平成 26 年度 農薬登録における作物のグループ化の検討のための試験委託事業

最終報告書

平成 27 年 2 月 一般財団法人残留農薬研究所 一般社団法人日本植物防疫協会 株式会社化学分析コンサルタント

目 次

[目的]	4
[試験指針]	5
1. 圃場試験	
2. 残留分析	
[試験実施場所]	5
1. 圃場試験	
2. 残留分析	
[調査対象農薬及び農作物の選定]	6
1. 選定した農作物	
2. 選定した農薬	
[調査対象農薬の入手]	7
[試験実施内容]	8
1. 圃場試験	
2. 残留分析	
[結果]	12
1. 圃場試験結果	12
2. 残留濃度調査結果	14
2-1. すいか	14
2-2. メロン	62
2-3. キウイフルーツ 10	08
3. 各農薬の経過日数に伴う相対残留値の推移12	20
4. 果実平均重量と果実残留濃度の関係12	24
5. 残留基準値等との比較12	27
6. 統計学的解析 13	31
7. メロン果実残留濃度に対するすいか果実残留濃度の比率(水溶解度順)1	32
[考察]	34
[参考資料]	36

[添付資料]

- 資料 1. 農薬登録における作物のグループ化・圃場試験概要
- 資料 2. 農薬登録における作物のグループ化・残留分析詳細
- 資料 2-1. プロピネブ, BPMC, クロチアニジンーすいか 処理区 A
- 資料 2-2. MEP, PAP-すいか 処理区 B
- 資料 2-3. EPN, ダイアジノンーすいか 処理区 BC
- 資料 2-4. アセタミプリド, エトフェンプロックス, ピリダベンーすいか 処理区 D
- 資料 2-5. テトラジホン, ニテンピラムーすいか 処理区 DE
- 資料 2-6. トリフルミゾール,ベノミル,イミノクタジンーすいか 処理区 F
- 資料 2-7. フルバリネート、ヘキシチアゾクスーメロン 処理区 A
- 資料 2-8. マンゼブ, ジフルベンズロンーメロン 処理区 AB
- 資料 2-9. プロシミドン,シロマジン,BPMC-メロン 処理区 C
- 資料 2-10.1-ナフタレン酢酸, DMTP, PAP, アセタミプリドーメロン 処理区 D
- 資料 2-11. MEP, クロチアニジン,ペルメトリン,イミノクタジン-メロン 処理区 E
- 資料 2-12. DMTP, トラロメトリン, TPN, イミノクタジンーキウイフルーツ 処理区 A
- 資料 3. 試料調製明細書

[目的]

平成15年に施行された改正農薬取締法による農薬の適用外使用に対する罰則の強化や、平成18年に施行された改正食品衛生法によるポジティブリスト制度の導入に伴い、全国各地の生産現場において、生産量の少ない地域特産作物(以下「マイナー作物」という。)に使用可能な登録農薬数が少ないことが問題となった。このため、マイナー作物を含む作物グループを策定し、当該作物グループでの農薬登録を進めてきた。しかしながら、既存の作物グループだけでは登録農薬の少ないマイナー作物を十分に網羅できていない。又、国際的には、現在、Codexにおいて作物分類の改訂作業が進められている。

このような状況を踏まえ、より効率的な農薬登録を進めるためには、Codex や先進諸国内で用いられる作物分類を参考とし、国際調和を図りながら、これまでの作物分類の考え方を見直し新たな作物グループを策定する必要がある。

そこで、本事業では、我が国で新たに策定する作物分類における農薬登録や残留農薬基準の設定を行うための基礎として必要なデータを収集することを目的とした。

これまでのグループ化事業及び調理加工事業において、すいか、メロン及びキウイフルーツに登録がある茎葉散布剤(すいか 88 製剤、メロン 91 製剤、キウイフルーツ 22 製剤)の内、すいか 42 製剤、メロン 44 製剤、キウイフルーツ 14 製剤について作物残留試験を実施し、作物グループ化に際して必要となる果実(国際標準)及び果肉(国内慣行)中の残留濃度を算出した。本年度は、新たにすいか 15 製剤、メロン 15 製剤、キウイフルーツ 4 製剤について作物残留試験を実施し、果実及び果肉の分析を行い、各部位の残留濃度を求めた。

[試験指針]

1. 圃場試験

「農薬作物残留試験の手引き (未定稿)」(平成 15 年 2 月 社団法人日本植物防疫協会・ 財団法人日本植物調節剤研究協会)に準拠して実施した。

2. 残留分析

「農薬の登録申請に係る試験成績について」(平成 12 年 11 月 24 日付け 12 農産第 8147 号農林水産省農産園芸局長通知)中の「農作物への残留性に関する試験」の「作物残留試験」の項目の記述に基づき実施した。

[試験実施場所]

1. 圃場試験

一般社団法人日本植物防疫協会

2. 残留分析

1) すいか

株式会社化学分析コンサルタント

- 2) メロン
 - 一般社団法人日本植物防疫協会
- 3) キウイフルーツ
 - 一般財団法人残留農薬研究所

[調査対象農薬及び農作物の選定]

調査対象の農作物及び農薬の選定については、次によることとした。尚、選定にあたっては農薬対策室と協議を行った。

1. 選定した農作物

すいか,メロン,キウイフルーツの3作物

2. 選定した農薬

国内登録の有無等を考慮のうえ、すいか 15 種類、メロン 15 種類、キウイフルーツ 4 種類の農薬を選択した。散布の際は、すいか及びメロンについては対象農薬を 4 グループに分けて混用散布した。

すいかの対象農薬 15 種類 (全て茎葉散布)

一般名	log Pow*	基準値 (mg/kg)	農薬名	濃度 (%)	希釈倍数 使用量	使用時期	使用 回数
プロピネブ	-0.26	1	アントラコール顆粒水和剤	70.0	400 倍	収穫前日	4 回
BPMC	2.67	0.3	バッサ乳剤	50.0	1500 倍	収穫前日	3 旦
クロチアニジン	0.7	0.2	ダントツ水溶剤	16.0	2000 倍	収穫前日	3 旦
MEP	3.43	0.2	スミチオン乳剤	50.0	700 倍	収穫3日前	6 旦
PAP	3.69	0.02	エルサン乳剤	50.0	1000 倍	収穫3日前	3 旦
EPN	>5.02	0.02	EPN 乳剤	45.0	1000 倍	収穫 30 目前	4 旦
ダイアジノン	3.3	0.1	ダイアジノン乳剤	40.0	700 倍	収穫14日前	4 回
アセタミプリド	0.8	0.3	モスピラン顆粒水溶剤	20.0	2000 倍	収穫3日前	3 旦
エトフェンプロックス	6.9	2	トレボン乳剤	20.0	1000 倍	収穫3日前	3 旦
ピリダベン	6.37	0.05	サンマイトフロアブル	20.0	1000 倍	収穫3目前	2 回
テトラジホン	4.61	1	テデオン乳剤	8.0	500 倍	収穫7目前	2 旦
ニテンピラム	-0.66	5	ベストガード水溶剤	10.0	1000 倍	収穫7日前	3 旦
トリフルミゾール	5.1	2	トリフミン水和剤	30.0	3000 倍	収穫前日	5 旦
ベノミル	1.37	3	ベンレート水和剤	50.0	2000 倍	収穫前日	5 回
イミノクタシ゛ンアルヘ゛シル酸塩	2.05	0.2	ベルクート水和剤	40.0	1000 倍	収穫前日	4 回

^{*} The e-Pesticide Manual 15th Edition. ver. 5.0 より引用

メロンの対象農薬 15種類 (全て茎葉散布)

一般名	log Pow*	基準値 (mg/kg)	農薬名	濃度 (%)	希釈倍数 使用量	使用時期	使用 回数
マンゼブ	0.26	0.6	ジマンダイセン水和剤	80.0	400 倍	収穫7日前	5 回
ジフルベンズロン	3.89	0.2	デミリン水和剤	23.5	1500 倍	収穫7日前	3 回
フルバリネート	>3.8	0.1	マブリック水和剤 20	20.0	2000 倍	収穫3目前	2 回
ヘキシチアゾクス	2.53	0.5	ニッソラン水和剤	10.0	2000 倍	収穫3目前	2 回
プロシミドン	3.14	3	スミレックス水和剤	50.0	2000 倍	収穫前日	3 回
シロマジン	-0.061	0.5	トリガード液剤	8.7	1000 倍	収穫前日	3 回
ВРМС	2.67	0.3	バッサ乳剤	50.0	1500 倍	収穫前日	4 旦
1-ナフタレン酢酸	2.6	0.2	アークランド液剤	0.2	1000 倍	収穫3日前	2 回
DMTP	2.2	0.2	スプラサイド水和剤	36.0	1000 倍	収穫3目前	2 回
PAP	3.69	0.02	エルサン乳剤	50.0	1000 倍	収穫3目前	4 回
アセタミプリド	0.8	0.5	モスピラン顆粒水溶剤	20.0	8000 倍	収穫3目前	3 旦
MEP	3.43	0.05	スミチオン乳剤	50.0	1000 倍	収穫前日	5 回
クロチアニジン	0.7	0.3	ダントツ水溶剤	16.0	2000 倍	収穫前日	3 旦
ペルメトリン	1.37	0.1	アディオン乳剤	20.0	2000 倍	収穫前日	5 旦
イミノクタジン酢酸塩	-2.33	0.2	ポリベリン水和剤	5.0	1500 倍	収穫前日	5 旦

^{*} The e-Pesticide Manual 15th Edition. ver. 5.0 より引用

キウイフルーツの対象農薬 4種類(全て茎葉散布)

一般名	log Pow*	基準値 (mg/kg)	農薬名	濃度 (%)	希釈倍数 使用量	使用時期	使用 回数
DMTP	2.2	0.2	スプラサイド水和剤	36.0	1500 倍	収穫 60 目前	3 回
トラロメトリン	5	0.5	スカウトフロアブル	1.4	1500 倍	収穫前日	5 回
TPN	2.92	0.2	ダコニール 1000	40.0	500 倍	収穫 60 目前	7 回
イミノクタシ゛ンアルヘ゛シル酸塩	2.05	0.2	ベルクート水和剤	40.0	1000 倍	収穫前日	5 回

^{*} The e-Pesticide Manual 15th Edition. ver. 5.0 より引用

[調査対象農薬の入手]

本調査の対象となる農薬については、一般的に使用されている農薬を用いて試験を行うことから、農業資材販売店において購入できるものと同一のものを入手した。

[試験実施内容]

- 1. 圃場試験(圃場試験の詳細は資料1及び資料3を参照)
 - (1) 対象農作物

すいか (小玉), メロン (ネットメロン) 全て施設栽培 キウイフルーツ 露地無袋栽培

(2) 供試農薬・処理条件・試験区

各作物は対象農薬の分析法を基に 1~4 グループに分けて試験を行い、1~6 つの処理区を設けた。又、無処理区を各 1 区ずつ設けた。各試験区は定められた採取量の試料が確保できる面積を設定した。無処理区は処理区からの飛散に留意し設定した。各処理区においては 3~5 農薬を混用散布した(その際、各農薬の使用回数が異なるため、散布日毎に混合する農薬数は異なる)。

<供試農薬,試験区,希釈倍数,散布日(散布回数)の詳細は,

第2項「選定した農薬」の項を参照>

(3) 処理方法

各農薬の散布後最終日数に合わせて約7日間隔で薬剤毎に指定された処理回数, 希釈倍数となるように各薬剤を混合して調製した薬液を,適正圧力が保たれる手散 布機具を用いて10a当たり200~300L(すいか及びメロン),又は300~400L(キ ウイフルーツ)の割合で作物の大きさに合わせた十分な量(葉から滴り落ちる程度) を散布した(薬液には展着剤は加用せず,十分に攪拌した後に散布した)。

【薬液調製方法】

供試農薬毎に指示された希釈倍数となるように各薬剤を正確に秤量し、これらを 混合した薬液を調製した。フロアブルは使用前に容器をよく振ってから使用し、フ ロアブルの秤量には注射器を用いた。

(4) 試料採取·送付方法

処理区試料は各農薬の使用前日数を含む3回の採取,例えば最終散布1,3,7日後又は7,14,21日後に,無処理区は処理区初回採取前に以下の条件をいずれも満たす試料を採取した。試料は試験地域の出荷基準に該当する状態のものとし,試験区内の偏りがないように採取した。試料は採取後直ちに残留分析場所に冷蔵宅配便にて送付した。

【試料採取条件】

すいか (採取部位) 果実 (重量・個数) 5 kg以上かつ 5個以上 メロン (採取部位) 果実 (重量・個数) 5 kg以上かつ 5個以上 キウイフルーツ (採取部位) 果実 (重量・個数) 2 kg以上かつ 30個以上

2. 残留分析 (残留分析の詳細は資料 2-1 ~ 資料 2-12 を参照)

(1) 残留分析

a) 分析対象物質

・すいかの対象農薬

プロピネブ (塩酸加熱分解により二硫化炭素となるものの総量及びプロピレンチオウレア), BPMC, クロチアニジン, MEP, PAP, EPN, ダイアジノン, アセタミプリド, エトフェンプロックス, ピリダベン, テトラジホン, ニテンピラム (CPMA 及び CPMF を含む), トリフルミゾール (トリフルミゾール代謝物を含む), ベノミル (カルベンダジムを含む), イミノクタジン

・メロンの対象農薬

マンゼブ (塩酸加水分解により二硫化炭素となるものの総量及びエチレンチオウレア), ジフルベンズロン, フルバリネート, ヘキシチアゾクス, プロシミドン, シロマジン, BPMC, 1-ナフタレン酢酸 (抱合体を含む), DMTP, PAP, アセタミプリド, MEP, クロチアニジン, ペルメトリン, イミノクタジン

・キウイフルーツの対象農薬DMTP、トラロメトリン (デルタメトリンを含む)、TPN、イミノクタジン

b) 試料調製

b-1) すいか

無処理区 G は、各々を縦に 8 分割し、対角の 2 つを取り合わせた (4 組作製)。その 2 組を果実分析用試料とし、残りの 2 組を果肉分析用試料とした。果肉分析用試料は果肉と果皮に分け、果皮の厚さを測定した。又、果実、果肉及び果皮の各部位の全重量を測定した。

2組の果実分析用試料のうち1組をミキサーで均一化した。残りの1組については、プロピネブ、プロピレンチオウレア又はイミノクタジンアルベシル酸塩分析用試料とし、適切な大きさに細切した。プロピネブは細切試料を分析用試料とした。プロピレンチオウレアは、細切試料の一部を取り、L-システイン塩酸塩を加えて均一化した。イミノクタジンアルベシル酸塩については細切試料の一部を取り、グアニジン塩酸塩を加えてミキサーで均一化した。各調製試料は2組作製し、それぞれ密封して冷凍保存(-20° C以下)した。2組の果肉分析用試料についても果実分析用試料と同様に各調製試料を作製した。

処理区 A はプロピネブ, プロピレンチオウレア, 処理区 F はイミノクタジンアルベシル酸塩が含まれるため、無処理区 G と同様に調製した。

残りの処理区については、各々を縦に4分割し、対角の2つを取り合わせた。その

1 組を果実分析用試料とし、残りの 1 組を果肉分析用とした。果肉分析用試料は果肉と果皮に分け、果皮の厚さを測定した。又、果実、果肉及び果皮の各部位の全重量を測定した。各分析用試料をミキサーで均一化し、調製試料を 2 組作製した。各調製試料は、それぞれ密封して冷凍保存(-20°C以下)した。

b-2) メロン

無処理区 F は、各々を縦に 8 分割し、対角の 2 つを取り合わせた (4 組作製)。その 2 組を果実分析用試料とし、残りの 2 組を果肉分析用試料とした。果肉分析用試料は果肉と果皮に分け、果皮の厚さを測定した。又、果実、果肉及び果皮の各部位の全重量を測定した。

2組の果実分析用試料のうち1組をミキサーで均一化した。残りの1組については、マンゼブ又はイミノクタジン酢酸塩分析用試料とし、適切な大きさに細切した。イミノクタジン酢酸塩については細切試料の一部を取り、グアニジン塩酸塩を加えてミキサーで均一化した。各調製試料は2組作製し、それぞれ密封して冷凍保存(-20° C以下)した。2組の果肉分析用試料についても果実分析用試料と同様に各調製試料を作製した。

処理区A,処理区Bはマンゼブ,処理区Eはイミノクタジン酢酸塩が含まれるため,無処理区Fと同様に調製した。

処理区 C, 処理区 D については, 各々を縦に 4 分割し, 対角の 2 つを取り合わせた。 その 1 組を果実分析用試料とし, 残りの 1 組を果肉分析用とした。果肉分析用試料は 果肉と果皮に分け, 果皮の厚さを測定した。又, 果実, 果肉及び果皮の各部位の全重 量を測定した。各分析用試料をミキサーで均一化し, 調製試料を 2 組作製した。各調 製試料は, それぞれ密封して冷凍保存(-20°C以下)した。

b-3) キウイフルーツ

試料は、各々を縦に8分割し、対角の2つを取り合わせた(4組作製)。その2組を 果実分析用試料とし、残りの2組を果肉分析用試料とした。果肉分析用試料は果肉と 果皮に分け、果皮の厚さを測定した。又、果実、果肉及び果皮の各部位の全重量を測 定した。

2組の果実分析用試料のうち1組をミキサーで均一化した。残りの1組については、トラロメトリン及び TPN 分析用試料、イミノクタジンアルベシル酸塩分析用試料とし、適切な大きさに細切した。トラロメトリン及び TPN 分析用試料は、細切試料の一部を取り、10%りん酸溶液を加えてミキサーで均一化した。イミノクタジンアルベシル酸塩分析用試料は、細切試料の一部を取り、グアニジン塩酸塩及びトリエチルアミン溶液を加えてミキサーで均一化した。各調製試料は2組作製し、それぞれ密封して冷凍保存(-20° C以下)した。2組の果肉分析用試料についても果実分析用試料と同様に

調製試料を作製した。

c) 分析法の概要

果肉試料及び果実試料の適量(原則として 20 g 以上)を有機溶媒等で抽出(原則として厚生労働省通知試験法に準拠)し、市販の各種ミニカラムで精製した後、適切な測定機器を用いて定量した。尚、分析の繰り返し頻度は、作物残留試験に準じて 2 とした。すなわち、均一化した試料から 2 回採取し、各分析値を求め、その平均値を残留値として採用した。

d) 定量限界

果実, 果肉それぞれ 0.01 mg/kg(代謝物がある場合, 親換算値の合量として 0.01 mg/kg)

e) 添加回収

果実,果肉それぞれ3濃度(定量限界相当量,0.25,5 mg/kg)を各5連で実施。

(2) 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。

実施内容:分析法の精度確認用として,20試料に1回の割合で添加回収試料(1濃度1 検体)と無処理区(1 検体)を併行分析した。尚,添加濃度は各成分の定量限界の10倍濃度とした。(果実,果肉それぞれで実施)

(3) 保存安定性の確認

均一化した各無処理試料に各化合物を添加し、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、保存中の安定性を評価した。尚、添加濃度は0.5 又は1 mg/kg とした。(果実、果肉とも各圃場2連で実施)

[結果]

1. 圃場試験結果

すいか,メロン及びキウイフルーツの圃場情報を表 1 に示す。すいか及びメロンは施設栽培,キウイフルーツは露地栽培で実施した。各作物の試験期間中の平均気温は,すいかで $20.6\sim26.1^{\circ}$ C ,メロンで $21.2\sim29.1^{\circ}$ C ,キウイフルーツで $21.4\sim22.4^{\circ}$ C の範囲であった。散布量はすいかで $206\sim283$ L,メロンで $250\sim293$ L,キウイフルーツで $350\sim373$ L の範囲であった。各作物とも平均気温,散布量に圃場間で大きな差はなかった。尚,キウイフルーツの試験期間中の総降雨量は,茨城で 473 mm,山梨で 386 mm,高知で 1289 mmであった。高知は,試験期間の前半に散布したスプラサイド水和剤,ダコニール 1000 水和剤の散布日前後の降雨量が多かった。

各圃場での栽培形態(資料 3 参照)は、試験地域の方法に準じて実施しており、すいかの栽培形態は圃場によって異なっていた。高知の立体栽培は、果実を紐で吊り下げた状態で栽培し、果実が見える状態であったのに対して、茨城及び宮崎の地ばい栽培は、葉の繁茂状況によっては果実が葉に覆われる。散布の際、葉をめくって散布は行わないため、果実への薬液の付着が立体栽培に比べて妨げられるものと考えられた。一方、メロンは、3 圃場とも立体栽培、キウイフルーツは棚仕立て栽培で実施した。両作物とも試験期間中、果実が葉で覆われていなかったことから、果実への農薬付着量は3 圃場で同程度と考えられた。

