

平成 29 年度 堆肥中に含まれるクロピラリド濃度の調査結果

1 調査対象及び点数

(1) 調査対象

国内で生産されている牛ふん堆肥、豚ふん堆肥、鶏ふん堆肥及び馬ふん堆肥を対象として試料を採取しました。

なお、堆肥の流通の実態として、堆肥の生産届出を出さずに自らの圃場に施用しているものや相対で取引しているものが多く存在することから、平成 28 年度の調査に比べて、届出を行っていない畜産農家にも調査対象を拡大しています。

(2) 調査点数

以下のとおりの点数（計 346 点）をサンプリングし、分析調査しました。

牛ふん堆肥全体	215 点 (163 点)
主に乳用牛のふん尿を原料としたもの	49 点 (85 点)
主に肉用牛（肥育）のふん尿を原料としたもの	57 点 (52 点)
主に肉用牛（繁殖）のふん尿を原料としたもの	46 点 (22 点)
主に肉用牛（肥育・繁殖一貫）のふん尿を原料としたもの	45 点 (9 点)
様々な種類の牛ふんを原料としたもの又は不明なもの	18 点 (0 点)
豚ふん堆肥	59 点 (0 点)
鶏ふん堆肥	54 点 (0 点)
馬ふん堆肥	18 点 (0 点)
合計	346 点 (163 点)

括弧内の数字は、平成 28 年度の調査点数。平成 28 年度の調査では、2 つの原料を同じ割合で混合したものは、両方に計上したため、原料別の調査点数の合計は堆肥全体の調査点数と一致しない。

2 試料の採取及び分析（詳細は参考）

(1) 試料の採取

地域的に偏りが生じないように、生産者届出を行っている業者数を基に各都道府県に調査点数を配分しました。採取の際には、堆肥の生産届出を行っていない畜産農家も対象にしました。平成 29 年 11 月から平成 30 年 2 月の間に、当該生産者が保管している出荷可能な堆肥から試料を採取しました。

(2) 試料の分析

試料の分析は、平成 29 年度に国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構農業環境変動研究センターが確立した「牛ふん堆肥中クロピラリドの高感度分析法(参考法)」により、独立行政法人農林水産消費安全技術センター及び（一社）日本海事検定協会が実施しました。この分析法は現在その妥当性を確認中であるため、分析結果等については全て参考値です。なお、妥当性が確認された際には、その旨公表いたします。

今回の調査における当該分析法の検出下限値及び定量下限値は以下のとおりでした。

検出下限値：0.00012～0.00073 mg/kg FW

定量下限値：0.00030～0.0019 mg/kg FW

(注) 試料ごとに、製品及び分析用試料の水分含量が異なるため、検出下限値及び定量下限値に相違が生じます。

3 調査結果

① 牛ふん堆肥

乳用牛のふん尿を原料とした堆肥のクロピラリド濃度の中央値は、平成 28 年度の調査では<0.0080 mg/kg で、平成 29 年度の調査では 0.0049 mg/kg でした。また、肉用牛（肥育）のふん尿を原料とした堆肥のクロピラリド濃度の中央値は、平成 28 年度の調査では 0.031 mg/kg で、平成 29 年度の調査では 0.034 mg/kg でした。平成 28 年度と 29 年度の間における乳用牛と肉用牛（肥育）各々のクロピラリド濃度を解析したところ、統計学的に有意な差は認められませんでした（Wilcoxon の順位和検定：P<0.01）。

また、肥育牛のふん尿を原料とした堆肥は、乳用牛のふん尿を原料とした堆肥よりもクロピラリド濃度が統計学的に有意に高く、この傾向は昨年度の調査結果と変わりませんでした（Wilcoxon の順位和検定：P<0.01）。

①－1 乳用牛のふん尿を主な原料とした堆肥

乳用牛のふん尿を主な原料とした堆肥では、約 8 割の試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。クロピラリド濃度の中央値は 0.0049 mg/kg、最大値は 0.033 mg/kg でした。

