

令和 3 年度 植物検疫に係る臭化メチルくん蒸の代替薬剤開発委託事業

ヨウ化メチルくん蒸農産品における残留性調査

試験番号：IET 21-1017

最終報告書

2022 年 3 月

茨城県常総市内守谷町 4321 番地
一般財団法人残留農薬研究所 化学部

陳述書

試験名称：植物検疫に係る臭化メチルくん蒸の代替薬剤開発委託事業
ヨウ化メチルくん蒸農産品における残留性調査

当該試験は次に示す研究活動の不正行為への対応ガイドラインに準拠して実施された。

農林水産省所管の研究資金に係る研究活動の不正行為への対応ガイドライン（平成 18 年 12 月 15 日 18 農会第 1147 号農林水産技術会議事務局長，林野庁長官，水産庁長官通知）

本報告書は当該試験で使用方法・手順が忠実に記述され，試験結果には当該試験における実施過程において得られた生データが正確に反映されている。当該試験は，試験の適正実施に関する基準（GLP）の適用対象外試験であるため，GLP 非準拠で実施した。

試験責任者

一般財団法人残留農薬研究所

化学部 副部長

飯島 和昭

2022 年 3 月 16 日

試験委託者

名称： 農林水産省
 担当部署： 消費・安全局 植物防疫課 輸入検疫班
 所在地： 東京都千代田区霞が関 1-2-1 (〒100-8950)

試験施設

名称： 一般財団法人残留農薬研究所
 運営管理者： 原田 孝則 (事業契約者)
 担当部署： 化学部 残留第 1 研究室
 所在地： 茨城県常総市内守谷町 4321 番地 (〒303-0043)

試験指針 (テストガイドライン) およびガイダンスの適用

農林水産省 (30 消安第 6278 号, 2019 年)
 ガイダンス： 経済協力開発機構 (ENV/JM/MONO 17, 2007 年)

試験期間

試験開始日： 2021 年 4 月 20 日 (事業契約日)
 第 1 回研究推進会議： 2021 年 6 月 25 日 (事業計画検討)
 第 2 回研究推進会議： 2022 年 3 月 2 日 (研究成果報告)
 履行期限： 2022 年 3 月 16 日

保管

当該試験の生データ、最終報告書および関連記録は、一般財団法人残留農薬研究所の資料保管施設で保管する。保管期間は、試験終了後 10 年間とする。但し、当該関連事業を継続して実施している場合には、担当研究室内の 1 次保管庫に保管する。

試験従事者

試験責任者： 飯島 和昭
 試験担当者： 若曾根 佳樹, 矢島 智成, 小林 修一*, 山口 優衣,
 小林 大介, 谷原 尚子, 鈴木 千恵子, 小島 夕子

* 労働安全衛生法による技能講習受講者 (特化物・四アルキル鉛作業主任者)

目次

	頁
表紙 -----	1
陳述書 -----	2
試験委託者 -----	3
試験施設 -----	3
試験指針（テストガイドライン）およびガイダンスの適用 -----	3
試験期間 -----	3
保管 -----	3
試験従事者 -----	3
目次 -----	4
要約 -----	6
1. 目的 -----	14
2. 背景 -----	14
3. 被験物質 -----	15
4. 分析対象物質 -----	15
5. 分析標準物質 -----	16
6. 供試試料 -----	16
7. ヨウ化メチルくん蒸 -----	16
8. ヨウ化メチルの残留分析 -----	18
9. データ処理 -----	20
10. 結果 -----	21
11. 考察 -----	24
12. 結論 -----	26
13. 予見することができなかった試験の信頼性に影響を及ぼす疑いのある事態および 試験計画書に従わなかったこと -----	27
14. 謝辞 -----	27
15. 参考資料 -----	27

[図] 28

- 図 1. くん蒸モデル装置の工程別模式図
- 図 2. くん蒸装置内のヨウ化メチルガス濃度推移
- 図 3. HS-GC-ECD 分析法のフローシート
- 図 4. 蒸留法のフローシート（通知試験法）
- 図 5. HS-GC-ECD 法と蒸留法での分析値の相関
- 図 6. モデルくん蒸実験の再現性確認
- 図 7. くん蒸試料中の初期残留濃度と残存ガス濃度
- 図 8. くん蒸試料中の残留ヨウ化メチル濃度の消長

[表] 35

- 表 1. 作物残留試験の概要
- 表 2. くん蒸中の温湿度とガス濃度の測定結果
- 表 3. 保管中の温湿度記録
- 表 4. ヨウ化メチルの分析結果
- 表 5. 回収率
- 表 6. 残留ヨウ化メチルの半減期の算出結果

[付図] 57

- 付図 1. 作物写真
- 付図 2. クロマトグラムの一例
- 付図 3. 検量線の一例

[付表] 77

- 付表 1. 作物別の臭化メチルくん蒸実績
- 付表 2. 検討対象農産品の情報
- 付表 3. GLP 適合確認書（農林水産省）

要約

ヨウ化メチル（ヨーカヒューム，有効成分 99.0%）くん蒸剤を用いて小麦，大麦，トウモロコシ，モロコシ，ゴマ，ナタネ，ダイズ，アズキおよびインゲン豆の 9 品目をくん蒸し，各農産品中のヨウ化メチルの残留濃度を調査した。くん蒸温度 5℃での供試試料は，薬量 20.0 g/m³，収容比 0.1 kg/L で 24 時間くん蒸して調製した。くん蒸温度 35℃での供試試料は，薬量 8.0 g/m³，収容比 0.1 kg/L で 24 時間くん蒸して調製した。各くん蒸試料は，残存ガスを 1 時間排気した後，その一部を直ちに分析した。残り試料は，各くん蒸温度で保管し，ヨウ化メチルの残留濃度が定量限界未満 (<0.01 mg/kg) となるまでを目標に，各くん蒸温度で保管して最長 42 日後まで経時的に分析した。

分析法は，試料を含水メタノールで抽出し，遠心分離して得られた上澄液を，HS-GC-ECD で定量する方法を用いた。分析対象物質の定量限界は 0.01 mg/kg であった。分析法の性能確認結果は，分析法の選択性，添加試料を用いた回収率および繰り返し精度，検量線の直線性の全ての項目で，試験指針および試験施設の要求基準を満たしていた。くん蒸試料の調製，くん蒸試料の保管および分析は，全て 2021 年度に残留農薬研究所で実施し，試料の移送は伴わなかったため，凍結保存安定性は確認しなかった。

くん蒸試料中のヨウ化メチル残留濃度の調査結果を，各種農産品別に次表に示す。各分析値は，同一試料を 2 回以上分析した値の平均とした。5℃くん蒸試料では，0 日後に最高値 (0.71~40.6 mg/kg，ダイズ~モロコシ) を示し，その後，減衰してダイズ，アズキおよびインゲン豆では 14 日後には定量限界未満となった。なお，42 日間の追加保管において，小麦およびモロコシは定量限界未満となったが，ゴマおよびナタネではそれぞれ 0.14 および 0.20 mg/kg のヨウ化メチルが残留していた。35℃くん蒸試料では，0 日後に最高値 (0.04~4.80 mg/kg，インゲン豆~ゴマ) を示し，その後，最も減衰の速いアズキおよびインゲン豆では 1 日後には定量限界未満となり，最も減衰の緩やかなゴマでも 35 日後には定量限界未満となった。

くん蒸工程の再現性を確認するため，ゴマを 35℃で 24 時間くん蒸し（薬量 8.0 g/m³，収容比 0.1 kg/L，排気 1 時間），当該温度で 0~28 日間保管した試料中の残留ヨウ化メチル分析を独立して 3 回繰り返して算出した推定半減期は 3.7~4.1 日であった。この結果から，本試験における繰り返し再現性に問題無いことを確認した。

本試験では内部精度管理試料の分析値に問題は認められなかったが，豆類等の同一試料の併行分析値の変動が大きく認められた。その要因としては，比較的大きな個体試料で分析値の変動が大きいことから，個体表面からの残留ヨウ化メチルの揮発損失の変動が一因と考えられた。また，類似する小麦と大麦での分析部位の性状の違いから，個体表面のヨウ化メチルガスの透過度の違いも一因と考えられた。

ヨウ化メチルでくん蒸した各種農産品におけるヨウ化メチルの残留濃度は，経時的に減衰し，その減衰速度は 35℃保管の方が 5℃保管よりも速やかであった。初期値 (C₀: 排気直後の分析値) に対する t 日後のヨウ化メチル残留濃度の比率 (C_t/C₀) を求め，その回帰

式 ($\ln C_t/C_0 = -k \cdot t + b$) における速度係数 (k) から推定した半減期 ($t_{1/2}$) の算出結果を次表に示す。くん蒸試料中の農産品グループ別のヨウ化メチルの減衰速度は、豆類で速く、次いで、穀類が中間的な減衰速度であり、油糧種子類では緩やかであった。最終的に、被験物質の各種農産品における残留傾向は、穀類、豆類および油糧種子類の3グループとすることが妥当と考えられる。

当該試験においては、新型コロナウイルス感染症の感染防止対策の徹底に伴う在宅勤務等による業務遅延を受け、農林水産省消費・安全局植物防疫課と協議し、一部農産品の長期保管分析値および2産地間の比較データの取得については、省略しても事業目的（残留および減衰傾向の類似性に基づく複数農産品のグループ化）は達成可能と判断し、不要とした。当該事項を除き、試験期間中に予見することができなかった試験の信頼性に影響を及ぼす疑いのある事態および試験計画書に従わなかったことは認められなかった。

くん蒸試料中の残留ヨウ化メチルの推定半減期の算出結果

グループ	農産品	推定半減期	
		くん蒸・保管温度 5℃	くん蒸・保管温度 35℃
穀類	小麦	4.1 日 0～42 日 (n=9)	1.0 日 0～7 日 (n=4)
	大麦	2.9 日 0～14 日 (n=5)	0.4 日 0～3 日 (n=3)
	トウモロコシ	4.7 日 0～21 日 (n=6)	1.6 日 0～14 日 (n=5)
	モロコシ	4.0 日 0～42 日 (n=9)	1.0 日 0～7 日 (n=4)
油糧種子類	ゴマ	8.1 日 0～42 日 (n=9)	4.4 日 0～35 日 (n=8)
	ナタネ	13.8 日 0～42 日 (n=9)	3.7 日 0～28 日 (n=7)
豆類	ダイズ	2.2 日 0～14 日 (n=5)	0.7 日 0～3 日 (n=3)
	アズキ	1.9 日 0～14 日 (n=5)	0.3 日 0～1 日 (n=2)
	インゲン豆	1.6 日 0～12 日 (n=5)	0.3 日 0～1 日 (n=2)

ヨウ化メチルの残留濃度調査結果

作物名（産地）品種 試験場所，実施年度	試験条件				分析 部位	PHI （日）	平均残留値 ^a （mg/kg）
	剤型	使用条件	使用 回数	使用 時期			
小麦（三重県） ニシノカオリ 残留農薬研究所 2021 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 24 時間 薬量 20.0 g/m ³ くん蒸温度 5℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	玄麦	0 ^b	17.7
						1	4.47
						3	1.58
						7	0.44
						14	0.14
						21	0.05
						28	0.02
						35	0.02
						42	<0.01
		くん蒸 24 時間 薬量 8.0 g/m ³ くん蒸温度 35℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	玄麦	0 ^b	1.74
						1	0.08
						3	0.03
						7	<0.01
大麦（富山県） ファイバースノウ 残留農薬研究所 2021 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 24 時間 薬量 20.0 g/m ³ くん蒸温度 5℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	脱穀し た種子	0 ^b	9.08
						1	1.40
						3	1.12
						7	0.45
						14	0.15
		くん蒸 24 時間 薬量 8.0 g/m ³ くん蒸温度 35℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	脱穀し た種子	0 ^b	0.70
						1	0.07
						3	<0.01

PHI: くん蒸終了からの保管期間 ^a JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出 ^b 1 時間くん蒸ガスを排気した後，直ちに分析

ヨウ化メチルの残留濃度調査結果（続き）

作物名（産地）品種 試験場所，実施年度	試験条件				分析 部位	PHI （日）	平均残留値 ^a （mg/kg）
	剤型	使用条件	使用 回数	使用 時期			
トウモロコシ（インド） メーズ小粒 残留農薬研究所 2021 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 24 時間 薬量 20.0 g/m ³ くん蒸温度 5℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	乾燥 子実	0 ^b	12.0
						1	5.03
						3	3.18
						7	1.67
						14	0.48
						21	0.44
		くん蒸 24 時間 薬量 8.0 g/m ³ くん蒸温度 35℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	乾燥 子実	0 ^b	4.52
						1	0.69
						3	0.21
						7	0.07
						14	<0.01
モロコシ（岩手県） たかきび 残留農薬研究所 2021 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 24 時間 薬量 20.0 g/m ³ くん蒸温度 5℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	乾燥 子実	0 ^b	40.6
						1	8.91
						3	2.16
						7	0.72
						14	0.23
						21	0.10
						28	0.06
						35	0.03
						42	<0.01
		くん蒸 24 時間 薬量 8.0 g/m ³ くん蒸温度 35℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	乾燥 子実	0 ^b	1.52
						1	0.08
						3	0.02
						7	<0.01

PHI: くん蒸終了からの保管期間 ^a JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出 ^b 1 時間くん蒸ガスを排気した後，直ちに分析

ヨウ化メチルの残留濃度調査結果（続き）

作物名（産地）品種 試験場所，実施年度	試験条件				分析 部位	PHI （日）	平均残留値 ^a （mg/kg）
	剤型	使用条件	使用 回数	使用 時期			
ゴマ（エジプト） 金胡麻 残留農薬研究所 2021 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 24 時間 薬量 20.0 g/m ³ くん蒸温度 5℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	種子	0 ^b	10.6
						1	3.12
						3	1.90
						7	1.09
						14	0.59
						21	0.32
						28	0.22
						35	0.20
						42	0.14
		くん蒸 24 時間 薬量 8.0 g/m ³ くん蒸温度 35℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	種子	0 ^b	4.80
						1	1.60
						3	0.29
						7	0.06
						14	0.04
						21	0.03
						28	0.02
						35	<0.01

PHI: くん蒸終了からの保管期間 ^aJIS Z8401-2019 規則 A に従い算出 ^b1 時間くん蒸ガスを排気した後，直ちに分析

ヨウ化メチルの残留濃度調査結果（続き）

作物名（産地）品種 試験場所，実施年度	試験条件				分析 部位	PHI （日）	平均残留値 ^a （mg/kg）
	剤型	使用条件	使用 回数	使用 時期			
ナタネ （ニュージーランド） キザキ 残留農薬研究所 2021 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 24 時間 薬量 20.0 g/m ³ くん蒸温度 5℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	種子	0 ^b	1.99
						1	1.24
						3	0.87
						7	0.72
						14	0.38
						21	0.31
						28	0.26
						35	0.20
						42	0.20
		くん蒸 24 時間 薬量 8.0 g/m ³ くん蒸温度 35℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	種子	0 ^b	1.60
						1	1.00
						3	0.40
						7	0.18
						14	0.08
						21	0.03
						28	<0.01

PHI: くん蒸終了からの保管期間 ^aJIS Z8401-2019 規則 A に従い算出 ^b1 時間くん蒸ガスを排気した後，直ちに分析

ヨウ化メチルの残留濃度調査結果 (続き)

作物名 (産地) 品種, 試験場所, 実施年度	試験条件				分析 部位	PHI (日)	平均残留値 ^a (mg/kg)
	剤型	使用条件	使用 回数	使用 時期			
ダイズ (広島県) あきまろ, 残留農薬研究所 2021 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 24 時間 薬量 20.0 g/m ³ くん蒸温度 5℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	乾燥 子実	0 ^b	0.71
						1	0.16
						3	0.12
						7	0.03
アズキ (北海道) まめやの底力, 残留農薬研究所 2021 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 24 時間 薬量 20.0 g/m ³ くん蒸温度 5℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	乾燥 子実	14	<0.01
						0 ^b	0.13
						1	0.01
						3	<0.01
インゲン豆 (北海道) 白インゲン, 残留農薬研究所 2021 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 24 時間 薬量 20.0 g/m ³ くん蒸温度 5℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	乾燥 子実	0 ^b	3.08
						1	0.22
						3	0.02
						7	0.02
インゲン豆 (北海道) 白インゲン, 残留農薬研究所 2021 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 24 時間 薬量 20.0 g/m ³ くん蒸温度 5℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	乾燥 子実	14	<0.01
						0 ^b	0.06
						1	<0.01
インゲン豆 (北海道) 白インゲン, 残留農薬研究所 2021 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 24 時間 薬量 20.0 g/m ³ くん蒸温度 5℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	乾燥 子実	0 ^b	2.60
						1	1.13
						3	0.25
						7	0.03
インゲン豆 (北海道) 白インゲン, 残留農薬研究所 2021 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 24 時間 薬量 20.0 g/m ³ くん蒸温度 5℃ 収容比 0.1 kg/L	1	検疫 消毒	乾燥 子実	12	<0.01
						0 ^b	0.04
						1	<0.01

PHI: くん蒸終了からの保管期間 ^a JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出 ^b 1 時間くん蒸ガスを排気した後, 直ちに分析

回収率算出結果の概要

作物名	分析部位	添加濃度 (mg/kg)	反復 回数	平均回収率 (%)	SD	RSDr (%)
小麦	玄麦	0.01	5	109	11.8	11
		0.5	5	100	3.3	3
		20	5	87	3.4	4
大麦	脱穀した種子	0.01	5	115	2.0	2
		0.5	5	110	1.8	2
		20	5	86	1.5	2
トウモロコシ	乾燥子実	0.01	5	95	4.1	4
		0.5	5	88	5.0	6
		20	5	97	3.6	4
モロコシ	乾燥子実	0.01	5	108	10.4	10
		0.5	5	100	1.8	2
		20	5	89	2.1	2
ゴマ	種子	0.01	5	95	6.4	7
		0.5	5	98	5.3	5
		20	5	95	3.0	3
ナタネ	種子	0.01	5	110	7.3	7
		0.5	5	103	7.4	7
		10	5	100	3.0	3
ダイズ	乾燥子実	0.01	5	95	5.1	5
		0.5	5	91	1.9	2
		10	5	78	5.9	8
アズキ	乾燥子実	0.01	5	117	2.4	2
		0.5	5	110	1.1	1
		10	5	86	8.2	10

SD: 標準偏差

RSDr: 併行相対標準偏差

1. 目的

ヨウ化メチル（ヨーカヒューム）を用いて小麦，大麦，トウモロコシ，モロコシ，ゴマ，ナタネ，ダイズ，アズキおよびインゲン豆の9品目の各種農産品をくん蒸し，くん蒸温度で継続保管した試料中ヨウ化メチルの残留濃度の減衰傾向を調査する。各種農産品は，薬量 20.0 g/m^3 （くん蒸温度 5°C ）および薬量 8.0 g/m^3 （くん蒸温度 35°C ），収容比 0.1 kg/L で24時間くん蒸する。

2. 背景

輸入植物検疫は，農産物等の輸入を介した病虫害の侵入を阻止するため実施しており，輸入時の検査で農産物等から病虫害が見つかった場合，その多くは臭化メチル等の検疫くん蒸剤で消毒が行われ，輸入が認められている。一方，臭化メチルは，モントリオール議定書締約国会合でオゾン層破壊物質に指定されており，日本を含む締約国は代替剤の導入等により，使用量の削減が求められている。また，臭化メチルは農薬取締法に基づき登録された農薬であるため，最新の科学的データに基づく安全の確保が求められており，具体的には，①畜産物の安全を担保するデータの提出，②残留基準値の見直しへの対応，③平成30年6月に公布された農薬取締法の一部改正に伴う，最新の科学的根拠に基づく安全性等の再評価への対応，が求められている。臭化メチルは一般の農薬と用途が異なる検疫くん蒸剤として使用されるため，これまで多種多様な品目への使用が認められてきている。このため，これらに係る上記①から③に必要なデータは膨大な量となることから，これを農薬メーカーが自ら整備することは非常に困難であることが想定され，仮に整備できない場合は，農薬としての使用が認められず，ひいては，輸入検査で病虫害が発見された場合の有効な消毒方法がなくなることになる。

現在，臭化メチルで消毒措置を行っている植物は，輸入量や国内需要に占める輸入割合が非常に大きいとうもろこし等の主要穀物やナタネ等の油糧原料，生鮮野菜等であり，臭化メチルによる消毒措置ができなくなった場合，食料の安定供給への悪影響が懸念される。

本事業は，臭化メチルの代替剤になり得ることが示唆されているヨウ化メチルについて，早期の輸入検疫現場への導入に向け，農薬メーカーが農薬登録に必要な安全性等に係る試験データの的確かつ迅速な整備を推進することを目的として実施する。この結果，臭化メチルの代替剤としてのヨウ化メチルの有用性（適用範囲）を適切に評価することにより，行政施策の決定を可能にし，最新の科学に基づく安全安心な植物防疫体制が継続的に確保されることが期待される。なお，迅速・簡易な分析技術の開発は，ヨウ化メチルの経済的な新規検査体制の構築にも貢献することが期待される。

3. 被験物質

品名： ヨーカヒューム
 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： 22.07.19X03（農林水産省登録 第 22463 号，くり専用）
 純度： 99.90%（製剤ボトル記載値）
 供給元： 井筒屋化学産業株式会社（熊本県）
 保管条件： 室温

4. 分析対象物質

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

ヨウ化メチル

化学名： methyl iodide (CAS 化学名, iodomethane)
 化学式： CH_3I
 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 (0°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

臭化メチル (内部標準物質)

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℃), 各種有機溶媒に易溶

分配係数： log Pow 1.19

出典：安全データシート

5. 分析標準物質

ヨウ化メチル

被験物質に同じ

臭化メチル (内部標準物質)

品名： 工業用ブロムメチル

剤型： 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： 22.10.19

純度： 99.90%

供給元： 三光化学工業株式会社 (神奈川県)

保管条件： 風通しの良い屋外ボンベ保管庫

6. 供試作物

検討対象試料は 2017～2019 年に臭化メチルくん蒸実績が多かった作物から (付表 1), 小売店またはネット通信販売で入手した小麦, 大麦, トウモロコシおよびモロコシの 4 種穀類, ダイズ, アズキおよびインゲン豆の 3 種豆類, ナタネおよびゴマの 2 種油糧種子の計 9 品目を選択した。検討対象とした各作物の産地, 品種および千粒重量等の情報を付表 2 に, それらの作物写真を付図 1 に示す。なお, 付表 2-1 はテストガイドランスにおける作物分類カテゴリー別に整理して記載した。ただし, くん蒸処理における作物分類は, 作物の形状等に応じたくん蒸剤の付着効率や, くん蒸温度, 収容比等のくん蒸条件に応じて, 別途に策定されるものであり, 圃場における農薬散布に応じた作物群分類や分析法上のカテゴリーは参考情報である。

7. ヨウ化メチルくん蒸

7.1. くん蒸条件

くん蒸モデル装置： アクリル製真空デシケーター (図 1 参照), 12 L 容 (外寸; 300×222×360 mm, 内寸; 260×180×260 mm, アズワン VL 型, 東京都)

収容比： 0.1 (試料 1.22 kg/12.2 L)

投薬量／くん蒸温度： 20.0 g/m³／5±2℃, 8.0 g/m³／35±2℃ (くん蒸開始時)