1個当たりの果実平均重量は、すいかは高知 \ge 茨城>宮崎、メロンは宮崎>茨城>高知、キウイフルーツは茨城>山梨>高知の順であった。各作物とも圃場間の重量差は最大で約1.5倍であった。果実に対する果皮の割合は、すいかで12 \sim 17%、メロンで6 \sim 10%、キウイフルーツで14 \sim 17%であった。果皮の厚さは、すいかで4.1 \sim 5.1 mm、メロンで1.3 \sim 1.7 mm、キウイフルーツで1.4 \sim 1.6 mm であり、圃場や品種による大きな差異は見られなかった。3 作物の果実表面は、すいかは滑らかな形状、メロンは凹凸、キウイフルーツは毛茸で覆われた形状であった。

高知のすいかにおいて、試験区 A-3 及び E-1 試料が分析機関に到着した際、一部の試料で果実が割れていた。E-1 試料は 5 個のうち 1 個の果実が割れていたが、試料を包んだ包装紙が濡れていなかったため、試料として問題無いものと判断し、5 個を用いて分析を進めた。A-3 (処理 7 日後) 試料は 5 個のうち 2 個が割れており、包装紙が果汁で濡れた状態になっていたことから分析試料として用いなかった。再度 A-3 試料(処理 8 日後)を採取したものを分析試料として用いた。又、試験区 D は、一部の試料が生育不良で採取できなかったため、アセタミプリド、エトフェンプロックス、ピリダベンの試験を中止し、秋に再試験を実施した。

高知のメロンにおいて、試験区Eのみセンチュウによる被害を受けたため、MEP、クロチアニジン、ペルメトリン、イミノクタジン酢酸塩の試験を中止し、秋に再試験を実施した。

表 1. すいか、メロン及びキウイフルーツの圃場情報

圃場	品種	栽培期間 a)	散布量	果実重量	果肉果皮	果皮厚さ	平均気温
囲 物	口口 7里	秋 垣朔间 "	(L/10 a)	(kg) ^{c)}	重量比 ()	(mm) ^{c)}	$(\ ^{\circ}C\)^{d)}$
すいか							
茨城	愛娘	2014/4/11-7/28	206-267	1.84	88:12	4.1	26.1
高知	ひとりじめ	2014/4/10-7/14	220-283	2.13	87:13	4.3	25.4
高知	ひとりじめ	2014/8/31-12/8	276	1.83	83:17	5.1	20.6
宮崎	ひとりじめ HM	2014/8/19-12/1	233	1.47	84:16	4.6	22.6
メロン							
茨城	クインシー	2014/4/8-8/4	256-293	2.04	94: 6	1.3	27.3
高知	ソナタ 208	2014/5/2-8/18	277-281	1.54	93: 7	1.4	29.1
高知	雅秋冬 412	2014/8/27-12/15	280	1.45	91: 9	1.3	21.2
宮崎	アールセイヌ春Ⅱ	2014/3/28-7/18	250	2.19	90:10	1.7	27.1
E9 1H	口任	+17.125 +10.11日 7.7	散布量	果実重量	果肉果皮	果皮厚さ	平均気温
圃場	品種	栽培期間 b)	(L/10 a)	(g) ^{c)}	重量比 ()	(mm) ^{c)}	$({}^{\circ}C)^{d}$
キウイフ	フルーツ						
茨城	ヘイワード	2014/5/22-11/2	352	139	86:14	1.6	21.4
山梨	ヘイワード	2014/5/7-10/27	357-373	113	83:17	1.4	22.4
高知	ヘイワード	2014/5/17-11/17	350	88.6	85:15	1.4	22.1

 $^{^{}a)}$ 播種日~最終採取日 $^{b)}$ 開花日~最終採取日 $^{c)}$ 総平均値 $^{d)}$ 初回散布日~最終採取日の総平均値

2. 残留濃度調査結果

2-1. すいか

①プロピネブ

アントラコール顆粒水和剤(有効成分含有率 70.0%)の 400 倍希釈液 233~283 L/10 a を 5~7 日間隔で 4 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 1、3、7 又は 8 日後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果(プロピネブ、プロピレンチオウレア)を次表に示す。

果肉試料中のプロピネブ平均残留濃度は、茨城試料において、処理1日後に最大値0.10 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には0.06 mg/kg となった。高知試料においては、処理1日後に最大値0.13 mg/kg 検出され、その後減衰して処理8日後には0.07 mg/kgとなった。宮崎試料においては0.16 又は0.17 mg/kg 検出された。プロピレンチオウレア平均残留濃度は、茨城の3日後試料で0.02 mg/kg、高知の3日後試料で0.01 mg/kg 検出されたが、それ以外の試料は定量限界未満であった。

果実試料中のプロピネブ平均残留濃度は、茨城試料において、処理 1 日後に最大値 0.51 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.26 mg/kg となった。高知試料においては、処理 1 日後に最大値 0.95 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 8 日後には 0.55 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理 1 日後に最大値 1.42 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 1.08 mg/kg となった。プロピレンチオウレア平均残留濃度は、茨城試料で $0.03\sim0.06$ mg/kg、高知試料で 0.08 又は 0.10 mg/kg、宮崎試料で $0.03\sim0.07$ mg/kg の範囲で検出された。

プロピネブは、試料を塩酸及び塩化第一スズを加えて加熱加水分解し、発生する二硫化炭素を冷却したエタノールに捕集し、ガスクロマトグラフ(FPD-S)を用いて定量した。プロピレンチオウレアは、試料に L-システイン塩酸塩及びフッ化カリウムを加えて含水メタノールで抽出し、ヘキサン洗浄、多孔性ケイソウ土カラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS)を用いて定量した。プロピネブの定量限界は、果肉、果実とも二硫化炭素として 0.005 mg/kg(プロピネブとして 0.01 mg/kg)、プロピレンチオウレアの定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。(試料到着後、直ちに分析を実施したため、凍結保存中の安定性試験は実施しなかった。)

残留濃度調査結果-すいか-プロピネブ

果肉

23 18	試駁		分析	PHI	分析値①*	分析値②*	平均残留濃度*	
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.055	0.055	0.055 (0.10)
茨城	70.0%	400倍	4	果肉	3	0.017	0.015	0.016 (0.03)
30,72	顆粒水和剤	.0011		2007	7	0.030	0.029	0.030 (0.06)
					1	0.068	0.068	0.068 (0.13)
高知	70.0%	400倍	4	果肉	3	0.065	0.065	0.065 (0.12)
10174	顆粒水和剤	чоопд	-		8	0.039	0.038	0.038 (0.07)
					1	0.086	0.085	0.086 (0.16)
宮崎	70.0%	400倍	4	果肉	3	0.087	0.085	0.086 (0.16)
白啊	顆粒水和剤	40010	4	<u> </u>	7	0.093	0.089	0.091 (0.17)

^{*} 二硫化炭素の分析値

田相	試駭		分析	PHI	分析値①*	分析値②*	平均残留濃度*	
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	70.0% 顆粒水和剤	400倍	4	果実	1 3 7	0.281 0.225 0.138	0.261 0.220 0.137	0.271 (0.51) 0.222 (0.42) 0.138 (0.26)
高知	70.0% 顆粒水和剤	400倍	4	果実	1 3 8	0.511 0.486 0.290	0.487 0.434 0.287	0.499 (0.95) 0.460 (0.87) 0.288 (0.55)
宮崎	70.0% 顆粒水和剤	400倍	4	果実	1 3 7	0.749 0.524 0.580	0.747 0.489 0.561	0.748 (1.42) 0.506 (0.96) 0.570 (1.08)

^{*} 二硫化炭素の分析値

⁽⁾内はプルペイプに換算した値[換算係数1.90(プルペイプ分子量289.8/プルペイプ1分子から生成する二硫化炭素2分子の分子量152.2)]

^()内はプロピネブに換算した値 [換算係数1.90(プロピネブ分子量289.8/プロピネブ1分子から生成する二硫化炭素2分子の分子量152.2)]

残留濃度調査結果-すいか-プロピレンチオウレア 果肉

田相	試懸	食条件		分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	70.0% 顆粒水和剤	400倍	4	果肉	1 3 7	<0.01 0.02 <0.01	<0.01 0.02 <0.01	<0.01 0.02 <0.01
高知	70.0% 顆粒水和剤	400倍	4	果肉	1 3 8	<0.01 0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 0.01 <0.01
宮崎	70.0% 顆粒水和剤	400倍	4	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

圃場	試駁		分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度	
囲场	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.05	0.04	0.04
茨城	70.0%	400倍	4	果実	3	0.06	0.06	0.06
-2,7%	顆粒水和剤	40010	7	**	7	0.03	0.03	0.03
					1	0.11	0.10	0.10
高知	70.0%	400倍	4	果実	3	0.08	0.08	0.08
IN IN	顆粒水和剤	чоон	7	**	8	0.08	0.08	0.08
1					1	0.07	0.07	0.07
宮崎	70.0%	400倍	4	果実	3	0.06	0.06	0.06
스 씨	顆粒水和剤	40010	7	不天	7	0.03	0.03	0.03

八七如八	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
分析部位	万仞对多	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.009	5	93	6
	プロピネブ	0.25	5	95	5
果肉		5	5	103	3
木内		0.01	5	86	5
	プロピレンチオウレア	0.25	5	91	3
		5	5	89	3
		0.009	5	107	8
	プロピネブ	0.25	5	96	6
果実		5	5	104	2
本大 		0.01	5	72	3
	プロピレンチオウレア	0.25	5	90	5
		5	5	89	1

^{*}市販品を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		 茨城	0.09	100, 90, 104
			0.00	, ,
	プロピネブ	高知	0.09	102, 92, 103, 90
果肉		宮崎	0.09	100, 100, 98
木内		茨城	0.1	92, 86, 88
	プロピレンチオウレア	高知	0.1	87, 84, 96, 94
		宮崎	0.1	96, 95, 96
		茨城	0.09	104, 102, 106
	プロピネブ	高知	0.09	101, 89, 100, 92
田宝		宮崎	0.09	105, 99, 96
果実		茨城	0.1	94, 93, 85
	プロピレンチオウレア	高知	0.1	87, 89, 83, 94
		宮崎	0.1	98, 96, 93

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

②BPMC (フェノブカルブ)

バッサ乳剤(有効成分含有率 50.0%)の 1500 倍希釈液 233~283 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 3 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 1、3、7 又は 8 日後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の BPMC は、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中のBPMCは、茨城試料は全試験区定量限界未満、高知試料は 処理 1 日後のみ 0.01 mg/kg 検出、宮崎試料は処理 1 日後に最大値 0.03 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には定量限界未満となった。

BPMC は、試料をアセトンで抽出し、ヘキサン転溶及びグラファイトカーボン/ NH_2 /シリカゲル積層ミニカラムで精製後、ガスクロマトグラフ (NPD) を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01~mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-すいか-BPMC

果肉

æ1±8	試懸	試験条件				分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	50.0% 乳剤	1500倍	3	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	50.0% 乳剤	1500倍	3	果肉	1 3 8	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	50.0% 乳剤	1500倍	3	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	< 0.01	< 0.01	< 0.01
茨城	50.0%	1500倍	3	果実	3	< 0.01	< 0.01	< 0.01
2// 7%	乳剤	130010	J		7	< 0.01	< 0.01	< 0.01
					1	0.01	< 0.01	0.01
高知	50.0%	1500倍	3	果実	3	< 0.01	< 0.01	< 0.01
ILIVE	乳剤	ТОООТЫ	· ·		8	< 0.01	< 0.01	< 0.01
					1	0.03	0.03	0.03
	50.0%			l	3	0.02	0.02	0.03
宮崎	乳剤	1500倍	3	果実	7	< 0.01	< 0.01	< 0.01
				l				

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
거에마	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	105	6
果肉	BPMC	0.25	5	94	2
		5	5	90	1
		0.01	5	92	3
果実	BPMC	0.25	5	91	2
		5	5	86	3

^{*}H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	104, 97
果肉	BPMC	高知	0.1	107, 96
		宮崎	0.1	106, 98
		茨城	0.1	102, 93
果実	BPMC	高知	0.1	105, 96
		宮崎	0.1	92, 102

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

保存安定性の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
果肉	ВРМС	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	83 102 22	94 92 97
果実	ВРМС	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	83 102 22	93 94 94

③クロチアニジン

ダントツ水溶剤(有効成分含有率 16.0%)の 2000 倍希釈液 233~283 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 3 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 1、3、7 又は 8 日 後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のクロチアニジン平均残留濃度は,3 圃場において 0.01~0.03 mg/kg の範囲で検出された。尚,クロチアニジンは植物体への浸透移行性を示す農薬であり、果肉に検出された要因の一つとして考えられた。

果実試料中のクロチアニジン平均残留濃度は、3 圃場において $0.02\sim0.04~\text{mg/kg}$ の範囲で検出された。

クロチアニジンは、試料をアセトンで抽出し、ヘキサン洗浄、酢酸エチル転溶、陽イオン交換ミニカラム及びグラファイトカーボンミニカラムの連結カラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-すいか-クロチアニジン 果肉

田坦	試懸	食条件		分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	16.0% 水溶剤	2000倍	3	果肉	1 3 7	0.02 0.01 0.02	0.01 0.01 0.01	0.02 0.01 0.02
高知	16.0% 水溶剤	2000倍	3	果肉	1 3 8	0.02 0.02 0.03	0.02 0.02 0.03	0.02 0.02 0.03
宮崎	16.0% 水溶剤	2000倍	3	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 0.01	<0.01 <0.01 0.01	<0.01 <0.01 0.01

圃場	試懸	食条件		分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
四场	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.03	0.03	0.03
茨城	16.0%	2000倍	3	果実	3	0.02	0.02	0.02
3,75%	水溶剤	2000111	· ·	**	7	0.02	0.02	0.02
					1	0.04	0.04	0.04
高知	16.0%	2000倍	3	果実	3	0.04	0.04	0.04
ID) XH	水溶剤	2000111	· ·	***	8	0.04	0.04	0.04
					1	0.04	0.04	0.04
	16.0%			l	3	0.03	0.02	0.02
宮崎	水溶剤	2000倍	3	果実	7	0.03	0.03	0.03
	WEN!				,	3.00	5.00	0.00

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
기에마	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	77	4
果肉	クロチアニジン	0.25	5	88	1
		5	5	85	1
		0.01	5	74	3
果実	クロチアニジン	0.25	5	89	1
		5	5	88	1

^{*}H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	92, 97
果肉	クロチアニジン	高知	0.1	90, 89
		宮崎	0.1	98, 107
		茨城	0.1	91, 84
果実	クロチアニジン	高知	0.1	90, 75
		宮崎	0.1	95, 96

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

保存安定性の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	クロチアニジン	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	83 102 22	88 84 102
果実	クロチアニジン	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	83 102 22	84 88 95

④MEP (フェニトロチオン)

スミチオン乳剤(有効成分含有率 50.0%)の 700 倍希釈液 207~281 L/10 a を 5~7 日間隔で 6 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 3,7,14 日後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の MEP は、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中の MEP 平均残留濃度は、茨城試料において、処理 3 日後に最大値 0.04 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 14 日後には定量限界未満となった。高知試料においては、処理 3 日後に最大値 0.04 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後以降は 0.01 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理 3 日後に最大値 0.06 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 14 日後には 0.02 mg/kg となった。

MEP は、試料をアセトンで抽出し、ヘキサン転溶、グラファイトカーボン/陰イオン交換/陽イオン交換積層ミニカラムで精製後、ガスクロマトグラフ(FPD-P)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-すいか-MEP 果肉

田相	試懸	試験条件			PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	50.0% 乳剤	700倍	6	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	50.0% 乳剤	700倍	6	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	50.0% 乳剤	700倍	6	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					3	0.04	0.04	0.04
茨城	50.0%	700倍	6	果実	7	0.01	0.01	0.01
2/32	乳剤	70010	O	**	14	< 0.01	< 0.01	< 0.01
					3	0.04	0.04	0.04
高知	50.0%	700倍	6	果実	7	0.01	0.01	0.01
	乳剤	70010	· ·	**	14	0.01	0.01	0.01
					3	0.07	0.06	0.06
宮崎	50.0%	700倍	6	果実	7	0.04	0.04	0.04
	乳剤	70010	0	**	14	0.02	0.02	0.02
					ĺ			

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
기케메	刀彻对涿	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	116	2
果肉	MEP	0.25	5	104	3
		5	5	99	1
		0.01	5	114	2
果実	MEP	0.25	5	105	3
		5	5	100	1

^{*}H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	102, 98
果肉	MEP	高知	0.1	104, 99
		宮崎	0.1	93, 102
		茨城	0.1	106, 97
果実	MEP	高知	0.1	103, 102
		宮崎	0.1	93, 101

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

保存安定性の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	MEP	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	51 70 23	100 98 98
果実	MEP	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	51 70 23	99 100 96

⑤PAP (フェントエート)

エルサン乳剤(有効成分含有率 50.0%)の 1000 倍希釈液 233~279 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 3 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 3,7,14 日後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の PAP は、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中のPAP 平均残留濃度は、茨城試料において、処理3日後に最大値0.05 mg/kg 検出され、その後減衰して処理14日後には0.01 mg/kgとなった。高知試料においては、処理3日後に最大値0.11 mg/kg 検出され、その後減衰して処理14日後には0.02 mg/kgとなった。宮崎試料においては、処理3日後及び7日後に最大値0.10 mg/kg 検出され、その後減衰して処理14日後には0.06 mg/kgとなった。

PAP は、試料をアセトンで抽出し、ヘキサン転溶、グラファイトカーボン/陰イオン交換/陽イオン交換積層ミニカラムで精製後、ガスクロマトグラフ(FPD-P)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-すいか-PAP

果肉

田田	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	50.0% 乳剤	1000倍	3	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	50.0% 乳剤	1000倍	3	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	50.0% 乳剤	1000倍	3	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

<u>ш</u> н	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					3	0.05	0.05	0.05
茨城	50.0%	1000倍	3	果実	7	0.03	0.03	0.03
-2,7%	乳剤	100010	0	~~	14	0.01	0.01	0.01
					3	0.11	0.11	0.11
高知	50.0%	1000倍	3	果実	7	0.03	0.03	0.03
IDJ VH	乳剤	ТОООП	O	**	14	0.02	0.02	0.02
					3	0.10	0.09	0.10
宮崎	50.0%	1000倍	3	果実	7	0.10	0.09	0.10
	乳剤	100010	3	~~	14	0.06	0.05	0.06

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
거에마	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	107	2
果肉	PAP	0.25	5	97	2
		5	5	92	1
		0.01	5	96	3
果実	PAP	0.25	5	94	3
		5	5	92	2

^{*}H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	101, 97
果肉	PAP	高知	0.1	103, 95
			0.1	88, 105
		茨城	0.1	94, 95
果実	PAP	高知	0.1	108, 95
		宮崎	0.1	94, 119

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

保存安定性の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
果肉	PAP	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	51 70 23	100 98 98
果実	PAP	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	51 70 23	98 98 98

©EPN

EPN 乳剤(有効成分含有率 45.0%)の1000倍希釈液206~283 L/10 a を 5 又は7 日間隔で4回茎葉散布(生育期~果実肥大期)した。試料は最終散布後,茨城で28,35,42 日後,高知で25,32,37 日後,宮崎で24,31,37 日後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の EPN は、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中の EPN 平均残留濃度は、茨城試料において、処理 35 日後のみ 0.01 mg/kg 検出され、処理 28、42 日後試料は定量限界未満であった。高知試料においては、処理 25 日後に最大値 0.04 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 37 日後には定量限界未満となった。宮崎試料においては、処理 24 日後に最大値 0.10 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 37 日後には 0.02 mg/kg となった。

EPN は、試料をアセトンで抽出し、ヘキサン転溶、グラファイトカーボン/陰イオン交換/陽イオン交換積層ミニカラムで精製後、ガスクロマトグラフ(FPD-P)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-すいか-EPN

果肉

田坦	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	45.0% 乳剤	1000倍	4	果肉	28 35 42	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	45.0% 乳剤	1000倍	4	果肉	25 32 37	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	45.0% 乳剤	1000倍	4	果肉	24 31 37	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

田坦	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場──	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					28	< 0.01	< 0.01	< 0.01
茨城	45.0%	1000倍	4	果実	35	0.01	< 0.01	0.01
32,9%	乳剤	ТОООП	•	**	42	< 0.01	< 0.01	< 0.01
					25	0.04	0.04	0.04
高知	45.0%	1000倍	4	果実	32	0.03	0.03	0.03
ID) AH	乳剤	ТОООП	-	**	37	< 0.01	< 0.01	< 0.01
					24	0.10	0.09	0.10
宮崎	45.0%	1000倍	4	果実	31	0.06	0.05	0.06
	乳剤	100010	7	~ ~	37	0.02	0.02	0.02

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
거에마	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	101	1
果肉	EPN	0.25	5	95	2
		5	5	93	1
		0.01	5	100	2
果実	EPN	0.25	5	96	3
		5	5	95	1

