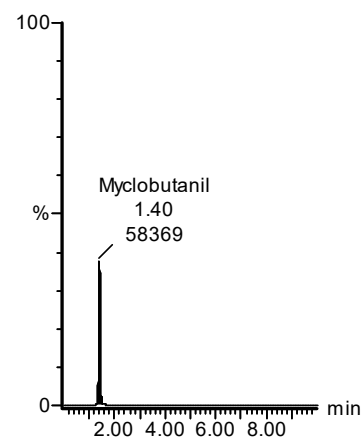
220117_13
IMYC-100-E7*4



乳剤／処理7日後

(20mL/1μL/0.2g)

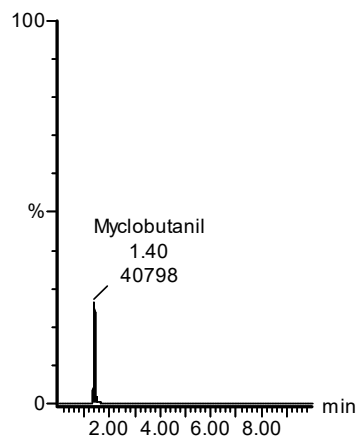
220117_15
IMYC-100-W0*4



水和剤／処理直後

(20mL/1μL/0.2g)

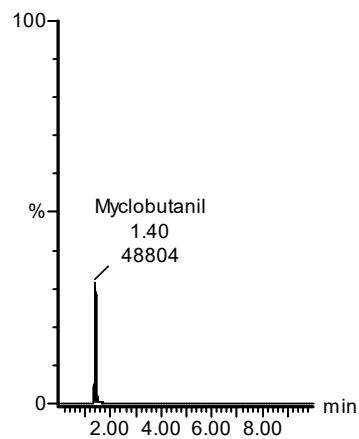
220117_16
IMYC-100-W1*4



水和剤／処理1日後

(20mL/1μL/0.2g)

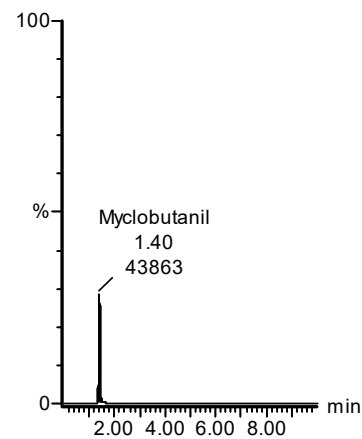
220117_17
IMYC-100-W3*4



水和剤／処理3日後

(20mL/1μL/0.2g)

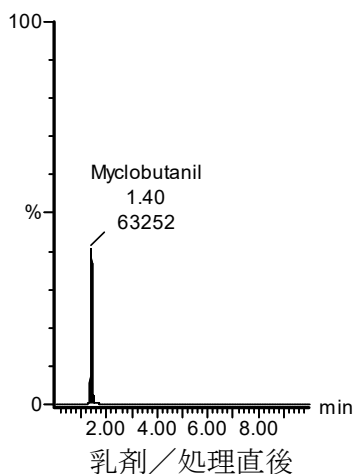
220117_18
IMYC-100-W7*4



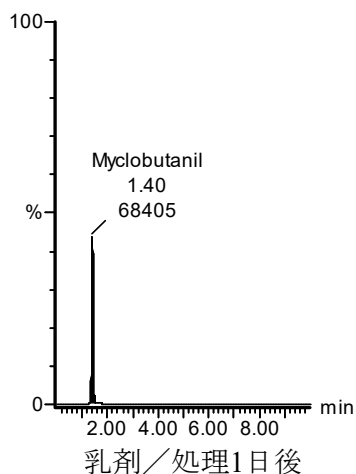
水和剤／処理7日後

図4-1. 日植防茨城（100L/10a）試料のクロマトグラム

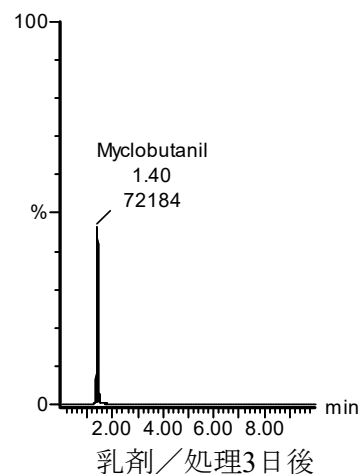
(20mL/1 μ L/0.2g)
220117_21
IMYC-300-E0*4



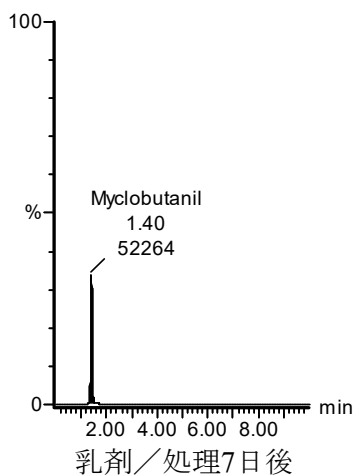
(20mL/1 μ L/0.2g)
220117_22
IMYC-300-E1*4



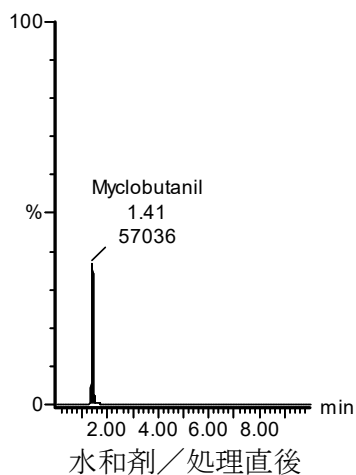
(20mL/1 μ L/0.2g)
220117_23
IMYC-300-E3*4



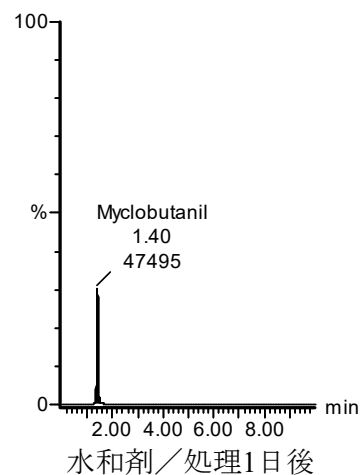
(20mL/1 μ L/0.2g)
220117_24
IMYC-300-E7*4



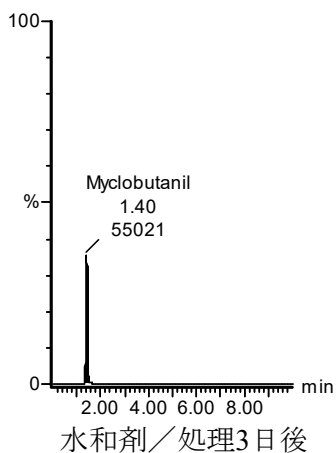
(20mL/1 μ L/0.2g)
220117_26
IMYC-300-W0*4



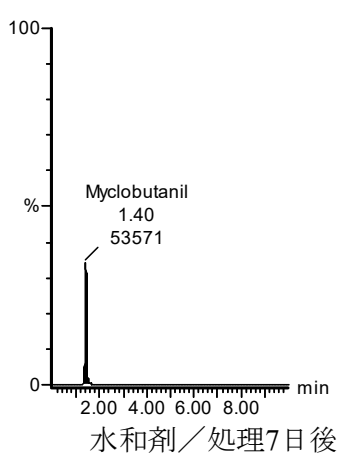
(20mL/1 μ L/0.2g)
220117_27
IMYC-300-W1*4



(20mL/1 μ L/0.2g)
220117_28
IMYC-300-W3*4



(20mL/1 μ L/0.2g)
220117_29
IMYC-300-W7*4



(20mL/1 μ L/0.2g)
220117_20
IMYC-050-W1*4

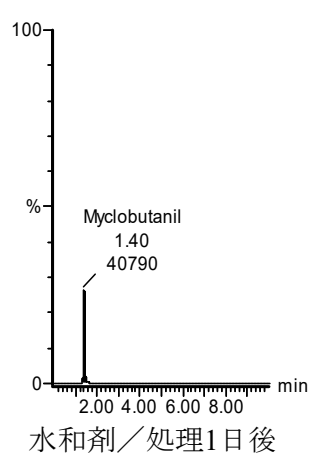
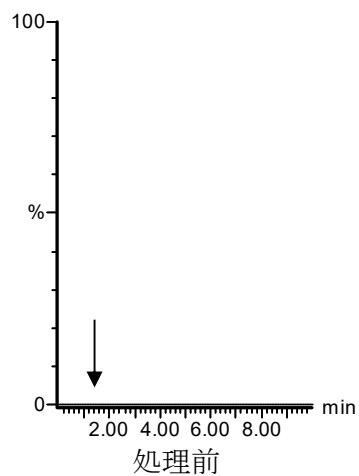


図4-2. 日植防茨城（300L/10a）試料のクロマトグラム

図4-3. 日植防茨城
（50L/10a）試料のクロ
マトグラム

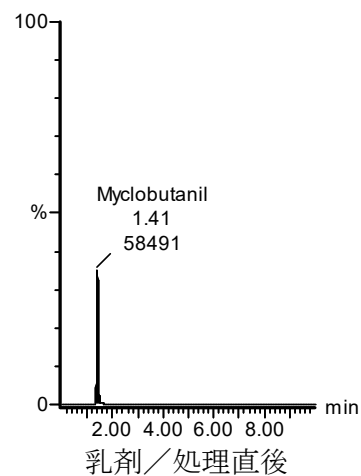
(5mL/1μL/0.2g)

220118_08
KMYC-B



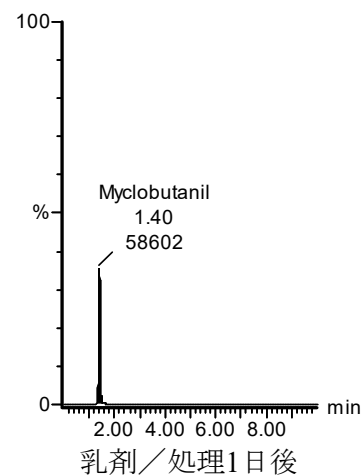
(20mL/1μL/0.2g)

220118_10
KMYC-100-E0*4



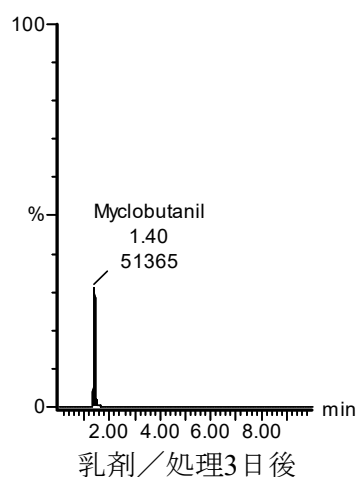
(20mL/1μL/0.2g)

220118_11
KMYC-100-E1*4



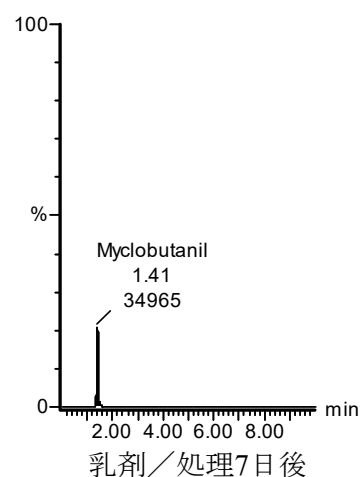
(20mL/1μL/0.2g)

220118_12
KMYC-100-E3*4



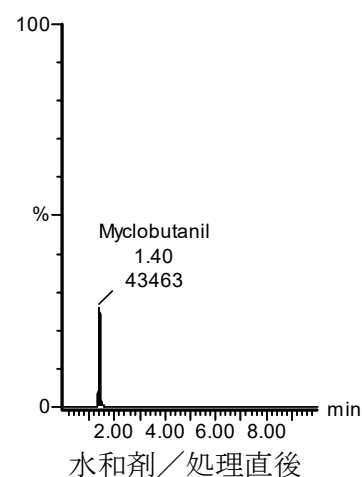
(20mL/1μL/0.2g)

220118_13
KMYC-100-E7*4



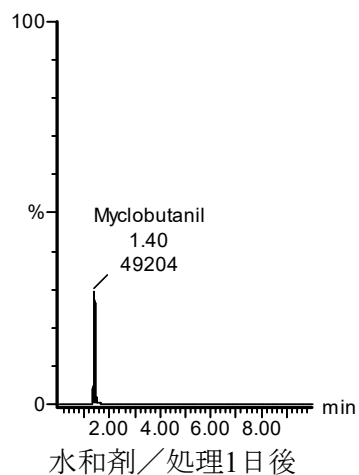
(20mL/1μL/0.2g)

220118_15
KMYC-100-W0*4



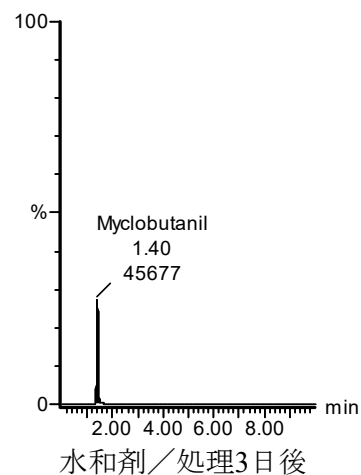
(20mL/1μL/0.2g)

220118_16
KMYC-100-W1*4



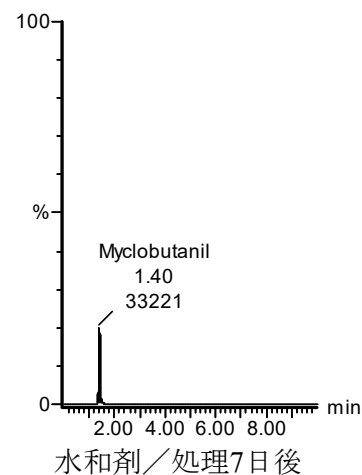
(20mL/1μL/0.2g)

220118_17
KMYC-100-W3*4



(20mL/1μL/0.2g)

