

令和元年度厚生労働行政推進調査事業費補助金 厚生労働科学特別研究事業

輸出先国のリスク管理に対応した残留農薬データ等の補完のための研究
研究分担報告書

近年国際的に求められているリスク管理のための新規分析手法の開発と
国内導入に関する研究

研究代表・分担者 渡邊敬浩

国立医薬品食品衛生研究所安全情報部

研究要旨

物流のグローバル化が進む現代において、食品安全行政の国際統合は、消費者の健康保護と公正な貿易の2つの側面において基本であり絶対的に必要な取組である。国際統合の重要性は、農薬残留物の規制においても同じである。例えば、国際標準の農薬残留物規制では、その取組の1つとして、登録済み農薬の適正使用の結果として農産品等に含まれる可能性のある残留物の濃度をデータに基づき推定し、最大残留基準値(Maximum Residue Limit ; MRL)を設定する。そしてMRLへの適合を検査し、農薬が適正に使用されたことを確認し、その結果として消費者の健康への懸念がないことを保証する。

現在わが国では、農産品等の輸出拡大が図られている。そのための方策の1つとして、輸出農産品における農薬残留物濃度の輸出先国が設定するMRLへの適合を確実にすることまた、MRLが設定されていない場合等には、必要とされるデータを科学的根拠として示してMRLの設定を申請(インポートトレランス申請)することが挙げられている。国際標準のMRL設定あるいはインポートトレランスの申請には、農薬残留物濃度を示すデータ等の他に、規制目的で使用可能な簡易で迅速な分析法の提示が求められる。しかし、これまでのわが国においては、そのような分析法の検証が十分でなかった。そのため、国産農産品等の輸出促進の障壁となる可能性があり解決すべき課題である。本研究では、農薬残留物の簡易で迅速な分析法として国際的にも急速に認められつつあるQuEChERS法について、農薬を投与した結果としての残留物を含む試料(インカード試料)を用い、従来の分析法との比較も行いながら、厳密な性能評価を試みた。

公示個別分析法により得た、コマツナ、チンゲンサイ及びホウレンソウのインカード試料におけるアゾキシストロピン、ピリダリル、ペンチオピラド、メタフルミゾン(E-異性体)及びメタフルミゾン(Z-異性体)濃度に基づく付与値と比較した結果、

QuEChERS 法により得られる分析値は、対付与値率が 86%~110%となることが明らかとなった。また、全てのマトリクスと分析対象化合物の組合せを通じて、分析用試料の調製方法として細切粉碎に比べ凍結粉碎を用いた場合に、分析値がより高値になる傾向が見られた。併行条件下における QuEChERS 法による分析値のばらつきは RSD%10 未満であり、規制等の目的で使用される分析法の性能としても妥当であると考えられた。今後、物理的・化学的特性の異なる農薬と異なるマトリクスを持つ作物との組合せ数を増加させる等してより詳細な検討を重ねることにより、QuEChERS 法をインポートトレランスにおいて諸外国に示すことが可能になると同時に、わが国における国際標準の MRL 設定においてや、規制のために用いられる 1 つの分析法として活用できるものと考えられた。

その他の課題として、国内流通する農産品における残留物濃度の海外 MRL への適合度を検証した結果、海外政府により設定された MRL の値がわが国において設定されている値に比べて大幅に小さい場合には、インポートトレランス申請や検査における分析法性能の補償水準の変更等が課題になることが明らかにされた。FAO/WHO 合同残留農薬専門家会議(JMPR)が公開している作物残留試験データのデータベース化の検討にも取り組み、①農薬名、②作物名、③実施国名、④実施地域名、⑤実施年、⑥剤型、⑦農薬使用方法の ID、⑧投与回数、⑨投与率、⑩分析部位、⑪投与後日数、⑫残留物、⑬データタイプ、⑭データ(分析結果)等を要素として、約 10 種の農薬に対する 5000 件以上のデータを整理した。今後、データ利用の観点からも検討を進めより有効なデータベースとして構築していくことが考えられた。

研究協力者

明治薬科大学薬学部

永山敏廣

日本食品分析センター

鳥海栄輔 中村歩 渡邊文子 伊佐川聡

国立医薬品食品衛生研究所安全情報部

松田りえ子

A. 研究目的

食品安全行政の国際統合は、消費者の健康保護と公正な貿易の 2 つの側面において基本であり絶対的に必要な取組である。農薬残留物規制においても国際統合の重要性は変わらない。例えば国際標準の農薬残留物規制においては、その取組の 1 つとして、農薬の適正使用の結果

としての残留物濃度をデータに基づき推定し、該当食品に対して最大残留基準値(Maximum Residue Limit ; MRL)を設定する。そして、この MRL への適合を検査し、農薬の適正使用については消費者の健康への懸念がないことを証明する。

現在わが国では、農林水産物・農産加工品(農産品等)の輸出拡大が図られてい

る。そのための方策の1つとして、農産品等に含まれる農薬残留物の量が輸出先国において設定された MRL に適合することまた、MRL が設定されていない場合等には必要とされるデータを科学的根拠として示し、MRL の設定を申請(インポートトレランス申請)することが挙げられている。国際標準となる MRL の設定あるいはインポートトレランスの申請には、農薬残留物濃度を示すデータ(作物残留試験データ)等の他に、規制等の目的において使用することができる

簡易で迅速な分析法も求められる。しかし、これまでのわが国においては、QuEChERS 法等の簡易で迅速な分析法の規制目的での使用に関して十分な検証が行われておらず、国産農産品等の輸出促進における障壁の1つになる可能性がある。

本研究では、国際標準の MRL 設定については国産農産品等の輸出促進に資する研究として、QuEChERS 法の厳密な性能評価、国内残留実態濃度に基づく海外 MRL への適合度の検証、国際的な残留濃度データのデータベース化について検討した。以下、検討課題ごとに目的を示す。

A-1. QuEChERS 法の厳密な性能評価

近年、農薬残留物の簡易で迅速な分析法として QuEChERS 法が開発された。QuEChERS とは、Quick(迅速)、Easy(簡単)、Cheap(安価)、Effective(効率的)、Rugged(頑

健)、Safe(安全)の混成語であり、農薬残留物の分析に求められる様々な要件を満たす分析法として期待されている。農薬残留物の規制分野において、国際的にも急速に認められつつあり、規制のための分析法としてだけではなく、作物残留試験データの取得にも利用され始めている。

国産農産品の輸出促進の観点からは、国際標準の MRL 設定またインポートトレランスの申請に備え、QuEChERS 法の適用可否を明らかにしておくことが重要である。また国内においても、QuEChERS 法の利用が検討され始めているが、公的に示されてきた従来の分析法(公示分析法)との比較も含めた厳密な性能評価が最重要課題とされている。

そこで本研究では、代表的な手法として特定した QuEChERS 法を対象とし、農薬を投与した結果としての残留物を含む試料(インカード試料)の分析を通じて従来の分析法との比較も行いつつ、厳密な性能評価を行うことを目的とした。

A-2. 残留物実態濃度に基づく海外 MRL への適合度の検証

農業に必要な最小量の農薬の使用が、MRL 設定の前提になる。この最小量の農薬を使用した結果として農産品に生じる残留物濃度を許容するための指標値が MRL である。農業に必要な農薬の最小量は、その国や地域の気候や病害虫等の発生により異なる。そのため、設定された MRL の値が国により異なる場合もあるが、科学

的根拠を示すことで合理性が認められる。

農産品等の輸出先国において当該農産品等を対象としたMRLが設定されていた場合、基本的には、そのMRLへの適合を確実にすることになる。しかし、先述のとおり、当該国における農薬の使用基準や、農薬登録が無く一律設定が背景になる場合には、設定されたMRLの値がわが国の農業により達成可能な値に比べ低くなる可能性がある。そのような場合に、わが国のMRLには適合しても、当該国では不適合になる場合も想像される。本研究では、そのように想像される事態が実際に発生する可能性の検証を目的として、国内流通する農産品等の残留濃度データを対象に、海外MRLへの適合度を検証した。

A-3. 国際的な残留物濃度データのデータベース化

MRLの導出では、適正農業規範(GAP)に沿って登録された使用基準に従い農薬を投与した試験(作物残留試験)を行い、本試験により取得された実際の残留物濃度データを、合意された方法論(OECD MRL calculator を使用する方法論)により解析する。このMRL導出に使用する残留物濃度データ数が多いほど、可能性のある残留物濃度をより精確に推定することができる。現時点では国際的な規定はないが、JMPRの評価書やFAOマニュアル(FAO Plant production and protection paper 225 「Submission and evaluation of pesticide residues data for the estimation of maximum

residue levels in food and feed」)を見ると、主要な作物に関しては8データ以上が求められていると理解することができる。わが国においても、農薬登録に関する要求事項の最近の改訂(農薬の登録申請において提出すべき資料について、平成31年3月29日付け30消安第6278号農林水産省消費・安全局長通知)により、主要作物については6例以上の作物残留試験データが要求されるようになった。しかし、要求されるデータが取得困難である場合や、今後のMRLの見直しにおいて新たな作物残留試験の実施が困難になる場合等に備えて、既存データの活用検討を進めることは有益である。

本研究では、上記MRLの設定に活用可能な既存データとして、JMPRが評価書において公開している諸外国で実施された作物残留試験のデータに着目し、それらを活用し易くすることを目的として、データベース化を検討した。

B. 研究方法

B-1. QuEChERS法の厳密な性能評価

B-1-1. 試薬等

B-1-1-1. 標準品

- ・アゾキシストロビン標準品：純度99.8%(富士フィルム和光純薬製)
- ・ピリダリル標準品：純度99.5%(富士フィルム和光純薬製)
- ・ペンチオピラド標準品：純度98.2%(Supelco製)
- ・メタフルミゾン(*E*-異性体)標準品：純度

99.0%(富士フィルム和光純薬製)

・メタフルミゾン(Z-異性体)標準品：純度

99.2%(富士フィルム和光純薬製)

・メタフルミゾン代謝物 D 標準品：純度

99.4%(富士フィルム和光純薬製)

B-1-1-2. 試薬

・アセトン：残留農薬試験用(関東化学製)

・アセトニトリル、メタノール：高速液体クロマトグラフ用(関東化学製)

・塩化ナトリウム、ギ酸、酢酸アンモニウム：試薬特級(関東化学製)

・くえん酸三ナトリウム二水和物、無水硫酸マグネシウム：試薬特級(富士フィルム和光純薬製)

・くえん酸水素二ナトリウム 1.5 水和物：和光一級(富士フィルム和光純薬製)

B-1-1-3. 試液の調製

・0.1 vol%ギ酸：ギ酸 1 mL に水を加えて 1000 mL とした。

・1 mol/L 酢酸アンモニウム溶液：酢酸アンモニウム 15.43 g を水に溶解し 200 mL とした。

・2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液：1 mol/L 酢酸アンモニウム溶液 2 mL に水を加えて 1000 mL とした。

B-1-1-4. 標準溶液の調製

1)標準原液の調製

・アゾキシストロビン：アゾキシストロビン標準品 25 mg を精密に量り、50 mL 容量フラスコに入れた。アセトンを加えて溶

解した後定容し、これをアゾキシストロビン標準原液(500 mg/L)とした。

・ピリダリル及びペンチオピラド：ピリダリル標準品 25 mg 及びペンチオピラド標準品 20 mg を精密に量り、以下同様に調製し、ピリダリル標準原液(500 mg/L)及びペンチオピラド標準原液(400 mg/L)とした。

・メタフルミゾン：メタフルミゾン(E-異性体)標準品 25 mg を精密に量り、50 mL 容量フラスコに入れた。アセトニトリルを加えて溶解した後定容し、これをメタフルミゾン(E-異性体)標準原液(500 mg/L)とした。メタフルミゾン(Z-異性体)標準品及びメタフルミゾン代謝物 D 標準品各 25 mg を精密に量り、以下同様に調製し、メタフルミゾン(Z-異性体)標準原液(500 mg/L)及びメタフルミゾン代謝物 D 標準原液(500 mg/L)とした。

2)希釈用混合標準溶液の調製

各標準原液について、500 mg/L 溶液はその 2 mL、400 mg/L 溶液はその 2.5 mL を精密にとり、それぞれアセトニトリルを用いて正確に 50 mL に定容し、希釈用混合標準溶液(50 mg/L)とした。

3)検量線用混合標準溶液の調製

表-1 に従い、はじめに希釈用混合標準溶液をアセトニトリルで希釈して標準溶液 A を調製し、次いで、順次希釈して、標準溶液 B~I を調製した。アゾキシストロビン、ピリダリル、ペンチオピラド、メタフルミゾン(E-異性体)及びメタフルミゾ

ン(Z-異性体)は標準溶液 D~H を、メタフルミゾン代謝物 D は標準溶液 D~I を、それぞれの検量線用混合標準溶液とした。

B-1-2. 装置

・粉砕攪拌機：ブリクサー(BLIXER-3D)
[エフ・エム・アイ製]

・高速液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計(LC-MS/MS)

機種：LC 部；Nexera X2(LC30-AD)

[島津製作所製]

MS 部；LC/MS-8050

[島津製作所製]

解析ソフト：LabSolutions LCMS

[島津製作所製]

カラム：InertSustain C18 (内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒径 5 μm)

[ジーエルサイエンス製]

カラム温度：40 °C

B-1-3. 分析用試料の調製

B-1-3-1. インカード試料の場合

1) コマツナ及びチンゲンサイ

インカード試料(有姿の作物)を作物種ごとに合一し、食品衛生法に基づき実施する検査に規定された手順(以下「検査手順」という)に従い、細切混合した。細切混合した試料(以下「アグリゲート試料」という)を、ほぼ等分量になるよう 20 分割した。20 個の分割試料から 10 個を無作為に抜き取り合一することで再アグリゲート試料 1 を、残りの 10 個を合一することで再アグリゲート試料 2 を調製した。再アグリゲ

ート試料 1 を再度検査手順に従い細切混合し、これを公示分析用試料とした。再アグリゲート試料 2 は、再度検査手順に従い細切混合した後、さらに、ほぼ等分量になるよう 20 分割した。20 個の分割試料から 10 個を無作為に抜き取り合一することで QuEChERS 用試料 1 とした。残り 10 個の分割試料を合一し凍結粉砕等を行い、QuEChERS 用試料 2 を調製した。

2) ホウレンソウ

インカード試料(有姿の作物)を合一し、検査手順に従い細切混合することでアグリゲート試料を調製した。アグリゲート試料をほぼ等分量で 10 分割した。10 個の分割試料から 5 個を無作為に抜き取り合一することで再アグリゲート試料 1 を、残りの 5 個を合一することで再アグリゲート試料 2 を調製した。再アグリゲート試料 1 を再度検査手順に従い細切混合した試料を公示分析用試料とした。再アグリゲート試料 2 は、再度検査手順に従い細切混合した後さらに、ほぼ等分量で 8 分割した。8 個の分割試料から 4 個を無作為に抜き取り合一して QuEChERS 用試料 1 とした。残り 4 個の分割試料を合一し、凍結粉砕等を行い、QuEChERS 用試料 2 を調製した。

3) QuEChERS 用試料 2 調製のための追加操作(凍結粉砕等)

粉砕攪拌機でドライアイス適量粉砕し、付属容器を冷却した。この容器に試料の体積の約 2~5 倍の粉砕済ドライアイス

を入れた後、細切混合した試料を入れ、さらに粉碎済みドライアイスを少量加え、粉碎した。凍結粉碎した試料を別の容器に移し、蓋を少し開けた状態で-30℃の冷凍庫内に1日以上保存し、ドライアスを揮散した。

