

平成 28 年度
農薬登録における作物グループ化の検討のための試験委託事業
(① すいか、メロン)

最終報告書

平成 29 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
日本エコテック株式会社

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]	5
1. 調査対象農作物	
2. 調査対象農薬	
[調査対象農薬の入手]	7
[試験実施内容]	7
1. 圃場試験	
2. 残留分析	
[結果]	13
1. 圃場試験結果	
2. 残留濃度調査結果	
3. 果実中での残留濃度の推移	
4. 果肉と果皮における残存率	
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	
6. 中央値及び有意差検定の解析	
[考察]	161
[まとめ]	163
[参考資料]	167

[添付資料]

資料 1. 圃場試験概要

資料 2. 残留分析詳細（すいか試料）

資料 2-1. すいか：処理区 A

資料 2-2. すいか：処理区 B

資料 2-3. すいか：処理区 C

資料 2-4. すいか：処理区 D

資料 2-5. すいか：処理区 E

資料 2-6. すいか：処理区 F

資料 3. 残留分析詳細（メロン試料）

資料 3-1. メロン：処理区 A

資料 3-2. メロン：処理区 B

資料 3-3. メロン：処理区 C

資料 3-4. メロン：処理区 D

資料 4. 試料調製明細書（すいか試料）

資料 5. 試料調製明細書（メロン試料）

[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、国際調和も図りながら、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 83 製剤，メロン 88 製剤，キウイフルーツ 22 製剤）の内、すいか 57 製剤，メロン 74 製剤，キウイフルーツ 22 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。今年度の事業では、残りのすいか 25 製剤^{*}，メロン 13 製剤^{*}について同様に作物残留試験を実施し、果実及び果肉の残留濃度を求めた。

^{*}すいか：スミレックス水和剤（プロシミドン），メロン：ベストガード水溶剤（ニテンピラム）は果実データ取得済みのため、本事業では実施しなかった。

[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（3 圃場）

①一般社団法人日本植物防疫協会 茨城研究所

②一般社団法人日本植物防疫協会 高知試験場

③一般社団法人日本植物防疫協会 宮崎試験場

2. 残留分析

①すいか（ポリオキシンを除く）

一般財団法人残留農薬研究所

②メロン（ポリオキシンを除く）

株式会社化学分析コンサルタント

③すいか及びメロンにおけるポリオキシシン（生物検定法）

日本エコテック株式会社

[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は、農薬対策室と協議し、次のとおり選定した。

1. 調査対象農作物

すいか及びメロンの 2 作物

2. 調査対象農薬

国内登録の有無等を考慮のうえ、すいか 25 種類、メロン 13 種類の農薬を選択した。
散布の際は、対象農薬をすいか 6 グループ、メロン 4 グループに分けて混用散布した。

すいか対象農薬 25 種類（全て茎葉散布）

一般名	log Pow [*]	農薬名	濃度 (%)	希釈 倍数	使用時期	使用 回数
イミノクタジン酢酸塩	-2.33	ポリベリン水和剤	5.0	1000 倍	収穫前日	4 回
シハロトリン	6.9	サイハロン乳剤	5.0	2500 倍	収穫前日	1 回
ジフェノコナゾール	4.4	スコア顆粒水和剤	10.0	2000 倍	収穫前日	3 回
トラロメトリン	5	スカウトフロアブル	1.4	2000 倍	収穫前日	5 回
シペルメトリン	6.6	アグロスリン乳剤	6.0	1000 倍	収穫前日	5 回
エマメクチン安息香酸塩	5.0	アフーム乳剤	1.0	1000 倍	収穫前日	3 回
フェンピロキシメート	5.01	ダニトロンフロアブル	5.0	1000 倍	収穫前日	3 回
カスガマイシン	<1.96	カスミンボルドー水和剤	5.7	1000 倍	収穫前日	5 回
DBEDC	—	サンヨール乳剤	20.0	500 倍	収穫前日	4 回
マラソン	2.75	マラソン乳剤	50.0	1000 倍	収穫前日	6 回
ジチアノン	3.2	デラン T 水和剤	50.0	700 倍	収穫前日	5 回
有機銅	2.46	ドキリンフロアブル	35.0	500 倍	収穫前日	5 回
ビフェナゼート	3.4	マイトコーネフロアブル	20.0	1000 倍	収穫前日	1 回
フルベンジアミド	4.2	フェニックス顆粒水和剤	20.0	2000 倍	収穫前日	2 回
チアクロプリド	0.74	バリアード顆粒水和剤	30.0	2000 倍	収穫前日	3 回
アバメクチン	4.4	アグリメック乳剤	1.8	500 倍	収穫前日	3 回
TPN (クロロタロニル)	2.92	ダコニール 1000	40.0	700 倍	収穫 3 日前	5 回
キノキサリン系 (キノメチオナート)	3.78	モレスタン水和剤	25.0	2000 倍	収穫 3 日前	5 回
フルバリネート	>3.8	マブリック水和剤 20	20.0	2000 倍	収穫 3 日前	2 回
ポリオキシシン複合体	B:-1.21	ポリオキシシン AL 水溶剤	50.0	1000 倍	収穫 3 日前	5 回
クロルフルアズロン	5.9	アタブロン乳剤	5.0	2000 倍	収穫 14 日前	3 回
キャプタン	2.8	オーソサイド水和剤 80	80.0	400 倍	収穫 14 日前	5 回
ジフルベンズロン	3.89	デミリン水和剤	23.5	1000 倍	収穫 7 日前	3 回
マンゼブ	0.26	ジマンダイセン水和剤	80.0	400 倍	収穫 7 日前	7 回
ミルベメクチン	A ₃ :5.3 A ₄ :5.9	コロマイト乳剤	1.0	1000 倍	収穫 7 日前	2 回

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

メロン対象農薬 13 種類（全て茎葉散布）

一般名	log Pow [*]	農薬名	濃度 (%)	希釈 倍数	使用時期	使用 回数
トリフルミゾール	5.12	トリフミン水和剤	30.0	3000 倍	収穫前日	5 回
ノニルフェノールスル ホン酸銅	—	ヨネボン水和剤	40.0	500 倍	収穫前日	4 回
ベノミル	1.37	ベンレート水和剤	50.0	2000 倍	収穫前日	3 回
DBEDC	—	サンヨール乳剤	20.0	500 倍	収穫前日	4 回
ホセチル	−2.1～ −2.7	アリエッティ水和剤	80.0	800 倍	収穫前日	3 回
マラソン	2.75	マラソン乳剤	50.0	1000 倍	収穫前日	3 回
ミルベメクチン	A ₃ :5.3 A ₄ :5.9	コロマイト乳剤	1.0	1000 倍	収穫前日	2 回
ポリオキシシン複合体	B:−1.21	ポリオキシシン AL 水溶剤	50.0	1000 倍	収穫前日	5 回
シフルフェナミド	4.7	パンチョ TF 顆粒水和剤	3.4	1360 倍	収穫前日	2 回
アバメクチン	4.4	アグリメック乳剤	1.8	500 倍	収穫前日	3 回
カスガマイシン	<1.96	カスミンボルドー水和剤	5.7	1000 倍	収穫 3 日前	5 回
イミダクロプリド	0.57	アドマイヤーフロアブル	20.0	2000 倍	収穫 3 日前	3 回
有機銅	2.46	ドキリンフロアブル	35.0	500 倍	収穫 10 日前	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は、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, 資料 4 及び資料 5 を参照）

(1) 対象農作物

すいか（小玉）、メロン（ネットメロン）、いずれも施設栽培

(2) 供試農薬・処理条件・試験区

① すいか

対象農薬 25 剤を 6 グループに分けて試験を行い、6 つの試験区（A～F）を設けた。又、無処理区（G）を 1 区設けた。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2～6農薬を混用散布した（その際、各農薬の使用回数は異なるため、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「調査対象農薬」の項を参照＞

② メロン

対象農薬13剤を4グループに分けて試験を行い、4つの試験区（A～D）を設けた。又、無処理区（E）を1区設けた。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1～5農薬を混用散布した（その際、各農薬の使用回数は異なるため、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「調査対象農薬」の項を参照＞

(3) 処理方法

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の割合で5～8日間隔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作製した。フロアブルは使用前に容器をよく振ってから注射器を用いて秤量した。

(4) 試料採取・送付方法

① すいか

処理区試料は最終散布1, 3, 7日後, 3, 7, 14日後, 7, 14, 21日後又は14, 21, 28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分析場所に冷蔵宅配便にて送付した。（無処理区G, 処理区D試料については、残留農薬研究所で作製した均一化試料の一部を取り分け、ポリオキシン分析用試料として冷凍宅配便にて日本エコテック株式会社へ送付した。）

試料採取条件

採取部位：果実、重量・個数：5 kg以上かつ 5個以上（無処理区は15個以上）

② メロン

処理区試料は最終散布 1, 3, 7 日後, 3, 7, 14 日後又は 10, 13, 17 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分析場所に冷蔵宅配便にて送付した。(無処理区 E, 処理区 B 試料については, 化学分析コンサルタントで作製した均一化試料の一部を取り分け, ポリオキシシン分析用試料として冷凍宅配便にて日本エコテック株式会社へ送付した。)

試料採取条件

採取部位: 果実, 重量・個数: 5 kg 以上かつ 5 個以上 (無処理区は 10 個以上)

2. 残留分析 (残留分析の詳細は, すいか: 資料 2-1~資料 2-6, メロン: 資料 3-1~資料 3-4を参照)

(1) 残留分析

a) 分析対象物質

a-1) すいか

イミノクタジン, シハロトリン, ジフェノコナゾール, トラロメトリン (トラロメトリン及びデルタメトリンの含量), シペルメトリン, エマメクチン安息香酸塩 (8,9-Z 異性体, アミノ体, N-ホルミルアミノ体, N-メチルホルミルアミノ体を含む), フェンピロキシメート (フェンピロキシメート E 体及びフェンピロキシメート Z 体の含量), カスガマイシン, DBEDC, マラソン, ジチアノン, 有機銅, ビフェナゼート (ビフェナゼート及び代謝物), フルベンジアミド, チアクロプリド, アバメクチン (8,9-Z-アベルメクチン B1a を含む), TPN, キノキサリン系, フルバリネート, ポリオキシシン複合体 (ポリオキシシン B を標準物質として), クロルフルアズロン, キャプタン, ジフルベンズロン, マンゼブ (エチレンビスジチオカルバミン酸ジメチル, エチレンチオウレア), ミルベメクチン (ミルベメクチン A3 及びミルベメクチン A4 の含量)

a-2) メロン

トリフルミゾール (代謝物を含む), ノニルフェノールスルホン酸銅, ベノミル (カルベンダジムとして), DBEDC, ホセチル (亜リン酸を含む), マラソン, ミルベメクチン (ミルベメクチン A3 及びミルベメクチン A4 の含量), ポリオキシシン複合体 (ポリオキシシン B を標準物質として), シフルフェナミド, アバメクチン (8,9-Z-アベルメクチン B1a を含む), カスガマイシン, イミダクロプリド, 有機銅

b) 試料調製

b-1) すいか

無処理区 G は、試料の写真撮影及び重量測定を実施した後、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、イミノクタジン酢酸塩、トラロメトリン、ジチアノン、有機銅、TPN、キノキサリン系、キャプタン、マンゼブ及びエチレンチオウレア分析用試料とし、適切な大きさに細切した。イミノクタジン酢酸塩分析用試料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。トラロメトリン、TPN、キノキサリン系、キャプタン分析用試料については 10%リン酸を加えてミキサーで均一化した。ジチアノン分析用試料については 4 mol/L 塩酸を加えてミキサーで均一化した。有機銅分析用試料については 6 mol/L 塩酸を加えてミキサーで均一化した。マンゼブ分析用試料についてはシステイン-エチレンジアミン四酢酸溶液を加えてミキサーで均一化した。エチレンチオウレア (マンゼブ代謝物) 分析用試料についてはシステイン-塩酸塩を加えてミキサーで均一化した。各調製試料は 2 組以上作製し、それぞれ密封して冷凍保存 (−20℃ 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, C, D, E, F は均一化の際に添加剤が必要な分析対象物質が含まれるため、無処理区 G と同様に各々を縦に 8 分割し、調製試料を作製した。処理区 B は添加剤が不要のため、各々を縦に 4 分割し、果肉と果実の調製試料を作製した。そして、3 圃場とも果実表面には散布溶液が付着した痕跡が残っていたことから、すいか試料の前処理及び均一化作業は、果実表面を触れた手で果肉を触らないよう慎重に実施した。

b-2) メロン

無処理区 E は、試料の写真撮影及び重量測定を実施した後、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、有機銅分析用試料とし、適切な大きさに細切した。細切試料の一部を取り、6 mol/L 塩酸を加えてミキサーで均一化した。各調製試料は 2 組以上作製し、それぞれ密封して冷凍保存 (−20℃ 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, B, C は均一化の際に添加剤が不要のため、各々を縦に 4 分割し、果肉と果実の調製試料を作製した。処理区 D は有機銅のみの散布であるが均一化の際に添加剤が必要なため、無処理区 E と同様に各々を縦に 8 分割して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等で精製した後、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

各農薬における定量限界を以下に示す。

- ・デルタメトリン及びトラロメトリン（含量として 0.01 mg/kg：デルタメトリンとして 0.007 mg/kg, トラロメトリン 0.01 mg/kg）
- ・エマメクチン安息香酸塩（各 0.002 mg/kg）
- ・フェンピロキシメート（*E* 体, *Z* 体 各 0.005 mg/kg）
- ・DBEDC（0.5 mg/kg）
- ・ビフェナゼート（各 0.01 mg/kg）
- ・アバメクチン（各 0.005 mg/kg）
- ・ポリオキシシン B（0.1 mg/kg）
- ・マンゼブ（二硫化炭素として 0.005 mg/kg, エチレンチオウレア 0.01 mg/kg）
- ・ミルベメクチン（各 0.005 mg/kg）
- ・トリフルミゾール（各 0.004 mg/kg）
- ・ベノミル（0.01 mg/kg：カルベンダジムとして 0.006 mg/kg）
- ・ホセチル（各 0.2 mg/kg）
- ・上記以外の農薬 0.01 mg/kg

e) 添加回収

DBEDC, ポリオキシシン, ホセチルを除く農薬は、果実、果肉試料とも 3 濃度（定量限界相当, 0.25, 5 mg/kg）を各 5 連で実施した。定量限界相当は 0.01 mg/kg とし、代謝物がある場合は含量として 0.01 mg/kg とした。DBEDC は 0.5, 2.5, 50 mg/kg, ポリオキシシンは 0.1, 1 mg/kg, ホセチル, 亜リン酸は各 0.2, 1, 20 mg/kg で実施した。尚、実残留濃度が添加回収濃度を超えた場合は、実残留濃度相当の添加回収実験を追加実施した。

(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°C 以下）に保存した。一定期間保存した後、同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。果実，果肉試料とも各圃場について 2 連で実施した。

[結果]

1. 圃場試験結果

すいか及びメロンの圃場情報を表 1 に示す。両作物は 3 圃場とも施設栽培で実施した。

すいかの 1 個当たりの果実平均重量は 1.49～1.92 kg/個，試験期間中の平均気温は 25.6～28.7℃，1 回当たりの散布量は 200～289 L の範囲であった。果実に対する果皮の割合は 21～27%，果皮の厚さは 4.4～5.3 mm であり，果実表面は滑らかな形状であった。栽培形態は，茨城及び宮崎圃場は果実が葉で覆われる地ばい栽培，高知圃場は果実を紐で吊り下げた状態で栽培する立体栽培で実施した（資料 3 参照）。すいかは，対象農薬 25 剤を 6 グループに分けて試験を実施したため，試験区や経過日数（PHI）の違いによって果実平均重量に違いが見られた（資料 2 参照）。具体的には，茨城試料は試験区の違いによる重量差は小さかったが，PHI に伴って平均重量が増大する傾向が見られた。高知試料は平均重量の増大は小さかったが，栽培期間中に果実の裂果が多く見られた。これはすいかの生育が比較的早く，最短 PHI の試料を採取する前に果実が肥大化し，成熟期の降雨量が多かったことが要因と考えられた。宮崎試料についても同様に降雨による影響を受け，一部の試料で裂果が発生したが，果実平均重量は他の 2 圃場に比べて小さかった。尚，小玉すいかの裂果を防止する為には，成熟期の水分補給を抑制する必要があるが，降雨量が多い場合には土壤水分の制御が難しいことが経験的に知られている。

高知圃場のすいか試料においては，試料が分析機関に到着した際，一部の試験区の果実が裂果していたが，果汁の漏出等は認められなかったため，全ての試料を用いて試験を進めた。又，高知 E-3 区（28 日後）試料を採取する際，果実の裂果により規定の 5 個を採取できず，3 個しか採取できなかった（3 個の総重量は 5.9 kg）。そして，高知圃場の一部のすいか試料では，同一試験区の試料内での個体間の生育度の違いも見受けられた。茨城及び宮崎試料では，到着した試料に裂果や個体間差は見受けられなかった。

メロンの 1 個当たりの果実平均重量は 1.73～1.80 kg/個，試験期間中の平均気温は 27.3～30.9℃，1 回当たりの散布量は 250～281 L の範囲であった。果実に対する果皮の割合は 15 又は 16%，果皮の厚さは 1.3～1.7 mm であった。供試したメロンの果実表面には，いずれも網の目状のネットがあり，高知試料が他の 2 圃場に比べて細かくなっていた。栽培形態は，3 圃場とも立体栽培で実施（資料 3 参照）した。高知圃場は果実表面のネットが形成された状態から散布を開始し，散布期間中に果実の肥大はほとんど観察されなかった。一方，茨城及び宮崎圃場はネットが形成される前から散布が始まり，散布期間中にネットの形成や果実の肥大が見られた。尚，3 圃場とも採取した試料は，試験区や PHI の違いによって果実重量に差は見られなかった。

高知の一部のすいか試料で果実の裂果が見られたが，両作物とも混用散布による薬害や病害等は無く，圃場試験は概ね計画通りに完了した。

表 1. 圃場情報

圃場	品種	栽培期間 ^a	散布量 (L/10 a)	果実重量 (kg) ^b	果肉果皮 重量比 ^b	果皮厚さ (mm) ^b	平均気温 (°C) ^c
すいか							
茨城	ひとりじめ HM	2016/4/28-8/22	200-289	1.83	74:26	5.3	27.4
高知	ひとりじめ HM	2016/7/26-10/31	221-279	1.92	79:21	4.4	25.6
宮崎	ひとりじめ HM	2016/4/30-8/3	252	1.49	74:27	4.5	28.7
メロン							
茨城	ソナタ夏系 2 号	2016/5/16-8/29	250-281	1.77	85:15	1.3	27.3
高知	ソナタ 208	2016/6/30-10/10	281	1.73	85:15	1.5	27.7
宮崎	アールセイヌ夏Ⅲ	2016/5/6-8/15	253, 271	1.80	84:16	1.7	30.9

^a 播種日～最終採取日 ^b 総平均値 ^c 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 イミノクタジン酢酸塩

ポリベリン水和剤（有効成分含有率 5.0%）の 1000 倍希釈液 228～289 L/10 a を 6～8 日間隔で 4 回茎葉散布（交配期～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中のイミノクタジン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、全ての試料において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、試験期間を通して茨城試料で 0.01 又は 0.02 mg/kg, 高知試料で 0.02 又は 0.03 mg/kg, 宮崎試料では定量限界未満～0.02 mg/kg の範囲で検出された。

イミノクタジンは、グアニジン塩酸塩を加えて均一化した試料を 2 mol/L 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、保存安定性確認の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

イミノクタジン試験法（厚生労働省）は、グアニジン塩酸塩及びトリエチルアミン溶液を加えて均一化した後、*n*-ブタノール及び *n*-ヘキサン の混液で抽出するが、グアニジン塩酸塩を加えて均一化した後、2 mol/L 水酸化ナトリウム含有メタノール溶液で抽出する方法に変更した。尚、平成 24 年度の本事業のすいかの分析においても同様の抽出条件で実施済みである。

残留濃度（イミノクタジン酢酸塩）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.0% 水和剤	1000倍	4	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
高知	5.0% 水和剤	1000倍	4	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	5.0% 水和剤	1000倍	4	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.0% 水和剤	1000倍	4	1	0.02	0.02	0.02
				3	0.02	0.01	0.02
				7	0.01	0.01	0.01
高知	5.0% 水和剤	1000倍	4	1	0.02	0.02	0.02
				3	0.03	0.03	0.03
				7	0.03	0.02	0.02
宮崎	5.0% 水和剤	1000倍	4	1	0.02	0.02	0.02
				3	0.01	0.01	0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	イミノクタジン	0.01	5	87, 84, 84, 72, 70	79	10
		0.25	5	83, 82, 82, 80, 76	81	3
		5	5	109, 100, 95, 93, 93	98	7
果実	イミノクタジン	0.01	5	95, 92, 90, 87, 75	88	9
		0.25	5	83, 81, 79, 79, 78	80	3
		5	5	106, 94, 92, 92, 88	94	7

*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	イミノクタジン	茨城	0.1	77
		高知	0.1	71
果実	イミノクタジン	茨城	0.1	72
		高知	0.1	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

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	イミノクタジン	茨城	0.5	2	155 (2016/8/9-2017/1/11)	98
		高知	0.5	2	98 (2016/10/5-2017/1/11)	85
		宮崎	0.5	2	173 (2016/7/22-2017/1/11)	98
果実	イミノクタジン	茨城	0.5	2	155 (2016/8/9-2017/1/11)	92
		高知	0.5	2	98 (2016/10/5-2017/1/11)	83
		宮崎	0.5	2	173 (2016/7/22-2017/1/11)	88

② シハロトリン

サイハロン乳剤（有効成分含有率 5.0%）の 2500 倍希釈液 252～289 L/10 a を 1 回茎葉散布（収穫期）した。試料は，散布 1，3，7 日後に採取した。果肉及び果実試料中のシハロトリンの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のシハロトリンは，全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中のシハロトリン平均残留濃度は，高知の処理 3 日後及び宮崎の処理 1 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。

シハロトリンは，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，保存安定性確認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（シハロトリン）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.0% 乳剤	2500倍	1	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
高知	5.0% 乳剤	2500倍	1	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	5.0% 乳剤	2500倍	1	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.0% 乳剤	2500倍	1	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
高知	5.0% 乳剤	2500倍	1	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	0.01	<0.01	0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	5.0% 乳剤	2500倍	1	1	0.01	<0.01	0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	シハロトリン	0.01	5	110, 109, 107, 104, 94	105	6
		0.25	5	104, 102, 101, 101, 85	99	8
		5	5	110, 108, 101, 100, 99	104	5
果実	シハロトリン	0.01	5	114, 111, 91, 79, 74	94	19
		0.25	5	102, 102, 97, 96, 81	96	9
		5	5	106, 96, 93, 92, 82	94	9

*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	シハロトリン	茨城	0.1	89
		高知	0.1	114, 95
		宮崎	0.1	87
果実	シハロトリン	茨城	0.1	91
		高知	0.1	115, 92
		宮崎	0.1	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

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	シハロトリン	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	98
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	104
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	109
果実	シハロトリン	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	106
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	108
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	100

③ ジフェノコナゾール

スコア顆粒水和剤（有効成分含有率 10.0%）の 2000 倍希釈液 247～289 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 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中のジフェノコナゾールの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のジフェノコナゾールは、全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中のジフェノコナゾール平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で 0.02 又は 0.04 mg/kg, 高知試料で 0.06 mg/kg, 宮崎試料では 0.02 又は 0.04 mg/kg 検出された。

ジフェノコナゾールは、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、保存安定性確認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（ジフェノコナゾール）

果肉

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

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	10.0% 顆粒水和剤	2000倍	3	1	0.04	0.04	0.04
				3	0.02	0.02	0.02
				7	0.02	0.02	0.02
高知	10.0% 顆粒水和剤	2000倍	3	1	0.06	0.06	0.06
				3	0.06	0.06	0.06
				7	0.06	0.06	0.06
宮崎	10.0% 顆粒水和剤	2000倍	3	1	0.04	0.04	0.04
				3	0.02	0.02	0.02
				7	0.02	0.02	0.02

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	ジフェノコナゾール	0.01	5	97, 96, 95, 93, 93	95	2
		0.25	5	101, 100, 97, 94, 91	97	4
		5	5	105, 96, 96, 95, 94	97	5
果実	ジフェノコナゾール	0.01	5	95, 91, 90, 90, 89	91	3
		0.25	5	100, 97, 97, 92, 89	95	5
		5	5	102, 100, 99, 95, 91	97	5

*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	ジフェノコナゾール	茨城	0.1	92
		高知	0.1	90, 86
		宮崎	0.1	96
果実	ジフェノコナゾール	茨城	0.1	92
		高知	0.1	91, 90
		宮崎	0.1	85

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	ジフェノコナゾール	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	91
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	92
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	92
果実	ジフェノコナゾール	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	88
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	91
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	88

④ 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 2000 倍希釈液 200～289 L/10 a を 6～8 日間隔で 5 回茎葉散布（茎葉伸長期～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中のトラロメトリン及びデルタメトリンの含量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の含量値は、全ての試料において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含量値は、茨城及び宮崎試料は全ての試料において定量限界未満であった。高知試料は処理 1 日後に 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。

トラロメトリン及びデルタメトリンは、リン酸を加えて均一化した試料をアセトンで抽出し、グラファイトカーボン／NH₂ 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。

妥当性確認、精度管理、保存安定性確認の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。尚、トラロメトリンは、ガスクロマトグラフの注入口でデルタメトリンに変換されるので、デルタメトリンを標準品として、デルタメトリン及びトラロメトリンの和として分析値を算出した。当該試験においては、有効成分トラロメトリンのみを添加した回収試料を併行分析して内部精度を管理した。

