

別添 1

令和 5 年度 安全な農畜水産物安定供給のための
包括的レギュラトリーサイエンス研究推進委託事業
短期課題解決型研究
「臭化メチルの飼料用植物への使用に関する安全性の確保」

試料調製報告書

一般社団法人日本くん蒸技術協会

1. 目的

くん蒸した飼料用作物を介した畜産物の安全性を確保するため、飼料製造工程を経た場合も臭化メチルが残留する可能性が示唆された飼料用作物（トウモロコシ）について、検疫くん蒸の実態に則したくん蒸条件（温度、くん蒸時間及び投薬量。以下同じ。）でくん蒸し、くん蒸施設の設備上の制約を考慮した上で、最も残留するくん蒸条件を明らかにする。次いで、特定したくん蒸条件により、主な飼料用作物をくん蒸処理し、施設で実行可能な最善の排気条件で排気した場合の残留傾向を明らかにし、代表的な飼料加工で定量限界以上の残留が認められた場合に定量限界未満（<0.01 mg/kg）まで低減するのに必要な保管期間を明らかにする。

2. 被験物質

剤型： 検疫用くん蒸剤
有効成分： 臭化メチル（別名：ブロモメタン，ブロムメタン）
ロット番号： 406093
純度： 99.5%以上（使用時再分析 2022年10月3日，A-7 65.4g）
供給元： 三光化学工業株式会社
保管条件： 風通しの良い屋外ボンベ保管庫

3. 分析対象物質

分析対象物質とした臭化メチルおよび内部標準物質としたヨウ化メチルの物理的・化学的性質を以下に示す。

臭化メチル

化学名： methyl bromide (CAS 化学名, bromomethane)
化学式： CH_3Br
分子量： 94.94
性状： 無色透明気体
沸点： 4°C
融点： -93.66°C
蒸気圧： 1620 mmHg (25°C)
比重： 1.730 (0°C , 4°C)
溶解性： 水 17.5 g/kg (20°C)，各種有機溶媒に混和
分配係数： log Pow 1.19

出典：安全データシート

ヨウ化メチル (内部標準物質)

化学名： methyl iodide (CAS 化学名, iodomethane)

化学式： CH₃I

分子量： 141.95

性状： 無色液体

沸点： 42.5°C

融点： -66.5°C

蒸気圧： 405 mmHg (25°C)

蒸気密度： 4.9 (空気=1)

比重： 2.28 (20°C, 4°C)

溶解性： 水 14 g/L (20°C), 各種有機溶媒に可溶

分配係数： log Pow 1.5

出典：安全データシート

4. 分析標準物質

臭化メチル

被験物質と同じ

ヨウ化メチル (内部標準物質)

品名： ヨーカヒューム (農林水産省登録 第 22463 号, くり専用)

剤型： くん蒸剤

有効成分： ヨウ化メチル (別名：ヨードメタン)

ロット番号： 19X03

純度： 99.0%以上

供給元： 井筒屋化学産業株式会社 (熊本県)

保管条件： 室温

5. 供試作物

検疫くん蒸で最も残留するくん蒸条件の特定 (6: 試験1) には, 2種類 (2産地) のトウモロコシを用いた。くん蒸後のガス排気に必要が排気流量と時間を決定する試験 (7: 試験2) についても, 同様にトウモロコシ2種類 (2産地) を用いた。また, 代表的な輸入飼料の9品目を用いた加工後の残留傾向 (8: 試験3) は, 試験1及び2で決定されたくん蒸条件及びガス排気方法を用いて調査した。

6. 検疫くん蒸で最も残留するくん蒸条件の特定（試験 1）

6.1 試験方法

6.1-1 くん蒸温度，時間，薬量，収容比の決定

試験には，2種類のトウモロコシ（インドネシア産：小粒及びオーストラリア産：大粒）を用いた。

サイロ搬入されたトウモロコシのくん蒸は，表1に掲げる検疫薬量基準により決定されている。これらのうち5℃，24時間及び72時間，25℃，24時間及び72時間（表1の太字部分）を残留傾向調査の代表的なくん蒸条件として設定した。収容比は，穀物収容量が小さいほどガス収着量が多い（相馬ら：植防研報 **30**, p11-18, 1994）ことから，サイロ穀物収容量の調査資料（2014，表2）により0.5 t/m³に設定した。

表1 検疫くん蒸における薬量基準

品目	収容比 t/m ³	温度 ℃	時間 h	薬量 g/m ³
トウモロコシ (サイロくん蒸 のくん蒸条件)	0.5	5	24	59
			48	39
			72	38
			24	48
			48	32
			72	30
		25	24	35
			48	24
			72	22

表2 サイロの穀物収容量(収容比)

品目	調査数 件	サイロ 内容積 m ³	収容比 平均 t/m ³	収容比 0.5以下	事例 収容比
トウモロコシ	48	1,271	0.68	1	0.49
マイロ	38	1,641	0.66	1	0.42
小麦	5	1,737	0.69	0	
大麦	11	1,736	0.67	0	
合計(平均)	102	(1,482)	(0.67)	2	

サイロ調査資料(2014)

