

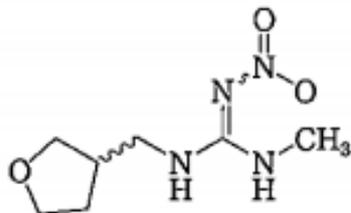
別添 1. 分析方法の詳細

(1) ジノテフラン

1. 分析対象物質

分析対象物質：ジノテフラン

化学構造式：



化学名：(RS)-1-methyl-2-nitro-3-(tetrahydro-3-furylmethyl) guanidine

化学式：C₇H₁₄N₄O₃

分子量：288.8

性状：白色結晶，無臭

融点：107.5℃

蒸気圧：<1.7×10⁻⁶Pa (30℃)

オクタノール／水分配係数：log Pow = -0.549 (25℃)

溶解性：水；40g/L (pH6.98)

アセトン；58g/L，エタノール；19g/L，キシレン；72mg/L，ジクロロメタン；
61g/L，酢酸エチル；5.2g/L，トルエン；150mg/L，ヘキサン；0.009mg/L，ヘ
プタン；0.011mg/L，メタノール；57g/L (以上 20℃)

安定性：熱；安定 (150℃)

加水分解性半減期 (25℃)；>1年 (pH4, pH7, pH9)

水中光分解性半減期 (25℃, 300~800nm)；3.8時間 (滅菌蒸留水, 400W/m²)
3.8時間 (自然水, 416W/m²)

出典：農薬ハンドブック 2021年版

2. 分析試料及び分析部位

分析試料：うめ，すもも，もも

分析部位：花粉 (うめ，すもも，もも)，蒴 (うめ，すもも)，
花蜜 (うめ，すもも，もも)

3. 標準品及び試薬

ジノテフラン標準品：純度 100.0% (関東化学製)

アセトン，アセトニトリル，ヘキサン：残留農薬試験用 (関東化学製)

メタノール：LC/MS用 (関東化学製)

1mol/L 酢酸アンモニウム：高速液体クロマトグラフィー用 (関東化学製)

超純水：ピュアライト（オルガノ製）及びピューリック ZII（オルガノ製）で精製した水

塩析用試薬：「Q-sep」抽出塩キット（Restek 製）

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

陰イオン交換ミニカラム：Bond Elut Jr PSA 500mg（Agilent 製）

4. 装置及び機器

電子天秤：Excellence XS4002S, XSR205, ML54T/00（メラー・トレド製）

振とう機：エルビス（スギヤマゲン製），TS-Shaker（池田理化製）

減圧濃縮装置：ロータリー・エバポレーター R-134 型（柴田科学製）

小型冷却遠心分離機：CF6RN（エッペンドルフ・ハイマック・テクノロジーズ製）

攪拌機：NZ-1100, ZZ-1000（東京理化器械製）

ボルテックスミキサー：LABO-MIXER NS-8（iuchi 製）

ミニポンプ：DA-30S（アルバック機工製）

液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）：

ACUITY UPLC H-Class / Xevo TQ-S micro（Waters 製）

データ処理ソフトウェア：MassLynx（Waters 製）

5. 測定機器の操作条件

5-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム：ACUITY UPLC BEH C18（Waters 製）

径 2.1mm，長さ 100mm，粒径 1.7 μ m

溶離液：A 液；2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液；2mM 酢酸アンモニウムメタノール

[グラジエントテーブル]

時間（分）	A 液（%）	B 液（%）
0	70	30
3	70	30
5	15	85
10	15	85
12	70	30
18	70	30

流量：0.2mL/min

カラム温度：40°C

注入量：4 μ L

保持時間：約 1.7 分

5-2. 質量分析計の操作条件

イオン化法：エレクトロスプレーイオン化法（ESI），正モード

コーンガス流量：50L/hr (N₂)
脱溶媒ガス流量：1000L/hr (N₂)
ソースブロック温度：500℃
キャピラリー電圧：1.00kV
イオン抽出方法：MRM 法
コーン電圧：26V
コリジョン電圧：6V
モニタリングイオン(m/z)：プリカーサーイオン；203.27
プロダクトイオン；157.22

6. 検量線の作成

ジノテフラン標準品 20.0mg を精秤後アセトンで溶解し、20mL 定容とし 1000mg/L 標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して 20mg/L 標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノール/水 (50 : 50, v/v) で順次希釈して 0.0005, 0.00025, 0.00005, 0.000025 及び 0.0000125mg/L の検量線用標準溶液を調製した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてジノテフランのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng) , 縦軸にピーク面積をとって検量線を作成した。

7. 分析試料の受領

7-1. 花粉

受領した試料が当該試料であるか梱包シールから確認した後に、試料を取り出し写真撮影を行った。その後、清浄なスパーテルを用いて薬包紙に花粉を移し重量を計測した。重量計測後、無処理区試料と処理区試料を区別して薬包紙に包み、清浄なアルミ袋に入れて冷凍保存 (-20℃設定) した。

7-2. 薬

受領した試料が当該試料であるか梱包シールから確認した後に、試料を取り出し写真撮影を行った。その後、薬包紙に薬を移し重量を計測した。重量計測後、無処理区試料と処理区試料を区別して薬包紙に包み、清浄なアルミ袋に入れて冷凍保存 (-20℃設定) した。

7-3. 花蜜

受領した試料が当該試料であるか梱包シールから確認した後に、試料を取り出し写真撮影を行った。その後、パストゥールピペットを用いてエッペンドルフチューブに花蜜を移し重量を計測した。重量計測後、ボルテックスミキサーで 10 秒以上攪拌した後に、50mL 容遠心管に 0.050g 分取した。試料は無処理区試料と処理区試料を区別して清浄なアルミ袋に入れて冷凍保存 (-20℃設定) した。

8. 分析操作

8-1. 試料の磨砕均一化及び分取

試料全量に試料重量の 10 倍量(w/w)の超純水を加えた後、約 1000rpm に設定した攪拌機で 3 分間磨砕し均一化を行った。均一化試料をボルテックスミキサーで 10 秒以上攪拌した後に、50mL 容遠心管に 0.550g (± 0.001 g, 試料 0.050g 相当量) 分取した。本操作は花粉と葯で実施し、花蜜は試料受領時に分取を行った(「7-3. 花蜜」)。

8-2. 抽出

アセトニトリル/水 (80:20, v/v) 混液 10mL を加え、振とう機を用いて 1 分間振とう抽出を行った。

8-3. 塩析

抽出液に塩析用試薬を 0.5g 加え、振とう機で 1 分間振とうした。振とう後に遠心分離機(回転数 3000rpm, 設定温度 10°C) で 1 分間遠心分離を行った。

8-4. ヘキサン洗浄

遠心分離後の上澄み液を 100mL 用の分液ロートに移し、ヘキサン飽和アセトニトリル 20mL, 次いでアセトニトリル飽和ヘキサン 30mL を加え、振とう機で 5 分間振とうした。暫時放置後にアセトニトリル層を分取しヘキサン層を捨てた。その後アセトニトリル層を分液ロートに戻し、アセトニトリル飽和ヘキサン 30mL を加え振とう機で 5 分間振とうした。暫時放置後に再度アセトニトリル層を分取し、40°C 以下の水浴中で減圧濃縮を行い窒素気流下で溶媒を留去した。本操作は花粉と葯で実施した。