^{*}H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	96, 95
果肉	EPN	高知	0.1	98, 95
	•		0.1	87, 94
		茨城	0.1	98, 94
果実	EPN	高知	0.1	98, 98
		宮崎	0.1	85, 94

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

保存安定性の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	EPN	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	51 70 23	96 96 95
果実	EPN	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	51 70 23	96 96 94

⑦ダイアジノン

ダイアジノン乳剤(有効成分含有率 40.0%)の 700 倍希釈液 224~283 L/10 a を 5~7 日間隔で 4 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 7、14、21 日後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のダイアジノンは、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中のダイアジノン平均残留濃度は,茨城試料において,処理7日後に最大値0.03 mg/kg 検出され,その後減衰して処理14日後以降は定量限界未満となった。高知試料においては,処理7日後に最大値0.02 mg/kg 検出され,その後減衰して処理14日後以降は定量限界未満となった。宮崎試料においては,処理7日後に最大値0.02 mg/kg 検出され,その後減衰して処理14日後以降は定量限界未満となった。

ダイアジノンは、試料をアセトンで抽出し、ヘキサン転溶、グラファイトカーボン/陰イオン交換/陽イオン交換積層ミニカラムで精製後、ガスクロマトグラフ(FPD-P)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-すいか-ダイアジノン 果肉

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	40.0% 乳剤	700倍	4	果肉	7 14 21	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	40.0% 乳剤	700倍	4	果肉	7 14 21	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	40.0% 乳剤	700倍	4	果肉	7 14 21	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					7	0.03	0.03	0.03
茨城	40.0%	700倍	4	果実	14	< 0.01	< 0.01	< 0.01
3,7%	乳剤	70010	•	**	21	< 0.01	< 0.01	< 0.01
					7	0.02	0.02	0.02
高知	40.0%	700倍	4	果実	14	< 0.01	< 0.01	< 0.01
ILI XH	乳剤	70011	·	**	21	< 0.01	< 0.01	< 0.01
					7	0.02	0.02	0.02
宮崎	40.0%	700倍	4	果実	14	< 0.01	< 0.01	< 0.01
	乳剤		· ·	,,,,,	21	< 0.01	< 0.01	< 0.01

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
77 171 11111111111111111111111111111111	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	119	1
果肉	ダイアジノン	0.25	5	109	3
		5	5	100	2
		0.01	5	120	2
果実	ダイアジノン	0.25	5	110	2
		5	5	100	3

^{*}H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	
		茨城	0.1	107, 102	
果肉	ダイアジノン	高知	0.1	105, 101	
		宮崎	0.1	102, 111	
		茨城	0.1	111, 101	
果実	ダイアジノン	高知	0.1	103, 106	
		宮崎	0.1	98, 109	

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

保存安定性の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	ダイアジノン	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	51 70 23	102 100 101
果実	ダイアジノン	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	51 70 23	100 102 102

⑧アセタミプリド

モスピラン顆粒水溶剤(有効成分含有率 20.0%)の 2000 倍希釈液 233~276 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 3 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 3, 7, 14 日後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のアセタミプリド平均残留濃度は、茨城試料で 0.03 又は 0.04 mg/kg、高知試料で $0.06\sim0.12$ mg/kg、宮崎試料で 0.04 又は 0.05 mg/kg の範囲で検出され、経過日数に伴い増大傾向を示した。尚、アセタミプリドは植物体への浸透移行性を示す農薬であり、果肉に検出された要因の一つとして考えられた。

果実試料中のアセタミプリド平均残留濃度は、茨城試料で 0.04 又は 0.05 mg/kg、高知試料で 0.16 又は 0.18 mg/kg、宮崎試料で $0.08\sim0.12$ mg/kg の範囲で検出された。

アセタミプリドは、試料をアセトンで抽出し、酢酸エチル転溶、グラファイトカーボン/陰イオン交換/陽イオン交換積層ミニカラム及びフロリジルミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-すいか-アセタミプリド 果肉

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					3	0.04	0.04	0.04
茨城	20.0%	2000倍	3	果肉	7	0.04	0.04	0.04
30.7%	顆粒水溶剤 類粒水溶剤	ŭ	JK F 1	14	0.03	0.03	0.03	
						0.00	0.00	0.00
					3	0.06	0.06	0.06
高知	20.0%	2000倍	3	果肉	7	0.09	0.09	0.09
ILI XH	顆粒水溶剤	2000	· ·	N/P3	14	0.12	0.12	0.12
					3	0.04	0.04	0.04
点点	20.0%	2000倍	3	果肉	7	0.04	0.04	0.04
宮崎	顆粒水溶剤	2000倍	3	未闪	14	0.05	0.05	0.05

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					3	0.05	0.05	0.05
茨城	20.0%	2000倍	3	果実	7	0.04	0.04	0.04
30,9%	顆粒水溶剤	200011	O	_ ^_	14	0.04	0.04	0.04
					3	0.19	0.18	0.18
高知	20.0%	2000倍	3	果実	7	0.16	0.16	0.16
同州	顆粒水溶剤	200016	3	木大	14	0.16	0.16	0.16
					3	0.09	0.09	0.09
宮崎	20.0%	2000倍	3	果実	7	0.12	0.12	0.12
占呵	顆粒水溶剤	2000 <u>1</u>	3	木夫	14	0.08	0.08	0.08
				ĺ				

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
77 101 10111111111111111111111111111111	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	87	6
果肉	アセタミプリド	0.25	5	94	3
		5	5	94	1
		0.01	5	88	6
果実	アセタミプリド	0.25	5	92	2
		5	5	93	2

⁻*H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	90
果肉	アセタミプリド	高知	0.1	98
		宮崎	0.1	98, 87
		茨城	0.1	85
果実	アセタミプリド	高知	0.1	81
		宮崎	0.1	93, 91

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	アセタミプリド	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	174 39 48	88 92 93
果実	アセタミプリド	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	174 39 48	90 92 90

⑨エトフェンプロックス

トレボン乳剤(有効成分含有率 20.0%)の 1000 倍希釈液 233~276 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 3 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 3,7,14 日後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のエトフェンプロックスは、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中のエトフェンプロックス平均残留濃度は、茨城試料において、処理 3 日後及び 7 日後に最大値 0.12 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 14 日後には 0.10 mg/kg となった。高知試料においては、処理 3 日後に最大値 0.68 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 14 日後には 0.48 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理 7 日後に最大値 0.26 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 14 日後には 0.20 mg/kg となった。

エトフェンプロックスは、試料をアセトンで抽出し、ヘキサン転溶及びフロリジルカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC-MS) を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果ーすいかーエトフェンプロックス 果肉

圃場	試駁	試験条件			PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	20.0% 乳剤	1000倍	3	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	20.0% 乳剤	1000倍	3	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	20.0% 乳剤	1000倍	3	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					3	0.13	0.12	0.12
茨城	20.0% 乳剤	1000倍	3	果実	7 14	0.13 0.10	0.11 0.10	0.12 0.10
高知	20.0% 乳剤	1000倍	3	果実	3 7 14	0.68 0.46 0.48	0.67 0.43 0.47	0.68 0.44 0.48
宮崎	20.0% 乳剤	1000倍	3	果実	3 7 14	0.22 0.27 0.20	0.21 0.26 0.20	0.22 0.26 0.20

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
기계 마고	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	100	3
果肉	エトフェンプロックス	0.25	5	91	4
		5	5	81	3
		0.01	5	99	2
果実	エトフェンプロックス	0.25	5	93	3
		5	5	87	2

⁻*H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	94
果肉	エトフェンプロックス	高知	0.1	97
		宮崎	0.1	86, 96
		茨城	0.1	93
果実	エトフェンプロックス	高知	0.1	100
		宮崎	0.1	99, 104

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
		茨城	0.5	2	174	86
果肉	エトフェンプロックス	高知	0.5	2	39	91
		宮崎	0.5	2	48	94
	エトフェンプロックス	茨城	0.5	2	174	89
果実		高知	0.5	2	39	94
		宮崎	0.5	2	48	94

10ピリダベン

サンマイトフロアブル (有効成分含有率 20.0%) の 1000 倍希釈液 233~276 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 2 回茎葉散布 (果実成熟期~収穫期) した。試料は、最終散布 3, 7, 14 日後に採取した。すいか (果肉及び果実) 試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のピリダベンは、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中のピリダベン平均残留濃度は、茨城試料において、処理3日後に最大値0.02 mg/kg 検出され、その後減衰して処理14日後には定量限界未満となった。高知試料においては、処理3日後に最大値0.23 mg/kg 検出され、その後減衰して処理14日後には0.10 mg/kgとなった。宮崎試料においては、処理3日後に最大値0.04 mg/kg 検出され、その後減衰して処理14日後には0.01 mg/kgとなった。

ピリダベンは、試料をアセトンで抽出し、酢酸エチル転溶、グラファイトカーボン/陰イオン交換/陽イオン交換積層ミニカラム及びフロリジルミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-すいか-ピリダベン 果肉

圃場	試懸	条件		分析 部位	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
田场	剤型	希釈 倍数	使用 回数		(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	20.0% フロアブル	1000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	20.0% フロアブル	1000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	20.0% フロアブル	1000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					3	0.02	0.02	0.02
茨城	20.0%	1000倍	2	果実	7	0.01	0.01	0.01
	フロアブル		_	71174	14	< 0.01	< 0.01	< 0.01
					3	0.23	0.23	0.23
高知	20.0%	1000倍	2	果実	7	0.13	0.13	0.13
IDJ XH	フロアブル	ТОООТД	-	**	14	0.10	0.09	0.10
					3	0.04	0.04	0.04
宮崎	20.0%	1000倍	2	果実	7	0.02	0.02	0.02
	フロアブル	100010	2	~ ~	14	0.01	0.01	0.01

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
77 171 11111111111111111111111111111111	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	93	6
果肉	ピリダベン	0.25	5	101	2
		5	5	104	3
		0.01	5	95	5
果実	ピリダベン	0.25	5	95	3
		5	5	101	3

^{*}H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
果肉		茨城	0.1	90
	ピリダベン	高知	0.1	95
		宮崎	0.1	85, 85
	ピリダベン	茨城	0.1	90
果実		高知	0.1	92
		宮崎	0.1	91, 87

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	ピリダベン	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	174 39 48	84 88 94
果実	ピリダベン	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	174 39 48	86 92 92

⑪テトラジホン

テデオン乳剤(有効成分含有率 8.0%)の 500 倍希釈液 233~283 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 2 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 7、14、21 日後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のテトラジホンは、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中のテトラジホン平均残留濃度は,茨城試料において,処理7日後に最大値0.04 mg/kg 検出され,その後減衰して処理14日後以降は定量限界未満となった。高知試料においては,処理7日後に最大値0.07 mg/kg 検出され,その後減衰して処理21日後には0.01 mg/kgとなった。宮崎試料においては,処理7日後に最大値0.11 mg/kg 検出され,その後減衰して処理21日後には0.06 mg/kgとなった。

テトラジホンは、試料をアセトンで抽出し、ヘキサン転溶、陽イオン交換ミニカラム及びグラファイトカーボン/ NH_2 /シリカゲル積層ミニカラムで精製後、ガスクロマトグラフ (ECD) を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01~mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-すいか-テトラジホン 果肉

田田	試駁	条件		分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
** +*	8.0%	500/ *	•	8.4	7 14	<0.01 <0.01	<0.01 <0.01	<0.01 <0.01
茨城	乳剤 500倍 2	果肉	21	<0.01	<0.01	<0.01		
					7	< 0.01	< 0.01	<0.01
高知	8.0%	500倍	2	果肉	14	< 0.01	< 0.01	< 0.01
	乳剤	оооп	-	***	21	<0.01	< 0.01	<0.01
					7	< 0.01	< 0.01	< 0.01
宮崎	8.0%	500倍	2	果肉	14	< 0.01	< 0.01	< 0.01
	乳剤	оооп	2	*K	21	<0.01	<0.01	<0.01

E918	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度	
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	
茨城	8.0% 乳剤	500倍	2	果実	7 14 21	0.04 <0.01 <0.01	0.04 <0.01 <0.01	0.04 <0.01 <0.01	
高知	8.0% 乳剤	500倍	2	果実	7 14 21	0.07 0.03 0.01	0.07 0.03 0.01	0.07 0.03 0.01	
宮崎	8.0% 乳剤	500倍	2	果実	7 14 21	0.11 0.07 0.06	0.11 0.07 0.06	0.11 0.07 0.06	

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
77 171 11111111111111111111111111111111	刀削对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	87	2
果肉	テトラジホン	0.25	5	96	2
		5	5	94	1
		0.01	5	88	2
果実	テトラジホン	0.25	5	93	1
		5	5	95	2

^{*}H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	100
果肉	テトラジホン	高知	0.1	98
		宮崎	0.1	91, 89
	テトラジホン	茨城	0.1	97
果実		高知	0.1	100
		宮崎	0.1	93, 89

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	テトラジホン	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	174 193 48	81 84 88
果実	テトラジホン	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	2 2 2	174 193 48	82 84 88

12コテンピラム

ベストガード水溶剤(有効成分含有率 10.0%)の 1000 倍希釈液 233~283 L/10 a を 5~7 日間隔で 3 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 7,14,21 日後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果(合量値、ニテンピラム、ニテンピラム換算の CPMA 及び CPMF の合量)を次表に示す。

果肉試料中のニテンピラム及び CPMA+CPMF のニテンピラム換算の合量値は,茨城試料で 0.11 又は 0.14 mg/kg, 高知試料で 0.07 又は 0.09 mg/kg, 宮崎試料で $0.14\sim0.20$ mg/kg の範囲で検出された。ニテンピラム平均残留濃度は,茨城試料で $0.045\sim0.055$ mg/kg,高知試料で $0.027\sim0.045$ mg/kg,宮崎試料で $0.047\sim0.060$ mg/kg の範囲で検出された。ニテンピラム換算の CPMA+CPMF 平均残留濃度は,茨城試料で $0.057\sim0.092$ mg/kg,高知試料で 0.044 又は 0.046 mg/kg,宮崎試料で $0.092\sim0.136$ mg/kg の範囲で検出された。尚,ニテンピラムは植物体への浸透移行性を示す農薬であり、果肉に検出された要因の一つとして考えられた。

果実試料中のニテンピラム及び CPMA+CPMF のニテンピラム換算の合量値は, 茨城試料で $0.13\sim0.17$ mg/kg, 高知試料で $0.12\sim0.14$ mg/kg, 宮崎試料で $0.19\sim0.24$ mg/kg の範囲で検出された。ニテンピラム平均残留濃度は, 茨城試料で $0.038\sim0.060$ mg/kg, 高知試料で $0.028\sim0.046$ mg/kg, 宮崎試料で $0.051\sim0.066$ mg/kg の範囲で検出された。ニテンピラム換算の CPMA+CPMF 平均残留濃度は, 茨城試料で $0.073\sim0.109$ mg/kg, 高知試料で 0.084 又は 0.098 mg/kg, 宮崎試料で $0.133\sim0.170$ mg/kg の範囲で検出された

ニテンピラムは、試料をアセトンで抽出し、酢酸エチル/ヘキサン混液洗浄及び陽イオン交換ミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS)を用いて定量した。CPMA 及び CPMF は、試料をアセトンで抽出し、CPMA を CPMF に変換後、さらにトリエチルアミンを加えて CPMF を CPF に変換した。多孔性ケイソウ土カラム、グラファイトカーボンミニカラム及び NH_2 ミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS)を用いて定量した。各分析対象物質の定量限界は、果肉、果実とも 0.004 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-すいか-ニテンピラム 果肉

ニテンピラム及び CPMA+CPMF のニテンピラム換算の合量値

- H	試験	条件		分析	PHI	残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)
茨城	10.0% 水溶剤	1000倍	3	果肉	7 14 21	0.14 0.14 0.11
高知	10.0% 水溶剤	1000倍	3	果肉	7 14 21	0.07 0.09 0.09
宮崎	10.0% 水溶剤	1000倍	3	果肉	7 14 21	0.14 0.20 0.16

残留値: ニテンピラム及びCPMA+CPMFのニテンピラム換算の合量値

ニテンピラム

田相	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度	
圃場	剤型	希釈 使用 倍数 回数		部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	
					7	0.050	0.050	0.050	
茨城	10.0%	1000倍	3	果肉	14	0.045	0.045	0.045	
-2,7%	水溶剤	100010	0	*\	21	0.055	0.055	0.055	
					7	0.027	0.027	0.027	
高知	10.0%	1000倍	3	果肉	14	0.045	0.045	0.045	
10174	水溶剤	ТОООП	O		21	0.040	0.039	0.040	
					7	0.048	0.047	0.048	
宮崎	10.0%	1000倍	3	果肉	14	0.060	0.060	0.060	
	水溶剤	100010	3	~\^	21	0.048	0.046	0.047	

CPMA+CPMF

田相	試駭	試験条件			PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度*
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	10.0% 水溶剤	1000倍	3	果肉	7 14 21	0.068 0.067 0.043	0.068 0.064 0.041	0.068 (0.092) 0.066 (0.090) 0.042 (0.057)
高知	10.0% 水溶剤	1000倍	3	果肉	7 14 21	0.035 0.032 0.035	0.032 0.032 0.032	0.034 (0.046) 0.032 (0.044) 0.034 (0.046)
宮崎	10.0% 水溶剤	1000倍	3	果肉	7 14 21	0.069 0.102 0.086	0.068 0.099 0.085	0.068 (0.092) 0.100 (0.136) 0.086 (0.117)

果実 ニテンピラム及び CPMA+CPMF のニテンピラム換算の合量値

- H	試験	条件		分析	PHI	残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)
茨城	10.0% 水溶剤	1000倍	3	果実	7 14 21	0.17 0.14 0.13
高知	10.0% 水溶剤	1000倍	3	果実	7 14 21	0.13 0.14 0.12
宮崎	10.0% 水溶剤	1000倍	3	果実	7 14 21	0.19 0.24 0.21

残留値: ニテンピラム及びCPMA+CPMFのニテンピラム換算の合量値

ニテンピラム

2 44	試懸	条件		分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					7	0.061	0.060	0.060
茨城	10.0%	1000倍	3	果実	14	0.038	0.037	0.038
-2,7%	水溶剤	100010	0	**	21	0.054	0.054	0.054
					7	0.029	0.028	0.028
高知	10.0%	1000倍	3	果実	14	0.048	0.045	0.046
ID) AH	水溶剤	ТОООП	O	**	21	0.038	0.038	0.038
					7	0.056	0.056	0.056
宮崎	10.0%	1000倍	3	果実	14	0.066	0.065	0.066
	水溶剤	100010	3	~~	21	0.052	0.050	0.051

CPMA+CPMF

22 18	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度*
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	10.0% 水溶剤	1000倍	3	果実	7 14 21	0.083 0.079 0.054	0.078 0.078 0.053	0.080 (0.109) 0.078 (0.106) 0.054 (0.073)
高知	10.0% 水溶剤	1000倍	3	果実	7 14 21	0.074 0.072 0.063	0.069 0.071 0.061	0.072 (0.098) 0.072 (0.098) 0.062 (0.084)
宮崎	10.0% 水溶剤	1000倍	3	果実	7 14 21	0.101 0.126 0.115	0.095 0.124 0.114	0.098 (0.133) 0.125 (0.170) 0.114 (0.155)

^{*()}内はニテンピラムに換算した値 [換算係数1.36(ニテンピラム分子量270.7/CPF分子量198.7)]

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
万利司业	万机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.004	5	105	2
	ニテンピラム	0.25	5	102	4
		5	5	92	4
		0.005	5	95	5
果肉	CPMA	0.3	5	77	3
		6	5	80	0
		0.004	5	88	14
	CPMF	0.25	5	78	3
		5	5	83	2
		0.004	5	108	7
	ニテンピラム	0.25	5	102	2
		5	5	96	3
		0.005	5	95	4
果実	CPMA	0.3	5	79	5
		6	5	87	1
		0.004	5	106	4
	CPMF	0.25	5	81	1
		5	5	87	2

^{*}H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度	回収率
거에마	刀们对涿	武术十	(mg/kg)	(%)
		茨城	0.04	72, 84
	ニテンピラム	高知	0.04	74, 88
		宮崎	0.04	76
		茨城	0.05	73
果肉	CPMA	高知	0.05	71, 74
		宮崎	0.05	73
		茨城	0.04	70
	CPMF	高知	0.04	75, 81
		宮崎	0.04	76
		茨城	0.04	73, 81
	ニテンピラム	高知	0.04	73, 86
		宮崎	0.04	79
		茨城	0.05	77
果実	CPMA	高知	0.05	75, 82
		宮崎	0.05	73
		茨城	0.04	82
	CPMF	高知	0.04	81, 85
		宮崎	0.04	75