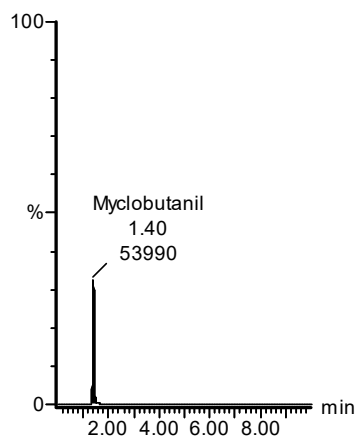
220118_18
KMYC-100-W7*4



4-4. 日植防高知（100L/10a）試料のクロマトグラム

(20mL/1 μ L/0.2g)

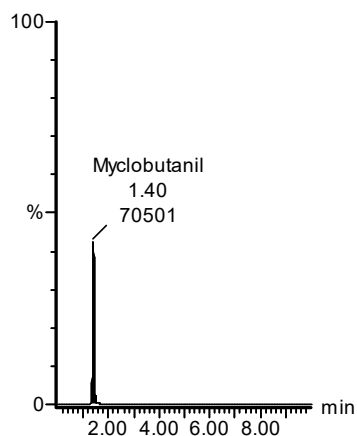
220118_21
KMYC-300-E0*4



乳剤／処理直後

(20mL/1 μ L/0.2g)

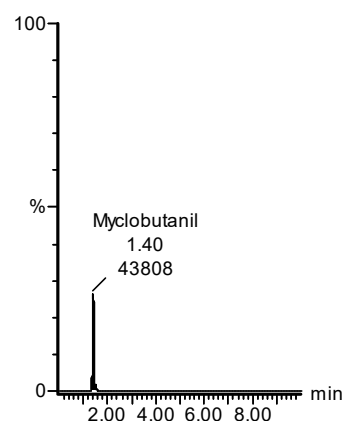
220118_22
KMYC-300-E1*4



乳剤／処理1日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

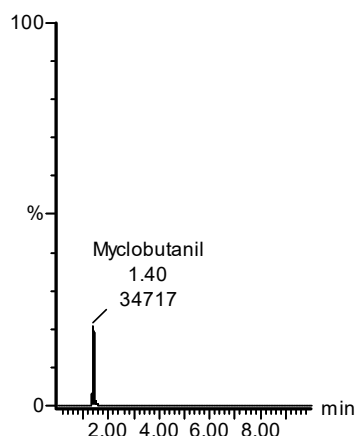
220118_23
KMYC-300-E3*4



乳剤／処理3日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

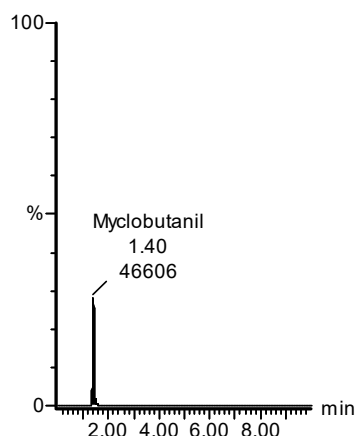
220118_24
KMYC-300-E7*4



乳剤／処理7日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

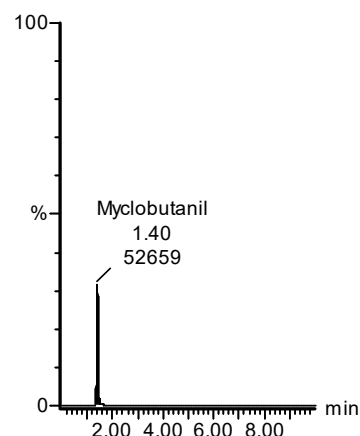
220118_26
KMYC-300-W0*4



水和剤／処理直後

(20mL/1 μ L/0.2g)

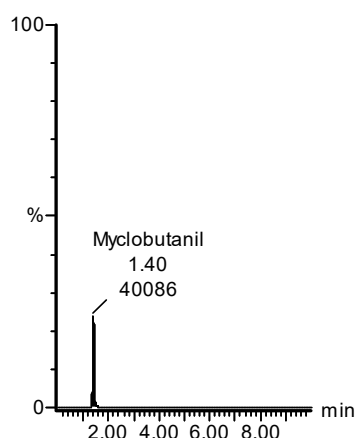
220118_27
KMYC-300-W1*4



水和剤／処理1日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

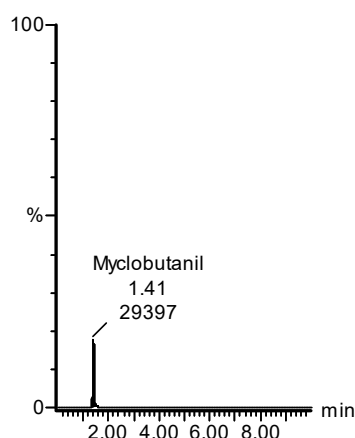
220118_28
KMYC-300-W3*4



水和剤／処理3日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

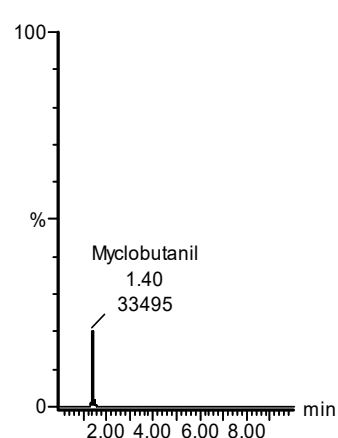
220118_29
KMYC-300-W7*4



水和剤／処理7日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

220118_20
KMYC-050-W1*4



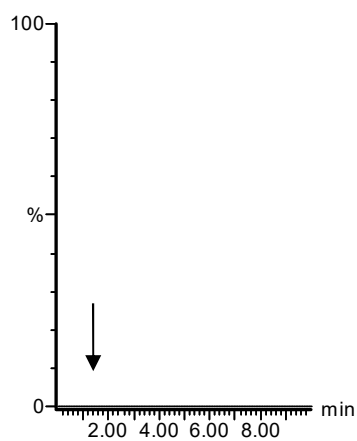
水和剤／処理1日後

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

(5mL/1 μ L/0.2g)

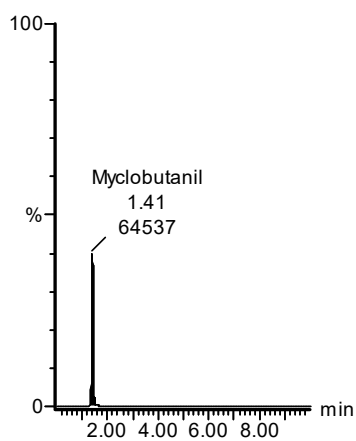
220119-2_08
MMYC-B



処理前

(20mL/1 μ L/0.2g)

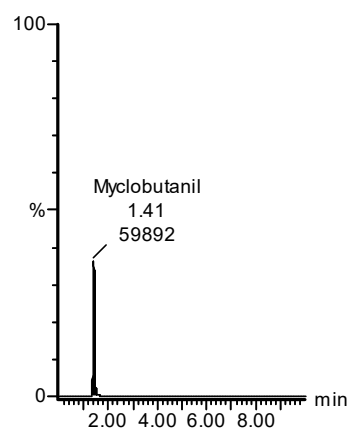
220119-2_10
MMYC-100-E0*4



乳剤／処理直後

(20mL/1 μ L/0.2g)

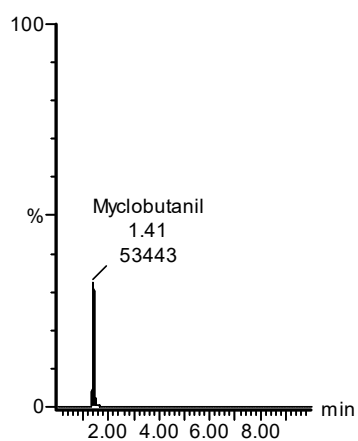
220119-2_11
MMYC-100-E1*4



乳剤／処理1日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

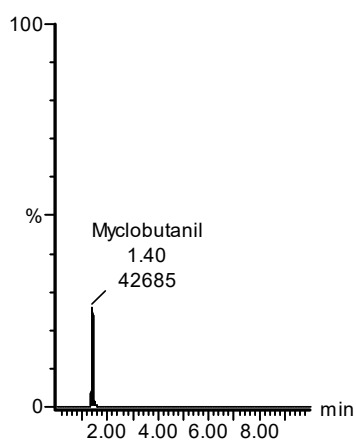
220119-2_12
MMYC-100-E3*4



乳剤／処理3日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

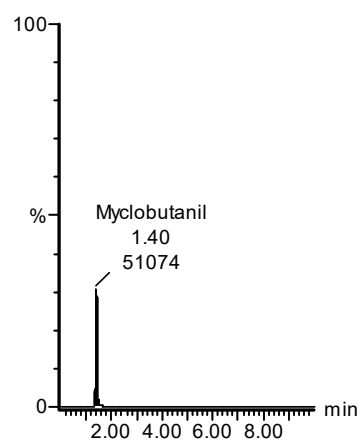
220119-2_13
MMYC-100-E7*4



乳剤／処理7日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

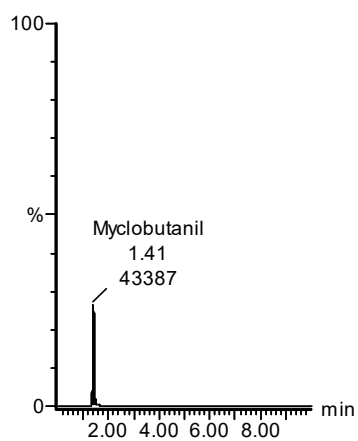
220119-2_15
MMYC-100-W0*4



水和剤／処理直後

(20mL/1 μ L/0.2g)

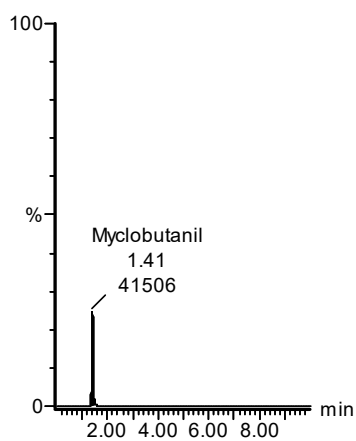
220119-2_16
MMYC-100-W1*4



水和剤／処理1日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

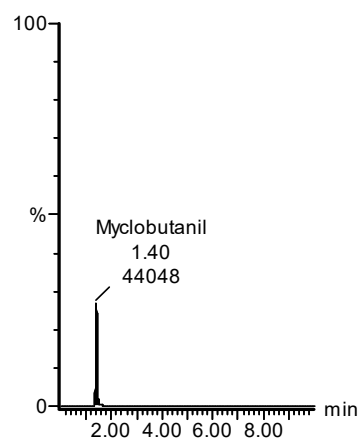
220119-2_17
MMYC-100-W3*4



水和剤／処理3日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

220119-2_18
MMYC-100-W7*4

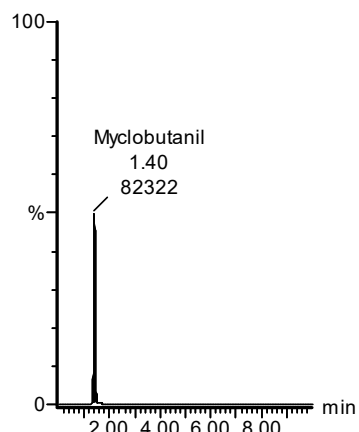


水和剤／処理7日後

4-7. 日植防宮崎 (100L/10a) 試料のクロマトグラム

(20mL/1 μ L/0.2g)

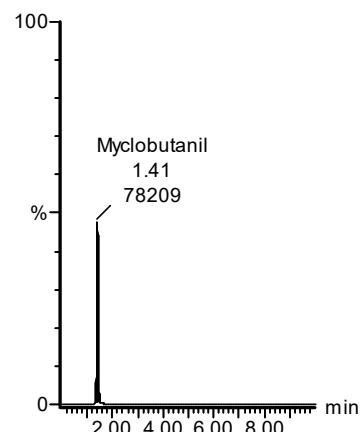
220119-2_21
MMYC-300-E0*4



乳剤／処理直後

(20mL/1 μ L/0.2g)

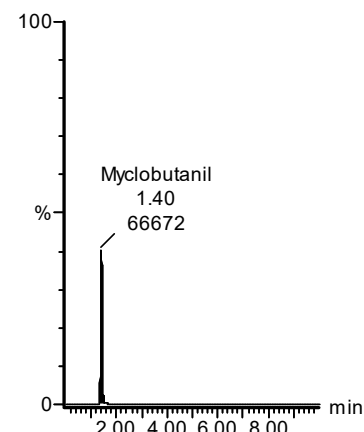
220119-2_22
MMYC-300-E1*4



乳剤／処理1日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

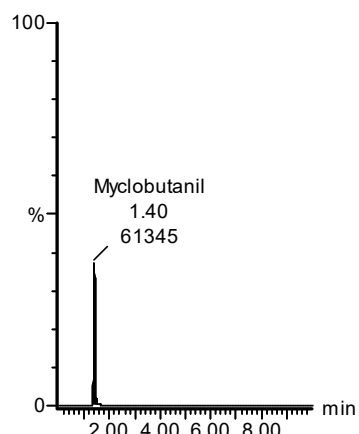
220119-2_23
MMYC-300-E3*4



乳剤／処理3日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

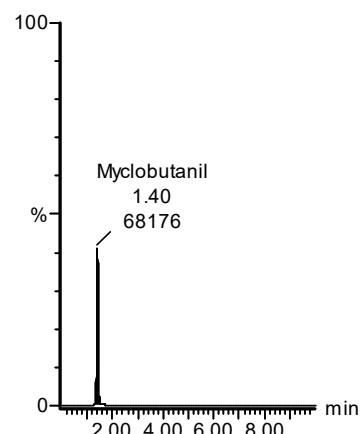
220119-2_24
MMYC-300-E7*4



乳剤／処理7日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

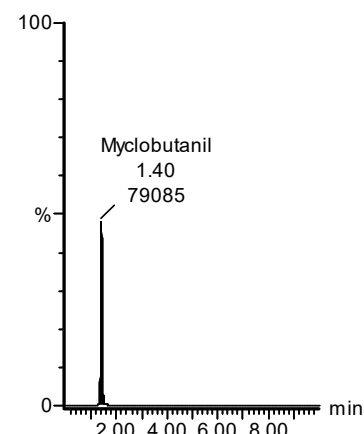
220119-2_26
MMYC-300-W0*4



水和剤／処理直後

(20mL/1 μ L/0.2g)