6.1-2 使用機材

くん蒸容器：	ガラス製くん蒸ビン，約 5ℓ
ガス循環及び排気：	コンパクトエアーポンプNUP-1
投薬器：	50mlガラス製注射器（ガス体投薬）
投薬管：	ガラス製投薬口セプタム付き
流量計：	コンパクトフローメーターRK1710-1（コフロック株式会社）
ガス濃度測定：	ガスクロマトグラフ（FID検出器，株式会社島津製作所）
圧力確認：	水柱マンオメータ（PW型，株式会社岡野製作所）
粉碎器：	スイング式グラインダー（NEWTRY株式会社，電動（30秒及び60秒粉碎））
くん蒸中の温湿度測定器：	デジタル温湿度計AD-5644A（株式会社エー・アンド・デイ）
粉碎直後の温度測定器：	デジタル温度計AD-5612A（株式会社エー・アンド・デイ）

6.1-3 くん蒸条件（くん蒸温度，時間，薬量，収容比以外の条件）

収容比：	0.5 t/m ³ (kg/ℓ) （表2参照）
ガス濃度測定：	投薬15分後，1，4，24，48及び72時間後
ガスの循環：	流量0.21ℓ/min
ガス循環時間：	2時間
ガスの排気：	流量2.0ℓ/min（昨年度に同じ）
ガス排気時間：	2時間（アンケート調査による最短時間）
排気濃度の測定：	排気2時間後

6.1-4 くん蒸操作

くん蒸ビンにテフロンパイプを配置し，配管上にエアーポンプ，臭化メチル投薬用のガラス球管，流量計を接続し，くん蒸ビン内にトウモロコシを入れ，穀層上部に温湿度計を配置して密閉した。投薬は，エアーポンプを稼働させてくん蒸ビン下方から空気を循環させ，配管上の投薬口から注射器で一定量の臭化メチルガスを注入した（図1参照）。ビン内は2時間ガスを循環して均一化し，エアーポンプを停止した。ビン内のガス濃度，温度及び湿度は，投薬15分後，1，4，24，48及び72時間後にガスクロマトグラフFID及び温湿度計で測定し記録した。くん蒸後は配管を排気用に切り替え，エアーポンプにより2時間排気した。

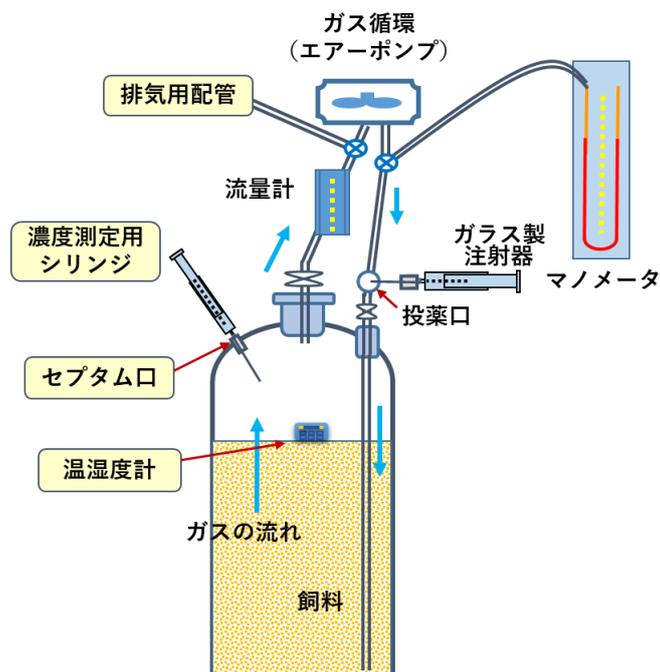


図1 ガラス製くん蒸容器と機器の配置状況(投薬図)

6.1-5 トウモロコシの粉碎加工

くん蒸したトウモロコシ試料 400g を電動粉碎机（スイング式グラインダー）に入れ 30 秒間及び 60 秒間粉碎した。粉碎後は粉碎机の蓋を開け、直後に飼料の温度（最高温度）を熱電対型温度計で測定した。粉碎試料は、紙袋に入れ、吸水シートで包み、カートンボックスに梱包し、宅配便（常温）で分析場所に送付した。

粉碎作業は、排気終了当日に実施、送付した。また、別梱包で粉碎加工前のトウモロコシについても送付した。

6.2 結果及び考察（試験 1）

トウモロコシを用い、検疫くん蒸 5℃24 時間及び 72 時間、25℃24 時間及び 72 時間の検疫くん蒸条件で臭化メチルくん蒸し、くん蒸後に粉碎加工したときの加工前後の残留量は表 3 のとおりである。5℃では粉碎前の残留量が 5mg/kg 以上の高い値で検出され、粉碎後は 0.10～0.32mg/kg で残留量は激減したものの 0.01mg/kg を上回った。5℃の 24 時間くん蒸と 72 時間くん蒸を比較すると、24 時間くん蒸の方が高い傾向を示した。25℃では粉碎前の残留量が 0.52～1.65mg/kg で、5℃に比較して低い値となった。また、粉碎後は 0.04mg/kg 以下となり、72 時間くん蒸では 0.01mg/kg 未満となった。これらの結果が

ら、検疫くん蒸で最も残留するくん蒸条件は、5℃、24時間くん蒸であった。

くん蒸後の排気は、アンケート調査による最短時間（2時間）で行ったが、排気終了時のガス濃度はいずれも許容濃度（1ppm）以下にならなかった。ガスの排気作業では許容濃度以下で搬出することが義務づけられているため、排気時間と流量の検討が必要である。