くん蒸時間： 24 時間

ガス濃度測定：	くん蒸 10, 30 分後, 1, 3, 6, 24 時間後 (ガス測定用モニター FI-8000, 理研計器株式会社, 東京都)
ガス排気時間：	1 時間 (エアコンプレッサー N86KT.18, 株式会社 ケー・エヌ・エフ・ジャパン, 東京都)
恒温槽：	35℃設定；ETAC, HT220S (楠本化成株式会社, 東京都) 5℃設定；EYELA, LTE-510 (東京理化学器械株式会社, 東京都)

7.2. くん蒸操作

くん蒸装置内に試料を入れ、下方より小型扇風機により装置内の空気を循環させた。必要量の被験物質を外付けガラス瓶に採取し、くん蒸装置およびガスモニターと接続した (図 1-A)。ガスモニターの内蔵ポンプを稼働し、気化した被験物質を装置内に循環して試料をくん蒸した。装置内のガス濃度が平衡状態となったことを確認し (10～15 分程度)、ガスモニターを取り外した (図 1-B)。ガス濃度を測定する時点で、再びガスモニターを取り付けて装置内のガス濃度を計測した (図 1-C)。一定時間くん蒸した後に最終残存ガス濃度を計測し、ガスモニターを取り外してエアコンプレッサーを接続した後、流速 2 L/min で 1 時間稼働して、くん蒸装置内の残存ガスを排気した (図 1-D)。なお、排気ガスの体積は、くん蒸装置の容量 12 L の 10 倍相当であった。

くん蒸期間中は、くん蒸開始 0.17 (10 分後), 0.5 (30 分後), 1, 3, 6 および 24 時間後時点で、装置内ガス濃度に加えて温度および湿度を記録した。そして、くん蒸ガス濃度とくん蒸時間の積である CT 値を $\text{g}\cdot\text{h}/\text{m}^3$ 単位で求めた。

7.3. くん蒸試料の保管

各くん蒸試料は、1 時間残存ガスを排気した。排気後、初期値分析用と消長調査用に試料を無作為に分割した。初期値分析用試料は、速やかに分析に供してヨウ化メチル残留値の初期値を求め、残りの消長調査用試料は各くん蒸温度で保管した。保管試料は、ヨウ化メチルの残留濃度が定量限界未満となるまで、くん蒸終了 1, 3, 7, 14, 21 および 28 日後に分析した。なお、28 日後時点で残留濃度の実測値が得られた小麦、ゴマおよびナタネ試料については、試料保管を継続して 35 および 42 日後に分析した。また、くん蒸試料の分析時に、保管庫内の温度および湿度を測定して記録した。

7.4. くん蒸時の留意事項

- 1) 実験装置の気密性確認：減圧下で真空ゲージの変動が一定時間 (5 分間以上) 無いことを事前に確認した。
- 2) くん蒸～排気時は、送風機を稼働して装置内のガスを循環・排気した。
- 3) くん蒸ガスの排気時はエアコンプレッサーを接続して空気を送り、1 時間後にガス検知器 (SP-220, 理研計器株式会社) で残存ガスが無いことを確認した。

- 4) くん蒸時は、臭化メチルの SDS に従った防毒マスク (CA-501/MB2 臭化メチル用吸収缶装着, 株式会社 重松製作所, 東京都) 等の防護具を装備した作業者が, ドラフト内で行った。

8. ヨウ化メチルの残留分析

8.1. 試薬および機器

メタノール :	残留農薬試験用 (関東化学株式会社, 東京都)
水 :	PURELAB Flex System (Veolia Water Solutions & Technologies, France) で精製した水
ホモジナイザー :	PT3100 (KINEMATICA AG, Switzerland)
遠心分離機 :	7780II (株式会社久保田製作所, 東京都)
ヘッドスペース注入口, 電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ (HS-GC-ECD) :	GC-ECD; 7890A (Agilent Technologies, Inc., USA), ヘッドスペース注入装置 ; 7697A Headspace Sampler (Agilent Technologies, Inc., USA)
データ処理装置 :	ChemStation (Agilent Technologies, Inc.)

8.2. 機器および装置の操作条件

ヘッドスペース注入装置

バイアルサイズ :	20 mL
バイアル平衡化 :	10 min (50°C)
注入時間 :	0.2 min
サンプルループ :	1 mL (60°C)
トランスファライン温度 :	70°C

GC-ECD

検出器 :	ECD
注入モード :	スプリット (スプリット比 5:1)
カラム :	InertCap AQUATIC-2 (ジーエルサイエンス株式会社, 東京都), 内径 0.53 mm, 長さ 75 m, 膜厚 3.0 μ m
温度 :	カラム ; 30°C (1 min 保持) – 10°C/min – 120°C, 検出器 ; 240°C
ガス流量 :	キャリアー (He) ; 10 mL/min, メイクアップガス (N ₂) ; 100 mL/min
保持時間 :	臭化メチル (内部標準物質) ; 4.1 min, ヨウ化メチル ; 5.7 min

8.3. 検量線の作成

ヨウ化メチルの分析標準物質 1 mL (2.2473 g, 比重 2.28×純度 99.0%) を, 100 mL 容メスフラスコに精秤し, メタノールで定容して 22473 mg/L の標準原液を調製した。標準原液をメタノール/水 (8:2, v/v) 混液で希釈して 224 mg/L の標準溶液を調製し, さらに同混液で希釈して 100 mg/L の標準溶液を調製した。臭化メチルの分析標準物質 1 mL を 100 mL 容メスフラスコに精秤し, メタノールで定容して 17300 mg/L の内部標準物質の標準原液を調製した。この標準原液を, メタノールで希釈して 346 mg/L の内部標準物質溶液を調製し, さらにメタノール/水 (8:2, v/v) 混液で段階的に希釈して 1 mg/L の内部標準物質溶液を調製した。100 mg/L のヨウ化メチル標準溶液を段階的に内部標準物質溶液で希釈して, ヨウ化メチル濃度が 0.0006, 0.002, 0.01, 0.05, 0.2, 1 および 4 mg/L, 内部標準物質濃度が 1 mg/L の検量線用標準溶液を調製した。これらの検量線用標準溶液を HS-GC-ECD に注入して, データ処理装置を用いてヨウ化メチルならびに臭化メチルの各ピーク面積を測定し, 横軸に濃度比, 縦軸にピーク面積比をとって検量線を作成した。

8.4. 分析操作および定量

試料 20.0 g を粉砕せずにそのまま遠心管にはかりとり, 内部標準物質 (臭化メチル 100 mg/L) 溶液 1 mL およびメタノール/水 (8:2, v/v) 混液 50 mL を加え, 0.5~1 分間摩砕抽出した。抽出物に同混液 50 mL を加えた後, 5,000×g (−5℃設定) で 15 分間遠心分離し, 上澄液 5 mL を HS 用バイアルに封入した。これらの操作は, 遠心分離工程を除き全て氷冷下で操作した。また, 抽出溶液は予めドライアイスを入れて冷却して使用した。なお, 無処理区および各処理区試料の分析は 2 連以上で実施した。

HS-GC-ECD を操作して, 試験液中のヨウ化メチルおよび臭化メチルの各ピーク面積を求め, それらのピーク面積比から試料中のヨウ化メチル残留濃度を算出した。

8.5. 分析法の妥当性評価

小麦, 大麦, トウモロコシ, モロコシ, ダイズ, アズキ, ゴマおよびナタネの計 8 種農産品について, 開発したヨウ化メチルの残留分析法の妥当性を評価した。以下に評価項目およびその方法を示す。

8.5.1. 選択性

各コントロール試料 2 点を分析し, クロマトグラム上のヨウ化メチルおよび内部標準物質 (臭化メチル) の保持時間に定量限界相当量の 30% を超える妨害ピークが認められないことを確認した。

8.5.2. 直線性 (検量線)

内部標準物質に臭化メチルを用いてヨウ化メチルの検量線を作成し, 検量線の相関係数

(r) を求めた。検量線の相関係数が 0.99 以上であることを確認することにより、直線性を評価した。

8.5.3. 真度および精度

0.01 mg/kg および 0.5 mg/kg の添加濃度での 5 連分析における平均回収率および RSD r の算出結果を、次表の評価基準と比較して分析法の真度および精度を評価した。また、必要に応じて 10, 20 または 50 mg/kg 添加での追加添加回収実験を実施した。

表. 真度および精度の評価基準

添加濃度 (mg/kg)	平均回収率 (%)	併行相対標準偏差 (%)
0.01 以下	60~120	30
0.01 超~0.1 以下	70~120	20
0.1 超~1.0 以下	70~110	15
1.0 超	70~110	10

8.5.4. 定量限界

コントロール試料の分析結果および添加回収実験結果における選択性、真度および精度から、0.01 mg/kg 濃度での定量限界設定の可否を評価した。

8.5.5. 検出限界

ヨウ化メチルの最小検出濃度 (0.0006 mg/L) のピークが明らかに検出できることを確認することにより、検出限界 0.003 mg/kg 設定の可否を評価した。

9. データ処理

各試料、各分析対象物質の測定値について平均値を算出した。2 連分析の場合には、分析値の差 (レンジ: R) を算出し、平均値の算出は JIS Z8401-2019 規則 A に従った。4 連分析の場合には、分析値の相対標準偏差 (RSD) および平均値を算出した。

初期値 (C_0 : 排気直後の分析値) に対する t 日後のヨウ化メチル残留濃度の比率 (C_t/C_0) を求め、その回帰式 ($\ln C_t/C_0 = -k \cdot t + b$) における速度係数 (k) から、半減期 ($t_{1/2}$) を算出した。その際は、定量限界未満の値は 0.005 mg/kg 相当残留と仮定して計算した。

10. 結果

10.1. 試料のくん蒸および保管

ヨウ化メチル（ヨーカヒューム，有効成分 99.0%）くん蒸剤を用いて小麦，大麦，トウモロコシ，モロコシ，ゴマ，ナタネ，ダイズ，アズキおよびインゲン豆の 9 品目のくん蒸を実施し，各農産品中のヨウ化メチルの残留濃度を調査した。くん蒸温度 5℃での供試試料は，薬量 20.0 g/m³，収容比 0.1 kg/L で 24 時間くん蒸して調製した。くん蒸温度 35℃での供試試料は，薬量 8.0 g/m³，収容比 0.1 kg/L で 24 時間くん蒸して調製した。

各くん蒸試料は，残存ガスを 1 時間排気した後，その一部を直ちに分析に供した。残り試料は，各くん蒸温度で保管し，ヨウ化メチルの残留濃度が定量限界未満 (<0.01 mg/kg) となるまで，くん蒸終了 1，3，7，14，21 および 28 日後に分析した。なお，28 日後時点で残留濃度の実測値が得られた小麦，モロコシ，ゴマおよびナタネ試料については，試料保管を継続して 35 および 42 日後も追加分析した。また，大麦およびトウモロコシの 5℃条件については，農林水産省消費・安全局植物防疫課と協議し，くん蒸後 12 日～21 日保管の分析値で本試験成績を取りまとめた。

くん蒸条件を含む当該作物残留試験の概要を表 1 に示す。くん蒸中の温湿度とガスの濃度の測定結果および保管中の温湿度記録を，それぞれ表 2 および表 3 に農産品別に取りまとめて示す。試験に供した作物写真および産地（品種）等の情報を，それぞれ付図 1 および付表 2 に示す。供試試料のくん蒸および保管は，試験計画書ならびに試験指針に従い適切に実施された。なお，くん蒸試料の調製，くん蒸試料の保管および分析は，全て 2021 年度に残留農薬研究所で実施し，試料の移送は伴わなかったため，凍結保存安定性は確認しなかった。

10.2. 残留分析結果

くん蒸試料中のヨウ化メチル残留濃度の調査結果を，各種農産品別に表 4 に示す。各分析値は，同一試料を 2 回以上分析した平均値とした。5℃くん蒸試料では，0 日後に最高値 (0.71～40.6 mg/kg，ダイズ～モロコシ) を示し，その後，減衰してダイズ，アズキおよびインゲン豆では 14 日後には定量限界未満となり，その他の試料も 28 日後に 0.02～0.26 mg/kg (小麦～ナタネ) となった。なお，42 日後までの追加保管において，小麦とモロコシは定量限界未満となったが，ゴマおよびナタネはそれぞれ 0.14 および 0.20 mg/kg のヨウ化メチルが残留していた。

35℃くん蒸試料では，0 日後に最高値 (0.04～4.80 mg/kg，インゲン豆～ゴマ) を示し，その後，最も減衰の速いアズキおよびインゲン豆では 1 日後には定量限界未満となり，最も減衰の遅いゴマ試料でも 35 日後には定量限界未満となった。

10.3. 分析法の妥当性評価

10.3.1. 分析法の原理

本試験でヨウ化メチルの残留分析に適用した HS-GC-ECD 法, および厚生労働省通知のヨウ化メチル試験法のフローシートを, それぞれ図 3 および図 4 に示す。厚生労働省通知のヨウ化メチル試験法は¹⁾, 試料を蒸留してヘキサンに捕集して GC-ECD で定量する方法である。当該試験法は, 併行分析可能な点数が蒸留装置の数に依存し迅速分析が難しい。一方, HS-GC-ECD 法は, 試料を含水メタノールで抽出し, 遠心分離して得られた上澄液を測定するため, 迅速分析が可能である。そのため, HS-GC-ECD を用いる参考資料²⁾ の分析を検討した。HS-GC-ECD 法では, 内部標準物質の臭化メチルを抽出工程から加えるサロゲート法を採用した。HS-GC-ECD 法の選択性, 添加試料を用いた回収率および RSD_r, 検量線の直線性等が, 試験指針および試験施設の要求基準を満たしていることを確認し, 本試験では HS-GC-ECD 法を採用した。以下に評価項目別の確認結果を示す。

1) 選択性

9 種農産品のコントロール試料におけるヨウ化メチルの分析結果は, 全て定量限界未満であった (表 4)。クロマトグラム上のヨウ化メチルおよび内部標準物質 (臭化メチル) 保持時間に定量限界相当量の 30%を超える妨害ピークは認められなかった。当該分析法の選択性に, 問題は認められなかった。

2) 直線性

臭化メチルを内部標準物質 (1 mg/L) としたヨウ化メチルの相対面積比の直線性は, 0.0006~4 mg/L の範囲で相関係数 0.99 以上と良好であった (付図 3)。

ヨウ化メチルは揮発性が高いことから, 内部標準物質である臭化メチルは, 抽出段階で添加した (サロゲート法)。従って, 検量線範囲外となった場合に検液を希釈しての再測定が困難であることから, 可能な限り広範な検量線濃度範囲に設定した。そのため, 正確な定量を行うためには, 測定濃度付近に限定した濃度 (3 濃度以上) での検量線による定量が必要な場合があった。

3) 真度

8 種農産品での 5 連の添加回収実験結果を表 5 に示す。0.01 mg/kg のヨウ化メチルを添加して求めた平均回収率は, 95~117%の範囲であり, 全て許容範囲内 (60~120%) であった。0.5 mg/kg のヨウ化メチルを添加して求めた平均回収率は, 91~110%の範囲であり, 全て許容範囲内 (70~110%) であった。実残留濃度を上回るように 10, 20 または 50 mg/kg のヨウ化メチルを添加して求めた平均回収率は, 78~100%の範囲であり, 全て許容範囲内 (70~110%) であった。

4) 精度

8 種農産品でのヨウ化メチルの回収率から求めた RSDr は 11%以下であり，全て各添加濃度における許容範囲内であった（表 5）。

5) 定量限界 (LOQ)

ヨウ化メチルの 0.01 mg/kg 添加における真度および精度が許容範囲内（表 5）であったことから，分析対象物質に設定可能な LOQ は 0.01 mg/kg とした。また，ヨウ化メチルの最低検出濃度 0.0006 mg/L のピークが明瞭に検出されたことにより，検出限界は 0.003 mg/kg とした（付図 2）。

表. 定量限界

定量限界相当濃度 (mg/L)	試料採取量 (g)	最終液量 (mL)	定量限界 (mg/kg)
0.002	20	100	0.01

全分析試料でいずれも同じ値

以上のように，全ての項目の評価結果は試験指針に示される許容範囲内であり，今回の調査対象である穀類，豆類および油糧種子が属する各作物カテゴリーを含む 8 種農産品におけるヨウ化メチルの分析法の妥当性が実証された。

10.3.2. 分析時間

HS-GC-ECD 測定を除く，ヨウ化メチル分析法は 1 時間以内に熟練した分析者は 6 検体の分析が可能であった。

10.3.3. 精度管理結果

HS-GC-ECD 法では，再測定および再分析が出来ないことから，全ての試料の分析は 2 連以上で実施した。なお，分析値の変動が大きく認められた豆類等の分析では，可能な範囲で 4 連分析とした。

試験施設においては，併行分析値の変動を，以下の基準で運用しているが，豆類の他，大麦，トウモロコシの分析においても一部規定範囲外の事例が認められた（表 4）。しかしながら，当該分析の再測定は困難であることから，全ての分析値を採用して試験成績を取りまとめた。

分析値の採用基準

分析値 2 連の平均値	採用基準
定量限界値の 20 倍以上	$10\% \geq (\text{分析値の差} / \text{平均値}) \times 100$
定量限界値の 20 倍未満	定量限界値の 2 倍 $\geq$ 分析値の差

内部精度管理試料の分析結果は、回収率 70%以上で、かつ、無添加試料の分析結果は全て定量限界未満で、問題は認められなかった。また、試験施設における外部精度管理状況に問題がないことを確認した。

11. 考察

11.1. くん蒸装置

臭化メチル用に開発したくん蒸装置の試料導入を改良し、本年度のヨウ化メチルクん蒸実態調査に供した。被験物質施用 (A)、くん蒸 (B)、ガス濃度測定 (C) および排気 (D) の各くん蒸工程別の装置模式図を図 1 に示す。これにより臭化メチルより蒸気圧が低いヨウ化メチルについても、実際の検疫処理に準じた条件での安定した被験物質施用を可能とした。また、装置内ガスの循環を、攪拌子から送風機に変更し、試料を不織紙で包まなくても良い方式として、実際の検疫処理に近いくん蒸条件に改善した。そして、排気時にエアコンプレッサーを稼働することにより、残存ガスを完全に排気することを可能とした。

薬量 20 g/m^3 のヨウ化メチルを施用した場合 (試料無) の装置内ガスの濃度推移を、比較対照の臭化メチルと共にプロットして図 2 に示す。なお、当該プロットの縦軸は、ヨウ化メチルと比較対照とした臭化メチルとの薬量の違いを補正するため、薬量に対する相対ガス濃度 (C_i/C_0) とした。くん蒸装置内のヨウ化メチルガス濃度 (C_i) は、5 分後には理論値 (C_0) の 61%に上昇し、施用 10 分以降は 71~74%で平衡状態となった。比較対照とした臭化メチルと比較して、両者の平衡ガス濃度への到達時間は同等であったが、平衡時のヨウ化メチルの相対ガス濃度は、わずかに低めであった。

11.2. 分析法の適用性

通知試験法に従い小麦、モロコシおよびゴマの各くん蒸試料を、通知試験法 (蒸留法) して得た分析値 (x) と、本試験で採用した HS-GC-ECD 法でして得た分析値 (y) の回帰直線 ($y=ax+b$) の傾き (a) は 1 に近く ($a=0.9133$)、良好な相関性 ($r=0.95264$) が認められたことから、両分析法の同等性を確認した (図 5)。なお、両分析法での各併行分析回収率で補正値を算出して比較した。また、供試した小麦、モロコシおよびゴマの各くん蒸試料は、くん蒸工程由来の変動を無くすため、 0.4 kg ずつを単一装置で同時くん蒸して調製した (くん蒸温度：室温、薬量 20 g/m^3 、収容比 0.1 kg/L 、くん蒸時間 24 時間)。くん蒸試料は、くん蒸直後、冷蔵保存 1 および 5 日後にそれぞれ一部を採取して冷凍保管し、保存

期間での分析値の差が生じないように、両分析法での分析は同一日に実施した。

11.3 くん蒸条件の再現性

くん蒸工程の再現性を確認するため、ゴマを 35℃で 24 時間くん蒸（薬量 8.0 g/m³，収容比 0.1 kg/L，排気 1 時間）し、当該温度で 0～28 日間保管した試料中の残留ヨウ化メチル分析を独立して 3 回繰り返した。3 試行での分析値，各回帰直線およびその解析結果を図 6 に示す。3 試行での分析値間には相応の変動幅が認められたが，最終的に算出された残留ヨウ化メチルの半減期は 3.7～4.1 日であった。この結果から，本試験における繰り返し再現性に問題無いことを確認した。

残留調査における産地間（例数）の変動は，作物の生育や気象変動等の圃場間の変動であり，農産品間の変動に比較して本実態調査では誤差範囲と考えられる。本事業では各農産物は各 2 産地の分析を計画していたが，農林水産省消費・安全局植物防疫課と協議し，1 産地の残留データでも十分に本事業目的である農産品グループの作成に関する知見を得ることが可能と判断した。

11.4 初期残留値の比較

くん蒸試料中の初期残留濃度と残存ガス濃度の棒グラフを図 7 に示す。くん蒸温度 5℃および 35℃でくん蒸した 9 種農産品のヨウ化メチルの残留濃度は，全ての農産品において 5℃くん蒸の方が 35℃くん蒸よりも高かった。くん蒸温度 5℃での薬量は，35℃よりも 2.5 倍量多いが（20.0 g/m³÷8.0 g/m³），ナタネ，ゴマおよびトウモロコシ以外の 6 種農産品での残留濃度の差は，処理薬量の比を大きく上回っていた。各農産品の残留濃度レベルと残存ガス濃度は，相反する傾向が伺えたが，明瞭な反比例関係は認められなかった。

11.5. ヨウ化メチル残留濃度の変動要因

内部精度管理試料の分析値に問題は認められないにもかかわらず，豆類等の同一試料の併行分析値の変動が大きく認められた要因としては，次の 2 点が推察された。

千粒重の重いインゲン豆（378 g），ダイズ（336 g），トウモロコシ（187 g）およびアズキ（143 g）で分析値の変動が大きいことから，個体表面からの残留ヨウ化メチルの揮発損失の変動が要因と考えられる（付表 2-2）。なお，試料の比重が同一であると仮定した場合，個体重量が重くなると，物理法則に従い相対表面積は小さくなる。

また，玄麦を分析部位とする小麦に比較して，脱穀した種子を分析部位とする大麦で分析値の変動が大きく認められたことから，試料内部に残留したヨウ化メチルが外部に揮発する際に通過しなくてはならない個体表面の透過度の違いが，もう一つの要因と考えられる（付図 1）。この仮説は，検討対象品目の中で比較的硬質でガス透過度が低いと推定される豆類での分析値変動が大きいこととも合致する。

その他に要因としては，残留ヨウ化メチルが特定の食品成分（例えばタンパク質など）

と強く結合することなども想定されるが、本試験成績においては確認できなかった。なお、一般的な残留農薬分析では、上述の分析値の変動は試料を十分に磨砕均一化することで解消するが、揮発性の高いくん蒸剤を均質化することは出来ない。

11.6. 残留ヨウ化メチルの減衰速度

くん蒸試料中の残留臭化メチル濃度 (C_t) の消長プロットおよび各回帰式のパラメータおよび推定半減期を、図 8 および表 6 に示す。ヨウ化メチル残留濃度を自然対数でプロットしたときの回帰式はいずれも相関係数 -0.8 未満で良好な負の相関性が確認された。 5°C および 35°C で保管したくん蒸試料中の残留ヨウ化メチルの減衰速度は、それぞれ $0.8 \sim 13.8$ 日 (アズキ～ナタネ) および $0.3 \sim 4.4$ 日 (アズキ～ゴマ) の範囲であり、全ての農産品において高い温度条件で保管した方が速く減衰する傾向が確認された。