花蜜試料はヘキサン洗浄を実施せず、遠心分離後の上澄み液にアセトニトリルを適量加え、40°C 以下の水浴中で減圧濃縮を行い窒素気流下で溶媒を留去した。

8-5. PLS-2, PSA 連結ミニカラムによる精製

PSA ミニカラムの上に PLS-2 ミニカラムを連結して、アセトニトリル 5mL を流化して前処理を行った。その後、乾固物をアセトニトリル 10mL で溶解し連結ミニカラムに流下した。同溶媒で同様の操作を行い、これらの流出液をとり溶出液とした。溶出液を 40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、窒素気流下で溶媒を留去した。

8-6. 定量

残留物をメタノール/水 (50:50, v/v) 混液 20mL で溶解し、前記条件の LC-MS/MS に注入してピーク面積を求めた。その値から検量線によりジノテフラン重量(ng)を求め、試料中の残留濃度 (mg/kg) を算出した。なお、測定溶液のピーク面積が検量線の範囲を超えた場合は、メタノール/水 (50:50, v/v) 混液で希釈し再測定を行った。

9. 定量限界値 (LOQ) 及び検出限界値 (LOD)

定量限界値 (LOQ)

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	定量限界 (mg/kg)
0.0001	0.05	20	4	0.01

検出限界値 (LOD)

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μ L)	検出限界 (mg/kg)
0.00005	0.05	20	4	0.005

10. 回収率

分析法確認のため、既知添加濃度における回収試験を5連分析で実施した。回収率の算出結果を下表に示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)					平均回収率 (%)	RSDr (%)
花粉 (購入もも花粉)	100	95	94	93	90	90	92	2
	0.1	102	100	95	95	93	97	4
	0.01	90	80	70	70	70	76	12
薬 (うめ薬)	100	109	105	105	104	101	105	3
	0.01	100	100	100	100	100	100	0
花蜜 (人工花蜜)	20	95	89	88	85	79	87	7
	0.01	94	93	91	90	89	91	2
花蜜 (うめ花蜜)	0.01	120	110	100	100	100	106	8

1 1. 試料分析結果

1 1 - 1. うめ

試料	経過日数	分析結果			RSDr (%)
		分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均分析値 (mg/kg)	
花粉	処理前	< 0.01	< 0.01	< 0.01	—
	処理直後	32.3	32.1	32.2	1
	処理 3 日後	9.02	8.89	8.96	1
	処理 7 日後	0.16	0.16	0.16	0
葯	処理前	< 0.01	< 0.01	< 0.01	—
	処理直後	51.8	50.2	51.0	3
	処理 3 日後	24.9	23.8	24.4	4
	処理 7 日後	0.79	0.78	0.78	1
花蜜	処理前	< 0.01	< 0.01	< 0.01	—
	処理直後	12.1	11.7	11.9	3
	処理 3 日後	2.89	2.85	2.87	1
	処理 7 日後	0.48	0.48	0.48	0

※RSDr (併行相対標準偏差) = 個々の分析値の差 / 平均分析値 × 100 × 0.89

1 1 - 2. すもも

試料	経過日数	分析結果			RSDr (%)
		分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均分析値 (mg/kg)	
花粉	処理前	< 0.01	< 0.01	< 0.01	—
	処理直後	88.9	88.0	88.4	1
	処理 3 日後	43.4	42.7	43.0	1
	処理 5 日後	21.1	20.6	20.8	2
葯	処理前	< 0.01	< 0.01	< 0.01	—
	処理直後	101.2	99.1	100.2	2
	処理 3 日後	74.9	73.6	74.2	2
	処理 5 日後	45.8	45.3	45.6	1
	処理 8 日後	29.3	28.8	29.0	2

	処理前	< 0.01	< 0.01	< 0.01	—
	処理直後	19.0	19.0	19.0	0
花蜜	処理 3 日後	5.48	5.34	5.41	2
	処理 5 日後	7.72	7.45	7.58	3
	処理 8 日後	2.87	2.86	2.86	0

※RSDr (併行相対標準偏差) = 個々の分析値の差 / 平均分析値 × 100 × 0.89

11-3. もも

試料	経過日数	分析結果			RSDr (%)
		分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均分析値 (mg/kg)	
	処理前	< 0.01	< 0.01	< 0.01	—
	処理直後	69.5	68.0	68.8	2
花粉	処理 3 日後	23.1	22.5	22.8	2
	処理 6 日後	10.2	9.50	9.85	6
	処理前	< 0.01	< 0.01	< 0.01	—
	処理直後	0.66	0.64	0.65	3
花蜜	処理 3 日後	0.35	0.34	0.34	3
	処理 6 日後	0.13	0.13	0.13	0

※RSDr (併行相対標準偏差) = 個々の分析値の差 / 平均分析値 × 100 × 0.89

12. 精度管理

「食品衛生検査施設等における検査等の業務の管理の実施について」（平成9年4月1日付け衛食第117号厚生省生活衛生局食品保健課長通知）に基づき、内部精度管理を行った。

管理基準：各調製場所の実試料分析と保存安定性試験を行うごとに、各1検体の未検出試料及びジノテフラン 0.1mg/kg 添加試料（クオリティーコントロール試料）を分析した。その結果、下表に示すように問題は認められなかった。

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

分析日 (抽出日)	回収率 (%)	未検出試料 の分析値 (mg/kg)	使用した 未検出試料	分析試料
2022/3/30	88	<0.01	人工花蜜	うめ花蜜
2022/4/1	90	<0.01	人工花蜜	うめ花蜜（保存安定）
2022/4/6	86	<0.01	購入もも花粉	うめ花粉
2022/4/7	92	<0.01	人工花蜜	すもも花蜜
2022/4/8	94	<0.01	購入もも花粉	うめ花粉（保存安定）
2022/4/12	97	<0.01	うめ薬	うめ薬
2022/4/14	90	<0.01	うめ薬	うめ薬（保存安定）
2022/4/18	87	<0.01	人工花蜜	すもも花蜜
2022/4/19	82	<0.01	購入もも花粉	すもも花粉
2022/4/19	94	<0.01	人工花蜜	すもも花蜜（保存安定）
2022/4/20	89	<0.01	購入もも花粉	すもも花粉
2022/4/21	76	<0.01	うめ薬	すもも薬
2022/4/22	79	<0.01	うめ薬	すもも薬
2022/4/25	98	<0.01	人工花蜜	もも花蜜
2022/4/26	91	<0.01	購入もも花粉	もも花粉
2022/4/27	70	<0.01	人工花蜜	もも花蜜（保存安定） もも花粉（保存安定）
2022/4/28	85	<0.01	購入もも花粉	すもも花粉（保存安定） すもも薬（保存安定）

1 3. 保存安定性

均一化した未検出試料（各処理前試料）にジノテフランを添加し，冷凍暗所（-20℃設定）に凍結保存した。一定期間保存した後，実試料の分析と同様に分析して回収率を求め，保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を以下に示す。

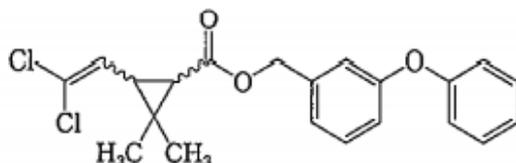
試料	添加濃度 (mg/kg)	実試料 最長保存期間 (日)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
うめ花粉	0.5	27	28 (2022/3/11－4/8)	88, 80	84
うめ蒨	0.5	33	34 (2022/3/11－4/14)	98, 94	96
うめ花蜜	0.5	19	21 (2022/3/11－4/1)	99, 95	97
すもも花粉	0.5	22	30 (2022/3/29－4/28)	104, 96	100
すもも蒨	0.5	24	30 (2022/3/29－4/28)	74, 74	74
すもも花蜜	0.5	19	21 (2022/3/29－4/19)	103, 95	99
もも花粉	0.5	19	20 (2022/4/8－4/28)	86, 82	84
もも花蜜	0.5	17	19 (2022/4/8－4/27)	90, 84	87