①－2 肉用牛（肥育）のふん尿を主な原料とした堆肥

肉用牛（肥育）のふん尿を主な原料とした堆肥では、2 点を除く全ての試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。クロピラリド濃度の中央値は 0.034 mg/kg、最大値は 0.13 mg/kg でした。

①－3 肉用牛（繁殖）のふん尿を主な原料とした堆肥

肉用牛（繁殖）のふん尿を主な原料とした堆肥では、85%の試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。クロピラリド濃度の中央値は 0.0076 mg/kg、最大値は 0.058 mg/kg でした。

①－4 肉用牛（肥育・繁殖一貫）のふん尿を主な原料とした堆肥

肉用牛（肥育・繁殖一貫）のふん尿を主な原料とした堆肥では、1 点を除く全ての試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。クロピラリド濃度の中央値は 0.024 mg/kg、最大値は 0.38 mg/kg でした。

② 豚ふん堆肥

豚ふん堆肥では、9 割の試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。ク

ロピラリド濃度の中央値は 0.0080 mg/kg、最大値は 0.042 mg/kg でした。

③ 鶏ふん堆肥

鶏ふん堆肥では、約 9 割の試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。クロピラリド濃度の中央値は 0.0050 mg/kg、最大値は 0.099 mg/kg でした。

④ 馬ふん堆肥

馬ふん堆肥では、約 8 割の試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。クロピラリド濃度の中央値は 0.0065 mg/kg、最大値は 0.098 mg/kg でした。

(別紙)
堆肥中のクロピラリド濃度

(単位: mg/kg DW)

調査対象 主な原料	調査点数	定量下限以上の点数		検出下限以上 定量下限未満 の点数	検出下限未 満の点数	集計にあたり除 外した点数 ³⁾	最小値	最大値	中央値	平均値 ¹⁾	平均値 ²⁾
			検出率								
牛ふん堆肥全体	215	196	91%	10	9	0	< 0.0001	0.38	0.010	0.023	0.023
主に乳用牛のふん尿を原料としたもの	49	40	82%	6	3	0	< 0.0003	0.033	0.0049	0.0070	0.0072
主に肉用牛(肥育)のふん尿を原料としたもの	57	55	98%	1	1	0	< 0.0005	0.13	0.034	0.037	0.037
主に肉用牛(繁殖)のふん尿を原料としたもの	46	39	85%	2	5	0	< 0.0004	0.058	0.0076	0.011	0.012
主に肉用牛(肥育・繁殖一貫)の尿ふんを原料としたもの	45	44	98%	1	0	0	< 0.0004	0.38	0.024	0.036	0.036
様々な種類の牛ふんを原料としたもの又は不明なもの	18	18	100%	0	0	0	0.0010	0.074	0.0070	0.014	0.014
豚ふん堆肥	59	53	90%	2	1	3	< 0.0005	0.042	0.0080	0.011	0.011
鶏ふん堆肥	54	48	89%	1	1	4	< 0.0008	0.099	0.0050	0.0084	0.0084
馬ふん堆肥	18	14	78%	3	1	0	< 0.0005	0.098	0.0065	0.013	0.013

定量下限値 : 0.0003~0.002mg/kg 検出下限値 : 0.0001~0.0007mg/kg

※ 試料ごとに、製品及び分析用試料の水分含量が異なるため、検出下限値及び定量下限値に相違が生じる。

平均値¹⁾: 定量下限値未満のクロピラリド濃度を「0」として算出した。なお、検出下限未満のものは「0」とした。

平均値²⁾: 定量下限値未満のクロピラリド濃度を「定量下限値」として算出した。なお、検出下限未満のものは「0」とした。

集計にあたり除外した点数³⁾: 豚ふんにおいて牛ふんが混入した堆肥が3点、鶏ふんにおいて妨害ピークが存在し測定不能だったものが3点、牛ふんが混入していたものが1点存在した。