B-1-3-2.管理用試料の場合

適正な分析操作等が行われたことを確認する目的から、管理用試料を調製し、インカード試料と併行条件下で分析した。管理用試料の調製方法は以下の通りである。

1)コマツナ及びチンゲンサイ

B-1-4-1 に挙げる分析対象化合物が検出されないことをあらかじめ確認した有姿のコマツナあるいはチンゲンサイを、検査手順に従い細切混合した。この細切混合試料 400 g にアゾキシストロビン、ピリダリル、メタフルミゾン(*E*-異性体)、メタフルミゾン(*Z*-異性体)及びメタフルミゾン代謝物Dの各標準原液(500 mg/L)をそれぞれ 2 mL、ペンチオピラド標準原液(400 mg/L)を 2.5 mL 添加しよく混合し 30 分間放置した。放置後、インカード試料の場合と同様に操作した。この一連の調製操作により、アグリゲート試料 1 並びに 2 及び、QuEChERS 用試料 1 並びに 2 にそれぞれ対応する管理用試料を調製した。管理用試料における各分析対象化合物の名目上の濃度は、2.5 mg/kg となる。

2)ホウレンソウ

コマツナやチンゲンサイと同様に、分析

対象化合物が検出されないことをあらかじめ確認した有姿のホウレンソウを、検査手順に従い細切混合した。この細切混合試料 200 g にアゾキシストロビン、ピリダリル、メタフルミゾン(*E*-異性体)、メタフルミゾン(*Z*-異性体)及びメタフルミゾン代謝物Dの各標準原液(500 mg/L)をそれぞれ 0.4 mL、ペンチオピラド標準原液(400 mg/L)を 0.5 mL 添加しよく混合し 30 分間放置した。放置後、インカード試料の調製と同様に操作した。この一連の調製操作により、アグリゲート試料 1 並びに 2 及び、QuEChERS 用試料 1 並びに 2 にそれぞれ対応する管理用試料を調製した。管理用試料における各分析対象化合物の名目上の濃度は、1 mg/kg となる。

B-1-3-3.凍結保存安定性試験用試料の場合

凍結保存期間中の分析対象化合物の安定性を検証する目的で、凍結保存安定性試験を実施した。検査手順に従い細切混合したホウレンソウ 20 g に対し、各分析対象化合物の混合標準溶液(50 mg/L)を 0.2 mL 添加しよく混合することで凍結保存安定性試験用試料は調製した。調製した試料を-30℃に保存し、調製後(0 日目)また、5 日目及び、10 日目に分析した。

B-1-4. 分析

B-1-4-1. 分析対象化合物

オクタノール・水分分配係数(logPow)を指標として脂溶性の異なる農薬を選定し、本研究で使用したインカード試料の作成に

用いた。インカード試料の作成方法については、加藤による分担研究報告書を参照のこと。インカード試料に残留物として含まれることが予想され、よって分析対象とした化合物の農薬名を表-2 に示す。

B-1-4-2. 分析法

B-1-4-2-1. 測定用溶液の調製

1) 公示一斉分析法：LC/MS による農薬等の一斉分析法

試料 20.0 g(ハウレンソウは 10.0 g)にアセトニトリル 50 mL を加えホモジナイズした後、吸引ろ過した。ろ紙上の残留物にアセトニトリル 20 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過した。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL として抽出液とした。抽出液を 0.5 mL 分取し、アセトニトリルで 50 mL(ハウレンソウは 25 mL)に定容して測定用溶液とした。アゾキシストロビンの分析ではさらに、50 mL に定容した溶液を 1 mL 分取し、アセトニトリルで 20 mL に定容して測定用溶液とした。ペンチオピラドの分析ではさらに、50 mL に定容した溶液を 1 mL 分取し、アセトニトリルで 50 mL に定容して測定用溶液とした。

再アグリゲート試料 1 に相当する管理用試料の分析時には、50 mL に定容した溶液を 1 mL(ハウレンソウは 2.5 mL)分取し、アセトニトリルで 5 mL に定容して測定用溶液とした。

2) 公示個別分析法：アゾキシストロビン分

析法、ピリダリル分析法、ペンチオピラド分析法及びメタフルミゾン分析法

試料 20.0 g(ハウレンソウは 10.0 g)にアセトン 100 mL を加えホモジナイズした後、吸引ろ過した。ろ紙上の残留物に、アセトン 50 mL を加えてホモジナイズした後、吸引ろ過した。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL として抽出液とした。メタフルミゾン代謝物 D の分析では、抽出液を 1 mL 分取し、アセトニトリルで 50 mL(ハウレンソウは 25 mL)に定容して測定用溶液とした。アゾキシストロビン、ピリダリル及びメタフルミゾン(Z-異性体)の分析では、50 mL に定容した溶液を 1 mL 分取し、アセトニトリルで 20 mL に定容して測定用溶液とした。ペンチオピラド及びメタフルミゾン(E-異性体)の分析では、50 mL に定容した溶液を 1 mL 分取し、アセトニトリルで 50 mL に定容して測定用溶液とした。

再アグリゲート試料 1 に相当する管理用試料の分析時には、50 mL に定容した溶液を 1 mL(ハウレンソウは 2.5 mL)分取し、アセトニトリルで 5 mL に定容して測定用溶液とした。

3) QuEChERS 法

試料 10 g(ハウレンソウは 5 g)にアセトニトリル 10 mL を加え 1 分間激しく振とうした。無水硫酸マグネシウム 4 g、塩化ナトリウム 1 g、くえん酸三ナトリウム二水和物 1 g 及び、くえん酸水素二ナトリウム 1.5 水和物 0.5 g を加え、1 分間激しく

振とうした。3000 rpm で5分間遠心分離した後のアセトニトリル層から1 mL 分取してアセトニトリルで25 mL に定容した。

アゾキシストロビン、ピリダリル及びメタフルミゾン(Z-異性体)の分析では、25 mL に定容した溶液を1 mL 分取し、アセトニトリルで20 mL に定容して測定用溶液とした。ペンチオピラド及びメタフルミゾン(E-異性体)の分析では、25 mL に定容した溶液を1 mL 分取し、アセトニトリルで50 mL に定容して測定用溶液とした。メタフルミゾン代謝物 D の分析では、25 mL に定容した溶液を1 mL 分取し、アセトニトリルで20 mL(ホウレンソウは10 mL)に定容して測定用溶液とした。

QuEChERS 用試料に相当する管理用試料の分析時には、25 mL に定容した溶液を1 mL(ホウレンソウは2.5 mL)分取し、アセトニトリルで5 mL に定容して測定用溶液とした。

B-1-4-2-2. 測定条件

1)アゾキシストロビン及びメタフルミゾン代謝物 D の LC-MS/MS 操作条件

移動相：A 液；2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液

B 液；メタノール

A 液：B 液(30：70)

流量：0.2 mL/min

注入量：2 µL

コリジョンガス：アルゴン

モニターイオン等：表-3 の通り

2)ペンチオピラド、メタフルミゾン(E-異性体)及びメタフルミゾン(Z-異性体)の LC-MS/MS 操作条件

移動相：A 液；2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液

B 液；メタノール

A 液：B 液(20：80)

流量：0.2 mL/min

注入量：2 µL

コリジョンガス：アルゴン

モニターイオン等：表-3 の通り

3)ピリダリルの LC-MS/MS 操作条件

移動相：A 液；0.1 vol% ぎ酸

B 液；メタノール

A 液：B 液(5：95)

流量：0.2 mL/min

注入量：2 µL

コリジョンガス：アルゴン

モニターイオン等：表-3 の通り

B-1-4-2-3. 検量線の作成

分析時ごとに、検量線用混合標準溶液を測定して、各分析対象化合物の重量とピーク面積から検量線(最小二乗法)を作成した。検量線の一例を図1に示す。

いずれの検量線についても、決定係数は ≥ 0.999 となった。

B-1-4-3. 濃度の計算

各測定用溶液を LC-MS/MS に注入し計測されたピーク面積から、検量線を用いて各分析対象化合物の重量を逆推定後、次に従い試料における濃度を算出した。

1) コマツナ及びチンゲンサイの分析時

B-1-4-2-1. に示した測定用溶液の調製方法の違いに応じて、以下3通りの計算式を試料における各化合物濃度の算出に使用した。

・式 1:濃度(mg/kg)=検量線から求めた重量(ng)×50 mL/2 μL×100 mL/0.5 mL×希釈率×1/20 g

・式 2:濃度(mg/kg)=検量線から求めた重量(ng)×50 mL/2 μL×200 mL/1 mL×希釈率×1/20 g

・式 3:濃度(mg/kg)=検量線から求めた重量(ng)×20 mL/2 μL×10 mL/1 mL×25 mL/1 mL×希釈率×1/10 g

2) ホウレンソウの分析時

B-1-4-2-1. に示した測定用溶液の調製方法の違いに応じて、以下3通りの計算式を試料における各化合物濃度の算出に使用した。

・式 1:濃度(mg/kg)=検量線から求めた重量(ng)×25 mL/2 μL×100 mL/0.5 mL×希釈率×1/10 g

・式 2:濃度(mg/kg)=検量線から求めた重量(ng)×25 mL/2 μL×200 mL/1 mL×希釈率×1/10 g

・式 3:濃度(mg/kg)=検量線から求めた重量(ng)×10 mL/2 μL×10 mL/1 mL×25 mL/1 mL×希釈率×1/5 g

B-1-4-4. 定量下限値(LOQ)の推定

各分析法のLOQは、検量線の最下点として設計した分析対象化合物の量と、希釈

を含む測定用溶液の調製手順から、以下の通り、計算により推定した。

1) コマツナ及びチンゲンサイの分析時のLOQ

公示一斉分析法のLOQ

・全分析対象化合物について:0.0004 ng×50 mL/2 μL×100 mL/0.5 mL×1/20 g=0.1 mg/kg

公示個別分析法のLOQ

・アゾキシストロビン、ピリダリル、ペンチオピラド、メタフルミゾン(E-異性体)及びメタフルミゾン(Z-異性体)について:
0.0004 ng×50 mL/2 μL×200 mL/1 mL×1/20 g=0.1 mg/kg

・メタフルミゾン代謝物 D について:
0.00015 ng×50 mL/2 μL×200 mL/1 mL×1/20 g=0.0375 mg/kg<0.04 mg/kg

QuEChERS法のLOQ

・アゾキシストロビン、ピリダリル、ペンチオピラド、メタフルミゾン(E-異性体)及びメタフルミゾン(Z-異性体)について:
0.0004 ng×20 mL/2 μL×10 mL/1 mL×25 mL/1 mL×1/10 g=0.1 mg/kg

・メタフルミゾン代謝物 D について:
0.00015 ng×20 mL/2 μL×10 mL/1 mL×25 mL/1 mL×1/10 g=0.0375 mg/kg<0.04 mg/kg

2) ホウレンソウ分析時のLOQ

公示一斉分析法のLOQ

・全分析対象化合物について:0.0004 ng×25 mL/2 μL×100 mL/0.5 mL×1/10 g=0.1 mg/kg

公示個別分析法の LOQ

・アゾキシストロビン、ピリダリル、ペンチオピラド、メタフルミゾン(*E*-異性体)及びメタフルミゾン(*Z*-異性体)について：
 $0.0004 \text{ ng} \times 25 \text{ mL} / 2 \text{ } \mu\text{L} \times 200 \text{ mL} / 1 \text{ mL} \times 1/10 \text{ g} = 0.1 \text{ mg/kg}$

・メタフルミゾン代謝物 D について：
 $0.00015 \text{ ng} \times 25 \text{ mL} / 2 \text{ } \mu\text{L} \times 200 \text{ mL} / 1 \text{ mL} \times 1/10 \text{ g} = 0.0375 \text{ mg/kg} < 0.04 \text{ mg/kg}$

QuEChERS 法の LOQ

・アゾキシストロビン、ピリダリル、ペンチオピラド、メタフルミゾン(*E*-異性体)及びメタフルミゾン(*Z*-異性体)について：
 $0.0004 \text{ ng} \times 10 \text{ mL} / 2 \text{ } \mu\text{L} \times 10 \text{ mL} / 1 \text{ mL} \times 25 \text{ mL} / 1 \text{ mL} \times 1/5 \text{ g} = 0.1 \text{ mg/kg}$

・メタフルミゾン代謝物 D について：
 $0.00015 \text{ ng} \times 10 \text{ mL} / 2 \text{ } \mu\text{L} \times 10 \text{ mL} / 1 \text{ mL} \times 25 \text{ mL} / 1 \text{ mL} \times 1/5 \text{ g} = 0.0375 \text{ mg/kg} < 0.04 \text{ mg/kg}$

B-2. 残留物実態濃度に基づく海外 MRL への適合度の検証

厚生労働省医薬・生活衛生局食品基準審査課が収集した農薬残留物の検査結果から、国内産食品を対象としたとして報告されたデータを抜き出し、海外政府により設定されている MRL と比較した。2013 年から 2017 年までに取得されたデータを対象に解析した。

海外政府により設定されている MRL は、農林水産省が実施した、「輸出環境整備推進事業(主要国・地域の残留農薬基準値調査事業)」報告書並びに、諸外国における

残留農薬基準値に関する情報の品目別残留農薬基準値 (https://www.maff.go.jp/j/shokusan/export/za-nnou_kisei.html) から引用した。ここには、13 種類の農作物(コメ、りんご、ぶどう、もも、なし、かんきつ類、温州みかん、いちご、かき、メロン、ながいも、かんしょ、茶)に対して、17 の国・地域(日本、Codex 委員会、香港、台湾、韓国、中国、シンガポール、マレーシア、インドネシア、タイ、ベトナム、米国、カナダ、オーストラリア、ニュージーランド、EU、ロシア、アラブ首長国連邦)が設定する MRL が調査されている。

本年度の研究では、対象とする農産品にいちごを選択し、国産いちごの農薬残留物検査データと上記国・地域において設定されている MRL とを比較した。いちごを対象に MRL 設定されている農薬は 287 種あり、このうち検査されていた農薬は 235 種、検査されていない農薬は 52 種であった。

台湾においては、MRL 設定されていない残留物は不検出とされている。シンガポールは、Codex 委員会が設定する MRL を自国の MRL として採用しており、Codex 委員会が MRL を設定していない残留物は含まれてはならないとされている。ベトナムも同様に、Codex 委員会が設定する MRL を自国の MRL として採用しており、Codex 委員会が MRL 設定していない農薬が残留する食品は輸入を認めないとされている。タイにおいては、MRL として不検出であることが規

定されている農薬がある。米国並びにオーストラリアは、MRL 設定されていない残留物は不検出としている。以上、多数の国が実施する農薬残留物規制に、不検出とする規定が含まれている。しかし、これら不検出として規定された残留物を分析対象化合物とする分析法の定量下限値(LOQ)あるいは検出下限値(LOD)が不明である。そのため不検出規定の場合に検査データと比較する指標値の基本を、0.005 mg/kg とすることにした。この値は、Codex 委員会における MRL 設定において、分析法の LOQ 未満の作物残留試験データしか得られなかった場合にデフォルトとされる 0.01 mg/kg の 1/2 の値である。しかし MRL としてより低い値の設定があることが確認された場合には、該当する MRL の 1/2 の値を指標とした。

分析法の真の性能あるいは証明されている性能によっては、検査結果としては不検出と判断されるが、実際には残留物を含んでおり場合によってはその濃度が MRL を超過していることも考えられる。例えば、MRL に設定された値よりも高い LOD の分析法で分析すれば、検査における判定は不検出となるが、より低い LOD の分析法で分析すれば、実際には MRL を超過していたことが明らかになる可能性もある。解析した検査データには、LOQ の情報が付随していた。そこでこの LOQ の情報を利用し、その 1/2 の値が分析結果として得られたことを仮定した MRL との比較も行っ

た。

B-3. 国際的な残留物濃度データのデータベース化

作物残留試験により得られた農薬残留物濃度の国際的なデータとして、JMPR が作成する評価書(JMPR Evaluations)によって公開されているデータに着目した。

1993 年以降に発行された JMPR Evaluations は、FAO のウェブサイト (<http://www.fao.org/agriculture/crops/thematic-sitemap/theme/pests/jmpr/jmpr-rep/en/>) から入手可能である。本研究ではそのうち 2018 年に発行された JMPR Evaluations を入手した。残留物濃度データの報告のされ方は、評価者によってすなわち農薬によってある程度の多様性を有するため、まず始めに主要情報の欠損を防いで残留農薬データを整理するための様式(データベース化のための様式)について検討した。その後、JMPR Evaluations からのデータ抽出と様式を使用した整理を実際に行い、データベース化を試行した。