残留濃度（トラロメトリン）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.4% フロアブル	2000倍	5	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
高知	1.4% フロアブル	2000倍	5	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	1.4% フロアブル	2000倍	5	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.4% フロアブル	2000倍	5	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
高知	1.4% フロアブル	2000倍	5	1	0.01	0.01	0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	1.4% フロアブル	2000倍	5	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	トラロメリン	0.01	5	88, 86, 84, 81, 80	84	4
		0.25	5	102, 99, 99, 98, 98	99	2
		5	5	92, 92, 92, 91, 91	92	1
	デルタメリン	0.007	5	90, 89, 89, 88, 88	89	1
		0.25	5	108, 107, 106, 105, 105	106	1
		5	5	101, 101, 99, 96, 94	98	3
果実	トラロメリン	0.01	5	89, 86, 86, 85, 85	86	2
		0.25	5	99, 99, 99, 99, 98	99	0
		5	5	97, 97, 96, 96, 96	96	1
	デルタメリン	0.007	5	103, 102, 100, 99, 91	99	5
		0.25	5	107, 105, 105, 101, 100	104	3
		5	5	100, 99, 96, 95, 94	97	3

*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	トラロメリン	茨城	0.1	106
		高知	0.1	111, 107
果実	トラロメリン	茨城	0.1	115
		高知	0.1	113, 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

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	トラロメリン	茨城	0.5	2	111 (2016/8/9-11/28)	94
		高知	0.5	2	54 (2016/10/5-11/28)	90
		宮崎	0.5	2	129 (2016/7/22-11/28)	95
	デルタメリン	茨城	0.5	2	111 (2016/8/9-11/28)	93
		高知	0.5	2	54 (2016/10/5-11/28)	91
		宮崎	0.5	2	129 (2016/7/22-11/28)	96
果実	トラロメリン	茨城	0.5	2	111 (2016/8/9-11/28)	96
		高知	0.5	2	54 (2016/10/5-11/28)	95
		宮崎	0.5	2	129 (2016/7/22-11/28)	98
	デルタメリン	茨城	0.5	2	111 (2016/8/9-11/28)	98
		高知	0.5	2	54 (2016/10/5-11/28)	94
		宮崎	0.5	2	129 (2016/7/22-11/28)	97

⑤ シペルメトリン

アグロスリン乳剤（有効成分含有率 6.0%）の 1000 倍希釈液 200～289 L/10 a を 6～8 日間隔で 5 回茎葉散布（茎葉伸長期～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中のシペルメトリンの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のシペルメトリンは、全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中のシペルメトリン平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で 0.03～0.06 mg/kg, 高知試料で 0.10 又は 0.12 mg/kg, 宮崎試料では 0.04～0.07 mg/kg の範囲で検出された。

シペルメトリンは、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、保存安定性確認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（シペルメトリン）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	6.0% 乳剤	1000倍	5	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
高知	6.0% 乳剤	1000倍	5	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	6.0% 乳剤	1000倍	5	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	6.0% 乳剤	1000倍	5	1	0.06	0.06	0.06
				3	0.03	0.03	0.03
				7	0.05	0.05	0.05
高知	6.0% 乳剤	1000倍	5	1	0.12	0.11	0.12
				3	0.12	0.12	0.12
				7	0.10	0.10	0.10
宮崎	6.0% 乳剤	1000倍	5	1	0.07	0.07	0.07
				3	0.04	0.04	0.04
				7	0.05	0.05	0.05

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	シペルメトリン	0.01	5	105, 102, 101, 100, 89	99	6
		0.25	5	103, 101, 101, 98, 87	98	7
		5	5	104, 103, 99, 99, 93	100	4
果実	シペルメトリン	0.01	5	108, 106, 103, 93, 91	100	8
		0.25	5	100, 98, 96, 93, 85	94	6
		5	5	108, 103, 102, 102, 96	102	4

*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	シペルメトリン	茨城	0.1	82
		高知	0.1	97, 78
		宮崎	0.1	89
果実	シペルメトリン	茨城	0.1	78
		高知	0.1	103, 77
		宮崎	0.1	81

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	シペルメトリン	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	94
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	90
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	90
果実	シペルメトリン	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	91
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	93
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	90

⑥ エマメクチン安息香酸塩

アフーム乳剤（有効成分含有率 1.0%）の 1000 倍希釈液 242～283 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、散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中の残留濃度調査結果（含量値, エマメクチン安息香酸塩, 8,9-Z 異性体, アミノ体, *N*-ホルミルアミノ体, *N*-メチルホルミルアミノ体）を次表に示す。

果肉試料中の含量値は、全ての試料において定量限界未満であった。又、エマメクチン安息香酸塩, 8,9-Z 異性体, アミノ体, *N*-ホルミルアミノ体, *N*-メチルホルミルアミノ体についても全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中の含量値は、試験期間を通して茨城、高知及び宮崎試料において 0.01 mg/kg 検出された。

エマメクチン安息香酸塩平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で 0.002～0.006 mg/kg, 高知試料で 0.002 又は 0.004 mg/kg, 宮崎試料で 0.003 又は 0.004 mg/kg の範囲で検出された。8,9-Z 異性体, アミノ体, *N*-ホルミルアミノ体, *N*-メチルホルミルアミノ体は、全ての試料において定量限界未満であった。

エマメクチン安息香酸塩, 8,9-Z 異性体, アミノ体, *N*-ホルミルアミノ体及び *N*-メチルホルミルアミノ体は、試料をメタノールで抽出し、陰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/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 0.002 mg/kg とした。尚、妥当性確認, 精度管理, 保存安定性確認の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

エマメクチン安息香酸塩試験法（厚生労働省）の抽出溶媒はアセトンであるが、登録申請用の作物残留試験ではメタノールで抽出していたため、メタノール抽出で実施した。

残留濃度（エマメクチン安息香酸塩）

果肉

含量値

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01
高知	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01

残留濃度：エマメクチン、8,9-Z異性体、アミノ体、N-ホルミルアミノ体、及びN-メチルホルミルアミノ体のエマメクチン換算の含量値

エマメクチン安息香酸塩

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
高知	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002

8,9-Z 異性体

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
高知	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002

*エマメクチン安息香酸塩換算値

アミノ体

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
高知	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002

*イマメクチン安息香酸塩換算値

N-ホルミルアミノ体

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
高知	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002

*イマメクチン安息香酸塩換算値

N-メチルホルミルアミノ体

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
高知	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002

*イマメクチン安息香酸塩換算値

果実

含量値

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	0.01
				3	0.01
				7	0.01
高知	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	0.01
				3	0.01
				7	0.01
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	0.01
				3	0.01
				7	0.01

残留濃度：エマメクチン，8,9-Z異性体，アミノ体，N-ホルミルアミノ体，及びN-メチルホルミルアミノ体のエマメクチン換算の含量値

エマメクチン安息香酸塩

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	0.006	0.006	0.006
				3	0.003	0.003	0.003
				7	0.002	0.002	0.002
高知	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	0.004	0.004	0.004
				3	0.004	0.003	0.004
				7	0.003	0.002	0.002
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	0.004	0.004	0.004
				3	0.003	0.003	0.003
				7	0.003	0.003	0.003

8,9-Z 異性体

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
高知	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002

*エマメクチン安息香酸塩換算値

アミノ体

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
高知	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002

*イマメクチン安息香酸塩換算値

N-ホルミルアミノ体

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
高知	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002

*イマメクチン安息香酸塩換算値

N-メチルホルミルアミノ体

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
高知	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	3	1	<0.002	<0.002	<0.002
				3	<0.002	<0.002	<0.002
				7	<0.002	<0.002	<0.002

*イマメクチン安息香酸塩換算値

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	エマメクチン安息香酸塩	0.002	5	97, 90, 88, 85, 84	89	6
		0.25	5	102, 98, 96, 96, 95	97	3
		5	5	109, 107, 103, 100, 99	104	4
	8,9- α 異性体安息香酸塩	0.002	5	97, 93, 92, 90, 90	92	3
		0.25	5	96, 95, 94, 93, 87	93	4
		5	5	101, 99, 97, 96, 95	98	2
	アミノ体	0.002	5	82, 79, 78, 76, 68	77	7
		0.25	5	94, 88, 84, 82, 81	86	6
		5	5	97, 95, 95, 90, 89	93	4
	N-ホルミルアミノ体	0.002	5	106, 104, 102, 83, 79	95	13
		0.25	5	103, 94, 90, 85, 82	91	9
		5	5	98, 96, 87, 85, 82	90	8
	N-メチルホルミルアミノ体	0.002	5	111, 109, 107, 101, 99	105	5
		0.25	5	106, 99, 99, 98, 96	100	4
		5	5	103, 102, 102, 102, 100	102	1
果実	エマメクチン安息香酸塩	0.002	5	97, 88, 87, 85, 85	88	6
		0.25	5	101, 100, 99, 96, 95	98	3
		5	5	103, 102, 102, 100, 98	101	2
	8,9- α 異性体安息香酸塩	0.002	5	99, 94, 93, 93, 82	92	7
		0.25	5	101, 97, 97, 95, 94	97	3
		5	5	101, 101, 98, 97, 95	98	3
	アミノ体	0.002	5	86, 82, 81, 74, 73	79	7
		0.25	5	88, 85, 85, 79, 76	83	6
		5	5	91, 89, 88, 86, 83	87	3
	N-ホルミルアミノ体	0.002	5	117, 107, 105, 101, 89	104	10
		0.25	5	106, 98, 93, 92, 89	96	7
		5	5	110, 96, 95, 92, 91	97	8
	N-メチルホルミルアミノ体	0.002	5	107, 102, 100, 96, 84	98	9
		0.25	5	107, 106, 105, 104, 101	105	2
		5	5	106, 103, 102, 99, 94	101	4

*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	エマメクチン安息香酸塩	茨城	0.02	96
		高知	0.02	94
		宮崎	0.02	83
	8,9- γ 異性体安息香酸塩	茨城	0.02	105
		高知	0.02	93
		宮崎	0.02	100
	アミノ体	茨城	0.02	75
		高知	0.02	85
		宮崎	0.02	98
	N-ホルミルアミノ体	茨城	0.02	105
		高知	0.02	107
		宮崎	0.02	108
	N-メチルホルミルアミノ体	茨城	0.02	109
		高知	0.02	97
		宮崎	0.02	87
果実	エマメクチン安息香酸塩	茨城	0.02	102
		高知	0.02	95
		宮崎	0.02	110
	8,9- γ 異性体安息香酸塩	茨城	0.02	110
		高知	0.02	90
		宮崎	0.02	109
	アミノ体	茨城	0.02	84
		高知	0.02	93
		宮崎	0.02	105
	N-ホルミルアミノ体	茨城	0.02	93
		高知	0.02	79
		宮崎	0.02	112
	N-メチルホルミルアミノ体	茨城	0.02	104
		高知	0.02	93
		宮崎	0.02	103

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	エマメクチン安息香酸塩	茨城	0.5	2	119 (2016/8/9-12/6)	100
		高知	0.5	2	62 (2016/10/5-12/6)	94
		宮崎	0.5	2	136 (2016/7/22-12/5)	100
	8,9- α 異性体安息香酸塩	茨城	0.5	2	119 (2016/8/9-12/6)	80
		高知	0.5	2	62 (2016/10/5-12/6)	77
		宮崎	0.5	2	136 (2016/7/22-12/5)	84
	アミノ体	茨城	0.5	2	119 (2016/8/9-12/6)	84
		高知	0.5	2	62 (2016/10/5-12/6)	84
		宮崎	0.5	2	136 (2016/7/22-12/5)	84
	N-ホルミルアミノ体	茨城	0.5	2	119 (2016/8/9-12/6)	94
		高知	0.5	2	62 (2016/10/5-12/6)	92
		宮崎	0.5	2	136 (2016/7/22-12/5)	98
	N-メチルホルミルアミノ体	茨城	0.5	2	119 (2016/8/9-12/6)	94
		高知	0.5	2	62 (2016/10/5-12/6)	96
		宮崎	0.5	2	136 (2016/7/22-12/5)	94
果実	エマメクチン安息香酸塩	茨城	0.5	2	119 (2016/8/9-12/6)	99
		高知	0.5	2	62 (2016/10/5-12/6)	98
		宮崎	0.5	2	136 (2016/7/22-12/5)	106
	8,9- α 異性体安息香酸塩	茨城	0.5	2	119 (2016/8/9-12/6)	78
		高知	0.5	2	62 (2016/10/5-12/6)	78
		宮崎	0.5	2	136 (2016/7/22-12/5)	90
	アミノ体	茨城	0.5	2	119 (2016/8/9-12/6)	94
		高知	0.5	2	62 (2016/10/5-12/6)	94
		宮崎	0.5	2	136 (2016/7/22-12/5)	88
	N-ホルミルアミノ体	茨城	0.5	2	119 (2016/8/9-12/6)	84
		高知	0.5	2	62 (2016/10/5-12/6)	93
		宮崎	0.5	2	136 (2016/7/22-12/5)	97
	N-メチルホルミルアミノ体	茨城	0.5	2	119 (2016/8/9-12/6)	98
		高知	0.5	2	62 (2016/10/5-12/6)	100
		宮崎	0.5	2	136 (2016/7/22-12/5)	98

⑦ フェンピロキシメート

ダニトロンフロアブル（有効成分含有率 5.0%）の 1000 倍希釈液 242～283 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 1，3，7 日後に採取した。果肉及び果実試料中の残留濃度調査結果（含量値，フェンピロキシメート *E* 体及びフェンピロキシメート *Z* 体）を次表に示す。

果肉試料中のフェンピロキシメート *E* 体，フェンピロキシメート *Z* 体及びその含量値は，全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中のフェンピロキシメート *E* 体及びフェンピロキシメート *Z* 体の含量値は，試験期間を通して茨城試料で 0.03 又は 0.05 mg/kg，高知試料で 0.04 又は 0.05 mg/kg，宮崎試料で 0.04 mg/kg 検出された。フェンピロキシメート *E* 体平均残留濃度は，試験期間を通して茨城試料で 0.028 又は 0.044 mg/kg，高知試料で 0.036～0.042 mg/kg，宮崎試料で 0.034～0.038 mg/kg の範囲で検出された。フェンピロキシメート *Z* 体平均残留濃度は，茨城及び宮崎試料は全ての試料において定量限界未満であった。高知試料においては，処理 1 日後は定量限界未満であったが 3 日後以降に 0.006 mg/kg 検出された。

フェンピロキシメート *E* 体及びフェンピロキシメート *Z* 体は，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。各分析対象物質の定量限界は，果肉，果実とも 0.005 mg/kg とした。尚，妥当性確認，精度管理，保存安定性確認の結果はいずれも良好であり，問題は認められなかった。尚，現在のフェンピロキシメートの残留農薬基準の評価対象は，当該農薬の有効成分であるフェンピロキシメート *E* 体のみである¹⁾。

残留濃度（フェンピロキシメート）

果肉

フェンピロキシメート *E* 体及びフェンピロキシメート *Z* 体の含量値

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01
高知	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01
宮崎	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01

残留濃度：フェンピロキシメート *E* 体及びフェンピロキシメート *Z* 体の含量値

フェンピロキシメート *E* 体

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
高知	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
宮崎	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005

フェンピロキシメート *Z* 体

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
高知	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
宮崎	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005

果実

フェンピロキシメート E 体及びフェンピロキシメート Z 体の含量値

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	0.05
				3	0.03
				7	0.03
高知	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	0.05
				3	0.04
				7	0.05
宮崎	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	0.04
				3	0.04
				7	0.04

残留濃度：フェンピロキシメート E 体及びフェンピロキシメート Z 体の含量値

フェンピロキシメート E 体

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	0.044	0.044	0.044
				3	0.029	0.026	0.028
				7	0.028	0.027	0.028
高知	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	0.043	0.040	0.042
				3	0.036	0.035	0.036
				7	0.041	0.039	0.040
宮崎	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	0.038	0.037	0.038
				3	0.035	0.035	0.035
				7	0.035	0.032	0.034

フェンピロキシメート Z 体

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
高知	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	0.006	0.006	0.006
				7	0.006	0.006	0.006
宮崎	5.0% フロアブル	1000倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	フェニロキシメートE体	0.005	5	109, 103, 99, 96, 96	101	5
		0.25	5	97, 96, 95, 95, 94	95	1
		5	5	94, 94, 90, 89, 87	91	3
	フェニロキシメートZ体	0.005	5	88, 85, 85, 83, 83	85	2
		0.25	5	91, 90, 89, 87, 86	89	2
		5	5	92, 89, 89, 84, 82	87	5
果実	フェニロキシメートE体	0.005	5	113, 101, 100, 96, 94	101	7
		0.25	5	110, 109, 108, 106, 104	107	2
		5	5	91, 91, 90, 87, 86	89	3
	フェニロキシメートZ体	0.005	5	88, 87, 86, 83, 78	84	5
		0.25	5	86, 78, 74, 73, 72	77	7
		5	5	91, 91, 89, 86, 83	88	4

*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	フェニロキシメートE体	茨城	0.05	90
		高知	0.05	93, 84
		宮崎	0.05	92
	フェニロキシメートZ体	茨城	0.05	89
		高知	0.05	99, 77
		宮崎	0.05	89
果実	フェニロキシメートE体	茨城	0.05	85
		高知	0.05	97, 83
		宮崎	0.05	85
	フェニロキシメートZ体	茨城	0.05	86
		高知	0.05	104, 80
		宮崎	0.05	86

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	フェニロキシメートE体	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	90
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	88
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	91
	フェニロキシメートZ体	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	85
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	81
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	86
果実	フェニロキシメートE体	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	94
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	91
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	88
	フェニロキシメートZ体	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	87
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	85
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	84

⑧ カスガマイシン

カスミンボルドー水和剤（有効成分含有率 5.7%）の 1000 倍希釈液 203～283 L/10 a を 6～8 日間隔で 5 回茎葉散布（茎葉伸長期～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中のカスガマイシンの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のカスガマイシン平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で 0.07 mg/kg, 高知試料で 0.10～0.13 mg/kg, 宮崎試料では 0.14 又は 0.15 mg/kg の範囲で検出された。

果実試料中のカスガマイシン平均残留濃度は、果肉試料と同様の残留傾向を示し、試験期間を通して茨城試料で 0.08 mg/kg, 高知試料で 0.12 又は 0.13 mg/kg, 宮崎試料で 0.14 又は 0.15 mg/kg の範囲で検出された。

カスガマイシンは、試料を水／酢酸混液で抽出し、ポリマー系ミニカラム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/MS）を用いて定量した²⁾。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、保存安定性確認の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。尚、本報告書作成時点では、厚生労働省のカスガマイシン試験法³⁾は、エタノール／2%酢酸混液で抽出し、C₁₈ ミニカラム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/MS）を用いて定量する方法として通知されている。

残留濃度（カスガマイシン）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.7% 水和剤	1000倍	5	1	0.07	0.07	0.07
				3	0.07	0.07	0.07
				7	0.07	0.07	0.07
高知	5.7% 水和剤	1000倍	5	1	0.10	0.10	0.10
				3	0.12	0.11	0.12
				7	0.13	0.13	0.13
宮崎	5.7% 水和剤	1000倍	5	1	0.15	0.14	0.14
				3	0.15	0.15	0.15
				7	0.14	0.14	0.14

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.7% 水和剤	1000倍	5	1	0.08	0.08	0.08
				3	0.08	0.07	0.08
				7	0.08	0.08	0.08
高知	5.7% 水和剤	1000倍	5	1	0.12	0.11	0.12
				3	0.13	0.13	0.13
				7	0.13	0.13	0.13
宮崎	5.7% 水和剤	1000倍	5	1	0.15	0.15	0.15
				3	0.15	0.15	0.15
				7	0.14	0.14	0.14

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	カスガマイシン	0.01	5	79, 79, 78, 77, 76	78	2
		0.25	5	82, 80, 80, 80, 78	80	2
		5	5	100, 99, 97, 96, 95	97	2
果実	カスガマイシン	0.01	5	83, 78, 77, 75, 75	78	4
		0.25	5	79, 78, 77, 77, 77	78	1
		5	5	94, 94, 93, 93, 92	93	1

*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	カスガマイシン	茨城	0.1	72
		高知	0.1	76
果実	カスガマイシン	茨城	0.1	73
		高知	0.1	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

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	カスガマイシン	茨城	0.5	2	84 (2016/8/9-11/1)	80
		高知	0.5	2	27 (2016/10/5-11/1)	81
		宮崎	0.5	2	102 (2016/7/22-11/1)	85
果実	カスガマイシン	茨城	0.5	2	84 (2016/8/9-11/1)	82
		高知	0.5	2	27 (2016/10/5-11/1)	83
		宮崎	0.5	2	102 (2016/7/22-11/1)	86

⑨ DBEDC

サンヨール乳剤（有効成分含有率 20.0%）の 500 倍希釈液 222～283 L/10 a を 6～8 日間隔で 4 回茎葉散布（交配期～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中の DBEDC の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の DBEDC は、全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中の DBEDC 平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で定量限界未満又は 0.6 mg/kg、高知試料で 0.6 mg/kg 検出され、宮崎試料は全ての試料において定量限界未満であった。

DBEDC は、試料を塩基性下、メタノールで抽出し、ジクロロメタン転溶及びグラフア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）を用いて定量した。定量限界は、果肉、果実とも 0.5 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性確認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 (DBEDC)

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	20.0% 乳剤	500倍	4	1	<0.5	<0.5	<0.5
				3	<0.5	<0.5	<0.5
				7	<0.5	<0.5	<0.5
高知	20.0% 乳剤	500倍	4	1	<0.5	<0.5	<0.5
				3	<0.5	<0.5	<0.5
				7	<0.5	<0.5	<0.5
宮崎	20.0% 乳剤	500倍	4	1	<0.5	<0.5	<0.5
				3	<0.5	<0.5	<0.5
				7	<0.5	<0.5	<0.5

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	20.0% 乳剤	500倍	4	1	0.6	0.5	0.6
				3	<0.5	<0.5	<0.5
				7	<0.5	<0.5	<0.5
高知	20.0% 乳剤	500倍	4	1	0.6	0.5	0.6
				3	0.6	0.6	0.6
				7	0.6	0.6	0.6
宮崎	20.0% 乳剤	500倍	4	1	<0.5	<0.5	<0.5
				3	<0.5	<0.5	<0.5
				7	<0.5	<0.5	<0.5

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	DBEDC	0.5	5	98, 94, 90, 85, 83	90	7
		2.5	5	88, 86, 83, 82, 81	84	3
		50	5	87, 85, 84, 82, 76	83	5
果実	DBEDC	0.5	5	94, 93, 90, 89, 88	91	3
		2.5	5	105, 105, 100, 97, 91	100	6
		50	5	100, 100, 98, 98, 95	98	2

*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	DBEDC	茨城	5	72
		宮崎	5	85
果実	DBEDC	茨城	5	98
		宮崎	5	90

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	DBEDC	茨城	10	2	98 (2016/8/9-11/15)	88
		高知	10	2	41 (2016/10/5-11/15)	86
		宮崎	10	2	116 (2016/7/22-11/15)	90
果実	DBEDC	茨城	10	2	98 (2016/8/9-11/15)	95
		高知	10	2	41 (2016/10/5-11/15)	89
		宮崎	10	2	116 (2016/7/22-11/15)	95

⑩ マラソン

マラソン乳剤（有効成分含有 50.0%）の 1000 倍希釈液 203～283 L/10 a を 6～8 日間隔で 6 回茎葉散布（茎葉伸長期～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中のマラソンの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のマラソンは、全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中のマラソン平均残留濃度は、茨城試料で 0.05 mg/kg, 宮崎試料で 0.02 mg/kg（いずれも処理 1 日後）が最大となり、以後減衰した。高知試料においては、試験期間を通して 0.01 mg/kg 検出された。

マラソンは、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、保存安定性確認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（マラソン）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	50.0% 乳剤	1000倍	6	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
高知	50.0% 乳剤	1000倍	6	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	50.0% 乳剤	1000倍	6	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	50.0% 乳剤	1000倍	6	1	0.05	0.05	0.05
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
高知	50.0% 乳剤	1000倍	6	1	0.01	0.01	0.01
				3	0.01	0.01	0.01
				7	0.01	0.01	0.01
宮崎	50.0% 乳剤	1000倍	6	1	0.02	0.02	0.02
				3	0.01	0.01	0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	マラソン	0.01	5	120, 117, 103, 102, 99	108	9
		0.25	5	94, 94, 90, 87, 85	90	5
		5	5	97, 96, 95, 94, 93	95	2
果実	マラソン	0.01	5	120, 112, 106, 101, 91	106	10
		0.25	5	88, 88, 87, 85, 81	86	3
		5	5	96, 95, 93, 93, 92	94	2

*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	マラソン	茨城	0.1	90
		高知	0.1	105, 85
		宮崎	0.1	92
果実	マラソン	茨城	0.1	93
		高知	0.1	103, 88
		宮崎	0.1	88

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	マラソン	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	83
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	78
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	89
果実	マラソン	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	83
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	82
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	82

⑪ ジチアノン

デラン T 水和剤（有効成分含有率 50.0%）の 700 倍希釈液 203～283 L/10 a を 6～8 日間隔で 5 回茎葉散布（茎葉伸長期～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中のジチアノンの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のジチアノン平均残留濃度は、茨城及び宮崎試料は全ての試料において定量限界未満であった。高知試料は処理 1 日後に 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。

果実試料中のジチアノン平均残留濃度は、茨城試料で 0.35 mg/kg、宮崎試料で 0.54 mg/kg（いずれも処理 1 日後）が最大となり、以後減衰した。高知試料は処理 7 日後に最大値 1.40 mg/kg を示した。