堆肥のクロピラリド含有量の分布について

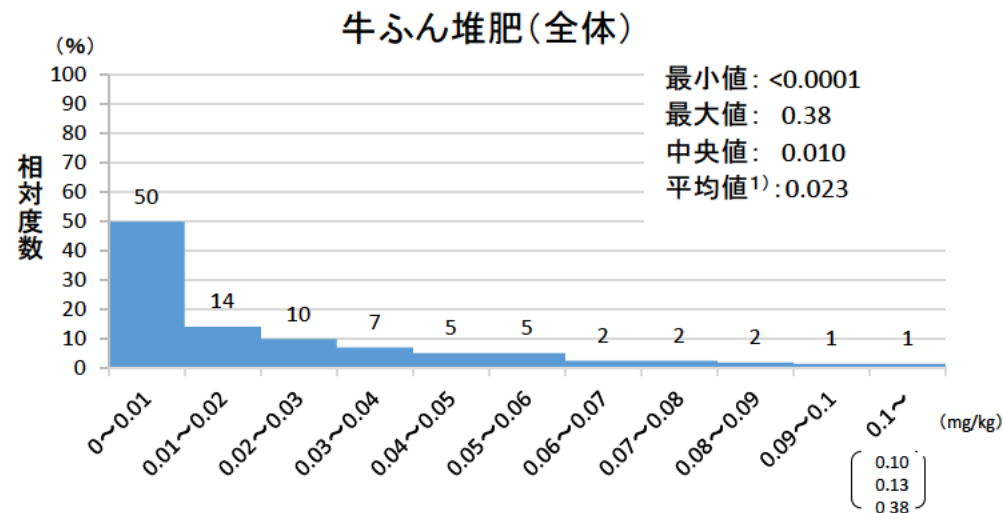
対象:各都道府県でサンプリングされた各種堆肥 計346点

分析者:(独)農林水産消費安全技術センター (一社)日本海事検定協会

① 牛ふん堆肥(全体)

分析点数:215点 ($\leq x <$)

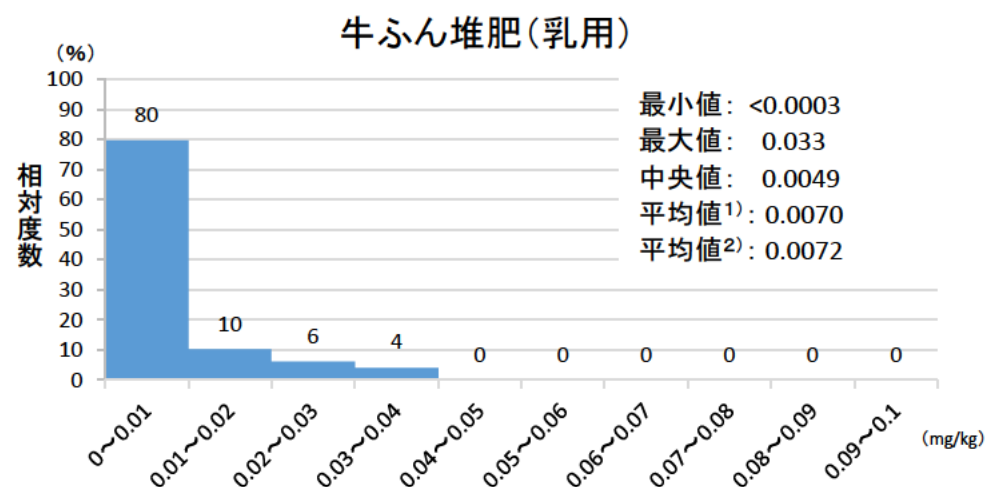
mg/kg	頻度
0~0.01	107
0.01~0.02	30
0.02~0.03	21
0.03~0.04	15
0.04~0.05	11
0.05~0.06	11
0.06~0.07	5
0.07~0.08	5
0.08~0.09	4
0.09~0.1	3
0.1~	3
合計	215



①-1 牛ふん堆肥(乳用)

分析点数:49 ($\leq x <$)