農産品のグループ別のヨウ化メチルの減衰速度は、豆類 (ダイズ, アズキ, インゲン豆) で速く、一方、油糧種子類 (ゴマ, ナタネ) で緩やかで、穀類 (小麦, 大麦, トウモロコシ, モロコシ) は両者の中間であった。全体として、農産品中の脂質含有量の違いが、くん蒸直後のヨウ化メチルの経時的な減衰傾向に影響を与えることが確認された。

大麦, トウモロコシおよびインゲン豆の 5°C 条件については、農林水産省消費・安全局植物防疫課と協議し、 $12 \sim 21$ 日間保管後までの分析値で試験成績を取りまとめた。実際の検疫消毒で想定される港湾くん蒸設備での最長保管期間は 1 週間程度であり、これらの残留データから算出した半減期は、同一グループの結果と同等であることから、試験成績への影響は無いと判断した。なお、残留レベルが低い豆類や、減衰速度の速い 35°C 条件での半減期算出結果については、実残留値が得られた時点数が限られているため、当該減衰速度は参考値である。ヨウ化メチルガスの吸着性や浸透等の詳細な要因解析には、別条件での比較実験等の調査が必要である。

12. 結論

9 種農産品を低温 ($5 \pm 2^{\circ}\text{C}$) および高温 ($35 \pm 2^{\circ}\text{C}$) でヨウ化メチルくん蒸し、各温度条件下で保管した試料中のヨウ化メチルの残留濃度は、経時的に減衰した。ヨウ化メチルの減衰速度は、低温保管条件の方が高温保管条件よりも緩やかであり、各種農産品の成分組成等に応じて違いが認められた。

くん蒸試料中の農産品グループ別のヨウ化メチルの減衰速度は、豆類 (ダイズ, アズキ, インゲン豆) で速く、次いで、穀類 (小麦, 大麦, トウモロコシ, モロコシ) が中間的な減衰速度であり、油糧種子類 (ゴマ, ナタネ) では緩やかであった。これらの試験成績から、被験物質の各種農産品における残留傾向は、穀類, 豆類および油糧種子類の 3 グループとすることが妥当と考えられた。

13. 予見することができなかった試験の信頼性に影響を及ぼす疑いのある事態および試験計画書に従わなかったこと

本事業では、ヨウ化メチルでくん蒸した 9 種各 2 産地の農産品中の残留濃度が定量限界未満に達するまでの間、経時的に残留性を調査する計画であった。しかし、コロナウイルス感染症の感染防止対策の徹底に伴う在宅勤務等の影響を受け、多くの業務が遅延する状態が続いたことから、農林水産省消費・安全局植物防疫課と協議し、以下の理由から一部の農産品の保管 21 および 28 日後の分析並びに 2 産地間の比較データの取得は不要とした。

- ・産地間の残留データの変動に相当する繰り返しくん蒸実験結果に変動は無いことが確認されたこと
- ・2 週間保管までのデータ解析で、残留傾向のグループ化に与える影響は認められなかったこと。
- ・本事業目的である「試験を行っていない農産物についても形状や成分等からヨウ化メチルの残留量及び減衰傾向を推定できるよう、ヨウ化メチルの残留および減衰傾向の類似性に基づく複数の農産物のグループを作成する」ために十分な知見を取得することは可能であり、当該逸脱事項が試験成績に与える影響は無いこと。

上記を除き、試験期間中に予見することができなかった試験の信頼性に影響を及ぼす疑いのある事態および試験計画書に従わなかったことは認められなかった。

14. 謝辞

ヨウ化メチルくん蒸操作に関し、ご指導頂いた横浜植物防疫所の皆様に厚く御礼申し上げます。

15. 参考資料

- 1) 食品，添加物等の規格基準（昭和 34 年厚生省告示第 370 号）に規定する試験法：
https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryoku/shokuhin/zanryu/zanryu3/siken.html#sankou (2021 年 6 月 25 日閲覧)。
- 2) 令和 3 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「臭化メチルの代替の消毒方法の確立及び安全性の確保（臭化メチルの安全性の向上に係る研究）」課題番号（e-Rad システム課題 ID）：20330843，年間事業報告書（残留農薬研究所，試験番号：IET 21-1016）

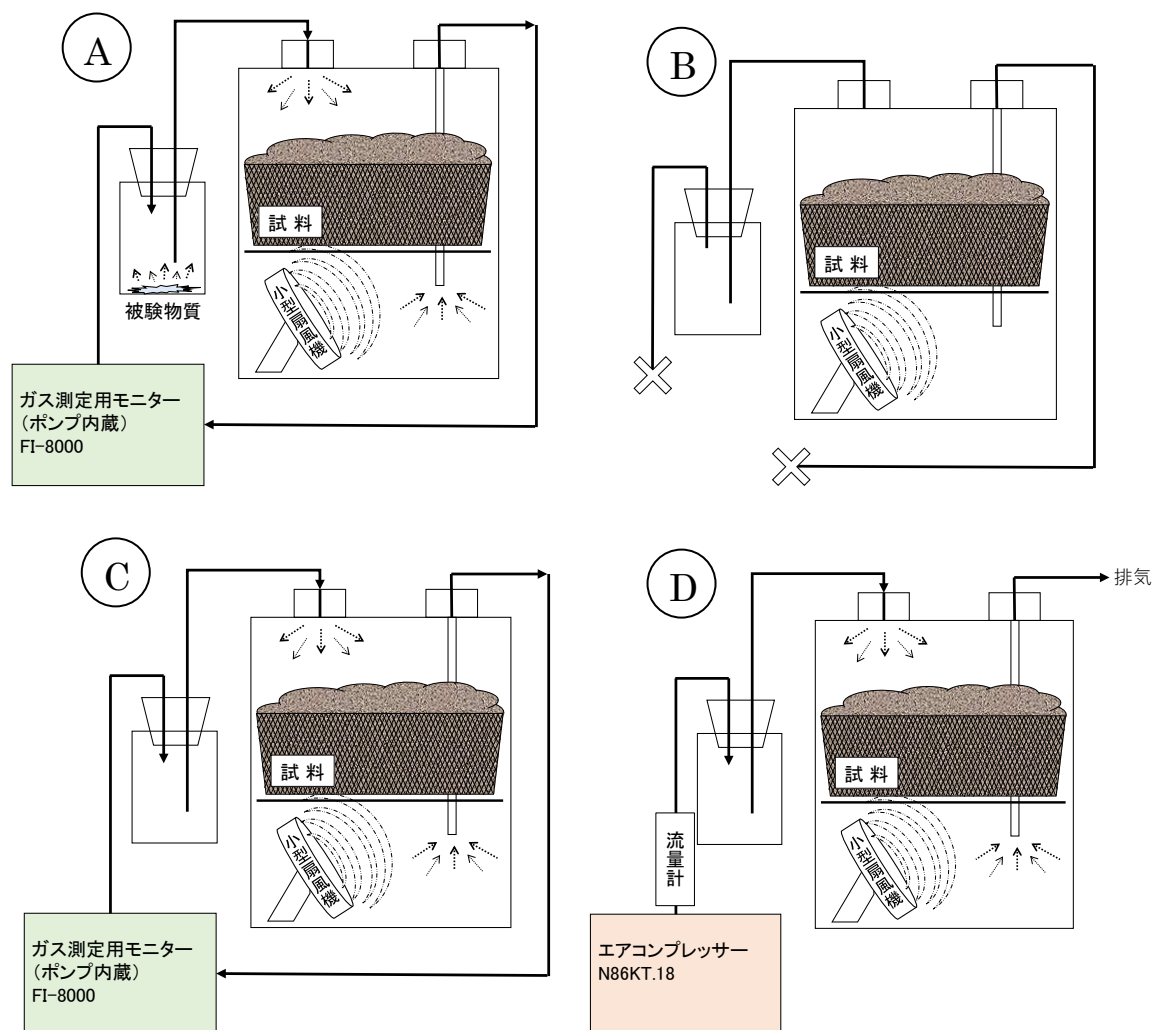


図 1. くん蒸モデル装置の工程別模式図

A：被験物質の施用工程，B：くん蒸工程，C：ガス濃度測定工程，D：排気工程

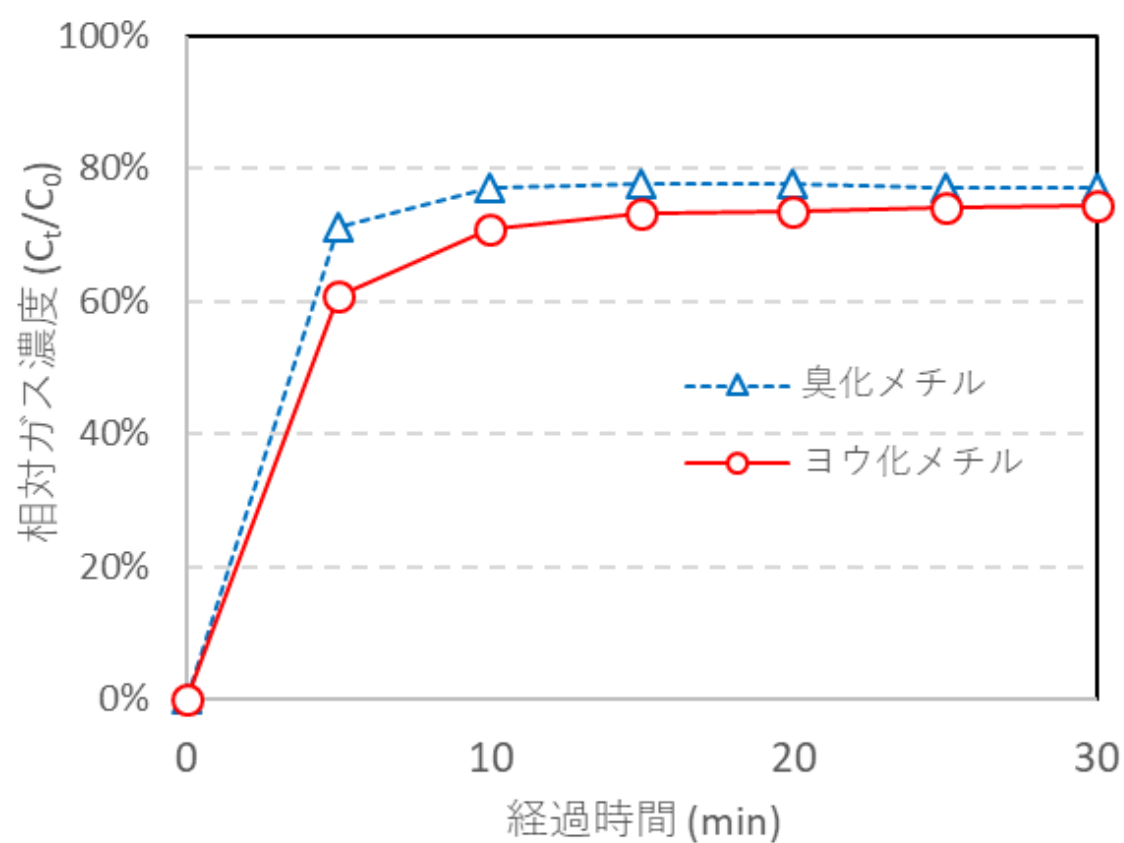


図 2. くん蒸装置内のヨウ化メチルガス濃度推移

C_0 : 理論ガス濃度, C_t : t 時点でのガス濃度

薬量: ヨウ化メチル 20 g/m³, 臭化メチル 50 g/m³

抽 出

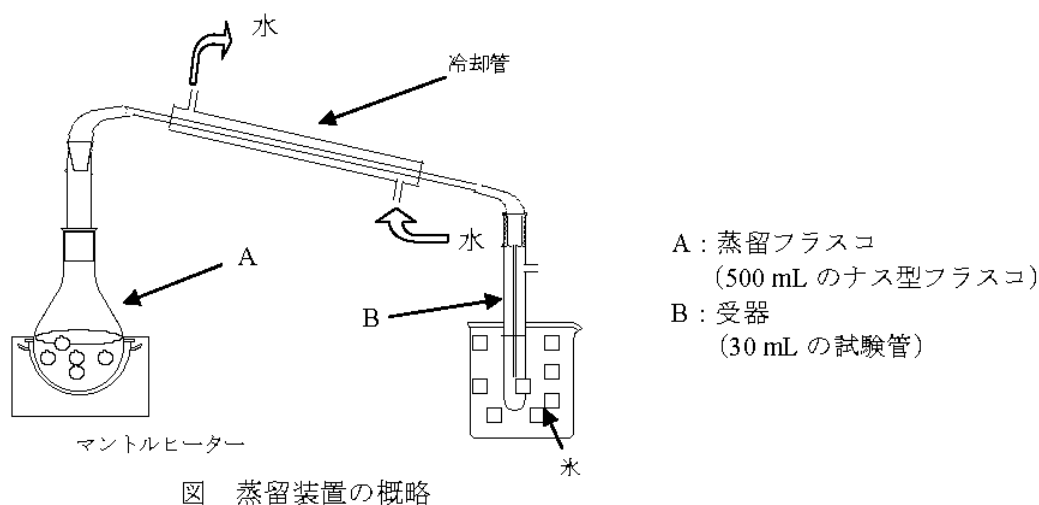
- ↓ 乾物試料 20 g を遠心管に採取
- ↓ +メタノール／水 (8:2, v/v) 混液 50 mL
- ↓ +内部標準物質溶液 (臭化メチル 100 mg/L) 1 mL
- ↓ 30 秒間磨砕抽出
- ↓ +メタノール／水 (8:2, v/v) 混液 50 mL

遠心分離

- ↓ 遠心分離 (5000×*g*, −5℃, 15 分間)
- ↓ 上澄み 5 mL をヘッドスペース用バイアルに封入
- ↓ ※ 全ての分析は氷浴中で操作し, 抽出溶媒は予め−30℃以下に冷却したものを使用

定 量 (HS-GC-ECD)**図 3. HS-GC-ECD 分析法のフローシート**抽 出

- ↓ 乾物試料 40 g をナス型フラスコに採取
- ↓ +水 200 mL, *n*-ヘキサン 5 mL およびシリコン系消泡剤 3 滴
- ↓ 捕集管に *n*-ヘキサン 15 mL を入れて氷冷
- ↓ ナス型フラスコと捕集管を 2℃以下に冷却した冷却管に接続
- ↓ (冷却管の先端は捕集管のヘキサン中に浸す)
- ↓ マントルヒーター (65V) で 18 分 35 秒加熱
- ↓ 捕集したヘキサンをヘキサンで 20 mL に定容

定 量 (GC-ECD)**図 4. 蒸留法のフローシート (通知試験法)**

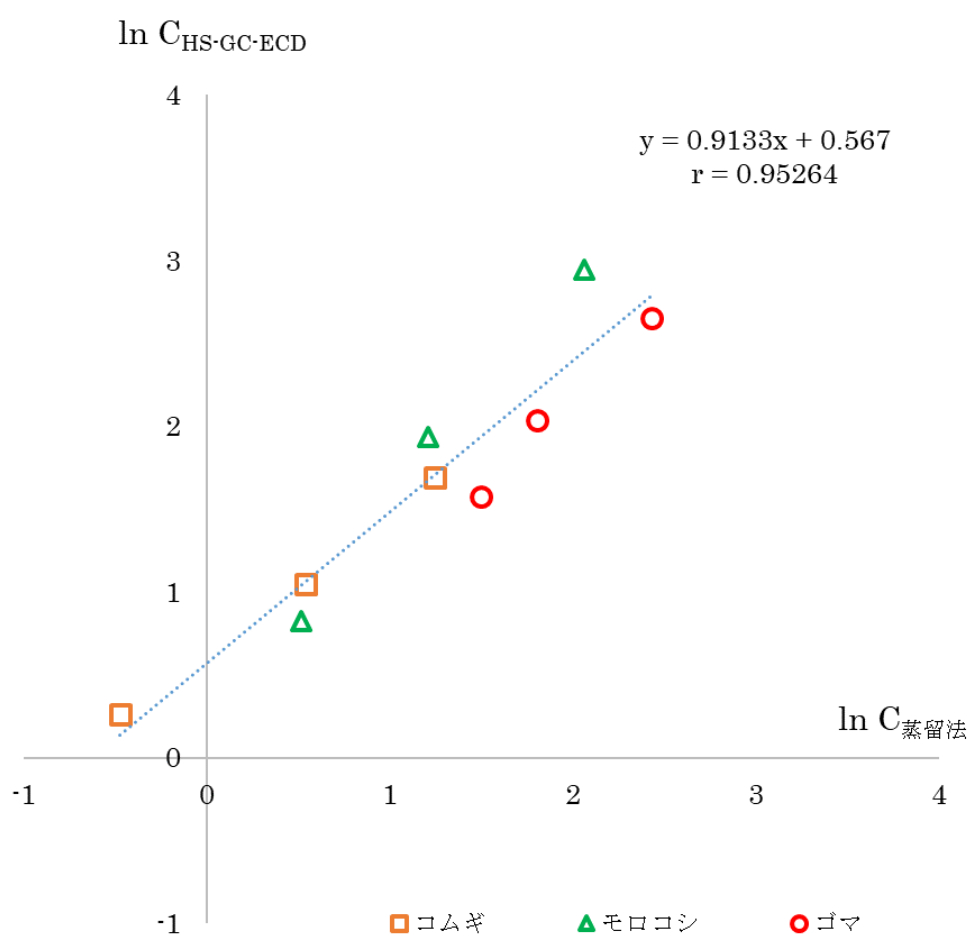


図 5. HS-GC-ECD 法と蒸留法での分析値の相関

くん蒸・保管温度：室温，薬量 20 g/m³，くん蒸 24 時間

収容比 0.1 kg/L (コムギ，モロコシ，ゴマ各 0.4 kg を同時くん蒸)

	PHI (日)	分析値 (mg/kg) ^a			併行分析回収率 ^c	
		HS-GC-ECD法 [A] ^b	蒸留法 [B]	A/B	HS-GC-ECD法 [A]	蒸留法 [B]
コムギ	0	5.42	3.47	1.56	84%	103%
	1	2.85	1.71	1.67		
	5	1.30	0.62	2.09		
モロコシ	0	19.0	7.87	2.41	88%	78%
	1	6.92	3.33	2.08		
	5	2.27	1.67	1.36		
ゴマ	0	14.2	11.3	1.26	73%	75%
	1	7.68	6.06	1.27		
	5	4.85	4.45	1.09		

^a 並行分析回収率で補正した値 ^b 2点分析の平均値 ^c 添加濃度: 0.1 mg/kg

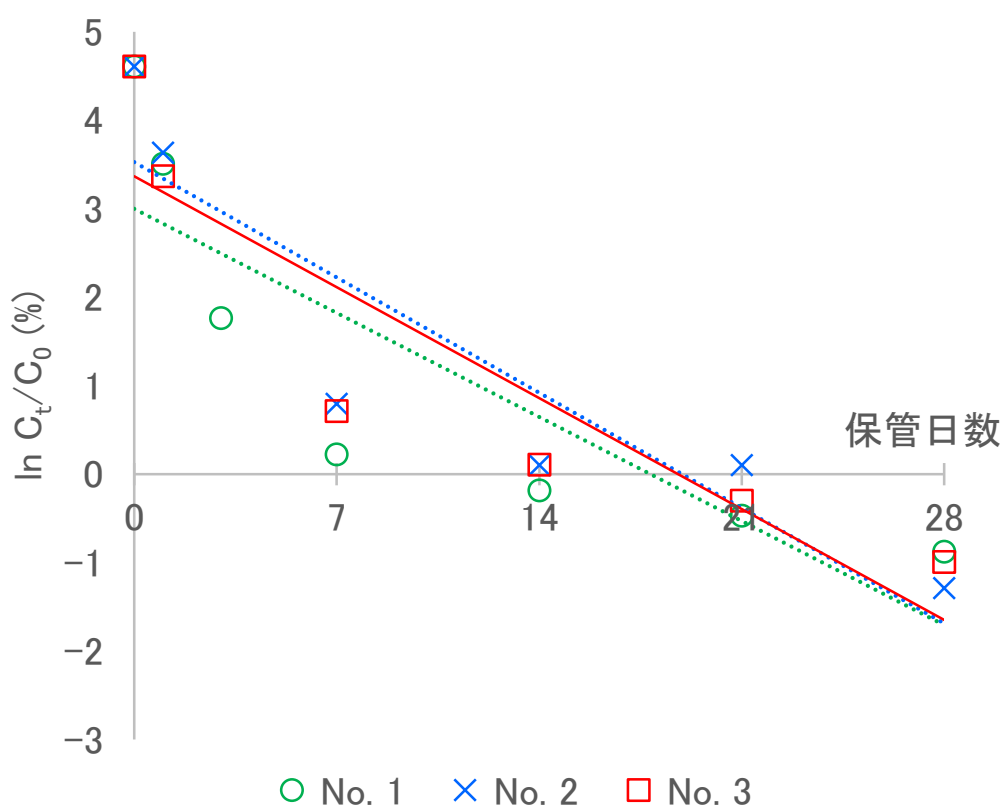


図 6. モデルくん蒸実験の再現性確認

供試試料：ゴマ，くん蒸・保管温度：35℃，
薬量 8.0 g/m³，収容比 0.1 kg/L，くん蒸 24 時間

保管期間	分析値 (mg/kg)		
	第 1 試行	第 2 試行	第 3 試行
0 日	4.80 (100%)	3.62 (100%)	5.40 (100%)
1 日	1.60 (33%)	1.37 (38%)	1.56 (29%)
3 日	0.28 (5.8%)	—	—
7 日	0.06 (1.3%)	0.08 (2.2%)	0.11 (2.0%)
14 日	0.04 (0.8%)	0.04 (1.1%)	0.06 (1.1%)
21 日	0.03 (0.6%)	0.04 (1.1%)	0.04 (0.7%)
28 日	0.02 (0.4%)	0.01 (0.3%)	0.02 (0.4%)

2 連分析の平均濃度，カッコ内は初期値に対する比率 (C_t/C_0)

$\ln C_t/C_0 = -k \cdot t + b$			
	第 1 試行	第 2 試行	第 3 試行
$-k$	0.168	0.186	0.179
b	3.000	3.526	3.367
r	-0.851	-0.913	-0.904
半減期	4.1 日	3.7 日	3.9 日