(2) ペルメトリン

1. 分析対象物質

分析対象物質：ペルメトリン

化学構造式：



化学名：3-phenoxybenzyl

(1*RS*,3*RS*;1*RS*,3*SR*)-3-(2,2-dichlorovinyl)-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate

化学式：C₂₁H₂₀Cl₂O₃

分子量：391.3

性状：白色結晶性粉末，無臭

融点：43.8~46.1°C

蒸気圧：6.82×10⁻⁷Pa (25°C)

オクタノール／水分配係数：log Pow = 6.36 (室温)

溶解性：水；11.1µg/L (20°C)

トルエン・ヘキサン；>1,000g/L (25°C)，メタノール；51.7g/L (25°C)

安定性：熱；安定

加水分解性半減期；>1年 (25°C, pH4, pH7)，43.5日 (20°C, pH9)

水中光分解性半減期 (25°C)；約30日 (河川水)

出典：農薬ハンドブック 2021年版

2. 分析試料及び分析部位

分析試料：うめ，すもも，もも

分析部位：花粉 (うめ，すもも，もも)，蒴 (うめ，すもも)，

花蜜 (うめ，すもも，もも)

3. 標準品及び試薬

cis-ペルメトリン標準品：純度 99.8% (富士フイルム和光純薬製)

trans-ペルメトリン標準品：純度 99.4% (富士フイルム和光純薬製)

アセトン，アセトニトリル，ヘキサン，ジエチルエーテル

：残留農薬試験用 (関東化学製)

メタノール：LC/MS用 (関東化学製)

1mol/L 酢酸アンモニウム：高速液体クロマトグラフィー用 (関東化学製)

超純水：ピュアライト (オルガノ製) 及びピュアリーク ZII (オルガノ製) で精

製した水
塩析用試薬：「Q-sep」抽出塩キット（Restek 製）
フロリジルミニカラム：Sep-Pak Florisil Plus Long Cartridge, 910 mg
（Waters 製）

4. 装置及び機器

電子天秤：Excellence XS4002S, XSR205, ML54T/00（メラー・トレド製）
振とう機：エルビス（スギヤマゲン製）、TS-Shaker（池田理化製）
減圧濃縮装置：ロータリー・エバポレーター R-134 型（柴田科学製）
小型冷却遠心分離機：CF6RN（エッペンドルフ・ハイマック・テクノロジーズ製）
攪拌機：NZ-1100, ZZ-1000（東京理化工機製）
ボルテックスミキサー：LABO-MIXER NS-8（iuchi 製）
ミニポンプ：DA-30S（アルバック機工製）
液体クロマトグラフ／タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）：
ACUITY UPLC H-Class / Xevo TQ-S micro（Waters 製）
データ処理ソフトウェア：MassLynx（Waters 製）

5. 測定機器の操作条件

5-1. 液体クロマトグラフの操作条件

カラム：ACUITY UPLC BEH C18（Waters 製）
径 2.1mm，長さ 100mm，粒径 1.7 μ m

溶離液：A 液；2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B 液；2mM 酢酸アンモニウムメタノール
〔グラジエントテーブル〕

時間（分）	A 液（％）	B 液（％）
0	15	85
10	15	85

流量：0.3mL/min

カラム温度：40℃

注入量：4 μ L

保持時間：cis-ペルメトリン；約 3.6 分，trans-ペルメトリン；約 3.1 分

5-2. 質量分析計の操作条件

イオン化法：エレクトロスプレーイオン化法（ESI），正モード

コーンガス流量：50L/hr（N₂）

脱溶媒ガス流量：1000L/hr（N₂）

ソースブロック温度：500℃

キャピラリー電圧：1.00kV

イオン抽出方法：MRM 法

コーン電圧：34V

コリジョン電圧：18V

モニタリングイオン(m/z)：プリカーサーイオン；408.05

プロダクトイオン；182.98

6. 検量線の作成

ペルメトリン標準品 20.0mg を精秤後アセトンで溶解し、20mL 定容とし 1000mg/L 標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して 20mg/L 標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノール/水 (85 : 15, v/v) で順次希釈して 0.0005, 0.00025, 0.00005, 0.000025 及び 0.0000125mg/L の検量線用標準溶液を調製した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてペルメトリンのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng) , 縦軸にピーク面積をとって検量線を作成した。

7. 分析試料の受領

7-1. 花粉

受領した試料が当該試料であるか梱包シールから確認した後に、試料を取り出し写真撮影を行った。その後、清浄なスパーテルを用いて薬包紙に花粉を移し重量を計測した。重量計測後、無処理区試料と処理区試料を区別して薬包紙に包み、清浄なアルミ袋に入れて冷凍保存 (-20℃設定) した。

7-2. 薬

受領した試料が当該試料であるか梱包シールから確認した後に、試料を取り出し写真撮影を行った。その後、薬包紙に薬を移し重量を計測した。重量計測後、無処理区試料と処理区試料を区別して薬包紙に包み、清浄なアルミ袋に入れて冷凍保存 (-20℃設定) した。

7-3. 花蜜

受領した試料が当該試料であるか梱包シールから確認した後に、試料を取り出し写真撮影を行った。その後、パスツールピペットを用いてエッペンドルフチューブに花蜜を移し重量を計測した。重量計測後、ボルテックスミキサーで 10 秒以上攪拌した後に、50mL 容遠心管に 0.050g 分取した。試料は無処理区試料と処理区試料を区別して清浄なアルミ袋に入れて冷凍保存 (-20℃設定) した。

8. 分析操作

8-1. 試料の磨砕均一化及び分取

試料全量に試料重量の 10 倍量(w/w)の超純水を加えた後、約 1000rpm に設定した攪拌機で 3 分間磨砕し均一化を行った。均一化試料をボルテックスミキサーで 10 秒以上攪拌した後に、50mL 容遠心管に 0.550g (±0.001g, 試料 0.050g 相当量) 分取した。本操作は

花粉と葯で実施し、花蜜は試料受領時に分取を行った（「7-3. 花蜜」）。

8-2. 抽出

アセトニトリル/水（80:20, v/v）混液 10mL を加え、振とう機を用いて 1 分間振とう抽出を行った。

8-3. 塩析

抽出液に塩析用試薬を 0.5g 加え、振とう機で 1 分間振とうした。振とう後に遠心分離機（回転数 3000rpm, 設定温度 10℃）で 1 分間遠心分離を行った。

8-4. フロリジルミニカラムによる精製

フロリジルミニカラムにヘキサン 10mL を流して前処理を行った。その後、乾固物をヘキサン 5mL で溶解し、フロリジルミニカラムに流下し流下液を捨てた。同溶媒で同様の操作を合計で 3 回行った。その後、ヘキサン/ジエチルエーテル（95:5, v/v）10mL を流下し、この流出液をとり溶出液とした。溶出液を 40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、窒素気流下で溶媒を留去した。

8-5. 定量

残留物をメタノール/水（85:15, v/v）混液 2mL で溶解し、前記条件の LC-MS/MS に注入してピーク面積を求めた。ピーク面積値は両異性体の合計値とした。その値から検量線によりペルメトリン重量（ng）を求め、試料中の残留濃度（mg/kg）を算出した。なお、測定溶液のピーク面積が検量線の範囲を超えた場合は、メタノール/水（85:15, v/v）混液で希釈し再測定を行った。

9. 定量限界値（LOQ）及び検出限界値（LOD）

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	定量限界 (mg/kg)
0.0001	0.05	2	4	0.001