C. D. 結果及び考察

CD-1. QuEChERS 法の厳密な性能評価

CD-1-1. 結果

管理用試料の分析

インカード試料の分析時に、分析値の品質保証を目的として管理用試料を分析した。併行分析した各管理用試料 2 点の分析結果を表-4～表-9 に示した。

農薬残留物の安定性の評価

本研究で使用したインカード試料は、2019年の秋から冬にかけて採取され、試験所に送付するまでの期間は、有姿の状態 で凍結保存(-30°C以下)された。試験所送付後に分析用試料として調製され、-30°C以下の条件で保存された。

ここでは、分析用試料として調製されてから分析に供されるまでの期間をシミュレートして、農薬残留物の安定性を評価した。調製した凍結保存安定性試験用試料を、インカード試料と同一の保存条件(-30°C以下)で保存した。保存後、0日、5日及び10日目に保存試料の一部を取り出し、分析した。分析結果を表-10に示した。

インカード試料の分析を通じた QuEChERS 法の性能評価

公示分析法 2 種(公示一斉分析法及び公示個別分析法)及び、QuEChERS 法によりインカード試料を分析した。QuEChERS 法により分析する試料の調製方法として、公示分析法と共通する細切混合の方法(QuEChERS 用試料 1)とさらに凍結粉碎する方法(QuEChERS 用試料 2)を検討した。各分析法による各試料の分析結果を表-11～表-16に示した。なお、分析する試料の点数は5点を基本としたが、作成されたインカード試料の量の制限を踏まえ、チンゲンサイ及びホウレンソウ試料を対象とした公示分析法による分析点数は3点とした。

CD-1-2. 考察

インカード試料の使用は、本研究のキーファクターの1つである。日常的に行われる分析法の性能評価では、実行可能性を踏まえて添加試料が使用される。しかし、分析対象化合物の検出が認められない試料(コントロール試料)に分析対象化合物の標準品を添加して調製する添加試料には、農産品における農薬残留物の存在状態が正確に反映されていない可能性がある。例えば、通常の作物栽培において農薬が投与された場合には、植物による代謝の結果として農産品の成分であるタンパク質や糖とのコンジュゲートが形成される場合がある。しかし添加試料では、これらコンジュゲートを再現することができないと考えられる。また農薬等の転流や浸透移行の結果として、組織あるいは細胞によって農薬残留物の濃度に異なりが生じる可能性があるが、添加試料においてその異なりを再現することは難しい。

日常的な分析法の性能評価における添加試料使用の前提は、評価対象となる分析法の抽出力に疑問がないことである。残留物がコンジュゲート等を形成していたとしても、それらを抽出するために必要な物理化学的な能力(熱や溶媒の極性等)は十分であることが仮定される。明確に意識されることは少ないかも知れないが、このことを仮定とするからこそ、添加試料の分析結果から性能パラメータ(回収率や精度)を推定し評価することができる。

本研究においては、国際標準の MRL 設

定やインポートトレランス申請に必要であることから、従来の分析法の性能とも比較しながら、QuEChERS法の性能を厳密に評価することを目的とした。この厳密な性能評価には、インカード試料の分析が必要である。しかし、本研究は正式には2019年の11月に開始され、研究終了期限は2020年3月であった。そのため、インカード試料作成に必要な、作物栽培期間を十分に設けることはできなかった。また、適切なインカード試料を作成するための作物栽培管理方法の検討も不十分とならざるを得なかった。そのため、本研究に使用することのできるインカード試料は3種の葉菜類に限定されまた、その量も十分ではなく、変則的な分析計画を採用せざるを得なかった。今後の研究は、分析法の性能を評価するために、適切な作物種並びに量の要件を満たしたインカード試料の作成をまず検討した上で進める予定である。

管理用試料の分析

本研究で使用したインカード試料の作成では、分析法の性能評価が可能な程度に残留物濃度が高値になることを期待して、過剰量の農薬を投与し収穫までの期間を短くした。残留物濃度が高値になることが期待されるインカード試料から得られる分析値の品質保証を目的としたため、管理用試料における残留物濃度も、意図的に相当程度高くなるように設定した。具体的には全分析対象化合物を通じて、コマツナとチンゲンサイの管理用試料では2.5 mg/kg、

ホウレンソウの管理用試料では1.0 mg/kgの濃度になるよう設定し調製した。

アゾキシストロビン、ピリダリル、ペンチオピラド、メタフルミゾン(*E*-異性体)及びメタフルミゾン(*Z*-異性体)の回収率は、全ての管理用試料と分析法の組合せを通じて91~111%の範囲に含まれた(表-4~表-8)。これらの結果から、試料調製手順を含む分析が適正に実施されていることが確認され、インカード試料から得られた分析結果を解析する上で問題のないことが判明した。

管理用試料を2併行分析した結果ではあるが、アゾキシストロビン及びペンチオピラドを対象とする公示一斉分析法と個別分析法により得られる値には、若干大きな乖離が認められた。いずれの分析対象化合物の場合にも、個別分析法の回収率が一斉分析法の回収率に比べ約10%高く、より100%に近い値となっている。2つの分析法の回収率は70~120%の範囲に含まれ国が設定する分析法の性能規準を満たしているため、食品衛生法下で実施される検査に使用することは妥当である。しかし一方で、これら2つの分析法により同一試料を分析した場合には、分析値に上記の乖離が生じる可能性があることについて、留意すべきであろう。個別分析法は各分析対象化合物により特化した分析法として設計され、精製効果も高く、より高い性能を達成しているものと考察される。そこで本研究におけるインカード試料の値付けには、個別分析法により得られた結果を用いることと

した。

本研究において選定した分析対象化合物のうち、メタフルミゾン代謝物 D については、検討した試料と分析法との組合せを通じて、回収率が 19%~85%と大きく異なる結果となった。チンゲンサイを公示分析法により分析した場合にのみ、70%を超える回収率(85%)が得られているが、その他の試料と分析法との組合せから得られた回収率は 70%を下回っている。2 併行分析結果はよく一致しているが、比較的類似したマトリクスを持つと考えられる葉菜類の間、特にコマツナとチンゲンサイの間でも回収率が大きく異なる。実験計画上、取得された分析値の数が少ないため結論することはできないが、評価にあたり留意する必要性が示された。

農薬残留物の安定性の評価

保存した分析用試料中での農薬残留物の安定性を評価するために、細切混合したホウレンソウをマトリクスとした添加試料をインカード試料と同一条件(-30°C)で保存後、0 日、5 日及び 10 日目に分析した。その結果、アゾキシストロビン、ピリダリル、ペンチオピラド、メタフルミゾン(*E*-異性体)及びメタフルミゾン(*Z*-異性体)の分析値は顕著に変化せず、保存開始後 10 日目の残存率は 97%以上であった。以上の結果から、インカード試料を分析用試料として調製した後の保存により、残留物濃度に顕著な変化がないことが確認された(表-10)。一方、メタフルミゾン代謝物 D

の分析値は、保存期間を通じて大きく減少傾向にあり、残存率は、5 日目で 46%、10 日目には 35%となった。そのため、インカード試料中のメタフルミゾン代謝物 D の分析は実施するが、その結果を評価しないことを決めた。

インカード試料の分析を通じた QuEChERS 法の性能評価

先述の通り、管理用試料の分析結果に基づく考察を踏まえ、公示個別分析法により得られた分析結果によって、コマツナ、チンゲンサイ及びホウレンソウのインカード試料における各残留物濃度を値づけした。ただし、メタフルミゾン代謝物 D を除く。各インカード試料における残留物濃度の付与値は以下の通りである。

・アゾキシストロビン：コマツナ;7.48 mg/kg、チンゲンサイ;5.42 mg/kg、ホウレンソウ;14.5 mg/kg。

・ピリダリル：コマツナ;8.22 mg/kg、チンゲンサイ;7.26 mg/kg、ホウレンソウ;9.13 mg/kg。

・ペンチオピラド：コマツナ;31.6 mg/kg、チンゲンサイ;37.7 mg/kg、ホウレンソウ;22.6 mg/kg。

・メタフルミゾン(*E*-異性体)：コマツナ;37.6 mg/kg、チンゲンサイ;26.1 mg/kg、ホウレンソウ;41.1 mg/kg。

・メタフルミゾン(*Z*-異性体)：コマツナ;13.8 mg/kg、チンゲンサイ;9.42 mg/kg、ホウレンソウ;12.4 mg/kg、(表-11~表-15)。

インカード試料におけるメタフルミゾ

ン代謝物 D の濃度は、先述の通り評価には使用しなかったが、参考として表-16 に示した。

値付けしたインカード試料は、検査手順に沿って細切混合試料(QuEChERS 用試料 1)及びさらに追加操作をして凍結粉碎試料(QuEChERS 用試料 2)として調製し、それぞれ QuEChERS 法に従い分析した。以下、分析対象化合物ごとに結果について考察する。

アゾキシストロビン

クロマトグラム例を図 2-1~2-2 に示す。いずれのピークも妨害なく測定可能であった。

コマツナ、チンゲンサイ及びホウレンソウのいずれが試料となる場合であっても、QuEChERS 用試料 1 及び 2 のそれぞれから付与値に近い分析値が得られた。QuEChERS 用試料 1 及び 2 から QuEChERS 法により得られた分析値の付与値に対する比率を表-17 に示す。QuEChERS 用試料 1 に比較して、わずかではあるが QuEChERS 用試料 2 から得られる分析値が高値になる傾向が観察された。

ピリダリル

クロマトグラム例を図 3-1~3-2 に示す。いずれのピークも妨害なく測定可能であった。

コマツナとチンゲンサイから QuEChERS 法により得られた値は、付与値に比べて若干低値となった。特に細切混合試料(QuEChERS 用試料 1)の分析値は低く、それらの付与値比率は 84%(コマツナ)と

78%(チンゲンサイ)となった(表-18)。凍結粉碎試料(QuEChERS 用試料 2)から得た分析値は QuEChERS 用試料 1 から得た分析値に比べより付与値に近く、付与値比率は 95%(コマツナ)と 86%(チンゲンサイ)となった。付与値は細切混合試料を公示個別分析法により分析した値に基づいている。使用した分析値の数が十分ではないため、付与値の確からしさをより高めることも必要である。一方で、コマツナ(チンゲンサイ)とピリダリル残留物の組合せについては、QuEChERS 法の抽出力が公示個別分析法の抽出力に比べて低く、この抽出力の差が試料の凍結粉碎によって見かけ上補われている結果であると解釈することもできるだろう。分析法の性能としては顕著な差ではないが、QuEChERS 法の特性を明らかにする上では、今後開発されるインカード試料を用いた検討においても、注視すべき現象である。なお、ホウレンソウが基材のインカード試料からは付与値に近い値(対付与値率として 96%と 101%)が得られている。QuEChERS 用試料 1 に比較して、わずかではあるが QuEChERS 用試料 2 から得られる分析値が高値になる傾向は、アゾキシストロビンと同様である。

ペンチオピラド

クロマトグラム例を図 4-1~4-2 に示す。いずれのピークも妨害なく測定可能であった。

コマツナ、チンゲンサイ及びホウレンソウのいずれが試料となる場合であっても、QuEChERS 用試料 1 及び 2 のそれぞれか

ら付与値に近い分析値が得られた。QuEChERS用試料1及び2からQuEChERS法により得られた分析値の付与値に対する比率を表-19に示す。先に考察した2つの農薬同様、QuEChERS用試料1に比較して、わずかではあるがQuEChERS用試料2から得られる分析値が高値になる傾向が観察された。

メタフルミゾン

クロマトグラム例を図 5-1~5-3 及び図 6-1~6-2 に示す。いずれのピークも妨害なく測定可能であった。

メタフルミゾン E体及び Z 体ともに、コマツナ、チンゲンサイ及びホウレンソウのいずれが試料となる場合であっても、QuEChERS用試料1及び2のそれぞれから付与値に近い分析値が得られた。

メタフルミゾンの食品衛生法食品規格に基づく基準値は、農産物にあつてはメタフルミゾン(E体)、メタフルミゾン(Z 体)及び代謝物 D をメタフルミゾンに換算したものの和とされていることから、保存安定性の観点から適正な分析値を得ることができないことが明らかとなった代謝物 D を除く E体及び Z 体の分析値を合算した。その結果、合算値も付与値に近い値となることが確認された。Z 体に比べ E体の濃度が2~3 倍程度高いため、合算値への寄与も当然高くなる。保存安定性の低さが明らかとなったため確実とは言えないが、インカード試料から得られた代謝物 D の濃度は、E体及び Z 体の濃度の 1/100 程度であり、合算値への寄与は極めて小さいと

考えられる。

QuEChERS 用試料 1 及び 2 から QuEChERS 法により得られた分析値の付与値に対する比率を表-20 に示す。先に考察した農薬と同様に、QuEChERS 用試料 1 に比較して、わずかではあるが QuEChERS 用試料 2 から得られる分析値が高値になる傾向が観察された。

CD-1-3. まとめ

葉物野菜におけるアゾキシストロビン、ピリダリル、ペンチオピラド及びメタフルミゾンの残留物を対象に、QuEChERS 法の性能の厳密な評価を試みた。

公示個別分析法の分析結果に基づき、コマツナ、チンゲンサイ及びホウレンソウのインカード試料におけるアゾキシストロビン、ピリダリル、ペンチオピラド、メタフルミゾン(E-異性体)及びメタフルミゾン(Z-異性体)濃度の値付けをした。そのうえで、公示された検査手順に含まれる細切混合法と、凍結粉碎法により分析用試料を調製し、QuEChERS 法により分析した。その結果、保存安定性が低いことが明らかとなったメタフルミゾン代謝物を除き、付与値に近い分析値(对付与値率; 86%~110%)が得られることが明らかとなった。また、全てのマトリクスと分析対象化合物の組合せを通じて、分析用試料の調製方法として、細切粉碎に比べ凍結粉碎を用いた場合に、分析値がより高値になる傾向が見られた。

今後、物理化学的特性の異なる農薬と異なるマトリクスを持つ作物との組合せ数

を増加させる等してより詳細な検討を重ねることにより、QuEChERS法をインポートトレランスにおいて諸外国に示すことが可能になると同時に、わが国における国際標準のMRL設定や、規制のために用いられる1つの分析法としての課題解明にも大きく貢献するものと考えられる。

CD-2. 残留物実態濃度に基づく海外MRLへの適合度の検証

国産のいちごにおける農薬残留物の濃度が、海外政府が設定したMRLの値を超過する可能性のある検査件数を推定した。ただし、国内登録された農薬の使用基準に沿って農薬が使用されていたのであろうことには、あらかじめ言及しておく。解析結果の一部を表-21～表-36まで示す。表中、海外政府による規制において、不検出あるいは輸入を認めないとされている場合に方法の項に示した指標値を設定して場合にはセルを塗りつぶして示した。

2013年～2017年にかけてわが国において実施された検査において、国産いちごにおける農薬残留物の濃度が、海外政府が設定したMRLの値を超過した数が10件以上の農薬は、アセタミプリド、イミダクロプリド、エトキサゾール、クレソキシムメチル、ジフェノコナゾール、シフルフェナミド、シメコナゾール、チアクロプリド、テトラジホン、テブフェンピラド、トリフルミゾール、フェナリモル、フルフェノクスロン、プロシミドン、メパニピリム、ルフェヌロンであった。国内検査の結果とし