分析値は丸めずに解析

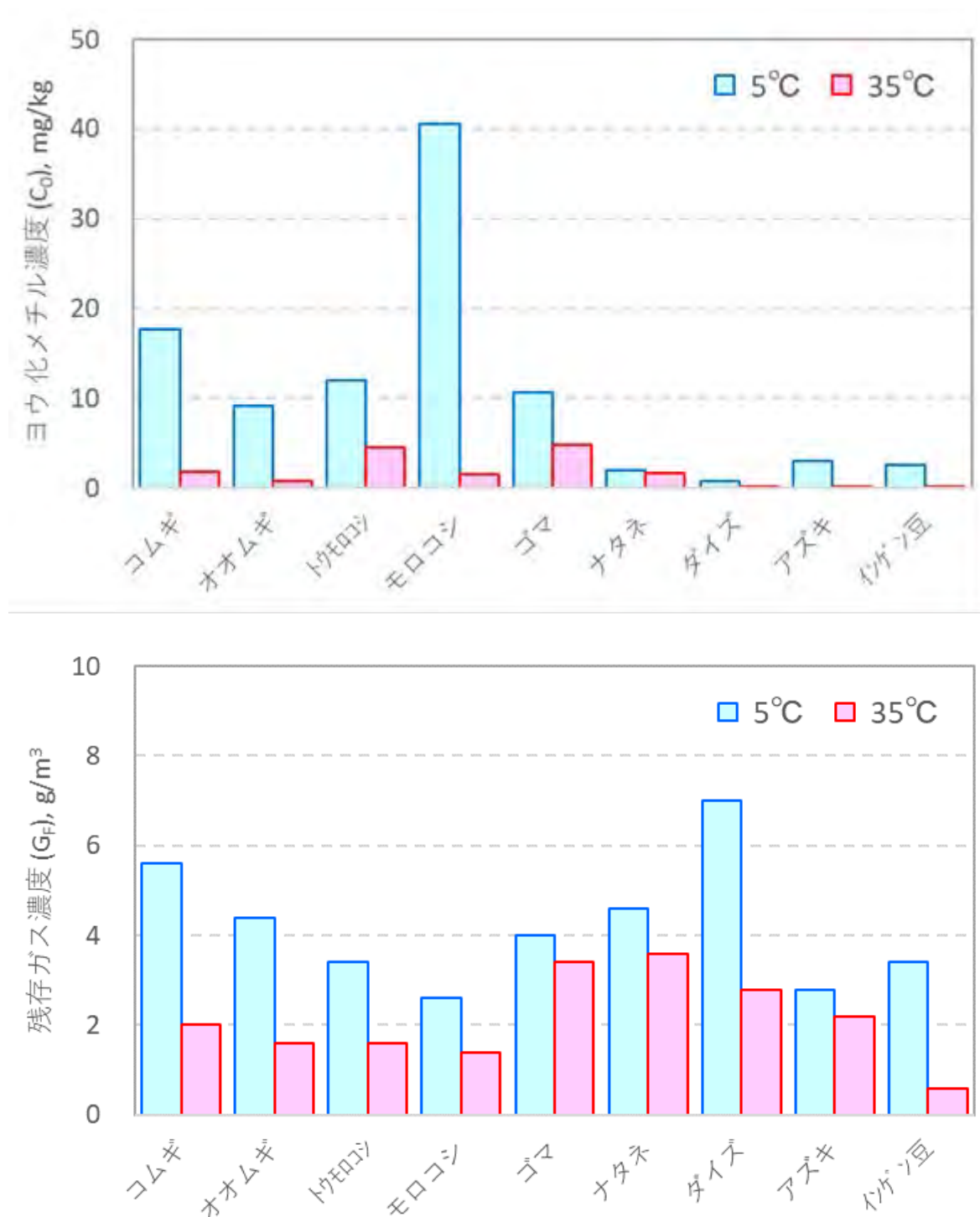


図 7. くん蒸試料中の初期残留濃度（上段）と残存ガス濃度（下段）

低温条件：5°C，薬量 20.0 g/m³，収容比 0.1 kg/L，くん蒸 24 時間

高温条件：35°C，薬量 8.0 g/m³，収容比 0.1 kg/L，くん蒸 24 時間

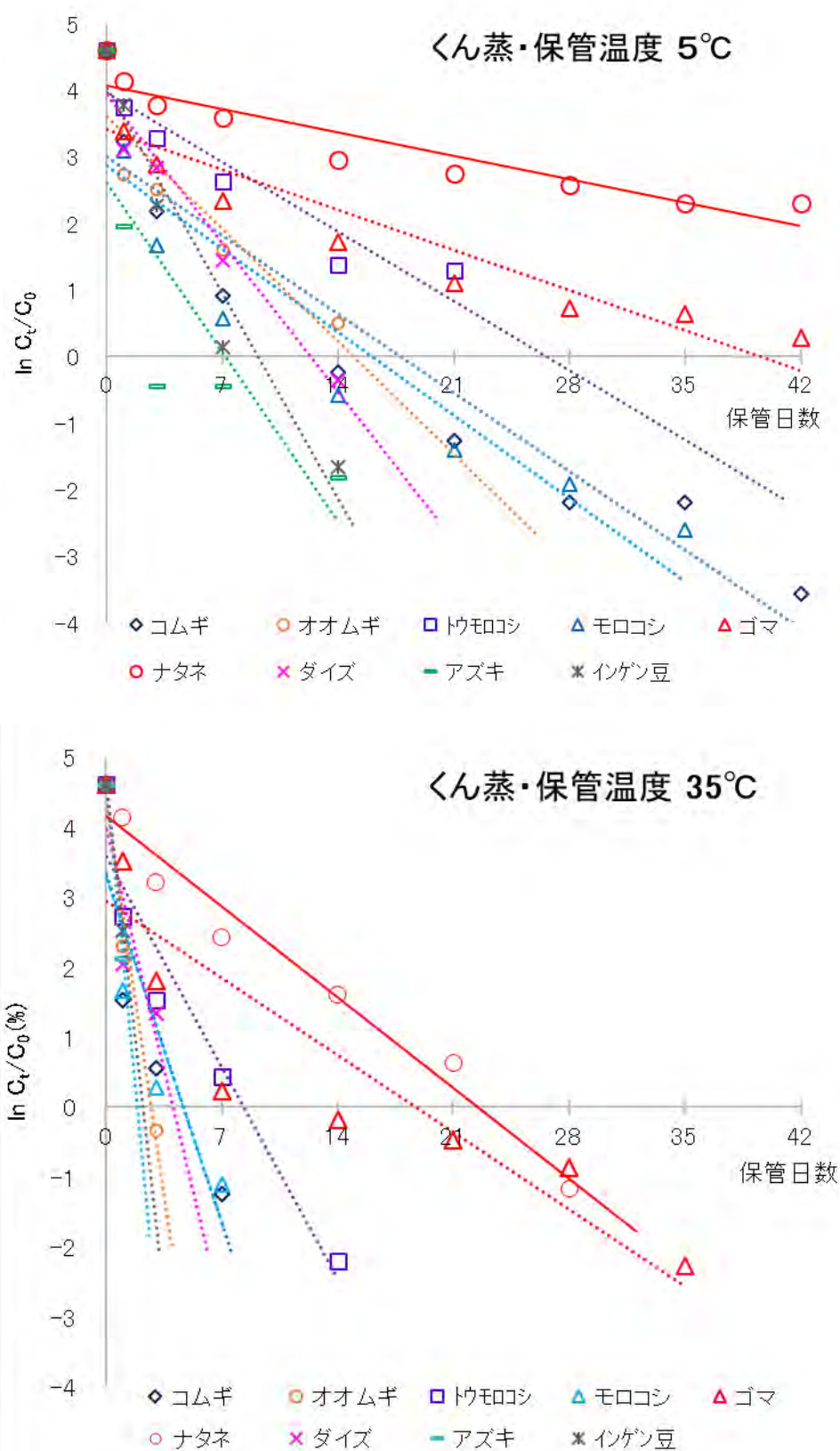


図 8. くん蒸試料中の残留ヨウ化メチル濃度の消長

表 1. 作物残留試験の概要

試験施設名	一般財団法人残留農薬研究所 化学部
試験責任者	飯島 和昭
被験物質名 剤 型	ヨウ化メチル (ヨウ化ヒューム) くん蒸剤
有効成分の化学名, 含有率	methyl iodide, 99.0%
分析対象物質	有効成分：同上
供試農作物 分析部位	小麦 (玄麦), 大麦 (脱穀した種子), トウモロコシ (乾燥子実), モロコシ (乾燥子実), ゴマ (種子), ナタネ (種子), ダイズ (乾燥子実), アズキ (乾燥子実), インゲン豆 (乾燥子実)
分析法の要旨	試料を含水メタノールで抽出し, 遠心分離した後, その上澄液の一部を HS-GC-ECD で定量した。 定量限界；各 0.01 mg/kg 平均回収率；88～117% (添加濃度；0.01～20 mg/kg)
試験委託者	農林水産省 消費・安全局 植物防疫課
使用目的	検疫消毒
被験物質の使用条件；使用量および使用方法	低温条件：くん蒸 24 時間, 薬量 20.0 g/m ³ ／くん蒸温度 5℃ 高温条件：くん蒸 24 時間, 薬量 8.0 g/m ³ ／くん蒸温度 35℃ 収容比：0.1 kg/L
くん蒸施設名	一般財団法人残留農薬研究所
分析施設名	一般財団法人残留農薬研究所

表 2. くん蒸中の温湿度とガス濃度の測定結果

表 2-1. 小麦

	測定時間 (h)						平均温湿度
	0.17	0.5	1	3	6	24	CT 値 (g・h/m ³)
温度 (°C)	6.0	6.2	6.0	5.5	5.4	4.8	5.7
湿度 (%)	62	60	60	59	58	58	60
ガス濃度 (g/m ³)	12.6	11.6	10.6	10.0	8.0	5.6	180
温度 (°C)	33.2	33.4	33.8	34.8	35.2	35.2	34.3
湿度 (%)	54	58	60	63	65	66	61
ガス濃度 (g/m ³)	7.2	6.8	6.0	4.2	3.6	2.0	78

くん蒸開始日：2021/12/6

表 2-2. 大麦

	測定時間 (h)						平均温湿度
	0.17	0.5	1	3	6	24	CT 値 (g・h/m ³)
温度 (°C)	5.8	6.5	6.9	5.8	5.5	4.5	5.8
湿度 (%)	54	54	54	56	55	56	55
ガス濃度 (g/m ³)	14.8	12.6	10.2	8.4	6.8	4.4	152
温度 (°C)	34.1	34.5	34.7	35.1	35.4	35.5	34.9
湿度 (%)	66	65	65	65	66	67	66
ガス濃度 (g/m ³)	4.4	3.2	2.8	2.8	2.6	1.6	54

くん蒸開始日：2022/2/28

表 2-3. トウモロコシ

	測定時間 (h)						平均温湿度
	0.17	0.5	1	3	6	24	CT 値 (g・h/m ³)
温度 (°C)	5.3	5.5	5.8	5.2	5.0	4.9	5.3
湿度 (%)	53	53	52	54	53	53	53
ガス濃度 (g/m ³)	13.2	11.8	10.0	11.8	9.0	3.4	174
温度 (°C)	34.2	34.3	34.8	35.3	35.3	35.4	34.9
湿度 (%)	60	61	60	61	62	62	61
ガス濃度 (g/m ³)	6.6	5.2	4.0	3.8	2.8	1.6	62

くん蒸開始日：2022/2/21

表 2. くん蒸中の温湿度とガス濃度の測定結果 (続き)

表 2-4. モロコシ

	測定時間 (h)						平均温湿度
	0.17	0.5	1	3	6	24	CT 値 (g・h/m ³)
温度 (°C)	6.0	6.4	6.5	5.7	5.4	4.5	5.8
湿度 (%)	51	54	54	54	54	54	54
ガス濃度 (g/m ³)	11.8	9.8	7.4	5.0	4.8	2.6	102
温度 (°C)	32.7	33.3	33.7	35.0	35.4	35.7	34.3
湿度 (%)	51	54	55	60	63	66	58
ガス濃度 (g/m ³)	4.8	3.0	2.8	2.4	3.0	1.4	56

くん蒸開始日 : 2022/1/24

表 2-5. ゴマ

	測定時間 (h)						平均温湿度
	0.17	0.5	1	3	6	24	CT 値 (g・h/m ³)
温度 (°C)	5.5	5.7	5.7	5.5	5.4	4.6	5.4
湿度 (%)	59	59	60	60	60	61	60
ガス濃度 (g/m ³)	13.8	11.6	10.4	6.6	5.4	4.0	129
温度 (°C)	34.0	34.4	34.7	35.3	35.5	35.5	34.9
湿度 (%)	60	62	62	62	63	63	62
ガス濃度 (g/m ³)	6.6	5.6	3.2	3.4	3.6	3.4	84

くん蒸開始日 : 2022/1/10

表 2-6. ナタネ

	測定時間 (h)						平均温湿度
	0.17	0.5	1	3	6	24	CT 値 (g・h/m ³)
温度 (°C)	7.3	7.1	6.7	5.7	5.4	4.6	6.1
湿度 (%)	44	42	41	39	38	37	40
ガス濃度 (g/m ³)	14.4	11.0	10.0	9.2	7.0	4.6	157
温度 (°C)	32.2	33.3	33.6	34.8	35.4	35.5	34.1
湿度 (%)	34	36	36	41	42	44	39
ガス濃度 (g/m ³)	9.2	6.2	4.8	6.2	4.0	3.6	100

くん蒸開始日 : 2022/1/17

表 2. くん蒸中の温湿度とガス濃度の測定結果 (続き)

表 2-7. ダイズ

	測定時間 (h)						平均温湿度
	0.17	0.5	1	3	6	24	CT 値 (g・h/m ³)
温度 (°C)	6.2	6.6	6.7	5.8	5.4	4.5	5.9
湿度 (%)	70	68	67	68	68	68	68
ガス濃度 (g/m ³)	17.6	13.2	11.0	9.2	8.4	7.0	196
温度 (°C)	32.2	33.0	33.7	35.1	35.4	35.5	34.2
湿度 (%)	60	64	67	70	71	72	67
ガス濃度 (g/m ³)	7.6	5.6	3.4	5.6	3.0	2.8	79

くん蒸開始日：広島県産 2022/1/31

表 2-8. アズキ

	測定時間 (h)						平均温湿度
	0.17	0.5	1	3	6	24	CT 値 (g・h/m ³)
温度 (°C)	5.7	6.2	6.5	5.8	5.6	4.6	5.7
湿度 (%)	61	61	62	64	64	65	63
ガス濃度 (g/m ³)	11.4	9.8	8.8	7.0	6.2	2.8	125
温度 (°C)	34.0	34.3	34.6	35.1	35.2	35.4	34.8
湿度 (%)	53	56	56	59	60	62	58
ガス濃度 (g/m ³)	7.0	6.0	5.6	4.8	3.6	2.2	80

くん蒸開始日：北海道産 2022/2/14

表 2-9. インゲン豆

	測定時間 (h)						平均温湿度
	0.17	0.5	1	3	6	24	CT 値 (g・h/m ³)
温度 (°C)	5.0	6.1	5.8	5.2	5.5	5.0	5.4
湿度 (%)	52	49	51	55	59	57	54
ガス濃度 (g/m ³)	13.8	12.2	10.6	7.2	6.6	3.4	139
温度 (°C)	32.7	33.4	34.1	35.2	35.4	35.6	34.4
湿度 (%)	66	70	71	74	76	77	72
ガス濃度 (g/m ³)	7.6	5.8	5.0	4.6	2.4	0.6	52

くん蒸開始日：2022/3/2

表 3. 保管中の温湿度記録

表 3-1. 小麦

保管期間 (日)	くん蒸温度：5℃		くん蒸温度：35℃	
	温度 (℃)	湿度 (%)	温度 (℃)	湿度 (%)
0	6.1	51	34.0	15
1	5.0	43	34.5	11
2	5.0	46	34.3	10
3	4.9	42	34.3	10
6	4.3	56	34.1	10
7	4.8	51	34.2	10
8	4.3	57	—	—
9	4.0	53	—	—
10	5.0	58	—	—
13	3.8	48	—	—
14	4.2	51	—	—
15	4.8	52	—	—
16	4.8	50	—	—
17	4.8	52	—	—
20	3.9	54	—	—
21	4.4	41	—	—
28	4.6	41	—	—
29	3.8	44	—	—
30	4.2	42	—	—
31	4.0	42	—	—
35	4.9	46	—	—
36	4.9	44	—	—
37	4.8	45	—	—
41	4.9	46	—	—
42	4.1	40	—	—
平均	4.6	48	34.2	11

0 日は保管開始時 (2021/12/7)

表 3. 保管中の温湿度記録 (続き)

表 3-2. 大麦

保管期間 (日)	くん蒸温度：5℃		くん蒸温度：35℃	
	温度 (℃)	湿度 (%)	温度 (℃)	湿度 (%)
0	4.7	58	34.3	53
1	4.6	51	33.6	10
2	4.8	38	34.9	15
3	4.9	37	35.0	16
6	4.8	38	—	—
7	4.1	40	—	—
8	4.0	39	—	—
9	4.0	38	—	—
13	4.3	57	—	—
14	4.3	60	—	—
平均	4.5	46	34.5	24

保 0 日は保管開始時 (2021/3/1)

表 3-3. トウモロコシ

保管期間 (日)	くん蒸温度：5℃		くん蒸温度：35℃	
	温度 (℃)	湿度 (%)	温度 (℃)	湿度 (%)
0	4.8	50	34.9	42
1	5.0	51	34.5	10
2	4.9	51	34.7	10
3	5.1	50	34.6	10
6	5.0	45	34.5	14
7	5.0	40	34.3	13
8	4.9	39	34.8	14
9	4.8	38	34.9	15
10	4.9	37	35.0	16
13	4.8	38	34.9	15
14	4.1	40	34.0	28
15	4.0	39	—	—
16	4.0	38	—	—
20	4.3	57	—	—
21	4.3	60	—	—
平均	4.7	45	34.6	17

保 0 日は保管開始時 (2022/2/22)

表 3. 保管中の温湿度記録 (続き)

表 3-4. モロコシ

保管期間 (日)	くん蒸温度：5℃		くん蒸温度：35℃	
	温度 (℃)	湿度 (%)	温度 (℃)	湿度 (%)
0	4.9	62	33.5	16
1	4.8	56	33.9	11
2	4.6	54	33.9	10
3	4.6	51	34.4	10
6	4.1	36	34.0	19
7	4.2	37	34.1	20
8	4.2	39	—	—
9	4.3	52	—	—
10	4.2	39	—	—
13	4.0	40	—	—
14	4.2	41	—	—
15	4.2	38	—	—
16	4.2	38	—	—
20	4.1	39	—	—
21	4.1	45	—	—
22	4.0	38	—	—
23	4.6	39	—	—
24	4.5	30	—	—
27	3.9	20	—	—
28	3.8	22	—	—
30	3.9	35	—	—
31	4.8	40	—	—
34	5.0	45	—	—
35	5.0	40	—	—
36	4.9	39	—	—
37	4.8	38	—	—
38	4.9	37	—	—
41	4.8	38	—	—
42	4.1	40	—	—
平均	4.4	40	34.0	14

保 0 日は保管開始時 (2021/1/25)

表 3. 保管中の温湿度記録 (続き)

表 3-5. ゴマ

保管期間 (日)	くん蒸温度 : 5℃		くん蒸温度 : 35℃	
	温度 (℃)	湿度 (%)	温度 (℃)	湿度 (%)
0	4.8	60	35.4	60
1	5.0	40	34.4	10
2	5.0	42	34.3	9
3	5.0	40	34.5	10
6	4.7	42	33.8	10
7	4.1	40	34.1	10
8	4.2	41	34.6	10
9	3.9	41	34.6	10
10	3.9	40	34.5	10
13	4.3	41	34.4	16
14	4.5	50	34.2	17
15	4.7	48	34.3	17
16	3.3	45	34.2	18
20	3.9	46	34.2	18
21	4.1	36	34.0	19
22	4.2	37	34.1	20
23	4.2	39	33.9	19
24	4.3	52	33.9	19
27	4.2	39	33.8	18
28	4.0	40	34.2	10
30	4.2	41	33.7	12
31	4.2	38	34.0	21
34	4.2	38	34.1	15
35	4.1	39	35.0	10
36	4.0	38	—	—
37	4.6	39	—	—
38	4.5	30	—	—
41	3.9	20	—	—
42	3.8	22	—	—
平均	4.3	40	34.3	16

保 0 日は保管開始時 (2022/1/11)

表 3. 保管中の温湿度記録 (続き)

表 3-6. ナタネ

保管期間 (日)	くん蒸温度 : 5℃		くん蒸温度 : 35℃	
	温度 (℃)	湿度 (%)	温度 (℃)	湿度 (%)
0	4.5	38	35.2	45
1	5.1	40	34.6	10
2	5.1	42	34.6	10
3	5.0	40	34.5	10
6	4.3	41	34.4	16
7	4.5	50	34.2	17
8	4.7	48	34.3	17
9	3.3	45	34.2	18
10	3.9	46	34.2	18
13	4.1	36	34.0	19
14	4.2	37	34.1	20
15	4.2	39	33.9	19
16	4.3	52	33.9	19
20	4.2	39	33.8	18
21	4.0	40	34.2	10
22	4.2	41	33.7	12
23	4.2	38	34.0	21
24	4.2	38	34.1	15
27	4.1	39	35.0	10
28	4.1	45	34.1	16
30	4.0	38	—	—
31	4.6	39	—	—
34	4.5	30	—	—
35	3.9	20	—	—
36	3.8	22	—	—
37	3.9	35	—	—
38	4.8	40	—	—
41	5.0	45	—	—
42	5.0	40	—	—
平均	4.3	39	34.2	17

保 0 日は保管開始時 (2022/1/18)

表 3. 保管中の温湿度記録 (続き)

表 3-7. ダイズ

保管期間 (日)	くん蒸温度：5℃		くん蒸温度：35℃	
	温度 (℃)	湿度 (%)	温度 (℃)	湿度 (%)
0	4.4	69	35.6	70
1	4.4	54	34.3	10
2	4.3	52	34.3	10
3	4.2	39	34.4	10
6	4.0	40	—	—
7	4.2	41	—	—
8	4.2	38	—	—
9	4.2	38	—	—
13	4.1	39	—	—
14	4.1	45	—	—
平均	4.2	46	34.7	25

保 0 日は保管開始時 (2021/2/1)

表 3-8. アズキ

保管期間 (日)	くん蒸温度：5℃		くん蒸温度：35℃	
	温度 (℃)	湿度 (%)	温度 (℃)	湿度 (%)
0	4.8	68	34.9	30
1	4.9	69	35.0	34
2	4.8	67	—	—
3	5.0	68	—	—
6	3.9	20	—	—
7	3.8	22	—	—
8	3.9	35	—	—
9	4.8	40	—	—
13	5.0	45	—	—
14	5.0	40	—	—
平均	4.6	47	35.0	32

保 0 日は保管開始時 (2021/2/15)

表 3. 保管中の温湿度記録（続き）

表 3-9. インゲン豆

保管期間 (日)	くん蒸温度：5℃		くん蒸温度：35℃	
	温度 (℃)	湿度 (%)	温度 (℃)	湿度 (%)
0	4.5	59	35.7	65
1	4.6	51	34.5	10
3	4.6	50	—	—
4	4.3	47	—	—
7	4.4	50	—	—
12	4.5	60	—	—
平均	4.5	53	35.1	38

保 0 日は保管開始時 (2022/3/3)

表 4. ヨウ化メチルの分析結果

表 4-1. 小麦

産地 保管日数／温度	分析値 (mg/kg)			
	分析値①	分析値②	R ^a	平均値 ^b
三重県				
—	<0.01,	<0.01	—	<0.01
0 日間／5℃	18.2,	17.2	1.0 (5)	17.7
1 日間／5℃	4.68,	4.26	0.42 (9)	4.47
3 日間／5℃	1.59,	1.56	0.03 (2)	1.58
7 日間／5℃	0.44,	0.43	0.01 (1)	0.44
14 日間／5℃	0.15,	0.14	0.01	0.14
21 日間／5℃	0.05,	0.05	0.00	0.05
28 日間／5℃	0.03,	0.02	0.01	0.02
35 日間／5℃	0.02,	0.02	0.00	0.02
42 日間／5℃	<0.01,	<0.01	—	<0.01
0 日間／35℃	1.80,	1.68	0.12 (7)	1.74
1 日間／35℃	0.08,	0.08	0.00	0.08
3 日間／35℃	0.03,	0.03	0.00	0.03
7 日間／35℃	<0.01,	<0.01	—	<0.01