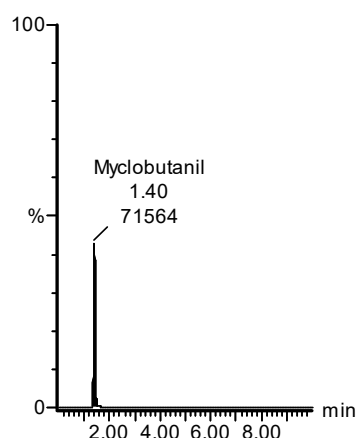
220119-2_27
MMYC-300-W1*4



水和剤／処理1日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

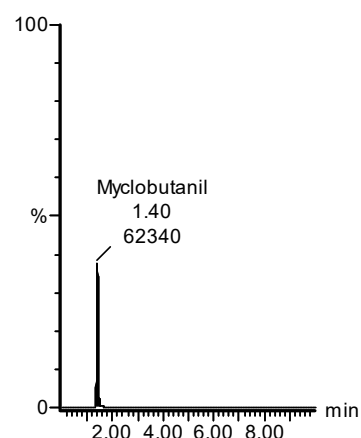
220119-2_28
MMYC-300-W3*4



水和剤／処理3日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

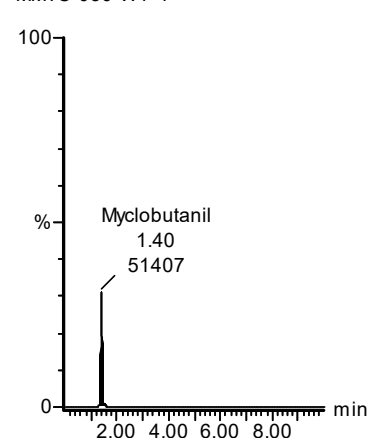
220119-2_29
MMYC-300-W7*4



水和剤／処理7日後

(20mL/1 μ L/0.2g)

220119-2_20
MMYC-050-W1*4



水和剤／処理7日後

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

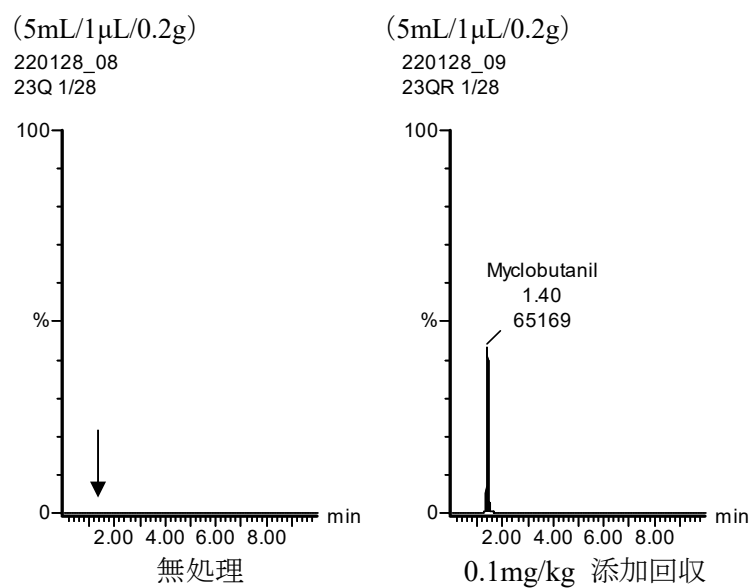


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

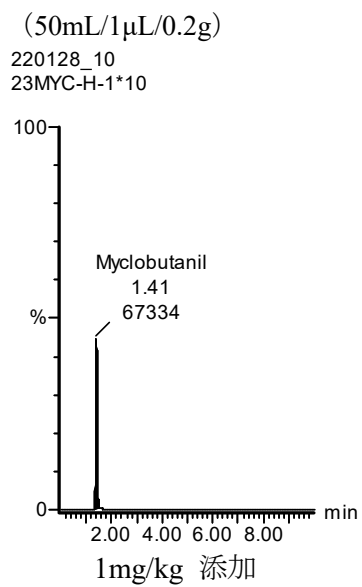


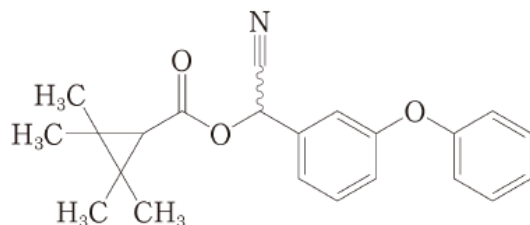
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(2) フェンプロパトリン

1. 分析対象物質

フェンプロパトリン

化学構造式：



化学名：(RS)- α -cyano-3-phenoxybenzyl 2,2,3,3-tetramethylcyclopropanecarboxylate

化学式：C₂₂H₂₃NO₃

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℃

蒸気圧（25℃）：2.15×10⁻⁶ Pa

オクタノール／水分配係数（室温）：log Pow=6.00

溶解性（25℃）：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℃）；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℃）；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

フェンプロパトリン標準品：純度100%（富士フイルム和光純薬製）

アセトン，アセトニトリル：残留農薬試験用（関東化学製）

メタノール：LC-MS用（関東化学製）

1mol/L酢酸アンモニウム：高速液体クロマト用（関東化学製）

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

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

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

濾紙：No.5A（桐山製作所製）

ガラス繊維濾紙：GFP（桐山製作所製）

3. 装置及び機器

電子天秤: XSR205, XS4002S, PG2002 (メラー・トレド製), S-BOX WP (インダ製)

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 1.7 μ m

溶離液: A 液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液 2mM 酢酸アンモニウムメタノール溶液

A 液／B 液 (10 : 90, v/v)

カラム温度: 40°C

注入量: 1 μ L

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って検量線を作成した。

6. 分析操作

6.1. 試料の前処理

試料は、ヘタを除き、ミキサーを用いて全量を磨砕均一化した。

6.2. 抽出

磨砕均一化した試料20gをはかりとり、アセトン100mLを加え振とう機を用い30分間振とう抽出した。抽出物を濾紙とガラス繊維濾紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過した後、残渣をアセトン50mLで洗い同様にろ過した。ろ液を合わせ、アセトンで200mLに定容した。この2mL（試料0.2g相当量）をナスフラスコに取り、適量のアセトニトリルを加え40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した。

6.3. PLS-2及びPSAの接続ミニカラムによる精製

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

6.4. 定量

残留物を適量のメタノールで溶解し、前記条件の液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計に注入してピーク面積を求め、検量線より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 (%)	RSDr (%)
日植防茨城	1	102,	100,	96,	96,	95	98	3
	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
日植防茨城	—	処理前	<0.01	
	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
		処理7日後	0.45	0.36
	300L/10a	処理直後	0.28	0.36
		処理1日後	0.30	0.32
		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	—	0.33
日植防高知	—	処理前	<0.01	
	100L/10a	処理直後	0.38	0.32
		処理1日後	0.37	0.32
		処理3日後	0.38	0.32
		処理7日後	0.37	0.32
	300L/10a	処理直後	0.33	0.31
		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
	50L/10a	処理1日後	—	0.28
日植防宮崎	—	処理前	<0.01	
	100L/10a	処理直後	0.41	0.38
		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
	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
		処理7日後	0.44	0.38
	50L/10a	処理1日後	—	0.39

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

磨砕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℃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

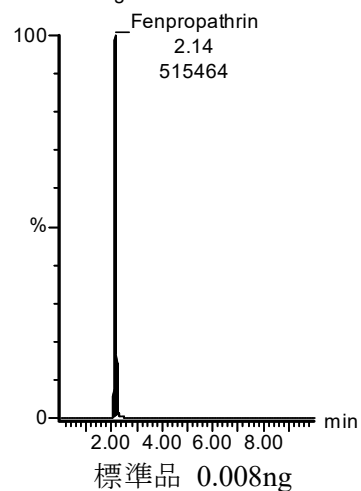
図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(最終液量/注入量/試料量)

(- / 1 μ L / -)

220117_01

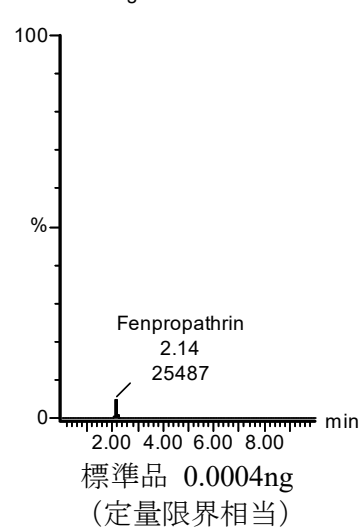
STD0.008ng



(- / 1 μ L / -)

220117_04

STD0.0004ng



(5mL/1 μ L/-)

220114_08

23T

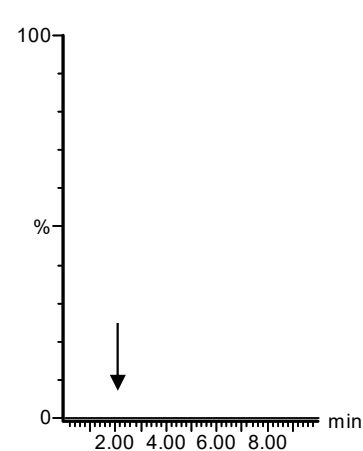


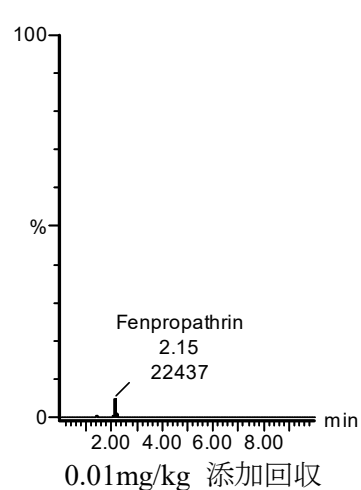
図1. フェンプロパトリン標準品のクロマトグラム

図2. 全操作試薬ブランク
のクロマトグラム

(5mL/1 μ L/0.2g)

220114_10

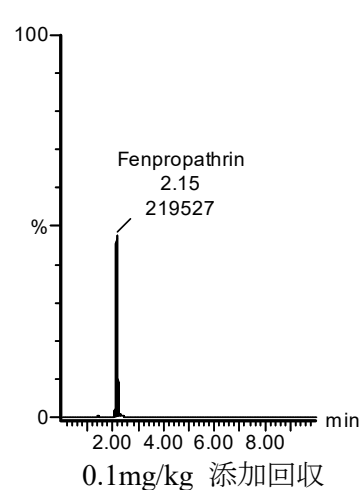
23S-1



(5mL/1 μ L/0.2g)

220114_17

23L0.1-1



(50mL/1 μ L/0.2g)

220128_15

23 L-1*10

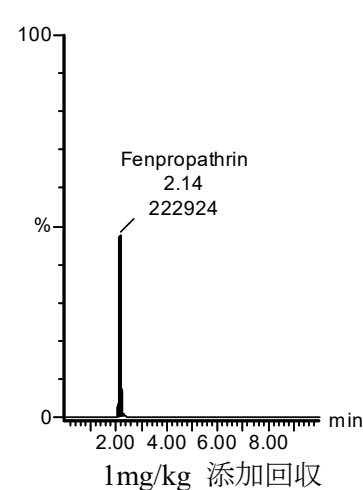
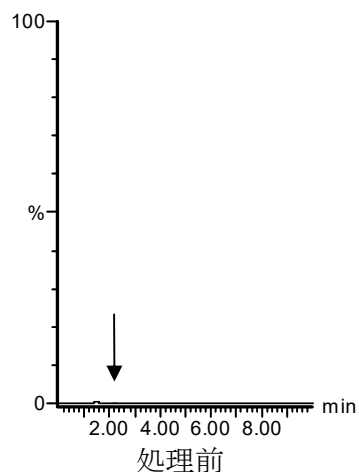


図3. 回収率のクロマトグラム

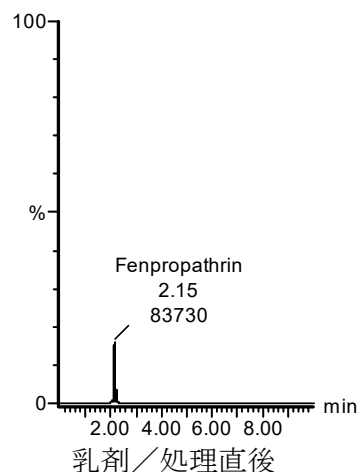
(5mL/1μL/0.2g)

220120_08
IFEN-B



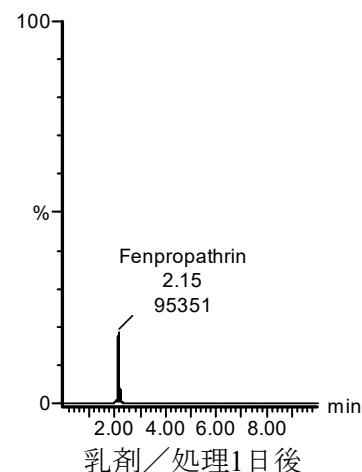
(50mL/1μL/0.2g)

220120_10
IFEN-100-E0*10



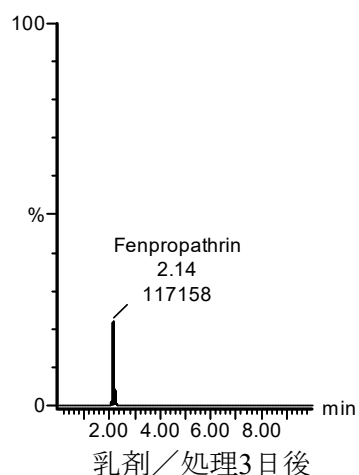
(50mL/1μL/0.2g)

220120_11
IFEN-100-E1*10



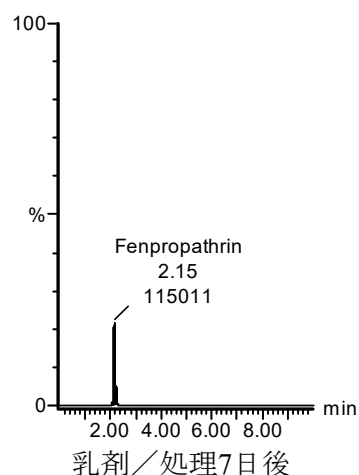
(50mL/1μL/0.2g)