最小検出量 (ng)	試料採取量 (g)	最終溶液 (mL)	注入量 (μL)	検出限界 (mg/kg)
0.00005	0.05	2	4	0.0005

10. 回収率

分析法確認のため、既知添加濃度における回収試験を5連分析で実施した。回収率の算出結果を下表に示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)					平均回収率 (%)	RSDr (%)
花粉 (購入もも花粉)	50	105	102	95	94	94	98	5
	0.01	88	88	81	73	66	79	12
	0.001	120	110	110	100	100	108	8
葯 (すもも葯)	50	98	98	98	97	93	97	2
葯 (うめ葯)	0.001	90	90	90	90	70	86	10
花蜜 (人工花蜜)	5.0	97	96	96	93	91	95	3
	0.01	76	75	71	69	64	71	7
	0.001	80	80	70	70	70	74	7

11. 試料分析結果

11-1. うめ

試料	経過日数	分析結果			RSDr (%)
		分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均分析値 (mg/kg)	
花粉	処理前	< 0.001	< 0.001	< 0.001	—
	処理直後	15.6	14.9	15.2	4
	処理3日後	4.26	4.18	4.22	2
	処理7日後	0.046	0.044	0.045	4
葯	処理前	< 0.001	< 0.001	< 0.001	—
	処理直後	20.6	20.3	20.4	1
	処理3日後	9.33	9.19	9.26	1
	処理7日後	0.016	0.015	0.016	6

花蜜	処理前	< 0.001	< 0.001	< 0.001	—
	処理直後	1.22	1.21	1.22	1
	処理 3 日後	0.106	0.096	0.101	9
	処理 7 日後	< 0.001	< 0.001	< 0.001	—

※RSDr (併行相対標準偏差) = 個々の分析値の差 / 平均分析値 ×100 × 0.89

1 1 - 2. すもも

試料	経過日数	分析結果			RSDr (%)
		分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均分析値 (mg/kg)	
花粉	処理前	< 0.001	< 0.001	< 0.001	—
	処理直後	47.2	47.0	47.1	0
	処理 3 日後	17.7	16.9	17.3	4
	処理 5 日後	7.28	7.25	7.26	0
葯	処理前	< 0.001	< 0.001	< 0.001	—
	処理直後	45.5	45.4	45.4	0
	処理 3 日後	41.7	40.2	41.0	3
	処理 5 日後	15.9	15.4	15.6	3
花蜜	処理 8 日後	8.71	8.68	8.70	0
	処理前	< 0.001	< 0.001	< 0.001	—
	処理直後	0.585	0.557	0.571	4
	処理 3 日後	0.049	0.047	0.048	4
	処理 5 日後	0.044	0.042	0.043	4
処理 8 日後	0.011	0.011	0.011	0	

※RSDr (併行相対標準偏差) = 個々の分析値の差 / 平均分析値 ×100 × 0.89

1 1 - 3. もも

試料	経過日数	分析結果			RSDr (%)
		分析値① (mg/kg)	分析値② (mg/kg)	平均分析値 (mg/kg)	
花粉	処理前	< 0.001	< 0.001	< 0.001	—
	処理直後	32.9	32.4	32.6	1
	処理 3 日後	8.85	8.70	8.78	2
	処理 6 日後	5.23	5.13	5.18	2

花蜜	処理前	< 0.001	< 0.001	< 0.001	—
	処理直後	0.041	0.041	0.041	0
	処理 3 日後	0.008	0.008	0.008	0
	処理 6 日後	0.002	0.002	0.002	0

※RSDr (併行相対標準偏差) = 個々の分析値の差 / 平均分析値 ×100 × 0.89

1 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。

管理基準：各調製場所の実試料分析と保存安定性試験を行うごとに、各 1 検体の未検出試料及びペルメトリン 0.01mg/kg 添加試料（クォリティーコントロール試料）を分析した。その結果、下表に示すように問題は認められなかった。

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

分析日 (抽出日)	回収率 (%)	未検出試料 の分析値 (mg/kg)	使用した 未検出試料	分析試料
2022/4/18	77	< 0.001	人工花蜜	うめ花蜜
2022/4/21	72	< 0.001	人工花蜜	うめ花蜜 (保存安定)
2022/5/2	77	< 0.001	購入もも花粉	うめ花粉
2022/5/6	95	< 0.001	うめ葯	うめ葯
2022/5/9	89	< 0.001	購入もも花粉	すもも花粉
2022/5/10	91	< 0.001	うめ葯	すもも葯
2022/5/12	83	< 0.001	人工花蜜	すもも花蜜
2022/5/13	84	< 0.001	購入もも花粉	もも花粉
2022/5/16	84	< 0.001	人工花蜜	もも花蜜
2022/5/18	70	< 0.001	人工花蜜	うめ花蜜 (保存安定) すもも花蜜 (保存安定) もも花粉 (保存安定) うめ花粉 (保存安定)
2022/5/20	112	< 0.001	購入 もも花粉※	うめ葯 (保存安定) すもも花粉 (保存安定) すもも葯 (保存安定)

※薬の未検出試料量に限りがあったため、購入もも花粉試料を薬の内部精度管理試料として代用した。

1 3. 保存安定性

均一化した未検出試料（各処理前試料）にペルメトリンを添加し、冷凍暗所（-20℃設定）に凍結保存した。一定期間保存した後、実試料の分析と同様に分析して回収率を求め、保存中の安定性を確認した。保存安定性の結果を以下に示す。

試料	添加濃度 (mg/kg)	実試料 最長保存期間 (日)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
うめ花粉	0.5	53	70 (2022/3/11－5/20)	84, 82	83
うめ薬	0.5	57	70 (2022/3/11－5/20)	82, 82	82
うめ花蜜	0.5	38	41 (2022/3/11－4/21)	76, 74	75
すもも花粉	0.5	42	52 (2022/3/29－5/20)	84, 80	82
すもも薬	0.5	43	52 (2022/3/29－5/20)	90, 74	82
すもも花蜜	0.5	44	50 (2022/3/29－5/18)	74, 74	74
もも花粉	0.5	36	42 (2022/4/8－5/20)	92, 78	85
もも花蜜	0.5	38	40 (2022/4/8－5/18)	74, 72	73