備考：試料は採取後，保存せずに直ちに分析

^a()内は平均値が定量限界値の 20 倍以上の場合に算出した変動係数

変動係数 = (分析値の差／平均値) × 100

^b JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出

表 4. ヨウ化メチルの分析結果 (続き)

表 4-2. 大麦

産地 保管日数／温度	分析値 (mg/kg)			
	分析値①	分析値②	R ^a	平均値 ^b
富山県				
—	<0.01,	<0.01	—	<0.01
0 日間／5℃	10.6,	7.57	3.03 (33)	9.08
1 日間／5℃	1.47,	1.33	0.14 (10)	1.40
3 日間／5℃	1.12,	1.11	0.01	1.12
7 日間／5℃	0.47,	0.43	0.04 (9)	0.45
14 日間／5℃	0.16,	0.13	0.03	0.14
0 日間／35℃	0.73,	0.67	0.06 (9)	0.70
1 日間／35℃	0.07,	0.07	0.00	0.07
3 日間／35℃	<0.01,	<0.01	—	<0.01

備考：試料は採取後，保存せずに直ちに分析

^a ()内は平均値が定量限界値の 20 倍以上の場合に算出した変動係数

変動係数 = (分析値の差／平均値) × 100

^b JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出

表 4. ヨウ化メチルの分析結果 (続き)

表 4-3. トウモロコシ

産地 保管日数／温度	分析値 (mg/kg)			
	分析値①	分析値②	R ^a	平均値 ^b
インド				
—	<0.01,	<0.01	—	<0.01
0 日間／5℃	13.3,	10.7	2.59 (22)	12.0
1 日間／5℃	7.22,	6.91,	2.49 (49)	5.03
	3.99,	2.01		
3 日間／5℃	3.34,	3.21,	0.14 (4)	3.18
	3.16,	3.00		
7 日間／5℃	2.01,	1.97,	0.37 (22)	1.67
	1.36,	1.34		
14 日間／5℃	0.52,	0.47,	0.03 (6)	0.48
	0.47,	0.46		
21 日間／5℃	0.47,	0.45,	0.03 (6)	0.44
	0.42,	0.41		
0 日間／35℃	4.66,	4.37	0.29 (6)	4.52
1 日間／35℃	0.90,	0.65,	0.15 (21)	0.69
	0.64,	0.56		
3 日間／35℃	0.25,	0.23,	0.21 (16)	0.21
	0.19,	0.18		
7 日間／35℃	0.07,	0.07,	0.01	0.07
	0.07,	0.06		
14 日間／35℃	<0.01,	<0.01,	—	<0.01
	<0.01,	<0.01		

備考：試料は採取後，保存せずに直ちに分析

^a()内は平均値が定量限界値の 20 倍以上の場合に算出した変動係数

2 連分析；変動係数 = (分析値の差／平均値) × 100 4 連分析；相対標準偏差

^b JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出

表 4. ヨウ化メチルの分析結果 (続き)

表 4-4. モロコシ

産地 保管日数／温度	分析値 (mg/kg)			
	分析値①	分析値②	R ^a	平均値 ^b
岩手県				
—	<0.01,	<0.01	—	<0.01
0 日間／5℃	41.3,	39.8	1.5 (4)	40.6
1 日間／5℃	9.66,	8.16	1.50 (17)	8.91
3 日間／5℃	2.16,	2.15	0.01 (0)	2.16
7 日間／5℃	0.74,	0.70	0.04 (6)	0.72
14 日間／5℃	0.24,	0.22	0.02 (9)	0.23
21 日間／5℃	0.10,	0.09	0.01	0.10
28 日間／5℃	0.06,	0.05	0.01	0.06
35 日間／5℃	0.03,	0.03	0.00	0.03
42 日間／5℃	<0.01,	<0.01	—	<0.01
0 日間／35℃	1.53,	1.51	0.02 (1)	1.52
1 日間／35℃	0.08,	0.08	0.00	0.08
3 日間／35℃	0.02,	0.02	0.00	0.02
7 日間／35℃	<0.01,	<0.01	—	<0.01

備考：試料は採取後，保存せずに直ちに分析

^a()内は平均値が定量限界値の 20 倍以上の場合に算出した変動係数

変動係数 = (分析値の差／平均値) × 100

^b JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出

表 4. ヨウ化メチルの分析結果 (続き)

表 4-5. ゴマ

産地 保管日数／温度	分析値 (mg/kg)			
	分析値①	分析値②	R ^a	平均値 ^b
エジプト				
—	<0.01,	<0.01	—	<0.01
0 日間／5℃	10.8,	10.2	0.6 (6)	10.6
1 日間／5℃	3.28,	2.96	0.32 (10)	3.12
3 日間／5℃	1.98,	1.81	0.17 (9)	1.90
7 日間／5℃	1.11,	1.06	0.05 (5)	1.09
14 日間／5℃	0.61,	0.57	0.04 (4)	0.59
21 日間／5℃	0.32,	0.31	0.01 (3)	0.32
28 日間／5℃	0.23,	0.21	0.02 (9)	0.22
35 日間／5℃	0.20,	0.19	0.01 (5)	0.20
42 日間／5℃	0.14,	0.13	0.01	0.14
0 日間／35℃	4.90,	4.69	0.21 (4)	4.80
1 日間／35℃	1.62,	1.57	0.05 (3)	1.60
3 日間／35℃	0.30,	0.27	0.03 (10)	0.29
7 日間／35℃	0.06,	0.05	0.01	0.06
14 日間／35℃	0.04,	0.03	0.01	0.04
21 日間／35℃	0.03,	0.03	0.00	0.03
28 日間／35℃	0.02,	0.02	0.00	0.02
35 日間／35℃	<0.01,	<0.01	—	<0.01

備考：試料は採取後，保存せずに直ちに分析

^a()内は平均値が定量限界値の 20 倍以上の場合に算出した変動係数

変動係数 = (分析値の差／平均値) × 100

^b JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出

表 4. ヨウ化メチルの分析結果 (続き)

表 4-6. ナタネ

産地 保管日数／温度	分析値 (mg/kg)			
	分析値①	分析値②	R ^a	平均値 ^b
ニュージーランド				
—	<0.01,	<0.01	—	<0.01
0 日間／5℃	2.14,	1.84	0.30 (15)	1.99
1 日間／5℃	1.25,	1.24	0.01 (1)	1.24
3 日間／5℃	0.87,	0.87	0.00 (0)	0.87
7 日間／5℃	0.73,	0.70	0.03 (4)	0.72
14 日間／5℃	0.41,	0.35	0.06 (16)	0.38
21 日間／5℃	0.32,	0.30	0.02 (6)	0.31
28 日間／5℃	0.26,	0.25	0.01 (4)	0.26
35 日間／5℃	0.21,	0.19	0.02 (10)	0.20
42 日間／5℃	0.20,	0.20	0.00 (0)	0.20
0 日間／35℃	1.73,	1.46	0.27 (17)	1.60
1 日間／35℃	1.03,	0.96	0.07 (7)	1.00
3 日間／35℃	0.42,	0.38	0.04 (10)	0.40
7 日間／35℃	0.19,	0.17	0.02	0.18
14 日間／35℃	0.08,	0.08	0.00	0.08
21 日間／35℃	0.03,	0.03	0.00	0.03
28 日間／35℃	<0.01,	<0.01	—	<0.01

備考：試料は採取後，保存せずに直ちに分析

^a()内は平均値が定量限界値の 20 倍以上の場合に算出した変動係数

変動係数 = (分析値の差／平均値) × 100

^b JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出

表 4. ヨウ化メチルの分析結果 (続き)

表 4-7. ダイズ

産地 保管日数／温度	分析値 (mg/kg)			
	分析値①	分析値②	SD	平均値
広島県				
—	<0.01,	<0.01	—	<0.01
0 日間／5℃	1.00, 0.62,	0.64, 0.57	0.20 (28)	0.71
1 日間／5℃	0.23, 0.12,	0.21, 0.09	0.07	0.16
3 日間／5℃	0.21, 0.10,	0.13, 0.02	0.08	0.12
7 日間／5℃	0.06, 0.02,	0.02, 0.01	0.02	0.03
14 日間／5℃	<0.01, <0.01,	<0.01, <0.01	—	<0.01
0 日間／35℃	0.23, 0.07,	0.17, 0.05	0.08	0.13
1 日間／35℃	0.02, <0.01,	<0.01, <0.01	—	0.01
3 日間／35℃	<0.01, <0.01,	<0.01, <0.01	—	<0.01

備考：試料は採取後，保存せずに直ちに分析

SD：標準偏差，()内は平均値が定量限界値の 20 倍以上の場合に算出した相対標準偏差

表 4. ヨウ化メチルの分析結果 (続き)

表 4-8. アズキ

産地 保管日数／温度	分析値 (mg/kg)			
	分析値①	分析値②	R ^a	平均値 ^b
北海道				
—	<0.01,	<0.01	—	<0.01
0 日間／5℃	3.30,	2.85	0.45 (15)	3.08
1 日間／5℃	0.27,	0.16	0.11 (50)	0.22
3 日間／5℃	0.02,	0.02,	—	0.02
	0.02,	<0.01		
7 日間／5℃	0.02,	0.02,	0.01 (29)	0.02
	0.01,	0.01		
14 日間／5℃	<0.01,	<0.01,	—	<0.01
	<0.01,	<0.01		
0 日間／35℃	0.07,	0.05	0.02	0.06
1 日間／35℃	<0.01,	<0.01	—	<0.01

備考：試料は採取後，保存せずに直ちに分析

^a()内は平均値が定量限界値の 20 倍以上の場合に算出した変動係数

2 連分析；変動係数 = (分析値の差／平均値) × 100 4 連分析；相対標準偏差

^b JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出

表 4. ヨウ化メチルの分析結果 (続き)

表 4-9. インゲン豆

産地 保管日数／温度	分析値 (mg/kg)			
	分析値①	分析値②	SD	平均値
北海道				
—	<0.01,	<0.01	—	<0.01
0 日間／5℃	3.71, 2.06,	2.76, 1.86	0.84 (32)	2.60
1 日間／5℃	1.95, 0.90,	1.02, 0.63	0.57 (51)	1.13
3 日間／5℃	0.32, 0.25,	0.29, 0.15	0.07 (30)	0.25
7 日間／5℃	0.07, 0.02,	0.03, 0.01	0.03	0.03
12 日間／5℃	<0.01, <0.01,	<0.01, <0.01	—	<0.01
0 日間／35℃	0.05, 0.03,	0.03, 0.03	0.01	0.04
1 日間／35℃	<0.01, <0.01,	<0.01, <0.01	—	<0.01

備考：試料は採取後，保存せずに直ちに分析

SD：標準偏差，()内は平均値が定量限界値の 20 倍以上の場合に算出した相対標準偏差

表 5. 回収率

作物	添加濃度 ^a (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	SD	RSDr (%)
小麦	0.01	97, 102, 108, 108, 128	109	11.8	11
	0.5	97, 97, 100, 100, 105	100	3.3	3
	20	101, 102, 103, 103, 104	103	1.1	1
大麦	0.01	112, 115, 115, 117, 117	115	2.0	2
	0.5	108, 109, 111, 112, 112	110	1.8	2
	20	84, 85, 86, 86, 88	86	1.5	2
トウモロコシ	0.01	90, 92, 95, 98, 100	95	4.1	4
	0.5	79, 88, 89, 90, 92	88	5.0	6
	20	82, 85, 86, 90, 90	87	3.4	4
モロコシ	0.01	98, 98, 110, 110, 123	108	10.4	10
	0.5	99, 99, 99, 101, 103	100	1.8	2
	10	94, 92, 89, 84, 74	87	8.0	9
	50	87, 87, 89, 90, 92	89	2.1	2
ゴマ	0.01	88, 88, 98, 98, 102	95	6.4	7
	0.5	93, 94, 98, 101, 106	98	5.3	5
	20	92, 92, 95, 98, 98	95	3.0	3
ナタネ	0.01	101, 105, 111, 115, 119	110	7.3	7
	0.5	97, 99, 102, 103, 116	103	7.4	7
	10	96, 98, 102, 102, 103	100	3.0	3
ダイズ	0.01	89, 91, 94, 99, 101	95	5.1	5
	0.5	89, 90, 91, 92, 94	91	1.9	2
	10	69, 78, 79, 81, 85	78	5.9	8
アズキ	0.01	114, 116, 117, 119, 120	117	2.4	2
	0.5	109, 110, 110, 111, 112	110	1.1	1
	10	78, 81, 82, 94, 96	86	8.2	10

SD : 標準偏差 RSDr : 併行相対標準偏差

表 6. 残留ヨウ化メチルの半減期の算出結果

表 6-1. くん蒸・保管温度 5℃

試料	C _t /C ₀ 回帰式: $\ln C_t/C_0 = -k \cdot t + b$			推定半減期 (t _{1/2} , 日)	使用データ
	-k	b	r		
小麦	0.168	2.994	-0.950	4.1	0～42 日 (n=9)
大麦	0.241	3.594	-0.903	2.9	0～14 日 (n=5)
トウモロコシ	0.149	3.965	-0.939	4.7	0～21 日 (n=6)
モロコシ	0.175	2.832	-0.949	4.0	0～42 日 (n=9)
ゴマ	0.086	3.406	-0.921	8.1	0～42 日 (n=9)
ナタネ	0.050	4.062	-0.934	13.8	0～42 日 (n=9)
ダイズ	0.319	3.920	-0.970	2.2	0～14 日 (n=5)
アズキ	0.363	2.595	-0.817	1.9	0～14 日 (n=5)
インゲン豆	0.440	4.027	-0.972	1.6	0～12 日 (n=5)

C_t/C₀: 初期値 (C₀: 排気直後の分析値) に対する t 日後のヨウ化メチル残留濃度の比率。

データ処理の詳細は本文 9 項を参照。

表 6-2. くん蒸・保管温度 35℃

試料	C _t /C ₀ 回帰式: $\ln C_t/C_0 = -k \cdot t + b$			推定半減期 (t _{1/2} , 日)	使用データ
	-k	b	r		
小麦	0.713	3.318	-0.901	1.0	0～7 日 (n=4)
大麦	1.600	4.324	-0.989	0.4	0～3 日 (n=3)
トウモロコシ	0.430	3.572	-0.963	1.6	0～14 日 (n=5)
モロコシ	0.704	3.292	-0.891	1.0	0～7 日 (n=4)
ゴマ	0.157	2.938	-0.893	4.4	0～35 日 (n=8)
ナタネ	0.186	4.170	-0.985	3.7	0～28 日 (n=7)
ダイズ	0.980	3.971	-0.873	0.7	0～3 日 (n=3)
アズキ	2.485	4.605	-1.000	0.3	0～1 日 (n=2)
インゲン豆	2.079	4.605	-1.000	0.3	0～1 日 (n=2)

C_t/C₀: 初期値に対する t 日後のヨウ化メチル濃度の比率。

データ処理の詳細は本文 9 項を参照。

付図 1. 作物写真

小麦 (試料の一部)



大麦 (試料の一部)



付図 1. 作物写真 (続き)

トウモロコシ (試料の一部)



モロコシ (試料の一部)



付図 1. 作物写真 (続き)

ゴマ (試料の一部)



ナタネ (試料の一部)



付図 1. 作物写真 (続き)

ダイズ (試料の一部)



アズキ (試料の一部)



付図 1. 作物写真 (続き)

インゲン豆 (試料の一部)



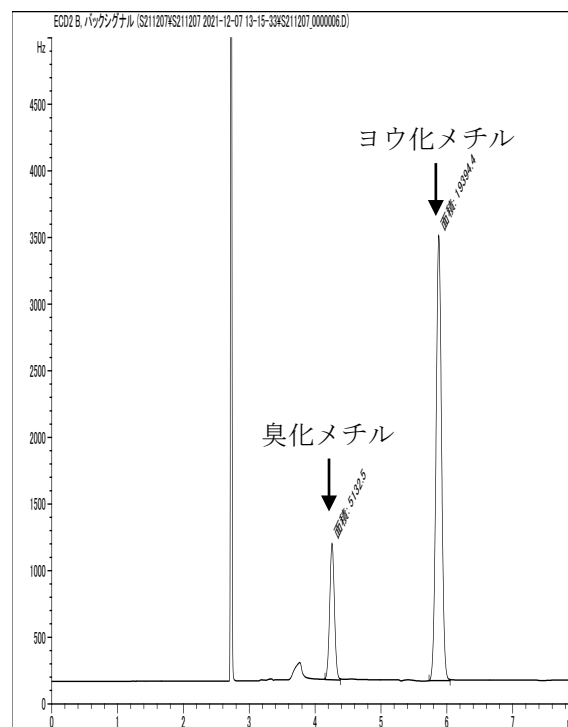
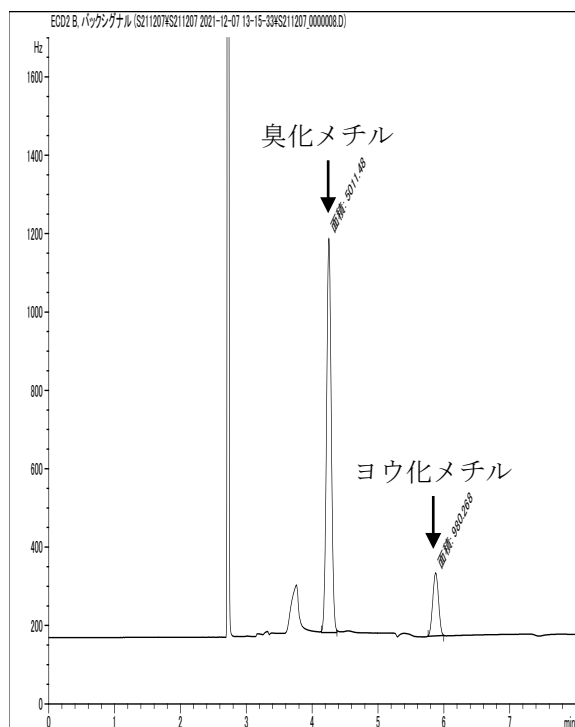
付図 2. クロマトグラムの一例

付図 2-1. 標準品のクロマトグラム

ヨウ化メチル 0.00025 mg/L (定量限界相当量) ヨウ化メチル 0.005 mg/L

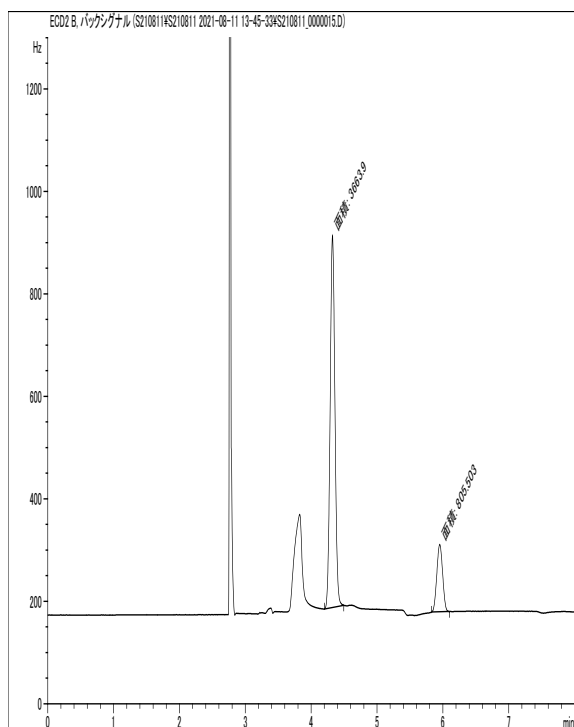
臭化メチル 1 mg/L

臭化メチル 1 mg/L

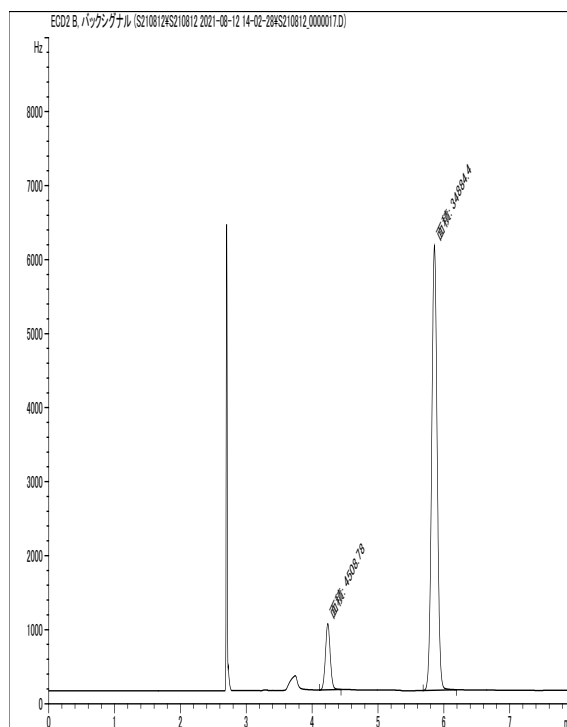


付図 2-2. 回収率のクロマトグラム

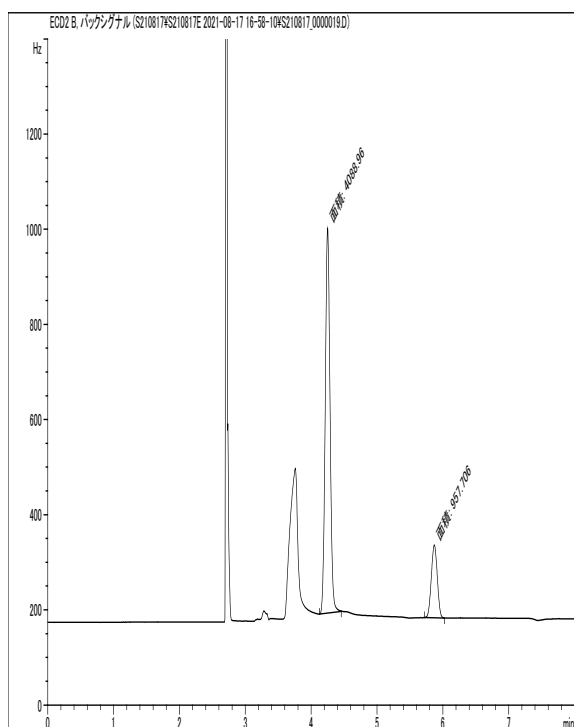
小麦 0.01 mg/kg 添加



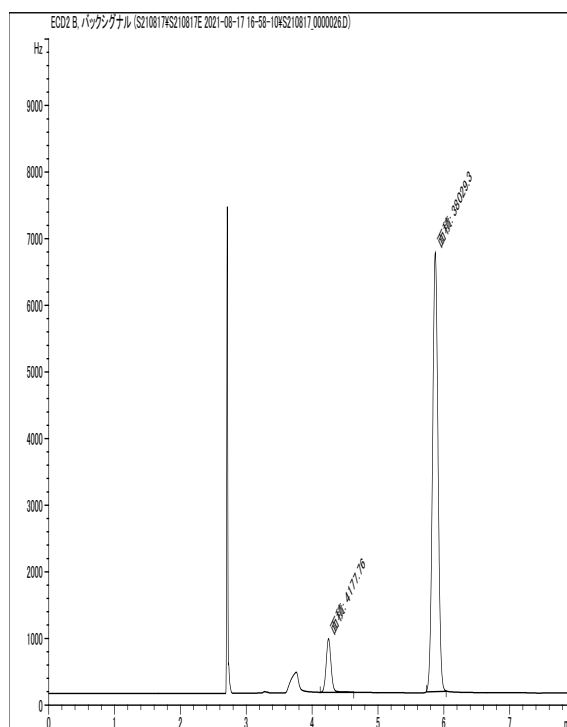
小麦 0.5 mg/kg 添加



大麦 0.01 mg/kg 添加

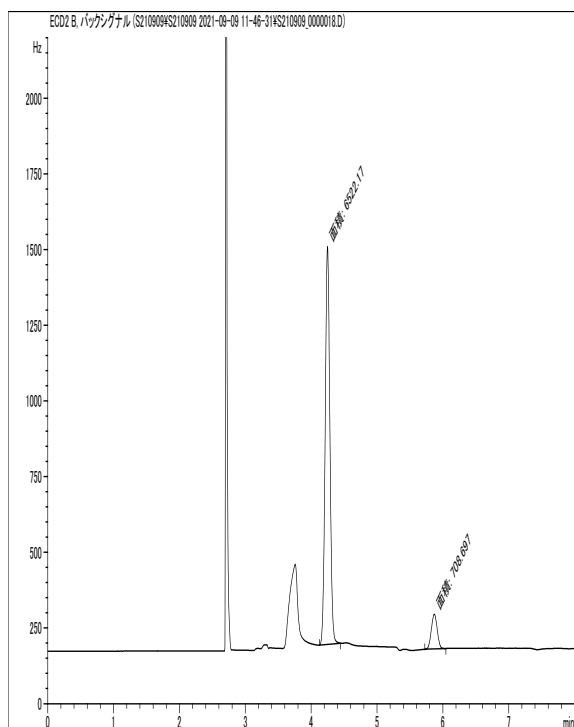


大麦 0.5 mg/kg 添加

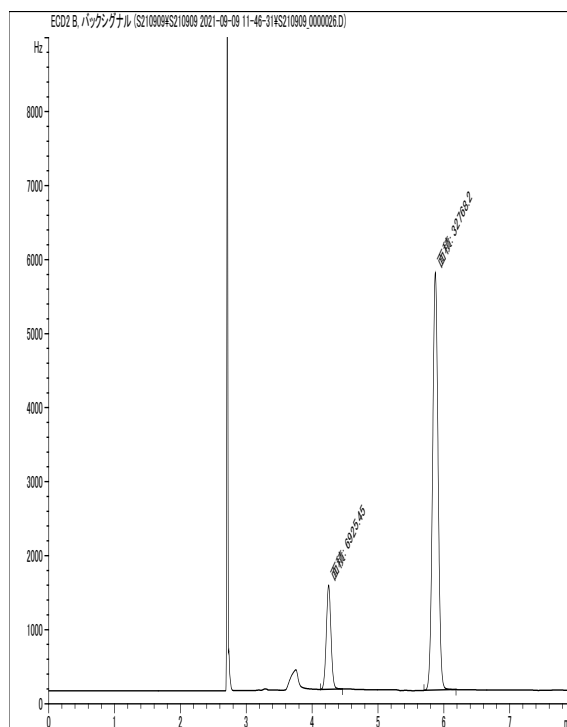


付図 2-2. 回収率のクロマトグラム (続き)