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度	保存期間	平均回収率
	*******		(mg/kg)	(日)	(%)
		茨城	0.5	174	79
	ニテンピラム	高知	0.5	193	88
		宮崎	0.5	48	94
		茨城	0.5	175	75
果肉	CPMA	高知	0.5	194	74
		宮崎	0.5	49	72
		茨城	0.5	175	82
	CPMF	高知	0.5	194	72
		宮崎	0.5	49	72
		茨城	0.5	174	76
	ニテンピラム	高知	0.5	193	72
		宮崎	0.5	48	87
		茨城	0.5	175	78
果実	CPMA	高知	0.5	194	75
		宮崎	0.5	49	72
		茨城	0.5	175	80
	CPMF	高知	0.5	194	70
		宮崎	0.5	49	78

③トリフルミゾール

トリフミン水和剤(有効成分含有率 30.0%)の 3000 倍希釈液 225~282 L/10 a を 5~7 日間隔で 5 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 1、3、7 日後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果(合量値、トリフルミゾール、代謝物)を次表に示す。

果肉試料中のトリフルミゾール及び代謝物の合量値は、茨城試料で 0.02 mg/kg, 高知試料で 0.03 mg/kg, 宮崎試料で 0.03 又は 0.04 mg/kg 検出された。トリフルミゾールは全試験区定量限界未満であった。代謝物については、茨城試料で 0.014 又は 0.016 mg/kg, 高知試料で 0.020 又は 0.022 mg/kg, 宮崎試料で 0.024~0.032 mg/kg の範囲で検出された。尚、トリフルミゾールは植物体への浸透移行性を示す農薬であり、果肉に検出された要因の一つとして考えられた。

果実試料中のトリフルミゾール及び代謝物の合量値は、茨城試料において、処理1日後に最大値0.03 mg/kg 検出され、その後減衰して処理3日後以降は0.02 mg/kg となった。高知試料においては、処理1日後に最大値0.05 mg/kg 検出され、その後減衰して処理3日後以降は0.03 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理1日後に最大値0.06 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には0.03 mg/kg となった。トリフルミゾール平均残留濃度は、茨城試料において、処理1日後に最大値0.006 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には0.006 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には定量限界未満となった。宮崎試料においては、処理1日後に最大値0.018 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には定量限界未満となった。宮崎試料においては、処理1日後に最大値0.014 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には定量限界未満となった。高知試料においては、処理1日後に最大値0.018 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には0.015 mg/kg となった。高知試料においては、処理1日後に最大値0.018 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には0.028 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には0.038 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には0.038 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には0.025 mg/kg となった。

トリフルミゾール及び代謝物は、試料をメタノールで抽出し、多孔性ケイソウ土カラム、グラファイトカーボンミニカラム及び NH_2 ミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC-MS) を用いて定量した。各分析対象物質の定量限界は、果肉、果実とも 0.004 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-すいか-トリフルミゾール 果肉

トリフルミゾール及び代謝物のトリフルミゾール換算の合量値

- H	試験	条件		分析	PHI	残留濃度	
圃場	剤型	新型		部位	(日)	(mg/kg)	
茨城	30.0% 水和剤	3000倍	5	果肉	1 3 7	0.02 0.02 0.02	
高知	30.0% 水和剤	3000倍	5	果肉	1 3 7	0.03 0.03 0.03	
宮崎	30.0% 水和剤	3000倍	5	果肉	1 3 7	0.04 0.03 0.03	

残留値:トリフルミゾール及び代謝物のトリフルミゾール換算の合量値

トリフルミゾール

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	< 0.004	< 0.004	< 0.004
· 茨城	30.0%	3000倍	5	果肉	3	< 0.004	< 0.004	< 0.004
-2,7%	水和剤	3000 ID	3	*\	7	< 0.004	< 0.004	< 0.004
					1	< 0.004	< 0.004	< 0.004
高知	30.0%	3000倍	5	果肉	3	< 0.004	< 0.004	< 0.004
IDJAH	水和剤	оссоід	· ·	JK173	7	< 0.004	< 0.004	< 0.004
					1	< 0.004	< 0.004	< 0.004
宮崎	30.0%	3000倍	5	果肉	3	< 0.004	< 0.004	< 0.004
	水和剤	300016		~ 八	7	< 0.004	< 0.004	< 0.004

代謝物

圃場	試懸	試験条件			PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度*
田场	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	30.0% 水和剤	3000倍	5	果肉	1 3 7	0.017 0.017 0.014	0.014 0.015 0.013	0.016 (0.019) 0.016 (0.019) 0.014 (0.016)
高知	30.0% 水和剤	3000倍	5	果肉	1 3 7	0.023 0.021 0.022	0.021 0.020 0.019	0.022 (0.026) 0.020 (0.023) 0.020 (0.023)
宮崎	30.0% 水和剤	3000倍	5	果肉	1 3 7	0.034 0.026 0.025	0.030 0.024 0.023	0.032 (0.037) 0.025 (0.029) 0.024 (0.028)

^{*()}内はトリフルミゾールに換算した値 [換算係数1.17(トリフルミゾール分子量345.7/代謝物分子量294.6)]

果実 トリフルミゾール及び代謝物のトリフルミゾール換算の合量値

Б и	試駁	条件		分析	PHI	残留濃度	
圃場				部位	(日)	(mg/kg)	
茨城	30.0% 水和剤	3000倍	5	果実	1 3 7	0.03 0.02 0.02	
高知	30.0% 水和剤	3000倍	5	果実	1 3 7	0.05 0.03 0.03	
宮崎	30.0% 水和剤	3000倍	5	果実	1 3 7	0.06 0.05 0.03	

残留値:トリフルミゾール及び代謝物のトリフルミゾール換算の合量値

トリフルミゾール

田相	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	30.0% 水和剤	3000倍	5	果実	1 3 7	0.007 <0.004 0.005	0.006 <0.004 0.005	0.006 <0.004 0.005
高知	30.0% 水和剤	3000倍	5	果実	1 3 7	0.018 0.006 <0.004	0.017 0.006 <0.004	0.018 0.006 <0.004
宮崎	30.0% 水和剤	3000倍	5	果実	1 3 7	0.014 0.009 <0.004	0.013 0.008 <0.004	0.014 0.008 <0.004

代謝物

2 18	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度*
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.018	0.017	0.018 (0.021)
茨城	30.0%	3000倍	5	果実	3	0.016	0.016	0.016 (0.019)
-2,7%	水和剤	300010	3	_ ^~	7	0.015	0.015	0.015 (0.018)
					1	0.028	0.027	0.028 (0.033)
高知	30.0%	3000倍	5	果実	3	0.025	0.024	0.024 (0.028)
10174	水和剤	ооооп	O	_ ^~	7	0.024	0.022	0.023 (0.027)
					1	0.039	0.038	0.038 (0.044)
宮崎	30.0%	3000倍	5	果実	3	0.035	0.034	0.034 (0.040)
	水和剤	300010	, ,		7	0.026	0.024	0.025 (0.029)

^{*()}内はトリフルミゾールに換算した値 [換算係数1.17(トリフルミゾール分子量345.7/代謝物分子量294.6)]

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
分机动业	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.004	5	83	10
	トリフルミゾール	0.25	5	90	1
果肉		5	5	92	2
木内		0.004	5	95	16
	代謝物	0.25	5	90	3
		5	5	92	5
		0.004	5	91	9
	トリフルミゾール	0.25	5	74	2
果実		5	5	81	3
本大		0.004	5	97	4
	代謝物	0.25	5	94	4
		5	5	89	5

^{*}H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.04	94, 92
	トリフルミゾール	高知	0.04	89, 79
田内		宮崎	0.04	75, 97
果肉 		茨城	0.04	87, 81
	代謝物	高知	0.04	81, 72
		宮崎	0.04	83, 74
		茨城	0.04	86, 82
	トリフルミゾール	高知	0.04	91, 84
果実		宮崎	0.04	75, 110
木夫		茨城	0.04	89, 71
	代謝物	高知	0.04	93, 74
		宮崎	0.04	96, 87

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	平均回収率
84	トリフルミゾール		0.5 0.5 0.5	86 105 28	78 76 85
果肉	代謝物	<u>宮崎</u> 茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	86 105 28	82 74 84
田山	トリフルミゾール	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	86 105 28	98 74 85
果実	代謝物	茨城 高知 宮崎	0.5 0.5 0.5	86 105 28	71 74 76

仙ベノミル

ベンレート水和剤(有効成分含有率 50.0%)の 2000 倍希釈液 225~282 L/10 a を 5~7 日間隔で 5 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 1、3、7 日後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のカルベンダジム平均残留濃度は、茨城試料で $0.020\sim0.026$ mg/kg, 高知試料で $0.025\sim0.030$ mg/kg, 宮崎試料で $0.016\sim0.023$ mg/kg の範囲で検出された。

果実試料中のカルベンダジム平均残留濃度は、茨城試料において処理 1 日後に最大値 0.156~mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.140~mg/kg となった。高知試料においては、処理 1 日後に最大値 0.274~mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.250~mg/kg となった。宮崎試料においては、処理 3 日後に最大値 0.211~mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.192~mg/kg となった。

ベノミル及びカルベンダジムは、試料をメタノールで抽出し、ヘキサン洗浄、酢酸エチル/ヘキサン混液転溶及びシリカゲルミニカラムで精製し、液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC-MS) を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実ともカルベンダジムとして 0.006 mg/kg (ベノミルとして 0.01 mg/kg) とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-すいか-カルベンダジム 果肉

13 14	試験条件		分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度*	
圃场	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.026	0.025	0.026 (0.04)
茨城	50.0%	2000倍	5	果肉	3	0.022	0.022	0.022 (0.03)
-X-7%	水和剤	200016	3	未內	7	0.020	0.019	0.020 (0.03)
					1	0.027	0.026	0.026 (0.04)
高知	50.0%	2000倍	5	果肉	3	0.030	0.029	0.030 (0.05)
同型	水和剤	200016	3	木内	7	0.025	0.025	0.025 (0.04)
					1	0.025	0.021	0.023 (0.03)
宮崎	50.0%	2000倍	5	果肉	3	0.019	0.019	0.019 (0.03)
舌呵	水和剤	20001亩	ΰ	未闪	7	0.016	0.016	0.016 (0.02)

^{*()}内はベノミルに換算した値 [換算係数1.52(ベノミル分子量290.3/カルベンダジム (MBC) 分子量191.2)]

田相	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度*
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.160	0.151	0.156 (0.24)
茨城	50.0%	2000倍	5	果実	3	0.106	0.103	0.104 (0.16)
-2,7%	水和剤	200016	3	_ ^~	7	0.141	0.138	0.140 (0.21)
					1	0.276	0.271	0.274 (0.42)
高知	50.0%	2000倍	5	果実	3	0.270	0.251	0.260 (0.40)
IDI AH	水和剤	200016	3	_ ^~	7	0.253	0.247	0.250 (0.38)
					1	0.214	0.206	0.210 (0.32)
宮崎	50.0%	2000倍	5	果実	3	0.218	0.204	0.211 (0.32)
白啊	水和剤	200010	J	木大	7	0.195	0.189	0.192 (0.29)

^{*()}内はベノミルに換算した値 [換算係数1.52(ベノミル分子量290.3/カルベンダジム (MBC) 分子量191.2)]

八七如八	八七寸名	添加濃度	反復	平均回収率	RSDr**
分析部位	分析対象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
			5	100	4
	ベノミル	0.25	5	90	1
果肉		5	5	86	5
木内		0.006	5	106	5
	カルベンダジム	0.25	5	93	3
		5	5	90	2
		0.01	5	95	7
	ベノミル	0.25	5	90	3
果実		5	5	79	4
木夫		0.006	5	98	9
	カルベンダジム	0.25	5	93	2
		5	5	83	4

^{*}H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度	回収率
77 771 613 124	力机对象	訂 八个十	(mg/kg)	(%)
		茨城	0.1	85, 70
	ベノミル	高知	0.1	72, 77
果肉		宮崎	0.1	71, 85
未內	カルベンダジム	茨城	0.06	87, 74
		高知	0.06	74, 83
		宮崎	0.06	87, 92
		茨城	0.1	93, 80
	ベノミル	高知	0.1	71, 78
果実		宮崎	0.1	76, 84
未夫	カルベンダジム	茨城	0.06	88, 81
		高知	0.06	72, 81
		宮崎	0.06	72, 91

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	平均回収率
			0.5	33	76
	ベノミル	高知	0.5	52	82
 果肉		宮崎	0.5	27	80
未內	カルベンダジム	茨城	0.5	33	74
		高知	0.5	52	80
		宮崎	0.5	27	92
		茨城	0.5	33	74
	ベノミル	高知	0.5	52	78
果実		宮崎	0.5	27	92
木夫		茨城	0.5	33	73
	カルベンダジム	高知	0.5	52	78
		宮崎	0.5	27	92

⑮イミノクタジン

ベルクート水和剤(有効成分含有率 40.0%)の 1000 倍希釈液 233~282 L/10 a を 5~7 日間隔で 4 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 1、3、7 日後に採取した。すいか(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のイミノクタジン平均残留濃度は,宮崎の処理1日後及び7日後試料のみ0.01 mg/kg 検出されたがそれ以外の試料は定量限界未満であった。

果実試料中のイミノクタジン平均残留濃度は、茨城試料において処理 1 日後に最大値 0.04~mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7~ 日後には 0.02~mg/kg となった。高知試料においては、処理 3~ 日後に最大値 0.08~mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7~ 日後には 0.06~mg/kg となった。宮崎試料においては、0.05~ 又は 0.06~mg/kg 検出された。

イミノクタジンは、試料を水酸化ナトリウム含有メタノール溶液で抽出し、クロロホルム転溶及び陽イオン交換ミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果ーすいかーイミノクタジン 果肉

æ1±8	試験条件		分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度	
圃場 一	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	40.0% 水和剤	1000倍	4	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
					1	<0.01	<0.01	<0.01
高知	40.0% 水和剤	1000倍	4	果肉	3 7	<0.01 <0.01	<0.01 <0.01	<0.01 <0.01
宮崎	40.0% 水和剤	1000倍	4	果肉	1 3 7	0.01 <0.01 0.01	0.01 <0.01 0.01	0.01 <0.01 0.01

試圖場		条件	条件		PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
囲场	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.04	0.03	0.04
茨城	40.0%	1000倍	4	果実	3	0.03	0.03	0.03
-2,7%	水和剤	100010	7	**	7	0.03	0.02	0.02
					1	0.07	0.06	0.06
高知	40.0%	1000倍	4	果実	3	0.08	0.08	0.08
IDJ VH	水和剤	ТОООП	-	**	7	0.06	0.06	0.06
					1	0.06	0.06	0.06
宮崎	40.0%	1000倍	4	果実	3	0.05	0.05	0.05
	水和剤	.00010	•	~~	7	0.06	0.06	0.06

分析部位	分析対象	添加濃度* (mg/kg)	反復 回数**	平均回収率 (%)	RSD*** (%)
果肉	イミノクタジン	0.01 0.25 5	5 5 5	80 78 75	5 1 5
果実	イミノクタジン	0.01 0.25 5	5 5 5	83 76 76	3 1 6

^{*}イミノクタジン酢酸塩を添加(添加濃度はイミノクタジンとしての濃度)

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 [*] (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	74, 72
果肉	イミノクタジン	高知	0.1	79, 72
		宮崎	0.1	78, 73
		茨城	0.1	75, 72
果実	イミノクタジン	高知	0.1	74, 73
		宮崎	0.1	77, 72

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度	反復	保存期間	平均回収率
기에비마	刀们对涿	直 以不十	(mg/kg)	回数	(日)	(%)
		茨城	0.5	2	176	71
果肉	イミノクタジン	高知	0.5	2	195	78
		宮崎	0.5	2	50	79
		茨城	0.5	2	176	77
果実	イミノクタジン	高知	0.5	2	195	80
		宮崎	0.5	2	50	77

^{**}H25年度グループ化事業 宮崎試料を使用 ***併行相対標準偏差

^{*}イミノクタジン酢酸塩を添加(添加濃度はイミノクタジンとしての濃度)

2-2. メロン

①マンゼブ

ジマンダイセン水和剤(有効成分含有率 80.0%)の 400 倍希釈液 250~293 L/10 a を 6~8 日間隔で 5 回茎葉散布(ネット形成期~収穫期)した。試料は、最終散布 7, 14, 21 日後に採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果(マンゼブ、エチレンチオウレア)を次表に示す。

果肉試料中のマンゼブ平均残留濃度は、茨城試料で $0.02 \, \text{mg/kg}$ 、高知試料で $0.02 \, \text{mg/kg}$ 、宮崎試料で $0.04 \, \text{又は} \, 0.02 \, \text{mg/kg}$ 検出され、概ね経過日数に伴い減衰傾向を示した。エチレンチオウレア平均残留濃度は、茨城試料で $0.02 \, \text{又は} \, 0.03 \, \text{mg/kg}$ 、高知試料で $0.02 \sim 0.05 \, \text{mg/kg}$ 、宮崎試料で $0.01 \, \text{又は} \, 0.02 \, \text{mg/kg}$ の範囲で検出され、経過日数に伴い増大傾向を示した。

果実試料中のマンゼブ平均残留濃度は、茨城試料において処理 14 日後に最大値 2.34 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 21 日後には 1.70 mg/kg となった。高知試料においては、処理 7 日後に最大値 3.26 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 21 日後には 1.91 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理 7 日後に最大値 2.90 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 21 日後には 1.31 mg/kg となった。エチレンチオウレア平均残留濃度は、茨城試料において処理 7 日後に 0.19 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 21 日後には 0.13 mg/kg となった。高知試料においては、処理 7 日後に最大値 0.16 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 21 日後には 0.11 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理 14 日後に最大値 0.12 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 21 日後には 0.05 mg/kg となった。

マンゼブは、試料を塩酸及び塩化第一スズを加えて加熱加水分解し、発生する二硫化炭素を冷却したエタノールに捕集し、ガスクロマトグラフ(FPD-S)を用いて定量した。エチレンチオウレアは、試料に L-システイン塩酸塩及びフッ化カリウムを加えて含水メタノールで抽出し、ヘキサン洗浄、多孔性ケイソウ土カラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS)を用いて定量した。マンゼブの定量限界は、果肉、果実とも二硫化炭素として 0.005 mg/kg (マンゼブとして 0.01 mg/kg)、エチレンチオウレアの定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。(試料到着後、直ちに分析を実施したため、凍結保存中の安定性試験は実施しなかった。)

残留濃度調査結果-メロン-マンゼブ

果肉

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①*	分析値②*	平均残留濃度*
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	80.0% 水和剤	400倍	5	果肉	7 14 21	0.010 0.010 0.010	0.010 0.010 0.010	0.010 (0.02) 0.010 (0.02) 0.010 (0.02)
高知	80.0% 水和剤	400倍	5	果肉	7 14 21	0.010 0.010 <0.005	0.010 0.010 <0.005	0.010 (0.02) 0.010 (0.02) <0.005 (<0.01)
宮崎	80.0% 水和剤	400倍	5	果肉	7 14 21	0.023 0.010 <0.005	0.023 0.010 <0.005	0.023 (0.04) 0.010 (0.02) <0.005 (<0.01)

^{*} 二硫化炭素の分析値

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度*
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	80.0% 水和剤	400倍	5	果実	7 14 21	1.25 1.34 0.960	1.24 1.29 0.955	1.24 (2.19) 1.32 (2.34) 0.958 (1.70)
高知	80.0% 水和剤	400倍	5	果実	7 14 21	1.92 1.15 1.10	1.76 1.15 1.07	1.84 (3.26) 1.15 (2.04) 1.08 (1.91)
宮崎	80.0% 水和剤	400倍	5	果実	7 14 21	1.67 1.18 0.746	1.60 1.05 0.729	1.64 (2.90) 1.12 (1.98) 0.738 (1.31)

^{*} 二硫化炭素の分析値

^()内はマンセブに換算した値 [換算係数1.77(マンセブ分子量269.6/プルペネブ1分子から生成する二硫化炭素2分子の分子量152.2)]

⁽⁾内はマンセブに換算した値[換算係数1.77(マンセブ分子量269.6/プルペネブ1分子から生成する二硫化炭素2分子の分子量152.2)]

残留濃度調査結果-メロン-エチレンチオウレア 果肉

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
田场	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					7	< 0.01	< 0.01	< 0.01
茨城	80.0%	400倍	5	果肉	14	0.02	0.01	0.02
30,9%	水和剤	ТООТД	· ·		21	0.03	0.03	0.03
					7	0.02	0.01	0.02
高知	80.0%	400倍	5	果肉	14	0.05	0.04	0.04
101 74	水和剤	ТООТД	· ·		21	0.06	0.04	0.05
					7	< 0.01	< 0.01	< 0.01
宮崎	80.0%	400倍	5	果肉	14	0.01	0.01	0.01
	水和剤	10010		\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\	21	0.02	0.02	0.02