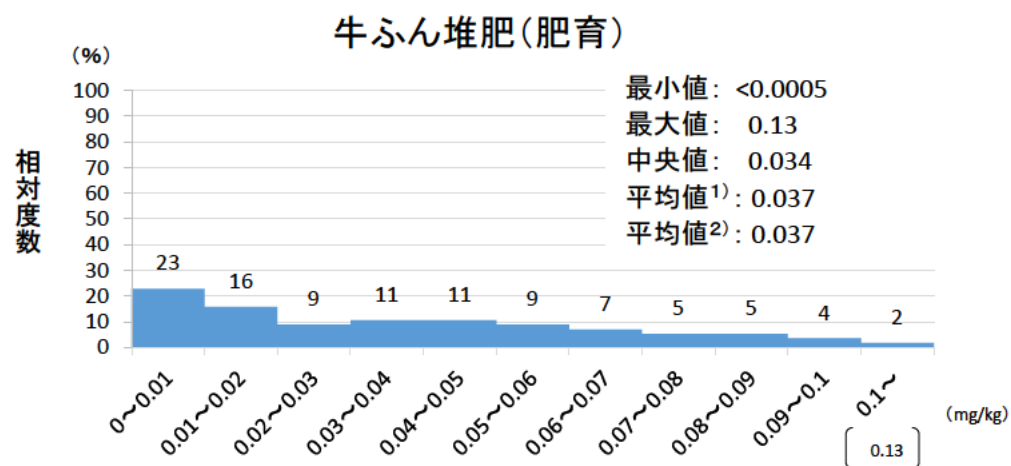
mg/kg	頻度
0~0.01	39
0.01~0.02	5
0.02~0.03	3
0.03~0.04	2
0.04~0.05	0
0.05~0.06	0
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~0.1	0
0.1~	0
合計	49



①-2 牛ふん堆肥(肥育)

分析点数:57 ($\leq x <$)

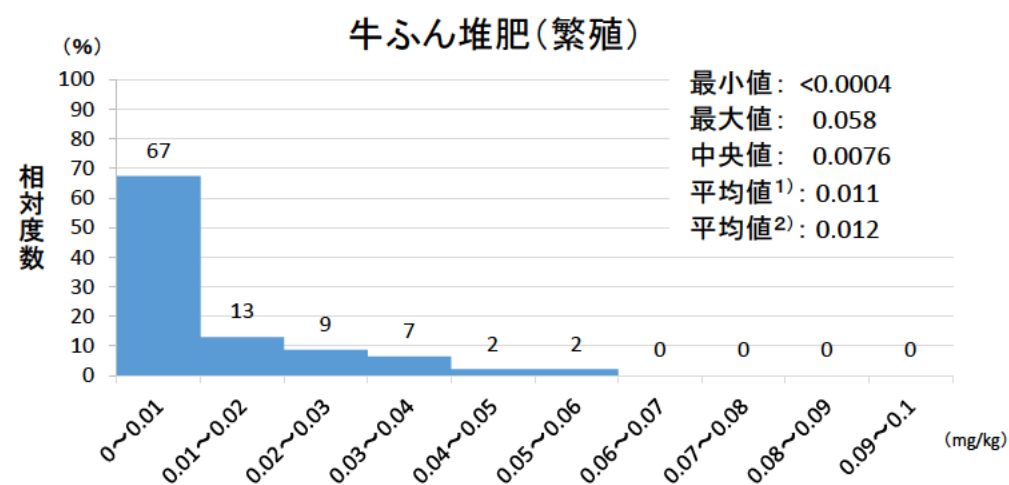
mg/kg	頻度
0~0.01	13
0.01~0.02	9
0.02~0.03	5
0.03~0.04	6
0.04~0.05	6
0.05~0.06	5
0.06~0.07	4
0.07~0.08	3
0.08~0.09	3
0.09~0.1	2
0.1~	1
合計	57



①-3 牛ふん堆肥(繁殖)

分析点数:46 ($\leq x <$)