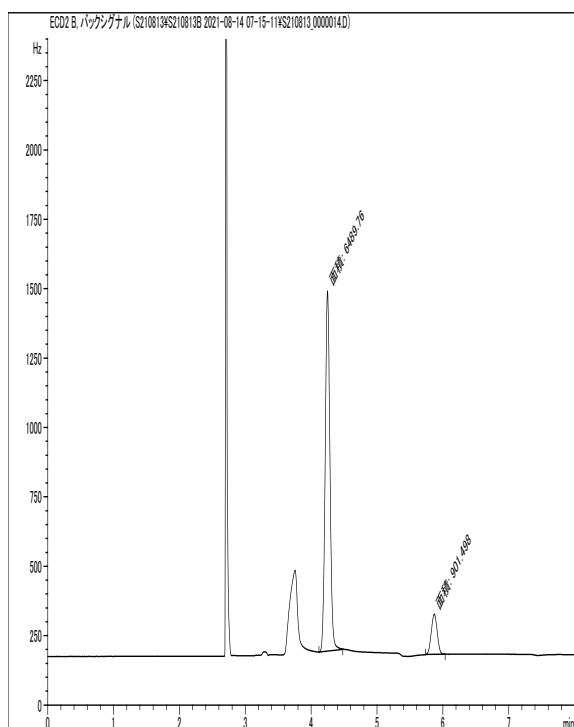
トウモロコシ 0.01 mg/kg 添加



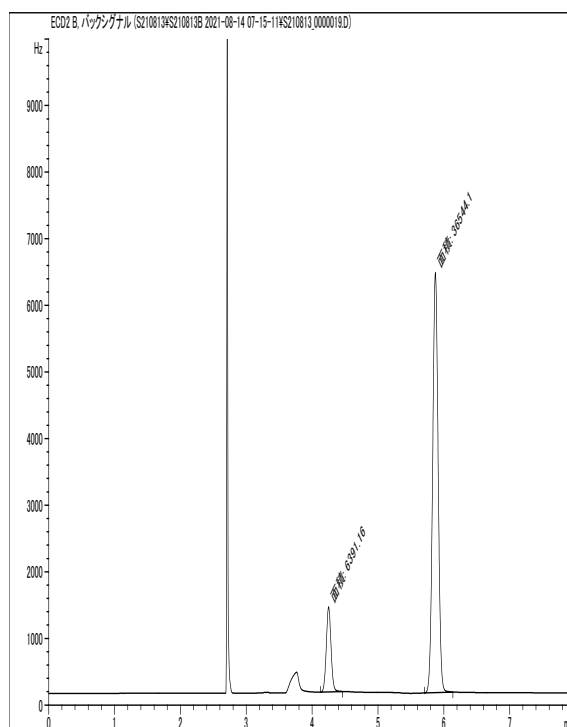
トウモロコシ 0.5 mg/kg 添加



モロコシ 0.01 mg/kg 添加

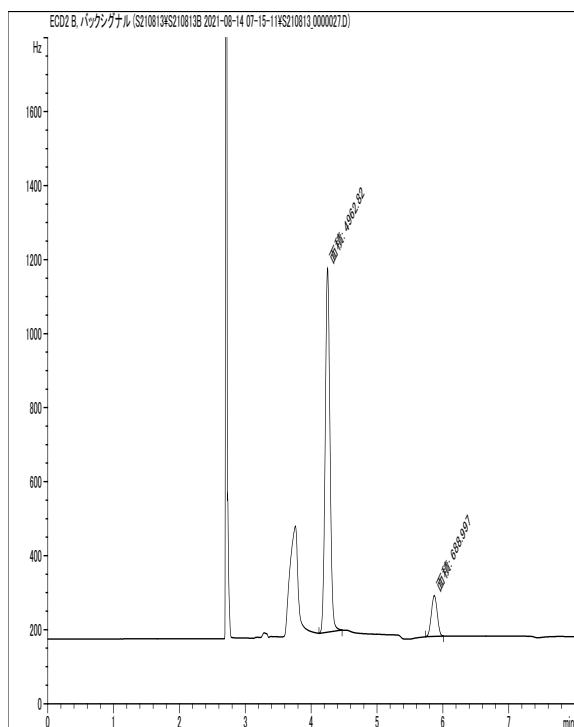


モロコシ 0.5 mg/kg 添加

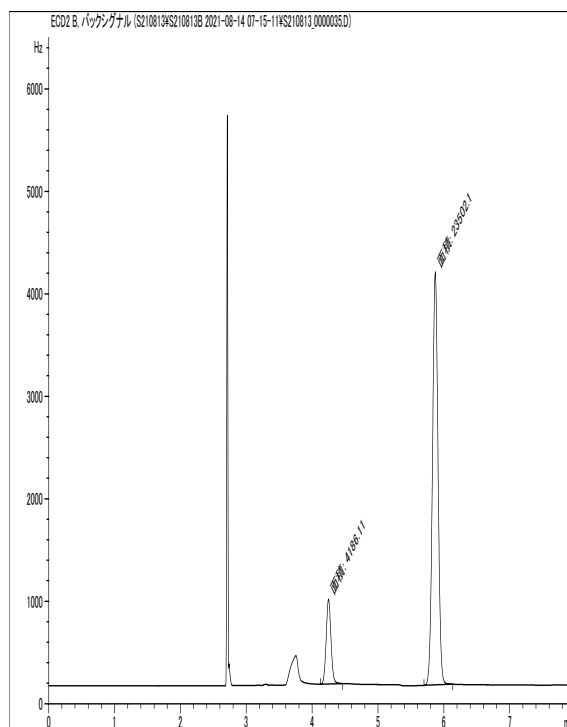


付図 2-2. 回収率のクロマトグラム (続き)

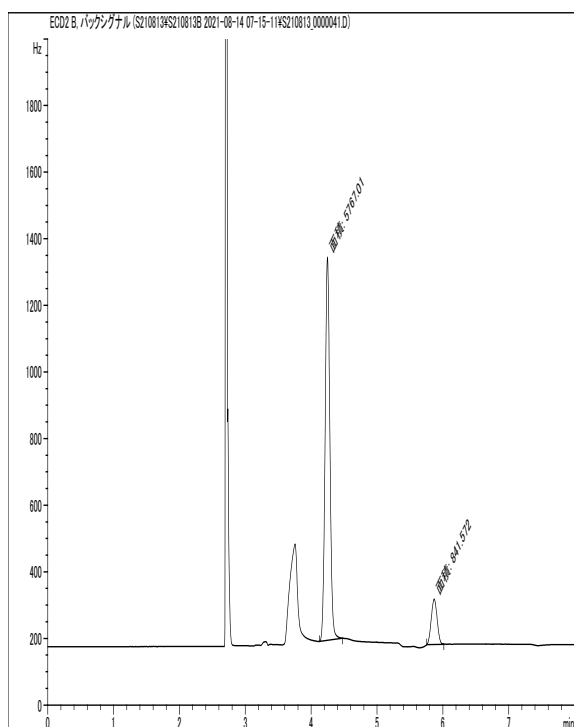
ゴマ 0.01 mg/kg 添加



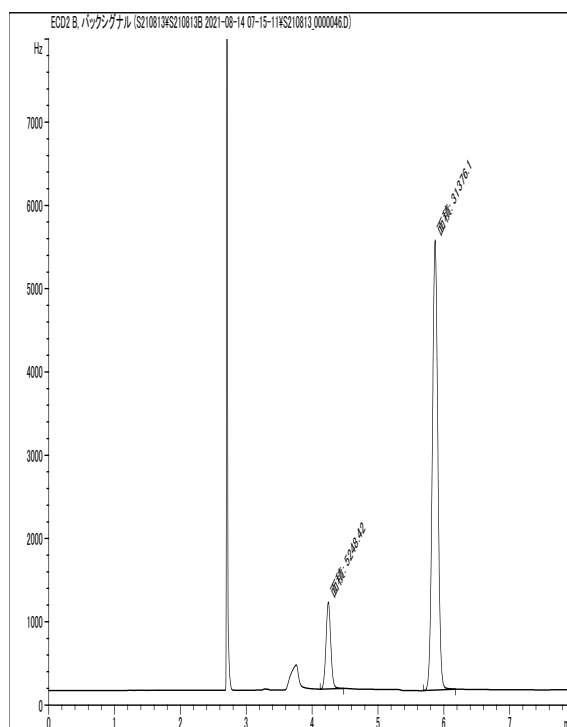
ゴマ 0.5 mg/kg 添加



ナタネ 0.01 mg/kg 添加

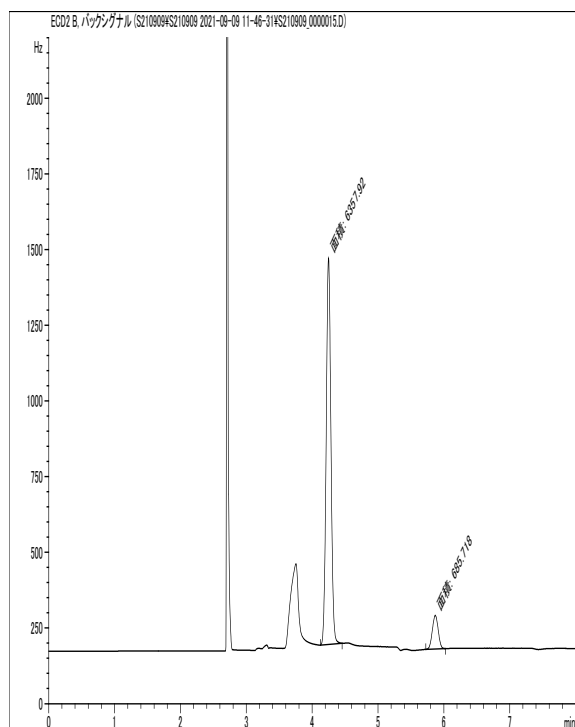


ナタネ 0.5 mg/kg 添加

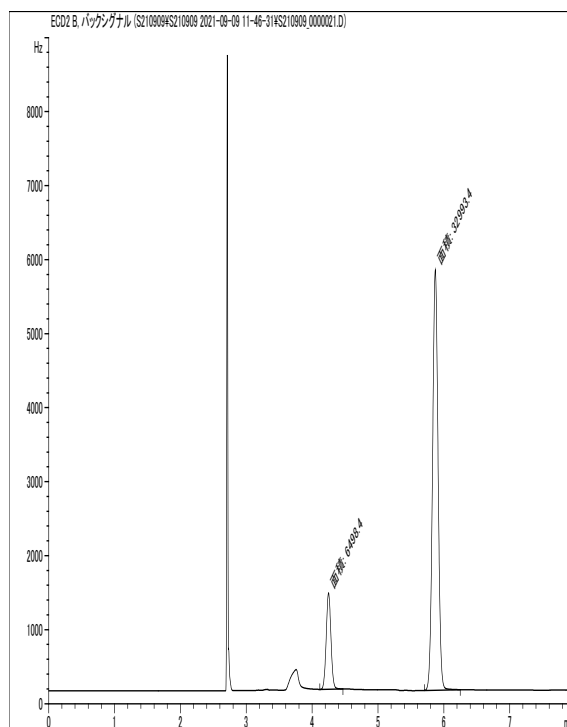


付図 2-2. 回収率のクロマトグラム (続き)