ては不検出と判断されるが、設定されているLOQの1/2の値がMRLを超過した数が10件以上の農薬は、BHC、DDT、アクリナトリン、アトラジン、アラクロール、アルドリノ及びディルドリン、イソキサチオン、ウニコナゾールP、エチオン、エトリジアゾール、エンドスルファン、エンドリン、オキサジキシル、オキサミル、カズサホス、カルフェントラゾンエチル、カルボフラン、キナルホス、キノキシフェン、キノメチオナート、キントゼン、クレソキシムエチル、クロピラリド、クロマゾン、クロルピリホスメチル、クロルフェナピル、クロルフェンビンホス、クロルプロファム、シアノホス、ジエトフェンカルブ、シハロトリン、シフルトリン、シプロコナゾール、シペルメトリン、シマジン、シメコナゾール、ジメトエート、テクナゼン、テトラコナゾール、テトラジホン、テブフェンピラド、テフルトリン、テルブホス、トリアジメノール、トリアジメホン、トリアレート、トリデモルフ、トリフルラリン、トルクロホスメチル、ナプロパミド、パラチオンメチル、ピテルタノール、ピリダベン、ピリプロキシフェン、ピリミフェジン、ピリミホスメチル、ピリメタニル、ビシクロゾリン、フェナミホス、フェニトロチオン、フェンバレレート、フェンプロピモルフ、ブタミホス、ブプロフェジン、フルシトリネート、フルトラニル、フルバリネート、プロシミドン、プロチオホス、ブromoプロピレート、ベナラキシル、ペルメトリン、ペンコナゾール、ペンディメタリン、ホスチ

アゼート、ホスメット、ホレート、マラチオン、メチダチオン、メトキシクロール、レナシルであった。これらの農薬を対象とした MRL としてわが国が設定する値に比べて、海外政府により設定された値がかなり低い場合がある。実際の残留物の濃度は不明であるが、分析法性能の保証水準が不適切となり、判定の合理性が低下する場合といえる。実際の残留物濃度が MRL の値を下回っていることが前提となるが、適切な LOQ(あるいは LOD。規制上の取扱の整理が必要)をもった分析法を用いて分析しなければ、判定の合理性は低くなる。つまり MRL の値に応じて、その値を下回る濃度を LOD とする分析法を用いて検査することが、相手先国の MRL への適合を証明し輸出するためには必要である。

CD-3. 国際的な残留物濃度データのデータベース化

JMPR Evaluations により公開された作物残留試験データを整理するに当たり、データベース化後の利用を踏まえ、作成するデータ様式の項目には以下を設定することとした。①農薬名、②作物名、③実施国名、④実施地域名、⑤実施年、⑥剤型、⑦農薬使用方法の ID、⑧投与回数、⑨投与率、⑩分析部位、⑪投与後日数、⑫残留物、⑬データタイプ、⑭データ(分析結果)、⑮ JMPR Evaluations 中での掲載頁、⑯その他の情報。

上記項目のうち、⑦農薬使用方法の ID は、同一の農薬使用方法を特定するための

指標として追加した項目である。しかし、作物残留試験ごとのわずかな使用方法の違いを区別したために ID 数が大きくなった。利用可能な作残試験データの絞り込みを容易にするためにも、25%の変動範囲にある使用方法には同一 ID をつける等して、さらに整理することを検討できるかも知れない。⑬データタイプは、分析値が報告されている場合、報告されていない場合、LOQ 未満として報告されている場合の 3通りを識別するために追加した項目である。このデータ様式の他、提供された各国 GAP の情報と上記⑦の農薬使用方法の ID に対応する具体的な農薬使用方法をまとめた表を作成した。

1つの農薬に対して1つのエクセルファイルによりデータは整理した。農薬名をエクセルファイル名としており、解析が必要なデータはエクセルファイル名で検索することができる。アクセス等のソフトウェアについてデータベースを構築することについても考察したが、現状のデータ様式であればエクセルファイルにより区別しファイルを蓄積することでも使用上の不具合は無いと考える。構築したデータベースの一例として表-37 並びに表-38 に Chlorfenapyr について構築したデータベースの一部を例示する。

E. 研究発表

なし

F. 研究発表

なし

名称	調製濃度 (mg/L)	使用溶液	使用量 (mL)	定容量 (mL)
標準溶液 A	2	希釈用混合標準溶液 50 mg/L	1	25
標準溶液 B	0.1	標準溶液 A	1	20
標準溶液 C	0.01	標準溶液 B	2	20
標準溶液 D	0.002	標準溶液 C	2	10
標準溶液 E	0.0015	標準溶液 C	1.5	10
標準溶液 F	0.001	標準溶液 C	1	10
標準溶液 G	0.0005	標準溶液 C	1	20
標準溶液 H	0.0002	標準溶液 D	1	10
標準溶液 I	0.000075	標準溶液 E	1	20

表-1 検量線用混合標準溶液の調製

	農薬成分名	logPow
1	アゾキシストロビン	2.5(20°C)
2	ピリダリル	8.1(20°C)
3	ペンチオピラド	3.5
4	メタフルミゾン(E-異性体)	5.1
5	メタフルミゾン(Z-異性体)	4.4
6	メタフルミゾン代謝物 D	—

表-2 分析対象成分

	イオン化法	プレカーサーイオン (<i>m/z</i>)	プロダクトイオン (<i>m/z</i>)	Q1 Pre Bias(V)	CE(eV)	保持時間の 目安(分)
アゾキシストロビン	ESI(+)	404	372	-11	-16	4.5
ピリダリル	ESI(+)	490	109	-12	-37	5.1
ペンチオピラド	ESI(-)	358	149	18	24	4.0
メタフルミゾン代謝物 D	ESI(-)	288	142	11	29	5.8
メタフルミゾン(E-異性体)	ESI(-)	505	302	26	20	6.7
メタフルミゾン(Z-異性体)	ESI(-)	505	302	26	20	5.0

表-3 イオン化法、モニターイオン、Q1 Pre Bias、コリジョンエネルギー(CE)及び保持時間の目安

	コマツナ				チンゲンサイ				ハウレンソウ			
	公示分析法		QuEChERS法		公示分析法		QuEChERS法		公示分析法		QuEChERS法	
repeat	一斉	個別	試料1	試料2	一斉	個別	試料1	試料2	一斉	個別	試料1	試料2
1	2.401	2.586	2.595	2.688	2.410	2.613	2.462	2.498	0.993	1.022	1.061	1.024
2	2.261	2.562	2.600	2.738	2.445	2.618	2.338	2.416	0.947	0.961	1.047	1.021
mean	2.331	2.574	2.598	2.713	2.428	2.616	2.400	2.457	0.970	0.991	1.054	1.023
recovery (%)	93.2	103.0	103.9	108.5	97.1	104.6	96.0	98.3	97.0	99.1	105.4	102.3

表-4 管理用試料の分析結果(アゾキシストロビン)

	コマツナ			チンゲンサイ			ハウレンソウ		
	公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法	
repeat	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2
1	2.506	2.605	2.642	2.658	2.542	2.553	0.987	0.994	0.968
2	2.302	2.295	2.595	2.614	2.533	2.686	0.920	1.007	0.974
mean	2.404	2.450	2.619	2.636	2.538	2.620	0.954	1.001	0.971
recovery (%)	96.2	98.0	104.7	105.4	101.5	104.8	95.4	100.1	97.1

表-5 管理用試料の分析結果(ピリダリル)

	コマツナ				チンゲンサイ				ハウレンソウ			
	公示分析法		QuEChERS法		公示分析法		QuEChERS法		公示分析法		QuEChERS法	
repeat	一斉	個別	試料1	試料2	一斉	個別	試料1	試料2	一斉	個別	試料1	試料2
1	2.383	2.508	2.614	2.774	2.375	2.651	2.568	2.623	0.970	0.990	1.121	0.986
2	2.165	2.481	2.606	2.731	2.392	2.623	2.458	2.617	0.911	0.919	1.078	0.967
mean	2.274	2.495	2.610	2.753	2.384	2.637	2.513	2.620	0.940	0.954	1.100	0.977
recovery (%)	91.0	99.8	104.4	110.1	95.3	105.5	100.5	104.8	94.0	95.4	110.0	97.7

表-6 管理用試料の分析結果(ペンチオピラド)

	コマツナ			チンゲンサイ			ハウレンソウ		
	公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法	
repeat	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2
1	2.564	3.060	2.737	2.697	2.598	2.658	1.057	1.105	1.050
2	2.488	2.507	2.701	2.652	2.513	2.641	0.908	1.105	1.031
mean	2.526	2.784	2.719	2.675	2.556	2.650	0.982	1.105	1.041
recovery (%)	101.0	111.3	108.8	107.0	102.2	106.0	98.2	110.5	104.1

表-7 管理用試料の分析結果(メタフルミゾン; E-異性体)

	コマツナ			チンゲンサイ			ハウレンソウ		
	公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法	
repeat	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2
1	2.586	2.800	2.744	2.646	2.532	2.601	0.967	1.049	1.003
2	2.516	2.443	2.710	2.629	2.421	2.529	0.908	1.007	1.017
mean	2.551	2.622	2.727	2.638	2.477	2.565	0.937	1.028	1.010
recovery (%)	102.0	104.9	109.1	105.5	99.1	102.6	93.7	102.8	101.0

表-8 管理用試料の分析結果(メタフルミゾン; Z-異性体)

repeat	コマツナ			チンゲンサイ			ホウレンソウ		
	公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法	
	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2
1	1.279	0.614	1.639	2.133	1.367	1.855	0.693	0.283	0.194
2	1.200	0.579	1.545	2.111	1.460	1.470	0.615	0.264	0.198
mean	1.240	0.597	1.592	2.122	1.414	1.663	0.654	0.273	0.196
recovery (%)	49.6	23.9	63.7	84.9	56.5	66.5	65.4	27.3	19.6

表-9 管理用試料の分析結果(メタフルミゾン代謝物 D)

保存 日数	repeat	アゾキシストロビン			ピリダリル			ベンチピラド			メタフルミゾン(E異性体)			メタフルミゾン(Z異性体)			メタフルミゾン代謝物D			
		濃度 (mg/kg)	mean	残存率 (%)	濃度 (mg/kg)	mean	残存率 (%)	濃度 (mg/kg)	mean	残存率 (%)	濃度 (mg/kg)	mean	残存率 (%)	濃度 (mg/kg)	mean	残存率 (%)	濃度 (mg/kg)	mean	残存率 (%)	
0日	1	0.561			0.550	0.522				0.570	0.547				0.580	0.561			0.549	0.545
	2	0.523	0.542		0.494					0.523					0.543				0.541	
5日	1	0.530			0.477	0.488	93			0.527	0.528	97			0.543	0.543	97		0.225	0.248
	2	0.533	0.532	98	0.499					0.530					0.543				0.272	
10日	1	0.525			0.462	0.475	97			0.510	0.517	98			0.529	0.534	98		0.100	0.087
	2	0.532	0.529	99	0.488					0.524					0.539				0.073	35

表-10 凍結保存安定性試験の結果

repeat	コマツナ				チンゲンサイ				ホウレンソウ			
	公示分析法		QuEChERS法		公示分析法		QuEChERS法		公示分析法		QuEChERS法	
	一斉	個別	試料1	試料2	一斉	個別	試料1	試料2	一斉	個別	試料1	試料2
1	6.93	7.62	7.75	8.16	4.67	5.48	4.89	5.37	13.6	14.5	15.8	16.3
2	6.80	7.37	7.86	7.96	4.86	5.47	4.74	5.38	13.8	14.6	15.4	16.3
3	6.94	7.56	7.75	8.10	4.89	5.31	5.12	5.36	14.1	14.4	14.9	16.5
4	7.23	7.47	7.74	8.18	-	-	5.42	5.40	-	-	14.9	15.4
5	6.82	7.36	7.14	7.95	-	-	5.21	5.30	-	-	14.6	15.4
mean	6.94	7.48	7.65	8.07	4.81	5.42	5.08	5.36	13.8	14.5	15.1	16.0
RSD(%)	2.5	1.5	3.8	1.4	2.5	1.8	5.3	0.7	1.8	0.7	3.2	3.4

表-11 インカード試料の分析結果(アゾキシストロビン, mg/kg)

repeat	コマツナ			チンゲンサイ			ホウレンソウ		
	公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法	
	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2
1	8.28	6.86	7.94	7.52	5.64	6.11	9.41	9.25	9.25
2	8.33	7.00	7.71	7.05	5.29	6.02	9.39	9.08	9.20
3	8.44	7.12	7.93	7.20	5.52	6.30	8.60	8.49	9.51
4	8.45	6.86	7.71	-	5.69	6.49	-	8.46	9.35
5	7.59	6.81	7.57	-	6.11	6.19	-	8.32	8.90
mean	8.22	6.93	7.77	7.26	5.65	6.22	9.13	8.72	9.24
RSD(%)	4.4	1.8	2.1	3.3	5.3	2.9	5.1	4.8	2.4

表-12 インカード試料の分析結果(ピリダリル, mg/kg)

repeat	コマツナ				チンゲンサイ				ハウレンソウ			
	公示分析法		QuEChERS法		公示分析法		QuEChERS法		公示分析法		QuEChERS法	
	一斉	個別	試料1	試料2	一斉	個別	試料1	試料2	一斉	個別	試料1	試料2
1	27.7	31.7	32.7	33.6	31.4	38.2	35.8	39.3	20.8	22.1	25.4	24.9
2	28.4	30.9	31.6	32.5	32.0	37.3	33.3	39.8	21.0	23.5	24.4	24.8
3	28.6	32.0	29.6	32.5	32.5	37.7	37.3	40.9	21.5	22.2	23.3	24.0
4	29.5	31.3	31.4	33.4	-	-	41.2	40.6	-	-	22.8	24.1
5	28.5	32.2	29.8	33.2	-	-	38.1	39.9	-	-	21.6	23.4
mean	28.5	31.6	31.0	33.0	32.0	37.7	37.1	40.1	21.1	22.6	23.5	24.2
RSD(%)	2.3	1.7	4.2	1.6	1.7	1.2	7.8	1.6	1.7	3.5	6.2	2.6

表-13 インカード試料の分析結果(ペンチオピラド, mg/kg)

repeat	コマツナ			チンゲンサイ			ハウレンソウ		
	公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法	
	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2
1	37.0	38.0	38.9	26.2	24.8	26.5	40.8	46.1	45.1
2	36.8	38.2	38.3	26.0	23.5	27.1	42.2	43.9	45.8
3	38.4	37.1	39.1	26.0	26.1	27.7	40.3	42.2	45.9
4	37.9	38.5	40.0	-	29.5	27.5	-	41.8	44.2
5	37.9	34.8	39.2	-	27.1	27.6	-	40.2	44.2
mean	37.6	37.3	39.1	26.1	26.2	27.3	41.1	42.8	45.0
RSD(%)	1.8	4.0	1.6	0.4	8.7	1.8	2.4	5.2	1.8

表-14 インカード試料の分析結果(メタフルミゾン;E-異性体, mg/kg)

repeat	コマツナ			チンゲンサイ			ハウレンソウ		
	公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法	
	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2
1	13.6	13.5	14.4	9.44	8.98	9.76	12.3	13.4	13.4
2	13.7	14.0	14.2	9.34	8.44	9.95	12.6	13.0	13.7
3	13.9	13.7	14.5	9.48	9.50	10.0	12.4	12.5	13.5
4	13.8	13.7	14.5	-	10.5	10.1	-	12.4	12.8
5	13.8	12.9	14.3	-	9.90	9.95	-	12.0	12.7
mean	13.8	13.6	14.4	9.42	9.46	9.95	12.4	12.7	13.2
RSD(%)	0.8	3.0	0.9	0.8	8.4	1.2	1.2	4.3	3.4

表-15 インカード試料の分析結果(メタフルミゾン;Z-異性体, mg/kg)

repeat	コマツナ			チンゲンサイ			ハウレンソウ		
	公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法		公示分析法	QuEChERS法	
	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2	個別	試料1	試料2
1	0.07	0.16	0.13	0.04	0.09	0.05	(0.03)	0.07	0.06
2	0.07	0.14	0.14	0.04	0.08	0.05	(0.03)	0.07	0.06
3	0.07	0.14	0.11	0.04	0.10	0.05	(0.03)	0.07	0.06
4	0.07	0.12	0.13	-	0.09	0.05	-	0.06	0.05
5	0.07	0.12	0.13	-	0.09	0.05	-	0.06	0.06
mean	0.07	0.14	0.13	0.04	0.09	0.05	(0.03)	0.07	0.06
RSD(%)	0.0	12.3	8.6	0.0	7.9	0.0	0.0	8.3	7.7