220120_12
IFEN-100-E3*10



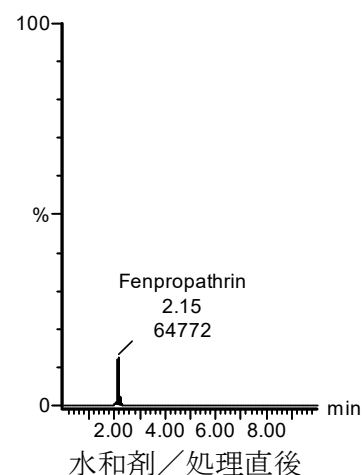
(50mL/1μL/0.2g)

220120_13
IFEN-100-E7*10



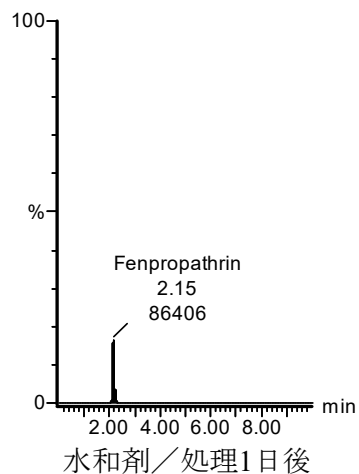
(50mL/1μL/0.2g)

220120_15
IFEN-100-W0*10



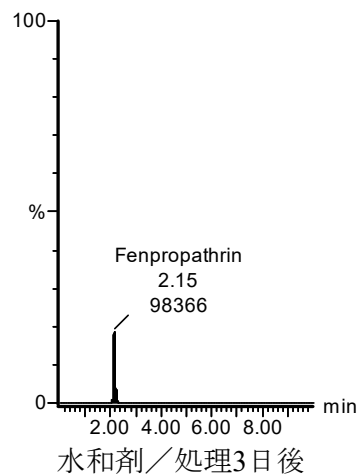
(50mL/1μL/0.2g)

220120_16
IFEN-100-W1*10



(50mL/1μL/0.2g)

220120_17
IFEN-100-W3*10



(50mL/1μL/0.2g)

220120_18
IFEN-100-W7*10

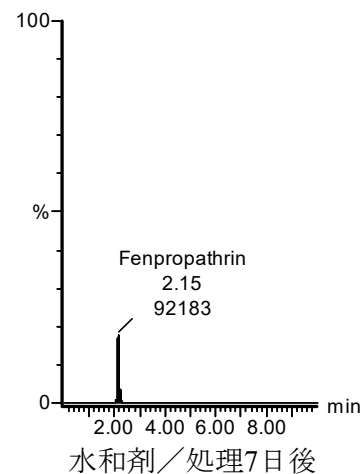
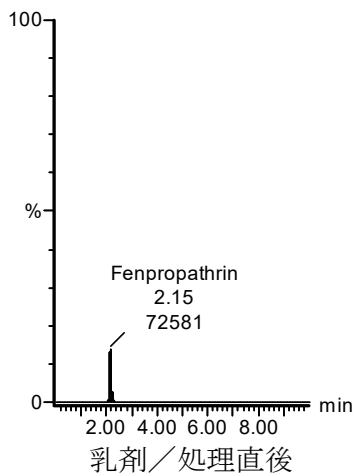


図4-1. 日植防茨城（100L/10a）試料のクロマトグラム

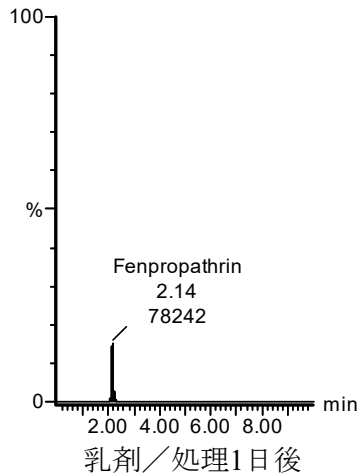
(50mL/1μL/0.2g)

220120_21
IFEN-300-E0*10



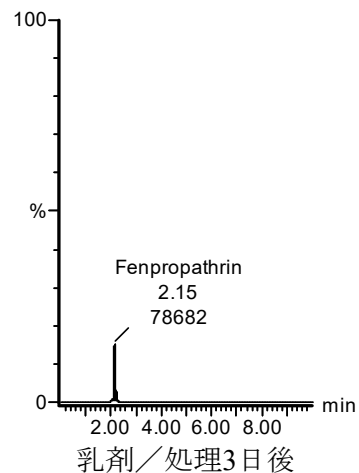
(50mL/1μL/0.2g)

220120_22
IFEN-300-E1*10



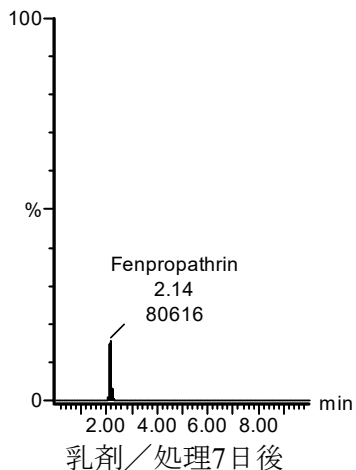
(50mL/1μL/0.2g)

220120_23
IFEN-300-E3*10



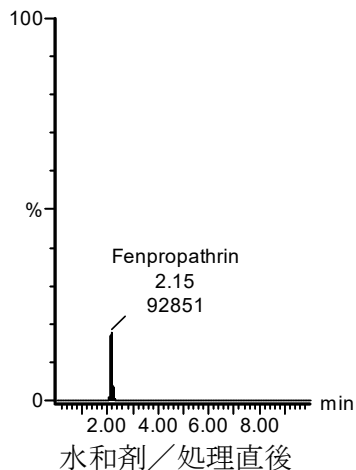
(50mL/1μL/0.2g)

220120_24
IFEN-300-E7*10



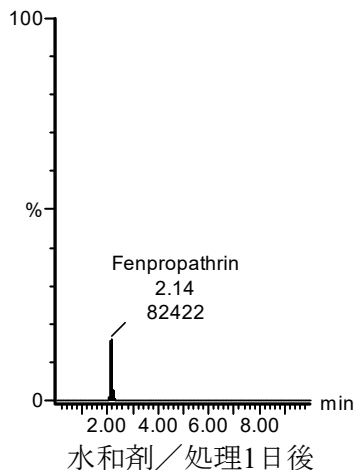
(50mL/1μL/0.2g)

220120_26
IFEN-300-W0*10



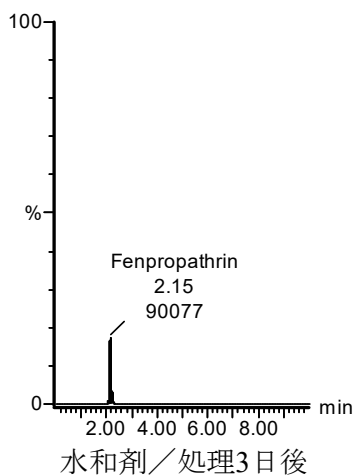
(50mL/1μL/0.2g)

220120_27
IFEN-300-W1*10



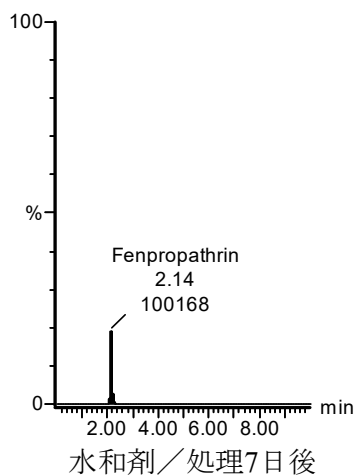
(50mL/1μL/0.2g)

220120_28
IFEN-300-W3*10



(50mL/1μL/0.2g)

220120_29
IFEN-300-W7*10



(50mL/1μL/0.2g)

220120_20
IFEN-050-W1*10

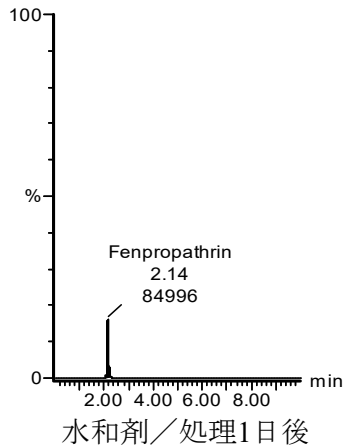


図4-2. 日植防茨城 (300L/10a) 試料のクロマトグラム

図4-3. 日植防茨城 (50L/10a) 試料のクロマトグラム

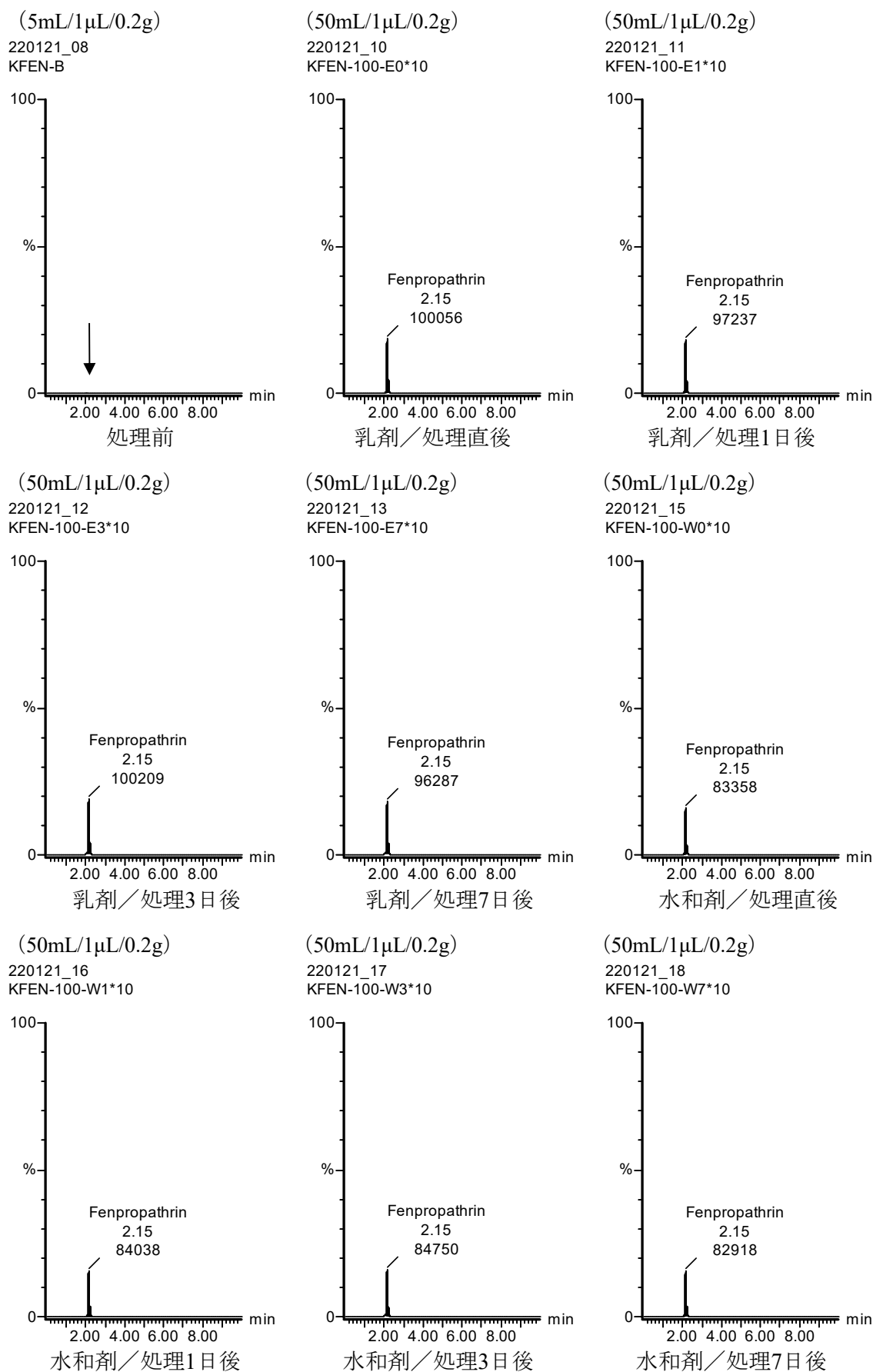
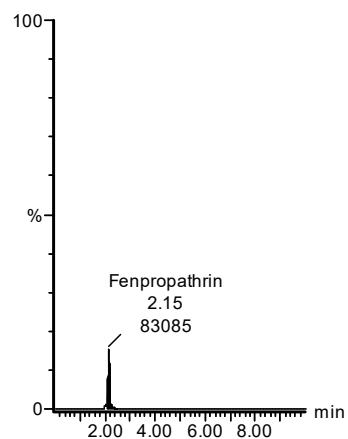


図4-4. 日植防高知（100L/10a）試料のクロマトグラム

(50mL/1 μ L/0.2g)

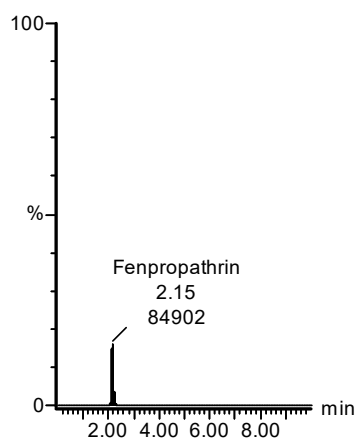
220121_21
KFEN-300-E0*10



乳剤／処理直後

(50mL/1 μ L/0.2g)

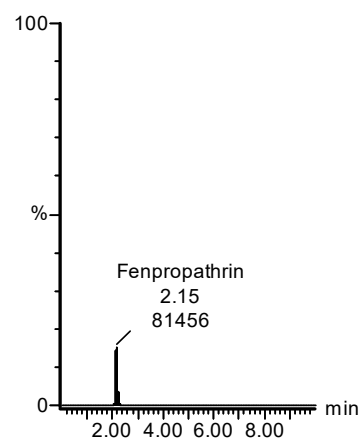
220121_22
KFEN-300-E1*10



乳剤／処理1日後

(50mL/1 μ L/0.2g)