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					7	0.19	0.19	0.19
 茨城	80.0%	400倍	5	果実	14	0.10	0.10	0.10
3,79%	水和剤	ТООП	O	_ ^_	21	0.13	0.13	0.13
					7	0.17	0.16	0.16
高知	80.0%	400倍	5	果実	14	0.13	0.13	0.13
IDJ XH	水和剤	Пооты	·		21	0.11	0.11	0.11
					7	0.09	0.09	0.09
宮崎	80.0%	400倍	5	果実	14	0.12	0.11	0.12
	水和剤	400 ID	3		21	0.05	0.05	0.05

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
기계 마고	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	118	4
	マンゼブ	0.25	5	75	3
果肉		5	5	74	4
木内		0.01	5	76	12
	エチレンチオウレア	0.25	5	98	3
		5	5	90	6
		0.01	5	114	5
	マンゼブ	0.25	5	77	6
果実		5	5	76	4
不天		0.01	5	84	16
	エチレンチオウレア	0.25	5	92	6
		5	5	97	9

^{*}市販品を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度	回収率
73 1/1 HP 122	71.11.12	H264-1	(mg/kg)	(%)
		茨城	0.1	75, 71
	マンゼブ	高知	0.1	87, 76
果肉		宮崎	0.1	71, 104
木内		茨城	0.1	95, 104
	エチレンチオウレア	高知	0.1	94, 96
		宮崎	0.1	103, 98
		茨城	0.1	70, 77
	マンゼブ	高知	0.1	90, 72
田宝		宮崎	0.1	74, 104
果実		茨城	0.1	98, 109
	エチレンチオウレア	高知	0.1	98, 99
		宮崎	0.1	93, 108

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

②ジフルベンズロン

デミリン水和剤(有効成分含有率 23.5%)の 1500 倍希釈液 250~293 L/10 a を 6~8 日間隔で3回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布7,14,21 日後に採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のジフルベンズロンは、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中のジフルベンズロン平均残留濃度は、茨城試料において処理 7 日後に 0.28 mg/kg 検出され、処理 21 日後には最大値 0.34 mg/kg を示した。高知試料においては、処理 7 日後及び 14 日後に最大値 0.56 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 21 日後には 0.46 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理 7 日後に最大値 0.32 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 21 日後には 0.14 mg/kg となった。

ジフルベンズロンは、試料をアセトンで抽出し、多孔性ケイソウ土カラム及びフロリジルミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS/MS)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果ーメロンージフルベンズロン 果肉

E2 18	試駭	6条件		分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	23.5% 水和剤	1500倍	3	果肉	7 14 21	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	23.5% 水和剤	1500倍	3	果肉	7 14 21	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	23.5% 水和剤	1500倍	3	果肉	7 14 21	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					7	0.29	0.27	0.28
茨城	23.5%	1500倍	3	果実	14	0.25	0.25	0.25
3,79%	水和剤	ТОООП	O	_ ^_	21	0.36	0.32	0.34
					7	0.58	0.55	0.56
高知	23.5%	1500倍	3	果実	14	0.56	0.55	0.56
IDJ XH	水和剤	Посоты	ŭ		21	0.46	0.46	0.46
					7	0.33	0.32	0.32
宮崎	23.5%	1500倍	3	果実	14	0.21	0.20	0.20
	水和剤	ТОООТЫ	O		21	0.15	0.14	0.14

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
77 171 11111111111111111111111111111111	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	100	0
果肉	シ゛フルヘ゛ンス゛ロン	0.25	5	100	2
		5	5	98	2
		0.01	5	98	5
果実	ジフルベンス゛ロン	0.25	5	91	2
		5	5	90	3

^{*}果肉は茨城, 果実は宮崎試料を使用

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	90, 88
果肉	ジフルベンス゛ロン	高知	0.1	96, 89
		宮崎	0.1	85, 93
		茨城	0.1	89, 89
果実	シ゛フルヘ゛ンス゛ロン	高知	0.1	91, 87
		宮崎	0.1	93, 94

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
果肉	ジフルベンス゛ロン	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	71 63 88	88 88 86
果実	ジフルベンス゛ロン	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	71 63 88	93 84 89

^{**}併行相対標準偏差

③フルバリネート

マブリック水和剤 20 (有効成分含有率 20.0%) の 2000 倍希釈液 250~293 L/10 a を 7 日間隔で 2 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 3, 7, 14 日後に採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のフルバリネートは、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中のフルバリネート平均残留濃度は、茨城試料において処理 3 日後及び 7 日後に最大値 0.08 mg/kg 検出され、処理 14 日後には 0.07 mg/kg となった。高知試料においては、処理 3 日後に最大値 0.28 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 14 日後には 0.14 mg/kgとなった。宮崎試料においては、処理 3 日後に最大値 0.11 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 14 日後には 0.06 mg/kgとなった。

フルバリネートは、試料をアセトンで抽出し、多孔性ケイソウ土カラム及びフロリジルミニカラムで精製後、ガスクロマトグラフ (ECD) を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-メロン-フルバリネート 果肉

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	20.0% 水和剤	2000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	20.0% 水和剤	2000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	20.0% 水和剤	2000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					3	0.08	0.07	0.08
茨城	20.0%	2000倍	2	果実	7	0.08	0.08	0.08
25.7%	水和剤	200011	_		14	0.07	0.07	0.07
					3	0.28	0.27	0.28
高知	20.0%	2000倍	2	果実	7	0.18	0.18	0.18
IDIXH	水和剤	200011	_		14	0.15	0.13	0.14
					3	0.11	0.11	0.11
宮崎	20.0%	2000倍	2	果実	7	0.08	0.07	0.08
	水和剤	200010	_		14	0.06	0.06	0.06

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
	万彻对家	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
果肉	フルハ゛リネート	0.01	5	108	4
		0.25	5	92	7
		5	5	86	7
果実	フルハ゛リネート	0.01	5	80	9
		0.25	5	86	6
		5	5	86	5

^{*}果肉は茨城、果実は宮崎試料を使用

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
	フルハ゛リネート	茨城	0.1	102, 85
果肉		高知	0.1	97, 94
		宮崎	0.1	120, 96
	フルハ゛リネート	茨城	0.1	77, 75
果実		高知	0.1	84, 81
		宮崎	0.1	86, 87

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
果肉	フルハ゛リネート	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	71 63 88	71 80 80
果実	フルハ゛リネート	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	71 63 88	78 76 80

^{**}併行相対標準偏差

④ヘキシチアゾクス

ニッソラン水和剤(有効成分含有率 10.0%)の 2000 倍希釈液 250~293 L/10 a を 7 日間隔で 2 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 3,7,14 日後に採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のヘキシチアゾクスは、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中のヘキシチアゾクス平均残留濃度は、茨城試料において処理3日後及び7日後に最大値0.06 mg/kg 検出され、処理14日後には0.05 mg/kgとなった。高知試料においては、処理3日後に最大値0.16 mg/kg 検出され、その後減衰して処理14日後には0.08 mg/kgとなった。宮崎試料においては、処理3日後に最大値0.07 mg/kg 検出され、その後減衰して処理14日後には0.04 mg/kgとなった。

ヘキシチアゾクスは、試料をアセトンで抽出し、多孔性ケイソウ土カラム及びフロリジルミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS/MS)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-メロン-ヘキシチアゾクス 果肉

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
田场	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	10.0% 水和剤	2000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	10.0% 水和剤	2000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	10.0% 水和剤	2000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					3	0.07	0.06	0.06
茨城	10.0%	2000倍	2	果実	7	0.07	0.06	0.06
25.7%	水和剤	200011	-	**	14	0.05	0.05	0.05
					3	0.17	0.16	0.16
高知	10.0%	2000倍	2	果実	7	0.10	0.10	0.10
I = 3 × H	水和剤	2000112	-	71.70	14	0.09	0.07	0.08
					3	0.07	0.07	0.07
	10.0%				3			
宮崎	10.0%	2000倍	2	果実	,	0.06	0.05	0.06
	水和剤				14	0.04	0.04	0.04

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
기계마	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	120	0
果肉	ヘキシチアゾクス	0.25	5	103	2
		5	5	94	3
		0.01	5	102	4
果実	ヘキシチアゾクス	0.25	5	95	4
		5	5	96	3

^{*}果肉は茨城, 果実は宮崎試料を使用

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	90, 103
果肉	ヘキシチアゾクス	高知	0.1	94, 98
		宮崎	0.1	96, 99
		茨城	0.1	87, 92
果実	ヘキシチアゾクス	高知	0.1	94, 92
		宮崎	0.1	99, 104

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
果肉	ヘキシチアゾクス	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	71 63 88	96 86 89
果実	ヘキシチアゾクス	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	71 63 88	92 90 94

^{**}併行相対標準偏差

⑤プロシミドン

スミレックス水和剤(有効成分含有率 50.0%)の 2000 倍希釈液 250~293 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 3 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 1,3,7 日後に採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のプロシミドン平均残留濃度は、茨城試料で 0.06 又は 0.08 mg/kg、高知試料で $0.05\sim0.08$ mg/kg、宮崎試料で 0.03 又は 0.04 mg/kg の範囲で検出され、概ね経過日数に伴い増大傾向を示した。尚、プロシミドンは植物体への浸透移行性を示す農薬であり、果肉に検出された要因の一つとして考えられた。

果実試料中のプロシミドン平均残留濃度は、茨城試料において処理 1 日後に最大値 0.67 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.48 mg/kg となった。高知試料においては、処理 1 日後に最大値 0.88 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.78 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理 3 日後に最大値 0.48 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.42 mg/kg となった。

プロシミドンは、試料をアセトンで抽出し、多孔性ケイソウ土カラム及びグラファイトカーボン/陰イオン交換/シリカゲル積層ミニカラムで精製後、ガスクロマトグラフ(NPD)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-メロンープロシミドン 果肉

圃場	試懸	試験条件			PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
田场	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	50.0%	2000倍	3	果肉	1	0.06 0.06	0.05 0.06	0.06 0.06
2// 7/4	水和剤 水和剤	J	木内	7	0.08	0.08	0.08	
高知	50.0%	2000倍	3	果肉	1 3	0.05 0.06	0.05 0.06	0.05 0.06
IDIVH	水和剤	200010		***	7	0.09	0.08	0.08
宮崎	50.0%	2000倍	3	果肉	1 3	0.03 0.04	0.03 0.04	0.03 0.04
	水和剤	200010	,	**************************************	7	0.03	0.03	0.03

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.70	0.64	0.67
茨城	50.0%	2000倍	3	果実	3	0.57	0.56	0.56
-2,7%	水和剤	200016	3	**	7	0.48	0.47	0.48
					1	0.88	0.88	0.88
高知	50.0%	2000倍	3	果実	3	0.82	0.82	0.82
ib) VH	水和剤	200016	3	**	7	0.80	0.75	0.78
					_	0.14	0.40	0.40
						0.44	0.42	0.43
宮崎	50.0%	2000倍	3	果実	3	0.49	0.47	0.48
	水和剤	200016	3	**	7	0.45	0.40	0.42

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
기에마	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	116	5
果肉	プロシミト・ン	0.25	5	98	3
		5	5	91	3
		0.01	5	116	5
果実	プロシミトン	0.25	5	108	4
		5	5	91	5

^{*}果肉は茨城, 果実は宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	80, 93
果肉	プロシミトン	高知	0.1	90, 90
		宮崎	0.1	104, 120
		茨城	0.1	89, 96
果実	プロシミト゛ン	高知	0.1	86, 82
		宮崎	0.1	81, 115

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
果肉	プロシミト゛ン	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	98 86 109	78 80 92
果実	プロシミトン	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	98 86 109	82 72 106

⑥シロマジン

トリガード液剤(有効成分含有率 8.7%)の 1000 倍希釈液 250~293 L/10 a を 6 又は 7 日日間隔で 3 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 1、3、7 日後に採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のシロマジン平均残留濃度は, 茨城試料で $0.05\sim0.07~mg/kg$, 高知試料で 0.02~v 又は 0.04~mg/kg, 宮崎試料で 0.03~mg/kg の範囲で検出され, 概ね経過日数に伴い増大傾向を示した。

果実試料中のシロマジン平均残留濃度は、茨城試料において処理 1 日後に最大値 0.21 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.17 mg/kg となった。高知試料においては、処理 1 日後に最大値 0.25 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.16 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理 1 日後に 0.15 mg/kg 検出され、処理 7 日後で最大値 0.18 mg/kg を示した。

シロマジンは、試料をメタノールで抽出し、陽イオン交換ミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC-MS/MS) を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-メロン-シロマジン

果肉

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.05	0.05	0.05
茨城	8.7%	1000倍	3	果肉	3	0.06	0.06	0.06
30,72	液剤	Посон		2007	7	0.07	0.07	0.07
					1	0.02	0.02	0.02
高知	8.7%	1000倍	3	果肉	3	0.04	0.03	0.04
ID] AH	液剤	100016	0	木內	7	0.04	0.04	0.04
	·				1	0.03	0.03	0.03
宮崎	8.7%	1000倍	3	果肉	3	0.03	0.03	0.03
白啊	液剤	10001	3	<u> </u>	7	0.03	0.03	0.03

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.21	0.21	0.21
茨城	8.7%	1000倍	3	果実	3	0.20	0.19	0.20
-2/7%	液剤	100016	0	_ ^_	7	0.17	0.17	0.17
					1	0.25	0.25	0.25
高知	8.7%	1000倍	3	果実	3	0.19	0.18	0.18
同재	液剤	10001	3	***	7	0.17	0.16	0.16
					1	0.16	0.14	0.15
宮崎	8.7%	1000倍	3	田中	3	0.16	0.16	0.16
舌呵	液剤	10001	3	果実	7	0.18	0.17	0.18

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
אוים וואינל	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	102	4
果肉	シロマシ゛ン	0.25	5	101	1
		5	5	97	2
		0.01	5	96	12
果実	シロマシ゛ン	0.25	5	99	3
		5	5	98	3

^{*}果肉は茨城, 果実は宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
果肉	シロマシ゛ン	茨城 高知	0.1 0.1	91, 75 92, 81
		宮崎	0.1	98, 78
		茨城	0.1	97, 76
果実	シロマシ゛ン	高知	0.1	94, 76
		宮崎	0.1	99, 76

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
果肉	シロマジン	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	154 141 166	84 86 87
果実	シロマジン	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	154 141 166	83 85 87

⑦BPMC (フェノブカルブ)

バッサ乳剤(有効成分含有率 50.0%)の 1500 倍希釈液 250~293 L/10 a を 6~8 日間隔で 4 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 1、3、7 日後に採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の BPMC 平均残留濃度は、茨城試料で 0.02~mg/kg, 高知試料で 0.02~又は 0.04~mg/kg, 宮崎試料で $0.03\sim0.06~mg/kg$ の範囲で検出され、概ね経過日数に伴い減衰傾向を示した。

果実試料中のBPMC 平均残留濃度は、茨城試料において処理1日後に最大値0.32 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には0.10 mg/kg となった。高知試料においては、処理1日後に最大値0.51 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には0.13 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理1日後に最大値0.26 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には0.14 mg/kg となった。

BPMCは、試料をアセトンで抽出し、多孔性ケイソウ土カラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS/MS)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果ーメロンーBPMC

果肉

æ1±8	試懸	条件		分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	差 和 休田 如位		部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
	FO 01/				1	0.02	0.02	0.02
茨城	50.0% 乳剤	1500倍	4	果肉	3 7	0.03 0.02	0.02 0.02	0.02 0.02
					1	0.04	0.03	0.04
高知	50.0%	1500倍	4	果肉	3	0.04	0.03	0.04
III.	乳剤	חוסססום		SICF 3	7	0.02	0.02	0.02
					1	0.06	0.06	0.06
宮崎	50.0%	1500倍	4	果肉	3	0.04	0.04	0.04
	乳剤	100010	-	**************************************	7	0.03	0.03	0.03

試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度	
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.32	0.32	0.32
茨城	50.0%	1500倍	4	果実	3	0.23	0.21	0.22
-2,7%	乳剤	100010	7		7	0.10	0.09	0.10
					1	0.51	0.51	0.51
高知	50.0%	1500倍	4	果実	3	0.31	0.27	0.29
IDJ AH	乳剤	ТОООП	-	_ ^_	7	0.14	0.12	0.13
					1	0.26	0.25	0.26
宮崎	50.0%	1500倍	4	果実	3	0.18	0.18	0.18
	乳剤	100010	-т		7	0.15	0.14	0.14
				ĺ				

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
为机动型	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	106	5
果肉	BPMC	0.25	5	109	1
		5	5	100	5
		0.01	5	110	0
果実	BPMC	0.25	5	105	1
		5	5	102	2

^{*}果肉は茨城, 果実は宮崎試料を使用

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	70, 110
果肉	BPMC	高知	0.1	90, 80
		宮崎	0.1	90, 90
		茨城	0.1	90, 80
果実	BPMC	高知	0.1	100, 110
		宮崎	0.1	100, 70

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	ВРМС	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	98 86 109	86 87 104
果実	ВРМС	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	98 86 109	84 80 108

^{**}併行相対標準偏差

⑧1-ナフタレン酢酸

アークランド液剤(有効成分含有率 0.2%)の 1000 倍希釈液 250~293 L/10 a を 7 日間隔で 2 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 3,7,14 日後に採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の1-ナフタレン酢酸平均残留濃度は、宮崎の処理3日後及び7日後のみ0.01 mg/kg 検出されたがそれ以外の試料は定量限界未満であった。

果実試料中の1-ナフタレン酢酸は、宮崎の処理14日後のみ0.01 mg/kg 検出されたがそれ以外の試料は定量限界未満であった。

1-ナフタレン酢酸は、試料を塩酸酸性下アセトンで抽出し、抱合体を加水分解した後、ポリマー系ミニカラム、多孔性ケイソウ土カラム及びシリカゲルミニカラムで精製し、高速液体クロマトグラフ(HPLC-FL)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも1-ナフタレン酢酸として0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-メロン-1-ナフタレン酢酸 果肉

田田	試懸	食条件		分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	0.2% 液剤	1000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	0.2% 液剤	1000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	0.2% 液剤	1000倍	2	果肉	3 7 14	0.01 0.01 <0.01	0.01 0.01 <0.01	0.01 0.01 <0.01

田田	試験条件		分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度	
- 土地	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					3	< 0.01	< 0.01	< 0.01
茨城	0.2%	1000倍	2	果実	7	< 0.01	< 0.01	< 0.01
-2,7%	液剤	100010	2	**	14	< 0.01	< 0.01	< 0.01
					3	< 0.01	< 0.01	< 0.01
高知	0.2%	1000倍	2	果実	7	< 0.01	< 0.01	< 0.01
IDI VII	液剤	100010	2	**	14	< 0.01	< 0.01	< 0.01
					3	< 0.01	< 0.01	< 0.01
宮崎	0.2%	1000倍	2	果実	7	< 0.01	< 0.01	< 0.01
	液剤	100010	_	~~	14	0.01	0.01	0.01

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
77 171 11111111111111111111111111111111	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	98	9
果肉	1-ナフタレン酢酸	0.25	5	84	5
		5	5	81	5
		0.01	5	88	10
果実	1-ナフタレン酢酸	0.25	5	77	8
		5	5	82	5

^{*}果肉は茨城, 果実は宮崎試料を使用

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
	,_,	茨城	0.1	71, 76
果肉	果肉 1-ナフ処ン酢酸	高知	0.1	70, 74
		宮崎	0.1	75, 77
		茨城	0.1	70, 82
果実	1-ナフタレン酢酸	高知	0.1	72, 77
		宮崎	0.1	72, 77

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	1-ナフタレン酢酸	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	127 128 135	78 74 74
果実	1-ナフタレン酢酸	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	127 128 135	78 74 80

^{**}併行相対標準偏差

⑨DMTP (メチダチオン)

スプラサイド水和剤(有効成分含有率 36.0%)の 1000 倍希釈液 250~293 L/10 a を 7 日間隔で 2 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 3, 7, 14 日後に採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の DMTP は、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中の DMTP 平均残留濃度は、茨城試料において処理 3 日後に最大値 0.34 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 14 日後には 0.14 mg/kg となった。高知試料においては、処理 3 日後に最大値 0.38 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 14 日後には 0.16 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理 3 日後に最大値 0.30 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 14 日後には 0.15 mg/kg となった。

DMTP は、試料をアセトンで抽出し、多孔性ケイソウ土カラム及びグラファイトカーボン/陰イオン交換/シリカゲル積層ミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC-MS/MS) を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-メロン-DMTP

果肉

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	36.0% 水和剤	1000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	36.0% 水和剤	1000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	36.0% 水和剤	1000倍	2	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