表-16 インカード試料の分析結果(メタフルミゾン代謝物 D, mg/kg)

	コマツナ			チンゲンサイ			ハウレンソウ		
	値付け値	試料 1	試料 2	値付け値	試料 1	試料 2	値付け値	試料 1	試料 2
分析値 (mg/kg)	7.48	7.65	8.07	5.42	5.08	5.36	14.5	15.1	16.0
对付与値率(%)	100.0	102.3	107.9	100.0	93.7	98.9	100.0	104.3	110.2
対試料 1 比率 (%)			105.5			105.6			105.7

表-17 アズキシストロビン分析値の对付与値率

	コマツナ			チンゲンサイ			ハウレンソウ		
	値付け値	試料 1	試料 2	値付け値	試料 1	試料 2	値付け値	試料 1	試料 2
分析値 (mg/kg)	8.22	6.93	7.77	7.26	5.65	6.22	9.13	8.72	9.24
对付与値率(%)	100.0	84.3	94.6	100.0	77.9	85.7	100.0	95.5	101.2
対試料 1 比率 (%)			112.2			110.1			106.0

表-18 ピリダリル分析値の对付与値率

	コマツナ			チンゲンサイ			ハウレンソウ		
	値付け値	試料 1	試料 2	値付け値	試料 1	試料 2	値付け値	試料 1	試料 2
分析値 (mg/kg)	31.6	31.0	33.0	31.6	31.0	33.0	31.6	31.0	33.0
对付与値率(%)	100.0	98.1	104.5	100.0	98.1	104.5	100.0	98.1	104.5
対試料 1 比率 (%)			106.5			106.5			106.5

表-19 ペンチオピラド分析値の对付与値率

	コマツナ			チンゲンサイ			ハウレンソウ		
	値付け値	試料 1	試料 2	値付け値	試料 1	試料 2	値付け値	試料 1	試料 2
メタフルミゾン E									
分析値 (mg/kg)	37.6	37.3	39.1	26.1	26.2	27.3	41.1	42.8	45.0
对付与値率(%)	100.0	99.3	104.0	100.0	100.5	104.7	100.0	104.2	109.6
対試料 1 比率 (%)	/	/	104.8	/	/	104.1	/	/	105.1
メタフルミゾン Z									
分析値 (mg/kg)	13.8	13.6	14.4	9.42	9.46	9.95	12.4	12.7	13.2
对付与値率(%)	100.0	98.5	104.5	100.0	100.5	105.6	100.0	101.8	106.3
対試料 1 比率 (%)	/	/	106.0	/	/	105.2	/	/	104.4
メタフルミゾン E&Z									
分析値 (mg/kg)	51.4	50.9	53.5	35.5	35.7	37.2	53.5	55.5	58.3
对付与値率(%)	100.0	99.0	104.1	100.0	100.6	104.8	100.0	103.7	109.0
対試料 1 比率 (%)	/	/	105.1	/	/	104.4	/	/	105.0

表-20 メタフルミゾン分析値の对付与値率

農薬名	検査数	N D数	検出数
アセタミプリド	365	308	57
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	3	0	0
CODEX	0.5	0	3
香港	3	0	0
台湾	1	0	0
韓国	1	0	0
中国	2	0	0
シンガポール	0.5	0	3
マレーシア	0.5	0	3
インドネシア	0.5	0	3
タイ	0.5	0	3
ベトナム	0.5	0	3
米国	0.6	0	1
カナダ	0.6	0	1
オーストラリア	0.1	0	18
ニュージーランド	0.1	0	18
EU	0.5	0	3
ロシア	基準値なし	0	0
UAE	0.5	0	3
サウジアラビア	0.5	0	3

表-21 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(アセタミプリド)

農薬名	検査数	N D数	検出数
イミダクロプリド	503	434	69
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	0.4	1	10
CODEX	0.5	0	8
香港	0.5	0	8
台湾	1	0	1
韓国	0.4	1	10
中国	基準値なし	0	0
シンガポール	0.5	0	8
マレーシア	0.5	0	8
インドネシア	0.5	0	8
タイ	0.5	0	8
ベトナム	0.5	0	8
米国	0.5	0	8
カナダ	0.5	0	8
オーストラリア	0.5	0	8
ニュージーランド	0.2	1	16
EU	0.5	0	8
ロシア	3	0	0
UAE	0.5	0	8
サウジアラビア	0.5	0	8

表-22 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(イミダクロプリド)

農薬名	検査数	N D数	検出数
エトキサゾール	440	417	23
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	0.5	0	1
CODEX	-	0	0
香港	[☆]	0	0
台湾	0.5	0	1
韓国	0.5	0	1
中国	基準値なし	0	0
シンガポール	0.005	6	23
マレーシア	0.01	6	22
インドネシア	基準値なし	0	0
タイ	0.01	6	22
ベトナム	0.005	6	23
米国	0.5	0	1
カナダ	0.5	0	1
オーストラリア	0.2	0	5
ニュージーランド	0.1	0	8
EU	0.2	0	5
ロシア	基準値なし	0	0
UAE	0.2	0	5
サウジアラビア	0.2	0	5

表-23 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(エトキサゾール)

農薬名	検査数	N D数	検出数
クレソキシムメチル	588	515	73
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	5	0	0
CODEX	-	0	0
香港	5	0	0
台湾	3	0	0
韓国	1	0	1
中国	2	0	0
シンガポール	0.005	16	70
マレーシア	0.01	16	61
インドネシア	基準値なし	0	0
タイ	0.01	16	61
ベトナム	0.005	16	70
米国	0.005	16	70
カナダ	0.1	1	23
オーストラリア	1.5	0	0
ニュージーランド	0.1	1	23
EU	1.5	0	0
ロシア	1	0	1
UAE	1.5	0	0
サウジアラビア	1.5	0	0

表-24 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(クレソキシムメチル)

農薬名	検査数	N D数	検出数
ジフェノコナゾール	497	482	15
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	2	0	0
CODEX	2	0	0
香港	5	0	0
台湾	1	0	0
韓国	0.5	0	0
中国	基準値なし	0	0
シンガポール	2	0	0
マレーシア	2	0	0
インドネシア	基準値なし	0	0
タイ	2	0	0
ベトナム	0.005	9	14
米国	2.5	0	0
カナダ	2.5	0	0
オーストラリア	0.4	0	0
ニュージーランド	0.1	1	4
EU	0.5	0	0
ロシア	基準値なし	0	0
UAE	0.5	0	0
サウジアラビア	0.5	0	0

表-25 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(ジフェノコナゾール)

農薬名	検査数	N D数	検出数
シフルフェナミド	344	323	21
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	0.7	0	0
CODEX	-	0	0
香港	[☆]	0	0
台湾	0.5	0	0
韓国	0.5	0	0
中国	基準値なし	0	0
シンガポール	0.005	1	19
マレーシア	0.01	1	14
インドネシア	基準値なし	0	0
タイ	0.01	1	14
ベトナム	0.005	1	19
米国	0.2	0	0
カナダ	0.2	0	0
オーストラリア	0.01	1	14
ニュージーランド	0.05	0	5
EU	0.04	0	5
ロシア	基準値なし	0	0
UAE	0.04	0	5
サウジアラビア	0.04	0	5

表-26 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(シフルフェナミド)

農薬名	検査数	N D数	検出数
シメコナゾール	368	333	35
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	3	0	0
CODEX	-	0	0
香港	[☆]	0	0
台湾	0.005	17	33
韓国	0.3	0	1
中国	基準値なし	0	0
シンガポール	0.005	17	33
マレーシア	0.01	17	24
インドネシア	基準値なし	0	0
タイ	0.01	17	24
ベトナム	0.005	17	33
米国	0.005	17	33
カナダ	0.1	1	5
オーストラリア	0.005	17	33
ニュージーランド	0.1	1	5
EU	0.01	17	24
ロシア	基準値なし	0	0
UAE	0.01	17	24
サウジアラビア	0.01	17	24

表-27 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(シメコナゾール)

農薬名	検査数	N D数	検出数
チアクロプリド	412	397	15
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	5	0	0
CODEX	1	0	0
香港	1	0	0
台湾	0.01	0	13
韓国	2	0	0
中国	1	0	0
シンガポール	1	0	0
マレーシア	1	0	0
インドネシア	基準値なし	0	0
タイ	1	0	0
ベトナム	1	0	0
米国	0.005	0	14
カナダ	0.1	0	6
オーストラリア	1	0	0
ニュージーランド	1	0	0
EU	1	0	0
ロシア	1	0	0
UAE	1	0	0
サウジアラビア	1	0	0

表-28 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(チアクロプリド)

農薬名	検査数	N D数	検出数
テトラジホン	505	485	20
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	1	0	0
CODEX	-	0	0
香港	[☆]	0	0
台湾	0.005	17	20
韓国	2	0	0
中国	基準値なし	0	0
シンガポール	0.005	17	20
マレーシア	2	0	0
インドネシア	基準値なし	0	0
タイ	0.01	17	17
ベトナム	0.005	17	20
米国	0.005	17	20
カナダ	5	0	0
オーストラリア	5	0	0
ニュージーランド	0.1	0	7
EU	0.01	17	17
ロシア	基準値なし	0	0
UAE	0.01	17	17
サウジアラビア	0.01	17	17

表-29 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(テトラジホン)

農薬名	検査数	N D数	検出数
テブフェンピラド	577	551	26
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	1	0	0
CODEX	-	0	0
香港	[☆]	0	0
台湾	1	0	0
韓国	0.5	0	0
中国	基準値なし	0	0
シンガポール	0.005	19	25
マレーシア	0.01	19	23
インドネシア	基準値なし	0	0
タイ	0.01	19	23
ベトナム	0.005	19	25
米国	0.005	19	25
カナダ	0.1	1	2
オーストラリア	0.005	19	25
ニュージーランド	0.1	1	2
EU	1	0	0
ロシア	基準値なし	0	0
UAE	1	0	0
サウジアラビア	1	0	0

表-30 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(テブフェンピラド)

農薬名	検査数	N D数	検出数
トリフルミゾール	109	92	17
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	1	0	0
CODEX	-	0	0
香港	2	0	0
台湾	1	0	0
韓国	2	0	0
中国	基準値なし	0	0
シンガポール	0.005	5	17
マレーシア	0.01	5	12
インドネシア	基準値なし	0	0
タイ	0.01	5	12
ベトナム	0.005	5	17
米国	2	0	0
カナダ	2	0	0
オーストラリア	0.005	5	17
ニュージーランド	0.1	0	0
EU	0.2	0	0
ロシア	基準値なし	0	0
UAE	0.2	0	0
サウジアラビア	0.2	0	0

表-31 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(トリフルミゾール)

農薬名	検査数	N D数	検出数
フェナリモル	619	608	11
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	1	0	0
CODEX	1	0	0
香港	1	0	0
台湾	0.5	0	0
韓国	1	0	0
中国	1	0	0
シンガポール	1	0	0
マレーシア	1	0	0
インドネシア	1	0	0
タイ	1	0	0
ベトナム	1	0	0
米国	0.005	19	11
カナダ	0.1	0	3
オーストラリア	0.005	19	11
ニュージーランド	0.1	0	3
EU	0.3	0	1
ロシア	1	0	0
UAE	1	0	0
サウジアラビア	1	0	0

表-32 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(フェナリモル)

農薬名	検査数	N D数	検出数
フルフェノクスロン	372	348	24
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	0.5	0	0
CODEX	-	0	0
香港	0.5	0	0
台湾	0.01	0	20
韓国	0.3	0	0
中国	基準値なし	0	0
シンガポール	0.005	0	22
マレーシア	0.01	0	20
インドネシア	基準値なし	0	0
タイ	0.01	0	20
ベトナム	0.005	0	22
米国	0.005	0	22
カナダ	0.1	0	1
オーストラリア	0.005	0	22
ニュージーランド	0.1	0	1
EU	0.05	0	7
ロシア	基準値なし	0	0
UAE	0.05	0	7
サウジアラビア	0.05	0	7

表-33 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(フルフェノクスロン)

農薬名	検査数	N D数	検出数
プロシミドン	600	554	46
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	5	0	0
CODEX	-	0	0
香港	10	0	0
台湾	5	0	0
韓国	10	0	0
中国	10	0	0
シンガポール	0.005	16	45
マレーシア	0.01	16	43
インドネシア	基準値なし	0	0
タイ	0.01	16	43
ベトナム	0.005	16	45
米国	0.005	16	45
カナダ	0.1	0	26
オーストラリア	0.02	16	38
ニュージーランド	5	0	0
EU	0.01	16	43
ロシア	10	0	0
UAE	0.01	16	43
サウジアラビア	0.01	16	43

表-34 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(プロシミドン)

農薬名	検査数	N D数	検出数
メパニピリム	141	112	29
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	10	0	0
CODEX	-	0	0
香港	[☆]	0	0
台湾	1	0	1
韓国	3	0	0
中国	基準値なし	0	0
シンガポール	0.005	0	29
マレーシア	0.01	0	26
インドネシア	基準値なし	0	0
タイ	0.01	0	26
ベトナム	0.005	0	29
米国	1.5	0	0
カナダ	0.1	0	11
オーストラリア	0.005	0	29
ニュージーランド	0.1	0	11
EU	3	0	0
ロシア	基準値なし	0	0
UAE	3	0	0
サウジアラビア	1.5	0	0

表-35 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(メパニピリム)

農薬名	検査数	N D数	検出数
ルフエヌロン	274	253	21
国名	基準値	LODの1/2が基準値を超過した数	分析値が基準値を超過した数
日本	1	0	0
CODEX	-	0	0
香港	[☆]	0	0
台湾	0.5	0	1
韓国	0.5	0	1
中国	基準値なし	0	0
シンガポール	0.005	5	19
マレーシア	0.01	0	16
インドネシア	基準値なし	0	0
タイ	0.01	0	16
ベトナム	0.005	5	19
米国	0.005	5	19
カナダ	0.1	0	5
オーストラリア	0.005	5	19
ニュージーランド	0.1	0	5
EU	0.01	0	16
ロシア	基準値なし	0	0
UAE	1	0	0
サウジアラビア	1	0	0

表-36 諸外国政府が設定した MRL への国産いちごにおける農薬残留物濃度の適合度の検証(ルフエヌロン)

Pesticide	Crop	Country	Site	Year	Formulation	Application ID	No. of application(RTI)	Application	Part	DALA (DAT)	Residue Compound	Data Type (conc, NQ, -)	Data	Page	Other Information
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Ponta Grossa	2016	SC	Chlorfenapyr_1	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,78,80	Seeds	0	Chlorfenapyr	Conc	0.24	45	G150192, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Ponta Grossa	2016	SC	Chlorfenapyr_1	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,78,80	Seeds	0	CL303268	NQ	0.01	45	G150192, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Ponta Grossa	2016	SC	Chlorfenapyr_1	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,78,80	Seeds	15	Chlorfenapyr	Conc	0.11	45	G150192, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Ponta Grossa	2016	SC	Chlorfenapyr_1	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,78,80	Seeds	15	CL303268	NQ	0.01	45	G150192, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Ponta Grossa	2016	SC	Chlorfenapyr_1	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,78,80	Seeds	30	Chlorfenapyr	NQ	0.01	45	G150192, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Ponta Grossa	2016	SC	Chlorfenapyr_1	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,78,80	Seeds	30	CL303268	NQ	0.01	45	G150192, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Ponta Grossa	2016	SC	Chlorfenapyr_1	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,78,80	Seeds	45	Chlorfenapyr	Conc	0.013	45	G150192, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Ponta Grossa	2016	SC	Chlorfenapyr_1	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,78,80	Seeds	45	CL303268	NQ	0.01	45	G150192, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Arapoti	2016	SC	Chlorfenapyr_2	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,76,78	Seeds	0	Chlorfenapyr	Conc	1.9	45	G150193, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months