表 3 5℃及び 25℃で 24 時間及び 72 時間くん蒸したときの加工前後の残留量

品目 産地	穀温 ℃	くん蒸 時間 h	薬量 g/m ³	くん蒸終了時 ガス濃度 mg/L	CT値 mg・h/L	排気 流量 L/min	排気 時間 h	排気終了時 ガス濃度 ppm	粉碎前 残留量 mg/L	粉碎 時間 sec	粉碎 温度 ℃	粉碎後 残留量 mg/L
トウモロコシ (小粒種) インドネシア	5	24	59	18.9	705	2.0	2	5	5.53	30 60	34.9 46.2	0.32 0.21
		72	38	8.1	907	2.0	2	13	5.36	30 60	37.4 45.8	0.19 0.07
	25	24	35	11.4	399	2.0	2	9	1.38	30 60	35.9 45.8	0.04 0.02
		72	22	2.2	433	2.0	2	-	0.52	30 60	36.4 47.8	0.01 <0.01
トウモロコシ (大粒種) オーストラリア	5	24	59	20.9	788	2.0	2	14	6.73	30 60	36.3 45.9	0.30 0.16
		72	38	8.8	1,006	2.0	2	3	6.32	30 60	36.3 44.3	0.21 0.10
	25	24	35	11.9	424	2.0	2	11	1.65	30 60	37.1 46.8	0.04 0.02
		72	22	2.0	434	2.0	2	4	0.6	30 60	38.1 47.4	0.01 <0.01

7. 排気流量及び排気時間の検討（試験 2）

7. 1. 試験方法

7. 1-1 排気流量及び排気時間の決定

試験 1 の検疫くん蒸で最も残留するくん蒸条件の特定試験において、排気終了時のガス濃度が許容濃度以下にならなかったことから、許容濃度以下または許容濃度付近まで排気濃度を低下させるための排気時間及び排気流量の検討を行った。

排気流量については、商業用サイロの排気流量について調査し、主サイロの内容積とブロワ送風量から平均流量を算出した。また、主サイロと主サイロの間にある口径の小さい副サイロについても平均流量を算出し（表 4 参照）、主サイロから算出した流量 0.21ℓ/min を平均流量、副サイロから算出した流量 0.8ℓ/min を最大流量とした。排気時間は、5℃、24 時間のくん蒸で 2 時間排気により許容濃度以下とすることが困難であったことから、作業時間を考慮し 18 時間排気、24 時間排気及び 42 時間排気を設定した。

表 4 サイロ内容積(主サイロ及び副サイロ)と排気流量

サイロ会社	主サイロ容積	収容比	排気ブロウ
9社	平均1,737m ³	0.7t/m ³	平均49m ³ /min
	(トウモロコシ比重)	1.23で計算	
	(サイロ空間容積)	748m ³	49m ³ /min
	5.2ℓくん蒸ビンの空間容積 (収容比0.5t/m ³)	3.1ℓ	0.21ℓ/min
サイロ会社	副サイロ容積	収容比	排気ブロウ
3社	平均463m ³	0.7t/m ³	平均49m ³ /min
	(トウモロコシ比重)	1.23で計算	
	(サイロ空間容積)	200m ³	49m ³ /min
	5.2ℓくん蒸ビンの空間容積 (収容比0.5t/m ³)	3.1ℓ	0.8ℓ/min

7.1-2 使用機材

試験 1 の使用機材 (6.1-2) に同じ。

7.1-3 くん蒸条件 (くん蒸温度, 時間, 薬量以外の条件)

収容比 : 0.5 t/m³ (kg/ℓ)

ガス濃度測定 : くん蒸15分後, 1, 4及び24時間後

ガスの循環 : 流量0.21ℓ/minで2時間循環

ガスの排気 : 流量0.21ℓ/min 及び0.8ℓ/minで18時間及び42時間排気

排気濃度の測定 : 排気2, 18, 24及び48時間後

7.1-4 くん蒸操作, 7.1-5 トウモロコシの粉砕加工

試験 1 の 6.1-4, 6.1-5 に同じ。

7.2 結果および考察 (試験 2)

トウモロコシを用い, 5°C及び 15°Cで 24 時間くん蒸し, 平均流量 0.21ℓ/min で 18 時間, 24 時間及び 42 時間排気したときの排気中のガス濃度は表 5 のとおりである。15°Cでは, 24 時間排気でガス濃度が 9ppm まで低下し, 42 時間排気では 1ppm 未満となった。しかし, 5°Cでは 24 時間排気で 18~20ppm の高いガス濃度が検出され, 42 時間排気でも 7~8ppm のガスが残存した。

トウモロコシを用い, 5°Cで 24 時間くん蒸し, 最大流量 0.8ℓ/min で 18 時間及び 42 時間排気したときの排気後のガス濃度及び加工前後の残留量は表 6 のとおりである。排気 18 時間では, 排気後のガス濃度か 7ppm 残存したが, 42 時間排気では 1ppm 未満となった。加工前の残留量は, 排気 18 時間で 0.48~0.51mg/kg, 排気 42 時間で 0.36~0.39mg/kg

であったが、粉碎加工後の残留量は、いずれも 0.01mg/kg 未満であった。

表 6 流量 0.21ℓ/min で 18～42 時間排気したときの排気中のガス濃度

品目	穀温 °C	薬量 g/m ³	排気中の臭化メチル濃度 ppm			
			2h	18h	24h	42h
トウモロコシ インドネシア産 (小粒)	5	59	161	28	20	8
	15	48	205	13	9	<1
トウモロコシ オーストラリア産 (大粒)	5	59	137	25	18	7
	15	48	184	13	9	<1