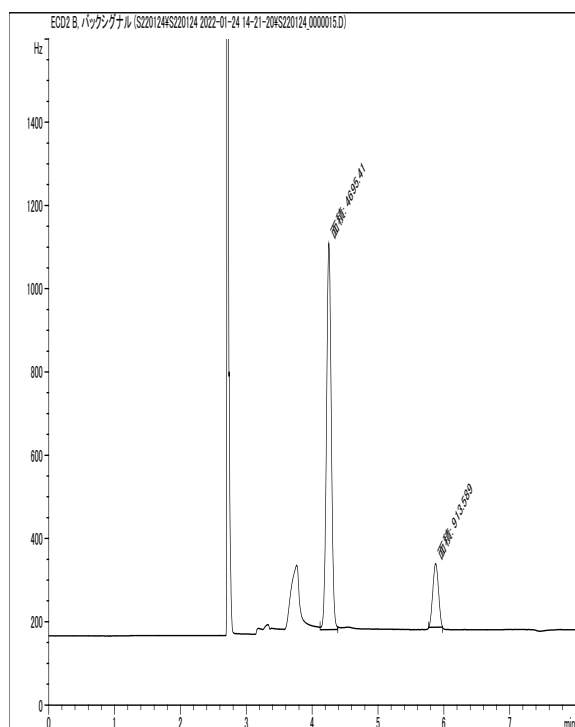
ダイズ 0.01 mg/kg 添加



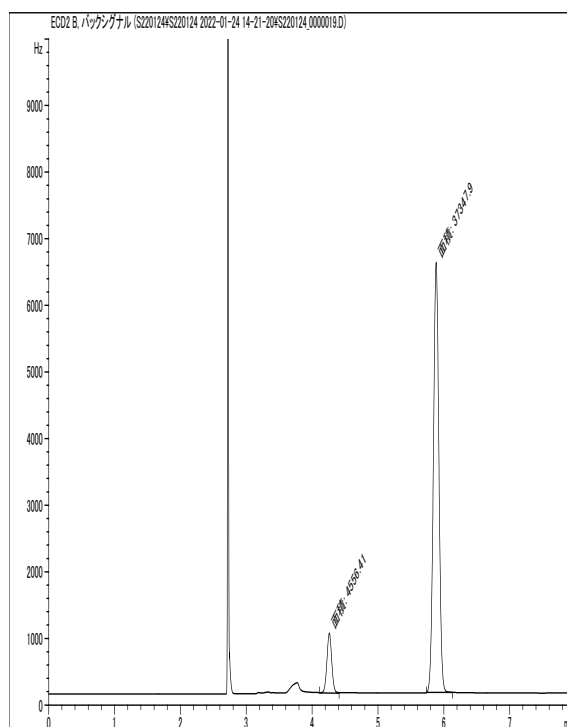
ダイズ 0.5 mg/kg 添加



アズキ 0.01 mg/kg 添加

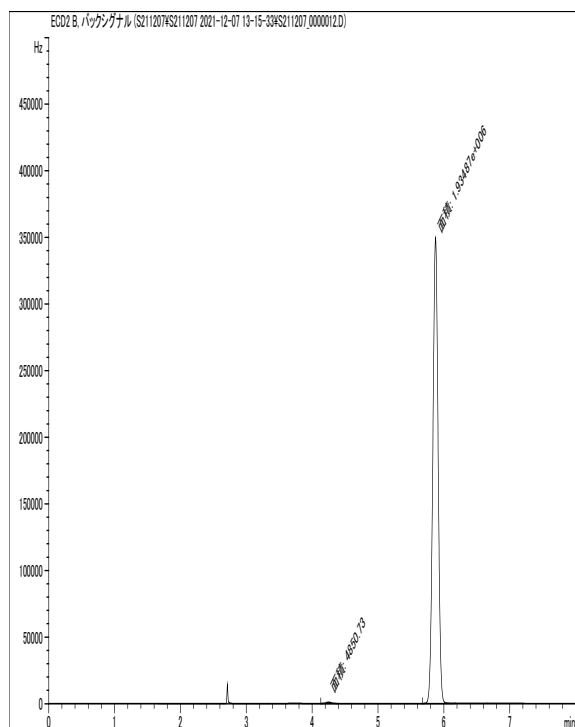


アズキ 0.5 mg/kg 添加

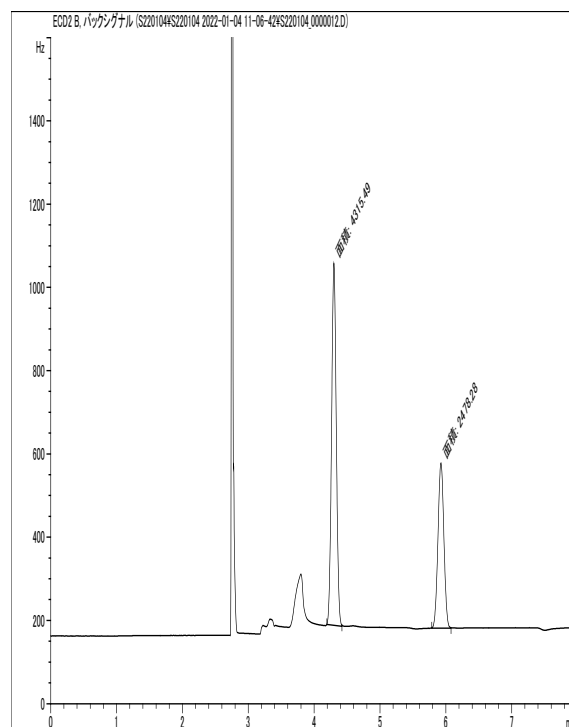


付図 2-3. 小麦のクロマトグラム

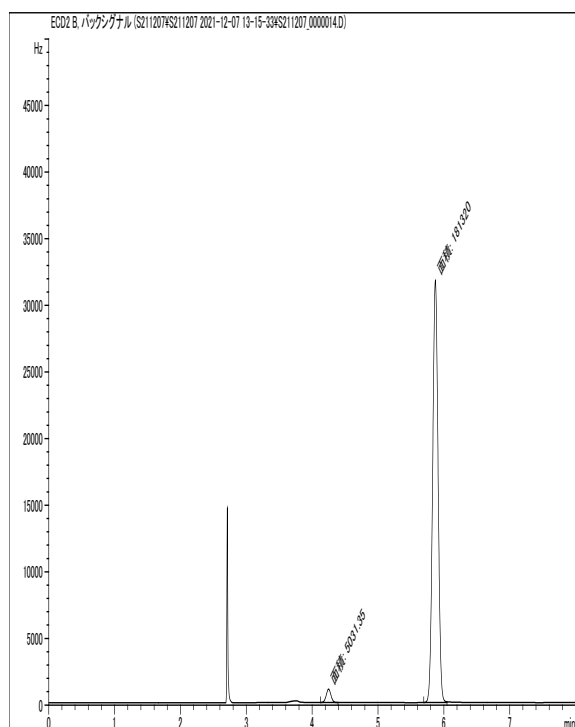
5℃ くん蒸直後



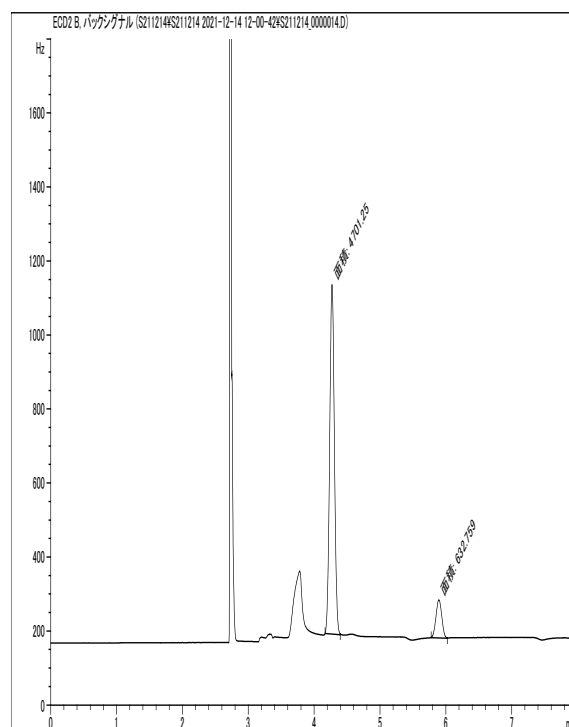
5℃ くん蒸 28 日後



35℃ くん蒸直後

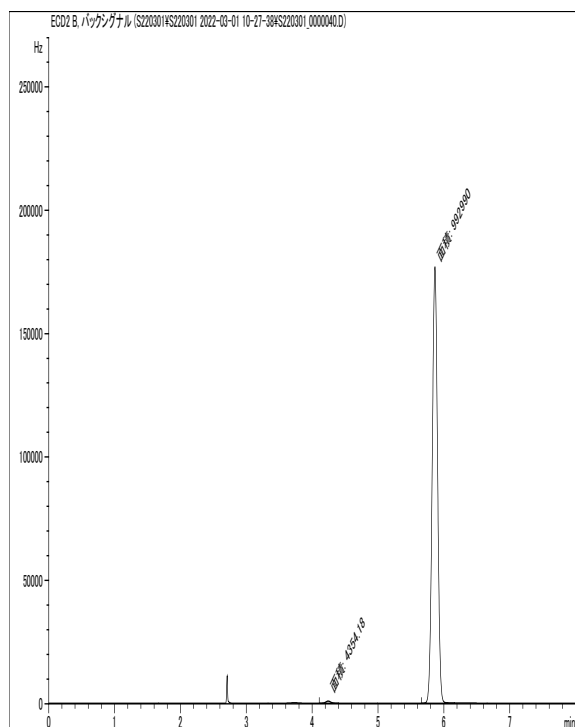


35℃ くん蒸 7 日後

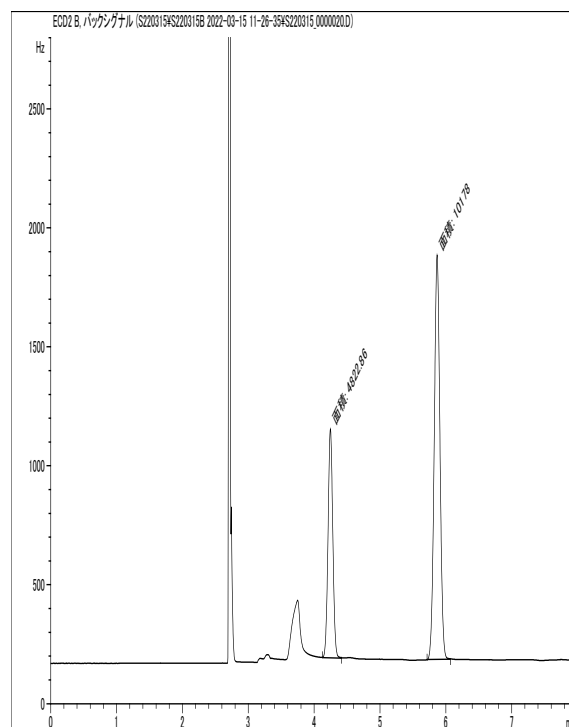


付図 2-4. 大麦のクロマトグラム

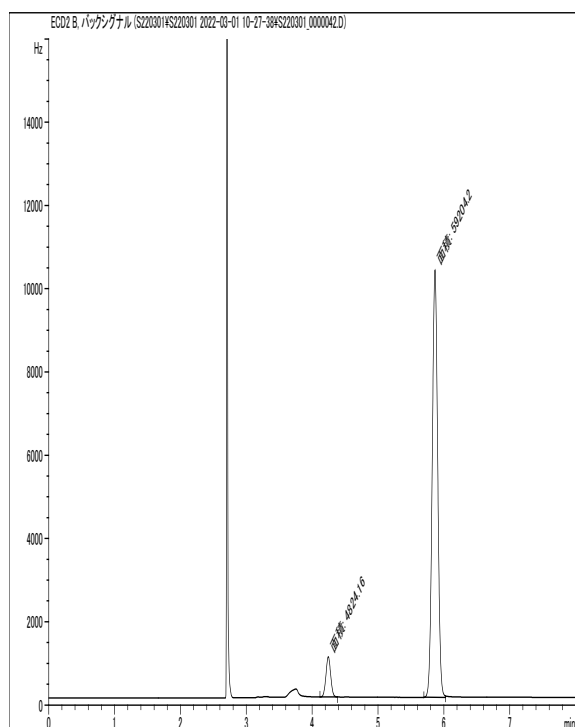
5℃ くん蒸直後



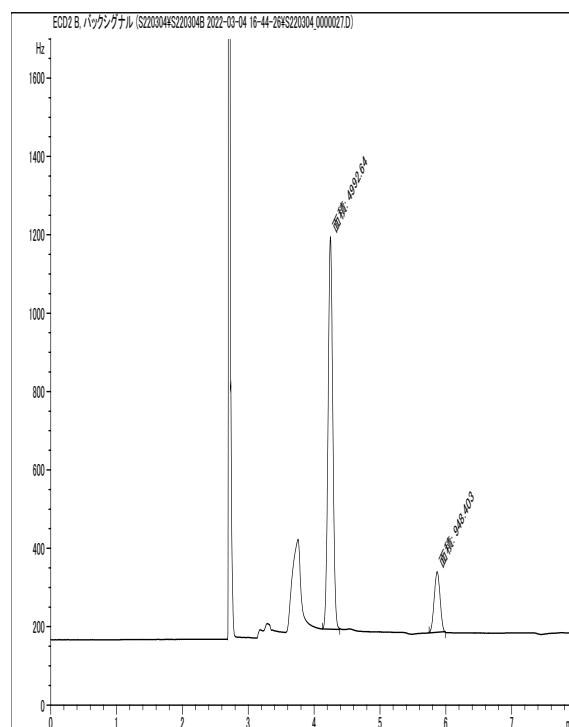
5℃ くん蒸 14 日後



35℃ くん蒸直後

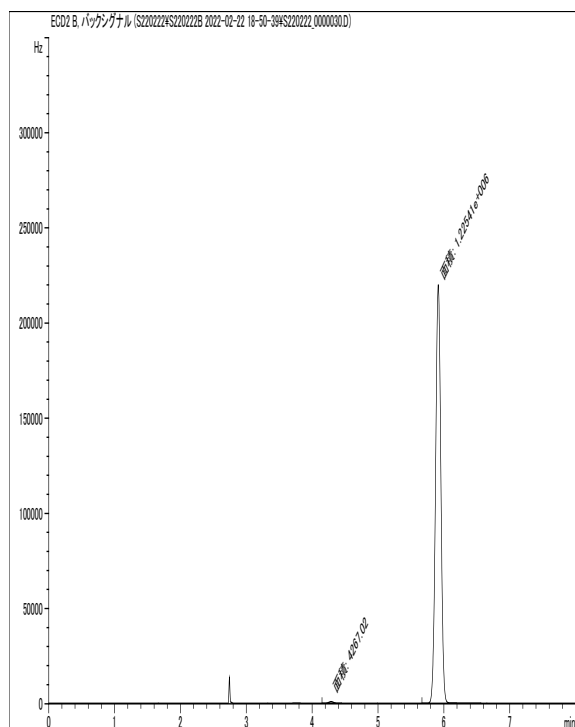


35℃ くん蒸 3 日後

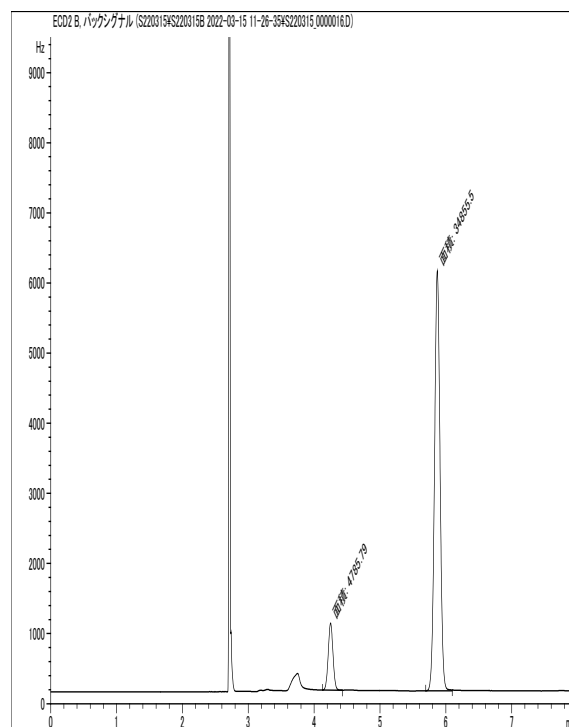


付図 2-5. トウモロコシのクロマトグラム

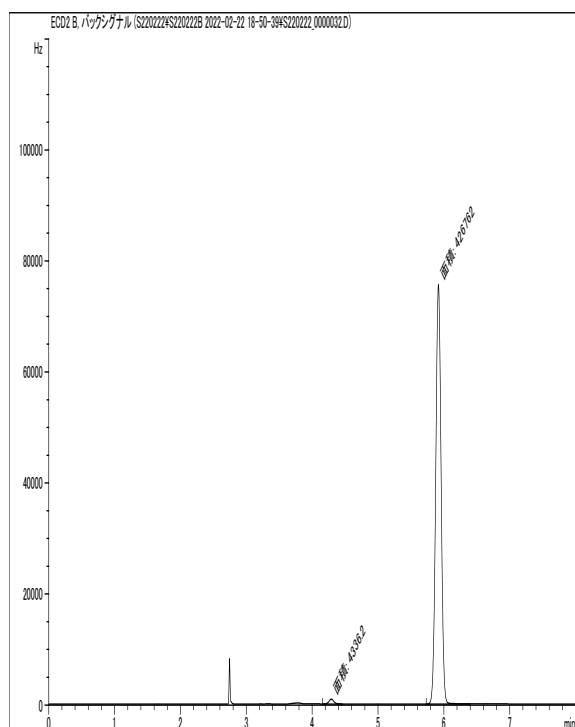
5°C くん蒸直後



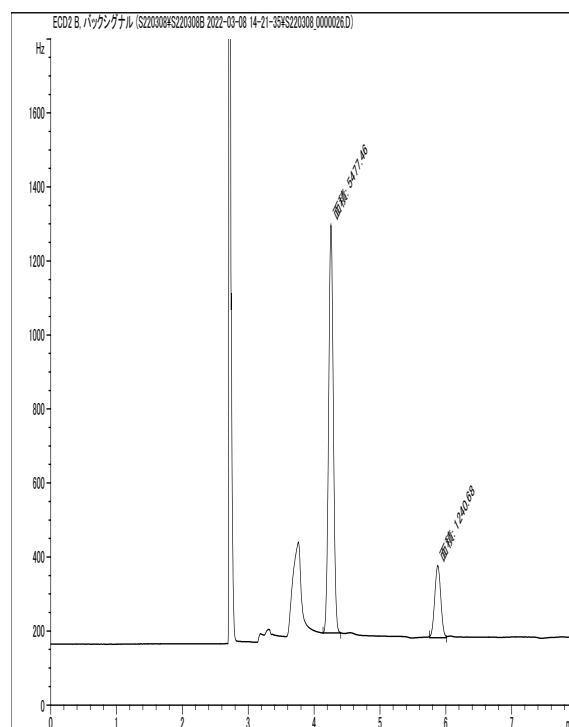
5°C くん蒸 21 日後



35°C くん蒸直後

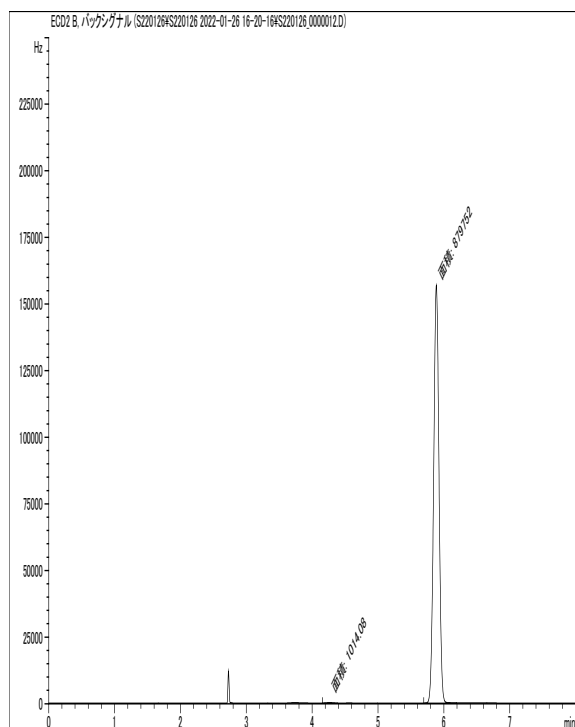


35°C くん蒸 14 日後

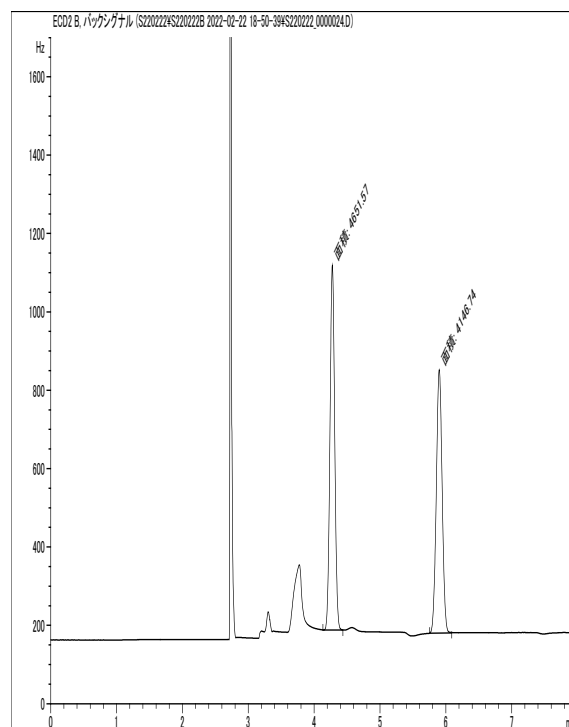


付図 2-6. モロコシのクロマトグラム

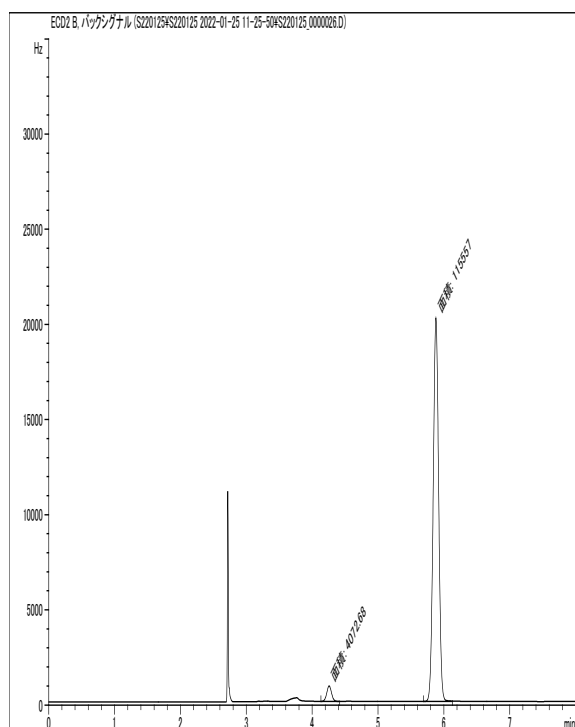
5℃ くん蒸直後



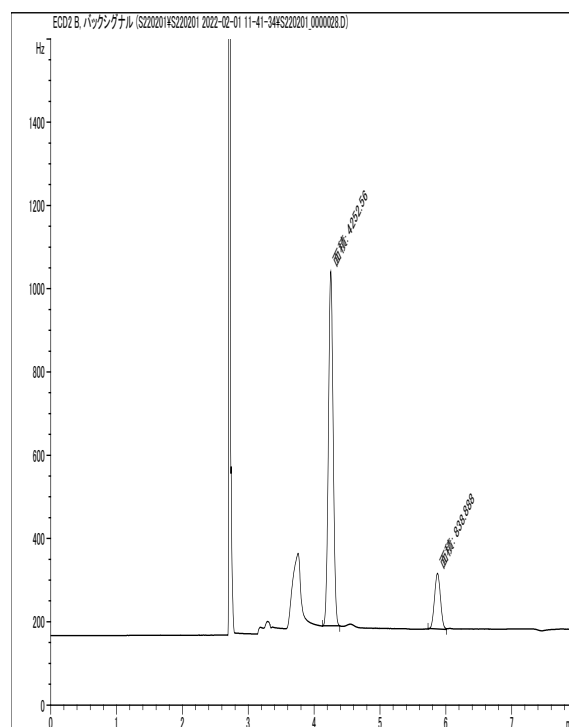
5℃ くん蒸 28 日後



35℃ くん蒸直後

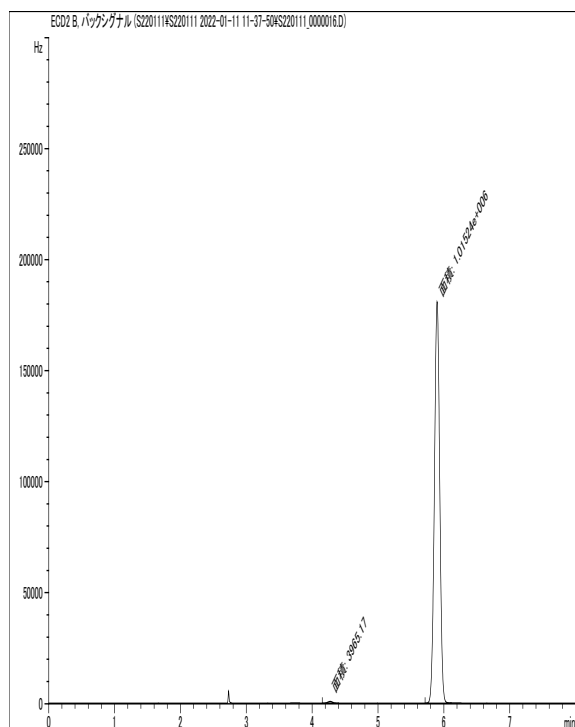


35℃ くん蒸 7 日後

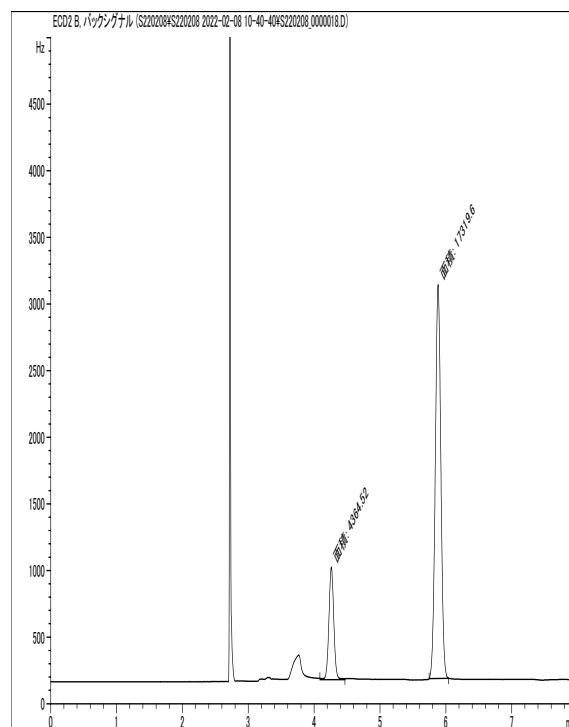


付図 2-7. ゴマのクロマトグラム

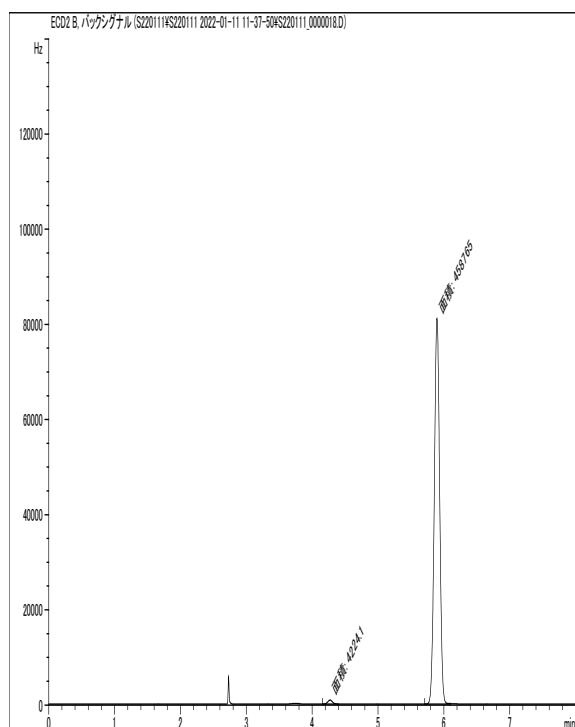
5°C くん蒸直後



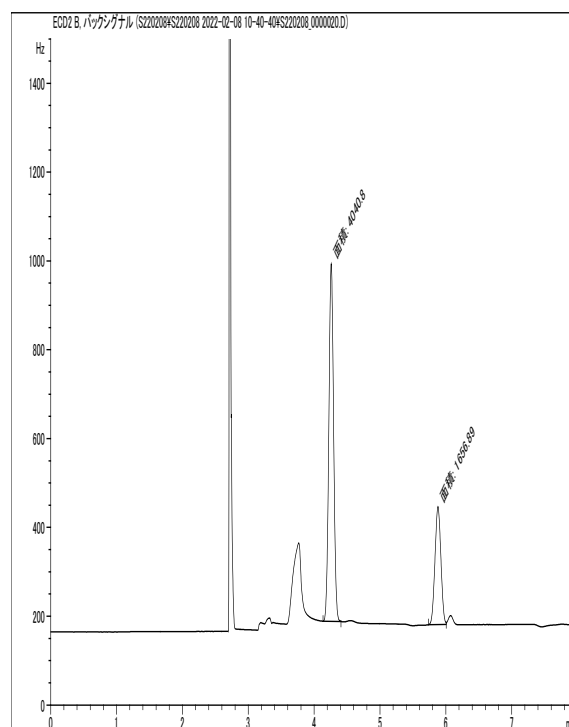
5°C くん蒸 28 日後



35°C くん蒸直後

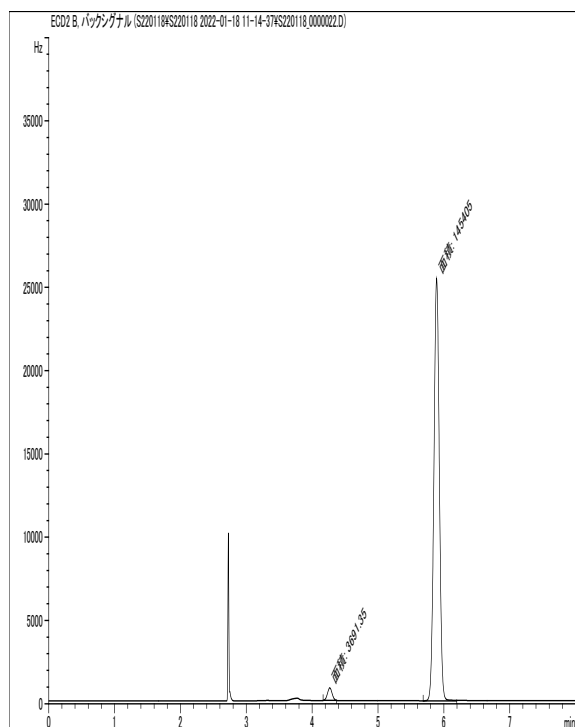


35°C くん蒸 28 日後