表 37-1 農薬残留物濃度データデータベースの例(Chlorfenapyr)

Pesticide	Crop	Country	Site	Year	Formulation	Application ID	No. of application(RT)	Application	Part	DALA (DAT)	Residue Compound	Data Type (conc, NQ, -)	Data	Page	Other Information
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Aropoti	2016	SC	Chlorfenapyr_2	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,76,78	Seeds	0	CL303268	NQ	0.01	45	G150193, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Aropoti	2016	SC	Chlorfenapyr_2	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,76,78	Seeds	15	Chlorfenapyr	Conc	0.21	45	G150193, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Aropoti	2016	SC	Chlorfenapyr_2	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,76,78	Seeds	15	CL303268	NQ	0.01	45	G150193, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Aropoti	2016	SC	Chlorfenapyr_2	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,76,78	Seeds	30	Chlorfenapyr	NQ	0.01	45	G150193, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Aropoti	2016	SC	Chlorfenapyr_2	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,76,78	Seeds	30	CL303268	NQ	0.01	45	G150193, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Aropoti	2016	SC	Chlorfenapyr_2	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,76,78	Seeds	45	Chlorfenapyr	NQ	0.01	45	G150193, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Brazil	Aropoti	2016	SC	Chlorfenapyr_2	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,76,78	Seeds	45	CL303268	NQ	0.01	45	G150193, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 7000 IPRO)	Brazil	Itaberá	2016	SC	Chlorfenapyr_3	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,79,85	Seeds	0	Chlorfenapyr	Conc	1.9	45	G150194, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 7000 IPRO)	Brazil	Itaberá	2016	SC	Chlorfenapyr_3	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,79,85	Seeds	0	CL303268	NQ	0.01	45	G150194, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 7000 IPRO)	Brazil	Itaberá	2016	SC	Chlorfenapyr_3	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,79,85	Seeds	15	Chlorfenapyr	Conc	0.033	45	G150194, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months

表 37-2 農薬残留物濃度データベースの例(Chlorfenapyr)

Pesticide	Crop	Country	Site	Year	Formulation	Application ID	No. of application(RTI)	Application	Part	DALA (DAT)	Residue Compound	Data Type (conc, NQ, -)	Data	Page	Other Information
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 7000 IPRO)	Brazil	Itaberá	2016	SC	Chlorfenapyr_3	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,79,85	Seeds	15	CL303268	NQ	0.01	45	G150194, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Itaberá	2016	SC	Chlorfenapyr_3	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,79,85	Seeds	30	Chlorfenapyr	NQ	0.01	45	G150194, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Itaberá	2016	SC	Chlorfenapyr_3	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,79,85	Seeds	30	CL303268	NQ	0.01	45	G150194, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Itaberá	2016	SC	Chlorfenapyr_3	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,79,85	Seeds	45	Chlorfenapyr	NQ	0.01	45	G150194, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Itaberá	2016	SC	Chlorfenapyr_3	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,79,85	Seeds	45	CL303268	NQ	0.01	45	G150194, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Tibagi	2016	SC	Chlorfenapyr_4	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,77,79	Seeds	0	Chlorfenapyr	Conc	0.41	45	G150195, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Tibagi	2016	SC	Chlorfenapyr_4	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,77,79	Seeds	0	CL303268	NQ	0.01	45	G150195, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Tibagi	2016	SC	Chlorfenapyr_4	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,77,79	Seeds	15	Chlorfenapyr	Conc	0.013	45	G150195, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Tibagi	2016	SC	Chlorfenapyr_4	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,77,79	Seeds	15	CL303268	NQ	0.01	45	G150195, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Tibagi	2016	SC	Chlorfenapyr_4	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,77,79	Seeds	30	Chlorfenapyr	NQ	0.01	45	G150195, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months

表 v37-3 農薬残留物濃度データデータベースの例(Chlorfenapyr)

Pesticide	Crop	Country	Site	Year	Formulation	Application ID	No. of application(RTI)	Application	Part	DALA (DAT)	Residue Compound	Data Type (conc, NQ, -)	Data	Page	Other Information
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Tibagi	2016	SC	Chlorfenapyr_4	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,77,79	Seeds	30	CL303268	NQ	0.01	45	G150195, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Tibagi	2016	SC	Chlorfenapyr_4	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,77,79	Seeds	45	Chlorfenapyr	NQ	0.01	45	G150195, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Tibagi	2016	SC	Chlorfenapyr_4	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,77,79	Seeds	45	CL303268	NQ	0.01	45	G150195, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 7000 IPRO)	Brazil	Coronel Macedo	2016	SC	Chlorfenapyr_5	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH77,78,79	Seeds	30	Chlorfenapyr	Conc	0.019	45	G150196, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 7000 IPRO)	Brazil	Coronel Macedo	2016	SC	Chlorfenapyr_5	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH77,78,79	Seeds	30	CL303269	NQ	0.01	45	G150196, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Carambei	2016	SC	Chlorfenapyr_6	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH72,73,74	Seeds	30	Chlorfenapyr	NQ	0.01	46	G150197, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Carambei	2016	SC	Chlorfenapyr_6	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH72,73,74	Seeds	30	CL303269	NQ	0.01	46	G150197, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Castro	2016	SC	Chlorfenapyr_7	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,77,79	Seeds	30	Chlorfenapyr	NQ	0.01	46	G150198, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 5909 RG)	Brazil	Castro	2016	SC	Chlorfenapyr_7	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,77,79	Seeds	30	CL303272	NQ	0.01	46	G150198, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 7000 IPRO)	Brazil	Palmeira	2015	SC	Chlorfenapyr_8	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,78,79	Seeds	30	Chlorfenapyr	NQ	0.01	46	G150199, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months

表 37-4 農薬残留物濃度データベースの例(Chlorfenapyr)

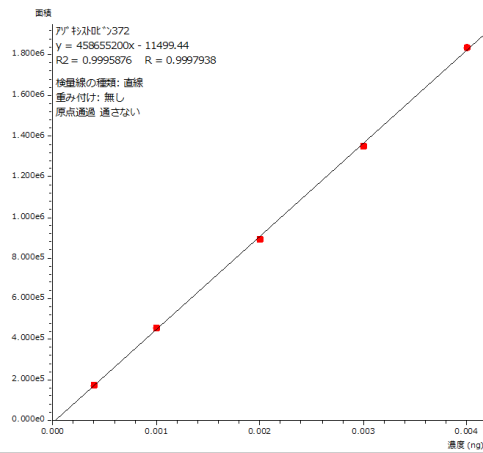
Pesticide	Crop	Country	Site	Year	Formulation	Application ID	No. of application(RTI)	Application	Part	DALA (DAT)	Residue Compound	Data Type (conc, NQ, -)	Data	Page	Other Information
Chlorfenapyr	Soya beans (NA 7001 IPRO)	Brazil	Palmeira	2015	SC	Chlorfenapyr_8	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,78,79	Seeds	30	CL303275	NQ	0.01	46	G150199,CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (M5917 IPRO)	Brazil	Ponta Grossa	2017	SC	Chlorfenapyr_9	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,83,85	Seeds	0	Chlorfenapyr	Conc	0.21	46	G150200, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (M5917 IPRO)	Brazil	Ponta Grossa	2017	SC	Chlorfenapyr_9	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,83,85	Seeds	0	CL303278	NQ	0.01	46	G150200, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (M5917 IPRO)	Brazil	Ponta Grossa	2017	SC	Chlorfenapyr_9	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,83,85	Seeds	15	Chlorfenapyr	Conc	0.026	46	G150200, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (M5917 IPRO)	Brazil	Ponta Grossa	2017	SC	Chlorfenapyr_9	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,83,85	Seeds	15	CL303279	NQ	0.01	46	G150200, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (M5917 IPRO)	Brazil	Ponta Grossa	2017	SC	Chlorfenapyr_9	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,83,85	Seeds	30	Chlorfenapyr	Conc	0.024	46	G150200, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (M5917 IPRO)	Brazil	Ponta Grossa	2017	SC	Chlorfenapyr_9	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,83,85	Seeds	30	CL303280	NQ	0.01	46	G150200, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (M5917 IPRO)	Brazil	Ponta Grossa	2017	SC	Chlorfenapyr_9	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,83,85	Seeds	45	Chlorfenapyr	Conc	0.046	46	G150200, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (M5917 IPRO)	Brazil	Ponta Grossa	2017	SC	Chlorfenapyr_9	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,83,85	Seeds	45	CL303281	NQ	0.01	46	G150200, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months
Chlorfenapyr	Soya beans (M5917 IPRO)	Brazil	Itaberá	2017	SC	Chlorfenapyr_10	3(5,5)	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH73,75,77	Seeds	30	Chlorfenapyr	Conc	0.024	46	G150201, CHLORFEN_004 Method: G0001/01 Storage: 9 months

表 37-5 農薬残留物濃度データベースの例(Chlorfenapyr)

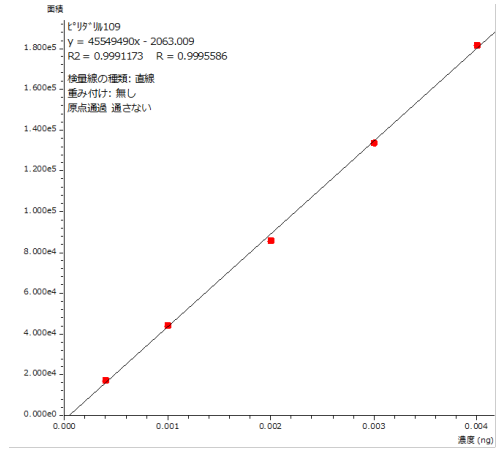
Pesticide	Crop	Application ID	Application
Chlorfenapyr	Soya beans, dry	GAP; Argentina	n=2; 0.19kg ai/ha; Growth stage at last treatment: In infestation
Chlorfenapyr	Soya beans, dry	GAP; Bolivia	n=1; 0.24kg ai/ha
Chlorfenapyr	Soya beans, dry	GAP; Brazil	n=3; 0.29kg ai/ha; Growth stage at last treatment: In infestation, 5 day interval
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Chlorfenapyr_1	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,78,80
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Chlorfenapyr_2	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,76,78
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 7000 IPRO)	Chlorfenapyr_3	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,79,85
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Chlorfenapyr_4	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,77,79
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 7000 IPRO)	Chlorfenapyr_5	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH77,78,79
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Chlorfenapyr_6	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH72,73,74
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 5909 RG)	Chlorfenapyr_7	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,77,79
Chlorfenapyr	Soya beans(NA 7001 IPRO)	Chlorfenapyr_8	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH75,78,79
Chlorfenapyr	Soya beans(M5917 IPRO)	Chlorfenapyr_9	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH79,83,85
Chlorfenapyr	Soya beans(M5917 IPRO)	Chlorfenapyr_10	n=3; Interval=5,5d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH73,75,77
Chlorfenapyr	Soya beans(BRSGO 7950)	Chlorfenapyr_11	n=3; Interval=5-10d; 0.24,0.24,0.24kg ai/ha; 0.3,0.3,0.3kg ai/hL, Growth stage: BBCH89,86,79,74
Chlorfenapyr	Soya beans(BRSGO 7950)	Chlorfenapyr_12	n=3; Interval=5-10days; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH89,86,79,74
Chlorfenapyr	Soya beans(BRSGO 7950)	Chlorfenapyr_13	n=3; Interval=5-10days; 0.36kg ai/ha; 0.45kg ai/hL, Growth stage: BBCH89,86,79,74
Chlorfenapyr	Soya bean(ARS 5909 - Apolo)	Chlorfenapyr_14	n=3; Interval=5-10d; 0.24,0.24,0.24kg ai/ha; 0.3,0.3,0.3kg ai/hL, Growth stage: BBCH97,81,79,79
Chlorfenapyr	Soya bean(ARS 5909 - Apolo)	Chlorfenapyr_15	n=3; Interval=5-10d; 0.3,0.3,0.3kg ai/ha; 0.38,0.38,0.38kg ai/hL, Growth stage: BBCH97,81,79,79
Chlorfenapyr	Soya bean(ARS 5909 - Apolo)	Chlorfenapyr_16	n=3; Interval=5-10d; 0.36,0.36,0.36kg ai/ha; 0.45,0.45,0.45kg ai/hL, Growth stage: BBCH97,81,79,79

表 38 農薬使用方法 ID と投与率、投与回数情報整理の例

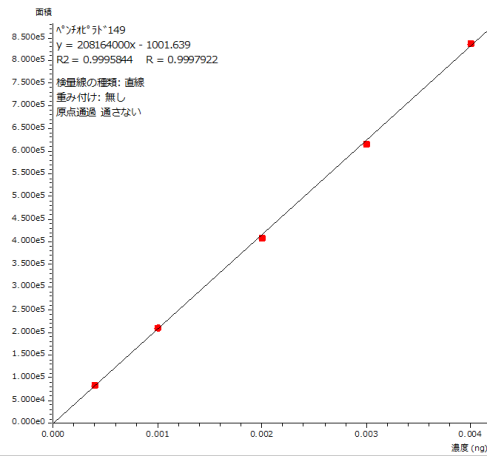
アゾキシストロビン



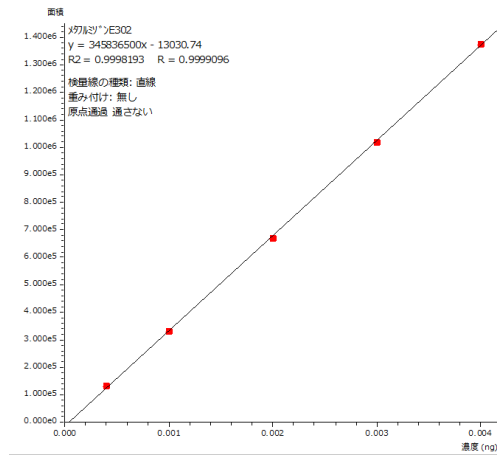
ピリダリル



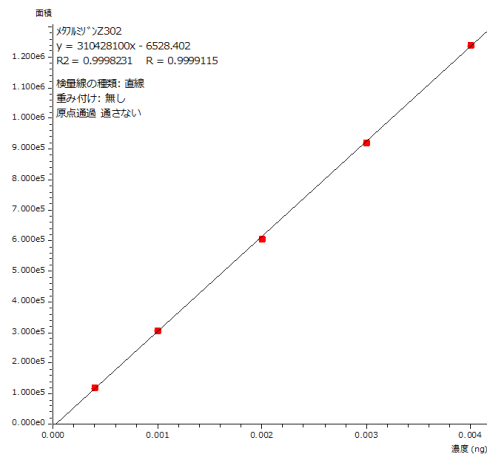
ペンチオピラド



メタフルミゾン(E-異性体)



メタフルミゾン(Z-異性体)



メタフルミゾン代謝物 D

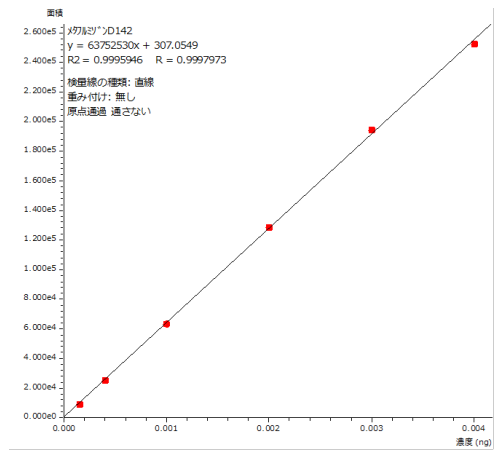
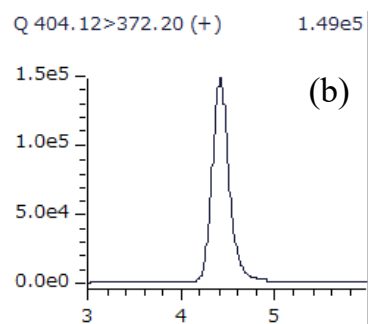
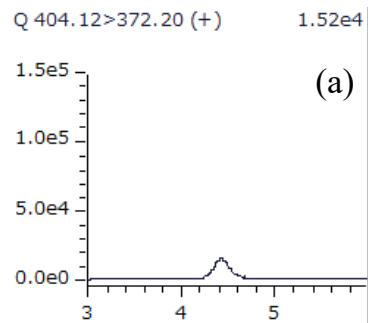