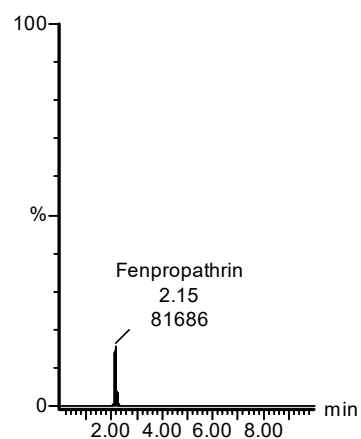
220121_23
KFEN-300-E3*10



乳剤／処理3日後

(50mL/1 μ L/0.2g)

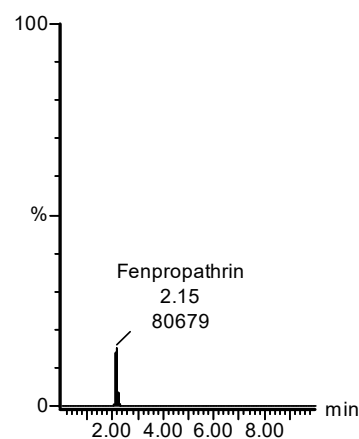
220121_24
KFEN-300-E7*10



乳剤／処理7日後

(50mL/1 μ L/0.2g)

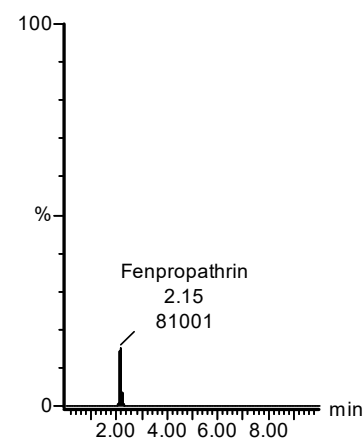
220121_26
KFEN-300-W0*10



水和剤／処理直後

(50mL/1 μ L/0.2g)

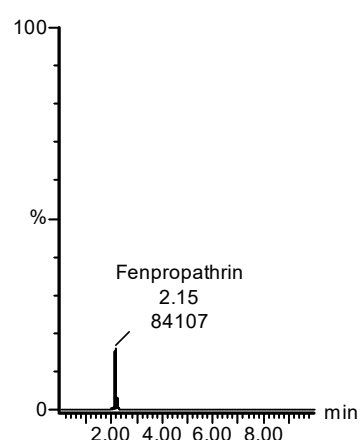
220121_27
KFEN-300-W1*10



水和剤／処理1日後

(50mL/1 μ L/0.2g)

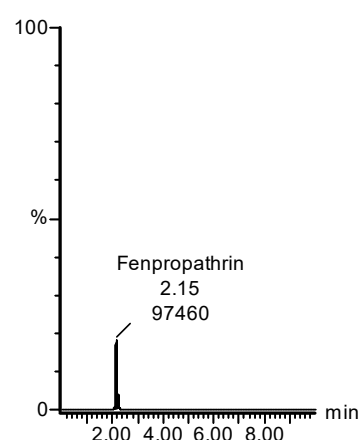
220121_28
KFEN-300-W3*10



水和剤／処理3日後

(50mL/1 μ L/0.2g)

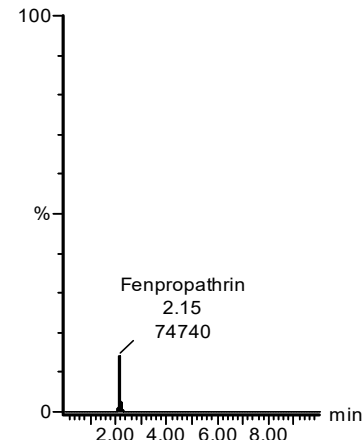
220121_29
KFEN-300-W7*10



水和剤／処理7日後

(50mL/1 μ L/0.2g)

220121_20
KFEN-050-W1*10



水和剤／処理1日後

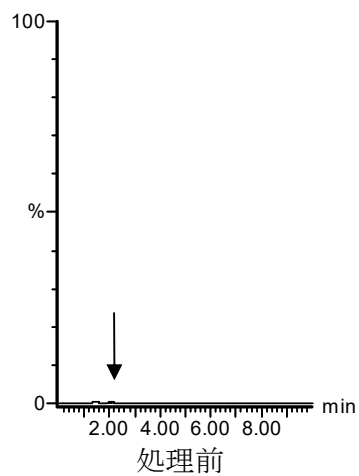
図4-5. 日植防高知 (300L/10a) 試料のクロマトグラム

図4-6. 日植防高知 (50L/10a) 試料のクロマトグラム

(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_08

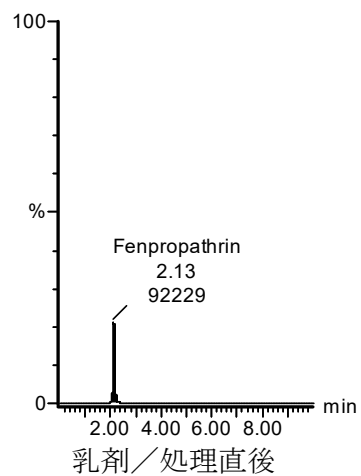
MFEN-B



(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_10

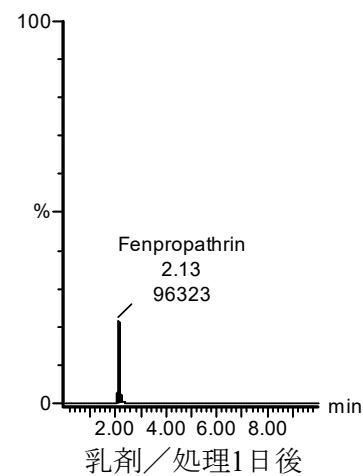
MFEN-100-E0*10



(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_11

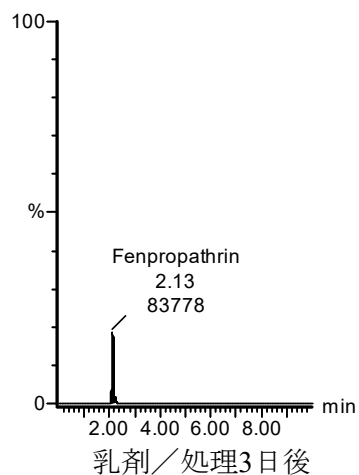
MFEN-100-E1*10



(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_12

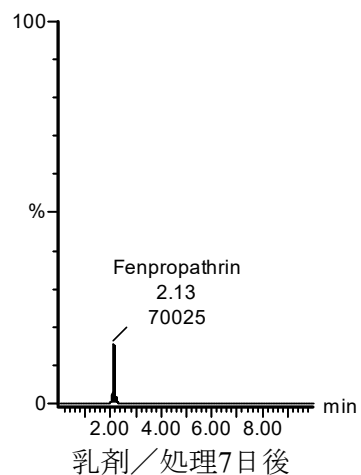
MFEN-100-E3*10



(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_13

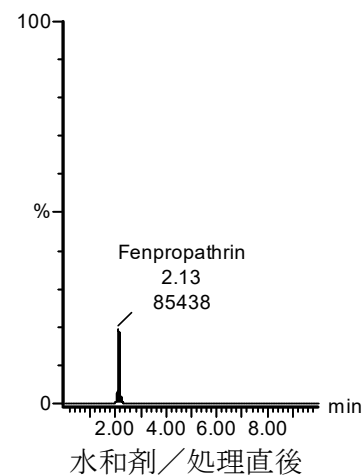
MFEN-100-E7*10



(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_15

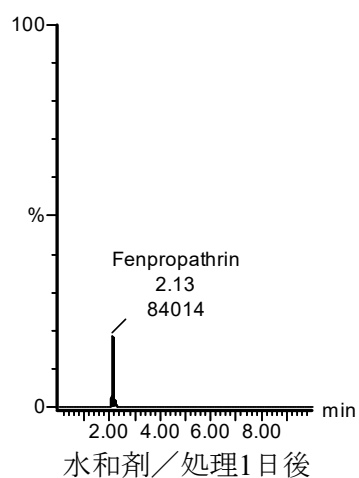
MFEN-100-W0*10



(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_16

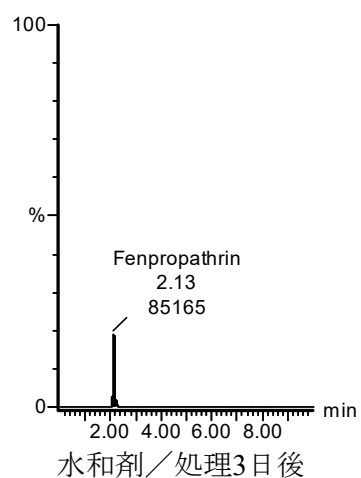
MFEN-100-W1*10



(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_17

MFEN-100-W3*10



(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_18

MFEN-100-W7*10

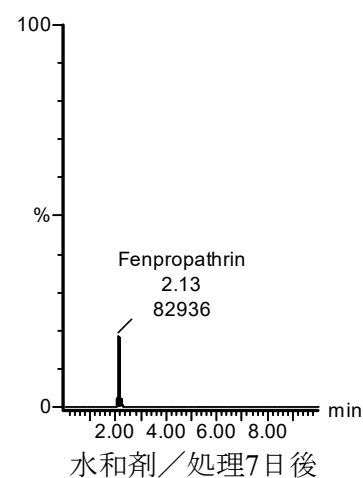
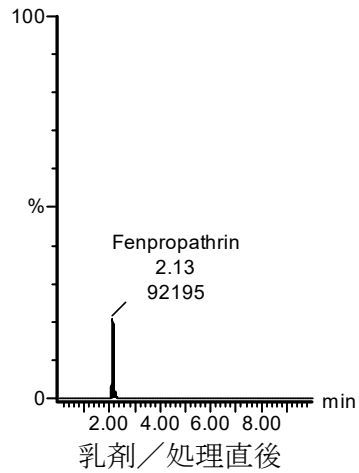


図4-7. 日植防宮崎 (100L/10a) 試料のクロマトグラム

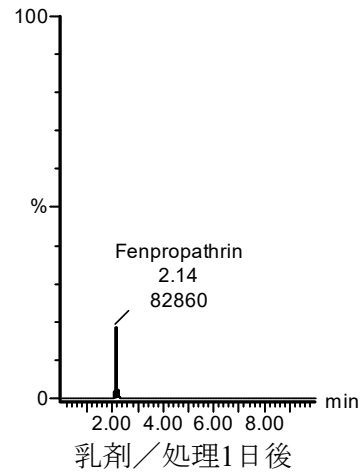
(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_21
MFEN-300-E0*10



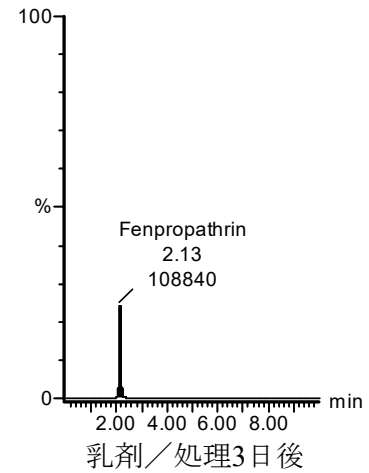
(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_22
MFEN-300-E1*10



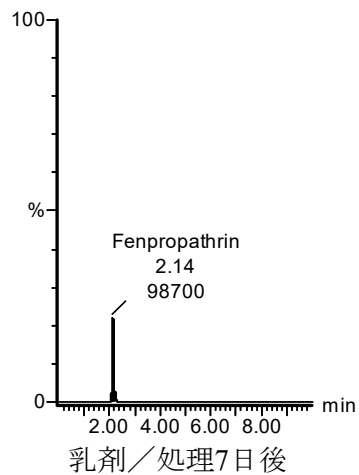
(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_23
MFEN-300-E3*10



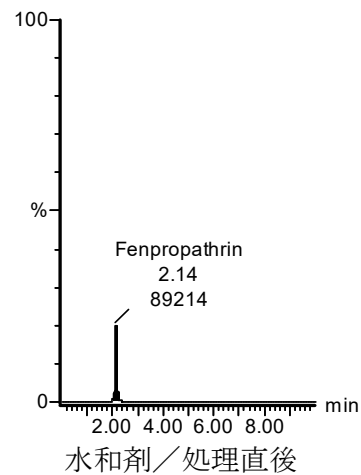
(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_24
MFEN-300-E7*10



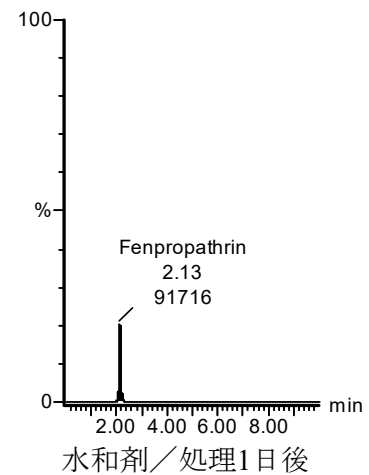
(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_26
MFEN-300-W0*10



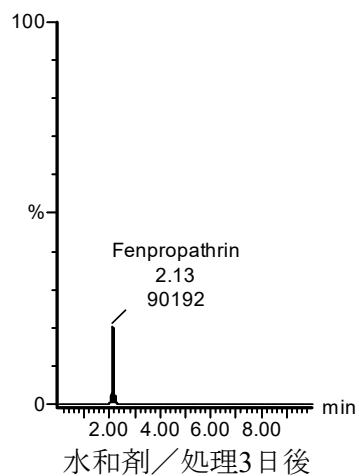
(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_27
MFEN-300-W1*10



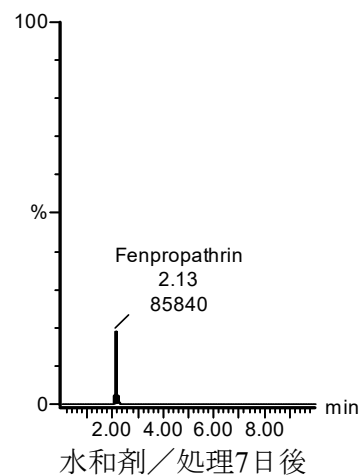
(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_28
MFEN-300-W3*10



(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_29
MFEN-300-W7*10



(50mL/1 μ L/0.2g)