別添2. 試料受領時の写真



処理前



処理直後



処理3日後



処理7日後

図1. うめ花粉



処理前



処理直後



処理3日後

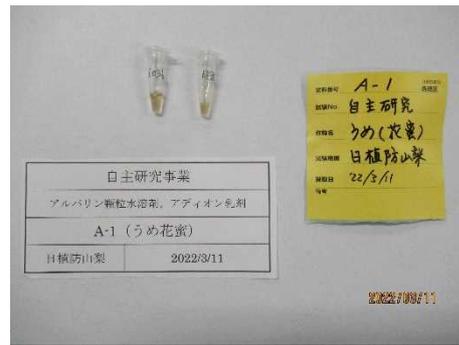


処理7日後

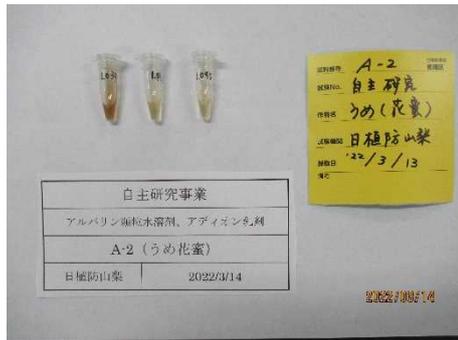
図2. うめ薬



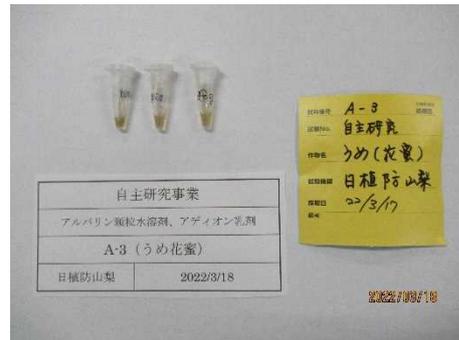
処理前



処理直後



処理 3 日後



処理 7 日後

図 3. うめ花蜜



処理前



処理直後

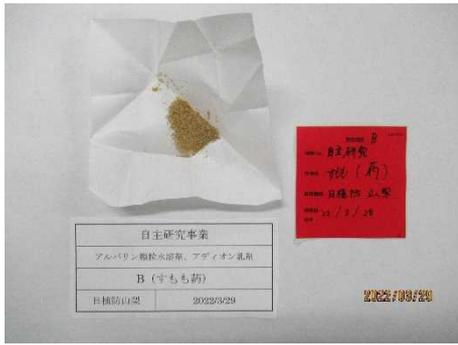


処理 3 日後



処理 5 日後

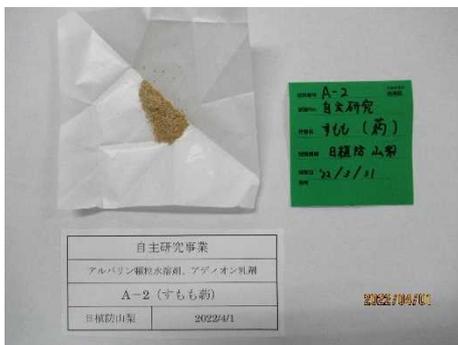
図 4. すもも花粉



処理前



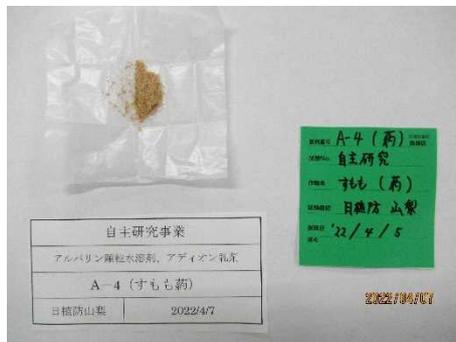
処理直後



処理 3 日後



処理 5 日後

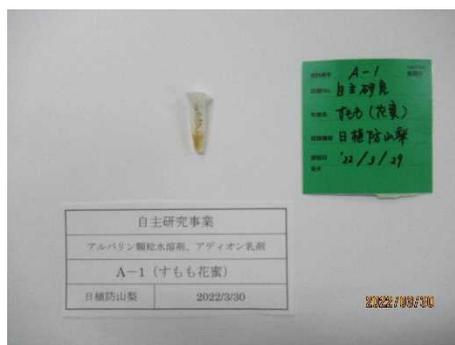


処理 8 日後

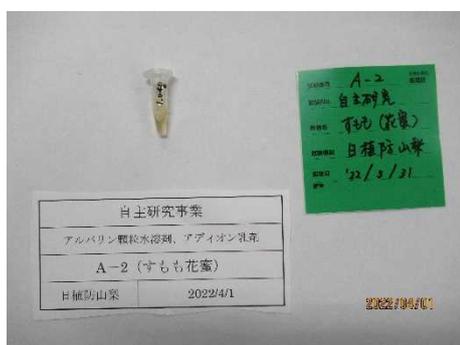
図 5. すもも薬



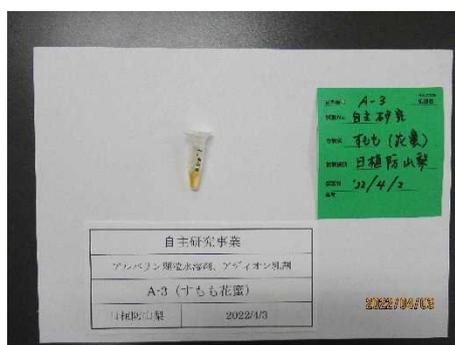
処理前



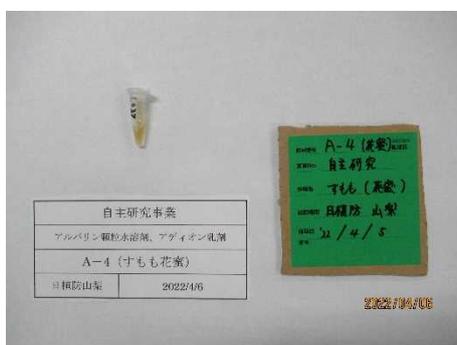
処理直後



処理 3 日後



処理 5 日後

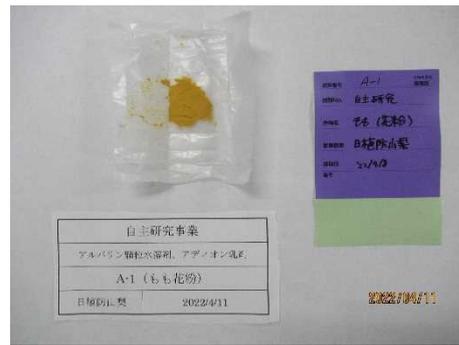


処理 8 日後

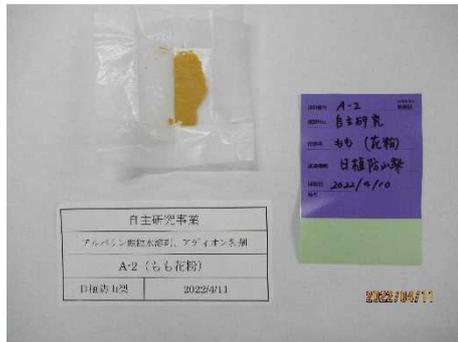
図 6. すもも花蜜



処理前



処理直後

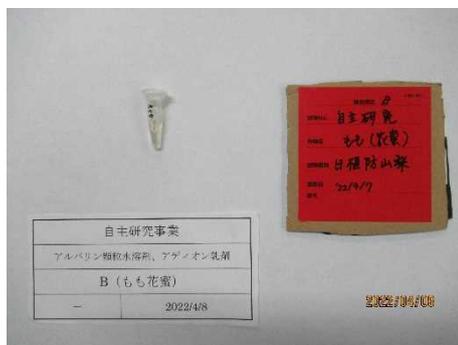


処理3日後

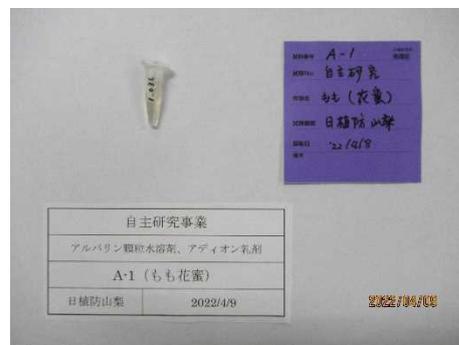


処理6日後

図7. もも花粉



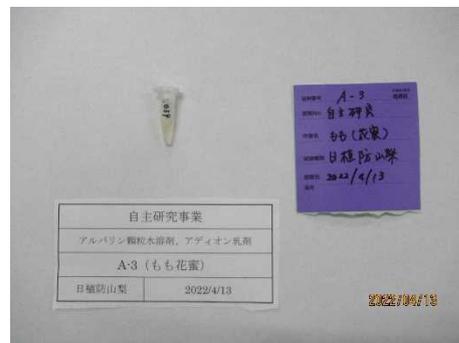
処理前



処理直後



処理3日後



処理6日後

図8. もも花蜜

総合考察

花粉・花蜜の農薬残留調査について、本年度実施したえんどうの試験の他に、農林水産省委託事業として 2019 年にかぼちゃ、すいか、メロン、2021 年にりんご、温州みかん、日向夏、不知火について試験を実施した。さらに当協会の自主研究として、だいず、かぼちゃ、なす、ピーマン、うめ、もも、すももについて試験を実施した。これらの試験結果より、作物ごとの花粉と花蜜に関する特性、試料採取の効率性、ならびに農薬残留濃度の傾向等を比較し、花粉・花蜜の農薬残留調査への適性について考察した。