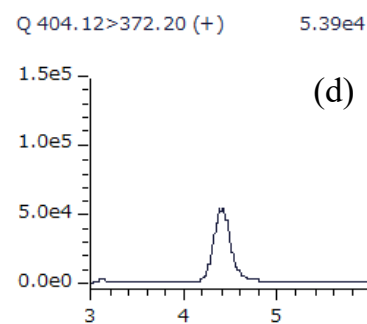
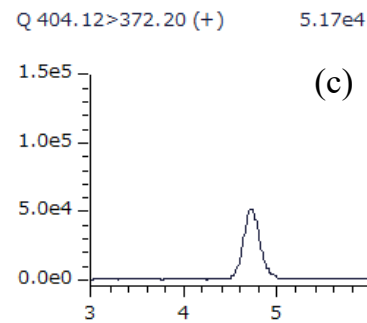
図-1 各分析対象化合物の検量線の一例

標準溶液

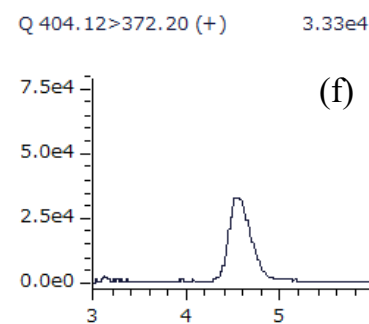
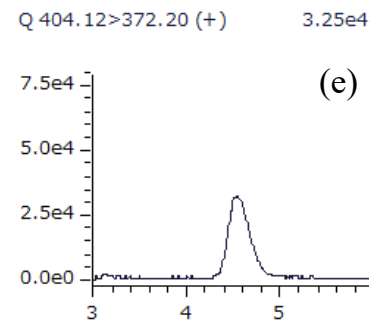


(a)0.0002 mg/L、(b)0.002 mg/L)

(c)~(f)コマツナ



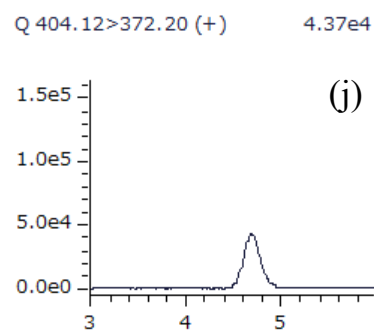
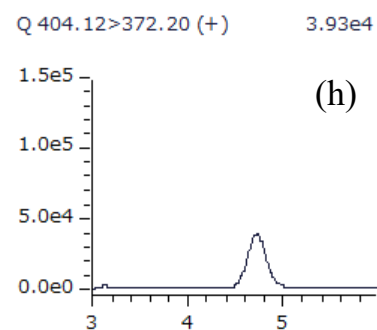
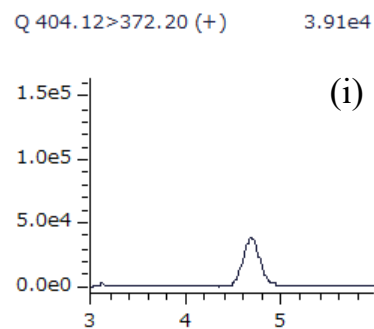
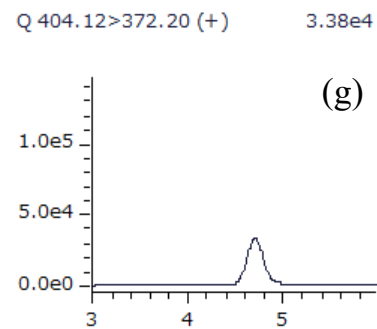
公示分析法
(c)一斉、(d)個別



QuEChERS法
(e)試料1、(f)試料2

図 2-1 アズキシストロビンのクロマトグラムの一例(標準品及びコマツナ)

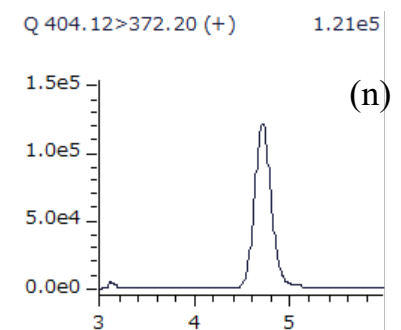
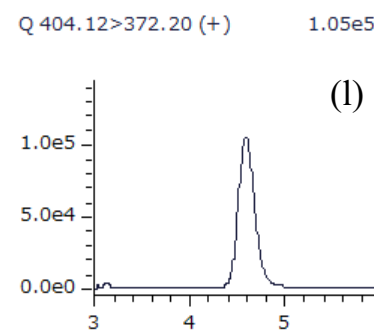
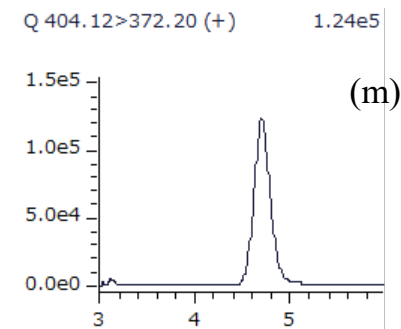
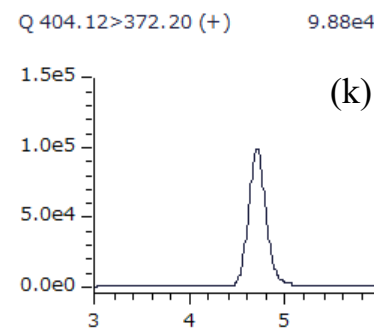
(g)~(j)チンゲンサイ



公示分析法
(g)一斉、(h)個別

QuEChERS法
(i)試料1、(j)試料2

(k)~(n)ホウレンソウ

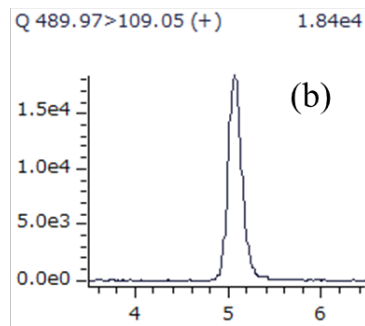
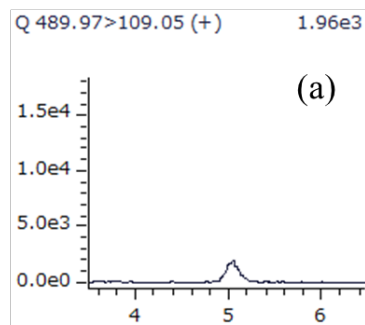


公示分析法
(k)一斉、(l)個別

QuEChERS法
(m)試料1、(n)試料2

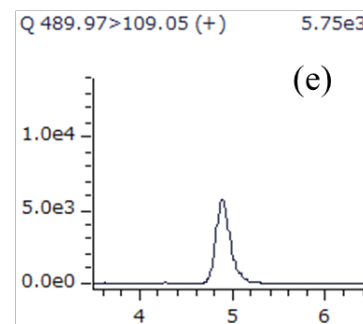
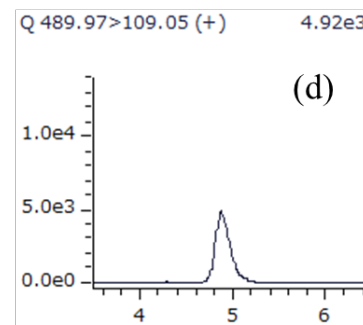
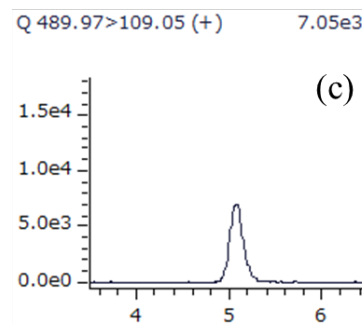
図 2-2 アズキシストロビンのクロマトグラムの一例(チンゲンサイ及びホウレンソウ)

標準溶液



(a)0.0002 mg/L、(b)0.002 mg/L)

(c)~(e)コマツナ

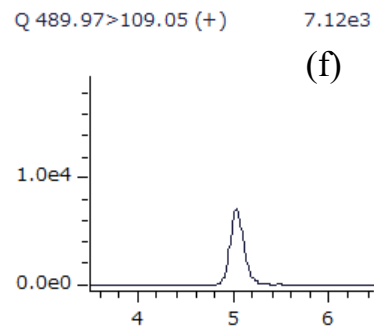


公示分析法
(c)個別

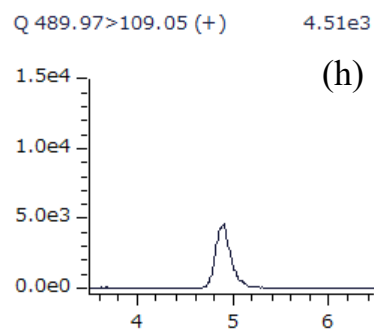
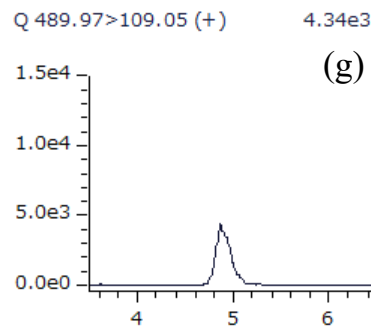
QuEChERS法
(d)試料1、(e)試料2

図 3-1 ピリダリルのクロマトグラムの一例(標準品及びコマツナ)

(f)~(h)チンゲンサイ

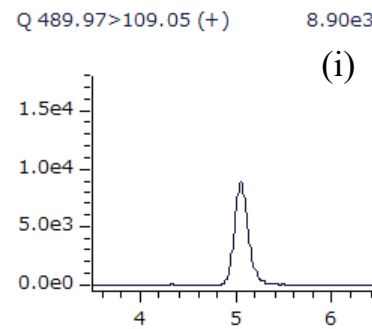


公示分析法
(f)個別

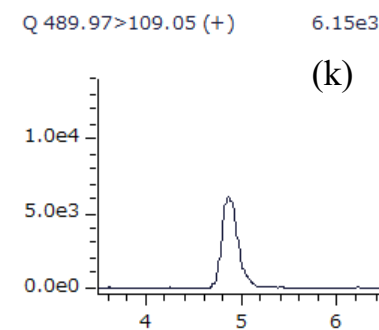
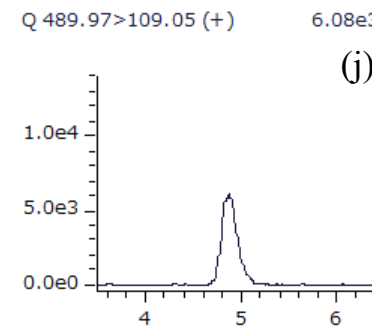


QuEChERS法
(g)試料1、(h)試料2

(i)~(k)ホウレンソウ



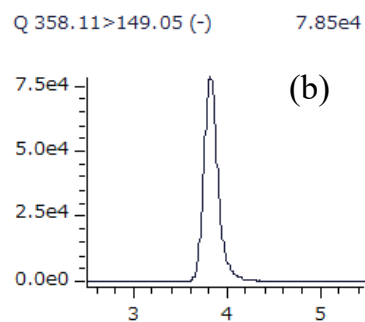
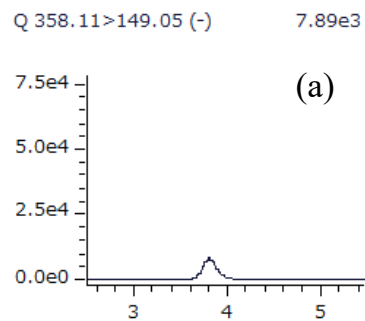
公示分析法
(i)個別



QuEChERS法
(j)試料1、(k)試料2

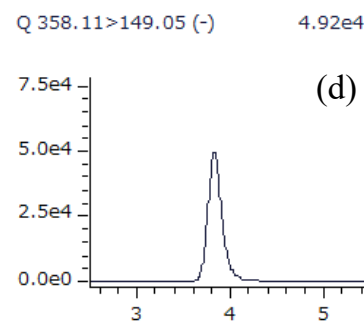
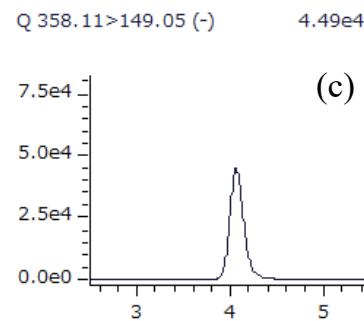
図 3-2 ピリダリルのクロマトグラムの一例(チンゲンサイ及びホウレンソウ)

標準溶液

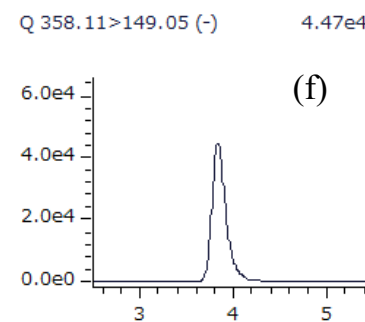
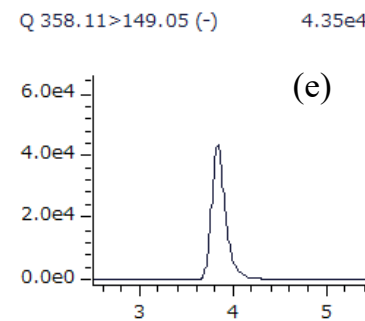


(a)0.0002 mg/L、(b)0.002 mg/L)

(c)~(f)コマツナ



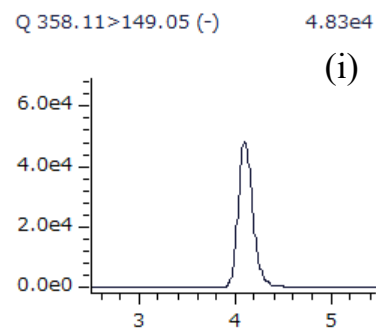
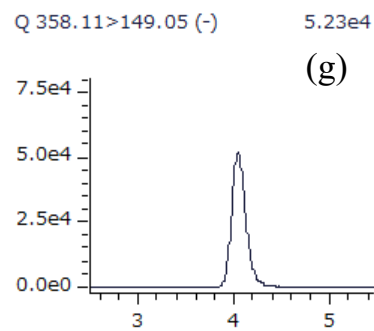
公示分析法
(c)一斉、(d)個別



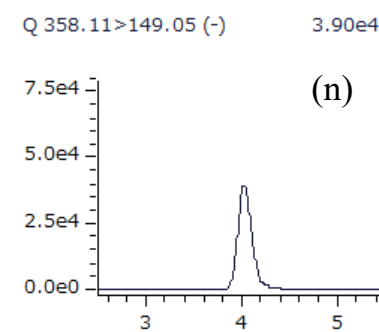
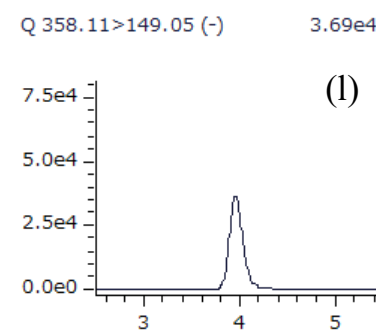
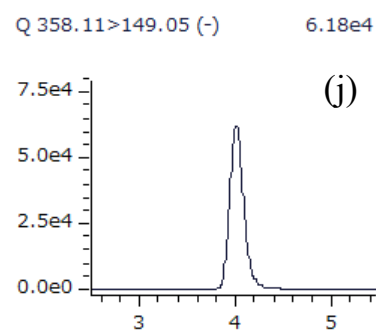
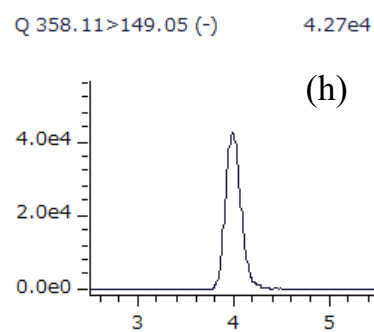
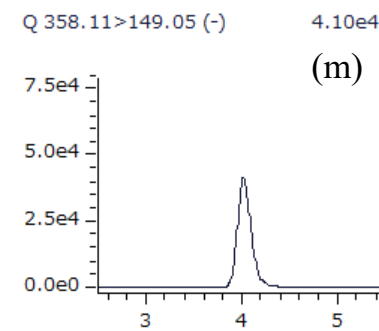
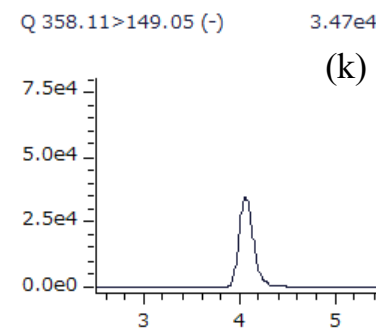
QuEChERS法
(e)試料1、(f)試料2