表 7 流量 0.8ℓ/min で 18 及び 42 時間排気したときの排気中のガス濃度及び加工前後の臭化メチル残留量

品目	穀温 °C	くん蒸 時間 h	薬量 g/m ³	くん蒸終了時 ガス濃度 mg/ℓ	CT値 mg·h/ℓ	排気	排気	排気終了時	粉碎前 残留量 mg/kg	粉碎 時間 sec	粉碎 温度 °C	粉碎後 残留量 mg/kg		
						流量 ℓ/min	時間 h	ガス濃度 ppm						
トウモロコシ インドネシア産 (小粒)	5	24	59	18.5	757	0.8	18	7	0.48	30	37.3	<0.01		
											60	48.4	<0.01	
												30	37.5	<0.01
							15.6	574	0.8	42	0	0.36	60	48.5
トウモロコシ オーストラリア (大粒)	5	24	59	19.2	797	0.8	18	7	0.35	30	37.4	<0.01		
												60	48.6	<0.01
												30	37.3	<0.01
							17.1	634	0.8	42	0	0.29	60	48.2

これらの結果から、検疫くん蒸で最も残留量が多かった 5°C、24 時間くん蒸後に許容濃度以下または許容濃度付近まで排気濃度を低下させるためには、排気流量を 0.21ℓ/min で 42 時間以上または 0.8ℓ/min で 18 時間以上排気する必要があることが判明した。昨年までの試験で、残留量を減少させるためには排気流量を多くするか、排気時間を長くする必要があるが、5°C、24 時間くん蒸では、表 2 から排気流量が 0.21ℓ/min の約 10 倍の 2.0ℓ/min としても残留量（粉碎前）は、5.53～6.73 mg/kg の高い値であった。これに対し、排気流量 0.21ℓ/min で排気時間が 2 時間の 9 倍の 18 時間では、残留量（粉碎前）が 0.48～0.51mg/kg に減少し、吸着されたガスを脱着させるためには排気時間を長くする方が効果的であった。したがって、くん蒸後の加工試験における設定条件をくん蒸温度及びくん蒸時間は、5°C 及び 24 時間（最も残留量の多い条件）とし、排気流量及び排気時間を 0.8ℓ/min 及び 18 時間（商業用サイロくん蒸における最大排気量及び許容濃度付近まで排気濃度を低下させるため最低限必要とする排気時間）とした。

8. 主な飼料作物のくん蒸後の加工処理における残留量の把握（試験3）

8.1. 試験方法

8.1-1 対象作物及びくん蒸条件

対象とした飼料作物は、輸入量及び消毒量が多い穀類から6種類（トウモロコシ、小麦、大麦、マイロ、エン麦、ライ麦）、豆類から1種類（大豆）、油料から2種類（ナタネ、ゴマ）の合計9種類を選定した（表8参照）。また、検疫くん蒸条件は、試験1の結果から最も残留量の多かった5℃、24時間くん蒸で、それに対応するサイロくん蒸の薬量とし、トウモロコシについては倉庫くん蒸の条件を加えた（表9参照）。加工の種類は、アンケート調査を参考に粉砕、圧ペンまたは圧搾（残留分析の対象は、圧搾粕）加工を実施した（表10参照）。

くん蒸後の排気流量及び排気時間は、試験2の結果から残留しやすい条件として、サイロ敷設の最大流量0.8ℓ/min及び許容濃度付近まで排気させるため最低限必要とする18時間排気を設定した。

表8 飼料原料の輸入量及び消毒量(2022, 検疫統計)

種類	品目	輸入量 千トン	消毒量 千トン	消毒率 %
穀類	トウモロコシ	15,545.5	3,269.3	21.0
	小麦	1,417.4	0.0	0.0
	大麦	626.7	4.8	0.8
	マイロ	225.7	0	0
	エン麦	30.2	0	0
	ライ麦	2.1	0.1	3.9
	ミレット	2.2	0	0
豆類	大豆	3,687.3	1,073.9	29.1
	落花生	1.5	0	0
油料	ナタネ	2,122.3	96.2	4.5
	ゴマ	174.4	9.4	5.4
	綿実	107.3	0	0
	アマ	3.0	0	0
	ひまわり	1.6	0	0
	紅花	0.1	0	0

表 9 飼料の種類と検疫くん蒸条件

種類	品目	くん蒸施設	収容比 t/m ³	温度 °C	時間 h	薬量 g/m ³
穀類	小麦、大麦、 ライ麦、エン麦	サイロ	0.5	5	24	49
	トウモロコシ、 マイロ			5	24	59
	トウモロコシ	倉庫	0.1	5	24	28
豆類	大豆	サイロ	0.5	5	24	59
油料	ゴマ、ナタネ			5	24	59

表 10 飼料の種類と調査数及び加工の種類

品目	くん蒸 施設	産地または 品種	反復 回	加工
小麦	サイロ	2	1	粉砕 ³⁾
大麦		2	1	
ライ麦		1	1	
エン麦		1	1	
トウモロコシ ¹⁾	サイロ	2	1	粉砕 ³⁾ 及び 圧ペン
マイロ		2	1	
大豆 ²⁾	サイロ	2	1	圧搾粕
ゴマ		2	1	
ナタネ		2	1	
トウモロコシ		倉庫	2	