なお、各表に示す数値は平均値を示す。

1. 野菜類

ウリ科のかぼちゃ・すいか・メロン、ナス科のピーマン・なす、マメ科のだいず・えんどうを対象に検討を行った。

1) 花粉・花蜜の採取

各作物の花粉・花蜜採取量と、1 回の採取に必要な花粉・花蜜の最大量を各 2g とした時の必要な花数、株数および圃場面積を表 1 に示した。また、試料 2g 採取にかかる作業時間を表 2 に示した。

① ウリ科作物

ウリ科のすいか・メロンは花が小さく、1 花当たりの花粉・花蜜採取量は共に少量で、採取には多大な花数と労力を要した。

メロンの花粉は粘稠性が高く、掻き取るような所作が必要で、他の部位からの農薬のコンタミが起こりやすく、農薬のコンタミの少ない試料を多量に採取するのは極めて困難と考えられる。また、すいかは株あたりの開花数が少なく、花数を確保するためには非常に多くの株数が必要であった。

すいか・メロンの花では、蜜だまりが奥まっておき、花蜜の採取にあたって、花粉や組織液が混入する可能性が高かった。

一方、かぼちゃの花蜜採取量はすいか・メロンの 14~144 倍、花蜜採取量はすいか・メロンの 10~24 倍と少ない花数で多量の花蜜採取することが可能であった。また、1 つの花が大きいため作業性がよく農薬のコンタミが起きにくいこと、作付け期間中の開花数が安定して確保できること等から、花粉・花蜜残留試験の供試作物として適性があると考えられた。

② ナス科作物

ナス科のピーマンは、花粉・花蜜ともに採取量が少なく、十分な株あたりの開花数を確保するにはかなり大きく生育した株を準備しなければならないことから、一定の採取量を確保するのは困難であった。一方、なすの花粉は花の構造上、農薬のコンタミが起きにくいというえ、一定量を確保することは可能であった。1花あたりの花粉採取量はピーマンに比べると多かったが、1花あたり 3mg 程度であった。なお、なすの花蜜は存在しないため採取できなかった。

③ マメ科作物

マメ科のだいずは、花粉の粘稠性が高いうえに花あたり採取量が極めて微量であること、さらには花自体が小さく作業性が悪いことから、一定量の花粉を農薬のコンタミがなく採取することは困難であった。また、花蜜についても、花器の奥まった部分に存在し、花の構造上正確に花蜜のみを採取することは困難で、蜜量もごく微量であることから一定量を確保することは難しかった。

一方、えんどうの花粉は開葯後舟弁内に留まっており、農薬のコンタミがなく採取することが出来たものの、1花あたりの採取量は 0.8mg と極わずかであった。また花蜜も採取は可能であったがその量は少なく、かつ、農薬のコンタミを避けて採取するためには花蜜採取用の花を花粉採取用とは別に用意する必要があり、多量の花数を必要とした。

④ 作物別花粉・花蜜の採取効率

花粉・花蜜残留試験において必要な採取量をいかに効率的に採取できるかは、無用な農薬のコンタミを避け、採取試料の乾燥を抑え、ならびに適正な分析を実施するために重要となる。

作物ごとの花粉・花蜜を比較すると、1花当りの花粉および花蜜採取量が最も多く、試験に必要な株数および圃場面積が最も少なかったのはかぼちゃであった。また、2gの花粉および花蜜を採取するのにかかる時間が最も少なかったのはかぼちゃであった(表2)。

表1 花粉・花蜜採取量および必要な花数

分類	作物名	1花当り採取量 (mg)		各試料2g採取に必要な花数(個)		各試料2g採取に必要な株数(株)	各試料2g採取に必要な圃場面積(m ²)
		花粉	花蜜	花粉	花蜜		
ウリ科	かぼちゃ	14.4	42.8	140	47	140	105
	すいか	1.0	4.0	2000	500	667	1000
	メロン	0.1	1.8	20000	1111	1667	1600
ナス科	ピーマン*	0.8	2.0	2500	1000	313	282
	なす	3.0	—	667	—	160	144
マメ科	だいず	—	—	—	—	—	—
	えんどう	0.8	1.4	2500	1500	1250	150

*採取量の日による振れ幅が大きいため最大値を記載

表2 試料2g採取にかかる作業時間

分類	作物名	試料2g採取にかかる作業時間(時間)*		
		花粉	花蜜	合計
ウリ科	かぼちゃ	5.0	1.0	6.0
	すいか	12.2	3.5	15.7
	メロン	134.5	16.4	150.9
ナス科	ピーマン	14.8	38.3	53.1
	なす	—	—	—
マメ科	だいず	—	—	—
	えんどう	34.6	16.7	51.3

*1人で作業した場合の時間

2) 花粉・花蜜残留試験

① 花の構造から見た農薬散布液暴露の状況

野菜類の花は、その構造によって花粉、花蜜に散布薬液がかかりやすいものとかかりにくいものがあった(表3)。1)の検討で花粉および花蜜が採取可能であった作物を比較すると、かぼちゃ、すいか、メロン、ピーマンは開花時に花粉、花蜜が露出しており、散布薬液が直接かかりやすい構造であった。これに対し、なすの花粉は筒状の葯の中にあるため散布薬液が直接かかりにくい構造であった。

また、えんどうの葯は舟弁に包まれ、この中で開葯するため花粉が外部へ露出することはない。花蜜も顎の内側にある子房の根元に分泌されるため、いずれも散布薬液がかかりにくい構造と考えられる。

表3 花粉・花蜜の薬液暴露の状況

採取の可否	薬液の暴露状況	花粉	花蜜
可	かかりやすい	かぼちゃ、すいか、メロン、ピーマン	かぼちゃ、すいか、メロン、ピーマン
	かかりにくい	なす、えんどう	えんどう
不可	—	だいず	なす、だいず

② 花粉・花蜜における農薬残留濃度の消長

各試料における農薬残留濃度を表4に示した。

花粉における農薬残留濃度は、各作物とも処理直後に最大値を示し、その後減少した。ただし、なすではジノテフランの残留濃度が処理3日後に最大値を示した。これは前述のとおり、なすの花粉は散布薬液がかかりにくいいため、直後の付着量はあまり多くなく、浸透移行性を持つ本剤が移行により農薬量が増えたことが要因として考えられる。

花蜜における農薬残留濃度は各作物とも花粉と同様に、処理直後に最大値を示し、その後減少した。ただし、えんどうではジノテフランの残留濃度が処理3日後に最大値を示した。これはなすの花粉と同様に花の構造が理由と考えられるが、えんどうの花粉ではなすの花粉のような残留濃度の推移を示すことはなかった。

これらのことから、花粉・花蜜の農薬残留濃度は散布液が直接かかりやすい場合には処理直後の濃度が最も高く時間経過とともに減衰するが、花の構造から花粉・花蜜に散布薬液がかかりにくい作物は、処理直後の残留濃度が最も高いとは限らず浸透移行性の高い農薬の場合は、処理後1日以上経過してから残留濃度が高くなる場合があることが示唆された。