圃場	試駭	試験条件			PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					3	0.36	0.33	0.34
· 茨城	36.0%	1000倍	2	果実	7	0.24	0.24	0.24
32,9%	水和剤	ТОООТД	-	**	14	0.14	0.13	0.14
					3	0.39	0.38	0.38
高知	36.0%	1000倍	2	果実	7	0.25	0.22	0.24
[[[기	水和剤	100016	2	未天	14	0.17	0.15	0.16
					3	0.30	0.29	0.30
宮崎	36.0%	1000倍	2	田中	7	0.21	0.20	0.20
呂呵	水和剤	10001百	2	果実	14	0.15	0.15	0.15

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
77 701 612 12	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	102	4
果肉	DMTP	0.25	5	89	2
		5	5	87	4
		0.01	5	100	0
果実	DMTP	0.25	5	89	3
		5	5	88	3

^{*}果肉は茨城, 果実は宮崎試料を使用

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	91, 96
果肉	DMTP	高知	0.1	92, 96
		宮崎	0.1	87, 98
		茨城	0.1	91, 93
果実	DMTP	高知	0.1	93, 97
		宮崎	0.1	94, 98

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	DMTP	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	112 101 128	85 88 84
果実	DMTP	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	112 101 128	85 88 87

^{**}併行相対標準偏差

(1) PAP (フェントエート)

エルサン乳剤(有効成分含有率 50.0%)の 1000 倍希釈液 250~293 L/10 a を 6~8 日間隔で 4 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 3,7,14 日後に採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の PAP は、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中のPAP 平均残留濃度は、茨城試料において処理3日後に最大値0.60 mg/kg 検出され、その後減衰して処理14日後には0.24 mg/kg となった。高知試料においては、処理3日後に最大値0.67 mg/kg 検出され、その後減衰して処理14日後には0.31 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理3日後に最大値0.56 mg/kg 検出され、その後減衰して処理14日後には0.29 mg/kg となった。

PAP は、試料をアセトンで抽出し、多孔性ケイソウ土カラム及びグラファイトカーボン/陰イオン交換/シリカゲル積層ミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS/MS)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-メロン-PAP

果肉

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
囲场	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	50.0% 乳剤	1000倍	4	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	50.0% 乳剤	1000倍	4	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	50.0% 乳剤	1000倍	4	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					3	0.63	0.56	0.60
 茨城	50.0%	1000倍	4	果実	7	0.44	0.40	0.42
32,9%	乳剤	ТОООП	-	**	14	0.24	0.24	0.24
					3	0.67	0.67	0.67
高知	50.0%	1000倍	4	果実	7	0.50	0.43	0.46
ILI XH	乳剤	Посоты	·	**	14	0.33	0.29	0.31
					3	0.57	0.54	0.56
宮崎	50.0%	1000倍	4	果実	7	0.40	0.39	0.40
	乳剤	100010	-T	~~	14	0.29	0.29	0.29

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
刀机前型	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	102	4
果肉	PAP	0.25	5	89	3
		5	5	90	1
		0.01	5	100	0
果実	PAP	0.25	5	90	2
		5	5	89	2

^{*}果肉は茨城, 果実は宮崎試料を使用

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
果肉		茨城	0.1	92, 97
	PAP	高知	0.1	92, 91
		宮崎	0.1	83, 96
		茨城	0.1	95, 98
果実	PAP	高知	0.1	91, 95
		宮崎	0.1	93, 92

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
果肉	PAP	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	112 101 128	81 78 76
果実	PAP	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	112 101 128	80 84 82

^{**}併行相対標準偏差

⑪アセタミプリド

モスピラン顆粒水溶剤(有効成分含有率 20.0%)の 8000 倍希釈液 250~293 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 3 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 3, 7, 14 日後に採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のアセタミプリドは,全試験区定量限界未満であった。

果実試料中のアセタミプリド平均残留濃度は、茨城試料において処理 3 日後及び 7 日後に最大値 0.04 mg/kg 検出され、処理 14 日後には 0.03 mg/kg となった。高知試料においては、処理 3 日後に最大値 0.06 mg/kg 検出され、処理 14 日後には 0.04 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理 3 日後及び 7 日後に最大値 0.04 mg/kg 検出され、処理 14 日後には 0.03 mg/kg となった。

アセタミプリドは、試料をアセトンで抽出し、多孔性ケイソウ土カラム及びグラファイトカーボン/陰イオン交換/シリカゲル積層ミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS/MS)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-メロン-アセタミプリド 果肉

E21-18	試駭	試験条件			PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	20.0% 水溶剤	8000倍	3	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	20.0% 水溶剤	8000倍	3	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	20.0% 水溶剤	8000倍	3	果肉	3 7 14	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

田田	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					3	0.05	0.04	0.04
茨城	20.0%	8000倍	3	果実	7	0.04	0.04	0.04
-2,7%	水溶剤	000016	3	**	14	0.03	0.03	0.03
					3	0.06	0.06	0.06
	20.0%				7	0.06	0.06	0.06
高知	水溶剤	8000倍	3	果実	14	0.05	0.04	0.03
	71/11/11					0.00	0.01	0.01
					3	0.04	0.04	0.04
宮崎	20.0%	8000倍	3	果実	7	0.04	0.03	0.04
白啊	水溶剤	800016	3	木大	14	0.03	0.03	0.03
1								

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
77 701 612 12	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	102	4
果肉	アセタミプリド	0.25	5	87	7
		5	5	92	1
		0.01	5	100	0
果実	アセタミプリド	0.25	5	92	2
		5	5	92	2

^{*}果肉は茨城, 果実は宮崎試料を使用

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	94, 93
果肉	アセタミプリド	高知	0.1	91, 94
		宮崎	0.1	90, 84
		茨城	0.1	90, 93
果実	アセタミプリド	高知	0.1	94, 93
		宮崎	0.1	95, 89

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	アセタミプリト゛	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	112 101 128	86 87 84
果実	アセタミプリト゛	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	112 101 128	86 86 82

^{**}併行相対標準偏差

②MEP (フェニトロチオン)

スミチオン乳剤(有効成分含有率 50.0%)の 1000 倍希釈液 250~293 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 5 回茎葉散布(ネット形成期~収穫期)した。試料は、最終散布 1,3,7 日後に 採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の MEP は、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中の MEP 平均残留濃度は、茨城試料において処理 1 日後に最大値 0.80 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.18 mg/kg となった。高知試料においては、処理 3 日後に最大値 1.12 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.95 mg/kg となった。宮崎試料においては、処理 3 日後に最大値 0.38 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.30 mg/kg となった。尚、高知の無処理区試料において 0.03 mg/kg 検出された。 MEP を含む処理区 E、無処理区 G は同じビニールハウス内で試験を実施したことから、ドリフトの影響によるものと考えられた。

MEP は、試料をアセトンで抽出し、 C_{18} ミニカラムで精製した後、陰イオン交換ミニカラム及びフロリジルミニカラムの連結カラムで精製し、ガスクロマトグラフ(FPD-P)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-メロン-MEP 果肉

田田	試駭	試験条件			PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	50.0% 乳剤	1000倍	5	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	50.0% 乳剤	1000倍	5	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	50.0% 乳剤	1000倍	5	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

(mg/kg)
0.80
0.48
0.18
1.00
1.12
0.95
0.32
0.38
0.30
3 7 5 8 4

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
77 701 612 12	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	116	5
果肉	MEP	0.25	5	91	8
		5	5	92	3
		0.01	5	108	8
果実	MEP	0.25	5	88	5
		5	5	95	1

^{*}果肉は茨城, 果実は宮崎試料を使用

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	108, 111
果肉	MEP	高知	0.1	111, 109
		宮崎	0.1	103, 120
		茨城	0.1	110, 109
果実	MEP	高知	0.1	120, 99
		宮崎	0.1	120, 119

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
果肉	MEP	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	153 15 162	78 85 82
果実	MEP	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	153 15 162	82 83 88

⁻⁻⁻⁻**併行相対標準偏差

⁽高知の無処理区Gの試料から0.03 mg/kg検出されたことから,

無処理区Gの試料は精度管理試料として用いず、無処理区Fの試料を用いた。)

③クロチアニジン

ダントツ水溶剤(有効成分含有率 16.0%)の 2000 倍希釈液 250~293 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 3 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 1、3、7 日後に採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のクロチアニジン平均残留濃度は、茨城試料で 0.02 mg/kg, 高知試料で 0.01 又は 0.02 mg/kg, 宮崎試料で 0.02 mg/kg 検出された。尚、クロチアニジンは植物体への浸透移行性を示す農薬であり、果肉に検出された要因の一つとして考えられた。

果実試料中のクロチアニジン平均残留濃度は、茨城試料において処理 1 日後に最大値 0.15~mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.08~mg/kg となった。高知試料においては、処理 1 日後から 7 日後まで 0.14~mg/kg 検出された。宮崎試料においては、処理 1 日後及び 3 日後に最大値 0.10~mg/kg 検出され、処理 7 日後には 0.08~mg/kg となった。

クロチアニジンは、試料をアセトンで抽出し、 C_{18} ミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC-MS/MS) を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01~mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-メロン-クロチアニジン 果肉

田相	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	16.0%	2000倍	0	果肉	1 3	0.02 0.02	0.02 0.02	0.02 0.02
次城	水溶剤	20001亩	3	米 肉	7	0.02	0.02	0.02
					1	0.01	0.01	0.01
高知	16.0%	2000倍	3	果肉	3	0.02	0.02	0.02
1	水溶剤			3,47	7	0.01	0.01	0.01
					1	0.02	0.02	0.02
宮崎	16.0%	2000倍	3	果肉	3	0.02	0.02	0.02
	水溶剤	200010	,	X (2)	7	0.02	0.02	0.02

E218	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.16	0.14	0.15
茨城	16.0%	2000倍	3	果実	3	0.11	0.10	0.10
32,9%	水溶剤	200011	O	**	7	0.08	0.08	0.08
					1	0.14	0.14	0.14
高知	16.0%	2000倍	3	果実	3	0.14	0.14	0.14
IDJ XH	水溶剤	200011	ŭ	**	7	0.14	0.14	0.14
					1	0.10	0.09	0.10
宮崎	16.0%	2000倍	3	果実	3	0.10	0.09	0.10
	水溶剤	200010	3	~~	7	0.08	0.08	0.08

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
기에마	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	98	5
果肉	クロチアニシ゛ン	0.25	5	92	3
		5	5	92	2
		0.01	5	110	6
果実	クロチアニシ゛ン	0.25	5	105	3
		5	5	99	3

^{*}果肉は茨城, 果実は宮崎試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	79, 79
果肉	果肉 クロチアニシン	高知	0.1	90, 74
		高知 宮崎	0.1	99, 71
		茨城	0.1	82, 71
果実	クロチアニシ゛ン	高知	0.1	80, 70
		宮崎	0.1	79, 72

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	クロチアニシ゛ン	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	153 15 162	100 94 82
果実	クロチアニシ゛ン	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	153 15 162	98 99 82

個ペルメトリン

アディオン乳剤(有効成分含有率 20.0%)の 2000 倍希釈液 250~293 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 5 回茎葉散布(ネット形成期~収穫期)した。試料は、最終散布 1,3,7 日後に 採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のペルメトリン平均残留濃度は、茨城試料で 0.01 又は 0.02 mg/kg, 高知試料は全試験区定量限界未満、宮崎試料で 0.01 mg/kg 検出された。

果実試料中のペルメトリン平均残留濃度は、茨城試料において処理 1 日後に最大値 0.15 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 0.08 mg/kg となった。高知試料においては、0.16 又は 0.18 mg/kg 検出された。宮崎試料においては、0.12 又は 0.15 mg/kg 検出された。

ペルメトリンは、試料をアセトンで抽出し、 C_{18} ミニカラムで精製した後、陰イオン交換ミニカラム及びフロリジルミニカラムの連結カラムで精製し、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS/MS)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-メロン-ペルメトリン 果肉

田田	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	20.0% 乳剤	2000倍	5	果肉	1 3 7	0.01 0.01 0.02	0.01 0.01 0.02	0.01 0.01 0.02
高知	20.0% 乳剤	2000倍	5	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	20.0% 乳剤	2000倍	5	果肉	1 3 7	<0.01 0.01 0.01	<0.01 0.01 0.01	<0.01 0.01 0.01

E218	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.16	0.14	0.15
 茨城	20.0%	2000倍	5	果実	3	0.12	0.11	0.12
20,7%	乳剤	200011	O		7	0.09	0.08	0.08
					1	0.16	0.15	0.16
高知	20.0%	2000倍	5	果実	3	0.18	0.17	0.18
12374	乳剤	200011		1	7	0.18	0.17	0.18
					1	0.16	0.14	0.15
宮崎	20.0%	2000倍	5	果実	3	0.12	0.12	0.12
	乳剤	200016	3		7	0.13	0.12	0.12
				l				

公坛郊丛	分析部位 分析対象		反復	平均回収率	RSD**
77 701 612 12	力机对象	添加濃度 (mg/kg) 0.01 0.25 5 0.01 0.25	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	106	5
果肉	ヘ゜ルメトリン	0.25	5	95	3
	~ NAF-J2	5	5	99	2
		0.01	5	106	5
果実	ヘ゜ルメトリン	0.25	5	97	3
		5	5	101	2

^{*}果肉は茨城, 果実は宮崎試料を使用

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	97, 109
果肉	ヘ゜ルメトリン	高知	0.1	119, 112
		茨城 0.1 高知 0.1 宮崎 0.1 茨城 0.1	0.1	103, 119
		茨城	0.1	98, 109
果実	ヘ゜ルメトリン	高知	0.1	106, 106
		宮崎	0.1	106, 112

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	ペルメトリン	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	153 15 162	92 98 98
果実	ペルメトリン	茨城 高知 宮崎	1 1 1	2 2 2	153 15 162	92 96 94

^{**}併行相対標準偏差

⑮イミノクタジン

ポリベリン水和剤(有効成分含有率 5.0%)の 1500 倍希釈液 250~293 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 5 回茎葉散布(ネット形成期~収穫期)した。試料は、最終散布 1、3、7 日後に 採取した。メロン(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のイミノクタジンは、全試験区定量限界未満であった。

果実試料中のイミノクタジンは、茨城試料で 0.08 又は 0.06 mg/kg、高知試料で 0.08 又は 0.12 mg/kg、宮崎試料で $0.05\sim0.07$ mg/kg の範囲で検出された。

イミノクタジンは、試料を水酸化ナトリウム含有メタノール溶液で抽出し、クロロホルム転溶、クロロホルム洗浄及び陽イオン交換ミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC-MS) を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果ーメロンーイミノクタジン 果肉

田相	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	5.0% 水和剤	1500倍	5	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	5.0% 水和剤	1500倍	5	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
宮崎	5.0% 水和剤	1500倍	5	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.09	0.08	0.08
茨城	5.0%	1500倍	5	果実	3	0.07	0.06	0.06
3,75%	水和剤	130010	3	_ ^~	7	0.06	0.06	0.06
					1	0.09	0.08	0.08
高知	5.0%	1500倍	5	果実	3	0.13	0.12	0.12
10174	水和剤	ТОООТД	· ·		7	0.12	0.12	0.12
					1	0.06	0.05	0.06
宮崎	5.0%	1500倍	5	果実	3	0.05	0.05	0.05
	水和剤	100010	, ,		7	0.08	0.06	0.07

分析部位	分析対象	添加濃度*	反復	平均回収率	RSD***
기에마	刀彻对涿	(mg/kg)	回数**	(%)	(%)
		0.01	5	106	13
果肉	イミノクタジン	0.25	5	102	3
		5	5	96	5
		0.01	5	94	16
果実	イミノクタジン	0.25	5	98	8
		5	5	95	5

^{*}イミノクタジン酢酸塩を添加(添加濃度はイミノクタジンとしての濃度)

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 [*] (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	88, 94
果肉	イミノクタシ゛ン	高知	0.1	96, 94
		宮崎	0.1	85, 102
		茨城	0.1	93, 106
果実	イミノクタシ゛ン	高知	0.1	91, 80
		宮崎	0.1	96, 97

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
	茨城	1	2	156	95	
果肉	果肉 にノクタジン	高知	1	2	16	100
		宮崎	1	2	167	104
		茨城	1	2	156	91
果実	イミノクタシ゛ン	高知	1	2	16	99
		宮崎	1	2	167	105

^{**}果肉は茨城, 果実は宮崎試料を使用 ***併行相対標準偏差

^{*}イミノクタジン酢酸塩を添加(添加濃度はイミノクタジンとしての濃度)

2-3. キウイフルーツ

①DMTP (メチダチオン)

スプラサイド水和剤(有効成分含有率 36.0%)の 1500 倍希釈液 350~370 L/10 a を 5~8 日間隔で 3 回茎葉散布 (果実肥大期) した。試料は、最終散布 60,62,66 日後に採取した。キウイフルーツ(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の DMTP 平均残留濃度は、茨城試料で $0.05\sim0.08$ mg/kg、山梨試料で 0.04 又は 0.05 mg/kg、高知試料で $0.13\sim0.18$ mg/kg の範囲で検出され、概ね経過日数に伴い減衰傾向を示した。

果実試料中の DMTP 平均残留濃度は,茨城試料において処理 60 日後に最大値 0.50 mg/kg 検出され,その後減衰して処理 66 日後には 0.40 mg/kg となった。山梨試料においては,処理 62 日後に最大値 0.93 mg/kg 検出され,その後減衰して処理 66 日後には 0.64 mg/kg となった。高知試料においては,処理 60 日後に最大値 0.61 mg/kg 検出され,その後減衰して処理 66 日後には 0.52 mg/kg となった。

DMTP は、試料をアセトンで抽出し、グラファイトカーボンミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC-MS/MS) を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-キウイフルーツ-DMTP 果肉

圃場	試懸	試験条件			PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
田场	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	36.0% 水和剤	1500倍	3	果肉	60 62 66	0.08 0.05 0.07	0.07 0.05 0.06	0.08 0.05 0.06
山梨	36.0% 水和剤	1500倍	3	果肉	60 62 66	0.05 0.05 0.04	0.05 0.05 0.04	0.05 0.05 0.04
高知	36.0% 水和剤	1500倍	3	果肉	60 62 66	0.14 0.18 0.13	0.13 0.18 0.13	0.14 0.18 0.13

果実

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
	22.24				60	0.51	0.48	0.50
茨城	36.0% 水和剤	1500倍	3	果実	62 66	0.44 0.41	0.44 0.40	0.44 0.40
山梨	36.0% 水和剤	1500倍	3	果実	60 62 66	0.84 0.93 0.64	0.83 0.93 0.64	0.84 0.93 0.64
高知	36.0% 水和剤	1500倍	3	果実	60 62 66	0.61 0.61 0.53	0.61 0.59 0.51	0.61 0.60 0.52

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
기계마	力机对象	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	90	3
果肉	DMTP	0.25	5	93	8
		5	5	99	2
		0.01	5	93	3
果実	DMTP	0.25	5	94	2
		5	5	88	2

^{*}H25年度 調理加工事業 山梨試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
果肉	DMTP	茨城 山梨 高知	0.1 0.1 0.1	89 95, 92 78
果実	DMTP	茨城 山梨 高知	0.1 0.1 0.1	96 99, 94 96

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

保存安定性の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	DMTP	茨城 山梨 高知	0.5 0.5 0.5	2 2 2	24 29 8	91 90 91
果実	DMTP	茨城 山梨 高知	0.5 0.5 0.5	2 2 2	24 29 8	90 92 92

②トラロメトリン

スカウトフロアブル (有効成分含有率 1.4%) の 1500 倍希釈液 350~373 L/10 a を 5~8 日間隔で 5 回茎葉散布 (果実肥大期~収穫期) した。試料は、最終散布 1、3、7 日後に採取した。キウイフルーツ (果肉及び果実) 試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のトラロメトリン及びデルタメトリンは、全試験区定量限界未満であった。 果実試料中のトラロメトリン及びデルタメトリンの合量値としての平均残留濃度は、茨 城試料において処理1日後及び3日後に最大値0.16 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7日後には0.14 mg/kgとなった。山梨試料においては、処理1日後に最大値0.20 mg/kg 検 出され、その後減衰して処理7日後には0.16 mg/kgとなった。高知試料においては、処理 1日後に最大値0.25 mg/kg 検出され、その後減衰して処理7日後には0.18 mg/kgとなった。

トラロメトリン及びデルタメトリンは、試料をアセトンで抽出し、グラファイトカーボン/ NH_2 積層ミニカラムで精製後、ガスクロマトグラフ(ECD)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実ともトラロメトリンとして 0.01~mg/kg、デルタメトリンとして 0.007~mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果ーキウイフルーツートラロメトリン及びデルタメトリンの合量 果肉

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	1.4% フロアブル	1500倍	5	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
山梨	1.4% フロアブル	1500倍	5	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01
高知	1.4% フロアブル	1500倍	5	果肉	1 3 7	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01	<0.01 <0.01 <0.01