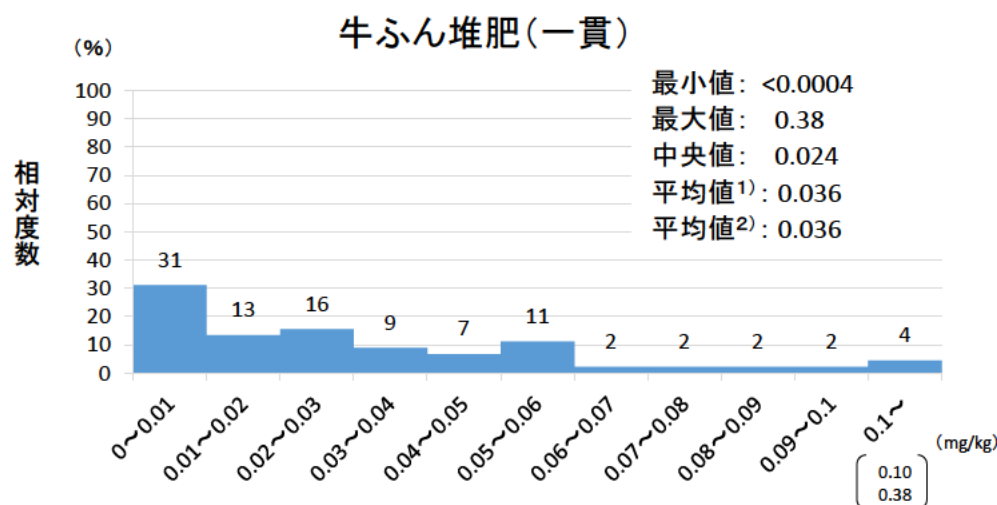
mg/kg	頻度
0~0.01	31
0.01~0.02	6
0.02~0.03	4
0.03~0.04	3
0.04~0.05	1
0.05~0.06	1
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~0.1	0
0.1~	0
合計	46



①-4 牛ふん堆肥(一貫)

分析点数:45 (≤x<)

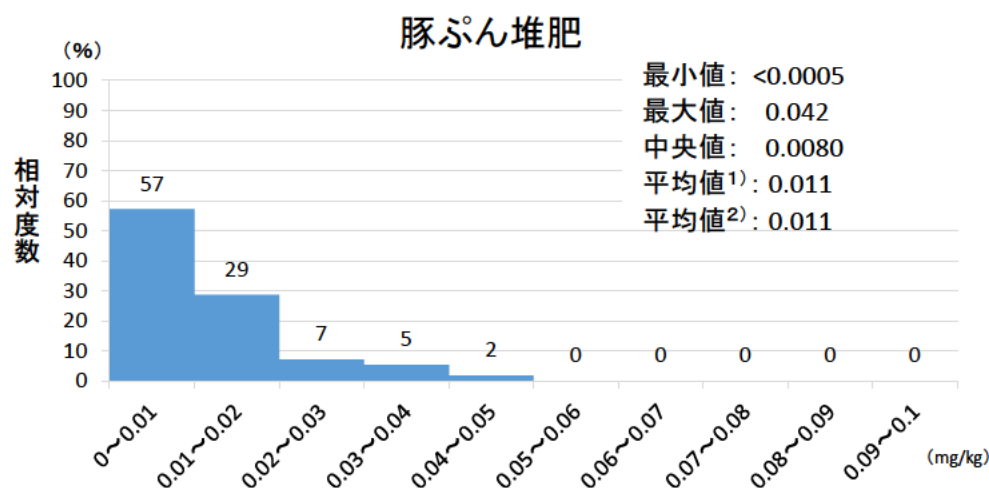
mg/kg	頻度
0~0.01	14
0.01~0.02	6
0.02~0.03	7
0.03~0.04	4
0.04~0.05	3
0.05~0.06	5
0.06~0.07	1
0.07~0.08	1
0.08~0.09	1
0.09~0.1	1
0.1~	2
合計	45