ジチアノンは、塩酸を加えて均一化した試料をアセトンで抽出し、ポリマー系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、保存安定性確認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（ジチアノン）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	50.0% 水和剤	700倍	5	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
高知	50.0% 水和剤	700倍	5	1	0.01	0.01	0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	50.0% 水和剤	700倍	5	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	50.0% 水和剤	700倍	5	1	0.37	0.33	0.35
				3	0.29	0.26	0.28
				7	0.29	0.29	0.29
高知	50.0% 水和剤	700倍	5	1	1.35	1.30	1.32
				3	1.05	1.01	1.03
				7	1.42	1.38	1.40
宮崎	50.0% 水和剤	700倍	5	1	0.57	0.51	0.54
				3	0.50	0.46	0.48
				7	0.34	0.33	0.34

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	ジチアノン	0.01	5	91, 86, 86, 83, 78	85	6
		0.25	5	90, 90, 88, 87, 87	88	2
		5	5	103, 98, 97, 95, 93	97	4
果実	ジチアノン	0.01	5	78, 75, 75, 72, 69	74	5
		0.25	5	88, 87, 87, 87, 86	87	1
		5	5	99, 96, 95, 95, 94	96	2

*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	ジチアノン	茨城	0.1	91
		宮崎	0.1	81
果実	ジチアノン	茨城	0.1	94
		宮崎	0.1	99

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	ジチアノン	茨城	0.5	2	104 (2016/8/9-11/21)	84
		高知	0.5	2	47 (2016/10/5-11/21)	92
		宮崎	0.5	2	122 (2016/7/22-11/21)	80
果実	ジチアノン	茨城	0.5	2	104 (2016/8/9-11/21)	98
		高知	0.5	2	47 (2016/10/5-11/21)	83
		宮崎	0.5	2	122 (2016/7/22-11/21)	94

⑫ 有機銅

ドキリンフロアブル（有効成分含有率 35.0%）の 500 倍希釈液 203～283 L/10 a を 6～8 日間隔で 5 回茎葉散布（茎葉伸長期～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中の有機銅の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の有機銅平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で定量限界未満、高知試料で 0.01 又は 0.02 mg/kg、宮崎試料で定量限界未満又は 0.01 mg/kg 検出された。

果実試料中の有機銅平均残留濃度は、茨城試料で 0.64 mg/kg（処理 1 日後）、高知試料で 1.88 mg/kg（処理 1 日後）、宮崎試料で 1.09 mg/kg（処理 3 日後）が最大となり以後減衰した。

有機銅は、塩酸を加えて均一化した試料をアセトンで抽出し、ポリマー系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、保存安定性確認の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

厚生労働省の個別試験法が無かったため、環境省告示試験法（平成 18 年 5 月 29 日廃止）に従いアセトン抽出で実施した。

残留濃度（有機銅）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	35.0% フロアブル	500倍	5	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
高知	35.0% フロアブル	500倍	5	1	0.01	0.01	0.01
				3	0.01	0.01	0.01
				7	0.02	0.02	0.02
宮崎	35.0% フロアブル	500倍	5	1	0.01	0.01	0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	0.01	0.01	0.01

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	35.0% フロアブル	500倍	5	1	0.65	0.63	0.64
				3	0.47	0.47	0.47
				7	0.44	0.43	0.44
高知	35.0% フロアブル	500倍	5	1	1.89	1.86	1.88
				3	1.59	1.59	1.59
				7	1.47	1.44	1.46
宮崎	35.0% フロアブル	500倍	5	1	0.96	0.94	0.95
				3	1.09	1.09	1.09
				7	0.59	0.59	0.59

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	有機銅	0.01	5	105, 102, 96, 96, 93	98	5
		0.25	5	93, 92, 92, 91, 91	92	1
		5	5	93, 92, 92, 91, 91	92	1
果実	有機銅	0.01	5	95, 92, 90, 89, 89	91	3
		0.25	5	93, 93, 93, 92, 92	93	1
		5	5	94, 93, 93, 93, 92	93	1

*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	有機銅	茨城	0.1	91
		高知	0.1	95
果実	有機銅	茨城	0.1	96
		高知	0.1	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

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	有機銅	茨城	0.5	2	140 (2016/8/9-12/27)	94
		高知	0.5	2	83 (2016/10/5-12/27)	82
		宮崎	0.5	2	158 (2016/7/22-12/27)	88
果実	有機銅	茨城	0.5	2	140 (2016/8/9-12/27)	94
		高知	0.5	2	83 (2016/10/5-12/27)	83
		宮崎	0.5	2	158 (2016/7/22-12/27)	90

⑬ ビフェナゼート

マイトコーネフロアブル（有効成分含有率 20.0%）の 1000 倍希釈液 252～283 L/10 a を 1 回茎葉散布（収穫期）した。試料は、散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中の残留濃度調査結果〔ビフェナゼート及び代謝物（ビフェナゼート酸化体）の含量〕を次表に示す。

果肉試料中の含量値は、全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中の含量値は、茨城試料で 0.04 mg/kg, 高知試料で 0.08 mg/kg, 宮崎試料で 0.07 mg/kg が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。

ビフェナゼート及びビフェナゼート酸化体は、試料を含水アセトニトリルで抽出し、C₁₈ ミニカラムで精製後、アスコルビン酸共存下でビフェナゼート酸化体をビフェナゼートへ変換した後、グラファイトカーボン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/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。

妥当性確認及び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。尚、試料到着後、直ちに分析したため、保存中の安定性確認は実施しなかった。又、当該試験においては、還元工程を経るビフェナゼート酸化体のみを添加した回収試料を併行分析して内部精度を管理した。

残留濃度（ビフェナゼート）

果肉

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

* ビフェナゼート及び代謝物(ビフェナゼート酸化体)の含量

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	20.0% フロアブル	1000倍	1	1	0.04	0.04	0.04
				3	0.02	0.01	0.02
				7	0.03	0.03	0.03
高知	20.0% フロアブル	1000倍	1	1	0.09	0.08	0.08
				3	0.06	0.05	0.06
				7	0.05	0.04	0.04
宮崎	20.0% フロアブル	1000倍	1	1	0.07	0.07	0.07
				3	0.05	0.04	0.04
				7	0.01	0.01	0.01

* ビフェナゼート及び代謝物(ビフェナゼート酸化体)の含量

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	ビフェナゼート	0.01	5	97, 89, 86, 80, 76	86	9
		0.25	5	98, 95, 91, 90, 87	92	5
		5	5	90, 86, 86, 83, 83	86	3
	ビフェナゼート酸化体	0.01	5	101, 99, 94, 89, 86	94	7
		0.25	5	88, 88, 88, 87, 87	88	1
		5	5	90, 86, 86, 85, 84	86	3
果実	ビフェナゼート	0.01	5	96, 94, 94, 87, 82	91	6
		0.25	5	88, 87, 86, 85, 84	86	2
		5	5	86, 83, 82, 77, 73	80	7
	ビフェナゼート酸化体	0.01	5	96, 92, 90, 83, 78	88	8
		0.25	5	87, 86, 85, 84, 80	84	3
		5	5	86, 84, 84, 83, 83	84	1

*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	ビフェナゼート酸化体	茨城	0.1	106, 106, 89
		高知	0.1	99, 92, 87
		宮崎	0.1	93, 89, 75
果実	ビフェナゼート酸化体	茨城	0.1	112, 106, 91
		高知	0.1	92, 89, 86
		宮崎	0.1	96, 93, 84

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

⑭ フルベンジアミド

フェニックス顆粒水和剤（有効成分含有率 20.0%）の 2000 倍希釈液 252～283 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 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中のフルベンジアミドの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のフルベンジアミドは、全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中のフルベンジアミド平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で 0.06～0.08 mg/kg, 高知試料で 0.12 又は 0.15 mg/kg, 宮崎試料で 0.07～0.10 mg/kg の範囲で検出された。

フルベンジアミドは、試料を含水アセトニトリルで抽出し、C₁₈ 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、保存安定性確認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（フルベンジアミド）

果肉

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

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	20.0% 顆粒水和剤	2000倍	2	1	0.08	0.07	0.08
				3	0.06	0.06	0.06
				7	0.07	0.07	0.07
高知	20.0% 顆粒水和剤	2000倍	2	1	0.15	0.15	0.15
				3	0.12	0.12	0.12
				7	0.15	0.15	0.15
宮崎	20.0% 顆粒水和剤	2000倍	2	1	0.09	0.09	0.09
				3	0.10	0.09	0.10
				7	0.07	0.07	0.07

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	フルベンジアミド	0.01	5	101, 101, 101, 101, 93	99	4
		0.25	5	105, 99, 97, 95, 93	98	5
		5	5	103, 97, 94, 91, 91	95	5
果実	フルベンジアミド	0.01	5	109, 96, 92, 92, 83	94	10
		0.25	5	96, 95, 94, 90, 87	92	4
		5	5	92, 88, 88, 87, 83	88	4

*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	フルベンジアミド	茨城	0.1	101
		宮崎	0.1	97
果実	フルベンジアミド	茨城	0.1	98
		宮崎	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	フルベンジアミド	茨城	0.5	2	98 (2016/8/9-11/15)	96
		高知	0.5	2	41 (2016/10/5-11/15)	91
		宮崎	0.5	2	116 (2016/7/22-11/15)	94
果実	フルベンジアミド	茨城	0.5	2	98 (2016/8/9-11/15)	94
		高知	0.5	2	41 (2016/10/5-11/15)	91
		宮崎	0.5	2	116 (2016/7/22-11/15)	92

⑮ チアクロプリド

バリアード顆粒水和剤（有効成分含有率 30.0%）の 2000 倍希釈液 242～283 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 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中のチアクロプリドの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のチアクロプリド平均残留濃度は、茨城試料は定量限界未満又は 0.01 mg/kg, 高知試料は 0.02 mg/kg, 宮崎試料は 0.02 mg/kg であった。

果実試料中のチアクロプリドは、試験期間を通して茨城試料で 0.08 又は 0.09 mg/kg, 高知試料で 0.14～0.21 mg/kg, 宮崎試料で 0.08 又は 0.10 mg/kg の範囲で検出された。

チアクロプリドは、試料をアセトニトリルで抽出し C₁₈ 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、保存安定性確認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（チアクロプリド）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	30.0% 顆粒水和剤	2000倍	3	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	0.01	0.01	0.01
高知	30.0% 顆粒水和剤	2000倍	3	1	0.02	0.02	0.02
				3	0.02	0.02	0.02
				7	0.02	0.02	0.02
宮崎	30.0% 顆粒水和剤	2000倍	3	1	0.02	0.02	0.02
				3	0.02	0.02	0.02
				7	0.02	0.02	0.02

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	30.0% 顆粒水和剤	2000倍	3	1	0.08	0.08	0.08
				3	0.09	0.09	0.09
				7	0.09	0.09	0.09
高知	30.0% 顆粒水和剤	2000倍	3	1	0.21	0.21	0.21
				3	0.14	0.13	0.14
				7	0.20	0.20	0.20
宮崎	30.0% 顆粒水和剤	2000倍	3	1	0.11	0.10	0.10
				3	0.11	0.10	0.10
				7	0.08	0.08	0.08

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	チアクロプリド	0.01	5	120, 107, 105, 103, 100	107	7
		0.25	5	102, 101, 96, 95, 95	98	3
		5	5	99, 99, 96, 95, 94	97	2
果実	チアクロプリド	0.01	5	96, 95, 94, 87, 87	92	5
		0.25	5	88, 88, 87, 87, 83	87	2
		5	5	90, 87, 85, 84, 84	86	3

*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	チアクロプリド	茨城	0.1	101
		宮崎	0.1	98
果実	チアクロプリド	茨城	0.1	93
		宮崎	0.1	100

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	チアクロプリド	茨城	0.5	2	98 (2016/8/9-11/15)	96
		高知	0.5	2	41 (2016/10/5-11/15)	96
		宮崎	0.5	2	116 (2016/7/22-11/15)	94
果実	チアクロプリド	茨城	0.5	2	98 (2016/8/9-11/15)	96
		高知	0.5	2	41 (2016/10/5-11/15)	94
		宮崎	0.5	2	116 (2016/7/22-11/15)	96

⑩ アバメクチン

アグリメック乳剤（有効成分含有率 1.8%）の 500 倍希釈液 242～283 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、散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中の残留濃度調査結果〔含量値, アバメクチン（アベルメクチン B1a, アベルメクチン B1b の含量）, 8,9-Z-アベルメクチン B1a〕を次表に示す。

果肉試料中の含量値は、全ての試料において定量限界未満であった。又、アバメクチン, 8,9-Z-アベルメクチン B1a についても全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中の含量値は、茨城試料で 0.02 mg/kg, 高知試料で 0.03 mg/kg, 宮崎試料で 0.02 mg/kg が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。アバメクチン平均残留濃度は、茨城試料で 0.012 mg/kg, 高知試料で 0.024 mg/kg, 宮崎試料で 0.014 mg/kg が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。8,9-Z-アベルメクチン B1a は、試験期間を通して定量限界未満であった。

アバメクチン及び 8,9-Z-アベルメクチン B1a は、試料をメタノールで抽出し、C₁₈ 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。各分析対象物質の定量限界は、果肉, 果実とも 0.005 mg/kg とした。尚、妥当性確認, 精度管理, 保存安定性確認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（アバメクチン）

含量値

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01
高知	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01
宮崎	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01

残留濃度：アバメクチン（アベルメクチンB1a、アベルメクチンB1bの含量）及び8,9-ジ-アベルメクチンB1aのアベルメクチンB1a換算の含量値

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.02
				3	0.01
				7	0.01
高知	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.03
				3	0.01
				7	0.01
宮崎	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.02
				3	0.01
				7	<0.01

残留濃度：アバメクチン（アベルメクチンB1a、アベルメクチンB1bの含量）及び8,9-ジ-アベルメクチンB1aのアベルメクチンB1a換算の含量値

アバメクチン

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
高知	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
宮崎	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005

* アベルメクチンB1a, アベルメクチンB1bの含量

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.012	0.011	0.012
				3	0.008	0.007	0.008
				7	0.005	<0.005	0.005
高知	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.024	0.024	0.024
				3	0.007	0.007	0.007
				7	0.007	0.006	0.006
宮崎	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.015	0.014	0.014
				3	0.008	0.008	0.008
				7	<0.005	<0.005	<0.005

* アベルメクチンB1a, アベルメクチンB1bの含量

8,9-Z-アベルメクチン B1a

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				3	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				7	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
高知	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				3	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				7	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
宮崎	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				3	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				7	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)

* ()内はアベルメクチンB1aに換算した値 [換算係数1.00 (アベルメクチンB1a分子量873.1 / 8,9-Z-アベルメクチンB1a分子量873.1)]

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				3	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				7	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
高知	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				3	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				7	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
宮崎	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				3	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				7	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)

* ()内はアベルメクチンB1aに換算した値 [換算係数1.00 (アベルメクチンB1a分子量873.1 / 8,9-Z-アベルメクチンB1a分子量873.1)]

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	アバメクチン	0.005	5	105, 100, 99, 97, 95	99	4
		0.25	5	95, 94, 94, 93, 92	94	1
		5	5	100, 98, 98, 97, 94	97	2
	8,9-Z-アベルメクチンB1a	0.005	5	92, 88, 87, 86, 83	87	4
		0.25	5	93, 92, 91, 90, 87	91	3
		5	5	100, 96, 96, 96, 95	97	2
果実	アバメクチン	0.005	5	97, 96, 93, 92, 91	94	3
		0.25	5	91, 91, 91, 88, 86	89	3
		5	5	96, 94, 93, 91, 91	93	2
	8,9-Z-アベルメクチンB1a	0.005	5	83, 81, 81, 78, 76	80	4
		0.25	5	88, 86, 86, 84, 83	85	2
		5	5	92, 92, 91, 91, 88	91	2

*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	アバメクチン	高知	0.05	87
		宮崎	0.05	94
	8,9-Z-アベルメクチンB1a	高知	0.05	83
		宮崎	0.05	76
果実	アバメクチン	高知	0.05	98
		宮崎	0.05	104
	8,9-Z-アベルメクチンB1a	高知	0.05	79
		宮崎	0.05	74

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	アバメクチン	茨城	0.5	2	104 (2016/8/9-11/21)	100
		高知	0.5	2	47 (2016/10/5-11/21)	100
		宮崎	0.5	2	122 (2016/7/22-11/21)	102
	8,9-Z-アベルメクチンB1a	茨城	0.5	2	104 (2016/8/9-11/21)	102
		高知	0.5	2	47 (2016/10/5-11/21)	102
		宮崎	0.5	2	122 (2016/7/22-11/21)	108
果実	アバメクチン	茨城	0.5	2	104 (2016/8/9-11/21)	104
		高知	0.5	2	47 (2016/10/5-11/21)	109
		宮崎	0.5	2	122 (2016/7/22-11/21)	106
	8,9-Z-アベルメクチンB1a	茨城	0.5	2	104 (2016/8/9-11/21)	108
		高知	0.5	2	47 (2016/10/5-11/21)	104
		宮崎	0.5	2	122 (2016/7/22-11/21)	107

⑰ TPN

ダコニール 1000 水和剤（有効成分含有率 40.0%）の 700 倍希釈液 207～289 L/10 a を 5～7 日間隔で 5 回茎葉散布（茎葉伸長期～収穫期）した。試料は、最終散布 3, 7, 14 日後に採取した。果肉及び果実試料中の TPN 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、茨城及び宮崎の全ての試料で定量限界未満、高知試料で 0.02 又は 0.03 mg/kg 検出された。

果実試料中の TPN 平均残留濃度は、茨城試料で 0.48 mg/kg（処理 3 日後）、高知試料で 1.30 mg/kg（処理 7 日後）、宮崎試料で 0.59 mg/kg（処理 7 日後）が最大となり、以後減衰した。

TPN は、リン酸を加えて均一化した試料をアセトンで抽出し、グラファイトカーボン／NH₂ 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、保存安定性確認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 (TPN)

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	40.0% 水和剤	700倍	5	3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
				14	<0.01	<0.01	<0.01
高知	40.0% 水和剤	700倍	5	3	0.03	0.03	0.03
				7	0.02	0.02	0.02
				14	0.03	0.03	0.03
宮崎	40.0% 水和剤	700倍	5	3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
				14	<0.01	<0.01	<0.01

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	40.0% 水和剤	700倍	5	3	0.49	0.47	0.48
				7	0.18	0.18	0.18
				14	0.16	0.15	0.16
高知	40.0% 水和剤	700倍	5	3	1.29	1.24	1.26
				7	1.33	1.28	1.30
				14	1.21	1.20	1.20
宮崎	40.0% 水和剤	700倍	5	3	0.54	0.50	0.52
				7	0.60	0.58	0.59
				14	0.19	0.18	0.18

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	TPN	0.01	5	98, 95, 92, 91, 89	93	4
		0.25	5	102, 101, 99, 99, 96	99	2
		5	5	99, 96, 93, 93, 90	94	4
果実	TPN	0.01	5	108, 103, 103, 101, 98	103	3
		0.25	5	97, 93, 93, 92, 92	93	2
		5	5	97, 92, 92, 90, 88	92	4

*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	TPN	高知	0.1	87, 86
		宮崎	0.1	83
果実	TPN	高知	0.1	101, 100
		宮崎	0.1	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

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	0.5	2	111 (2016/8/9-11/28)	91
		高知	0.5	2	54 (2016/10/5-11/28)	86
		宮崎	0.5	2	129 (2016/7/22-11/28)	96
果実	TPN	茨城	0.5	2	111 (2016/8/9-11/28)	97
		高知	0.5	2	54 (2016/10/5-11/28)	98
		宮崎	0.5	2	129 (2016/7/22-11/28)	96

⑱ キノキサリン系

モレスタン水和剤（有効成分含有率 25.0%）の 2000 倍希釈液 207～289 L/10 a を 5～7 日間隔で 5 回茎葉散布（茎葉伸長期～収穫期）した。試料は、最終散布 3, 7, 14 日後に採取した。果肉及び果実試料中のキノキサリン系の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のキノキサリン系は、全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中のキノキサリン系平均残留濃度は、茨城試料では全試験区定量限界未満であった。高知試料においては処理 3 日後の 0.06 mg/kg, 宮崎試料では処理 3 日後の 0.01 mg/kg が最大となり、以後減衰した。

キノキサリン系は、リン酸を加えて均一化した試料をアセトンで抽出し、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、保存安定性確認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（キノキサリン系）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	25.0% 水和剤	2000倍	5	3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
				14	<0.01	<0.01	<0.01
高知	25.0% 水和剤	2000倍	5	3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
				14	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	25.0% 水和剤	2000倍	5	3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
				14	<0.01	<0.01	<0.01

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	25.0% 水和剤	2000倍	5	3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
				14	<0.01	<0.01	<0.01
高知	25.0% 水和剤	2000倍	5	3	0.06	0.06	0.06
				7	0.03	0.03	0.03
				14	0.02	0.02	0.02
宮崎	25.0% 水和剤	2000倍	5	3	0.01	0.01	0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
				14	<0.01	<0.01	<0.01

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	キノキサリン系	0.01	5	104, 101, 98, 98, 98	100	3
		0.25	5	114, 114, 106, 105, 104	109	5
		5	5	108, 107, 106, 98, 98	103	5
果実	キノキサリン系	0.01	5	109, 108, 107, 107, 106	107	1
		0.25	5	106, 103, 100, 100, 98	101	3
		5	5	105, 103, 103, 102, 102	103	1

*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	キノキサリン系	茨城	0.1	107
		高知	0.1	99, 97
果実	キノキサリン系	茨城	0.1	111
		高知	0.1	105, 99

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	キノキサリン系	茨城	0.5	2	111 (2016/8/9-11/28)	96
		高知	0.5	2	54 (2016/10/5-11/28)	88
		宮崎	0.5	2	129 (2016/7/22-11/28)	94
果実	キノキサリン系	茨城	0.5	2	111 (2016/8/9-11/28)	94
		高知	0.5	2	54 (2016/10/5-11/28)	91
		宮崎	0.5	2	129 (2016/7/22-11/28)	93

⑬ 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 252～289 L/10 a を 5 または 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 3, 7, 14 日後に採取した。果肉及び果実試料中のフルバリネート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、全ての試料において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、試験期間を通して茨城試料で 0.03 または 0.04 mg/kg, 高知試料で 0.02 または 0.04 mg/kg, 宮崎試料で 0.01～0.03 mg/kg の範囲で検出された。

フルバリネートは、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、保存安定性確認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（フルバリネート）

果肉

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

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	20.0% 水和剤	2000倍	2	3	0.04	0.04	0.04
				7	0.03	0.03	0.03
				14	0.03	0.03	0.03
高知	20.0% 水和剤	2000倍	2	3	0.04	0.04	0.04
				7	0.03	0.02	0.02
				14	0.02	0.02	0.02
宮崎	20.0% 水和剤	2000倍	2	3	0.03	0.03	0.03
				7	0.02	0.02	0.02
				14	0.01	0.01	0.01

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	フルバリネート	0.01	5	92, 87, 84, 83, 80	85	5
		0.25	5	100, 100, 97, 94, 93	97	3
		5	5	113, 106, 105, 105, 100	106	4
果実	フルバリネート	0.01	5	95, 92, 85, 84, 80	87	7
		0.25	5	95, 93, 92, 92, 85	91	4
		5	5	110, 107, 107, 106, 96	105	5

*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	フルバリネート	茨城	0.1	102
		高知	0.1	104, 91
		宮崎	0.1	87
果実	フルバリネート	茨城	0.1	90
		高知	0.1	111, 88
		宮崎	0.1	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

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	フルバリネート	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	114
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	116
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	118
果実	フルバリネート	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	116
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	115
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	114

㊫ ポリオキシシン複合体

ポリオキシシン AL 水溶剤（有効成分含有率 50.0%）の 1000 倍希釈液 207～289 L/10 a を 5～7 日間隔で 5 回茎葉散布（茎葉伸長期～収穫期）した。試料は、最終散布 3, 7, 14 日後に採取した。果肉及び果実試料中のポリオキシシン複体の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉及び果実試料中のポリオキシシン B は、全ての試料において定量限界未満であった。

ポリオキシシン B は、試料をメタノールで抽出し、イオン交換樹脂カラム、活性炭カラム及びセルロールカラムで精製後、生物検定（ポリオキシシン B を標準品としたポリオキシシン複合体含量の力価測定）を行った。定量限界は、果肉、果実とも 0.1 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性確認の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。本試験は、登録申請用の作物残留試験の分析法に従い実施した。

残留濃度（ポリオキシン複合体）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	50.0% 水溶剤	1000倍	5	3	<0.1	<0.1	<0.1
				7	<0.1	<0.1	<0.1
				14	<0.1	<0.1	<0.1
高知	50.0% 水溶剤	1000倍	5	3	<0.1	<0.1	<0.1
				7	<0.1	<0.1	<0.1
				14	<0.1	<0.1	<0.1
宮崎	50.0% 水溶剤	1000倍	5	3	<0.1	<0.1	<0.1
				7	<0.1	<0.1	<0.1
				14	<0.1	<0.1	<0.1

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	50.0% 水溶剤	1000倍	5	3	<0.1	<0.1	<0.1
				7	<0.1	<0.1	<0.1
				14	<0.1	<0.1	<0.1
高知	50.0% 水溶剤	1000倍	5	3	<0.1	<0.1	<0.1
				7	<0.1	<0.1	<0.1
				14	<0.1	<0.1	<0.1
宮崎	50.0% 水溶剤	1000倍	5	3	<0.1	<0.1	<0.1
				7	<0.1	<0.1	<0.1
				14	<0.1	<0.1	<0.1

回収率の算出結果

分析部位	試料	分析対象物質	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 ^a (%)	平均回収率 (%)	RSD ^b (%)
果肉	市販品	ポリオキシンB	0.1	10	79, 77, 73, 73, 71	79	7
					86, 84, 83, 83, 83		
		ポリオキシンB	1	10	81, 80, 80, 77, 76	82	5
					86, 86, 86, 85, 84		
果実	市販品	ポリオキシンB	0.1	10	80, 80, 80, 80, 77	81	2
					83, 83, 82, 81, 81		
		ポリオキシンB	1	10	83, 80, 80, 78, 78	84	5
					89, 89, 88, 87, 86		