220127_20
MFEN-050-W1*10

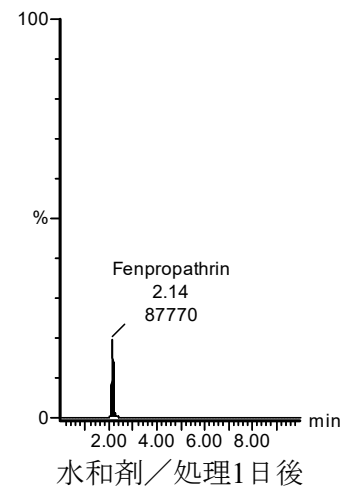


図4-8. 日植防宮崎 (300L/10a) 試料のクロマトグラム

図4-9. 日植防宮崎 (50L/10a) 試料のクロマトグラム

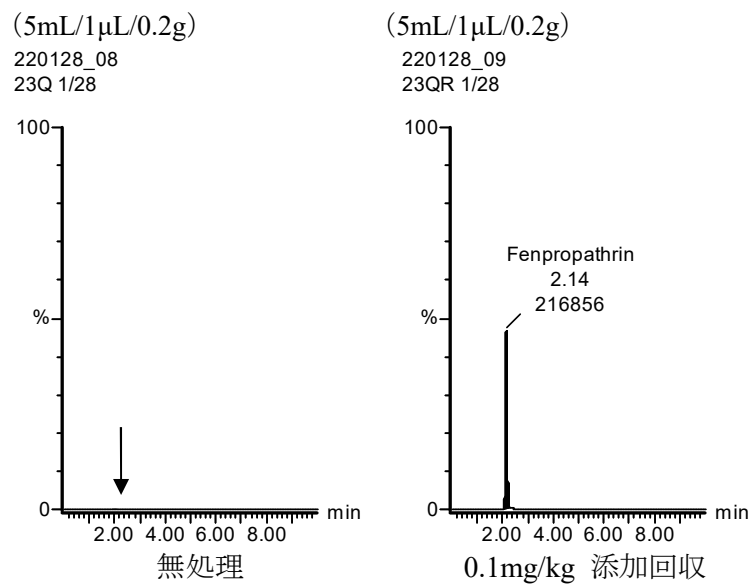


図5. 内部精度管理のクロマトグラム

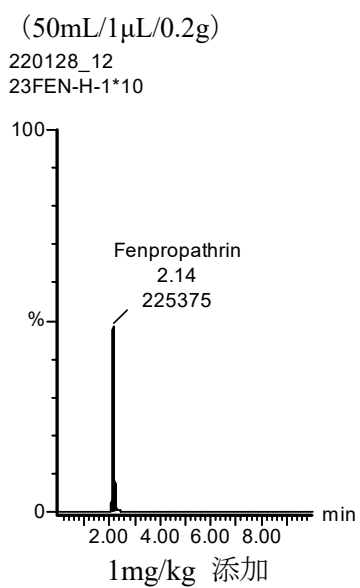


図6. 保存安定性試料のクロマトグラム

(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



乳剂／300L/10a／处理1日後



水和剂／300L/10a／处理1日後



乳剂／300L/10a／处理3日後



水和剂／300L/10a／处理3日後



乳剂／300L/10a／处理7日後



水和剂／300L/10a／处理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



乳剂／100L/10a／处理3日後



水和剂／100L/10a／处理3日後



乳剂／100L/10a／处理7日後



水和剂／100L/10a／处理7日後



乳剂／300L/10a／处理直後



水和剂／300L/10a／处理直後



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

1-3. ミクロブタニル（日植防宮崎）



処理前



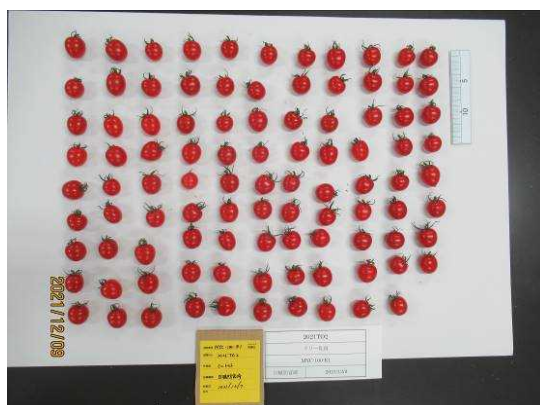
水和剤／50L/10a／処理1日後



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



乳剂／300L/10a／处理1日後



水和剂／300L/10a／处理1日後



乳剂／300L/10a／处理3日後



水和剂／300L/10a／处理3日後



乳剂／300L/10a／处理7日後



水和剂／300L/10a／处理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）



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

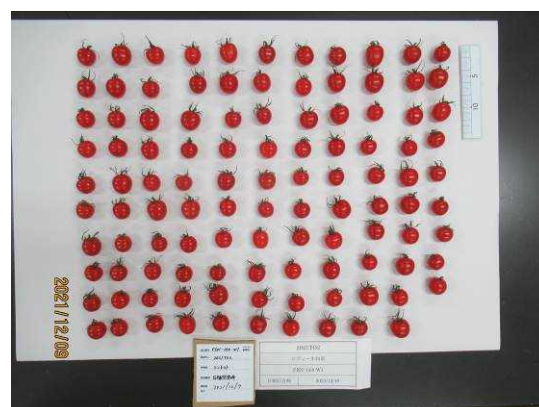


水和剤／300L/10a／処理7日後

1.6. 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

トルフェンピラド 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

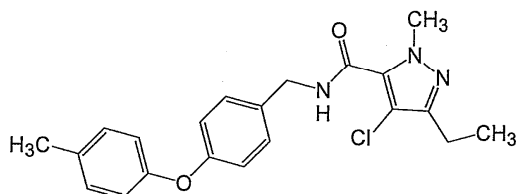
剤 型: 水和剤、乳剤

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℃

蒸 気 圧: 5×10^{-7} Pa (20℃)

溶解性(20℃): 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: $\log \text{pow} = 5.61$ (25℃)

土壌吸着性: $K_{oc} = 15,140 \sim 149,220$ (25℃)

安 定 性: 熱; 安定

加水分解性半減期(25℃); >1年(pH4、pH7、pH9)

水中光分解性半減期(25℃); 11.4日(蒸留水, 太陽光)、11.3日(自然水, 太陽光)

出 典: 農薬ハンドブック(2021年版)

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
日植防茨城	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
	1回処理直後 (21NC095-16)	フロアブル区	NI-TOL-F0	処理直後
	1回処理1日後 (21NC095-17)	フロアブル区	NI-TOL-F1	処理1日後
	1回処理3日後 (21NC095-18)	フロアブル区	NI-TOL-F3	処理3日後
	1回処理7日後 (21NC095-19)	フロアブル区	NI-TOL-F7	処理7日後
	無処理区 (21NC095-11)	無処理区	NI-TOL-B	処理前
長野植南信	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
	1回処理直後 (21NC095-36)	フロアブル区	NI-TOL-F0	処理直後
	1回処理1日後 (21NC095-37)	フロアブル区	NI-TOL-F1	処理1日後
	1回処理3日後 (21NC095-38)	フロアブル区	NI-TOL-F3	処理3日後
	1回処理7日後 (21NC095-39)	フロアブル区	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)	フロアブル区	NI-TOL-F0	処理直後
	1回処理1日後 (21NC095-27)	フロアブル区	NI-TOL-F1	処理1日後
	1回処理3日後 (21NC095-28)	フロアブル区	NI-TOL-F3	処理3日後
	1回処理7日後 (21NC095-29)	フロアブル区	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砕均一化して小分け(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(富士フイルム和光純薬㈱)
 ヘキサン：試薬特級(富士フイルム和光純薬㈱)
 塩化ナトリウム：試薬特級(富士フイルム和光純薬㈱)
 無水硫酸ナトリウム：試薬特級(富士フイルム和光純薬㈱)
 アセトニトリル：高速液体クロマトグラフ用(富士フイルム和光純薬㈱)
 水：Milli-Q IQ 7003(メルク㈱)で精製した水
 SIミニカラム：InertSep Slim-J SI 1000mg(ジールサイエンス㈱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 4 μ m
 移動相: 0.1% 酢酸溶液/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℃
 注入量: 1 μ L
 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℃)
 ネブライザーガス: 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 1 μ L を前記 2) の測定条件に設定した高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC-MS) 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

磨砕均一化した試料 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、ロータリーエバポレーター (水浴 40℃ 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ポレーター (水浴 40℃ 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℃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

磨砕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℃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値未満(<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値未満(<0.01 mg/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っ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ったこと

試験期間中に予見することができなかっ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った。

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
		NI-TOL-E7	1 回処理 7 日後	0.16	2021/9/1	2021/10/8	37
	フロアブル区	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
		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
長野植 南信	乳剤区	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
		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
	フロアブル区	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
石川植	乳剤区	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
		NI-TOL-E3	1 回処理 3 日後	0.25	2021/8/13	2021/10/8	56
		NI-TOL-E7	1 回処理 7 日後	0.17	2021/8/17	2021/10/8	52
	フロアブル区	NI-TOL-F0	1 回処理 直後	0.21	2021/8/10	2021/10/8	59
		NI-TOL-F1	1 回処理 1 日後	0.25	2021/8/11	2021/10/8	58
		NI-TOL-F3	1 回処理 3 日後	0.23	2021/8/13	2021/10/8	56
		NI-TOL-F7	1 回処理 7 日後	0.21	2021/8/17	2021/10/8	52

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	0.01	87	82	84	3.3
	長野植南信		86	86		
	石川植		83	80		
	日植防茨城	0.1	94	93	92	1.9
	長野植南信		92	91		
	石川植		92	89		
	日植防茨城	0.4	91	89	91	1.2
	長野植南信		90	90		
	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 (%)
トルフェンピラド	日植防茨城	0.1	49 日間 (2021/8/24-10/12)	87	82	85
	長野植南信		42 日間 (2021/8/31-10/12)	92	89	88
	石川植		63 日間 (2021/8/10-10/12)	90	86	91

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
		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