¹⁾ 小課題2で実施済みのため小課題3では試験省略。

²⁾ 昨年度の試験で実施済みのため、試験省略。

³⁾ 30秒及び60秒の粉砕時間で実施。

8.1-2 使用機材

滅菌器（加湿）： 平山製作所 HV-50 II LB（軟化処理 121°C30分）

圧ペン器： プレスサンドメーカー

圧搾器： 電動搾油機 TR-397EP

以下、試験1の使用機材（6.1-2）に同じ。

8.1-3 ガス濃度の測定

くん蒸濃度の測定： くん蒸15分後，1，4及び24時間後

排気濃度の測定： 排気2時間及び18時間後

8.1-4 くん蒸操作

くん蒸温度及び時間は、5℃及び24時間で、投薬及びくん蒸は、試験1の6.1-4と同様に行った。くん蒸温度及び時間は、5℃及び24時間で実施した。くん蒸ビン内のガス濃度、温度及び湿度は、投薬15分後、1、4及び24時間後にガスクロマトグラフFID及び温湿度計で測定した。くん蒸後は排気用に配管を切り替え、エアーポンプにより流量0.8ℓ/minで18時間排気した。排気濃度は2時間及び18時間後にガスクロマトグラフFIDで測定した。

8.1-5 くん蒸飼料の粉碎、圧ペン及び圧搾加工

粉碎加工：サイロの条件でくん蒸した小麦、大麦、マイロ、エン麦、ライ麦及び倉庫の条件でくん蒸したトウモロコシをそれぞれ300～400g計量し、電動粉碎機（スイング式グラインダー）に入れ30秒間及び60秒間粉碎した（サイロの条件でくん蒸したトウモロコシについては、試験2で実施済みであるため省略）。粉碎後は粉碎機の蓋を開け、直後に飼料の温度（最高温度）を測定した。粉碎試料は、紙袋に入れ、吸水シートで包み、カートンボックスに梱包し、宅配便（常温）で分析場所に送付した。

圧ペン加工：サイロの条件でくん蒸したマイロを400g計量し、設定温度121℃で30分軟化処理した後にプレスサンドメーカーで圧ペンした。圧ペン試料は、紙袋に入れ、吸水シートで包み、カートンボックスに梱包し、宅配便（常温）で分析場所に送付した。

圧搾加工：サイロの条件でくん蒸したゴマ及びナタネをそれぞれ400g計量して電動搾油機で圧搾し、圧搾粕を得た。圧搾粕は、紙袋に入れ、吸水シートで包み、カートンボックスに梱包し、宅配便（常温）で分析場所に送付した。

加工作業は、くん蒸（排気）終了当日に実施、送付した。また、別梱包で加工前の飼料についても送付した。

8.1-6 残留分析

試験1の6.1-6残留分析に同じ。

8.2 結果及び考察（試験3）

5℃、24時間でくん蒸したときの品目別くん蒸終了時のガス濃度及びCT値（ガス濃度・くん蒸時間積算値）は、表11のとおりである。サイロの条件でくん蒸した小麦、大麦、マイロ、エン麦、大麦及びトウモロコシ（トウモロコシは試験2のデータを引用）は、くん蒸終了時のガス濃度が18.5～26.3mg/ℓ、CT値は642～836g・h/m³の範囲であった。CT値は、ライ麦がやや低く、大麦はやや高かった。一方、豆類、油料の大豆、ナタネ及びアメリカ産白ゴマでは、くん蒸終了時のガス濃度が25.9～47.0mg/ℓ、CT値は1,058～1,360g・h/m³で高い値となったが、ミャンマー産の黒ゴマはくん蒸終了時のガス濃度が

9.5mg/ℓ, CT 値が 411g・h/m³ で極端に低い値となった。

表 11 くん蒸終了時のガス濃度及び CT 値(ガス濃度・くん蒸時間積算値)

品目	品種	産地	薬量 g/m ³	温度 °C	くん蒸 時間 h	収容比 t/m ³	24h後 ガス濃度 mg/ℓ	CT値 mg・h/L
小麦	ゆきちから	岩手	49	5	24	0.5	20.5	669
	シロガネ	石川					21.1	692
トウモロコシ ¹⁾	-(小粒)	インドネシア	59	5	24	0.5	18.5	757
	-(大粒)	オーストラリア					19.2	793
大麦(皮付)	二条大麦	栃木	49	5	24	0.5	26.3	814
	六条大麦	富山					25.2	771
ライ麦	-	アメリカ	49	5	24	0.5	22.5	642
エン麦(皮付)	-	オーストラリア	49	5	24	0.5	20.1	726
マイロ	-(赤色)	オーストラリア	59	5	24	0.5	20.1	704
	-(白色)	インド					22.7	836
トウモロコシ (倉庫条件)	-(小粒)	インドネシア	28	5	24	0.1	15.6	482
	-(大粒)	オーストラリア					14.7	469
大豆	スズマル	北海道	59	5	24	0.5	47.0	1360
	ミヤギシロメ	宮城					33.5	1196
ナタネ	-	フランス	59	5	24	0.5	26.3	1058
		ポーランド					25.9	1115
ゴマ	-(白色)	アフリカ	59	5	24	0.5	33.1	1108
	-(黒色)	ミャンマー					9.5	411

¹⁾ 試験2のデータを引用。

5°C, 24 時間でくん蒸した穀類の排気終了時のガス濃度及び加工(粉碎及び圧ペン)後の残留量は, 表 12 のとおりである。サイロくん蒸の条件で実施した小麦, ライ麦, マイロ, トウモロコシ(試験2のデータを引用)及び倉庫くん蒸の条件で実施したトウモロコシは, 加工(粉碎30秒, 60秒及び圧ペン)後の残留量は, 1日後にすべて定量限界(0.01mg/kg)未満となった。トウモロコシの圧ペンは, 昨年実施した試験で圧ペン前の残留量(1.19~1.34mg/kg)が本試験データ(0.48~0.51mg/kg)よりも高かったが, 圧ペン後は0.01mg/kg未満となったため引用した。しかし, 大麦(六条大麦)の30秒粉碎及びエン麦の30秒, 60秒粉碎とも残留量は0.01mg/kg以上となった。