果実

圃場	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					1	0.16	0.16	0.16
· 茨城	1.4%	1500倍	5	果実	3	0.16	0.15	0.16
-2,7%	フロアブル	130010	3	**	7	0.15	0.14	0.14
					1	0.20	0.19	0.20
山梨	1.4%	1500倍	5	果実	3	0.17	0.17	0.17
山木	フロアブル	130010	3	**	7	0.16	0.16	0.16
					1	0.25	0.25	0.25
高知	1.4%	1500倍	5	果実	3	0.20	0.20	0.20
티에	フロアブル	100010	3	**	7	0.18	0.18	0.18

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度	反復	平均回収率	RSD**
73 171 117 122	7) 1) 7) 35	(mg/kg)	回数*	(%)	(%)
		0.01	5	91	8
果肉	トラロメトリン	0.25	5	96	4
		5	5	87	2
		0.01	5	79	3
果実	トラロメトリン	0.25	5	95	2
		5	5	90	1
		0.007	5	97	2
果肉	デルタメトリン	0.25	5	98	2
		5	5	98	3
		0.007	5	97	2
果実	デルタメトリン	0.25	5	98	1
		5	5	94	1

^{*}H25年度 調理加工事業 山梨試料を使用 **併行相対標準偏差

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	90
果肉	トラロメトリン	山梨	0.1	103, 99
		高知	0.1	95
		茨城	0.1	97
果実	トラロメトリン	山梨	0.1	100, 98
		高知	0.1	96

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

保存安定性の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率
果肉	トラロメトリン	茨城 山梨 高知	0.5 0.5 0.5	2 2 2	38 43 22	97 96 96
果実	トラロメトリン	茨城 山梨 高知	0.5 0.5 0.5	2 2 2	38 43 22	89 86 92
果肉	デルタメトリン	茨城 山梨 高知	0.5 0.5 0.5	2 2 2	38 43 22	79 79 80
果実	デルタメトリン	茨城 山梨 高知	0.5 0.5 0.5	2 2 2	38 43 22	88 76 78

③TPN (クロロタロニル)

ダコニール 1000 水和剤 (有効成分含有率 40.0%) の 500 倍希釈液 350~370 L/10 a を 5 ~8 日間隔で 7 回茎葉散布 (果実肥大期) した。試料は、最終散布 60, 62, 66 日後に採取した。キウイフルーツ (果肉及び果実) 試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の TPN 平均残留濃度は、茨城試料で 0.04 又は 0.05 mg/kg、山梨試料で 0.04 又は 0.07 mg/kg、高知試料で $0.06\sim0.13$ mg/kg の範囲で検出され、概ね経過日数に伴い減衰傾向を示した。

果実試料中の TPN 平均残留濃度は、茨城試料において処理 60 日後に最大値 12.4 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 66 日後には 11.5 mg/kg となった。山梨試料においては、処理 60 日後に最大値 18.2 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 66 日後には 16.6 mg/kg となった。高知試料においては、処理 60 日後に最大値 15.7 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 66 日後には 13.0 mg/kg となった。

TPN は、試料をアセトンで抽出し、グラファイトカーボン/NH $_2$ 積層ミニカラムで精製後、ガスクロマトグラフ (ECD) を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01~mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果-キウイフルーツ-TPN 果肉

13 14	試駭	試験条件			PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	40.0% 水和剤	500倍	7	果肉	60 62 66	0.05 0.04 0.05	0.04 0.03 0.05	0.04 0.04 0.05
山梨	40.0% 水和剤	500倍	7	果肉	60 62 66	0.07 0.04 0.05	0.07 0.04 0.04	0.07 0.04 0.04
高知	40.0% 水和剤	500倍	7	果肉	60 62 66	0.13 0.09 0.06	0.13 0.09 0.06	0.13 0.09 0.06

果実

田相	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
					60	12.5	12.3	12.4
茨城	40.0%	500倍	7	果実	62	11.0	10.8	10.9
3,792	水和剤	осонд	,	_ ^~	66	11.6	11.4	11.5
					60	18.3	18.2	18.2
山梨	40.0%	500倍	7	果実	62	16.9	16.6	16.8
H	水和剤	ОООТ	,		66	16.7	16.6	16.6
					60	15.8	15.6	15.7
高知	40.0%	500倍	7	果実	62	13.4	12.8	13.1
1-174	水和剤	22010	,		66	13.1	13.0	13.0

回収率の算出結果

分析部位	分析部位 分析対象		反復 回数 [*]	平均回収率 (%)	RSD** (%)
		(mg/kg)	凹剱	(%)	(%)
		0.01	5	104	3
果肉	TPN	0.25	5	90	1
		5	5	88	2
		0.01	5	103	2
果実	TPN	0.25	5	85	2
	1 1 TN	5	5	83	4
		20	5	91	1

^{*}H25年度 調理加工事業 山梨試料を使用(20 mg/kgは本事業の山梨無処理区試料を使用)

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	80
果肉	TPN	山梨	0.1	73, 89
		高知	0.1	80
		茨城	0.1	89
果実	TPN	山梨	0.1	74, 87
		高知	0.1	72

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

保存安定性の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
果肉	TPN	茨城 山梨 高知	0.5 0.5 0.5	2 2 2	38 43 22	84 87 86
果実	TPN	茨城 山梨 高知	0.5 0.5 0.5	2 2 2	38 43 22	89 90 89

^{**}併行相対標準偏差

④イミノクタジン

ベルクート水和剤(有効成分含有率 40.0%)の 1000 倍希釈液 350~373 L/10 a を 5~8 日間隔で 5 回茎葉散布(果実肥大期~収穫期)した。試料は、最終散布 1、3、7 日後に採取した。キウイフルーツ(果肉及び果実)試料中の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のイミノクタジン平均残留濃度は、茨城試料で0.01 mg/kg, 山梨試料で0.01 mg/kg, 高知試料で0.01 Zは0.02 mg/kg検出された。

果実試料中のイミノクタジン平均残留濃度は、茨城試料において処理 1 日後に最大値 1.75 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 1.67 mg/kg となった。山梨試料においては、処理 1 日後に最大値 3.02 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 2.36 mg/kg となった。高知試料においては、処理 1 日後に最大値 3.84 mg/kg 検出され、その後減衰して処理 7 日後には 2.54 mg/kg となった。

イミノクタジンは、試料を水酸化ナトリウム含有メタノール溶液で抽出し、クロロホルム転溶及び陽イオン交換ミニカラムで精製後、液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS)を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.01 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

残留濃度調査結果ーキウイフルーツーイミノクタジン 果肉

E2 18	試懸	競条件		分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	40.0% 水和剤	1000倍	5	果肉	1 3 7	0.01 0.01 0.01	0.01 0.01 0.01	0.01 0.01 0.01
山梨	40.0% 水和剤	1000倍	5	果肉	1 3 7	0.01 0.01 0.01	0.01 0.01 0.01	0.01 0.01 0.01
高知	40.0% 水和剤	1000倍	5	果肉	1 3 7	0.02 0.02 0.01	0.02 0.02 0.01	0.02 0.02 0.01

果実

E2 18	試験条件			分析	PHI	分析値①	分析値②	平均残留濃度
圃場	剤型	希釈 倍数	使用 回数	部位	(日)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
茨城	40.0%	1000倍	5	果実	1	1.75 1.65	1.75 1.64	1.75 1.64
	水和剤		-		7	1.68	1.66	1.67
山梨	40.0% 水和剤	1000倍	5	果実	1 3 7	3.04 2.51 2.37	3.00 2.48 2.36	3.02 2.50 2.36
高知	40.0% 水和剤	1000倍	5	果実	1 3 7	3.85 3.20 2.58	3.84 3.14 2.49	3.84 3.17 2.54

回収率の算出結果

分析部位	分析部位 分析対象		反復	平均回収率	RSD***
73 471 ED 132	71 1/1 71 35	(mg/kg)	回数**	(%)	(%)
		0.01	5	72	2
果肉	イミノクタジン	0.25	5	92	4
		5	5	85	6
		0.01	5	73	5
果実	イミノクタジン	0.25	5	95	5
		5	5	97	4

^{*}イミノクタジン酢酸塩を添加(添加濃度はイミノクタジンとしての濃度)

精度管理の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度 [*] (mg/kg)	回収率 (%)
		茨城	0.1	76
果肉	イミノクタジン	山梨	0.1	80, 77
		高知	0.1	77
		茨城	0.1	84
果実	イミノクタジン	山梨	0.1	76, 77
		高知	0.1	73

併行分析した無処理区試料の分析値は全て定量限界未満

保存安定性の概要

分析部位	分析対象	試料	添加濃度	反復	保存期間	平均回収率
기케메덴	刀们对涿	山八个十	(mg/kg)	回数	(日)	(%)
		茨城	0.5	2	29	88
果肉	イミノクタジン	山梨	0.5	2	34	84
		高知	0.5	2	13	83
		茨城	0.5	2	29	88
果実	イミノクタジン	山梨	0.5	2	34	76
		高知	0.5	2	13	80

^{**}H25年度 調理加工事業 高知試料を使用 ***併行相対標準偏差

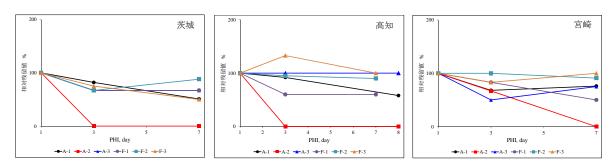
^{*}イミノクタジン酢酸塩を添加(添加濃度はイミノクタジンとしての濃度)

3. 各農薬の経過日数に伴う相対残留値の推移

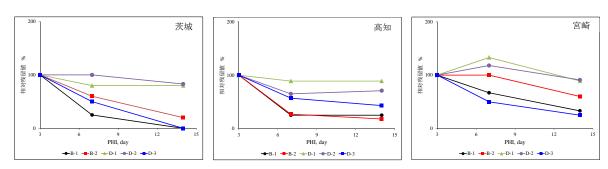
経過日数に伴う果実残留濃度の挙動(最短 PHI の果実残留値を 100%とした場合の中間 PHI, 最長 PHI の相対残留値)を図 1~3に示す。

すいかは、圃場間で栽培形態が異なっており、全体的に低い残留傾向を示した農薬が多かったが、各農薬の相対残留値の挙動は、概ね3圃場で同様の挙動を示した(図1)。メロンについても概ね3圃場で同様の挙動を示した(図2)。両作物とも各圃場で同様の挙動を示した要因として、3圃場とも均一に農薬散布が実施され、施設栽培の保護効果(揮散、加水分解、光分解、降雨による流亡等の抑制)が関与したためと考えられた。

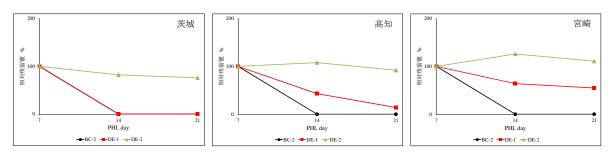
キウイフルーツは露地栽培で実施したが、4 農薬の経過日数に伴う相対残留値は3 圃場で同様の挙動を示した(図 3)。初回散布日から最終試料採取日までの平均気温(最低~最高気温)は、茨城で21.4°C(10.8~29.7°C)、山梨で22.4°C(12.0~29.3°C)、高知で22.1°C(9.6~29.3°C)であり、圃場間で大きな違いは見られなかった。総降雨量は茨城で473 mm、山梨で386 mm、高知で1289 mm であり、高知の降雨量が多かった。高知は2014/8/7~9/12にスプラサイド水和剤を3回、ダコニール1000水和剤を7回散布し、その期間の降雨量は947 mm であったが、DMTP、TPNの相対残留値の挙動に圃場間で大きな違いは見られなかった。又、PHIの短いトラロメトリン及びイミノクタジンついても大きな違いは見られなかった。試験期間中の降雨量が圃場間で大きく異なっていたが、4 農薬の相対残留値の挙動に大きな違いは見られなかった。試験期間中の降雨量が圃場間で大きく異なっていたが、4 農薬の相対残留値の挙動に大きな違いは見られなかったことから、今回検討した4 農薬については、降雨による影響を受けにくいものと考えられた。



(A-1:プロピネブ、, A-2:BPMC, A-3:クロチアニシン, F-1:トリフルミソール, F-2:ヘーノミル (MBC), F-3:イミノクタシン)



(B-1:MEP, B-2:PAP, D-1:アセタミア゜リト゛, D-2:エトフェンフ゜ロックス, D-3:ピ リタ゛ヘ゛ン)



(BC-2:ダイアジノン, DE-1:テトラジホン, DE-2:ニテンピラム)

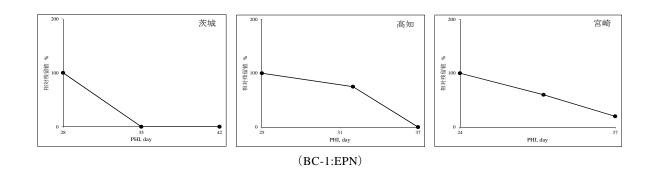
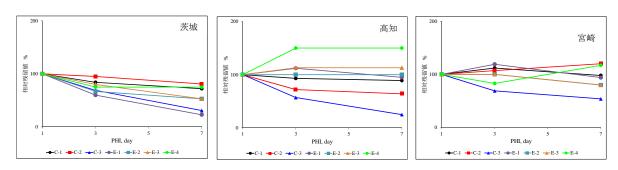
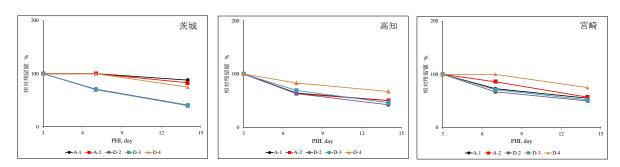


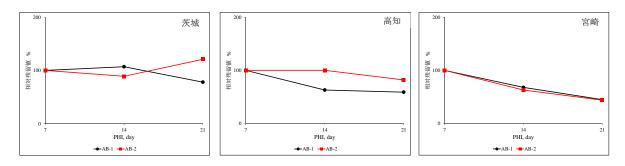
図1. すいか果実残留濃度の減衰挙動(相対残留値)



(C-1:プロジミトン, C-2:シロマシン, C-3:BPMC, E-1:MEP, E-2:クロチアニシン, E-3:^゚ルメトリン, E-4:イミノクタシンン)

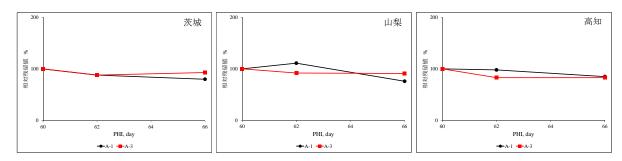


(A-1:フルバリネート, A-2:^キシチアゾクス, D-1:1-ナフタレン酢酸, D-2:DMTP, D-3:PAP, D-4:アセタミプリド)

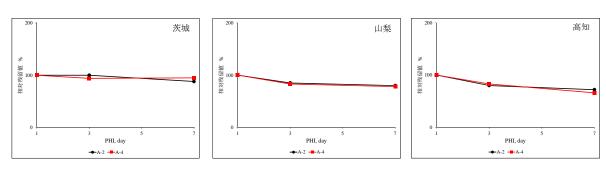


(AB-1:マンセ゛フ゛, AB-2:ジ フルヘ゛ンス゛ロン)

図 2. メロン果実残留濃度の減衰挙動(相対残留値)



(A-1:DMTP, A-3:TPN)



(A-2: トラロメトリン, A-4:イミノクタシ`ン)

図 3. キウイフルーツ果実残留濃度の減衰挙動(相対残留値)

4. 果実平均重量と果実残留濃度の関係

処理区 E で採取したメロン果実平均重量(3 圃場×3 時点)に対して、当該試験区で混用散布した MEP、クロチアニジン、ペルメトリン、イミノクタジンの果実残留濃度をプロットしたものを一例として図 4 に示す。同様に 3 作物の全試験区の果実平均重量と各農薬の果実残留値の関係を解析した結果を表 2 に示す。決定係数 R^2 が 0.50 以上の農薬は、すいかで 2 農薬、メロンで 8 農薬、キウイフルーツで 2 農薬であった。メロンの試料重量と残留濃度に半数以上の解析例で相関性が認められたことから、栽培形態、PHI 等の残留濃度に影響を及ぼすと考えられる各種要因の影響が比較的小さいものと考えられた。一方、すいかにおいては、果実への農薬の付着率が低く、栽培形態、PHI 等の各種要因が残留濃度に影響を及ぼしているものと考えられた。キウイフルーツは、PHI の短いトラロメトリン、イミノクタジンが比較的高い相関性を示し、PHI の長い DMTP、TPN は相関性が認められなかった。3 作物とも相関性と各農薬の log Pow に関連は認められず、PHI の短い農薬の相関性が高くなる傾向を示した。又、DMTP、TPN の減衰挙動に圃場間、薬剤間で大きな違いは見られなかったことから、トラロメトリン、イミノクタジンと同様の PHI で採取した場合は、 R^2 が 0.50 以上になったものと考えられた。

すいか及びメロンについては、昨年度の事業でも同様に解析しており、すいかは 15 農薬全てで相関性が認められなかった。メロンは 16 農薬のうち 10 農薬で相関性が認められた。 さらに多くの農薬で確認する必要があるが、メロンは試料重量と残留濃度間に比較的高い相関性を示す傾向があるものと考えられた。

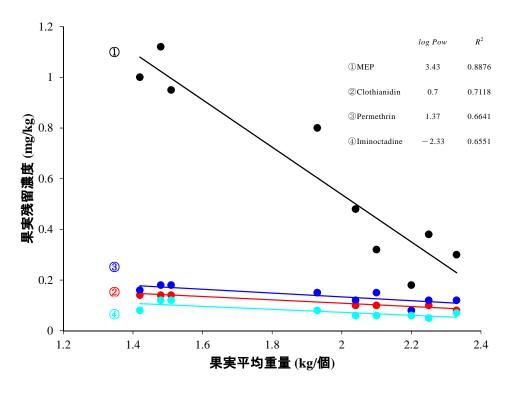


図 4. メロンの果実平均重量と果実残留濃度の一例

表 2.平均重量と果実残留濃度との関係表 2-1. すいか

	散布	PHI	すいか	
	回数	(目)	y = a x + b	
プロピネブ	4	1, 3, 7	y = -0.1647 x + 1.1194	$(R^2 = 0.0954)$
BPMC*	3	1, 3, 7	$y = -0.0065 \ x + 0.0201$	$(R^2 = 0.1631)$
クロチアニジン*	3	1, 3, 7	_	_
MEP	6	3, 7, 14	$y = -0.0460 \ x + 0.1079$	$(R^2 = 0.5127)$
PAP*	3	3, 7, 14	$y = -0.0641 \ x + 0.1715$	$(R^2 = 0.2773)$
EPN	4	**	$y = -0.0600 \ x + 0.1436$	$(R^2 = 0.3988)$
ダイアジノン	4	7, 14, 28	$y = -0.0091 \ x + 0.0251$	$(R^2 = 0.0716)$
アセタミプリド	3	3, 7, 14	$y = -0.0366 \ x + 0.1669$	$(R^2 = 0.0297)$
エトフェンプロックス*	3	3, 7, 14	$y = -0.0085 \ x + 0.3061$	$(R^2 = 0.0001)$
ピリダベン	2	3, 7, 14	_	_
テトラジホン	2	7, 14, 21	$y = -0.1318 \ x + 0.2789$	$(R^2 = 0.6899)$
ニテンピラム	3	7, 14, 21	$y = -0.1012 \ x + 0.3443$	$(R^2 = 0.3256)$
トリフルミゾール	5	1, 3, 7	$y = -0.0072 \ x + 0.0484$	$(R^2 = 0.0339)$
ベノミル (カルベンダジム)	5	1, 3, 7	_	_
イミノクタシ゛ンアルヘ゛シル酸塩(イミノクタシ゛ン)*	4	1, 3, 7	_	

y = a x + b, x: 果実平均重量, y: 果実残留濃度

^{*} 概ねメロンと共通施用条件で処理されたもの (H24, H25 で実施した農薬も含む)