試験の再現性の確認のため、かぼちゃについては2019年に3場所、2021年に1場所、2022年に1場所で計5試験を行ったところ、農薬残留濃度はおおむね同等の傾向を示した。このことから、かぼちゃを用いた花粉花蜜残留試験は安定した試験方法であると考えられた(表5)。

③ 花粉・花蜜・花全体における農薬残留濃度

ガイドンスでは花粉・花蜜の代替として、花全体を分析対象にすることを認めている。そこで、すいか・メロン・かぼちゃを対象に、処理直後の農薬残留濃度を、花全体、花粉、花蜜で比較したところ、花全体>花粉>花蜜の順で高く、花全体の残留濃度は花粉の数倍、花粉は花蜜の5~100倍であった。花全体を花粉の代替とすることは可能で、花蜜の残留濃度としては実際よりかなり高濃度となった。

花粉・花蜜の採取が作業的に難しいだいずでは、花全体を試料とすることがありえるが、

部位別の残留量調査では、花の外側にあたるがく、旗弁、翼弁における残留量が花全体の90%近くを占めており、だいずを対象とした花粉花蜜残留試験では花全体を分析対象としても過小評価になる恐れはなく妥当と思われる（データ省略）。

表4 野菜類の各試料における農薬残留濃度

分類	作物名	農薬残留濃度 (mg/kg)											
		花粉				花蜜				花全体			
		ジノテフラン		ペルメトリン		ジノテフラン		ペルメトリン		ジノテフラン		ペルメトリン	
		処理直後	3日後	処理直後	3日後	処理直後	3日後	処理直後	3日後	処理直後	3日後	処理直後	3日後
ウリ科	かぼちゃ	2.34	0.04	1.75	0.01	0.33	0.04	0.08	0.001	9.12	0.46	3.28	0.06
	すいか	10.3	0.84	5.56	0.32	2.16	0.35	0.32	0.02	22.6	2.44	7.67	0.39
	メロン	7.24	3.02	2.89	0.65	0.74	0.71	0.02	0.01	20.9	2.90	10.5	0.47
ナス科	ピーマン	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	なす	0.08	0.37	0.07	0.06	—	—	—	—	—	—	—	—
マメ科	だいず	—	—	—	—	—	—	—	—	25.5	16.6	9.91	5.74
	えんどう	0.33	0.07	0.08	0.01	0.03	0.70	<0.001	<0.001	—	—	—	—

表5 かぼちゃの各試料における農薬残留濃度（3か年5試験の結果）

実施年度	試験場所	農薬残留濃度 (mg/kg)							
		花粉				花蜜			
		ジノテフラン		ペルメトリン		ジノテフラン		ペルメトリン	
		処理直後	3日後	処理直後	3日後	処理直後	3日後	処理直後	3日後
2019	茨城	2.19	0.068	2.98	0.015	0.359	0.072	0.013	0.002
	高知	2.16	0.012	0.99	0.005	0.032	0.018	0.001	<0.001
	宮崎	2.67	0.038	1.26	0.014	0.610	0.025	0.095	<0.001
2020	茨城	1.83	0.045	1.26	0.006	0.012	0.059	<0.001	<0.001
2021	茨城	3.06	0.010	1.42	0.001	0.018	0.018	0.001	<0.001

3) 野菜類のまとめ

今回調査した各種作物における農薬の花粉・花蜜残留調査は、作物ごとで花粉あるいは花蜜の採取作業で難しさが異なり、困難であるほど作業上の農薬のコンタミを防止することが難しい。一連の試料採取作業は極力コンタミを避けるため手作業で行ったが、手法による限界があるとも言える。それらを踏まえたうえで、花粉・花蜜における農薬残留濃度は、花粉はウリ科>マメ科>ナス科となり、花蜜はウリ科>マメ科、花全体はマメ科>ウリ科となった。ウリ科の中では、かぼちゃは花が他種より大きく作業効率がよく農薬のコンタミを避けられることもあり、すいかやメロンと比べて最大残留濃度はやや抑えられたが総じて残留濃度は同程度となり、本試験における供試作物としての適性が認められる。

2. 果樹類

核果類のうめ・もも・すもも、仁果類のりんご、かんきつの温州みかん・日向夏・不知火を用いて検討を行った。

1) 花粉花蜜の採取

各樹種の花粉・花蜜採取量と、1回の採取に必要な花粉・花蜜の最大量を各2gとした時の必要な花数および樹数を表6に示した。なお、必要な樹数は、試験に供試した樹をもとに示したが、品種や仕立て、樹の大きさによって着花数は大きく異なることから、あくまで参考値であることに留意されたい。また、試料採取にかかる時間を表7に示した。

① 仁果類

りんごは花粉、花蜜ともに1花あたりの採取量が少なく多量の花を必要とし、採取作業にも多くの時間を要した。また日によっては花蜜をほとんど採取できないこともあった。さらに季節的に開花時期が早いため霜害により全く採取できないこともあり、天候により影響を受けやすい樹種と考えられた。

② 核果類

核果類のうち、すももは花粉量、花蜜量ともに最も少なく花粉・花蜜の農薬残留試験には不適であった。うめとももの花粉採取量は概ね同程度で、花蜜採取量は、ももはうめの2倍以上であった。採取作業時間はももの方が短く効率性は優った。

③ かんきつ

かんきつのうち温州みかん、不知火では花蜜は一定量採取できたものの、花粉はほとんど採取できず、花粉の残留試験の供試樹種としては難しいと考えられる。花粉、花蜜ともに日向夏の採取量が最も多く、今回供試した樹種の中では、本試験での適性が認められた。

④ 樹種別の花粉・花蜜の採取効率

各樹種の1花あたり花粉・花蜜採取量を比較すると、花粉・花蜜ともに日向夏が最も多く採取できた。

農薬残留試験に必要な花粉量を2gとした場合、日向夏は約900花を必要とするが、その他の樹種はおよそ7000花以上と多量の花が必要であった。

必要な樹数は日向夏が2樹と極めて少なかった。試験の実施にあたっては訪花昆虫を避けるために防虫ネットの展張が必要であり、樹数が多いとその作業は容易ではない。

採取にかかる時間においても、日向夏が最も短かった。

必要な花数や樹数、作業時間などから、試料採取においては、日向夏がもっとも効率

的であった。また、薬を花粉の代替試料とすることができれば、日向夏以外の樹種でも必要な花数は大幅に削減されるが、その場合でも試料採取においては、日向夏がもっとも効率的であった。

表6 果樹類の花粉・花蜜採取量、試料2g採取に必要な花数および樹数

分類	作物名	1花当り採取量(mg)			試料2g採取に必要な花数(個)			花粉・花蜜各2g採取に必要な樹数*	
		花粉	花蜜	薬	花粉	花蜜	薬	樹数	栽培条件
仁果類	りんご	0.2	1.6	—	10000	1250	—	20-30	品種:ふじ わい化栽培 樹高2.5~3.5m
核果類	もも	0.3	9.5	—	7000	211	—	10	品種:白鳳 開心自然形(主 枝3本仕立て) 樹高約2.3m
	うめ	0.2	4.2	4.3	10000	476	465	20	品種:南高 開心自然形(主 枝3本仕立て) 樹高約2.3m
	すもも	0.04	3.2	1.6	50000	625	1282	17	品種:ソルダム 開心自然形(主 枝2本仕立て) 樹高約2.3m
かんきつ	温州みかん	0.00	11.3	8.5	—	177	235	—	—
	日向夏	2.2	30.8	11.5	910	65	174	2	品種:在来種 樹高2.8m
	不知火	0.00	4.5	19.9	—	444	101	—	—