^a上段は茨城及び宮崎の実試料分析時、下段は高知の実試料分析時に併行分析して回収率を算出

^b 併行相対標準偏差

精度管理の概要

本試験においては、上記の回収実験を併行して実施した。

保存安定性の概要

分析部位	分析対象物質	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
果肉	ポリオキシンB	茨城	1	2	69 (2016/8/16-10/24)	78
		高知	1	2	23 (2016/10/19-11/11)	86
		宮崎	1	2	89 (2016/7/27-10/24)	80
果実	ポリオキシンB	茨城	1	2	69 (2016/8/16-10/24)	76
		高知	1	2	23 (2016/10/19-11/11)	82
		宮崎	1	2	89 (2016/7/27-10/24)	80

㊫ クロルフルアズロン

アタブロン乳剤（有効成分含有率 5.0%）の 2000 倍希釈液 202～279 L/10 a を 5～7 日間隔で 3 回茎葉散布（茎葉伸長期～収穫期）した。試料は、最終散布 14, 21, 28 日後に採取した。果肉及び果実試料中のクロルフルアズロンの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のクロルフルアズロンは、全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中のクロルフルアズロン平均残留濃度は、茨城試料で 0.01 mg/kg, 高知試料で 0.05 mg/kg, 宮崎試料で 0.02 mg/kg が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。

クロルフルアズロンは、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、保存安定性確認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（クロルフルアズロン）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.0% 乳剤	2000倍	3	14	<0.01	<0.01	<0.01
				21	<0.01	<0.01	<0.01
				28	<0.01	<0.01	<0.01
高知	5.0% 乳剤	2000倍	3	14	<0.01	<0.01	<0.01
				21	<0.01	<0.01	<0.01
				28	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	5.0% 乳剤	2000倍	3	14	<0.01	<0.01	<0.01
				21	<0.01	<0.01	<0.01
				28	<0.01	<0.01	<0.01

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.0% 乳剤	2000倍	3	14	0.01	<0.01	0.01
				21	<0.01	<0.01	<0.01
				28	<0.01	<0.01	<0.01
高知	5.0% 乳剤	2000倍	3	14	0.05	0.05	0.05
				21	0.03	0.03	0.03
				28	0.03	0.03	0.03
宮崎	5.0% 乳剤	2000倍	3	14	0.02	0.02	0.02
				21	0.01	0.01	0.01
				28	<0.01	<0.01	<0.01

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	クロルフルアズロン	0.01	5	86, 82, 79, 77, 76	80	5
		0.25	5	96, 95, 94, 93, 87	93	4
		5	5	97, 95, 94, 94, 90	94	3
果実	クロルフルアズロン	0.01	5	87, 82, 80, 80, 77	81	5
		0.25	5	93, 92, 89, 87, 79	88	6
		5	5	94, 93, 92, 91, 91	92	1

*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	クロルフルアズロン	茨城	0.1	88
		高知	0.1	85, 85
		宮崎	0.1	92
果実	クロルフルアズロン	茨城	0.1	93
		高知	0.1	84, 81
		宮崎	0.1	90

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	クロルフルアズロン	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	86
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	87
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	86
果実	クロルフルアズロン	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	90
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	86
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	86

㊸ キャプタン

オーソサイド水和剤 80（有効成分含有率 80.0%）の 400 倍希釈液 202～279 L/10 a を 5～8 日間隔で 5 回茎葉散布（茎葉伸長期～収穫期）した。試料は、最終散布 14, 21, 28 日後に採取した。果肉及び果実試料中のキャプタンの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のキャプタン平均残留濃度は、茨城及び宮崎試料は試験期間を通して定量限界未満、高知試料は定量限界未満又は 0.02 mg/kg 検出された。

果実試料中のキャプタン平均残留濃度は、茨城試料で 0.12 mg/kg, 高知試料で 0.97 mg/kg, 宮崎試料で 0.08 mg/kg が最大となり（いずれも処理 14 日後）以後減衰した。

キャプタンは、リン酸を加えて均一化した試料をアセトンで抽出し、ヘキサン転溶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、保存安定性確認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（キャプタン）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	80.0% 水和剤	400倍	5	14	<0.01	<0.01	<0.01
				21	<0.01	<0.01	<0.01
				28	<0.01	<0.01	<0.01
高知	80.0% 水和剤	400倍	5	14	<0.01	<0.01	<0.01
				21	0.02	0.02	0.02
				28	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	80.0% 水和剤	400倍	5	14	<0.01	<0.01	<0.01
				21	<0.01	<0.01	<0.01
				28	<0.01	<0.01	<0.01

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	80.0% 水和剤	400倍	5	14	0.13	0.12	0.12
				21	0.06	0.06	0.06
				28	0.04	0.04	0.04
高知	80.0% 水和剤	400倍	5	14	0.97	0.97	0.97
				21	0.68	0.64	0.66
				28	0.78	0.77	0.78
宮崎	80.0% 水和剤	400倍	5	14	0.09	0.08	0.08
				21	0.07	0.07	0.07
				28	0.02	0.02	0.02

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	キャプタン	0.01	5	87, 87, 85, 84, 84	85	2
		0.25	5	91, 83, 81, 81, 76	82	7
		5	5	76, 76, 73, 70, 70	73	4
果実	キャプタン	0.01	5	95, 94, 93, 93, 90	93	2
		0.25	5	87, 86, 83, 82, 81	84	3
		5	5	79, 76, 75, 72, 71	75	4

*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	キャプタン	茨城	0.1	97
		高知	0.1	105, 82
果実	キャプタン	茨城	0.1	96
		高知	0.1	97, 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

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	キャプタン	茨城	0.5	2	111 (2016/8/9-11/28)	84
		高知	0.5	2	54 (2016/10/5-11/28)	74
		宮崎	0.5	2	129 (2016/7/22-11/28)	80
果実	キャプタン	茨城	0.5	2	111 (2016/8/9-11/28)	84
		高知	0.5	2	54 (2016/10/5-11/28)	72
		宮崎	0.5	2	129 (2016/7/22-11/28)	82

㊸ 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 1000 倍希釈液 222～282 L/10 a を 5～7 日間隔で 3 回茎葉散布（交配期～収穫期）した。試料は、最終散布 7, 14, 21 日後に採取した。果肉及び果実試料中のジフルベンズロン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平均残留濃度は、茨城及び宮崎試料は全ての試料において定量限界未満であった。高知試料は処理 7 日後に 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。

果実試料中のジフルベンズロン平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で 0.09～0.12 mg/kg, 高知試料で 0.30～0.44 mg/kg, 宮崎試料では 0.07 又は 0.19 mg/kg の範囲で検出された。

ジフルベンズロンは、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、保存安定性確認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（ジフルベンズロン）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	23.5% 水和剤	1000倍	3	7	<0.01	<0.01	<0.01
				14	<0.01	<0.01	<0.01
				21	<0.01	<0.01	<0.01
高知	23.5% 水和剤	1000倍	3	7	0.01	0.01	0.01
				14	<0.01	<0.01	<0.01
				21	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	23.5% 水和剤	1000倍	3	7	<0.01	<0.01	<0.01
				14	<0.01	<0.01	<0.01
				21	<0.01	<0.01	<0.01

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	23.5% 水和剤	1000倍	3	7	0.10	0.10	0.10
				14	0.12	0.12	0.12
				21	0.09	0.09	0.09
高知	23.5% 水和剤	1000倍	3	7	0.31	0.29	0.30
				14	0.45	0.43	0.44
				21	0.35	0.34	0.34
宮崎	23.5% 水和剤	1000倍	3	7	0.19	0.19	0.19
				14	0.07	0.07	0.07
				21	0.07	0.07	0.07

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	ジフルベンズロン	0.01	5	83, 81, 77, 76, 75	78	4
		0.25	5	91, 90, 89, 87, 83	88	4
		5	5	100, 97, 95, 94, 90	95	4
果実	ジフルベンズロン	0.01	5	80, 79, 78, 76, 74	77	3
		0.25	5	87, 87, 84, 83, 74	83	6
		5	5	95, 92, 91, 89, 88	91	3

*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	ジフルベンズロン	茨城	0.1	82
		高知	0.1	99, 82
		宮崎	0.1	79
果実	ジフルベンズロン	茨城	0.1	77
		高知	0.1	92, 89
		宮崎	0.1	83

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	ジフルベンズロン	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	81
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	80
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	84
果実	ジフルベンズロン	茨城	0.5	2	126 (2016/8/9-12/13)	80
		高知	0.5	2	69 (2016/10/5-12/13)	83
		宮崎	0.5	2	144 (2016/7/22-12/13)	76

㊤ 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 202～282 L/10 a を 5～8 日間隔で 7 回茎葉散布（茎葉伸長期～収穫期）した。試料は、最終散布 7, 14, 21 日後に採取した。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、茨城試料で定量限界未満、高知試料で 0.02 又は 0.05 mg/kg、宮崎試料で定量限界未満又は 0.01 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、茨城試料で定量限界未満又は 0.02 mg/kg、高知試料で 0.02 mg/kg、宮崎試料で 0.01 又は 0.02 mg/kg の範囲で検出された。

果実試料中のマンゼブ平均残留濃度は、茨城試料で 0.51 mg/kg（処理 14 日後）、高知試料で 3.01 mg/kg（処理 7 日後）、宮崎試料で 0.95 mg/kg（処理 7 日後）が最大となり以後減衰した。エチレンチオウレア平均残留濃度は、茨城試料で 0.02 mg/kg、高知試料で 0.03～0.05 mg/kg、宮崎試料で 0.02 又は 0.03 mg/kg の範囲で検出された。

マンゼブは、システイン-EDTA 溶液を加えて均一化した試料をジクロロメタン存在下でシステイン-EDTA 溶液で抽出した。抽出液を多孔性ケイソウ土カラムに負荷し、カラムにメチル化溶液を流下してカラム内でマンゼブを EBDC（エチレンビスジチオカルバミン酸ジメチル）に変換した後、アルミナ N 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/MS）を用いて定量した（厚生労働省通知試験法準拠）。定量限界は、果肉、果実ともマンゼブ 0.01 mg/kg（二硫化炭素として 0.005 mg/kg）とした。妥当性確認及び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。尚、試料到着後、直ちに分析したため、保存中の安定性確認は実施しなかった。

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、C₁₈ ミニカラム及び多孔性ケイソウ土カラムで精製後、高速液体クロマトグラフ（HPLC-UV）を用いて定量した。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性確認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（マンゼブ）

マンゼブ

果肉

圃場	試験条件			分析部位	PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数					
茨城	80.0% 水和剤	400倍	7	果肉	7 14 21	<0.005 <0.005 <0.005	<0.005 <0.005 <0.005	<0.005 (<0.01) <0.005 (<0.01) <0.005 (<0.01)
高知	80.0% 水和剤	400倍	7	果肉	7 14 21	0.028 0.011 0.009	0.026 0.010 0.009	0.027 (0.05) 0.010 (0.02) 0.009 (0.02)
宮崎	80.0% 水和剤	400倍	7	果肉	7 14 21	0.007 <0.005 <0.005	0.006 <0.005 <0.005	0.006 (0.01) <0.005 (<0.01) <0.005 (<0.01)

* 二硫化炭素の分析値

()内はマンゼブに換算した値 [換算係数1.78 (マンゼブ分子量271.2 / マンゼブ1分子から生成する二硫化炭素2分子の分子量152.3)]

果実

圃場	試験条件			分析部位	PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数					
茨城	80.0% 水和剤	400倍	7	果実	7 14 21	0.280 0.298 0.248	0.273 0.275 0.234	0.276 (0.49) 0.286 (0.51) 0.241 (0.43)
高知	80.0% 水和剤	400倍	7	果実	7 14 21	1.70 1.27 0.390	1.68 1.27 0.384	1.69 (3.01) 1.27 (2.26) 0.387 (0.69)
宮崎	80.0% 水和剤	400倍	7	果実	7 14 21	0.541 0.183 0.170	0.522 0.176 0.167	0.532 (0.95) 0.180 (0.32) 0.168 (0.30)

* 二硫化炭素の分析値

()内はマンゼブに換算した値 [換算係数1.78 (マンゼブ分子量271.2 / マンゼブ1分子から生成する二硫化炭素2分子の分子量152.3)]

エチレンチオウレア

果肉

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

果実

圃場	試験条件			分析 部位	PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数					
茨城	80.0% 水和剤	400倍	7	果実	7 14 21	0.02 0.02 0.03	0.02 0.02 0.02	0.02 0.02 0.02
高知	80.0% 水和剤	400倍	7	果実	7 14 21	0.04 0.05 0.03	0.04 0.05 0.03	0.04 0.05 0.03
宮崎	80.0% 水和剤	400倍	7	果実	7 14 21	0.03 0.03 0.02	0.03 0.02 0.02	0.03 0.02 0.02

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	マンゼブ	0.005 ^a	5	116, 113, 109, 88, 88	103	13
		0.25 ^a	5	86, 75, 75, 72, 71	76	8
		5 ^a	5	95, 95, 92, 87, 84	91	5
	エチレンチオウレア	0.01	5	90, 88, 88, 87, 83	87	3
		0.25	5	82, 81, 79, 78, 77	79	3
		5	5	83, 83, 83, 81, 80	82	2
果実	マンゼブ	0.005 ^a	5	114, 112, 111, 94, 90	104	11
		0.25 ^a	5	106, 103, 102, 91, 90	98	8
		5 ^a	5	107, 99, 96, 91, 87	96	8
	エチレンチオウレア	0.01	5	84, 79, 78, 78, 75	79	4
		0.25	5	85, 85, 83, 83, 79	83	3
		5	5	83, 83, 83, 82, 82	83	1

^a二硫化炭素としての値

*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	マンゼブ	茨城	0.1	110, 84, 76
		高知	0.1	91, 81, 77, 71
		宮崎	0.1	94, 77, 71
	エチレンチオウレア	茨城	0.1	75, 74
果実	マンゼブ	茨城	0.1	103, 74, 72
		高知	0.1	82, 80, 74, 70
		宮崎	0.1	95, 90, 74
	エチレンチオウレア	茨城	0.1	84
		宮崎	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	エチレンチオウレア	茨城	0.5	2	111 (2016/8/9-11/28)	76
		高知	0.5	2	54 (2016/10/5-11/28)	80
		宮崎	0.5	2	129 (2016/7/22-11/28)	82
果実	エチレンチオウレア	茨城	0.5	2	108 (2016/8/9-11/25)	73
		高知	0.5	2	51 (2016/10/5-11/25)	74
		宮崎	0.5	2	126 (2016/7/22-11/25)	76

㊤ ミルベメクチン

コロマイト乳剤（有効成分含有率 1.0%）の 1000 倍希釈液 242～282 L/10 a を 5～7 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。果肉及び果実試料中の残留濃度調査結果（含量値，ミルベメクチン A₃，ミルベメクチン A₄）を次表に示す。

果肉及び果実試料中のミルベメクチン A₃，ミルベメクチン A₄ 及びその含量値は，全ての試料において定量限界未満であった。

ミルベメクチン A₃ 及びミルベメクチン A₄ は，試料をアセトンで抽出し，C₁₈ 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/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 0.005 mg/kg とした。尚，妥当性確認，精度管理，保存安定性確認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（ミルベメクチン）

含量値

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.01
				14	<0.01
				21	<0.01
高知	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.01
				14	<0.01
				21	<0.01
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.01
				14	<0.01
				21	<0.01

残留濃度:ミルベメクチンA3及びミルベメクチンA4の含量値

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.01
				14	<0.01
				21	<0.01
高知	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.01
				14	<0.01
				21	<0.01
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.01
				14	<0.01
				21	<0.01

残留濃度:ミルベメクチンA3及びミルベメクチンA4の含量値

ミルベメクチン A₃

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.005	<0.005	<0.005
				14	<0.005	<0.005	<0.005
				21	<0.005	<0.005	<0.005
高知	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.005	<0.005	<0.005
				14	<0.005	<0.005	<0.005
				21	<0.005	<0.005	<0.005
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.005	<0.005	<0.005
				14	<0.005	<0.005	<0.005
				21	<0.005	<0.005	<0.005

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.005	<0.005	<0.005
				14	<0.005	<0.005	<0.005
				21	<0.005	<0.005	<0.005
高知	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.005	<0.005	<0.005
				14	<0.005	<0.005	<0.005
				21	<0.005	<0.005	<0.005
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.005	<0.005	<0.005
				14	<0.005	<0.005	<0.005
				21	<0.005	<0.005	<0.005

ミルベメクチン A₄

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.005	<0.005	<0.005
				14	<0.005	<0.005	<0.005
				21	<0.005	<0.005	<0.005
高知	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.005	<0.005	<0.005
				14	<0.005	<0.005	<0.005
				21	<0.005	<0.005	<0.005
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.005	<0.005	<0.005
				14	<0.005	<0.005	<0.005
				21	<0.005	<0.005	<0.005

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.005	<0.005	<0.005
				14	<0.005	<0.005	<0.005
				21	<0.005	<0.005	<0.005
高知	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.005	<0.005	<0.005
				14	<0.005	<0.005	<0.005
				21	<0.005	<0.005	<0.005
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	2	7	<0.005	<0.005	<0.005
				14	<0.005	<0.005	<0.005
				21	<0.005	<0.005	<0.005

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	ミルベメクチンA3	0.005	5	97, 92, 88, 79, 78	87	9
		0.25	5	106, 102, 101, 99, 93	100	5
		5	5	102, 101, 86, 85, 82	91	10
	ミルベメクチンA4	0.005	5	99, 98, 93, 92, 88	94	5
		0.25	5	93, 92, 84, 83, 80	86	7
		5	5	95, 95, 84, 84, 83	88	7
果実	ミルベメクチンA3	0.005	5	96, 96, 96, 87, 83	92	7
		0.25	5	104, 104, 102, 98, 89	99	6
		5	5	105, 98, 94, 90, 84	94	8
	ミルベメクチンA4	0.005	5	113, 105, 103, 102, 94	103	7
		0.25	5	110, 102, 92, 89, 79	94	13
		5	5	105, 103, 97, 95, 89	98	7

*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	ミルベメクチンA3	茨城	0.05	77
		高知	0.05	92, 83
		宮崎	0.05	77
	ミルベメクチンA4	茨城	0.05	86
		高知	0.05	114, 94
		宮崎	0.05	84
果実	ミルベメクチンA3	茨城	0.05	71
		高知	0.05	93, 85
		宮崎	0.05	91
	ミルベメクチンA4	茨城	0.05	87
		高知	0.05	75, 70
		宮崎	0.05	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

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	ミルベメクチンA3	茨城	0.5	2	104 (2016/8/9-11/21)	95
		高知	0.5	2	47 (2016/10/5-11/21)	88
		宮崎	0.5	2	122 (2016/7/22-11/21)	88
	ミルベメクチンA4	茨城	0.5	2	104 (2016/8/9-11/21)	80
		高知	0.5	2	47 (2016/10/5-11/21)	96
		宮崎	0.5	2	122 (2016/7/22-11/21)	89
果実	ミルベメクチンA3	茨城	0.5	2	104 (2016/8/9-11/21)	74
		高知	0.5	2	47 (2016/10/5-11/21)	78
		宮崎	0.5	2	122 (2016/7/22-11/21)	75
	ミルベメクチンA4	茨城	0.5	2	104 (2016/8/9-11/21)	75
		高知	0.5	2	47 (2016/10/5-11/21)	86
		宮崎	0.5	2	122 (2016/7/22-11/21)	84

2-2. メロン

① 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 253～281 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 1，3，7 日後に採取した。果肉及び果実試料中の残留濃度調査結果（含量値，トリフルミゾール，トリフルミゾール代謝物）を次表に示す。

果肉試料中の含量値は，茨城の処理 1 日後及び 3 日後試料で 0.01 mg/kg 検出されたが，その他の試料は定量限界未満であった。トリフルミゾールは，全ての試料において定量限界未満であった。トリフルミゾール代謝物平均残留濃度は，茨城試料の処理 1 日後で 0.005 mg/kg，処理 3 日後で 0.004 mg/kg 検出されたが，その他の試料は定量限界未満であった。

果実試料中の含量値は，茨城試料で 0.33 mg/kg，高知試料で 0.31 mg/kg，宮崎試料で 0.33 mg/kg が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。トリフルミゾール平均残留濃度は，茨城試料で 0.306 mg/kg，高知試料で 0.280 mg/kg，宮崎試料で 0.310 mg/kg が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。トリフルミゾール代謝物平均残留濃度は，試験期間を通して茨城試料で 0.016～0.020 mg/kg，高知試料で 0.019～0.021 mg/kg，宮崎試料で 0.019～0.021 mg/kg 検出された。

トリフルミゾール及びトリフルミゾール代謝物は，均一化した試料にリン酸緩衝液を添加した後，メタノールで抽出し，ヘキサン転溶及びグラファイトカーボン/SAX/PSA 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。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，保存安定性確認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（トリフルミゾール）

含量値

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	0.01
				3	0.01
				7	<0.01
高知	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01
宮崎	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01

残留濃度：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含量値

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	0.33
				3	0.24
				7	0.19
高知	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	0.31
				3	0.27
				7	0.25
宮崎	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	0.33
				3	0.25
				7	0.22

残留濃度：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含量値

トリフルミゾール

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	<0.004	<0.004	<0.004
				3	<0.004	<0.004	<0.004
				7	<0.004	<0.004	<0.004
高知	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	<0.004	<0.004	<0.004
				3	<0.004	<0.004	<0.004
				7	<0.004	<0.004	<0.004
宮崎	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	<0.004	<0.004	<0.004
				3	<0.004	<0.004	<0.004
				7	<0.004	<0.004	<0.004

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	0.309	0.304	0.306
				3	0.223	0.213	0.218
				7	0.168	0.164	0.166
高知	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	0.280	0.280	0.280
				3	0.258	0.239	0.248
				7	0.226	0.222	0.224
宮崎	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	0.311	0.310	0.310
				3	0.227	0.218	0.222
				7	0.210	0.195	0.202

トリフルミゾール代謝物

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	0.005	0.005	0.005 (0.006)
				3	0.004	0.004	0.004 (0.005)
				7	<0.004	<0.004	<0.004 (<0.005)
高知	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	<0.004	<0.004	<0.004 (<0.005)
				3	<0.004	<0.004	<0.004 (<0.005)
				7	<0.004	<0.004	<0.004 (<0.005)
宮崎	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	<0.004	<0.004	<0.004 (<0.005)
				3	<0.004	<0.004	<0.004 (<0.005)
				7	<0.004	<0.004	<0.004 (<0.005)

* ()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

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	0.017	0.016	0.016 (0.019)
				3	0.021	0.020	0.020 (0.023)
				7	0.018	0.018	0.018 (0.021)
高知	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	0.022	0.020	0.021 (0.025)
				3	0.020	0.020	0.020 (0.023)
				7	0.020	0.018	0.019 (0.022)
宮崎	30.0% 水和剤	3000倍	5	1	0.020	0.019	0.020 (0.023)
				3	0.022	0.020	0.021 (0.025)
				7	0.019	0.019	0.019 (0.022)

* ()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)]

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	トリフルミゾール	0.004	5	122, 111, 106, 105, 98	108	8
		0.25	5	99, 96, 94, 93, 90	94	4
		5	5	97, 96, 95, 95, 94	95	1
	トリフルミゾール代謝物	0.004	5	110, 104, 95, 93, 86	98	10
		0.25	5	94, 91, 87, 84, 81	87	6
		5	5	89, 89, 87, 87, 86	88	1
果実	トリフルミゾール	0.004	5	131, 115, 112, 110, 97	113	11
		0.25	5	91, 91, 89, 88, 81	88	5
		5	5	93, 91, 90, 90, 87	90	2
	トリフルミゾール代謝物	0.004	5	122, 117, 114, 111, 80	109	15
		0.25	5	79, 76, 73, 71, 69	74	5
		5	5	84, 82, 82, 81, 75	81	4

*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	トリフルミゾール	茨城	0.04	96, 93
		高知	0.04	107, 97
		宮崎	0.04	89, 85
	トリフルミゾール代謝物	茨城	0.04	103, 92
		高知	0.04	104, 104
		宮崎	0.04	105, 91
果実	トリフルミゾール	茨城	0.04	103, 97
		高知	0.04	96, 90
		宮崎	0.04	90, 74
	トリフルミゾール代謝物	茨城	0.04	110, 107
		高知	0.04	99, 97
		宮崎	0.04	104, 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	トリフルミゾール	茨城	0.5	2	69 (2016/8/19-10/27)	93
		高知	0.5	2	29 (2016/9/28-10/27)	93
		宮崎	0.5	2	80 (2016/8/8-10/27)	94
	トリフルミゾール代謝物	茨城	0.5	2	69 (2016/8/19-10/27)	78
		高知	0.5	2	29 (2016/9/28-10/27)	75
		宮崎	0.5	2	80 (2016/8/8-10/27)	92
果実	トリフルミゾール	茨城	0.5	2	69 (2016/8/19-10/27)	96
		高知	0.5	2	29 (2016/9/28-10/27)	90
		宮崎	0.5	2	80 (2016/8/8-10/27)	99
	トリフルミゾール代謝物	茨城	0.5	2	69 (2016/8/19-10/27)	90
		高知	0.5	2	29 (2016/9/28-10/27)	82
		宮崎	0.5	2	80 (2016/8/8-10/27)	94

② ノニルフェノールスルホン酸銅

ヨネポン水和剤（有効成分含有率 40.0%）の 500 倍希釈液 271～281 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。果肉及び果実試料中のノニルフェノールスルホン酸銅の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のノニルフェノールスルホン酸銅平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で 0.02 又は 0.04 mg/kg, 高知試料で 0.03 又は 0.04 mg/kg, 宮崎試料で 0.02 又は 0.04 mg/kg 検出された。