大麦(六条大麦)は, 粉碎前の残留量が0.03mg/kgと低かったにもかかわらず, 30秒粉碎で0.01mg/kg検出された。粉碎加工は全ての品目で粉碎量を400gで実施したが, 大麦は比重が小さく(表13参照), 試料を粉碎機に入れすぎたため30秒粉碎では十分な粉

砕ができなかったことが原因と考える。また、エン麦は、粉碎前の残留量（2.25mg/kg）が他品目に比較して極端に高く、粉碎後の残留量の高い原因と考えられるが、粉碎前の残留量が高い理由は不明である。大麦（六条大麦，30秒粉碎）及びエン麦については、日数経過後の残留を調査したが、大麦は6日後の調査で0.01mg/kg未満となった。また、エン麦は4日後及び5日後に調査したが0.01mg/kg未満となったのは30秒及び60秒粉碎とも5日後であった。

表 12 臭化メチルくん蒸した飼料の粉碎，圧ペン前後の臭化メチル残留量

品目	品種または 産地	穀温 °C	くん蒸 時間 h	薬量 g/m ³	収容比 t/m ³	排気 時間 h	排気終了 空間濃度 ppm	粉碎 時間 sec	粉碎 温度 °C	1日後残留量	
										粉碎前 mg/kg	粉碎後 mg/kg
小麦	ゆきちから	5	24	49	0.5	18	1	30	35.5	0.10	<0.01
	60							47.0	<0.01		
	シロガネ						1	30	36.6	<0.01	<0.01
								60	48.3	<0.01	<0.01
トウモロコシ	インドネシア	5	24	59	0.5	18	7	30	37.3	0.48 ¹⁾	<0.01
								60	48.4		<0.01
							圧ペン	-	(1.19) ²⁾	<0.01	
	オーストラリア						7	30	37.4	0.51 ¹⁾	<0.01
60		48.6	<0.01								
	圧ペン	-	(1.34) ²⁾	<0.01							
大麦(皮付)	二条大麦	5	24	49	0.5	18	1	30	33.9	0.03	<0.01
	60							46.1	<0.01		
	六条大麦						3	30	36.4	0.03	0.01 ³⁾
								60	47.6	<0.01	<0.01
ライ麦	アメリカ	5	24	49	0.5	18	1	30	37.3	0.17	<0.01
								60	47.8	<0.01	<0.01
エン麦(皮付)	オーストラリア	5	24	49	0.5	18	4	30	39.1	2.25 ⁴⁾	0.87
								60	46.8		0.44
マイロ	オーストラリア (赤色)	5	24	59	0.5	18	7	30	35.5	0.08	<0.01
								60	46.8		<0.01
							圧ペン	-	<0.01		
	インド (白色)						4	30	35.8	0.43	<0.01
60		46.6	<0.01								
	圧ペン	-	<0.01								
トウモロコシ	インドネシア	5	24	28	0.1 (倉庫)	18	5	30	35.0	0.40	<0.01
								60	49.1		<0.01
	オーストラリア						6	30	35.7	0.25	<0.01
							60	48.9	<0.01	<0.01	

1) 試験2のデータを引用。

2) 昨年度のデータを引用(圧ペン加工前の残留量が本試験結果よりも高いが、圧ペン後は0.01ppm未満となった)。

3) 比重が小さいため、粉碎機への入れすぎが原因と考えられる(6日後は<0.01)。

4) 4日後(粉碎前0.32、粉碎30秒0.03、粉碎60秒0.02)、5日後(粉碎前0.08、粉碎30秒、60秒とも<0.01)。

表 13 品目別の 0.50容量当たりの重量とトウモロコシに対する割合

品目	産地	品種	0.50重量(g)	トウモロコシ(平均)に対する割合(%)
小麦	岩手県	ゆきちから	424.7	105
	石川県	シロガネ	408.2	101
トウモロコシ	インドネシア	(小粒)	396.3	98
	オーストラリア	(大粒)	411.1	102
大麦(皮付)	栃木県	二条大麦	380.7	94
	富山県	六条大麦	336.2	83
ライ麦	アメリカ	-	397.7	99
エン麦(皮付)	オーストラリア	-	317.9	79
マイロ	オーストラリア	(赤色)	408.4	101
	インド	(白色)	384.9	95

5℃、24 時間でくん蒸した豆類及び油料の排気終了時のガス濃度及び加工（圧搾）前後の残留量（圧搾後の残留量は圧搾粕）は、表 14 のとおりである。大豆は、圧搾後の圧搾粕は 1 日後に 0.01mg/kg 未満となったが、ナタネ及びゴマは、0.01mg/kg 以上であった。ナタネ及びゴマについては、日数経過後の残留を調査したが、両品目及び両産地とも 5 日後の調査で 0.01mg/kg 未満となった。ナタネ及びゴマは、圧搾前の残留量（3.08～6.16mg/kg）が高く、ガス排気により十分脱着されていないことが原因と考えられる。なお、加工工場では両品目とも圧搾後に薬品による油分の抽出処理が実施されることから、抽出処理後の残留量について調査が必要と考える。