② 豚ふん堆肥

分析点数:59 (≤x<)

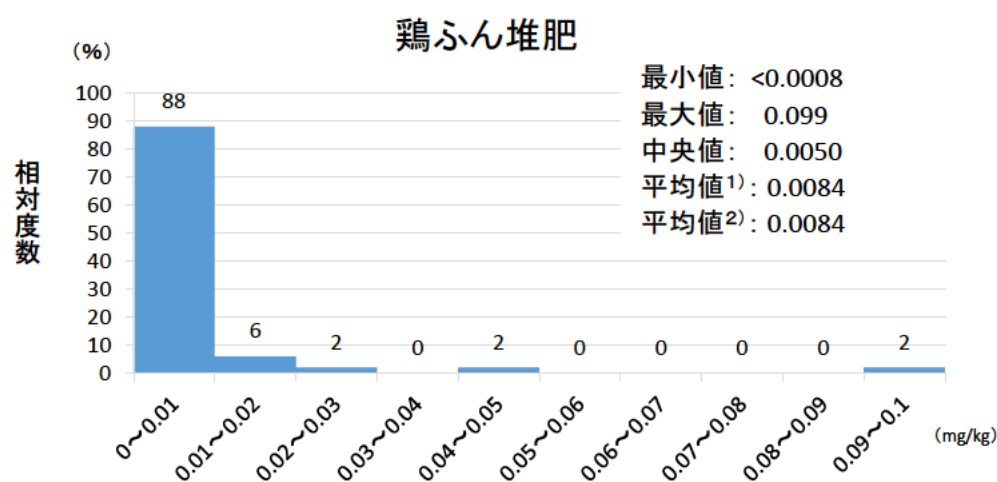
mg/kg	頻度
0~0.01	32
0.01~0.02	16
0.02~0.03	4
0.03~0.04	3
0.04~0.05	1
0.05~0.06	0
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~0.1	0
0.1~	0
合計	56



③ 鶏ふん堆肥

分析点数:54 (≤x<)

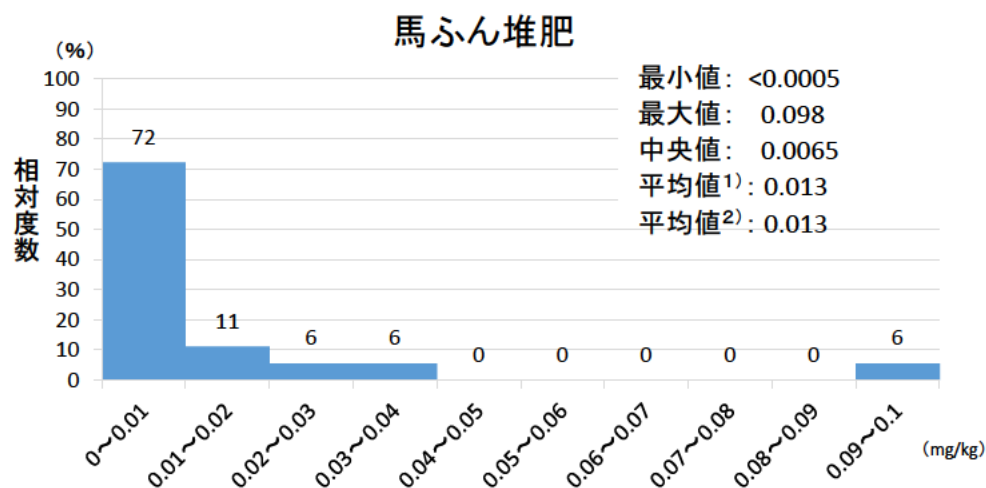
mg/kg	頻度
0~0.01	44
0.01~0.02	3
0.02~0.03	1
0.03~0.04	0
0.04~0.05	1
0.05~0.06	0
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~0.1	1
0.1~	0
合計	50