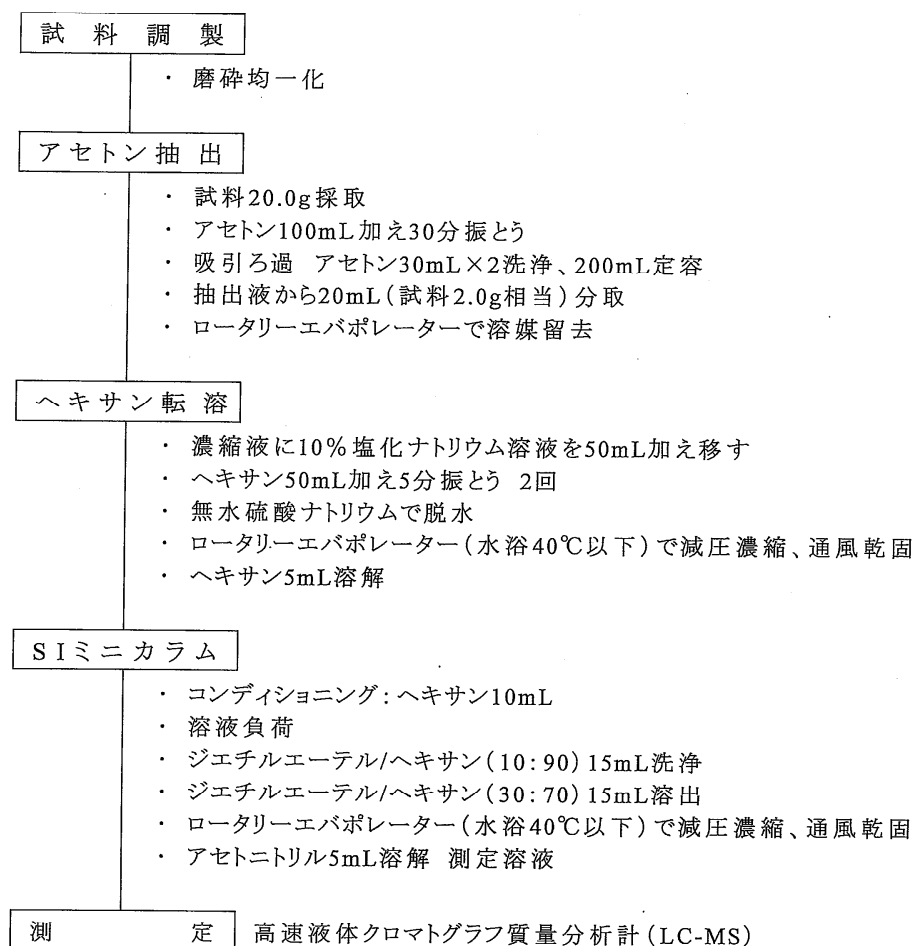


図 2. マススペクトルの一例

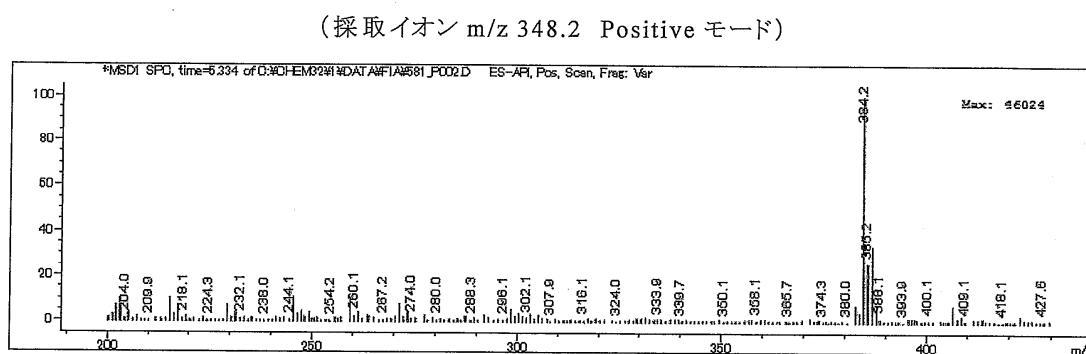


図3. トルフェンピラドの検量線とクロマトグラムの一例

図3-1. 検量線の一例

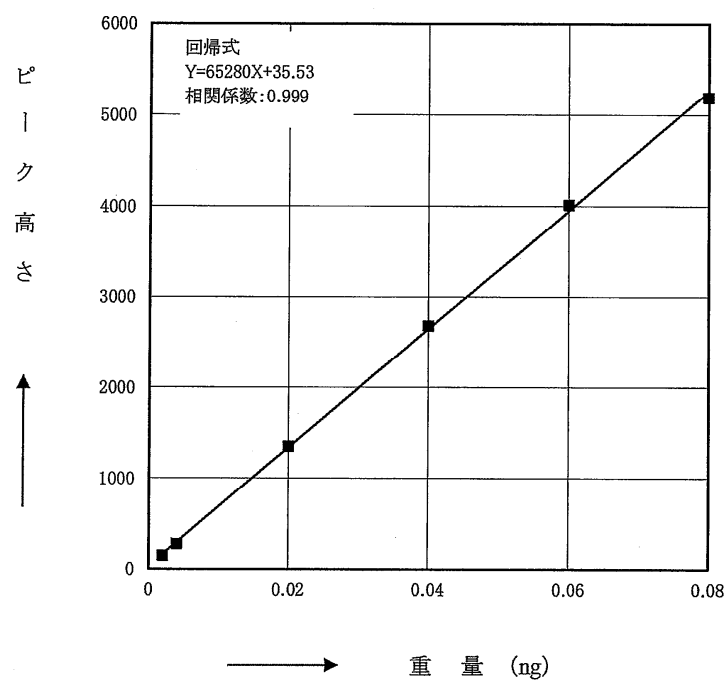


図3-2. トルフェンピラド標準品のクロマトグラム

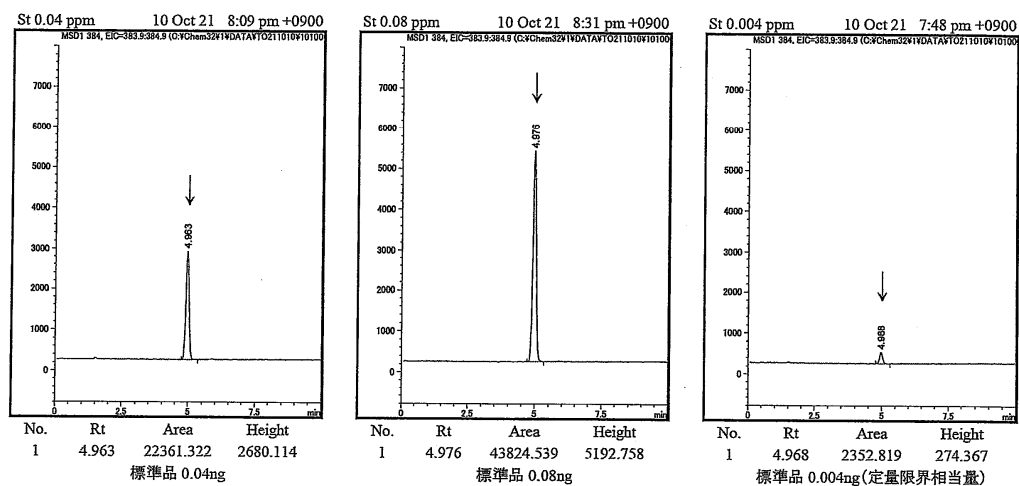


図3-3. 試薬ブランクのクロマトグラム

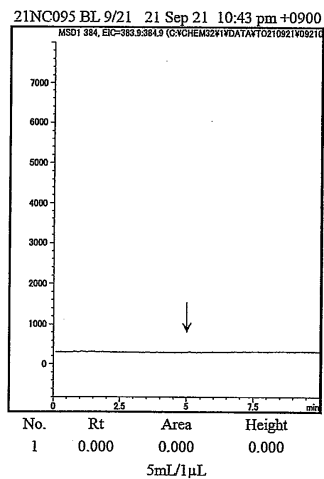


図3-4.1. 添加試料の回収率のクロマトグラム

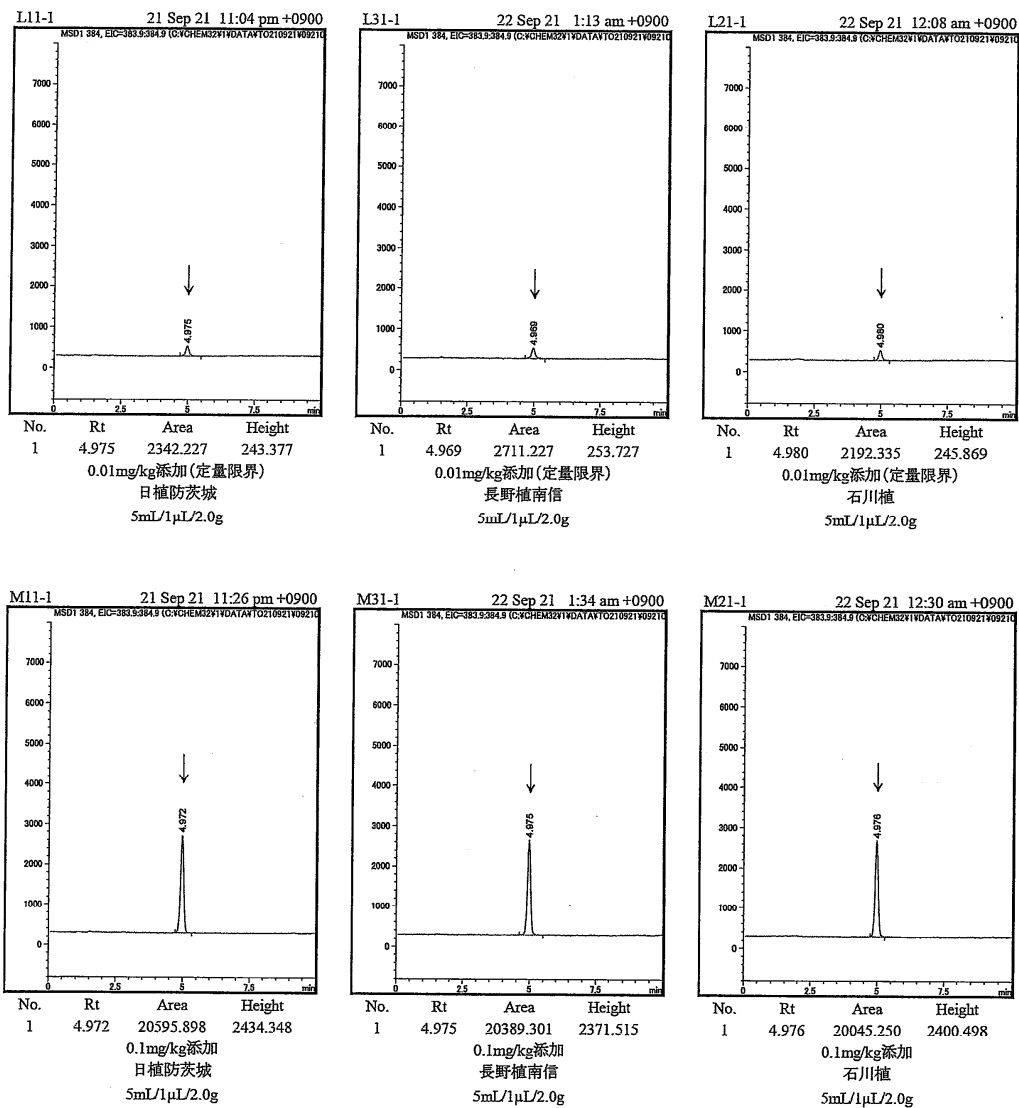


図3-4-2. 添加試料の回収率のクロマトグラム

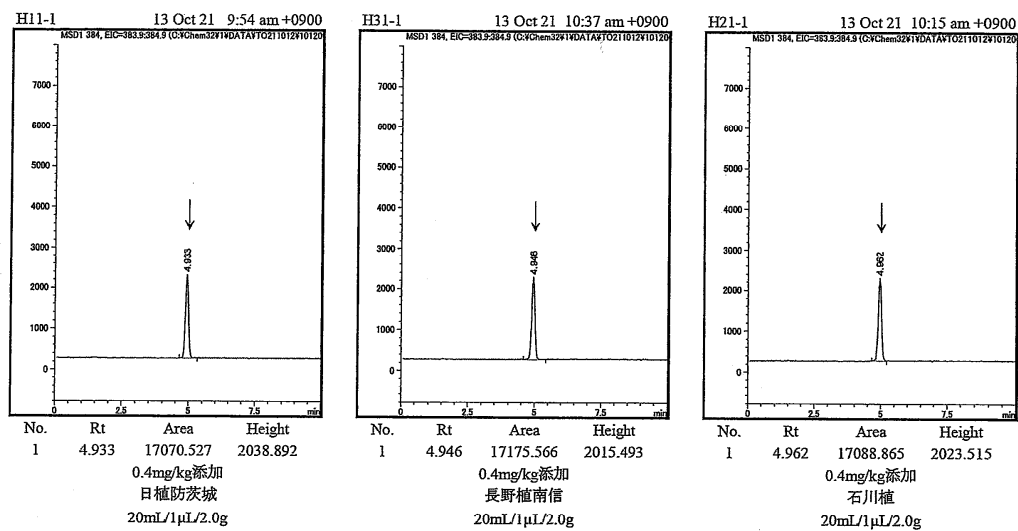


図3-5. 日植防茨城試料のクロマトグラム

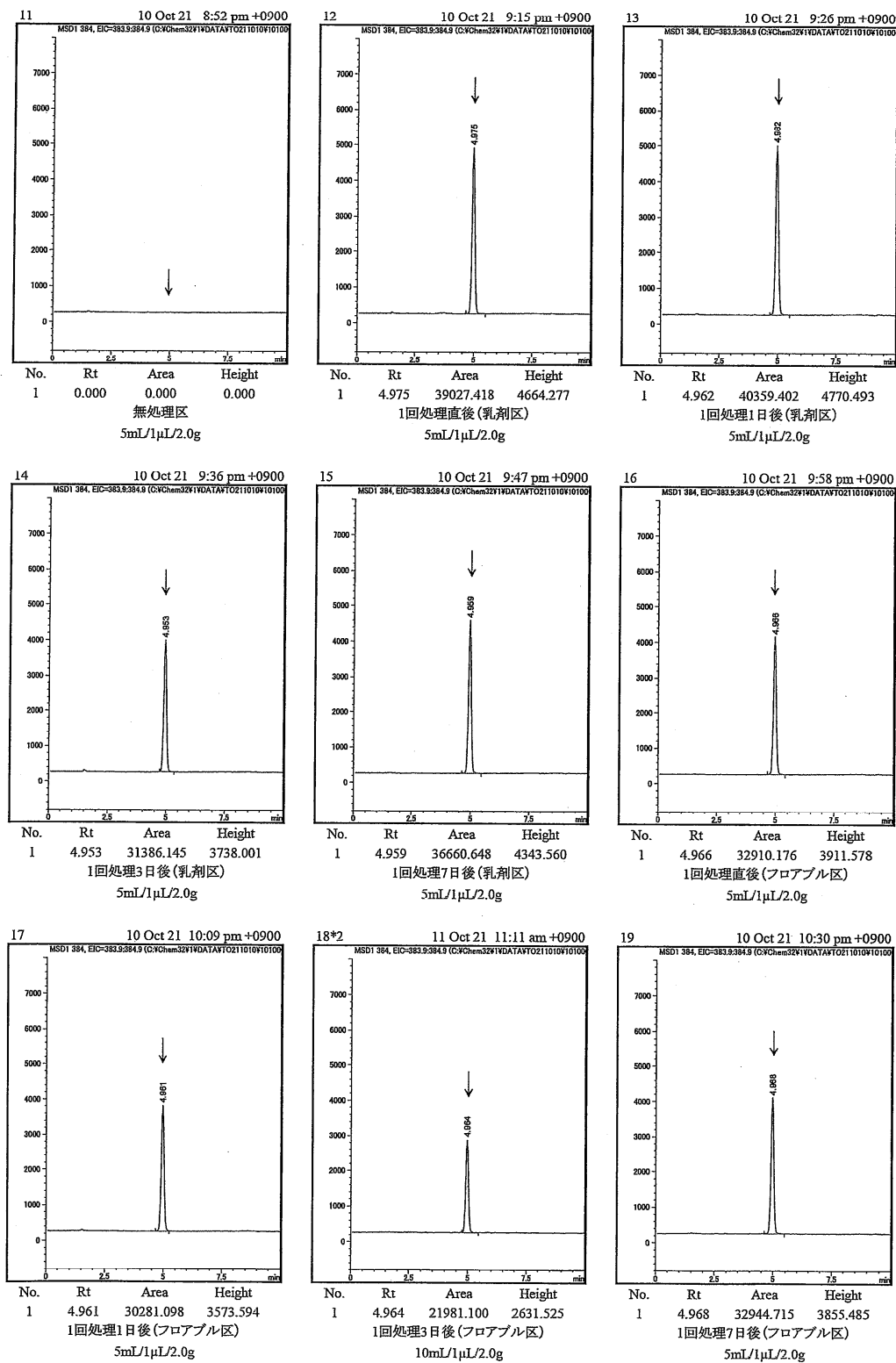


図3-6. 長野植南信試料のクロマトグラム

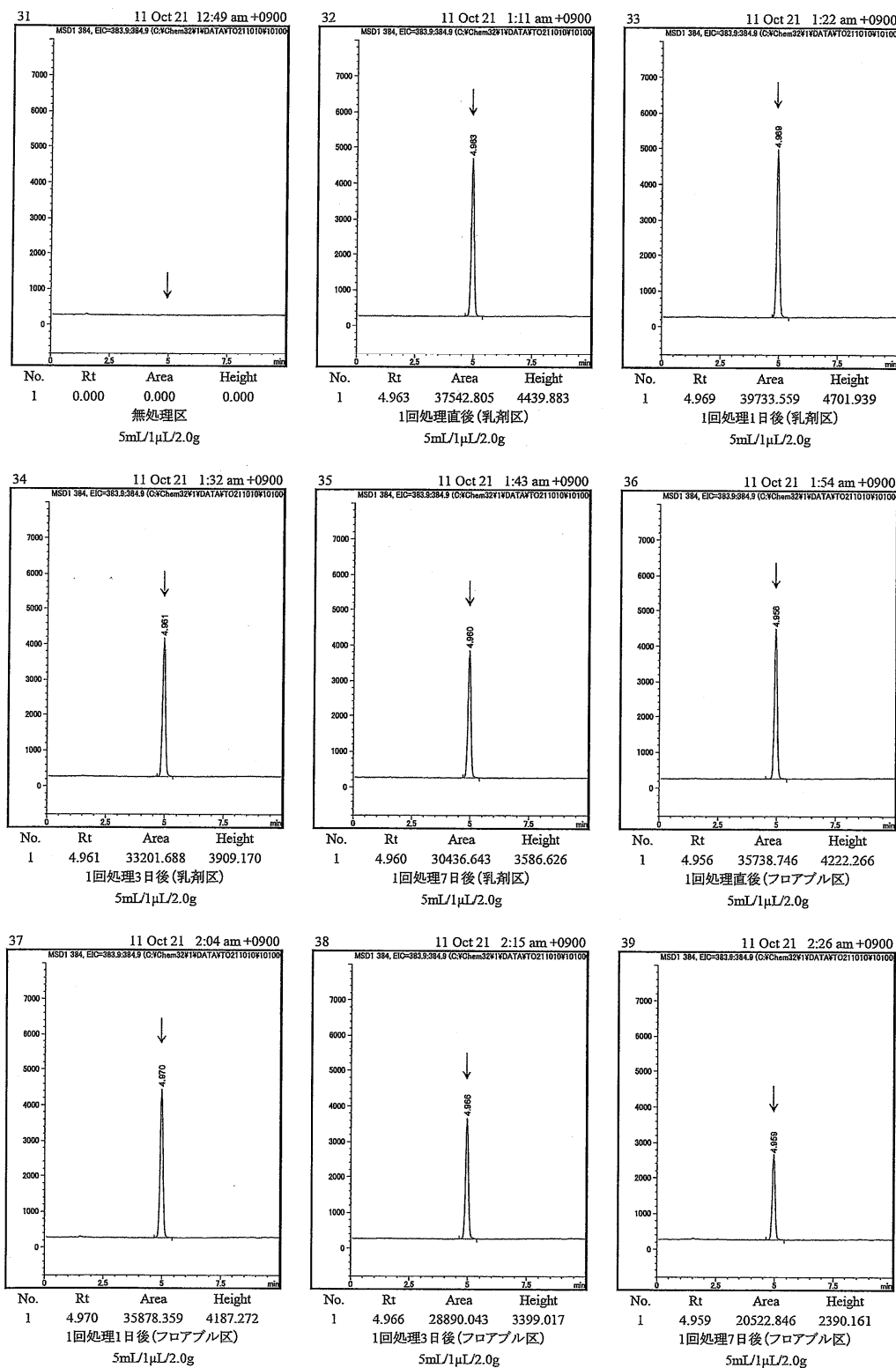


図3-7. 石川植試料のクロマトグラム

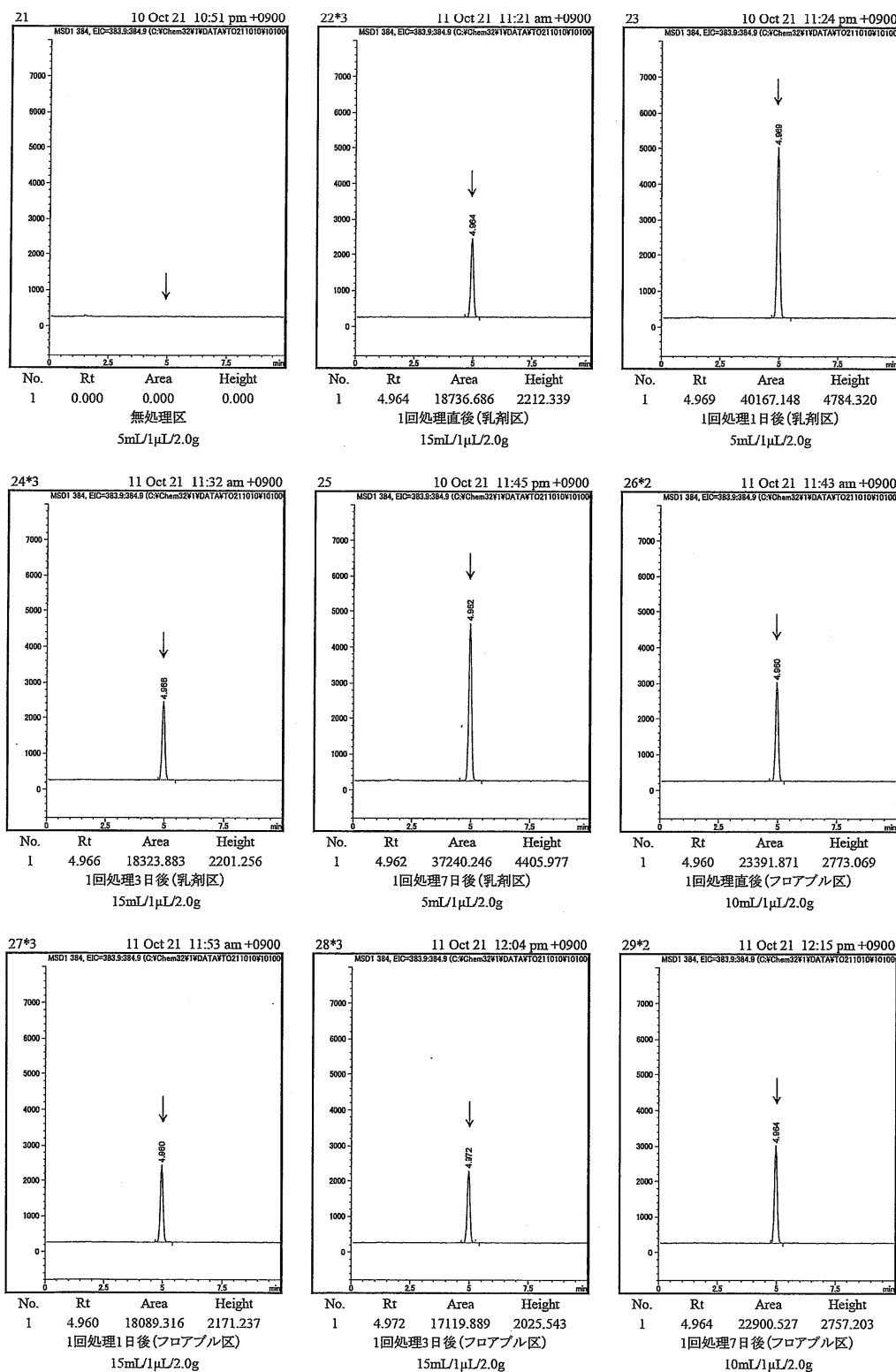


図3-8-1. 内部精度管理のクロマトグラム

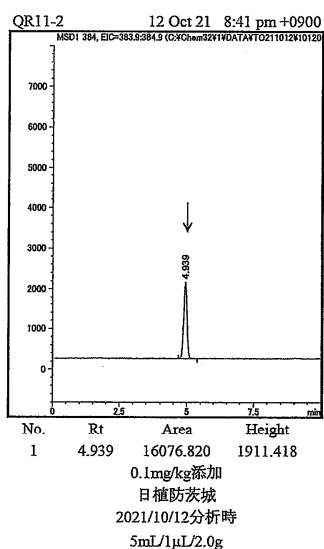
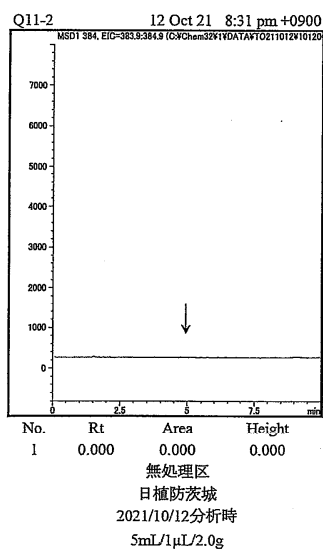
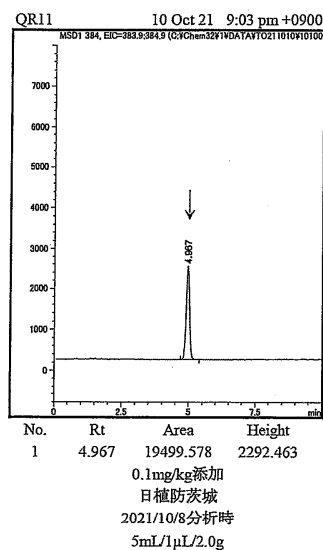
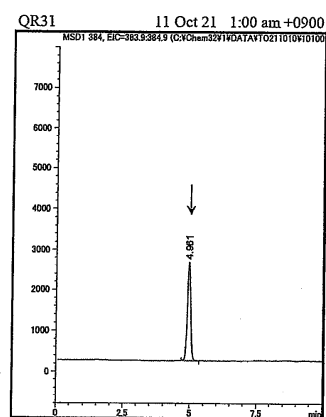
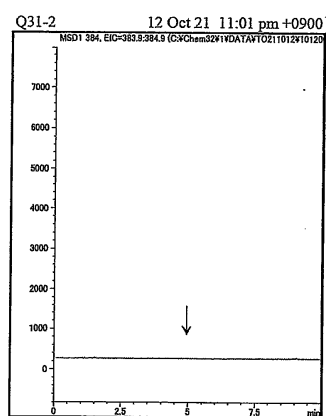


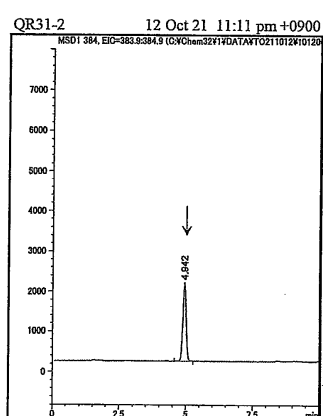
図3-8-2. 内部精度管理のクロマトグラム



0.1mg/kg添加
長野植南信
2021/10/8分析時
5mL/1μL/2.0g



無処理区
長野植南信
2021/10/12分析時
5mL/1μL/2.0g



0.1mg/kg添加
長野植南信
2021/10/12分析時
5mL/1μL/2.0g