果実試料中のノニルフェノールスルホン酸銅平均残留濃度は、茨城試料で 3.74 mg/kg（処理 1 日後）、高知試料で 4.28 mg/kg（処理 3 日後）、宮崎試料で 4.06 mg/kg（処理 1 日後）が最大となり以後減衰した。

ノニルフェノールスルホン酸銅は、試料をメタノールで抽出し、酢酸エチル転溶及びポリマー系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、果実ともノニルフェノールスルホン酸銅として 0.01 mg/kg（ノニルフェノールスルホン酸として 0.008 mg/kg）とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性確認の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

厚生労働省の個別試験法が無かったため、環境省告示試験法（平成 18 年 5 月 29 日廃止）に従いメタノール抽出で実施した。

残留濃度（ノニルフェノールスルホン酸銅）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	40.0% 水和剤	500倍	4	1	0.04	0.04	0.04
				3	0.02	0.02	0.02
				7	0.02	0.02	0.02
高知	40.0% 水和剤	500倍	4	1	0.03	0.03	0.03
				3	0.04	0.04	0.04
				7	0.03	0.03	0.03
宮崎	40.0% 水和剤	500倍	4	1	0.04	0.04	0.04
				3	0.02	0.02	0.02
				7	0.02	0.02	0.02

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	40.0% 水和剤	500倍	4	1	3.75	3.72	3.74
				3	3.32	3.27	3.30
				7	2.96	2.93	2.94
高知	40.0% 水和剤	500倍	4	1	3.63	3.54	3.58
				3	4.30	4.27	4.28
				7	3.77	3.42	3.60
宮崎	40.0% 水和剤	500倍	4	1	4.07	4.05	4.06
				3	3.37	3.33	3.35
				7	3.67	3.58	3.62

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	ノニルフェノール スルホン酸	0.008	5	103, 102, 102, 101, 96	101	3
		0.25	5	90, 88, 87, 84, 84	87	3
		5	5	89, 85, 84, 83, 76	83	6
果実	ノニルフェノール スルホン酸	0.008	5	91, 91, 90, 87, 81	88	5
		0.25	5	87, 86, 84, 82, 78	83	4
		5	5	87, 86, 85, 83, 82	85	2

*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	ノニルフェノール スルホン酸	茨城	0.1	92, 88
		高知	0.1	104, 97
		宮崎	0.1	103, 93
果実	ノニルフェノール スルホン酸	茨城	0.1	102, 89
		高知	0.1	107, 100
		宮崎	0.1	109, 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

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	ノニルフェノール スルホン酸	茨城	0.5	2	68 (2016/8/19-10/26)	85
		高知	0.5	2	28 (2016/9/28-10/26)	90
		宮崎	0.5	2	81 (2016/8/6-10/26)	86
果実	ノニルフェノール スルホン酸	茨城	0.5	2	68 (2016/8/19-10/26)	86
		高知	0.5	2	28 (2016/9/28-10/26)	92
		宮崎	0.5	2	81 (2016/8/6-10/26)	88

③ 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 271～281 L/10 a を 6～8 日間隔で 3 回茎葉散布（生育期～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中の残留濃度調査結果（ベノミル及びカルベンダジム）を次表に示す。

果肉試料中のベノミル換算値は、試験期間を通して茨城試料で 0.03 mg/kg（カルベンダジムとして 0.017～0.020 mg/kg）、高知試料で 0.02 mg/kg（0.011 又は 0.012 mg/kg）、宮崎試料で 0.02 又は 0.03 mg/kg（0.014～0.017 mg/kg）検出された。

果実試料中のベノミル換算値は、茨城試料で 0.88 mg/kg（カルベンダジムとして 0.576 mg/kg）、高知試料で 0.74 mg/kg（0.484 mg/kg）、宮崎試料で 0.88 mg/kg（0.581 mg/kg）が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。

ベノミルは、試料をメタノールで抽出し、C₁₈ 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、果実ともベノミルとして 0.01 mg/kg、カルベンダジムとして 0.006 mg/kg とした。

妥当性確認、精度管理、保存安定性確認の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。尚、当該試験においては、ベノミル及びカルベンダジムを別々に添加した回収試料を併行分析して内部精度を管理した。

残留濃度（ペノミル）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	50.0% 水和剤	2000倍	3	1	0.018	0.016	0.017 (0.03)
				3	0.022	0.019	0.020 (0.03)
				7	0.018	0.017	0.018 (0.03)
高知	50.0% 水和剤	2000倍	3	1	0.011	0.011	0.011 (0.02)
				3	0.012	0.012	0.012 (0.02)
				7	0.013	0.012	0.012 (0.02)
宮崎	50.0% 水和剤	2000倍	3	1	0.017	0.017	0.017 (0.03)
				3	0.014	0.014	0.014 (0.02)
				7	0.016	0.016	0.016 (0.02)

* ()内はペノミルに換算した値 [換算係数1.52(ペノミル分子量290.3/カルベンダジム分子量191.2)]

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	50.0% 水和剤	2000倍	3	1	0.592	0.559	0.576 (0.88)
				3	0.453	0.445	0.449 (0.68)
				7	0.343	0.342	0.342 (0.52)
高知	50.0% 水和剤	2000倍	3	1	0.486	0.481	0.484 (0.74)
				3	0.490	0.466	0.478 (0.73)
				7	0.418	0.406	0.412 (0.63)
宮崎	50.0% 水和剤	2000倍	3	1	0.583	0.579	0.581 (0.88)
				3	0.498	0.482	0.490 (0.74)
				7	0.477	0.471	0.474 (0.72)

* ()内はペノミルに換算した値 [換算係数1.52(ペノミル分子量290.3/カルベンダジム分子量191.2)]

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	ベノミル	0.01	6	98, 98, 97, 94, 94, 92	96	3
		0.25	6	105, 104, 101, 101, 98, 95	101	4
		5	6	100, 98, 96, 96, 96, 96	97	2
	カルベンダジム	0.006	6	101, 100, 99, 99, 95, 89	97	5
		0.25	6	104, 100, 100, 100, 98, 96	100	3
		5	6	102, 101, 100, 98, 98, 96	99	2
果実	ベノミル	0.01	6	96, 96, 95, 94, 93, 93	95	1
		0.25	6	106, 102, 101, 100, 99, 97	101	3
		5	6	105, 104, 103, 99, 98, 96	101	4
	カルベンダジム	0.006	6	99, 97, 97, 96, 90, 87	94	5
		0.25	6	100, 98, 98, 98, 95, 94	97	2
		5	6	101, 98, 98, 97, 96, 95	98	2

*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	ベノミル	茨城	0.1	107, 101
		高知	0.1	101
		宮崎	0.1	101, 96
	カルベンダジム	茨城	0.06	103, 94
		高知	0.06	96
		宮崎	0.06	101, 93
果実	ベノミル	茨城	0.1	104, 97
		高知	0.1	97
		宮崎	0.1	107, 92
	カルベンダジム	茨城	0.06	102, 96
		高知	0.06	93
		宮崎	0.06	104, 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

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	ベノミル	茨城	0.5	2	53 (2016/8/19-10/11)	99
		高知	0.5	2	13 (2016/9/28-10/11)	97
		宮崎	0.5	2	66 (2016/8/6-10/11)	96
	カルベンダジム	茨城	0.5	2	53 (2016/8/19-10/11)	98
		高知	0.5	2	13 (2016/9/28-10/11)	96
		宮崎	0.5	2	66 (2016/8/6-10/11)	92
果実	ベノミル	茨城	0.5	2	53 (2016/8/19-10/11)	96
		高知	0.5	2	13 (2016/9/28-10/11)	98
		宮崎	0.5	2	66 (2016/8/6-10/11)	94
	カルベンダジム	茨城	0.5	2	53 (2016/8/19-10/11)	92
		高知	0.5	2	13 (2016/9/28-10/11)	94
		宮崎	0.5	2	66 (2016/8/6-10/11)	92

④ DBEDC

サンヨール乳剤（有効成分含有率 20.0%）の 500 倍希釈液 271～281 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。果肉及び果実試料中の DBEDC の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の DBEDC は、全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中の DBEDC 平均残留濃度は、茨城試料で 3.0 mg/kg（処理 1 日後）、高知試料で 3.8 mg/kg（処理 3 日後）、宮崎試料で 3.4 mg/kg（処理 1 日後）が最大となり、以後減衰した。

DBEDC は、均一化した試料に水酸化ナトリウム溶液を添加した後、メタノールで抽出し、ポリマー系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 0.5 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性確認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 (DBEDC)

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	20.0% 乳剤	500倍	4	1	<0.5	<0.5	<0.5
				3	<0.5	<0.5	<0.5
				7	<0.5	<0.5	<0.5
高知	20.0% 乳剤	500倍	4	1	<0.5	<0.5	<0.5
				3	<0.5	<0.5	<0.5
				7	<0.5	<0.5	<0.5
宮崎	20.0% 乳剤	500倍	4	1	<0.5	<0.5	<0.5
				3	<0.5	<0.5	<0.5
				7	<0.5	<0.5	<0.5

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	20.0% 乳剤	500倍	4	1	3.2	2.9	3.0
				3	2.9	2.8	2.8
				7	2.4	2.3	2.4
高知	20.0% 乳剤	500倍	4	1	3.3	3.2	3.2
				3	3.9	3.6	3.8
				7	3.0	2.9	3.0
宮崎	20.0% 乳剤	500倍	4	1	3.5	3.4	3.4
				3	2.7	2.6	2.6
				7	2.9	2.9	2.9

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	DBEDC	0.5	5	95, 89, 87, 87, 76	87	8
		2.5	5	93, 90, 89, 86, 85	89	4
		50	5	80, 80, 78, 78, 77	79	2
果実	DBEDC	0.5	5	104, 103, 96, 94, 93	98	5
		2.5	5	95, 89, 86, 85, 84	88	5
		50	5	77, 77, 72, 72, 71	74	4

*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	DBEDC	茨城	5	96, 91
		高知	5	107, 94
		宮崎	5	102, 96
果実	DBEDC	茨城	5	103, 100
		高知	5	101, 101
		宮崎	5	102, 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

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	DBEDC	茨城	10	2	70 (2016/8/19-10/28)	98
		高知	10	2	30 (2016/9/28-10/28)	100
		宮崎	10	2	83 (2016/8/6-10/28)	101
果実	DBEDC	茨城	10	2	70 (2016/8/19-10/28)	108
		高知	10	2	30 (2016/9/28-10/28)	100
		宮崎	10	2	83 (2016/8/6-10/28)	104

⑤ ホセチル

アリエッティ水和剤（有効成分含有率 80.0%）の 800 倍希釈液 271～281 L/10 a を 6～8 日間隔で 3 回茎葉散布（生育期～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中の残留濃度調査結果（含量値、ホセチル、亜リン酸）を次表に示す。

果肉試料中の含量値は、処理 1 日後に茨城試料で 14.8 mg/kg、高知試料で 9.9 mg/kg、宮崎試料で 18.4 mg/kg となり、以後増大し、処理 7 日後には茨城試料で 22.2 mg/kg、高知試料で 13.4 mg/kg、宮崎試料で 20.5 mg/kg となった。ホセチル平均残留濃度は、茨城試料で 1.0 mg/kg、高知試料で 0.4 mg/kg、宮崎試料で 0.8 mg/kg が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。亜リン酸は、試験期間を通して茨城試料で 9.6～15.2 mg/kg、高知試料で 6.5～9.2 mg/kg、宮崎試料で 11.6～14.1 mg/kg 検出され、いずれも処理 7 日後に最大値を検出した。

果実試料中の含量値は、処理 1 日後に茨城試料で 17.7 mg/kg、高知試料で 14.8 mg/kg、宮崎試料で 19.9 mg/kg となり、以後増大し、処理 7 日後には茨城試料で 23.7 mg/kg、高知試料で 20.2 mg/kg、宮崎試料で 23.3 mg/kg となった。ホセチル平均残留濃度は、茨城試料で 1.3 mg/kg、高知試料で 1.6 mg/kg、宮崎試料で 1.2 mg/kg が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。亜リン酸は、試験期間を通して茨城試料で 11.4～16.2 mg/kg、高知試料で 9.2～13.6 mg/kg、宮崎試料で 13.0～15.8 mg/kg 検出され、いずれも処理 7 日後に最大値を検出した。

ホセチル及び亜リン酸は、試料を透析膜チューブを用いて水で抽出し、強酸性陽イオン交換樹脂カラムで精製後、ホセチル及び亜リン酸をメチル化し、ガスクロマトグラフ（FPD-P）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 0.2 mg/kg とした。

妥当性確認及び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。尚、試料到着後、直ちに分析したため、保存中の安定性確認は実施しなかった。又、当該試験においては、ホセチル及び亜リン酸を別々に添加した回収試料を併行分析して内部精度を管理した。

残留濃度（ホセチル）

含量値

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	80.0% 水和剤	800倍	3	1	14.8
				3	19.7
				7	22.2
高知	80.0% 水和剤	800倍	3	1	9.9
				3	9.7
				7	13.4
宮崎	80.0% 水和剤	800倍	3	1	18.4
				3	17.3
				7	20.5

残留濃度：ホセチル及び亜リン酸のホセチル換算の含量値

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	80.0% 水和剤	800倍	3	1	17.7
				3	21.4
				7	23.7
高知	80.0% 水和剤	800倍	3	1	14.8
				3	14.6
				7	20.2
宮崎	80.0% 水和剤	800倍	3	1	19.9
				3	18.7
				7	23.3

残留濃度：ホセチル及び亜リン酸のホセチル換算の含量値

ホセチル

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	80.0% 水和剤	800倍	3	1	1.1	1.0	1.0
				3	1.1	1.0	1.0
				7	0.3	0.3	0.3
高知	80.0% 水和剤	800倍	3	1	0.4	0.3	0.4
				3	0.3	0.3	0.3
				7	<0.2	<0.2	<0.2
宮崎	80.0% 水和剤	800倍	3	1	0.9	0.8	0.8
				3	0.6	0.6	0.6
				7	0.3	0.2	0.2

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	80.0% 水和剤	800倍	3	1	1.3	1.3	1.3
				3	1.1	1.1	1.1
				7	0.5	0.4	0.4
高知	80.0% 水和剤	800倍	3	1	1.6	1.5	1.6
				3	1.1	1.1	1.1
				7	0.6	0.5	0.6
宮崎	80.0% 水和剤	800倍	3	1	1.3	1.2	1.2
				3	0.8	0.8	0.8
				7	0.5	0.5	0.5

亜リン酸

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	80.0% 水和剤	800倍	3	1	9.8	9.4	9.6 (13.8)
				3	13.0	12.9	13.0 (18.7)
				7	15.4	14.9	15.2 (21.9)
高知	80.0% 水和剤	800倍	3	1	6.6	6.5	6.6 (9.5)
				3	6.5	6.5	6.5 (9.4)
				7	9.4	8.9	9.2 (13.2)
宮崎	80.0% 水和剤	800倍	3	1	12.5	11.8	12.2 (17.6)
				3	11.8	11.4	11.6 (16.7)
				7	14.6	13.6	14.1 (20.3)

* ()内はホセチルに換算した値 [換算係数1.44 (ホセチル分子量354.1 / 亜リン酸分子量82.0 x 3)]

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	80.0% 水和剤	800倍	3	1	11.5	11.2	11.4 (16.4)
				3	14.2	14.0	14.1 (20.3)
				7	16.5	15.8	16.2 (23.3)
高知	80.0% 水和剤	800倍	3	1	9.2	9.2	9.2 (13.2)
				3	9.6	9.2	9.4 (13.5)
				7	13.6	13.5	13.6 (19.6)
宮崎	80.0% 水和剤	800倍	3	1	13.2	12.9	13.0 (18.7)
				3	12.5	12.3	12.4 (17.9)
				7	16.3	15.2	15.8 (22.8)

* ()内はホセチルに換算した値 [換算係数1.44 (ホセチル分子量354.1 / 亜リン酸分子量82.0 x 3)]

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	ホセチル	0.2	5	97, 97, 96, 95, 92	95	2
		1	5	88, 85, 83, 83, 82	84	3
		20	5	87, 86, 81, 80, 72	81	7
	亜リン酸	0.2	5	95, 93, 92, 92, 92	93	1
		1	5	85, 82, 81, 81, 80	82	2
		20	5	85, 85, 80, 78, 71	80	7
果実	ホセチル	0.2	5	78, 78, 76, 76, 76	77	1
		1	5	80, 78, 77, 76, 75	77	2
		20	5	85, 84, 81, 78, 76	81	5
	亜リン酸	0.2	5	85, 83, 81, 81, 80	82	2
		1	5	83, 79, 79, 78, 76	79	3
		20	5	86, 84, 83, 79, 77	82	5

*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	ホセチル	茨城	2	79, 79, 77, 75
		高知	2	86, 79, 79
		宮崎	2	84, 82, 81, 76
	亜リン酸	茨城	2	81, 81, 80, 76
		高知	2	87, 82, 79
		宮崎	2	85, 85, 83, 78
果実	ホセチル	茨城	2	81, 78, 78, 75
		高知	2	81, 75, 74
		宮崎	2	84, 83, 80, 75
	亜リン酸	茨城	2	85, 83, 82, 79
		高知	2	84, 80, 80
		宮崎	2	86, 84, 84, 79

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

⑥ マラソン

マラソン乳剤（有効成分含有率 50.0%）の 1000 倍希釈液 271～281 L/10 a を 6～8 日間隔で 3 回茎葉散布（生育期～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中のマラソンの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のマラソンは、全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中のマラソン平均残留濃度は、茨城試料で 0.58 mg/kg, 高知試料で 0.90 mg/kg, 宮崎試料で 0.80 mg/kg が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。

マラソンは、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／NH₂ 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、保存安定性確認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（マラソン）

果肉

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

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	50.0% 乳剤	1000倍	3	1	0.59	0.57	0.58
				3	0.60	0.54	0.57
				7	0.49	0.48	0.48
高知	50.0% 乳剤	1000倍	3	1	0.96	0.84	0.90
				3	0.79	0.75	0.77
				7	0.53	0.50	0.52
宮崎	50.0% 乳剤	1000倍	3	1	0.84	0.77	0.80
				3	0.77	0.76	0.76
				7	0.45	0.43	0.44

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	マラソン	0.01	5	99, 97, 95, 90, 84	93	6
		0.25	5	101, 100, 94, 91, 83	94	8
		5	5	100, 98, 97, 95, 95	97	2
果実	マラソン	0.01	5	102, 95, 92, 85, 78	90	10
		0.25	5	91, 88, 88, 86, 83	87	3
		5	5	90, 90, 88, 86, 82	87	4

*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	マラソン	茨城	0.1	96, 83
		高知	0.1	86
		宮崎	0.1	98, 85
果実	マラソン	茨城	0.1	102, 91
		高知	0.1	98
		宮崎	0.1	92, 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

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	マラソン	茨城	0.5	2	55 (2016/8/19-10/13)	78
		高知	0.5	2	15 (2016/9/28-10/13)	84
		宮崎	0.5	2	68 (2016/8/6-10/13)	76
果実	マラソン	茨城	0.5	2	55 (2016/8/19-10/13)	84
		高知	0.5	2	15 (2016/9/28-10/13)	80
		宮崎	0.5	2	68 (2016/8/6-10/13)	86

⑦ ミルベメクチン

コロマイト乳剤（有効成分含有率 1.0%）の 1000 倍希釈液 271～281 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 2 回茎葉散布（生育期～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中の残留濃度調査結果（含量値, ミルベメクチン A₃, ミルベメクチン A₄）を次表に示す。

果肉試料中のミルベメクチン A₃, ミルベメクチン A₄ 及びその含量値は、全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中のミルベメクチン A₃ 及びミルベメクチン A₄ の含量値は、3 圃場とも 0.01 mg/kg が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。ミルベメクチン A₃ は、全ての試料において定量限界未満であった。ミルベメクチン A₄ 平均残留濃度は、3 圃場とも 0.008 mg/kg が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。

ミルベメクチン A₃ 及びミルベメクチン A₄ は、試料をアセトンで抽出し、PH ミニカラム及びグラファイトカーボン／NH₂／SI 積層ミニカラムで精製後、蛍光誘導体化し、高速液体クロマトグラフ（HPLC-FL）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 0.005 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性確認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（ミルベメクチン）

含量値

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01
高知	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01

残留濃度:ミルベメクチンA3及びミルベメクチンA4の含量値

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	0.01
				3	<0.01
				7	<0.01
高知	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	0.01
				3	<0.01
				7	<0.01
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	0.01
				3	<0.01
				7	<0.01

残留濃度:ミルベメクチンA3及びミルベメクチンA4の含量値

ミルベメクチン A₃

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
高知	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
高知	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005

ミルベメクチン A₄

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
高知	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	0.008	0.008	0.008
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
高知	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	0.008	0.008	0.008
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
宮崎	1.0% 乳剤	1000倍	2	1	0.008	0.008	0.008
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	ミルベメクチンA3	0.005	5	92, 92, 92, 75, 73	85	12
		0.25	5	87, 87, 83, 83, 72	82	7
		5	5	99, 96, 96, 96, 90	95	3
	ミルベメクチンA4	0.005	5	101, 98, 92, 86, 78	91	10
		0.25	5	89, 89, 86, 85, 73	84	8
		5	5	99, 96, 96, 95, 90	95	3
果実	ミルベメクチンA3	0.005	5	99, 79, 77, 66, 65	77	18
		0.25	5	86, 86, 86, 86, 70	83	9
		5	5	93, 93, 93, 92, 73	89	10
	ミルベメクチンA4	0.005	5	97, 77, 75, 73, 68	78	14
		0.25	5	88, 88, 88, 87, 72	85	8
		5	5	94, 93, 92, 92, 74	89	9

*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	ミルベメクチンA3	茨城	0.05	96, 94
		高知	0.05	98, 95
		宮崎	0.05	97, 92
	ミルベメクチンA4	茨城	0.05	96, 94
		高知	0.05	98, 95
		宮崎	0.05	96, 93
果実	ミルベメクチンA3	茨城	0.05	96, 91
		高知	0.05	100, 90
		宮崎	0.05	98, 93
	ミルベメクチンA4	茨城	0.05	96, 90
		高知	0.05	98, 89
		宮崎	0.05	98, 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

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	ミルベメクチンA3	茨城	0.5	2	103 (2016/8/19-11/30)	96
		高知	0.5	2	63 (2016/9/28-11/30)	96
		宮崎	0.5	2	114 (2016/8/8-11/30)	97
	ミルベメクチンA4	茨城	0.5	2	103 (2016/8/19-11/30)	98
		高知	0.5	2	63 (2016/9/28-11/30)	102
		宮崎	0.5	2	114 (2016/8/8-11/30)	102
果実	ミルベメクチンA3	茨城	0.5	2	111 (2016/8/19-12/8)	91
		高知	0.5	2	71 (2016/9/28-12/8)	108
		宮崎	0.5	2	122 (2016/8/8-12/8)	106
	ミルベメクチンA4	茨城	0.5	2	111 (2016/8/19-12/8)	96
		高知	0.5	2	71 (2016/9/28-12/8)	98
		宮崎	0.5	2	122 (2016/8/8-12/8)	97

⑧ ポリオキシシン複合体

ポリオキシシン AL 水溶剤（有効成分含有率 50.0%）の 1000 倍希釈液 253～281 L/10 a を 6～8 日間隔で 5 回茎葉散布（果実肥大型～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中のポリオキシシン複合体の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のポリオキシシン B は、全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中のポリオキシシン B 平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で 0.2 又は 0.3 mg/kg, 高知試料で 0.1 又は 0.2 mg/kg, 宮崎試料で定量限界未満～0.2 mg/kg であった。

ポリオキシシン B は、試料をメタノールで抽出し、イオン交換樹脂カラム、活性炭カラム及びセルロールカラムで精製後、生物検定（ポリオキシシン B を標準品としたポリオキシシン複合体含量の力価測定）を行った。定量限界は、果肉、果実とも 0.1 mg/kg とした。尚、妥当性確認、精度管理、保存安定性確認の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。本試験は、登録申請用の作物残留試験の分析法に従い実施した。

残留濃度（ポリオキシン複合体）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	50.0% 水溶剤	1000倍	5	1	<0.1	<0.1	<0.1
				3	<0.1	<0.1	<0.1
				7	<0.1	<0.1	<0.1
高知	50.0% 水溶剤	1000倍	5	1	<0.1	<0.1	<0.1
				3	<0.1	<0.1	<0.1
				7	<0.1	<0.1	<0.1
宮崎	50.0% 水溶剤	1000倍	5	1	<0.1	<0.1	<0.1
				3	<0.1	<0.1	<0.1
				7	<0.1	<0.1	<0.1

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	50.0% 水溶剤	1000倍	5	1	0.3	0.3	0.3
				3	0.2	0.2	0.2
				7	0.2	0.2	0.2
高知	50.0% 水溶剤	1000倍	5	1	0.2	0.2	0.2
				3	0.2	0.2	0.2
				7	0.1	0.1	0.1
宮崎	50.0% 水溶剤	1000倍	5	1	0.2	0.2	0.2
				3	0.1	0.1	0.1
				7	<0.1	<0.1	<0.1

回収率の算出結果

分析部位	試料	分析対象物質	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 ^a (%)	平均回収率 (%)	RSD ^b (%)
果肉	市販品	ポリオキシンB	0.1	15	85, 85, 85, 84, 84	86	4
					91, 90, 90, 89, 89		
					86, 85, 85, 84, 78		
	市販品	ポリオキシンB	1	15	89, 89, 88, 87, 87	89	6
					97, 96, 96, 96, 95		
					86, 86, 85, 83, 82		
果実	市販品	ポリオキシンB	0.1	15	92, 91, 91, 91, 90	87	4
					86, 86, 85, 84, 84		
					87, 87, 86, 83, 81		
	市販品	ポリオキシンB	1	15	96, 96, 94, 94, 93	88	6
					88, 87, 87, 84, 83		
					86, 85, 84, 83, 82		