表 14 臭化メチルくん蒸した油料の圧搾後(絞り粕)の臭化メチル残留量

品目	品種または産地	穀温 °C	くん蒸 時間 h	薬量 g/m ³	収容比 t/m ³	排気 時間 h	排気終了 空間濃度 ppm	1日後残留量		2～5日後残留量	
								圧搾前 mg/kg	圧搾後 mg/kg	圧搾前 mg/kg	圧搾後 mg/kg
大豆	スズマル	5	24	59	0.5	18	2	0.36	<0.01		
	ミヤギシロメ							4	0.05	<0.01	
ナタネ	フランス	5	24	59	0.5	18	5	3.74	0.20	2.18 ²⁾	0.06 ²⁾
	ポーランド							0.16 ⁵⁾	<0.01 ⁵⁾	1.05 ²⁾	0.06 ²⁾
								0.35 ⁵⁾	<0.01 ⁵⁾		
ゴマ	アフリカ(白)	5	24	59	0.5	18	5	4.55	0.02	0.58 ⁴⁾	0.01 ⁴⁾
	ミャンマー(黒)							0.36 ⁵⁾	<0.01 ⁵⁾	0.51 ⁴⁾	0.02 ⁴⁾
								0.28 ⁵⁾	<0.01 ⁵⁾		

²⁾ 2日後、⁴⁾ 4日後、⁵⁾ 5日後

9. まとめ

トウモロコシを用い、サイロくん蒸の検疫薬量表に基づき温度別及びくん蒸時間別の条件でくん蒸した結果、5℃、24時間が最も残留量が多いくん蒸条件であった。また、5℃24時間くん蒸後に許容濃度（1ppm）まで排気濃度を減少させるためには、18時間以上の排気が必要であった。アンケート調査では、2時間が排気時間の最短であったが、くん蒸温度が25℃以上の高い温度条件であったとも考えられる。

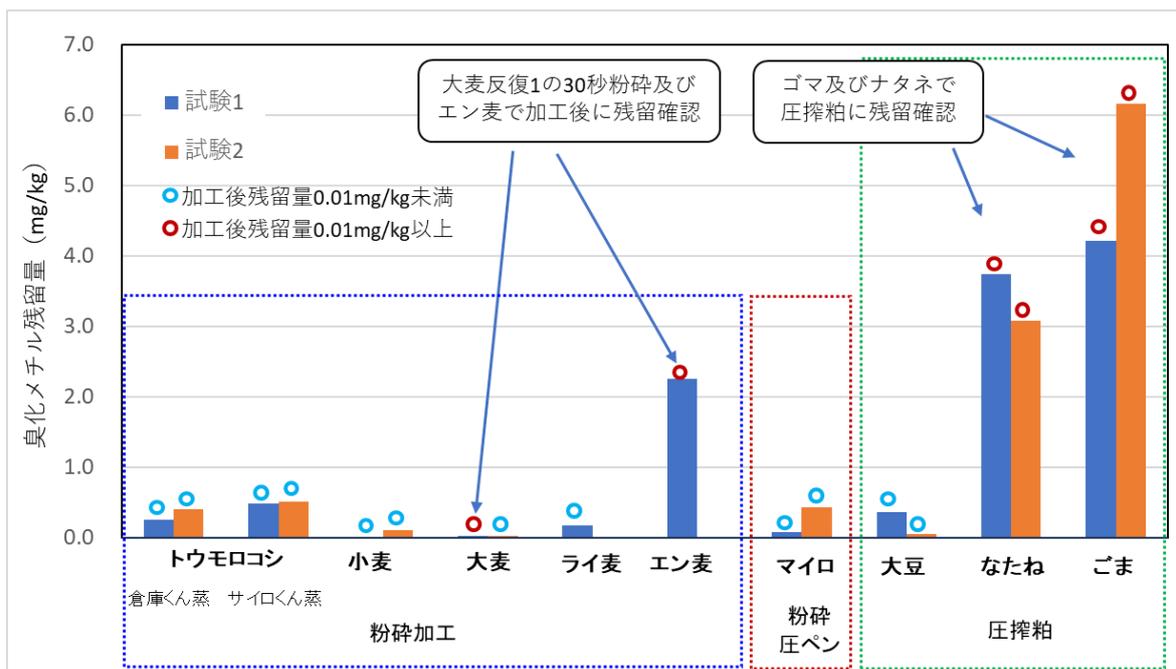


図3 各飼料のくん蒸(排気)終了翌日の残留量(加工前及び加工後)

代表的な輸入飼料9品目について、5℃、24時間の検疫条件でくん蒸し、排気を18時間実施したときの、粉碎、圧ペンまたは圧搾加工前後の残留量を図3にまとめた。粉碎加工では、トウモロコシ、小麦、マイロ、ライ麦で排気終了時のガス濃度が許容濃度（1ppm）よりもやや高かったものの粉碎後の残留量が0.01mg/kg未満（定量限界未満）になることが判明した。このことは、排気終了時のガス濃度が許容濃度以下にすることにより、粉碎後の残留量が0.01mg/kg未満になることを示している。大麦については60秒粉碎により0.01mg/kg未満となったが、30秒粉碎では六条大麦において残留量が0.01mg/kg検出された。これは比重が小さいことから粉碎機への入れすぎが原因で十分粉碎されなかったためと考える。エン麦は、粉碎前の残留量が他品目に比較して極端に高く、粉碎後の残留量も高くなった原因と考えるが、理由は不明であった。