④ 馬ふん堆肥

分析点数:18 (≤x<)

mg/kg	頻度
0~0.01	13
0.01~0.02	2
0.02~0.03	1
0.03~0.04	1
0.04~0.05	0
0.05~0.06	0
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~0.1	1
0.1~	0
合計	18



平均値¹⁾ 定量下限値未満のクロピラリド濃度を「0」として算出した。なお、検出下限未満のものは「0」とした。
 平均値²⁾ 定量下限値未満のクロピラリド濃度を「定量下限値」として算出した。なお、検出下限未満のものは「0」とした。
 注) 豚ふん堆肥及び鶏ふん堆肥については、集計に当たり除外したものが存在するため、分析点数と頻度の合計が一致しない。

試料の採取及び分析の詳細

1 試料の採取

(1) 採取計画

- ① 都道府県への配分
 - ・ 地域的に偏りが生じないように、原則として堆肥生産者数を基に各都道府県に調査点数を配分しました。
- ② 各都道府県における調査対象生産者の選定
 - ・ 堆肥の生産届出を出さずに自らの圃場に施用しているものや相対で取引しているものも調査対象とするよう各県に依頼しました。

(2) 採取方法

- ・ 堆肥生産者が保管している出荷用の堆肥のうち1ロットを選定し、当該ロットの堆肥の表層からスコップ等を用いてランダムに4カ所から等量ずつ採取しました。(合計で約500g)

(3) 採取時期

- ・ 平成29年11月～平成30年2月

2 試料の分析

(1) 分析機関

- ・ 独立行政法人農林水産消費安全技術センター (FAMIC)
- ・ 一般社団法人日本海事検定協会

(2) 分析法

肥料中のクロピラリドをアルカリ性下でメタノール抽出し、酸性とアルカリ性への溶出挙動の差を利用して、クリーンアップカートリッジ及びジクロロメタンを用いて精製した後、LC-MS/MS (高速液体クロマトグラフタンデム質量分析計) を用いて分離・測定しました。

※ 詳細は「肥料等試験法 (2018)」 (独立行政法人農林水産消費安全技術センター) 8.2.b 高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法 (2 : 微量クロピラリド分析法) 参照

(3) 精度管理

- ① 検出下限値及び定量下限値の確認
各分析機関で、定量下限濃度付近のクロピラリドを含む試料を7点測定し、併行標準偏差から算出した分析用試料の検出下限値及び定量下限値が以下の条

件を満たすことを確認しました。

検出下限値：0.0005 mg/kg 以下

定量下限値：0.001 mg/kg 以下

② 添加回収試験

分析作業日ごとに、クロピラリドをほぼ含まない堆肥に 0.04 mg/kg 又は 0.05 mg/kg 相当量を添加し、2 点併行で検体の測定の開始前と終了後に LC-MS/MS で測定し、平均回収率が 70～120% の範囲であることを確認しました。

(4) 検出下限及び定量下限

分析機関からの報告により、この実態調査における定量下限値及び検出下限値は①及び②に示す値としました。

① 分析用試料

検出下限値：0.0005 mg/kg

定量下限値：0.001 mg/kg

② 堆肥（製品）

検出下限値：0.0001～0.007 mg/kg

定量下限値：0.0003～0.002 mg/kg

※ 分析用試料及び堆肥（製品）の水分含量が試料によって異なるため、堆肥（製品）中のクロピラリドの検出下限値及び定量下限値が異なります。

クロピラリドが原因と疑われる生育障害の発生状況

1. 都道府県からの報告

「牛ふん堆肥の施用によるトマト及びミニトマトの生育障害発生への対応について」（平成17年11月25日）及び「牛ふん堆肥中のクロピラリドが原因と疑われる園芸作物等の生育障害の発生への対応について」（平成28年12月27日）に基づき、18県からクロピラリドが原因と疑われる65件の生育障害の発生が報告されている。