図 4-1 ベンチオピラドのクロマトグラムの一例(標準品及びコマツナ)

(g)~(j)チンゲンサイ



(i)~(k)ホウレンソウ



公示分析法
(g)一斉、(h)個別

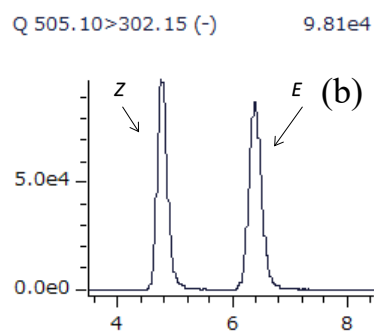
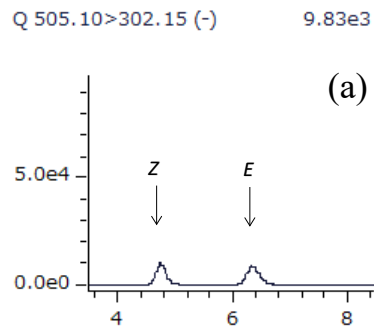
QuEChERS法
(i)試料1、(j)試料2

公示分析法
(k)一斉、(l)個別

QuEChERS法
(m)試料1、(n)試料2

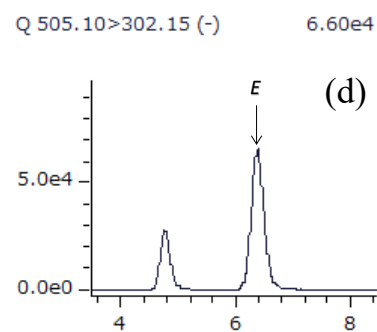
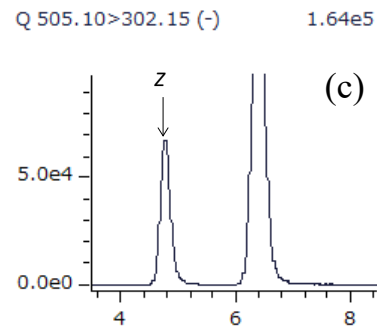
図 4-2 ベンチオピラドのクロマトグラムの一例(チンゲンサイ及びホウレンソウ)

標準溶液

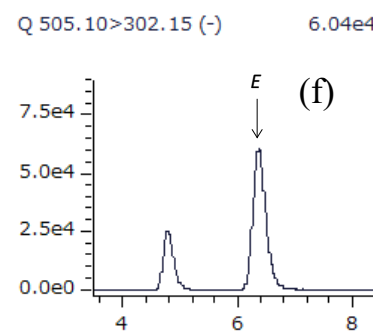
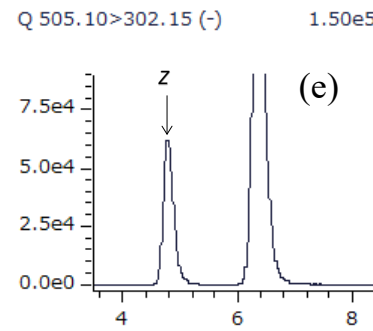


(a)0.0002 mg/L、(b)0.002 mg/L)

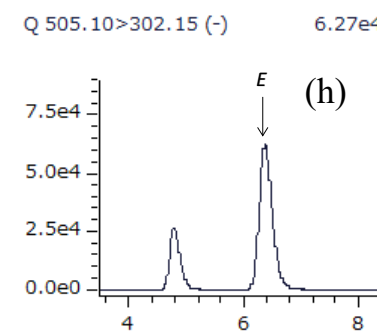
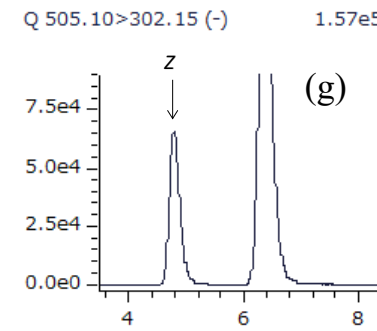
(c)~(h)コマツナ



公示個別分析法
(c)Z体、(d)E体



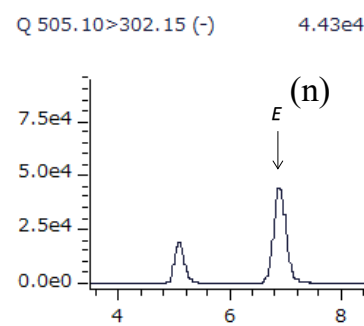
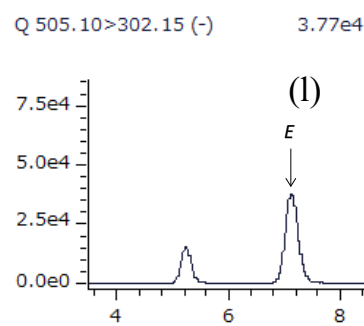
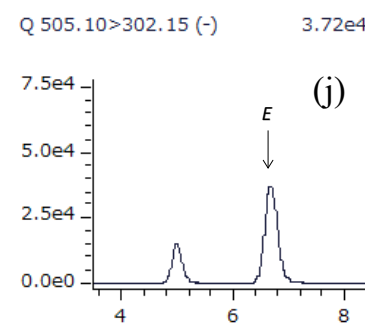
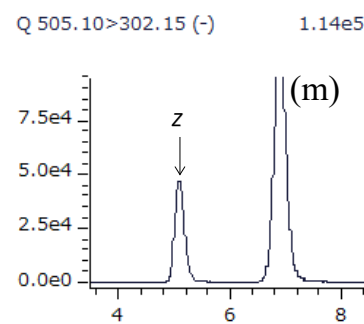
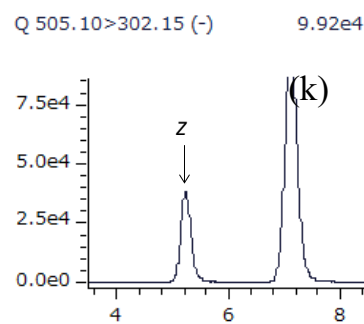
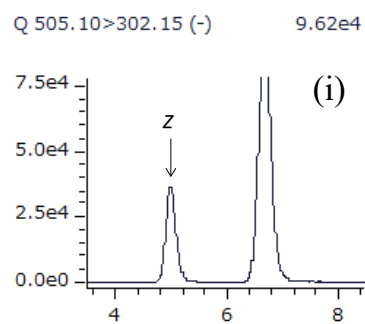
QuEChERS法 (試料1)
(e)Z体、(f)E体



QuEChERS法 (試料2)
(g)Z体、(h)E体

図 5-1 メタフルミゾンのクロマトグラムの一例(標準品及びコマツナ)

(i)~(h)チンゲンサイ



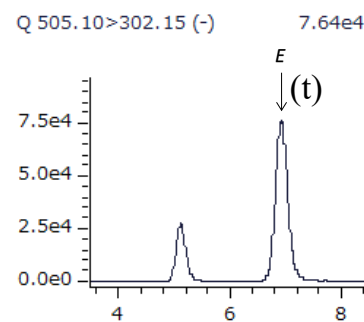
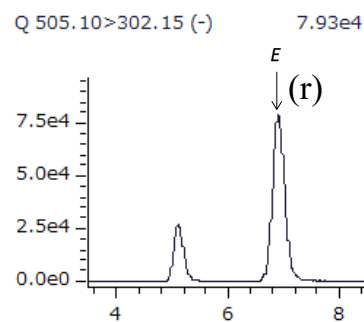
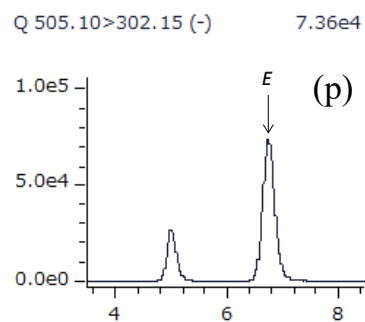
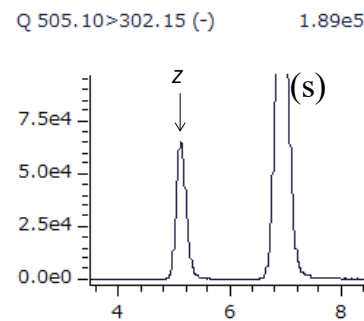
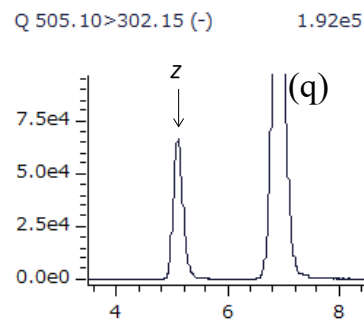
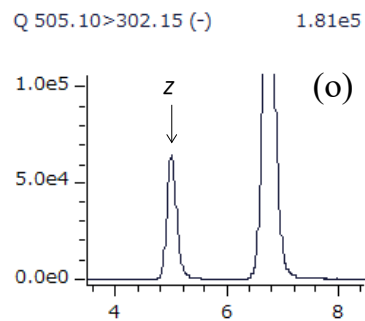
公示個別分析法
(i)Z体、(j)E体

QuEChERS法 (試料1)
(k)Z体、(l)E体

QuEChERS法 (試料2)
(m)Z体、(n)E体

図 5-2 メタフルミゾンのクロマトグラムの一例(チンゲンサイ)

(o)~(t)ホウレンソウ



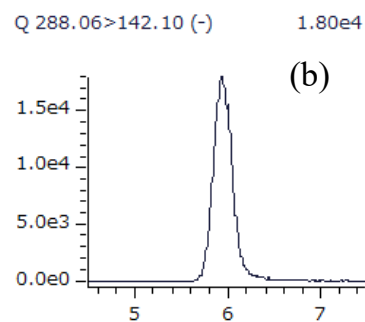
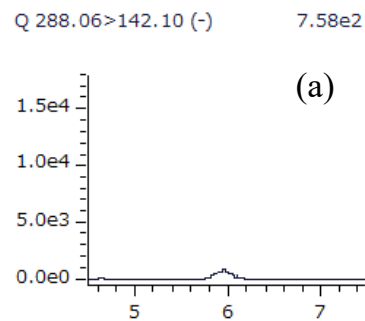
公示個別分析法
(o)Z体、(p)E体

QuEChERS法 (試料1)
(q)Z体、(r)E体

QuEChERS法 (試料2)
(s)Z体、(t)E体

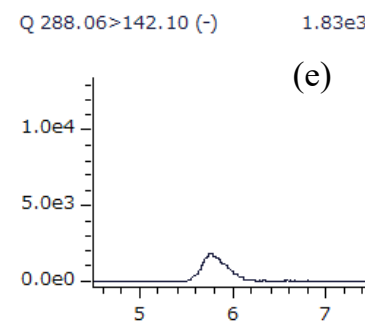
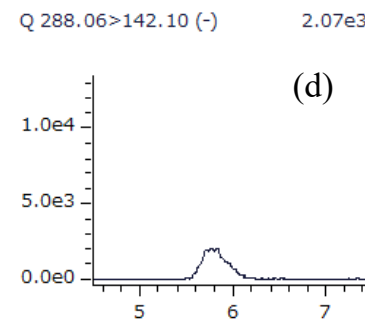
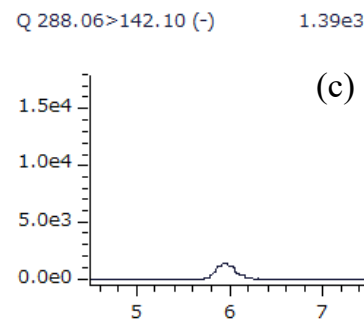
図 5-3 メタフルミゾンのクロマトグラムの一例(ホウレンソウ)

標準溶液



(a)0.000075 mg/L、(b)0.002 mg/L)

(c)~(e)コマツナ

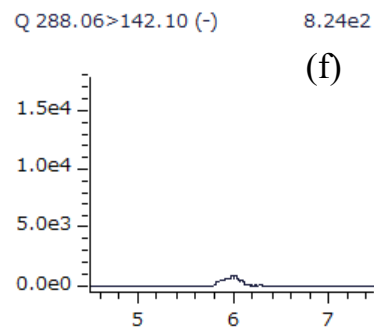


公示分析法
(c)個別

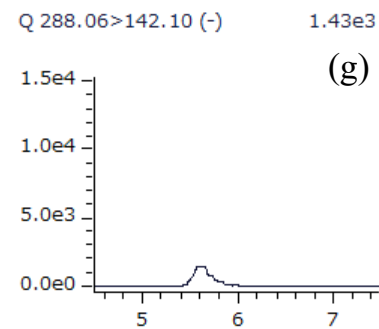
QuEChERS法
(d)試料1、(e)試料2

図 6-1 メタフルミゾン代謝物 D のクロマトグラムの一例(標準品及びコマツナ)

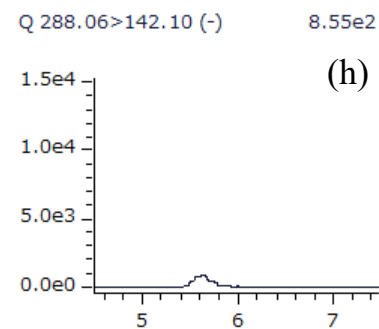
(f)~(h)チンゲンサイ



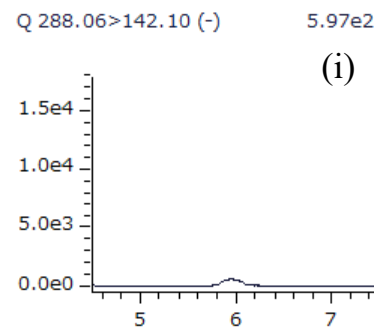
公示分析法
(f)個別



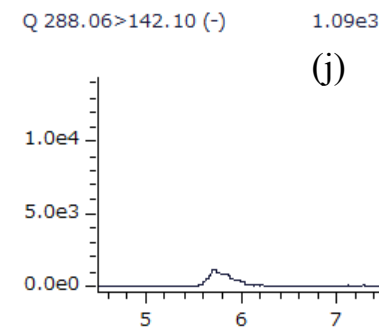
QuEChERS法
(g)試料1、(h)試料2



(i)~(k)ホウレンソウ



公示分析法
(i)個別



QuEChERS法
(j)試料1、(k)試料2

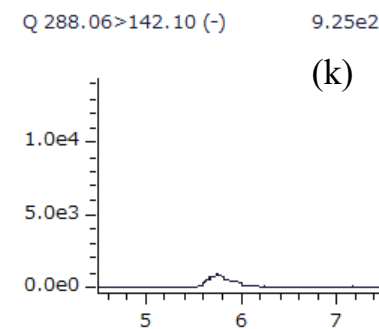


図 6-2 メタフルミゾン代謝物 D のクロマトグラムの一例(チンゲンサイ及びホウレンソウ)