図3-8.3. 内部精度管理のクロマトグラム

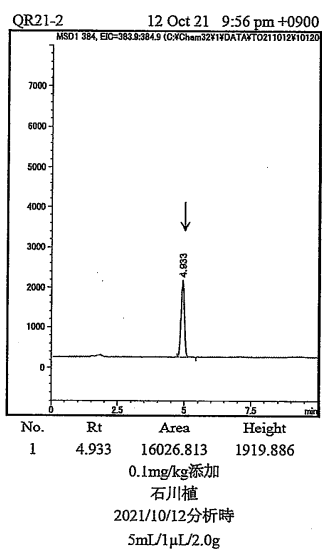
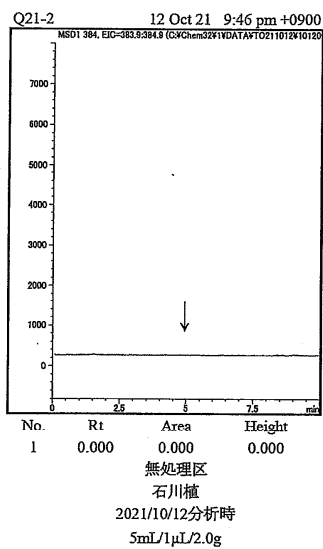
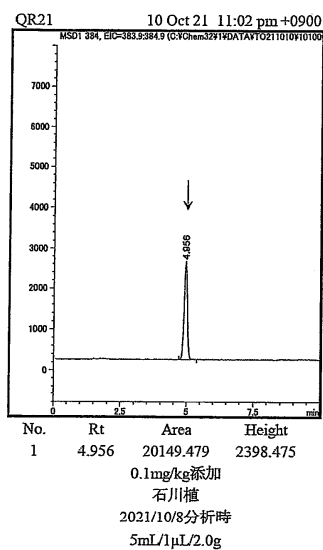
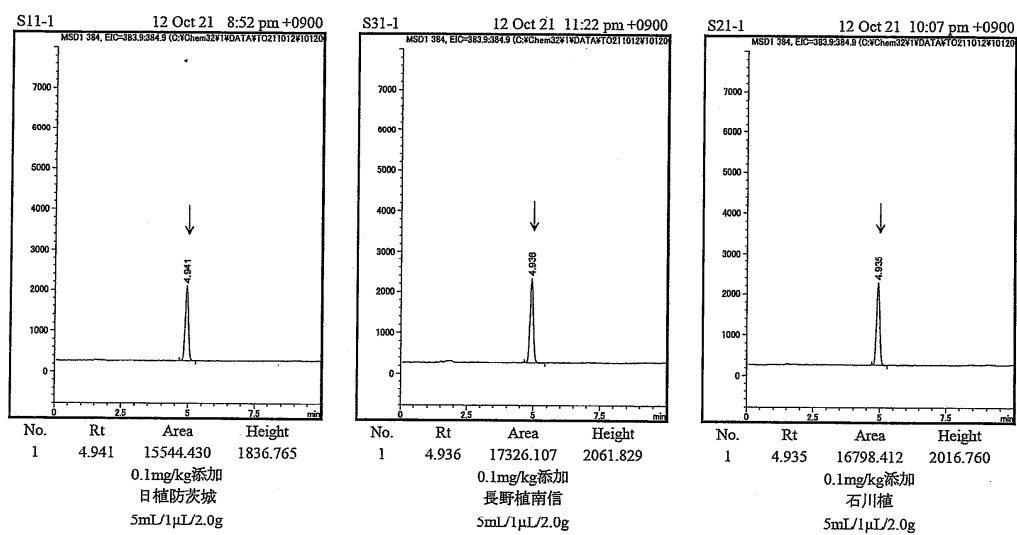


図3-9. 保存安定性試験のクロマトグラム



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	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	10	3980	398	352～443
	1回処理1日後	10	4010	401	357～451
	1回処理3日後	10	4010	401	325～486
	1回処理7日後	10	3980	398	365～420
	乳剤区				
長野植南信	無 処 理 区	11	4680	425	391～457
	1回処理 直後	11	4270	388	298～450
	1回処理1日後	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	11	4400	400	330～460
	1回処理1日後	10	4370	437	379～522
	1回処理3日後	11	4340	395	338～472
	1回処理7日後	10	4380	438	381～492
	フロアブル区				
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	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	10	3820	382	337～434
	1回処理1日後	10	4060	406	344～508
	1回処理3日後	10	4090	409	328～486
	1回処理7日後	10	3760	376	333～439
	フロアブル区				

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(フロアブル区)



長野植南信：1回処理1日後(フロアブル区)



長野植南信：1回処理3日後(フロアブル区)



長野植南信：1回処理7日後(フロアブル区)



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)