2. 報告のあった作物と堆肥又は培土の種類及び利用方法

報告によると、生育障害が発生した作物は、トマト、ミニトマト、スイートピー、サヤエンドウ、サヤインゲン、ピーマン、トウガラシ、ナス、花苗、ウリ類であり、主に牛の排せつ物に由来する堆肥（一部、馬の排せつ物に由来する堆肥）を施用した育苗中のポット栽培や施設ほ場で生育障害が発生していた。

作物	利用方法	育苗ポット(苗土)	圃場散布(施設)	露地	不明	計
トマト、ミニトマト*		18	19	1	2	40
スイートピー*			7			7
サヤエンドウ*、サヤインゲン**		1	1	1		3
ピーマン**、トウガラシ		7				7
ナス**		2	1	1		4
花苗（アスター*、ヒマワリ*、 ヒャクニチソウ**、ペチュニア** *、マリーゴールド***、メラン ポジウム、オステオスペルマム ***、ルピナス***、ダリア、ガー ベラ）		3				3
ウリ類***			1			1
計		31	29	3	2	65

（注）クロピラリドに対する耐性：*極弱、**弱、***中（プロファイルシートから）

（参考） ペチュニア：ナス科

アスター、ヒマワリ、ヒャクニチソウ、マリーゴールド、メランポジウム、オステオスペルマム、ダリア、ガーベラ：キク科

ルピナス：マメ科

農林水産業・食品産業科学技術研究推進事業(実用技術開発ステージ)/研究紹介2018

作物被害低減のためのクロピラリド動態解明

29030C

分野

農業－資材

適応地域

全国

〔研究グループ〕

農研機構 農業環境変動研究センター、野菜花き研究部門、
畜産研究部門、宮崎県農業総合試験場

〔研究総括者〕

農研機構 農業環境変動研究センター 清家 伸康

〔研究タイプ〕

重要施策対応型

〔研究期間〕

平成29年(1年間)

キーワード 堆肥、クロピラリド、生理障害、野菜、花き

1 研究の目的・終了時達成目標

輸入飼料を与えられた家畜の排せつ物から生産された堆肥等に残留する除草剤(クロピラリド)が原因と考えられる野菜や花きの生育被害の発生事案が報告されている。クロピラリドは水溶性が高く難分解性とされるが、作物被害の低減策を講ずるには、その動態に関する知見が不十分である。

このため栽培環境および牛の飼養管理におけるクロピラリドの動態を解明し、作物被害を未然に防ぐための堆肥化過程から農作物の栽培環境に至る管理方法を提案することを目標とする。

2 研究の主要な成果

- ①計30品目の野菜、花きにおける初期生育時のクロピラリドによる影響を明らかにした。
- ②土壌中クロピラリドの半減期の長短は、降水量の多少や土壌種に影響されることが推察された。
- ③肥育牛では乳牛の場合と同様に、クロピラリドは主に尿中に排せつされることを明らかにした。

3 開発した技術・成果の実用化・普及の実績及び今後の展開

- ①野菜、花きにおける初期生育時のクロピラリドによる影響に関しては、「飼料及び堆肥に残留する除草剤の簡易判定法と被害軽減対策マニュアル」の追補版または改定版として広く公開するとともに、堆肥の多施用に関する注意喚起を行う。
- ②栽培環境および牛の飼養管理におけるクロピラリドの動態解明に基づいた被害軽減のための技術は、今後、実用技術へと発展させ普及させる。

【今後の開発・普及目標】

- ① 2年後(2019年)までに、「飼料及び堆肥に残留する除草剤の簡易判定法と被害軽減対策マニュアル」の追補版または改定版を発行する。
- ② 5年後(2022年)までに、クロピラリドによる作物被害低減技術を開発。
- ③ 最終的には、リスク低減技術を普及させ、クロピラリドによる作物被害を未然に回避。

4 開発した技術・成果が普及することによる波及効果及び国民生活への貢献

- ① クロピラリドによる作物被害を未然に防ぐことにより、生産農家の安定収入に貢献する。
- ② 作物に被害を及ぼさない堆肥を有効に活用した農産物生産により、国民への農産物および畜産物の安定的な供給に貢献する。