^a上段は茨城の実試料分析時，中段は高知の実試料分析時，下段は宮崎の実試料分析時に併行分析して回収率を算出

^b併行相対標準偏差

精度管理の概要

本試験においては，上記の回収実験を併行して実施した。

保存安定性の概要

分析部位	分析対象物質	試料	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	保存期間 (日)	平均回収率 (%)
果肉	ポリオキシンB	茨城	1	2	84 (2016/9/1-11/24)	84
		高知	1	2	63 (2016/10/6-12/8)	98
		宮崎	1	2	73 (2016/8/16-10/28)	78
果実	ポリオキシンB	茨城	1	2	91 (2016/9/1-12/1)	84
		高知	1	2	70 (2016/10/6-12/15)	89
		宮崎	1	2	73 (2016/8/16-10/28)	86

⑨ シフルフェナミド

パンチョ TF 顆粒水和剤（有効成分含有率 3.4%）の 1360 倍希釈液 271～281 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 2 回茎葉散布（生育期～収穫期）した。試料は、最終散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中のシフルフェナミドの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のシフルフェナミドは、全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中のシフルフェナミド平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で 0.04 又は 0.05 mg/kg、高知試料で 0.08 mg/kg、宮崎試料で 0.06 mg/kg であった。

シフルフェナミドは、試料をメタノールで抽出し、ヘキサン転溶及びグラファイトカーボン/SAX/PSA 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、保存安定性確認の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

厚生労働省の個別試験法が無かったため、環境省告示試験法（平成 18 年 5 月 29 日廃止）に従いメタノール抽出で実施した。

残留濃度（シフルフェナミド）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	3.4% 顆粒水和剤	1360倍	2	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
高知	3.4% 顆粒水和剤	1360倍	2	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	3.4% 顆粒水和剤	1360倍	2	1	<0.01	<0.01	<0.01
				3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	3.4% 顆粒水和剤	1360倍	2	1	0.05	0.04	0.04
				3	0.04	0.04	0.04
				7	0.05	0.05	0.05
高知	3.4% 顆粒水和剤	1360倍	2	1	0.08	0.07	0.08
				3	0.08	0.08	0.08
				7	0.08	0.07	0.08
宮崎	3.4% 顆粒水和剤	1360倍	2	1	0.07	0.06	0.06
				3	0.06	0.06	0.06
				7	0.06	0.06	0.06

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	シフルフェナミド	0.01	5	111, 110, 110, 105, 100	107	4
		0.25	5	110, 107, 106, 102, 102	105	3
		5	5	97, 95, 94, 94, 93	95	2
果実	シフルフェナミド	0.01	5	116, 113, 109, 108, 105	110	4
		0.25	5	106, 102, 99, 99, 97	101	3
		5	5	101, 94, 93, 92, 90	94	4

*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	シフルフェナミド	茨城	0.1	89, 81
		高知	0.1	102, 91
		宮崎	0.1	96, 91
果実	シフルフェナミド	茨城	0.1	95, 95
		高知	0.1	103, 94
		宮崎	0.1	102, 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	シフルフェナミド	茨城	0.5	2	62 (2016/8/19-10/20)	94
		高知	0.5	2	22 (2016/9/28-10/20)	91
		宮崎	0.5	2	73 (2016/8/8-10/20)	93
果実	シフルフェナミド	茨城	0.5	2	62 (2016/8/19-10/20)	90
		高知	0.5	2	22 (2016/9/28-10/20)	92
		宮崎	0.5	2	73 (2016/8/8-10/20)	94

⑩ アバメクチン

アグリメック乳剤（有効成分含有率 1.8%）の 500 倍希釈液 271～281 L/10 a を 6～8 日間隔で 3 回茎葉散布（生育期～収穫期）した。試料は、散布 1, 3, 7 日後に採取した。果肉及び果実試料中の残留濃度調査結果〔含量値, アバメクチン（アベルメクチン B1a, アベルメクチン B1b の含量）, 8,9-Z-アベルメクチン B1a〕を次表に示す。

果肉試料中の含量値は、全ての試料において定量限界未満であった。又、アバメクチン, 8,9-Z-アベルメクチン B1a についても全ての試料において定量限界未満であった。

果実試料中の含量値は、茨城試料で 0.05 mg/kg, 高知試料で 0.07 mg/kg, 宮崎試料で 0.06 mg/kg が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。アバメクチン平均残留濃度は、茨城試料で 0.044 mg/kg, 高知試料で 0.062 mg/kg, 宮崎試料で 0.055 mg/kg が最大となり（いずれも処理 1 日後）以後減衰した。8,9-Z-アベルメクチン B1a 平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で定量限界未満, 高知試料で定量限界未満～0.007 mg/kg, 宮崎試料で定量限界未満又は 0.005 mg/kg であった。

アバメクチン及び 8,9-Z-アベルメクチン B1a は、試料をメタノールで抽出し、グラファイトカーボン／SAX／PSA 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。各分析対象物質の定量限界は、果肉, 果実とも 0.005 mg/kg とした。尚、妥当性確認, 精度管理, 保存安定性確認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（アバメクチン）

含量値

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01
高知	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01
宮崎	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.01
				3	<0.01
				7	<0.01

残留値：アバメクチン（アベルメクチンB1a、アベルメクチンB1bの含量）及び8,9-Z-アベルメクチンB1aのアベルメクチンB1a換算の含量値

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数		
茨城	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.05
				3	0.03
				7	0.03
高知	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.07
				3	0.04
				7	0.03
宮崎	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.06
				3	0.04
				7	0.02

残留値：アバメクチン（アベルメクチンB1a、アベルメクチンB1bの含量）及び8,9-Z-アベルメクチンB1aのアベルメクチンB1a換算の含量値

アバメクチン

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
高知	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005
宮崎	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005
				3	<0.005	<0.005	<0.005
				7	<0.005	<0.005	<0.005

* アベルメクチンB1a, アベルメクチンB1bの含量

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.045	0.042	0.044
				3	0.029	0.028	0.028
				7	0.024	0.022	0.023
高知	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.062	0.061	0.062
				3	0.037	0.036	0.036
				7	0.023	0.021	0.022
宮崎	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.056	0.054	0.055
				3	0.038	0.035	0.036
				7	0.017	0.015	0.016

* アベルメクチンB1a, アベルメクチンB1bの含量

8,9-Z-アベルメクチン B1a

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				3	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				7	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
高知	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				3	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				7	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
宮崎	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				3	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				7	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)

* ()内はアベルメクチンB1aに換算した値 [換算係数1.00 (アベルメクチンB1a分子量873.1 / 8,9-Z-アベルメクチンB1a分子量873.1)]

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値①* (mg/kg)	分析値②* (mg/kg)	平均残留濃度* (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	1.8% 乳剤	500倍	3	1	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				3	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
				7	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
高知	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.007	0.007	0.007 (0.007)
				3	0.006	0.006	0.006 (0.006)
				7	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)
宮崎	1.8% 乳剤	500倍	3	1	0.005	<0.005	0.005 (0.005)
				3	0.005	0.005	0.005 (0.005)
				7	<0.005	<0.005	<0.005 (<0.005)

* ()内はアベルメクチンB1aに換算した値 [換算係数1.00 (アベルメクチンB1a分子量873.1 / 8,9-Z-アベルメクチンB1a分子量873.1)]

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	アバメクチン	0.005	5	117, 112, 101, 99, 90	104	10
		0.25	5	94, 93, 91, 90, 82	90	5
		5	5	92, 92, 89, 85, 85	89	4
	8,9-Z-アベルメクチンB1a	0.005	5	111, 105, 102, 96, 96	102	6
		0.25	5	96, 95, 95, 92, 85	93	5
		5	5	90, 89, 89, 81, 79	86	6
果実	アバメクチン	0.005	5	103, 99, 98, 97, 96	99	3
		0.25	5	96, 95, 93, 93, 91	94	2
		5	5	96, 95, 91, 90, 87	92	4
	8,9-Z-アベルメクチンB1a	0.005	5	103, 102, 100, 99, 95	100	3
		0.25	5	96, 96, 95, 94, 93	95	1
		5	5	97, 97, 94, 86, 84	92	7

*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	アバメクチン	茨城	0.05	100, 89
		高知	0.05	90, 90
		宮崎	0.05	104, 100
	8,9-Z-アベルメクチンB1a	茨城	0.05	98, 93
		高知	0.05	97, 90
		宮崎	0.05	98, 96
果実	アバメクチン	茨城	0.05	104, 97
		高知	0.05	98, 95
		宮崎	0.05	109, 101
	8,9-Z-アベルメクチンB1a	茨城	0.05	98, 98
		高知	0.05	98, 96
		宮崎	0.05	101, 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	アバメクチン	茨城	0.5	2	66 (2016/8/19-10/24)	90
		高知	0.5	2	26 (2016/9/28-10/24)	90
		宮崎	0.5	2	79 (2016/8/6-10/24)	91
	8,9-Z-アベルメクチンB1a	茨城	0.5	2	66 (2016/8/19-10/24)	86
		高知	0.5	2	26 (2016/9/28-10/24)	86
		宮崎	0.5	2	79 (2016/8/6-10/24)	86
果実	アバメクチン	茨城	0.5	2	66 (2016/8/19-10/24)	96
		高知	0.5	2	26 (2016/9/28-10/24)	96
		宮崎	0.5	2	79 (2016/8/6-10/24)	100
	8,9-Z-アベルメクチンB1a	茨城	0.5	2	66 (2016/8/19-10/24)	90
		高知	0.5	2	26 (2016/9/28-10/24)	94
		宮崎	0.5	2	79 (2016/8/6-10/24)	90

⑪カスガマイシン

カスミンボルドー水和剤（有効成分含有率 5.7%）の 1000 倍希釈液 250～281 L/10 a を 6～8 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 3, 7, 14 日後に採取した。果肉及び果実試料中のカスガマイシンの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のカスガマイシン平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で 0.09 又は 0.10 mg/kg, 高知試料で 0.36～0.46 mg/kg, 宮崎試料では 0.42～0.48 mg/kg の範囲で検出された。

果実試料中のカスガマイシン平均残留濃度は、果肉試料と同様の残留傾向を示し、試験期間を通して茨城試料で 0.14～0.38 mg/kg, 高知試料で 0.44～0.54 mg/kg, 宮崎試料で 0.63～0.82 mg/kg の範囲で検出された。

カスガマイシンは、試料を水／酢酸混液で抽出し、HLB ミニカラム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/MS）を用いて定量した²⁾。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、保存安定性確認の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。尚、本報告書作成時点では、厚生労働省のカスガマイシン試験法³⁾は、エタノール／2%酢酸混液で抽出し、C₁₈ ミニカラム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/MS）を用いて定量する方法として通知されている。

残留濃度（カスガマイシン）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.7% 水和剤	1000倍	5	3	0.10	0.08	0.09
				7	0.09	0.09	0.09
				14	0.11	0.09	0.10
高知	5.7% 水和剤	1000倍	5	3	0.40	0.39	0.40
				7	0.36	0.36	0.36
				14	0.47	0.46	0.46
宮崎	5.7% 水和剤	1000倍	5	3	0.44	0.44	0.44
				7	0.48	0.48	0.48
				14	0.42	0.42	0.42

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	5.7% 水和剤	1000倍	5	3	0.39	0.38	0.38
				7	0.37	0.36	0.36
				14	0.14	0.14	0.14
高知	5.7% 水和剤	1000倍	5	3	0.53	0.53	0.53
				7	0.44	0.44	0.44
				14	0.54	0.53	0.54
宮崎	5.7% 水和剤	1000倍	5	3	0.76	0.74	0.75
				7	0.82	0.82	0.82
				14	0.64	0.62	0.63

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	カスガマイシン	0.01	5	103, 100, 90, 85, 83	92	10
		0.25	5	103, 100, 98, 98, 98	99	2
		5	5	100, 100, 100, 95, 95	98	3
果実	カスガマイシン	0.01	5	103, 99, 96, 90, 85	95	8
		0.25	5	102, 102, 101, 98, 95	100	3
		5	5	101, 100, 98, 95, 93	97	4

*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	カスガマイシン	茨城	0.1	103, 81
		高知	0.1	85, 84
		宮崎	0.1	103, 72
果実	カスガマイシン	茨城	0.1	114, 111
		高知	0.1	89, 85
		宮崎	0.1	99, 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	カスガマイシン	茨城	0.5	2	138 (2016/8/19-2017/1/4)	90
		高知	0.5	2	98 (2016/9/28-2017/1/4)	82
		宮崎	0.5	2	149 (2016/8/8-2017/1/4)	82
果実	カスガマイシン	茨城	0.5	2	138 (2016/8/19-2017/1/4)	90
		高知	0.5	2	98 (2016/9/28-2017/1/4)	82
		宮崎	0.5	2	149 (2016/8/8-2017/1/4)	86

⑫ イミダクロプリド

アドマイヤーフロアブル（有効成分含有率 20.0%）の 2000 倍希釈液 271～281 L/10 a を 6～8 日間隔で 3 回茎葉散布（果実肥大期～成熟期）した。試料は、最終散布 3, 7, 14 日後に採取した。果肉及び果実試料中のイミダクロプリドの残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中のイミダクロプリド平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で 0.03 mg/kg, 高知試料で定量限界未満, 宮崎試料で 0.02 mg/kg であった。

果実試料中のイミダクロプリド平均残留濃度は、茨城試料で 0.26 mg/kg, 高知試料で 0.24 mg/kg, 宮崎試料で 0.20 mg/kg が最大となり（いずれも処理 3 日後）以後減衰した。

イミダクロプリドは、試料をアセトニトリルで抽出し、ヘキサン洗浄及びグラファイトカーボン/SAX/PSA 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)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、保存安定性確認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（イミダクロプリド）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	20.0% フロアブル	2000倍	3	3	0.03	0.03	0.03
				7	0.03	0.03	0.03
				14	0.03	0.03	0.03
高知	20.0% フロアブル	2000倍	3	3	<0.01	<0.01	<0.01
				7	<0.01	<0.01	<0.01
				14	<0.01	<0.01	<0.01
宮崎	20.0% フロアブル	2000倍	3	3	0.02	0.02	0.02
				7	0.02	0.02	0.02
				14	0.02	0.02	0.02

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	20.0% フロアブル	2000倍	3	3	0.27	0.26	0.26
				7	0.18	0.18	0.18
				14	0.13	0.13	0.13
高知	20.0% フロアブル	2000倍	3	3	0.24	0.24	0.24
				7	0.18	0.18	0.18
				14	0.17	0.16	0.16
宮崎	20.0% フロアブル	2000倍	3	3	0.20	0.19	0.20
				7	0.15	0.15	0.15
				14	0.11	0.11	0.11

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	イミダクロプリド	0.01	5	104, 104, 103, 102, 99	102	2
		0.25	5	99, 95, 94, 91, 90	94	4
		5	5	91, 89, 89, 89, 84	88	3
果実	イミダクロプリド	0.01	5	103, 98, 98, 96, 93	98	4
		0.25	5	92, 89, 88, 84, 81	87	5
		5	5	94, 88, 88, 84, 84	88	5

*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	イミダクロプリド	茨城	0.1	91, 87
		高知	0.1	91
		宮崎	0.1	95, 86
果実	イミダクロプリド	茨城	0.1	82, 79
		高知	0.1	94
		宮崎	0.1	92, 85

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	イミダクロプリド	茨城	0.5	2	54 (2016/8/19-10/12)	84
		高知	0.5	2	14 (2016/9/28-10/12)	88
		宮崎	0.5	2	67 (2016/8/6-10/12)	83
果実	イミダクロプリド	茨城	0.5	2	54 (2016/8/19-10/12)	84
		高知	0.5	2	14 (2016/9/28-10/12)	82
		宮崎	0.5	2	67 (2016/8/6-10/12)	96

⑬ 有機銅

ドキリンフロアブル（有効成分含有率 35.0%）の 500 倍希釈液 250～281 L/10 a を 6 又は 7 日間隔で 5 回茎葉散布（ネット形成期～成熟期）した。試料は、最終散布 10, 13, 17 日後に採取した。果肉及び果実試料中の有機銅の残留濃度調査結果を次表に示す。

果肉試料中の有機銅平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で 0.02 又は 0.03 mg/kg, 高知試料で 0.04～0.07 mg/kg, 宮崎試料で 0.02～0.06 mg/kg の範囲で検出された。

果実試料中の有機銅平均残留濃度は、試験期間を通して茨城試料で 3.94～4.40 mg/kg, 高知試料で 7.86～9.42 mg/kg, 宮崎試料で 5.42～6.97 mg/kg の範囲で検出された。

有機銅は、塩酸を加えて均一化した試料をアセトンで抽出し、酢酸エチル転溶で精製後、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、保存安定性確認の結果はいずれも良好であり、問題は認められなかった。

厚生労働省の個別試験法が無かったため、環境省告示試験法（平成 18 年 5 月 29 日廃止）に従いアセトン抽出で実施した。

残留濃度（有機銅）

果肉

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	35.0% フロアブル	500倍	5	10	0.02	0.02	0.02
				13	0.02	0.02	0.02
				17	0.03	0.03	0.03
高知	35.0% フロアブル	500倍	5	10	0.06	0.06	0.06
				13	0.05	0.04	0.04
				17	0.07	0.07	0.07
宮崎	35.0% フロアブル	500倍	5	10	0.06	0.06	0.06
				13	0.05	0.05	0.05
				17	0.03	0.02	0.02

果実

圃場	試験条件			PHI (日)	分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均残留濃度 (mg/kg)
	剤型	希釈 倍数	使用 回数				
茨城	35.0% フロアブル	500倍	5	10	4.41	4.38	4.40
				13	4.29	4.11	4.20
				17	3.98	3.90	3.94
高知	35.0% フロアブル	500倍	5	10	7.88	7.84	7.86
				13	8.28	8.02	8.15
				17	9.72	9.13	9.42
宮崎	35.0% フロアブル	500倍	5	10	6.30	6.16	6.23
				13	5.61	5.22	5.42
				17	7.25	6.69	6.97

回収率の算出結果

分析部位	分析対象	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	回収率 (%)	平均回収率 (%)	RSD* (%)
果肉	有機銅	0.01	5	90, 87, 86, 83, 70	83	9
		0.25	5	87, 82, 82, 80, 77	82	4
		5	5	74, 74, 73, 72, 70	73	2
果実	有機銅	0.01	5	99, 93, 88, 82, 81	89	9
		0.25	5	88, 85, 84, 83, 83	85	2
		5	5	97, 95, 93, 88, 83	91	6
		20	5	82, 80, 80, 78, 77	79	2

*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	有機銅	茨城	0.1	92, 87
		高知	0.1	90, 86
		宮崎	0.1	96, 89
果実	有機銅	茨城	0.1	95, 91
		高知	0.1	93, 87
		宮崎	0.1	105, 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

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	有機銅	茨城	0.5	2	92 (2016/8/19-11/19)	81
		高知	0.5	2	52 (2016/9/28-11/19)	83
		宮崎	0.5	2	103 (2016/8/8-11/19)	81
果実	有機銅	茨城	0.5	2	92 (2016/8/19-11/19)	80
		高知	0.5	2	52 (2016/9/28-11/19)	84
		宮崎	0.5	2	103 (2016/8/8-11/19)	82

3. 果実中での残留濃度の推移

多くの農薬は試験期間を通して果実試料に検出され、その残留レベルはすいかの方がメロンより低い傾向を示した。これは両作物の果実表面構造の違いによる影響が大きいものと考えられた⁴⁾。両作物に同一条件で散布した DBEDC、アバメクチン、カスガマイシン及びポリオキシンの各 PHI の果実残留濃度は、いずれもすいかの方が低かった。又、両作物とも製剤に含まれる有効成分濃度や散布回数が多くなると検出濃度は高くなる傾向を示した(第2項参照)。例えばすいかのジチアノン(50.0%, 700 倍, 5 回, 表 7 参照), 有機銅(35.0%, 500 倍, 5 回, 表 6 参照)や、メロンのノニルフェノールスルホン酸銅(40.0%, 500 倍, 4 回, 表 8 参照), ホセチル(80.0%, 800 倍, 3 回, 表 8 参照)の果実残留濃度の最高値は同じグループで混用散布した他の農薬に比べて高かった。

各農薬別に前述した残留濃度について3圃場間での残留傾向を比較した場合、両作物とも高知試料の残留濃度が高くなる傾向を示した。高知のすいかは立体栽培で実施したため、果実への農薬付着量が他の2圃場に比べて多くなった可能性が考えられ、さらに試料採取期間中の果実重量の変動が小さかったことも要因と考えられた。メロンにおいては、高知試料では、果実表面のネットが形成された状態から散布を開始したことと、採取期間中の果実の肥大が他の2圃場に比べて小さかったことが関係していると推察された。又、高知圃場は、両作物とも秋季に実施したことから、他の2圃場と異なる気象条件下での栽培となったことも、残留傾向が相異した要因の一つと考えられた。

両作物とも各農薬の残留濃度は、概ね PHI に伴って減衰傾向を示した。その一例としてすいかの試験区 C、メロンの試験区 A の各農薬の減衰挙動を相対残留値として圃場別に示したものを図 1, 2 に示す。各農薬の減衰挙動は、概ね3圃場で類似していたことから、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)が圃場間で同様に作用したものと考えられた。

本事業では多数の農薬残留データを効率的に取得するため、必ずしも個々の農薬に最適な採取時点が設定されていないが、概ね全ての農薬の最長 PHI での果実残留値が最低値を示したことを確認した。

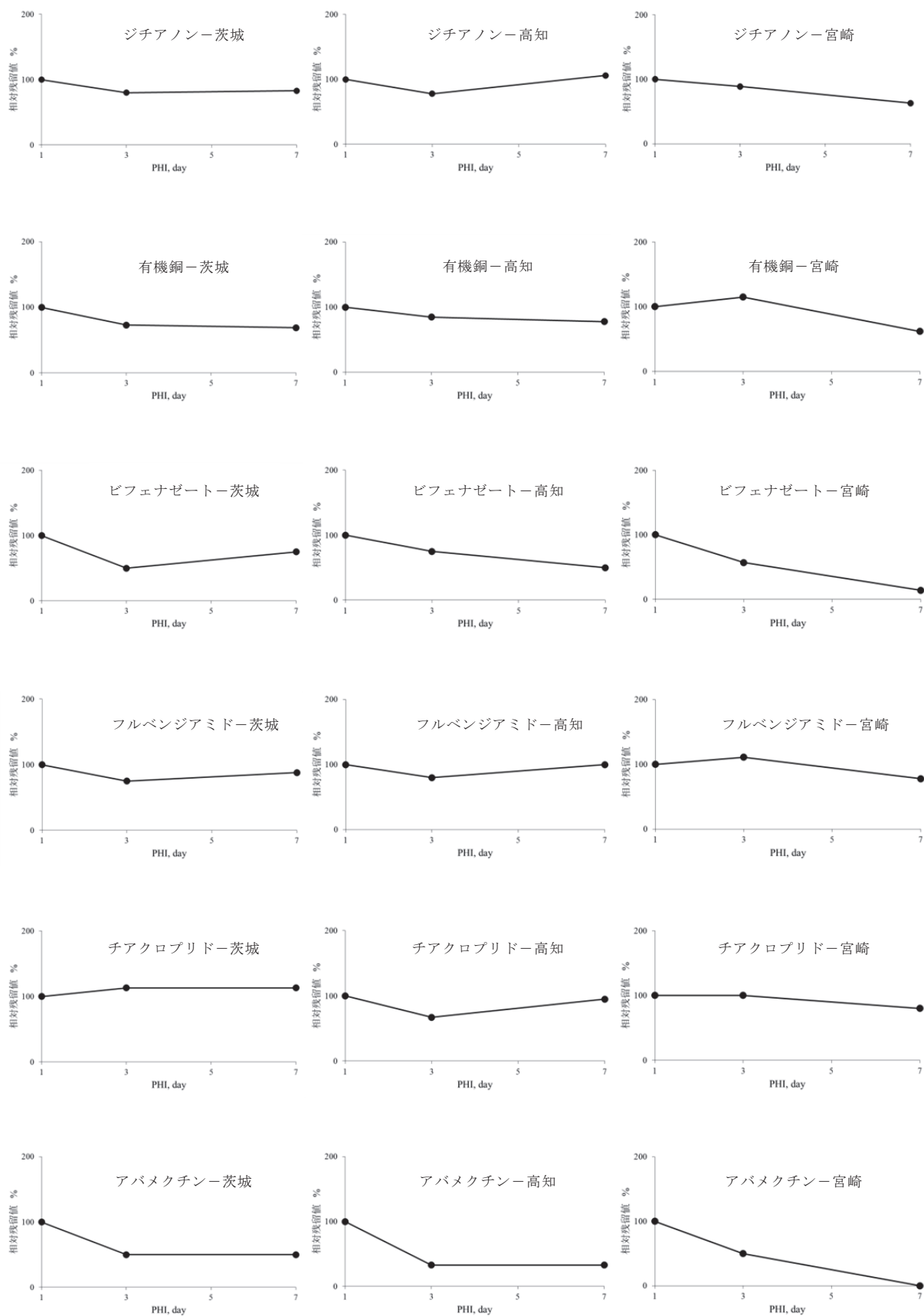


図 1. すいか果実残留濃度の減衰挙動の一例 試験区 C

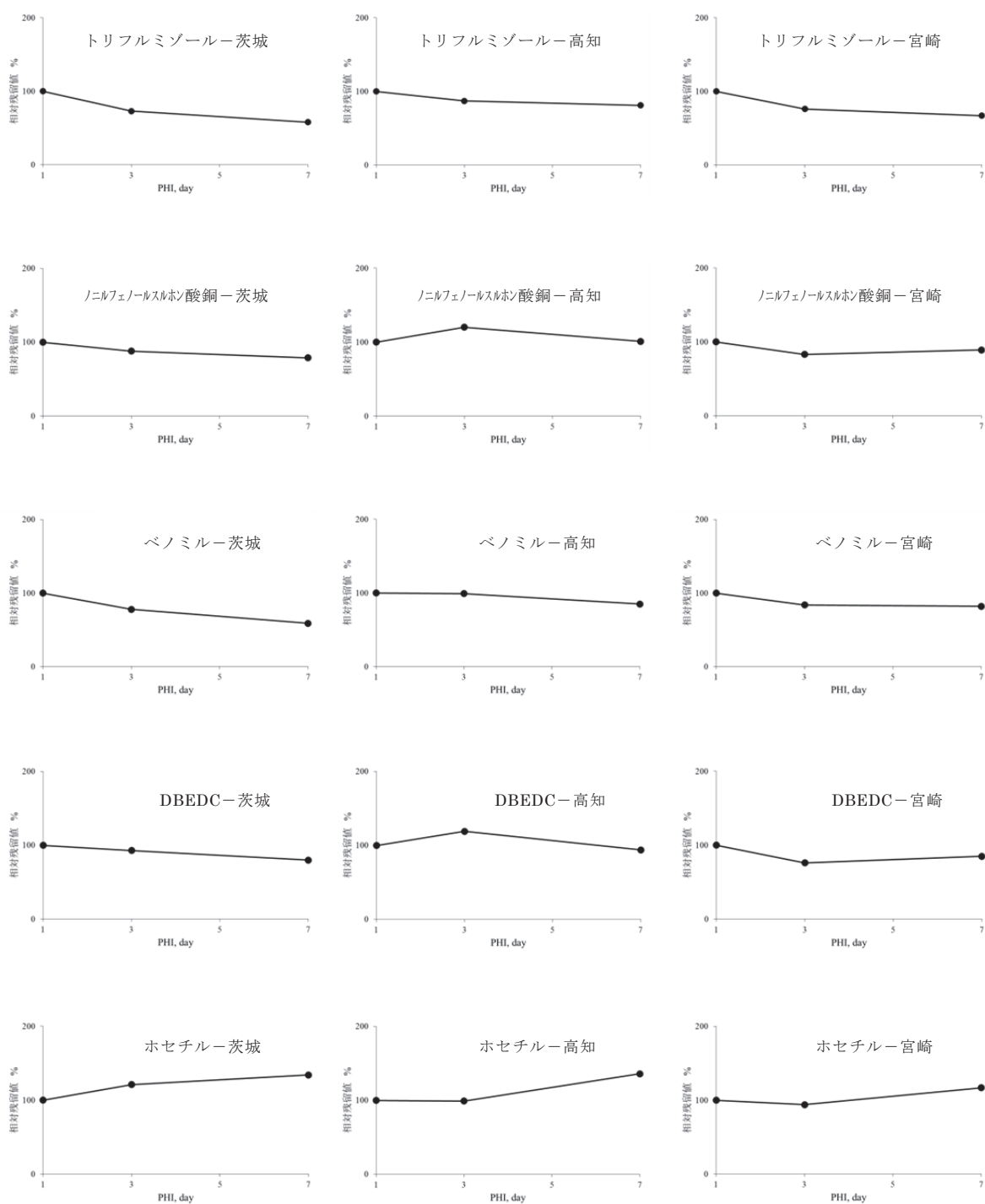


図 2. メロン果実残留濃度の減衰挙動の一例 試験区 A

4. 果肉と果皮における残存率

多くの農薬は試験期間を通して果肉試料には検出されなかったが、果実試料で比較的高い残留濃度を示した農薬が果肉試料で検出される傾向が見られた。その残留レベルは一部の農薬を除き、概ね定量限界の5倍以内であり、最長 PHI まで検出される場合も見られた。一方、カスガマイシン及びホセチルの果肉試料での残留傾向は、他農薬とは顕著に異なる残留傾向を示した。