^{**} 茨城: 21, 28, 42 高知: 25, 32, 37 宮崎: 24, 31, 37

^{-:}評価対象外とした農薬

表 2-2. メロン

一般名	散布	PHI	メロン	
	回数	(目)	y = a x + b	
マンゼブ	5	7, 14, 21	$y = -0.73068 \ x + 3.6181$	$(R^2 = 0.1219)$
ジフルベンズロン	3	7, 14, 21	$y = -0.47684 \ x + 1.2833$	$(R^2 = 0.8046)$
フルバリネート	2	3, 7, 14	$y = -0.21166 \ x + 0.5306$	$(R^2 = 0.6663)$
ヘキシチアゾクス	2	3, 7, 14	y = -0.10235 x + 0.2741	$(R^2 = 0.6069)$
プロシミドン	3	1, 3, 7	$y = -0.66038 \ x + 1.8805$	$(R^2 = 0.9255)$
シロマジン	3	1, 3, 7	$y = -0.05089 \ x + 0.2821$	$(R^2 = 0.1786)$
BPMC*	4	1, 3, 7	$y = -0.25637 \ x + 0.7308$	$(R^2 = 0.2773)$
1-ナフタレン酢酸ナトリウム (1-ナフタレン酢酸)	2	3, 7, 14	_	_
DMTP	2	3, 7, 14	$y = -0.0389 \ x + 0.3154$	$(R^2 = 0.0180)$
PAP*	4	3, 7, 14	$y = -0.0844 \ x + 0.6049$	$(R^2 = 0.0288)$
アセタミプリド	3	3, 7, 14	$y = -0.0218 \ x + 0.0840$	$(R^2 = 0.4867)$
MEP	5	1, 3, 7	$y = -0.9350 \ x + 2.4075$	$(R^2 = 0.8876)$
クロチアニジン*	3	1, 3, 7	$y = -0.0661 \ x + 0.2412$	$(R^2 = 0.7118)$
ペルメトリン*	5	1, 3, 7	$y = -0.0751 \ x + 0.2839$	$(R^2 = 0.6641)$
イミノクタジン酢酸塩(イミノクタジン)	5	1, 3, 7	$y = -0.0588 \ x + 0.1906$	$(R^2 = 0.65511)$

y = a x + b, x: 果実平均重量, y: 果実残留濃度

表 2-3. キウイフルーツ

一般名	散布	PHI	キウイフルーツ	
	回数	(目)	y = a x + b	
DMTP	3	60, 62, 66	$y = -0.0029 \ x + 0.9472$	$(R^2 = 0.1547)$
トラロメトリン	5	1, 3, 7	$y = -0.0011 \ x + 0.3058$	$(R^2 = 0.6192)$
TPN	7	60, 62, 66	y = -0.05371 x + 20.40	$(R^2 = 0.2326)$
イミノクタジンアルベシル酸塩(イミノクタジン)	5	1, 3, 7	y = -0.0285 x + 5.7616	$(R^2 = 0.7914)$

y = a x + b, x: 果実平均重量, y: 果実残留濃度

^{*} 概ねすいかと共通施用条件で処理されたもの (H24, H25 で実施した農薬も含む)

^{-:}評価対象外とした農薬

5. 残留基準値等との比較

果肉試料には、すいかで 7 農薬、メロンで 7 農薬、キウイフルーツで 3 農薬が検出 されたが、現行の果肉のみを対象とした残留基準値を超過したものはなかった(表 3)。

薬剤の散布形式 (剤型,散布量・方式,回数等),自然要因 (各種気象要因,地形,地質等) や作物の大きさが異なる為,あくまで参考比較ではあるが,果実全体を評価対象としている Codex の残留基準値*と本試験における果実の最高残留値を表 3 に示す。Codex 基準値が設定済みの農薬は、すいかで 2 農薬 (クロチアニジン 0.02 mg/kg、アセタミプリド 0.2 mg/kg),メロンで 5 農薬 (ヘキシチアゾクス 0.05 mg/kg、シロマジン 0.5 mg/kg、アセタミプリド 0.2 mg/kg、クロチアニジン 0.02 mg/kg、ペルメトリン 0.1 mg/kg)であり、キウイフルーツは無かった。本試験で得られた果実最高値と比較した場合、クロチアニジン、ヘキシチアゾクス、ペルメトリンは Codex 基準値を上回って検出されたが、それ以外の農薬は基準値未満であった。

又,各農薬の使用要件の最短処理の果実残留濃度について OECD calculator を用いて MRL を試算 (3 圃場での算出のため,不確実性が高い参考値)した。すいかで 5 農薬,メロンで 11 農薬,キウイフルーツで 4 農薬が,現行の果肉残留基準値と比較して高い 基準値が得られた。

* CODEX ALIMENTARIUS: Pesticide Residues in food より引用

表 3. 果肉及び果実の残留値(最高値)と各種残留基準値表 3-1. すいか

一般名	log Pow	現行の 果肉基準値 (mg/kg)	果肉 最高値 (mg/kg)	果実 最高値 (mg/kg)	OECD calculator MRL** (mg/kg)	Codex MRL*** (mg/kg)
プロピネブ*	-0.26	1	0.091	0.748	1.5	_
BPMC	2.67	0.3	< 0.01	0.03	0.07	_
クロチアニジン	0.7	0.2	0.03	0.04	0.15	0.02
MEP	3.43	0.2	< 0.01	0.06	0.15	_
PAP	3.69	0.02	< 0.01	0.11	0.3	_
EPN	>5.02	0.02	< 0.01	0.10	0.3	_
ダイアジノン	3.3	0.1	< 0.01	0.03	0.01	_
アセタミプリド	0.8	0.3	0.12	0.18	0.4	0.2
エトフェンプロックス	6.9	2	< 0.01	0.68	1.5	_
ピリダベン	6.37	0.05	< 0.01	0.23	0.6	_
テトラジホン	4.61	1	< 0.01	0.11	0.3	_
ニテンピラム*	-0.66	5	0.20	0.24	0.5	_
トリフルミゾール*	5.1	2	0.04	0.06	0.15	_
ベノミル*	1.37	3	0.030	0.274	0.7	_
イミノクタシ゛ンアルヘ゛シル酸塩*	2.05	0.2	0.01	0.08	0.2	_

^{*} プロピネブは二硫化炭素含量に換算した値

ニテンピラムは、ニテンピラム及び CPF をニテンピラム含量に換算したものの和

トリフルミゾールは、トリフルミゾール及び代謝物をトリフルミゾール含量に換算したものの和

イミノクタジンアルベシル酸塩はイミノクタジン及びイミノクタジン酢酸塩を含む

ベノミルはカルベンダジム含量に換算した値

^{**}各農薬の使用要件の最短処理試料の果実残留濃度について OECD Calculator を用いて MRL を試算

^{***} クロチアニジン、アセタミプリド: VC 0045 – Fruiting vegetables, Cucurbits

^{- :} 基準値無し

表 3-2. メロン

一般名	log Pow	現行の 果肉基準値 (mg/kg)	果肉 最高値 (mg/kg)	果実 最高値 (mg/kg)	OECD calculator MRL** (mg/kg)	Codex MRL*** (mg/kg)
マンゼブ*	0.26	0.6	0.023	1.84	5	_
ジフルベンズロン	3.89	0.2	< 0.01	0.56	1.5	_
フルバリネート	>3.8	0.1	< 0.01	0.28	0.6	_
ヘキシチアゾクス	2.53	0.5	< 0.01	0.16	0.4	0.05
プロシミドン	3.14	3	0.08	0.88	2	_
シロマジン	-0.061	0.5	0.07	0.25	0.7	0.5
ВРМС	2.67	0.3	0.06	0.51	1.5	_
1-ナフタレン酢酸	2.6	0.2	0.01	0.01	0.01	_
DMTP	2.2	0.2	< 0.01	0.38	1	_
PAP	3.69	0.02	< 0.01	0.67	2	_
アセタミプリド	0.8	0.5	< 0.01	0.06	0.15	0.2
MEP	3.43	0.05	< 0.01	1.12	3	_
クロチアニジン	0.7	0.3	0.02	0.15	0.4	0.02
ペルメトリン	1.37	0.1	0.02	0.18	0.5	0.1
イミノクタジン酢酸塩*	-2.33	0.2	< 0.01	0.12	0.3	_

^{*} マンゼブは二硫化炭素含量に換算した値

イミノクタジン酢酸塩はイミノクタジン及びイミノクタジンアルベシル酸塩を含む。

^{**}各農薬の使用要件の最短処理試料の果実残留濃度について OECD Calculator を用いて MRL を試算

^{***} ヘキシチアゾクス, アセタミプリド, クロチアニジン: VC 0045-Fruiting vegetables, Cucurbits シロマジン, ペルメトリン: VC 0046-Melons, except watermelon

^{-:}基準値無し

表 3-3. キウイフルーツ

一般名	log Pow	現行の 果肉基準値 (mg/kg)	果肉 最高値 (mg/kg)	果実 最高値 (mg/kg)	OECD calculator MRL** (mg/kg)	Codex MRL*** (mg/kg)
DMTP	2.2	0.2	0.18	0.93	2	_
トラロメトリン*	5	0.5	< 0.01	0.25	0.7	_
TPN	2.92	0.2	0.13	18.2	50	_
イミノクタジン						
アルベシル酸塩*	2.05	0.2	0.02	3.84	9	_

^{*} トラロメトリンはデルタメトリン及びトラロメトリンの和

イミノクタジンアルベシル酸塩はイミノクタジン及びイミノクタジン酢酸塩を含む

^{**}各農薬の使用要件の最短処理試料の果実残留濃度について OECD Calculator を用いて MRL を試算

^{-:}基準値無し

6. 統計学的解析

すいか及びメロンに共通して散布した 8 農薬(H24, H25 のデータも含む)について統計学的解析(Mann-Whitney U 検定)を実施し、すいか及びメロンの果実の残留濃度分布を同一分布と見なせるかを検討した。8 農薬の内、2 農薬(クロチアニジン、ペルメトリン)は両作物で共通の施用条件、4 農薬(イミノクタジン、BPMC、PAP、エトフェンプロックス)は Codex 等で残留データ評価可能とされる施用条件の相異(25%ルール)、2 農薬(アセタミプリド、MEP)は両作物での登録内容(散布濃度、使用時期、散布回数)が大きく相異していた。尚、解析に用いた果実の残留値は、各経過日数における平均残留値ではなく、2 連の残留値を用いて解析した。解析の結果を表 4 に示す。

ペルメトリンの全ての経過日数,アセタミプリド,エトフェンプロックスの一部の 試料については統計学的有意差が認められなかったが,それ以外の5 農薬は全ての経 過日数において有意差が認められた。そして,22 解析結果中17 例で有意差が認められ たことから,これまでの結果同様,すいか及びメロンの果実全体の残留濃度分布を同 一分布と見なすことは難しいことが示唆された。

表 4. 同一経過日数における残留値の統計学的解析結果

農薬	PHI	10 o D	処理後経過日数		
	(日)	log P _{OW}	最短	中間	最長
クロチアニシ゛ン	1,3,7	0.7	**	**	**
アセタミフ。リト、	3,7,14	0.8	*	_	*
へ。ルメトリン	1,3,7	1.37	_	_	_
イミノクタジンアルベシル酸塩	1,3,7	2.05	**	**	**
BPMC	1,3,7	2.67	**	**	**
MEP	3,7	3.43	**	**	ND
PAP	3,7,14	3.69	**	**	**
エトフェンフ゜ロックス	3,7	6.9	_	*	ND

^{-:} 有意差無し ND: データ無し

アセタミプリド, MEP は施用条件の相異が 25%以上のため参考値。

MEP, エトフェンプロックスは, すいか PHI=3,7,14, メロン PHI=1,3,7のため, PHI=3 を最短, PHI=7 を中間に記載。

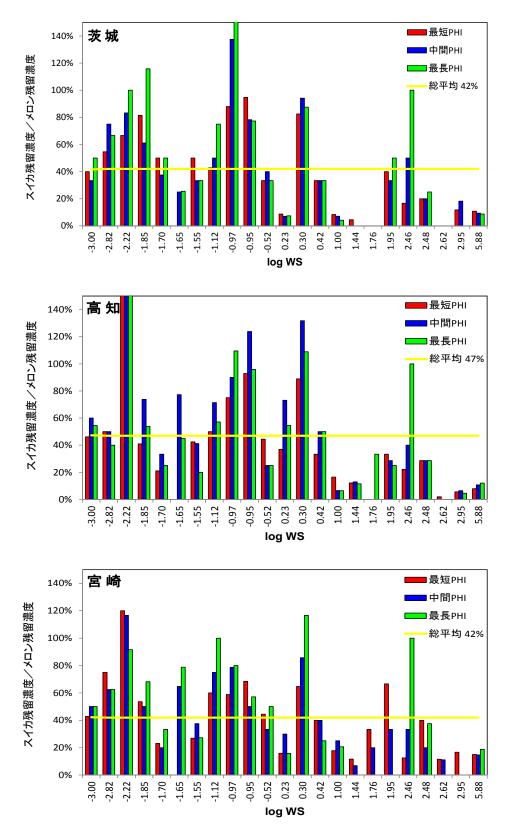
^{* 5%}危険率で有意差有り ** 1%危険率で有意差有り

7. メロン果実残留濃度に対するすいか果実残留濃度の比率(水溶解度順)

本調査は、3年間ですいか45製剤、メロン47製剤の作物残留試験を実施した。その内、両作物に概ね共通施用条件で処理された23農薬について、同一PHIにおける両作物の果実残留濃度比(スイカ残留濃度/メロン残留濃度)を圃場別に求めた。その結果を図5に示す。

各農薬の残留濃度比は概ね 100%未満であり、すいかの方がメロンより低い残留傾向を示すことを確認した。そして、23 農薬の残留濃度比の総平均は、茨城で 42%、高知で 47%、宮崎で 42%であり、圃場間で大きな違いは無かった。

23 農薬の水溶解度は $<0.001\sim7.64\times10^5$ mg/L $(\log WS: -3.00\sim5.88)$ の範囲であったが、残留濃度比と水溶解度に関連は認められなかった。又、各種農薬の残留濃度比のパターンは、圃場間で大きな差は無かった。



log WS=-2.22: ペルメトリン, -1.65: エトフェンプロックス, 1.00: PAP, 2.48: クロチアニジン, 2.62: BPMC, 5.88: イミノクタジンアルベシル酸塩

図 5. メロン果実残留濃度に対するすいか果実残留濃度の比率(水溶解度順)

[考察]

すいか 15 農薬,メロン 15 農薬,キウイフルーツ 4 農薬について 3 圃場で作物残留試験を実施し、各作物の果肉と果実の残留濃度を求めた。

すいか及びメロンは施設栽培、キウイフルーツは露地栽培で実施し、薬剤毎に指定された処理回数、希釈倍数で対象農薬を混用散布した。すいかは地ばい栽培又は立体栽培、メロンは立体栽培、キウイフルーツは棚仕立て栽培で実施した。1個当たりの果実平均重量は、各作物とも圃場間で重量差が見られたが、果実に対する果皮の割合、果皮の厚さについては3作物とも圃場間で大きな違いはなかった。各作物の果実表面の形状は、すいかは滑らかな形状、メロンは凹凸、キウイフルーツは毛茸で覆われた形状をしており、すいかの果実表面への農薬の付着量は、メロンやキウイフルーツと比べて少ないものと考えられた。

すいかの果実試料における残留濃度は、全体的に低い残留傾向を示した。調査した多くの農薬は、最大でも 0.1 mg/kg 程度の検出濃度であったが、経過日数に伴う挙動は、概ね減衰傾向を示した。これまでの本事業の調査では、立体栽培の高知試料の残留濃度が高くなる傾向を示していたが、本調査では地ばい栽培の宮崎試料についても同様の傾向を示した。宮崎試料は、1 個当たりの果実平均重量が 3 圃場の中で最も小さかったことに起因するものと推察された。各農薬の減衰挙動は、概ね 3 圃場で同様の挙動を示したことから、圃場間の栽培環境の差は小さいものと考えられた。果肉にはプロピネブ、クロチアニジン、アセタミプリド、ニテンピラム、トリフルミゾール、ベノミル、イミノクタジンが検出され、植物体への浸透移行が主な要因と考えられた。果肉残留濃度は、経過日数に伴う明確な減衰傾向を示さない場合が見られたが、現行の果肉のみを対象とした残留基準値を超過したものは無かった。3 圃場の果肉と果皮の重量比は、83:17~88:12 の範囲であり、それらの重量比に品種による明らかな差は認められなかった。

メロンの果実残留濃度は、すいかに比べて高い残留傾向を示し、概ね経過日数に伴って減衰傾向を示した。又、同じ試験区で混用散布した各農薬の減衰挙動は、製剤の剤型、農薬の log Pow の違いに関わらず、概ね同様の挙動を示した。果実残留濃度の圃場間の差は、最大で 5 倍程度であり、1 個当たりの果実平均重量が最も小さい高知の残留値が高くなる傾向を示した。各農薬の減衰挙動は、概ね 3 圃場で同様の挙動を示したことから、すいか同様、栽培環境の差は小さいものと考えられた。農薬別では、1-ナフタレン酢酸の散布濃度は、他の農薬に比べて低かったが、宮崎の果実、果肉試料の一部で 0.01 mg/kg 検出された。1-ナフタレン酢酸のメロンにおける運命試験の報告 1) 事例では、果肉への浸透移行性が認められたと報告されている。しかしながら茨城試料及び他の調査農薬で高い残留傾向を示した高知試料の 1-ナフタレン酢酸の残留値は果肉、果実ともに定量限界未満であったことから、宮崎の一部の試料で検出された要因を解明することは困難であった。1-ナフタレン酢酸以外に果肉には、マンゼブ、プロシミドン、シロマジン、BPMC、クロチアニジン、ペルメトリンが検出され、浸透移行が主な要因と考えられた。果肉残留濃度は、経過

日数に伴う明確な減衰傾向を示さない場合が見られたが、得られた各農薬の残留濃度は全て残留基準値未満であった。3 圃場の果肉と果皮の重量比は、90:10~94:6 の範囲であり、それらの重量比に品種による明らかな差は認められなかった。尚、本調査では農薬の残留性が高いことが期待されるネット系品種を選択して実施したが、4 農薬を対象とした調査結果 ²⁾では、果実表面構造が異なるネット系と非ネット系の果実残留濃度に大きな差は認められなかったと報告されている。

キウイフルーツの果実残留濃度における圃場間の差は、4 農薬とも最大で 2 倍程度であり、減衰挙動についても大きな差異は認められなかった。4 農薬は経過日数に伴い緩やかな減衰傾向を示した。農薬別では、処理回数や有効成分投下量が多い TPN の残留濃度が最も高く検出された。圃場別では、経過日数が 60~66 日と比較的長い DMTP, TPN は山梨試料、経過日数が 1~7 日と比較的短いトラロメトリン、イミノクタジンは高知試料の残留濃度が高く検出され、個体重量が 3 圃場の中で最も大きい茨城試料の残留濃度が低くなる傾向を示した。これらの結果から試験期間中の気温や降雨等による農薬の揮散、流亡や分解等による圃場間の差は比較的小さいものと考えられた。果肉には DMTP, TPN, イミノクタジンの 3 農薬が検出されたが全て残留基準値未満であった。尚、3 圃場の果肉と果皮の重量比は、83:17~86:14 の範囲であり、それらの重量比に品種による明らかな差は認められなかった。

3 作物の 1 個当たりの平均重量と果実残留濃度の相関性を調査した結果, すいかでは両者の間に相関性はほとんど認められなかったのに対し, メロンでは半数以上の農薬で相関性が認められた。露地栽培のキウイフルーツでは, 調査した 4 農薬の内 2 農薬で比較的高い相関性を示した。一般的に農薬が作物表面に残留している場合, 個体重量が大きい程, 個体重量に対する表面積の割合が小さくなるため, 残留濃度は低下する。すいかは, メロンやキウイフルーツと比べて果実表面への農薬付着量が少ないことや, 経過日数に伴う農薬の肥大希釈の影響が大きいために相関性が低くなったと考えられた。又, 3 作物とも農薬の log Pow の違いに関わらず, 経過日数の短い農薬が比較的高い相関性を示す傾向が見られた。

国内使用条件に従って得られた本調査の果実残留値の最高値は、国際標準である Codex 基準値よりも高くなる場合が見られた。従って、我が国における農薬の散布形式(剤型、散布量、回数等)、各種気象要因や作物の大きさなどを考慮した評価(我が国の使用条件下で実施した作物残留試験に基づく残留基準の設定)が必要と考えられた。

すいか及びメロンで共通する 8 農薬について,同一経過日数における残留値(計 22 データ)を用いて統計学的解析を行った結果,全 22 解析中 17 例で有意差が認められた。このことから,両作物の果実の残留濃度分布を同一分布と見なすことは難しいことが示唆された。そして,両作物に概ね共通施用条件で処理された 6 農薬について,両作物の残留濃度比を圃場別に求めた結果,残留濃度比のパターンに圃場間で大きな違いは見られず,概ねすいかの方がメロンより低い残留傾向を示した。このことが統計学的解析において有意差

が多く認められた要因と考えられた。

以上より、今回検討した農薬についてもこれまで同様、散布された農薬は、主に果実表面に残留しており、果実への農薬の付着量が果実残留濃度に大きな影響を及ぼすものと考えられた。

[参考資料]

- 1)1-ナフタレン酢酸農薬評価書(第2版)食品安全委員会(2011年), 2014年12月19日閲覧
- ²⁾ 平成 23 年度生産資材安全確保推進事業 農薬登録に係る調理加工試験の導入に関する 調査事業 - 最終報告書