*試験に供試した樹をもとに算出

表7 試料2g採取にかかる作業時間

分類	作物名	試料2g採取にかかる作業時間(時間)*				
		花粉	花蜜	薬	花粉+花蜜	薬+花蜜
仁果類	りんご	24.3	16.0	—	40.3	—
核果類	もも	17.1	3.5	—	20.6	—
	うめ	17.9	7.9	18.0	25.8	25.9
	すもも	60.9	9.1	17.0	70.0	26.1
かんきつ	温州みかん	—	6.7	9.3	—	16.0
	日向夏	9.5	1.3	5.8	10.8	7.1
	不知火	—	12.0	2.3	—	14.3

*1人で作業した場合の時間

⑤ 採取可能な期間

試料として十分な量の花粉・花蜜を採取可能な期間を表 8 に示した。

農薬残留濃度の減衰の調査には一定の開花期間が必要である。開花期間はうめが最も長く 1 か月程度あるが、開花初期は開花数が少なく十分な花数が確保できないため、花粉、花蜜の採取可能な期間は実質 2 週間程度であった。一方、りんごとももの採取可能な期間は 1 週間程度と短く、天候等の影響で農薬処理のタイミングがずれると試料採取ができない危険性がある。今回供試した仁果類、核果類の開花時期は気象条件に影響を受けやすく、年次変動も大きく、的確な開花予想が難しい。一方、かんきつの日向夏では、花粉・花蜜の採取可能な期間は 2 週間程度であり、りんご、ももよりも試験可能な期間が長い。

表 8 試料として十分な量の花粉・花蜜を採取可能な期間

分類	作物名	十分量の花粉・花蜜を採取可能な期間*
仁果類	りんご	約7日間
核果類	もも	約8日間
	うめ	約14日間
	すもも	約7日間
かんきつ	温州みかん	約10日間
	日向夏	約14日間
	不知火	約10日間

*温州みかん、不知火の花粉は採取不可

2) 花粉・花蜜残留試験

① 花の構造から見た農薬散布液暴露の状況

果樹類の花は、多くの樹種が花粉、花蜜に散布薬液が直接かかりやすい形状であったが、ももの花蜜は蜜溜まりが花糸の根元によりやや塞がれているような構造のため、薬液がかかりにくいと考えられた。

② 花粉・花蜜における農薬残留濃度の消長

各試料における農薬残留濃度を表 9 に示した。

花粉・花蜜における農薬残留濃度は、各樹種とも処理直後に最大値を示し、その後低下した。

③ 各樹種の花粉・花蜜・葯の農薬残留濃度

樹種ごとの花粉における処理直後の農薬残留濃度は、すもも、ももが高く、日向夏は

低かった。

温州みかん及び不知火では花粉を採取できなかったが、代替として葯の農薬残留濃度を調べたところ、日向夏の葯とほぼ同程度であった。

花蜜における処理直後の農薬残留濃度は、不知火のペルメトリンが他樹種に比べて高くなったが、不知火のジノテフランはさほど高い濃度を示してはおらず、ペルメトリン濃度が高い原因は判然としなかった。これを除くとうめ、すもも、りんごは高い濃度を示す傾向にあった。これは、樹種ごとに1花あたりの花蜜量が異なることが関係している可能性がある。つまり、花蜜量が多い時は残留濃度が低く、少ない時は残留濃度が高くなる傾向を示しているとも考えられる。今回の検討においては1花あたりの花蜜量はかんきつ類>核果類>仁果類となったが、花蜜量は採取時の天候によっても変化する可能性があるため、普遍的であるかは現時点では不明である。

④ 花粉・花蜜・葯における農薬残留濃度

花粉・花蜜の処理直後農薬残留濃度は、野菜類と同様で、花粉は花蜜より高い濃度を示す傾向にあった。うめ、すもも、日向夏それぞれの花粉と葯を比較すると、比較的近い値を示し、葯を花粉の代替試料にできる可能性が示唆された。

表9 果樹類の各試料における農薬残留濃度

分類	作物名	農薬残留濃度 (mg/kg)											
		花粉				花蜜				葯			
		ジノテフラン		ペルメトリン		ジノテフラン		ペルメトリン		ジノテフラン		ペルメトリン	
		処理直後	3日後	処理直後	3日後	処理直後	3日後	処理直後	3日後	処理直後	3日後	処理直後	3日後
仁果類	りんご	14.1	3.79	20.4	6.03	3.16	1.15	0.85	0.47	—	—	—	—
核果類	もも	68.8	22.8	32.6	8.78	0.65	0.34	0.04	0.01	—	—	—	—
	うめ	32.2	8.96	15.2	4.22	11.9	2.87	1.22	0.10	51.0	24.4	20.4	9.26
	すもも	88.4	43.0	47.1	17.3	19.0	5.41	0.57	0.05	100.2	74.2	45.4	41.0
かんきつ	温州みかん	—	—	—	—	1.15	0.67	0.10	0.00	7.58	1.07	8.21	1.20
	日向夏	8.08	0.83	15.6	0.39	0.21	0.19	0.01	0.01	6.13	1.12	7.55	0.17
	不知火	—	—	—	—	7.22	2.22	10.6	0.41	10.4	1.51	13.8	1.99

3) 果樹類のまとめ

野菜類において述べたとおり果樹においても作業上の困難さが農薬のコンタミ防止を難しくしており、さらに果樹類では開花期間が短いことからかなりの樹数を確保しても試料採取が困難となり、無理な採取をしなければいけない状況が起こりえる。果樹類の花粉・花蜜の農薬残留濃度は、花粉は核果類>仁果類>かんきつ類、花蜜は核果類>仁果類>かんきつ類のような傾向はあるが明確ではなく、葯は核果類>かんきつ類となっ

た。農薬の残留傾向を見ると核果類の残留濃度が高いことが示されているが、果樹類としては総じて同程度の残留濃度を示していると考えられる。なお、今回の検討では処理直後の試料採取を優先しているために開花盛期直前を狙って農薬散布を行っている。各農薬の散布時期を勘案すると、開花前散布を行った場合の残留濃度調査が必要になる場合があることを留意する必要がある。

果樹類の花粉・花蜜残留調査では、試験のしやすさも重要な要素となる。これを考慮した場合には日向夏は供試樹種として適性があると考えられる。特に葯を試料とする場合においては作業効率が高く効率性は向上すると思われる。

3. まとめ

農薬の蜜蜂影響評価に資する花粉・花蜜残留試験は、開花前、開花初期、開花中のいずれに農薬処理を行うのが実際には重要となる。今回の一連の検討では開花初期に処理した場合の各樹種での試験手法を検討し、樹種ごとの本試験への適性について考察した。また、樹種ごとに試料採取の方法は若干異なるが、基本的には処理後の花を採取して花粉あるいは花蜜を慎重に採取したが、作業上の農薬のコンタミを完全に防止することは手法として限界があると考え。樹種によっては葯を採取後に室内で開葯させ花粉を採取する試験が行われていると聞いており（私信）、一部その採取手法も検討したところ可能な樹種も確認されている。なお、理論的には働きバチが実圃場で採取した花粉・花蜜を分析試料とすることも可能性はあるが、実際にその手法での採取は困難であろう。

今回の一連の調査では残留濃度の傾向と試験成立の条件等を鑑みて、供試樹種として野菜類ではかぼちゃ、果樹類ではかんきつの日向夏を提案している。一方、登録の適用樹種の範囲が限られる等の理由から、樹種ごとの残留濃度の精緻化が必要なケースがあるとも考えられる。

また、今後は実際の農薬処理時期に合わせた花粉・花蜜残留試験を行い、より現実的なミツバチ暴露量の推計をすすめる必要があると考える。