カスガマイシンは、すいかではいずれの PHI 試料においても果肉と果実の残留濃度が同等であったことから、果実表面のみではなく果実全体にも広く残留していたことが示唆された。メロンにおいても高知、宮崎試料は果肉と果実の残留濃度が同等であった。水稻での植物代謝試験では、カスガマイシンは速やかに植物体全体に拡散し、分解はほとんど無かったと報告されている。又、ミニトマトでの植物代謝試験では、速やかに果実及び茎葉内に拡散した後、経時的に残留濃度が減少したと報告されている⁵⁾。そして、びわでの作物残留試験（3回処理、64～126日後採取）では、果肉での残留濃度が <0.01～0.02 mg/kg で、果皮での残留濃度が <0.01～0.19 mg/kg であった²⁾。本調査におけるすいか及びメロンにおいては、植物体内部に速やかに浸透移行したために果肉の残留レベルが比較的高くなったものと推察された。カスガマイシンの現行の残留農薬基準は両作物とも 0.2 mg/kg であり、すいかは残留農薬基準を超えた試料は無かったが、メロンは高知、宮崎の全ての PHI 試料で残留農薬基準を超えて検出された。

ホセチルはメロンの果肉試料において、ホセチル及び亜リン酸の含量として 9.7～22.2 mg/kg の範囲で検出された。残留濃度はホセチルより亜リン酸の方が高く、亜リン酸の残留濃度は経時的に増大した。果実試料についても果肉と同様の残留レベル、残留傾向を示し、過去に実施された作物残留試験の結果と類似していた⁶⁾。ホセチルの残留農薬基準は 70 mg/kg であり、残留農薬基準を超えた試料は無かった。尚、亜リン酸は肥料としても広く農業現場で使用されており、無処理試料からも検出される場合も多いことが経験的に知られている。その為、本試験においては、3圃場試料でのバックグラウンドレベルと明瞭に識別可能な定量限界（0.2 mg/kg）を設定して、ホセチルの残留濃度を分析した。

果肉と果皮の残留濃度分布を明らかにするため、すいか及びメロンの果肉と果皮の重量比から算出した両部位での残存率を、それぞれ表2及び表3に示す（果肉試料で定量限界未満のものは果皮に100%残存しているものとした）。各農薬の果肉と果皮での残存率は圃場間で大きな違いは見られず、3圃場で同様の傾向を示した。上述したカスガマイシン及びホセチルを除き、全体的に両作物とも多くの農薬は果皮に80%以上残存していたことから、散布された農薬は主に果実表面に残留していたことを確認した。

表 2. すいかの残存率一覧

茨城

農薬名	経過日数 (日)	果実平均重量 (kg/個)	残留濃度 (mg/kg)		重量比		残存率 (%)	
			果実	果肉	果肉	果皮	果肉	果皮
カスガマイシン	1	1.61	0.08	0.07	66	34	58	42
	3	1.82	0.08	0.07	71	29	62	38
	7	2.15	0.08	0.07	72	28	63	37
チアクロプリド	7	2.05	0.09	0.01	74	26	8	92

高知

農薬名	経過日数 (日)	果実平均重量 (kg/個)	残留濃度 (mg/kg)		重量比		残存率 (%)	
			果実	果肉	果肉	果皮	果肉	果皮
カスガマイシン	1	2.22	0.12	0.10	78	22	65	35
	3	2.24	0.13	0.12	80	20	74	26
	7	2.26	0.13	0.13	76	24	76	24
ジチアノン	1	2.16	1.32	0.01	81	19	1	99
有機銅	1	2.16	1.88	0.01	81	19	<1	100
	3	2.18	1.59	0.01	78	22	<1	100
	7	2.22	1.46	0.02	80	20	1	99
チアクロプリド	1	2.16	0.21	0.02	81	19	8	92
	3	2.18	0.14	0.02	78	22	11	89
	7	2.22	0.20	0.02	80	20	8	92
TPN	3	2.48	1.26	0.03	81	19	2	98
	7	2.46	1.30	0.02	82	18	1	99
	14	2.64	1.20	0.03	83	17	2	98
キャブタン	21	1.77	0.66	0.02	82	18	2	98
ジフルベンズロン	7	1.90	0.30	0.01	80	20	3	97
マンゼブ	7	1.90	1.69	0.027	80	20	1	99
	14	1.98	1.27	0.010	79	21	1	99
	21	2.22	0.387	0.009	83	17	2	98

宮崎

農薬名	経過日数 (日)	果実平均重量 (kg/個)	残留濃度 (mg/kg)		重量比		残存率 (%)	
			果実	果肉	果肉	果皮	果肉	果皮
カスガマイシン	1	1.63	0.15	0.14	74	26	69	31
	3	1.88	0.15	0.15	69	31	69	31
	7	1.77	0.14	0.14	70	30	70	30
有機銅	1	1.36	0.95	0.01	76	24	1	99
	7	1.09	0.59	0.01	74	26	1	99
チアクロプリド	1	1.36	0.10	0.02	76	24	15	85
	3	1.31	0.10	0.02	76	24	15	85
	7	1.09	0.08	0.02	74	26	19	81
マンゼブ	7	1.59	0.532	0.006	72	28	1	99

表 3. メロンの残存率一覧

茨城

農薬名	経過日数 (日)	果実平均重量 (kg/個)	残留濃度 (mg/kg)		重量比		残存率 (%)	
			果実	果肉	果肉	果皮	果肉	果皮
トリフルミゾール	1	1.75	0.33	0.01	85	15	3	97
	3	1.85	0.24	0.01	87	13	4	96
ノニルフェノール スルホン酸銅	1	1.75	3.74	0.04	85	15	1	99
	3	1.85	3.30	0.02	87	13	1	99
	7	1.95	2.94	0.02	86	14	1	99
ベノミル (カルベンダジム換算値)	1	1.75	0.576	0.017	85	15	3	97
	3	1.85	0.449	0.020	87	13	4	96
	7	1.95	0.342	0.018	86	14	5	95
ホセチル (含量値)	1	1.75	17.7	14.8	85	15	71	29
	3	1.85	21.4	19.7	87	13	80	20
	7	1.95	23.7	22.2	86	14	81	19
カスガマイシン	3	1.72	0.38	0.09	86	14	20	80
	7	1.90	0.36	0.09	86	14	22	78
	14	1.95	0.14	0.10	84	16	60	40
イミダクロプリド	3	1.72	0.26	0.03	86	14	10	90
	7	1.90	0.18	0.03	86	14	14	86
	14	1.95	0.13	0.03	84	16	19	81
有機銅	10	1.59	4.40	0.02	84	16	<1	100
	13	1.67	4.20	0.02	85	15	<1	100
	17	1.82	3.94	0.03	83	17	1	99

高知

農薬名	経過日数 (日)	果実平均重量 (kg/個)	残留濃度 (mg/kg)		重量比		残存率 (%)	
			果実	果肉	果肉	果皮	果肉	果皮
ノニルフェノール スルホン酸銅	1	1.68	3.58	0.03	83	17	1	99
	3	1.70	4.28	0.04	83	17	1	99
	7	1.73	3.60	0.03	83	17	1	99
ベノミル (カルベンダジム換算値)	1	1.68	0.484	0.011	83	17	2	98
	3	1.70	0.478	0.012	83	17	2	98
	7	1.73	0.412	0.012	83	17	2	98
ホセチル (含量値)	1	1.68	14.8	9.9	83	17	56	44
	3	1.70	14.6	9.7	83	17	55	45
	7	1.73	20.2	13.4	83	17	55	45
カスガマイシン	3	1.85	0.53	0.40	85	15	64	36
	7	1.73	0.44	0.36	85	15	70	30
	14	1.72	0.54	0.46	86	14	73	27
有機銅	10	1.72	7.86	0.06	84	16	1	99
	13	1.73	8.15	0.04	85	15	<1	100
	17	1.72	9.42	0.07	85	15	1	99

表 3. メロンの残存率一覧（続き）

宮崎

農薬名	経過日数 (日)	果実平均重量 (kg/個)	残留濃度 (mg/kg)		重量比		残存率 (%)	
			果実	果肉	果肉	果皮	果肉	果皮
ノニルフェノール スルホン酸銅	1	1.77	4.06	0.04	82	18	1	99
	3	1.83	3.35	0.02	84	16	1	99
	7	1.83	3.62	0.02	86	14	<1	100
ペノミル (カルベンダジム換算値)	1	1.77	0.581	0.017	82	18	2	98
	3	1.83	0.490	0.014	84	16	2	98
	7	1.83	0.474	0.016	86	14	3	97
ホセチル (含量値)	1	1.77	19.9	18.4	82	18	76	24
	3	1.83	18.7	17.3	84	16	78	22
	7	1.83	23.3	20.5	86	14	76	24
カスガマイシン	3	1.77	0.75	0.44	83	17	49	51
	7	1.80	0.82	0.48	84	16	49	51
	14	1.82	0.63	0.42	84	16	56	44
イミダクロプリド	3	1.77	0.20	0.02	83	17	8	92
	7	1.80	0.15	0.02	84	16	11	89
	14	1.82	0.11	0.02	84	16	15	85
有機銅	10	1.54	6.23	0.06	81	19	1	99
	13	1.64	5.42	0.05	84	16	1	99
	17	1.64	6.97	0.02	86	14	<1	100

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

本事業は5年間ですいか70農薬、メロン75農薬について作物残留試験を実施した。そのうち両作物に概ね共通施用条件で処理した47農薬について、同一PHIにおける両作物の果実残留濃度の比率（すいか残留濃度／メロン残留濃度）を圃場別に求めた。残留値が定量限界未満の場合は、定量限界相当として解析した。その結果を図3に示す。47農薬の水溶解度は $<0.001\sim7.64\times10^5$ mg/L の範囲であり、横軸には各農薬を水溶解度の対数値（log WS）で示し、水溶解度順に並べた。そして、農薬毎に最短PHI、中間PHI、最長PHIの濃度比を示した。

各農薬の濃度比は概ね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した。そして、47農薬の残留濃度比の総平均は、茨城で36%、高知で41%、宮崎で40%であり、圃場間で大きな違いは無かった。

比較的水溶解度の低い農薬（log WS=-3.00～0.30）では全体的に濃度比が高くなっており、100%を超える場合も見られた。一方、水溶解度の比較的高い農薬（log WS=0.31～5.88）では全体的に濃度比が低くなり、両作物の濃度差が大きくなった。この傾向は3圃場で見られた。その原因を解明することは困難であるが、最短PHI試料においても両作物の濃度差が大きかったことから、果実表面への農薬の付着量の違いによって果実残留濃度に差が生じたものと考えられた。農薬の付着量の違いは、栽培形態や果実重量の違い、果実表面への農薬の付着量の違い、農薬の水溶解度の違い等が複合的に関与したためと考えられた⁷⁾。

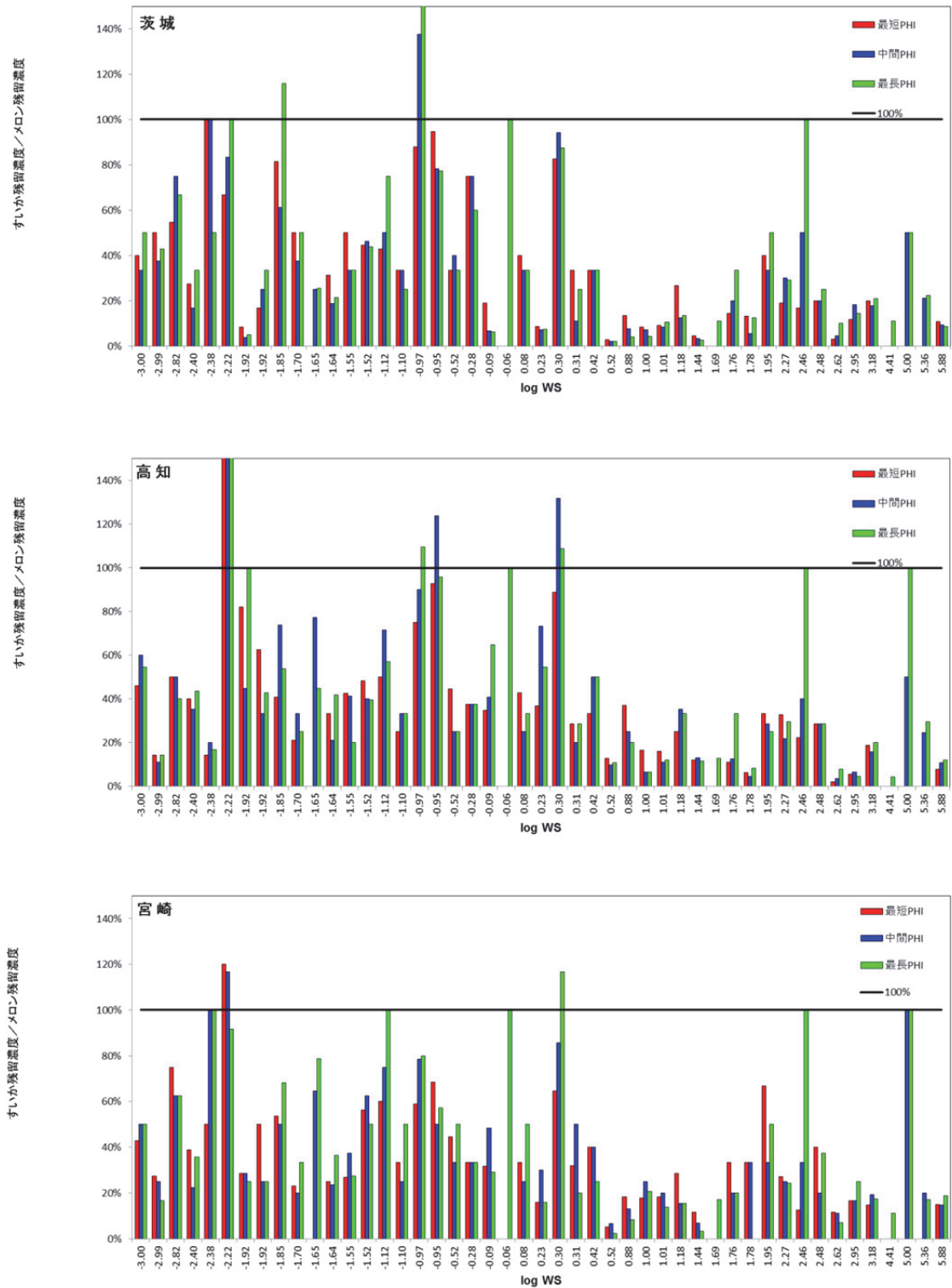


図 3. メロン果実残留濃度に対するすいか果実残留濃度の比（水溶解度順）

6. 中央値及び有意差検定の解析

作物グループ単位での残留性評価は、農薬残留、食品としての利用部位、植物学的特性及び栽培方法が類似していることなどを考慮する必要がある。そして、同一の使用基準（GAP）に従って農薬を使用することを前提として、作物群に含まれる2種類以上の代表作物の作物残留試験データをもとに、作物群内の残留濃度の程度が大きく異なることを検証できる場合に行われる⁸⁾。さらに、作物群を代表する農作物の選定においては、残留濃度が最も高くなる可能性が高い作物を含むことや、生産、消費の観点から「重要」と考えられる作物を含むことや、収穫物の形態、生育特性、病虫害の発生状況及び可食部について、同一作物群の他の作物とよく類似している作物を含むことなども考慮する必要がある⁹⁾。

3 農薬での限定的な調査結果ではあるが、ウリ科果菜類5作物の残留傾向は『メロン≧しろうり≧きゅうり＝かぼちゃ＞すいか』の順であり、5作物の中で残留濃度が高くなる可能性が高い作物はメロンであった¹⁰⁾。又、すいかは生産量が年間30万トン以上であり¹¹⁾、メロンと栽培形態、大きさや形が類似している。残留傾向や生産量の観点から、すいか及びメロンは重要な作物と考えられる。

一方、FAO/WHO 合同残留農薬専門家会議（JMPR）は、以下の考え方でグループ MRL を提案している¹²⁾。

- ①統計学的に異なる母集団に由来するとは見なせないと判断できる場合は、各作物の残留データを合わせてグループ MRL を設定する。
- ②統計学的に異なる母集団に由来すると判断される場合でも、作物群における各代表作物の残留データの中央値の比が5以下であれば、残留濃度が最も高い作物の残留データを用いてグループ MRL を設定する（用いる残留データは8例以上必要）。8例以上の残留データが無い場合は、個別に MRL を設定する。
- ③作物群における各代表作物の残留データの中央値の比が5以上になる作物は、原則としてグループ MRL に含めない。
- ④中央値の比が5以上異なる作物がグループ内に複数ある場合は、グループ内の代表作物を再考する必要がある。

そこで両作物に概ね共通条件で処理した47農薬の果実残留濃度を用いて同一 PHI における有意差検定（Mann-Whitney U test）や中央値の比較を行った。その一覧を表4に示す。本事業は3圃場での残留試験のため、平均残留値（n=3）ではなく個別の実測値（n=6）を用いて解析した。残留値が定量限界未満であったものは定量限界相当として解析した。

各 PHI における中央値の比が5以下であったのは90例（68%）であった。又、統計学的解析の結果は、107例で有意差が認められ、有意差が認められなかった24例は、比較的水溶性の低い農薬（2 mg/L 以下）に集中していた。

グループ登録時の代表作物としてメロンとすいかを選定することに何ら問題無いと判断される農薬、即ち、全ての PHI で残留濃度の中央値の比が5以下で、且つ統計学的にも

同一母集団と見なせる農薬は、シハロトリン、ペルメトリン、シアゾファミド、ファモキサドン、ミルベメクチン、クレソキシムメチル、ポリオキシシン複合体の 7 農薬であった。そして、統計学的には同一母集団と見なすことは難しいが、概ね各 PHI での残留濃度の中央値の比が 5 以下である農薬は、ビフェントリン、フルバリネート、フルフェノクスロン、シペルメトリン、クロルフルアズロン、フェンプロパトリン、アクリナトリン、エトフェンプロックス、フェンピロキシメート、シフルメトフェン、フルベンジアミド、エトキサゾール、トラロメトリン、シエノピラフェン、シフルフェナミド、TPN、アバメクチン、イミベンコナゾール、ビフェナゼート、テブフェンピラド、ジフェノコナゾール、シメコナゾール、スピノサド、チアクロプリド、ピメトロジン、クロチアニジン、カスガマイシンの 27 農薬であった。又、全ての PHI で中央値の比が 5 を超えたが、一部の PHI で統計学的に同一母集団と見なせる農薬は、ダイアジノンの 1 農薬であった。総計 35 農薬 (74%) で、両作物の残留データを合わせたグループ MRL 設定の可能性が示唆された。

逆に、グループ登録時の代表作物としてメロンとすいかを選定することが難しいと判断される農薬、即ち、全ての PHI で残留濃度の中央値の比が 5 よりも大きく、且つ統計学的にも異なる母集団と見なされる農薬は、ピリダベン、キャプタン、ペンチオピラド、PAP、トリフルミゾール、アラニカルブ、ジメトモルフ、BPMC、シモキサニル、DBEDC、メタラキシル M、イミノクタジンアルベシル酸塩の 12 農薬であり、比較的水溶性の高い農薬に集中する傾向が見られた。

表 4. すいか及びメロンの果実中農薬残留データの比較

一般名	水溶解度 (mg/L)	log WS ^a	中央値比 ^b			Mann-Whitney U test ^c		
			最短 PHI	中間 PHI	最長 PHI	最短 PHI	中間 PHI	最長 PHI
ビフェントリン	0.001	−3.00	2.7	2.0	2.0	*	*	*
フルバリネート	0.00103	−2.99	2.8	2.7	3.5	*	*	*
フルフェノクスロン	0.00152	−2.82	1.8	1.1	1.8	*	—	*
シベルメトリン	0.004	−2.40	3.1	4.8	3.0	*	*	*
シハロトリン ^e	0.0042	−2.38	2.0	1.0	2.0	—	—	—
ペルメトリン	0.006	−2.22	1.1	1.2	1.2	—	—	—
ピリダベン	0.012	−1.92	6.0	14	10	*	*	*
クロルフルアズロン ^e	0.012	−1.92	3.0	4.0	4.0	*	*	*
フェンプロパトリン	0.0141	−1.85	1.3	1.6	1.0	*	—	—
アクリナトリン	0.02	−1.70	3.5	3.3	3.0	*	*	*
エトフェンプロックス ^d	0.0225	−1.65		2.2	1.7		—	*
フェンピロキシメート	0.0231	−1.64	3.2	4.3	3.0	*	*	*
シフルメトフェン	0.0281	−1.55	2.7	2.7	3.7	*	*	*
フルベンジアミド	0.0299	−1.52	2.1	1.6	2.4	*	*	*
エトキサゾール	0.0754	−1.12	1.8	2.0	1.3	*	*	—
トラロメトリン ^e	0.08	−1.10	3.0	3.0	3.0	*	*	*
シアゾファミド	0.107	−0.97	1.1	1.4	1.6	—	—	—
ファモキサドン	0.111	−0.95	1.1	1.2	1.3	—	—	—
シエノピラフェン	0.3	−0.52	3.3	3.0	3.0	*	*	*
シフルフェナミド	0.52	−0.28	2.3	2.0	2.0	*	*	*
TPN	0.81	−0.09	4.9	4.7	9.7	*	*	*
ミルベメクチン ^{d,e}	0.88	−0.06			1.0			—
アバメクチン ^e	1.21	0.08	3.0	4.0	3.0	*	*	*
イミベンコナゾール	1.7	0.23	7.1	3.4	7.5	*	*	*
クレソキシムメチル	2	0.30	1.2	1.1	1.1	—	—	—