圧ペン加工したマイロは0.01mg/kg未満となった。なお、本年度試験ではトウモロコシの圧ペン加工を実施しなかったが、本年度のトウモロコシの加工前残留量（0.48～0.51mg/kg）は、昨年度実施したトウモロコシでの残留量（1.19～1.34mg/kg）よりも低く、

且つ昨年度の圧ペン後の残留量が 0.01mg/kg 未満であったことから、本年度の試験試料についても圧ペン後の残留量は 0.01mg/kg 未満になるものとする。

大豆の圧搾では圧搾粕の残留量が 0.01ppm 未満となったが、ナタネ及びゴマでは、加工前の残留量が高く、くん蒸後の排気でガスが十分に脱着されていないことが原因と考えられる。これらの品目については、加工工場で圧搾後に薬品による油分の抽出処理が実施されることから、抽出粕の残留量についても調査が必要とする。

添付資料

1. くん蒸中の温湿度，ガス濃度，排気中のガス濃度及び粉碎温度
試験 1：検疫くん蒸で最も残留するくん蒸条件の特定（くん蒸データ）
試験 2：排気流量及び排気時間の検討（くん蒸データ）
試験 3：主な飼料作物のくん蒸後の加工処理における残留量の把握（くん蒸データ）
2. 試験に使用した飼料の写真
3. 試験（粉碎，圧ペン及び圧搾加工）に使用した機材類の写真
4. 品目別のくん蒸処理及び加工処理の写真

添付資料 1. くん蒸データ (くん蒸中の温湿度, ガス濃度, 排気中のガス濃度及び粉碎時の温度) (続き)

試験 1: 検疫くん蒸で最も残留するくん蒸条件の特定 (3/4)

くん蒸データシート

令和5年度 レギュラトリーサイエンス
臭化メチルの飼料用植物への使用に関する安全性の確保

②20230613-14 トウモロコシ MB59g・24h・5°C・0.5t/m³ 排気2h

攪拌2h 振拌風速 0.21L/m³ 排気風速 2.0L/m³

品目	産地	くん蒸量 (mL)	重量 (g)	取替比 (t/m ³)	薬量 (g/m ³)	温度 (°C)	時間 (h)	投薬量 (mL)	0min		15min		1h		2h		4h		24h		排気 1h		排気 2h		CT (mg・h/L)								
									時刻	床内温度 (°C)	時刻	床内温度 (°C)	時刻	床内温度 (°C)	時刻	床内温度 (°C)	時刻	床内温度 (°C)	時刻	床内温度 (°C)	時刻	床内温度 (°C)	時刻	床内温度 (°C)		時刻	床内温度 (°C)	時刻	床内温度 (°C)	時刻	床内温度 (°C)		
1 トウモロコシ① 小粒	インドネシア	5Lビン③ 5,006	2535.0	0.5	59	5	24	71.81	10:00	4.8	10:25	4.8	11:10	4.8	12:10	4.7	14:10	5.7	14:10	5.7	10:10	11:10	4.5	12:10	4.8	705							
									床内湿度 (%)	—	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65		65	65	65	65	65	65	
									床内濃度 (mg/L)	—	28.2	47.9	43.0	36.0	18.9	6	80	34	6	80	34	6	80	34	6		80	34	6	80	34	6	80
									残留濃度 (mg/L)	—	116.9	48.5	41.3	34.1	18.5	80	34	6	80	34	6	80	34	6	80		34	6	80	34	6	80	34
2 トウモロコシ② 大粒	オーストラリア	5Lビン④ 5,049	2525.6	0.5	59	5	24	71.57	10:05	4.8	10:35	4.8	11:20	4.8	12:20	4.7	14:20	5.7	14:20	5.7	10:20	11:20	4.5	12:20	4.8	788							
									床内湿度 (%)	—	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65	65		65	65	65	65	65	65	
									床内濃度 (mg/L)	—	30.1	53.6	47.6	40.5	20.9	18	14	18	14	18	14	18	14	18	14		18	14	18	14	18	14	
									残留濃度 (mg/L)	—	129.6	53.8	45.4	36.9	20.1	115	24	115	24	115	24	115	24	115	24		115	24	115	24	115	24	
くん蒸室	—	—	—	—	—	—	—	—	10:00	10:25	11:10	12:10	14:10	10:10	11:10	12:10	14:10	10:10	11:10	12:10	14:10	10:10	11:10	12:10	787								
									床内温度 (°C)	4.4	4.6	4.6	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4		4.4	4.4	4.4	4.4	4.4			
									床内湿度 (%)	86.0	88.0	88.8	86.3	86.3	86.3	86.3	86.3	86.3	86.3	86.3	86.3	86.3	86.3	86.3		86.3	86.3	86.3	86.3	86.3	86.3	86.3	

くん蒸前 乾温 (°C)	くん蒸後 乾温 (°C)	くん蒸後 小分け	粉碎前 (g)	粉碎後 送付量 (g)	粉碎後 温度 (°C)
トウモロコシ② 大粒	5.3	上	202.1	—	—
		中	203.1	—	—
		下	203.1	—	—
		混合	202.8	—	—
		粉碎30秒	401.0	399.0	36.3
		粉碎60秒	402.8	398.3	45.8

くん蒸前 乾温 (°C)	くん蒸後 乾温 (°C)	くん蒸後 小分け	粉碎前 (g)	粉碎後 (送付量) (g)	粉碎後 温度 (°C)
トウモロコシ① 小粒	5.3	混合	402.9	—	—
		粉碎30秒	400.0	399.7	34.9
		粉碎60秒	403.4	398.6	46.2

署名	確認者
[Redacted]	[Redacted]