^a 水溶解度の対数値

^b 同一経過日数での果実中残留濃度の比

^c —：有意差無し，*：5%又は1%危険率で有意差有り

^d PHI がメロンとすいかで異なる箇所はデータ無し

^e 不検出は定量限界相当（0.01 mg/kg）として解析

表 4. すいか及びメロンの果実中農薬残留データの比較（続き）

一般名	水溶解度 (mg/L)	log WS ^a	中央値比 ^b			Mann-Whitney U test ^c		
			最短 PHI	中間 PHI	最長 PHI	最短 PHI	中間 PHI	最長 PHI
ビフェナゼート	2.06	0.31	3.1	3.6	4.3	*	*	*
テブフェンピラド	2.61	0.42	3.0	3.0	3.0	*	*	*
キャプタン	3.3	0.52	33	40	48	*	*	*
ペンチオピラド ^e	7.53	0.88	6.8	8.7	20	*	*	*
PAP	10	1.00	6.0	14	15	*	*	*
トリフルミゾール	10.2	1.01	6.6	6.3	7.3	*	*	*
ジフェノコナゾール	15	1.18	3.8	8.5	7.5	*	*	*
アラニカルブ	27.7	1.44	9.0	16	41	*	*	*
ジメトモルフ ^d	49.2	1.69			7.5			*
シメコナゾール	57.5	1.76	7.0	5.0	3.0	*	*	*
ダイアジノン ^e	60	1.78	12	18	8.0	*	*	—
スピノサド	89	1.95	2.5	3.0	2.0	*	*	*
チアクロプリド	185	2.27	3.8	3.6	3.7	*	*	*
ピメトロジン	290	2.46	6.0	2.0	1.0	*	*	—
クロチアニジン	304	2.48	3.5	3.7	2.7	*	*	*
BPMC	420	2.62	32	22	13	*	*	*
シモキサニル	890	2.95	8.5	5.5	7.0	*	*	*
DBEDC ^e	1530	3.18	6.6	5.8	5.8	*	*	*
メタラキシル M ^{d,e}	26000	4.41			9.0			*
ポリオキシン複合体 ^{d,e}	100000	5.00		2.0	1.0		—	—
カスガマイシン ^d	228000	5.36		4.1	3.4		*	*
イミノクタジン	764000	5.88	6.8	6.8	5.3	*	*	*
アルベシル酸塩								

^a 水溶解度の対数値^b 同一経過日数での果実中残留濃度の比^c —：有意差無し，*：5%又は1%危険率で有意差有り^d PHI がメロンとすいかで異なる箇所はデータ無し^e 不検出は定量限界相当（0.01 mg/kg）として解析

[考察]

すいか 25 農薬，メロン 13 農薬について 3 圃場で作物残留試験を実施し，果肉と果実の残留濃度を求めた。尚，当該試験における残留分析法は，厚生労働省より通知されている個別試験等の公示分析法を参照し，同一試験区に混用散布された複数農薬を迅速に分析するため，ミニカラム等での精製条件を最適化し（原則として抽出条件は通知試験法準拠），LC-MS/MS 等を用いて定量する簡便な方法を検討した。一部例外としてポリオキシシンは生物検定法で実施した。妥当性確認により真度，精度及び選択性等について良好な結果を確認した上で各実試料の分析に適用した。

すいかは茨城及び宮崎は地ばい栽培，高知は立体栽培で実施し，メロンは 3 圃場とも立体栽培で実施した。いずれも施設栽培で実施し，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。すいかは試験区や PHI の違いによって果実平均重量に違いが見られ，茨城試料は PHI に伴って平均重量が増大した。高知試料は平均重量の増大が小さく，栽培期間中に果実の裂果が見られた。宮崎試料についても一部の試料で裂果が発生し，果実平均重量は他の 2 圃場に比べて小さかった。圃場間における果実平均重量の違いは，高知圃場における栽培期間の気象条件が他圃場と異なったためと考えられた。メロンについては，圃場間で果実平均重量に違いは見られなかったが，高知は果実表面のネットが形成された状態から散布が始まり，散布期間中に果実の肥大はほとんど無かった。一方，茨城，宮崎はネットが形成される前から散布が始まり，散布期間中にネットの形成や果実の肥大が見られた。

多くの農薬は試験期間を通して果肉試料には検出されず，検出された場合でもその残留レベルは概ね定量限界の 5 倍以内であった。果実試料で高い残留傾向を示した農薬が果肉試料で検出される傾向が見られ，最長 PHI まで検出される場合も見られた。一方，カスガマイシン及びホセチルは，他調査対象農薬とは異なる残留傾向を示し，果実と果肉試料での残留レベルが同等であった。カスガマイシンはメロンの一部試料で現行の残留農薬基準を超過したが，それ以外の農薬は全て基準値未満であった。果実試料ではすいかのポリオキシシン及びミルベメクチンは，全ての PHI で定量限界未満であったが，それ以外の農薬は概ね試験期間を通して検出され，残留傾向はすいかの方がメロンより低くなる傾向を示した。そして，両作物とも高知試料の残留濃度が他の 2 圃場試料に比べて高くなる傾向を示した。高知試料は栽培形態や散布期間中の果実表面のネット形成時期の違いにより，茨城及び宮崎試料と比べて果実への農薬付着量が多くなったためと考えられた。又，高知圃場は両作物とも秋季に実施し，茨城及び宮崎圃場での気象条件と大きく相異したことも残留傾向が異なった要因と考えられた。両作物の残留濃度は概ね PHI に伴って減衰傾向を示し，最長 PHI で最低値を示す場合が多く見られた。さらに，果肉と果皮の残存率の解析により，両作物とも多くの農薬は果皮に 80%以上残存しており，散布された農薬は主に果実表面に残留していることを確認した。

JMPR は、以下のいずれかを満たす場合に、「作物中の農薬の残留の程度が大きく異ならない」とみなし、グループ MRL の提案を行っている¹²⁾。(a) 各代表作物の作物残留試験データについて、統計学的に同一母集団と見なせる場合、又は (b) 作物群における各代表作物の作物残留試験データの中央値のうち、最大値と最小値の比が 5 以下である場合。本事業では、すいか 70 製剤、メロン 75 製剤の作物残留試験を実施し、果実中残留濃度を取得した。ウリ科果菜類に属するすいか及びメロンは残留傾向や生産量の観点から代表作物となる可能性が考えられることから、両作物に概ね共通の施用条件で処理した 47 農薬の計 132 例について両作物の中央値の比と統計学的解析を実施した。その結果、統計学的解析では 25 例 (19%) が同一母集団として有意差無しと判定され、中央値の比が 5 以下であったのは 90 例 (68%) であった。最終的に (a) 又は (b) のいずれかの要件を概ね満たした農薬は総計 35 (74%) あり、これらについては、両作物の残留データを合わせたグループ MRL 設定の可能性が示唆された。一方、(a) と (b) のいずれの要件も満たさない農薬、即ち全ての PHI で残留濃度の中央値の比が 5 より大きく、且つ統計学的にも異なる母集団と見なされる農薬は 12 農薬 (26%) あり、比較的水溶性の高い農薬に集中する傾向が見られた。両作物の果実表面は、すいかは滑らかな形状であるのに対し、メロンは網の目の形状であり、共通条件で散布した場合、すいかよりメロンの方が果実表面への農薬付着量が多くなるものと考えられる。両作物の残留濃度比を比較したところ、概ねすいかの方がメロンより低い残留傾向を示し、水溶性の比較的高い農薬ではその濃度比が大きくなる傾向を示した。この傾向はいずれの圃場でも確認され、中央値の比が 5 を超えた農薬は、水溶性の高い農薬に集中していた。

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、果実表面への農薬の付着量が、果実全体での残留濃度に大きな影響を及ぼすものと考えられた。

[まとめ]

本事業は5年間ですいか70製剤、メロン75製剤の作物残留試験し、果実及び果肉の残留濃度を求めた。別調査事業（調理加工試験）で得られた残留データを加えると、すいか82製剤、メロン87製剤の果実データを取得した。多数の農薬残留データを効率的に取得した為、必ずしも個々の農薬に最適な採取時点が設定されていない場合もあったが概ね全ての農薬の最長 PHI での残留値は最低値を示した。そして、作物グループ化に際して必要となる果実（国際標準）と果肉（国内慣行）中での最高残留濃度の関係性に関する知見を得ることが出来た。すいか82製剤、メロン87製剤の内、両作物に適用がある農薬数は75製剤であり、その内44製剤は施用条件が同一であった（表5）。一方、31製剤は両作物での登録内容が相異しており、その内8製剤はCodex等で残留データ評価可能とされる範囲の施用条件の相異（25%ルール¹³⁾）であったが、残りの23製剤は登録内容が大きく相異していた（表6）。そして、すいかのみに適用があるものは8製剤（表7）、メロンのみが13製剤（表8）であった。

本事業において概ね共通施用条件で処理した47農薬について、両作物の同一 PHI における果実残留濃度の中央値の比較と、統計学的解析を行った結果、各 PHI における中央値の比が5以下であったのは全体の68%、統計学的解析において有意差が認められなかったのは全体の19%であった。最終的に両作物の残留データを合わせた35農薬がグループ MRL 設定の可能性が示唆された。逆に、グループ化が困難と判断されたのは12農薬であり、その要因はすいかでの残留濃度がメロンよりも低い為であった。

今年度の事業では、すいか25製剤及びメロン13製剤について作物残留試験を実施し、果実及び果肉中での残留濃度を求めた。この調査結果は、我が国で新たに策定する作物分類に基づく農薬登録や、現行の残留農薬基準の国際調和を図るための基礎として活用されることが期待される。

表 5. すいか及びメロンに同一施用条件で適用がある農薬製剤リスト

コード	対象化合物			登録内容			
	一般名	農薬会社	農薬名	濃度	希釈倍数 使用量	使用 時期	使用 回数
* S28-9	DBEDC	米澤化学	サンヨール	20.0%	500倍	収穫前日	4回
* S28-17	TPN	SDS	ダコニール1000	40.0%	700倍	収穫3日前	5回
(*) S24補助-2	アセキシル	アグロネショウ	カネマイトフロアブル	15.0%	1000倍	収穫前日	1回
(*) S25補助-1	アゾキシストロビン	シンジエンタジャパン	アミスターフロアブル	20.0%	2000倍	収穫前日	4回
* S28-16	アバメクチン	シンジエンタジャパン	アグリメック	1.8%	500倍	収穫前日	3回
* S25-1	アラカルブ	大塚アグリ	オリオン水和剤	40.0%	1000倍	収穫前日	5回
(*) S24補助-3	イブロシオン	エフ・エム・シー	ロブラール水和剤	50.0%	1000倍	収穫前日	4回
* S25-2	イミベンコナゾール	北興化学工業	マネージDF	30.0%	2000倍	収穫前日	4回
* S24-2	エキザゾール	協友アグリ	ハロックフロアブル	10.0%	2000倍	収穫前日	2回
* S28-22	キャブタン	アリスケイサイエンス	オノサイト水和剤80	80.0%	400倍	収穫14日前	5回
* S24-3	クロキシメチル	BASFジャパン	ストロビーフロアブル	44.2%	2000倍	収穫前日	3回
* S26-3	クロチアニジン	住友化学	ダントツ水溶剤	16.0%	2000倍	収穫前日	3回
* S28-21	クロルフルアスロン	石原産業	アタロン乳剤	5.0%	2000倍	収穫14日前	3回
* S24-5	シアゾファミド	石原産業	ランマンフロアブル	9.4%	1000倍	収穫前日	4回
* S24-6	シエピラフェン	日産化学工業	スターマイトフロアブル	30.0%	2000倍	収穫前日	1回
* S28-2	シハロリン	シンジエンタジャパン	サイハロ乳剤	5.0%	2500倍	収穫前日	1回
* S28-3	ジフェノコナゾール	シンジエンタジャパン	スコア顆粒水和剤	10.0%	2000倍	収穫前日	3回
* S24-7	シフルメナミド	日本曹達	ハンジョウDF顆粒水和剤	3.4%	1360倍	収穫前日	2回
* S24-8	シフルメトフェン	大塚アグリ	ダニサラバフロアブル	20.0%	1000倍	収穫前日	2回
* S28-5	シベルメトリン	住友化学	アグロシン乳剤	6.0%	1000倍	収穫前日	5回
* S25-4	シメコナゾール	三井化学アグロ	テーク水和剤	2.4%	600倍	収穫7日前	5回
* S24-9	シモキサニル	デュボン	ホライズントライフロアブル	30.0%	2500倍	収穫前日	3回
* S24-10	スピノサド	ダウケミカル	スピノエース顆粒水和剤	25.0%	5000倍	収穫前日	2回
* S26-7	タイアジノン	日本化薬	ダイアジノン乳剤	40.0%	700倍	収穫14日前	4回
* S28-15	チアクロプリド	バイエルクロップサイエンス	バリアート顆粒水和剤	30.0%	2000倍	収穫前日	3回
(*) S24補助-4	チアマトキサム	シンジエンタジャパン	アグタ顆粒水溶剤	10.0%	2000倍	収穫前日	3回
* S25-8	テブフェンピラド	日本農薬	ピラニカEW	10.0%	2000倍	収穫3日前	1回
* S28-4	トラロメリン	バイエルクロップサイエンス	スカウトフロアブル	1.4%	2000倍	収穫前日	5回
* S26-13	トリフルミゾール	日本曹達	トリフミン水和剤	30.0%	3000倍	収穫前日	5回
* S26-12	ニテンピラム (メロンは果実の既存データ有)	住友化学	ベストガード水溶剤	10.0%	1000倍	収穫7日前	3回
* S28-13	ビフェナゼート	日産化学工業	マトコネフロアブル	20.0%	1000倍	収穫前日	1回
* S25-9	ビフェントリン	エフ・エム・シー	テルスター水和剤	2.0%	1000倍	収穫前日	4回
* S26-10	ビリダベン	日産化学工業	サンマイトフロアブル	20.0%	1000倍	収穫3日前	2回
(*) S25-15	ビリダリル	住友化学	プレオフロアブル	10.0%	1000倍	収穫前日	2回
* S24-13	ファミキサドン	デュボン	ホライズントライフロアブル	22.5%	2500倍	収穫前日	3回
* S28-7	フェンピロキシメート	日本農薬	ダニロンフロアブル	5.0%	1000倍	収穫前日	3回
* S24-14	フェンプロパトリン	住友化学	ロディー乳剤	10.0%	1000倍	収穫前日	4回
(*) S25補助-6	フプロフェジン	日本農薬	アプロートエースフロアブル	20.0%	1000倍	収穫前日	3回
* S28-19	フルバリネット	日本農薬	マブリック水和剤20	20.0%	2000倍	収穫3日前	2回
* S28-14	フルベンジファミド	日本農薬	フェニックス顆粒水和剤	20.0%	2000倍	収穫前日	2回
(*) S24補助-6	フロニカミド	石原産業	ウララDF	10.0%	2000倍	収穫前日	2回
* S25-11	ベルメトリン	住友化学	アディオン乳剤	20.0%	2000倍	収穫前日	5回
* S25-14	ベンチオヒラド	三井化学アグロ	アフェットフロアブル	20.0%	2000倍	収穫前日	3回
(*) S24-15	ホスカルド	BASFジャパン	カンタストライフロアブル	50.0%	1000倍	収穫前日	3回

* 当該試験で調査した製剤 (括弧内は調理加工事業で調査した製剤)

表 6. すいか及びメロンに適用があるが施用条件が異なる農薬製剤リスト

コード		対象化合物		登録内容				
		一般名	農薬会社	農薬名	濃度	希釈倍数 使用量	使用 時期	使用 回数
*	S24-1 M24-1	アクリトリン	CBC	アーデント水和剤	3.0%	1000倍 750倍	収穫前日	5回
*	S26-2 M26-7	BPMC(フェノカルブ)	日本農薬	バッサ乳剤	50.0%	1500倍	収穫前日	3回 4回
*	S26-5 M26-10	PAP	日産化学工業	エルサン乳剤	50.0%	1000倍	収穫3日前	3回 4回
*	S26-15 M24-3	イミダジンアルベシル酸塩	日本曹達	ベルコート水和剤	40.0%	1000倍	収穫前日	4回 5回
*	S26-9 M25-4	エトフェンロックス	三井化学アグロ	トレホン乳剤	20.0%	1000倍	収穫3日前	3回 4回
*	S25-10 M25-13	フルフェノクスロン	BASFジャパン	カスケード乳剤	10.0%	2000倍	収穫7日前	4回 3回
*	S24-11 M25-12	ヒメトロン	シンジエンタジャパン	チェス顆粒水和剤	50.0%	5000倍 4000倍	収穫3日前	4回
(*)	S25補助-2 M25補助-2	フェナリモル	日産化学工業	ルビゲン水和剤	12.0%	10000倍	収穫3日前 収穫前日	4回
*	S26-11 M27-13	テトラホン	アグロネショウ	テデオン乳剤 テデオン水和剤	8.0% 18.0%	500倍	収穫7日前	2回
*	S26-8 M26-11	アセチプロト	日本曹達	モスビラン顆粒水溶剤	20.0%	2000倍 8000倍	収穫3日前	3回
*	S28-1 M26-15	イミダジン酢酸塩	日本曹達	ホリハリン水和剤	5.0%	1000倍 1500倍	収穫前日	4回 5回
*	S26-4 M26-12	MEP	住友化学	スミチオン乳剤	50.0%	700倍 1000倍	収穫3日前 収穫前日	6回 5回
*	S28-8 M28-11	カスガマイシン	北興化学工業	カスミンホルダー	5.7%	1000倍	収穫前日 収穫3日前	5回
*	S28-20 M28-8	ホリオキシン複合体	科研製薬	ホリオキシンAL水溶剤	50.0%	1000倍	収穫3日前 収穫前日	5回
*	S28-25 M28-7	ミルベメクテン	三井化学アグロ	コロマト乳剤	1.0%	1000倍	収穫7日前 収穫前日	2回
*	S25-13 M24-15	メタキシルM	シンジエンタジャパン	フロリオゴールドフロアブル	3.3%	800倍	収穫7日前 収穫3日前	3回
*	S28-12 M28-13	有機銅	アグロネショウ、 日本農薬	ドキリンフロアブル	35.0%	500倍	収穫前日 収穫10日前	5回
*	S28-6 M27-7	エマメクテン安息香酸塩	シンジエンタジャパン	アファーム乳剤	1.0%	1000倍	収穫前日	3回 2回
*	S28-18 M27-12	キノキサリン系	アグロネショウ	モレスタン水和剤	25.0%	2000倍	収穫3日前	5回 10回
*	S25-7 M27-9	チオファネートメチル	日本曹達	トップシンM水和剤	70.0%	1500倍	収穫前日	5回 3回
*	S26-14 M28-3	ベニル	住友化学	ベンレート水和剤	50.0%	2000倍	収穫前日	5回 3回
*	S28-23 M28-3	ジフルベンズロン	アグロネショウ	デミリン水和剤	23.5%	1000倍 1500倍	収穫7日前	3回
*	S25-5 M27-1	ジメトモルフ	BASFジャパン	フェステイハルC水和剤	15.0%	1000倍	収穫7日前 収穫前日	3回
*	S28-10 M28-6	マラソン	住友化学	マラソン乳剤	50.0%	1000倍	収穫前日	6回 3回
*	S28-24 M26-1	マンゼブ	ダウケミカル、 クアイ化学工業	ジマンダイセン水和剤	80.0%	400倍	収穫7日前	7回 5回
(*)	S25補助-5 M25補助-5	ルフェエヌロン	シンジエンタジャパン	マッチ乳剤 アファームエクスラ顆粒水和剤	5.0% 2.5%	2000倍 1000倍	収穫前日	2回
(*)	S25補助-4 M25補助-4	フルジオソニル	シンジエンタジャパン	セイビアーフロアブル20	20.0%	1000倍 2000倍	収穫前日	3回
(*)	S25補助-3 M25補助-3	ミクロブチル	ダウケミカル	ラー水和剤	10.0%	4000倍 6000倍	収穫前日	5回 3回
*	S25-3	ジノテフラン	三井化学アグロ	スタークル顆粒水溶剤	20.0%	2000倍	収穫7日前 収穫3日前	2回
(*)	M24補助-2	DMTP	全農	スプラサイト水和剤	36.0%	1000倍	収穫3日前	5回
*	M26-9	プロシトロン(スイカは果実の既存データ有)	住友化学	スミレックス水和剤	50.0%	1000倍 2000倍	収穫21日前 収穫前日	2回 3回
*	M26-5							

すいかの登録内容を上段に示し、相異なるメロンの施用条件を下段に表示

* 当該試験で調査した製剤(括弧内は調理加工事業で調査した製剤)

赤字はすいかとメロンで相異なる使用条件

表 7. すいかのみに適用がある農薬製剤リスト

コード	対象化合物		登録内容				
	一般名	農薬会社	農薬名	濃度	希釈倍数 使用量	使用 時期	使用 回数
* S24-4	クロルフェナピル	日本農薬	ゴツフロアブル	10.0%	2000倍	収穫前日	2回
* S24-12	ピラクロストロビン	BASFジャパン	シグナムWDG	6.7%	1500倍	収穫前日	3回
* S25-6	スピロメシフェン	バイエル	ダニゲッターフロアブル	30.0%	2000倍	収穫前日	2回
* S25-12	マンジプロバミド	シンジエタジャパン	レーバースフロアブル	23.3%	2000倍	収穫前日	2回
* S26-1	プロベネブ	バイエル	アントラコール顆粒水和剤	70.0%	400倍	収穫前日	4回
* S26-6	EPN	日産化学工業	EPN乳剤	45.0%	1000倍	収穫30日前	4回
* S28-11	ジチアノ	BASFジャパン	テラント水和剤	50.0%	700倍	収穫前日	5回
(*) S24補助-5	トルフェンピラト	日本農薬	ハチハチ乳剤	15.0%	1000倍	収穫前日	2回

* 当該試験で調査した製剤(括弧内は調理加工事業で調査した製剤)

表 8. メロンのみに適用がある農薬製剤リスト

コード	対象化合物		登録内容				
	一般名	農薬会社	農薬名	濃度	希釈倍数 使用量	使用 時期	使用 回数
* M24-16	メバニピリム	クアアイ化学工業	フルビカフロアブル	40.0%	2000倍	収穫前日	4回
* M25-1	アミスルプロム	日産化学工業	ライメイフロアブル	17.7%	2000倍	収穫前日	4回
* M25-11	トリホリン	住友商事	サブロー乳剤	18.0%	2000倍	収穫前日	6回
* M25-14	ベンチアバリカルブイソプロピル	クアアイ化学工業	プロホース顆粒水和剤	5.0%	1000倍	収穫3日前	5回
* M25-16	レピメクチン	三井化学アグロ	アネキ乳剤	1.0%	2000倍	収穫前日	4回
* M26-4	ヘキシチアゾクス	日本曹達	ニッソラン水和剤	10.0%	2000倍	収穫3日前	2回
* M26-6	シロマジン	シンジエタジャパン	トリガード液剤	8.7%	1000倍	収穫前日	3回
* M26-8	1-ナフレン酢酸ナトリウム	アグロカネショウ	アークランド液剤	0.2%	1000倍	収穫3日前	2回
* M28-2	ノニルフェノールスルホン酸銅	米澤化学	ヨネホ水和剤	40.0%	500倍	収穫前日	4回
* M28-5	ホセチル	バイエルクロップサイエンス	アリエック水和剤	80.0%	800倍	収穫前日	3回
* M28-12	イミダクロプリド	バイエルクロップサイエンス	アドマイヤーフロアブル	20.0%	2000倍	収穫3日前	3回
(*) M24補助-1	クロマフェジト	日本化薬	マトリックフロアブル	5.0%	2000倍	収穫前日	3回
(*) M24補助-4	ヒリプロキシフェン	住友化学	ラノー乳剤	10.0%	1000倍	収穫前日	4回

* 当該試験で調査した製剤(括弧内は調理加工事業で調査した製剤)

[参考資料]

- 1) 食安発 1003 第 1 号, 平成 26 年 10 月 3 日付け, 厚生労働省医薬食品局食品部長通知
- 2) 農薬の作物残留性に関する基礎研究: 既登録農薬のびわにおける残留性に関する研究
カスガマイシンの機器分析法 一般財団法人残留農薬研究所 (2014 年)
- 3) 食安発 0116 第 1 号, 平成 29 年 1 月 16 日付け, 医薬・生活衛生局生活衛生・食品安全
部長通知
- 4) 「スイカ及びメロンの果実表面への農薬付着量の比較」, 長田拓也^他: 日本農薬学会第 41
回大会, 松江 (2016 年 3 月)
- 5) カスガマイシン農薬抄録 独立行政法人農林水産消費安全技術センター,
<http://www.acis.famic.go.jp/syouroku/kasugamycin/index.htm> (2017 年 1 月 13 日閲覧)
- 6) ホセチル農薬評価書 (案) 食品安全委員会 (2015 年), 2017 年 1 月 13 日閲覧
- 7) 「スイカ及びメロンにおける果実残留濃度に関する検討」, 長田拓也^他: 第 37 回農薬残留
分析研究会, 仙台 (2014 年 10 月)
- 8) 「国際的なグループ MRL の設定の考え方」, 農林水産省ホームページ,
http://www.maff.go.jp/j/nouyaku/n_info/standard/group_mrl.html (2017 年 1 月 7 日閲覧)
- 9) 「代表作物の選定と作物群に対する農薬登録を行う際の原則」, 農林水産省ホームページ,
http://www.maff.go.jp/j/nouyaku/n_sassin/group/daihyo_sakumotu/gensoku.html (2017 年 1 月
7 日閲覧)
- 10) 「うり科果菜類の作物グループ化に関する基礎調査」, 富山成人^他: 第 36 回農薬残留分
析研究会, 秋田 (2013 年 10 月)
- 11) 「作況調査 (野菜)」, 農林水産省ホームページ,
http://www.maff.go.jp/j/tokei/kouhyou/sakumotu/sakkyou_yasai/index.html (2017 年 1 月 7 日
閲覧)
- 12) JMPR FAO/WHO Meeting on Pesticide Residues (JMPR) 2013 Report: General Consideration
2.9 Guidance for Estimating Pesticide Residue Levels for Commodity Groups
- 13) Submission and evaluation of pesticide residues data for the estimation of maximum residue
levels in food and feed, Rome, 2009 (Second edition) : FAO PLANT PRODUCTION AND
PROTECTION PAPER 197