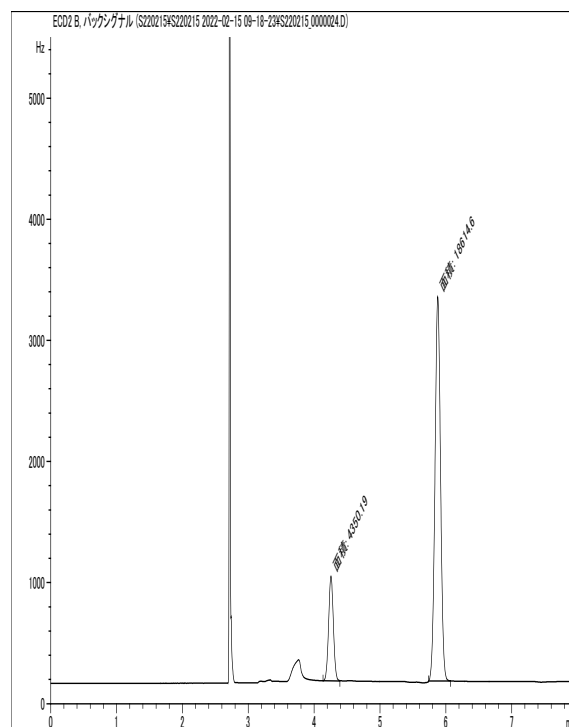


付図 2-8. ナタネのクロマトグラム

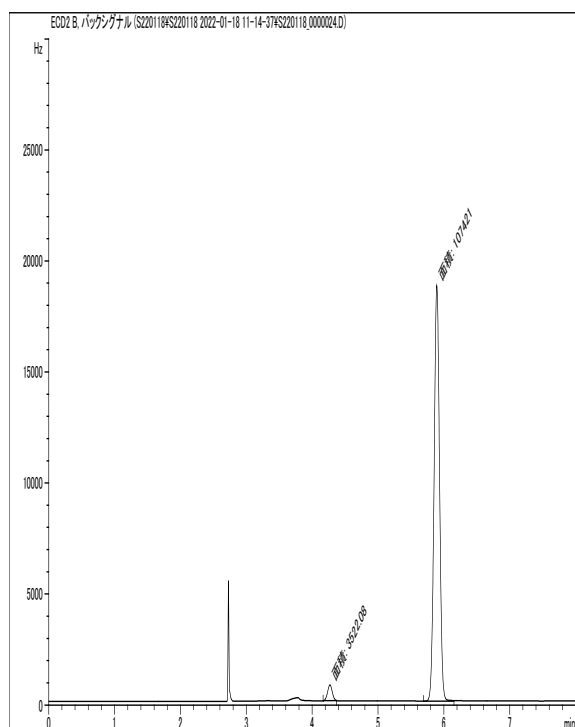
5°C くん蒸直後



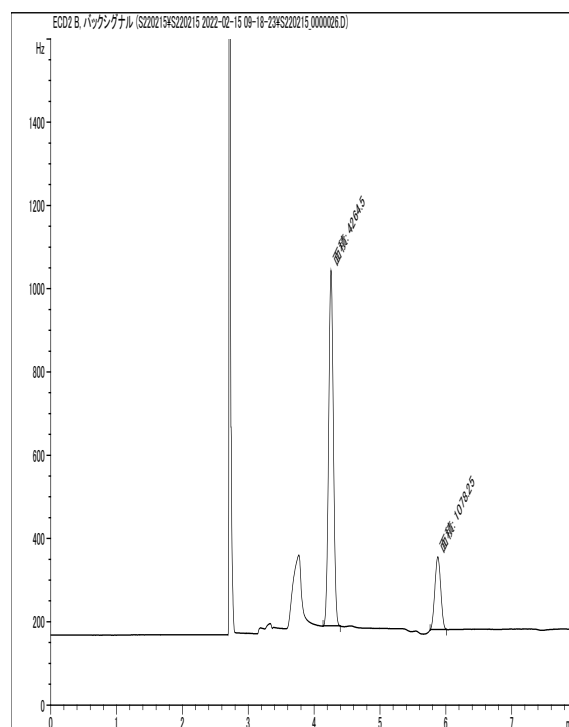
5°C くん蒸 28 日後



35°C くん蒸直後

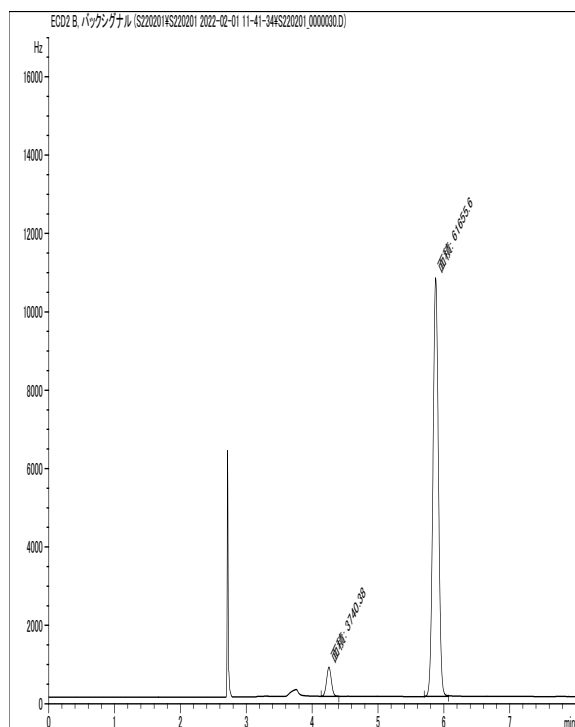


35°C くん蒸 28 日後

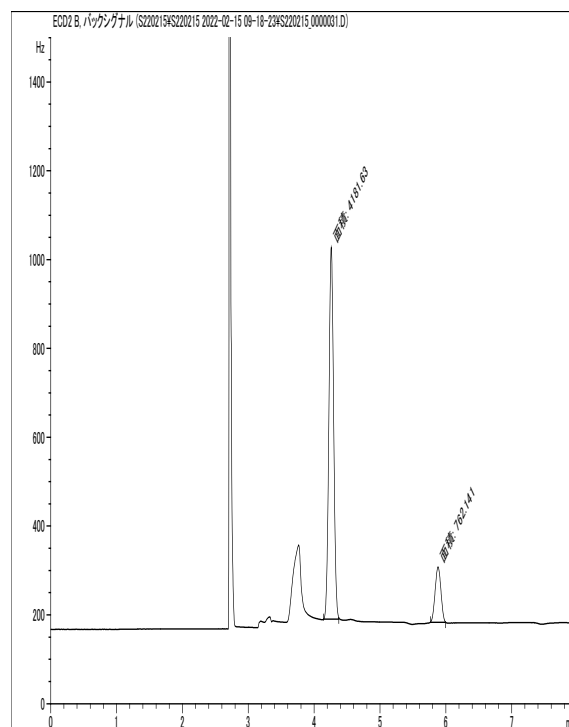


付図 2-9. ダイズのクロマトグラム

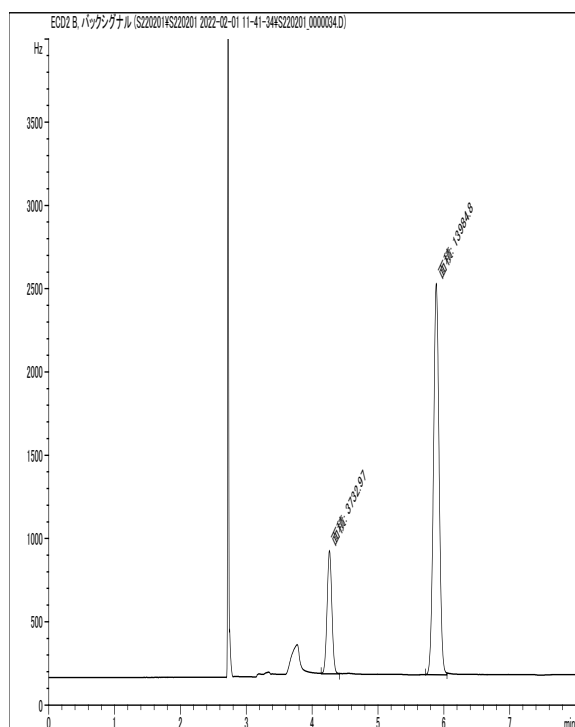
5℃ くん蒸直後



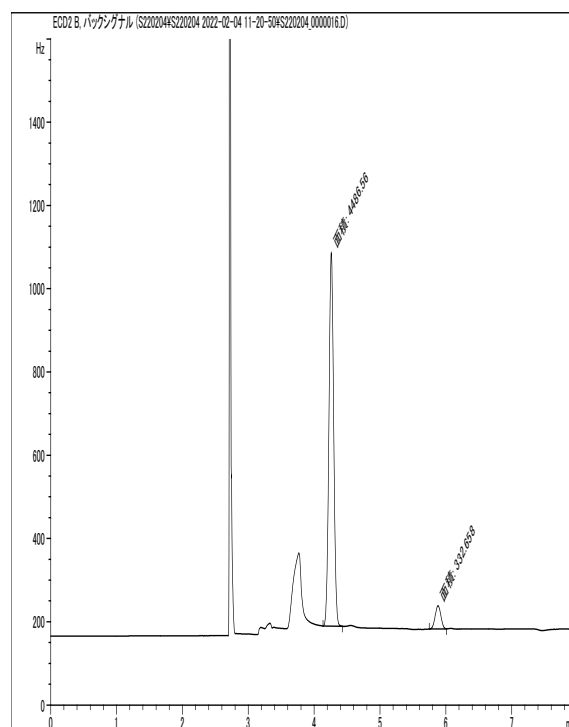
5℃ くん蒸 14 日後



35℃ くん蒸直後

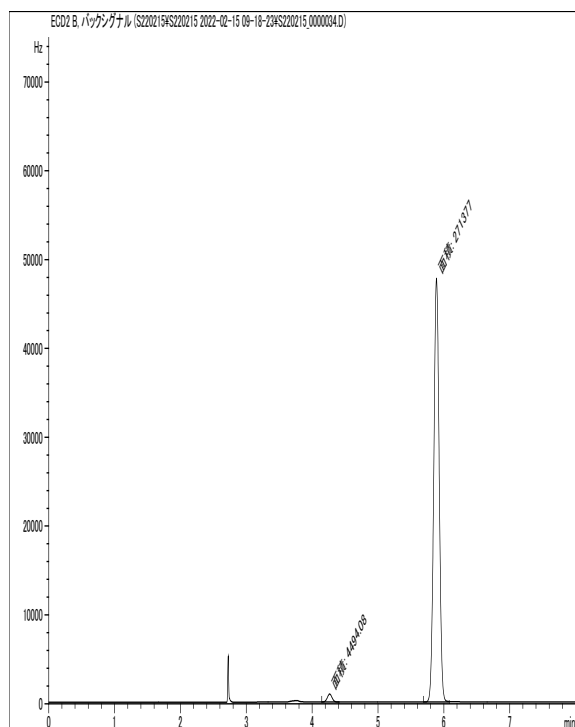


35℃ くん蒸 3 日後

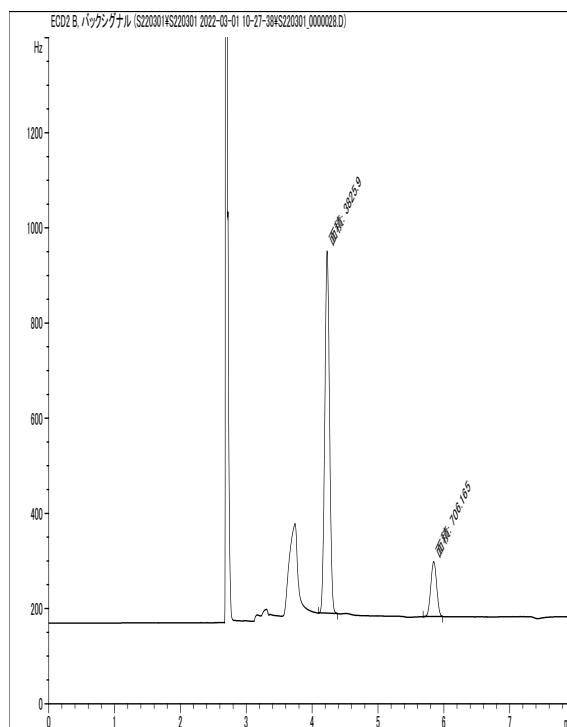


付図 2-10. アズキのクロマトグラム

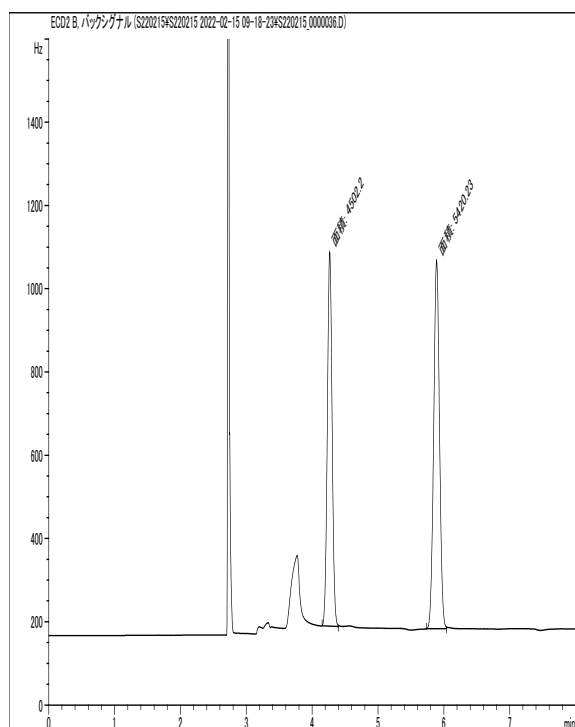
5℃ くん蒸直後



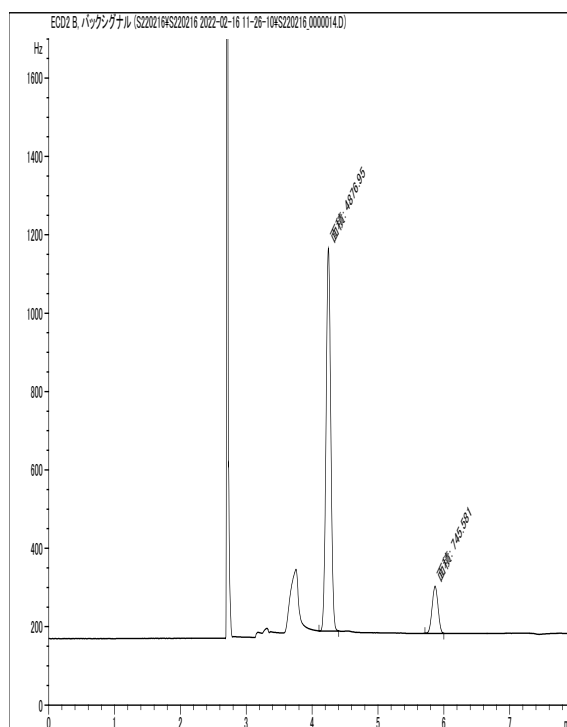
5℃ くん蒸 14 日後



35℃ くん蒸直後

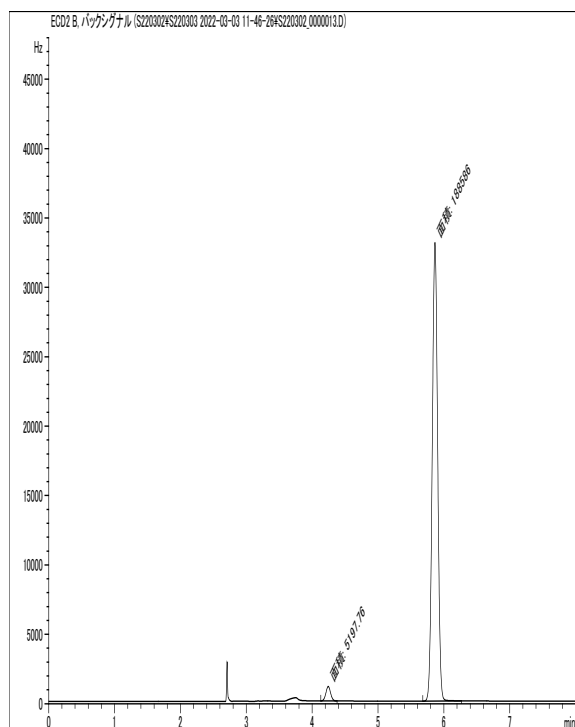


35℃ くん蒸 1 日後

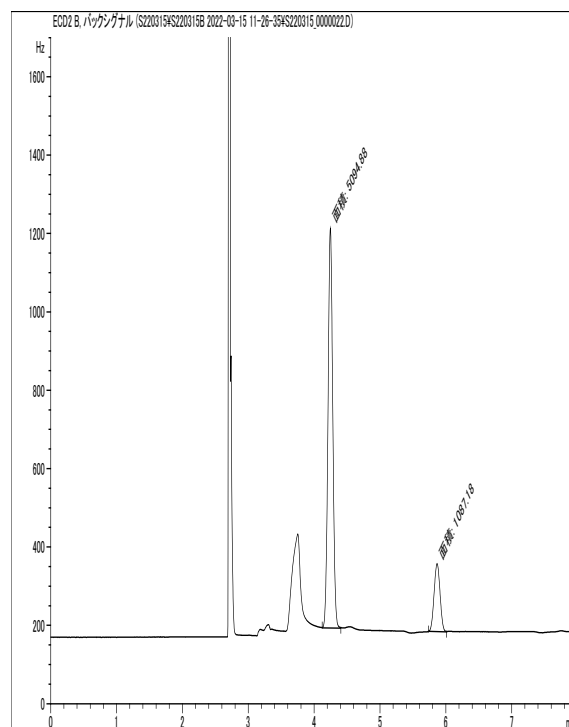


付図 2-11. インゲン豆のクロマトグラム

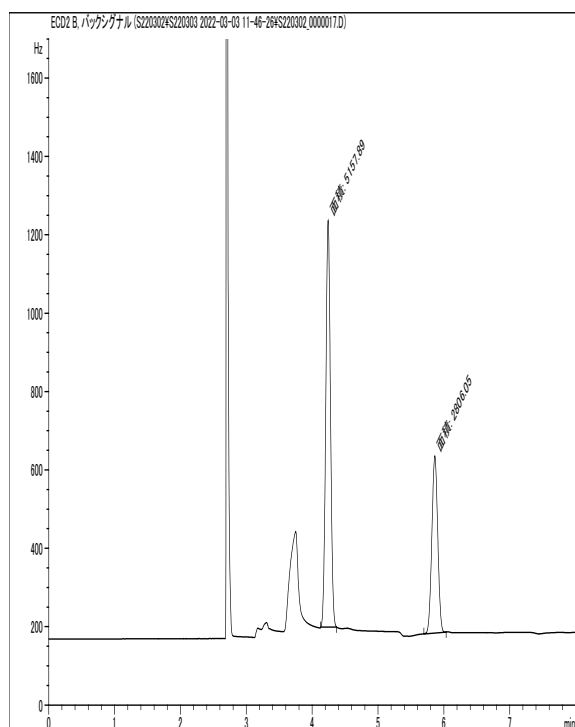
5℃ くん蒸直後



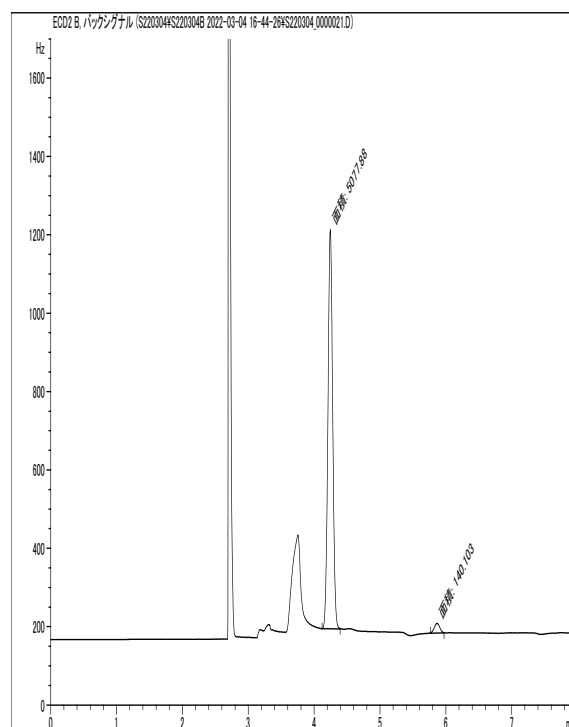
5℃ くん蒸 12 日後



35℃ くん蒸直後



35℃ くん蒸 1 日後



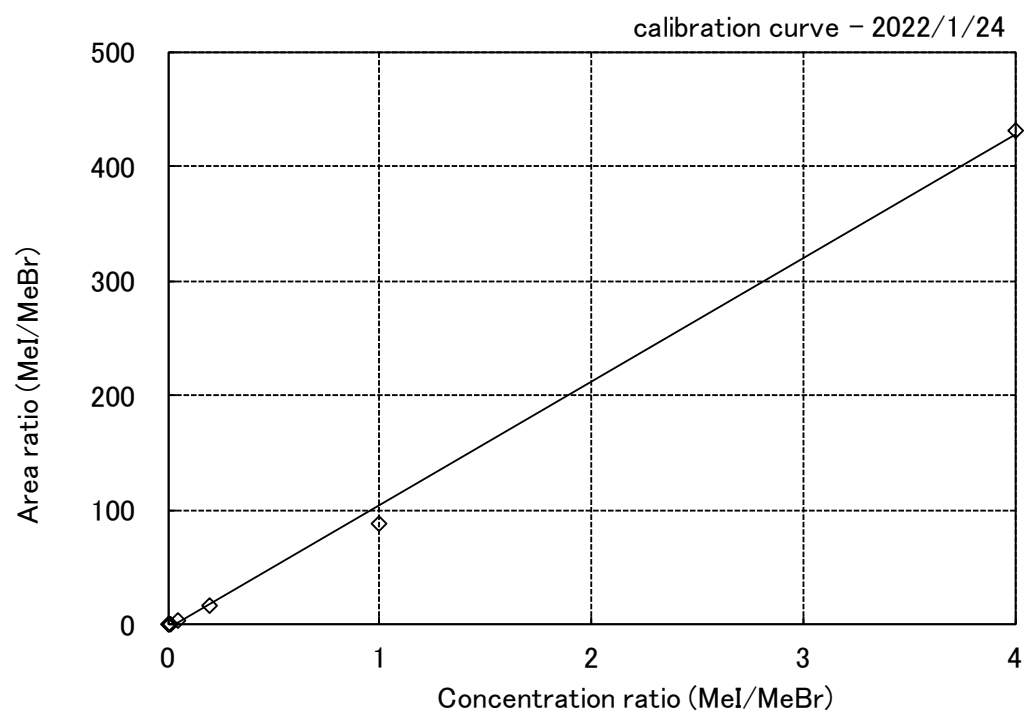
付図 3. 検量線の一例

calibration curve --- 2022/1/24

Methyl iodide

$$y = 107.796428 x - 3.619909805$$

$$r = 0.999050678$$



付表 1. 作物別の臭化メチルくん蒸実績（乾燥品の 2017～2019 年平均）

品目	分類	科目	検査量 (t)	くん蒸 件数	くん蒸量 (t)	くん蒸 率
トウモロコシ	穀類	イネ科	15,812,347	493.7	1,695,226	10.7
ダイズ	豆類	マメ科	3,297,378	266.3	761,382	23.1
小麦	穀類	イネ科	5,611,047	77.7	178,248	3.2
大麦	穀類	イネ科	1,218,560	40.0	112,551	9.2
ナタネ	油料	アブラナ科	2,386,284	12.7	57,072	2.4
モロコシ	穀類	イネ科	533,347	15.0	30,968	5.8
ゴマ	油料	ゴマ科	172,145	70.3	15,333	8.9
カカオ	嗜好品	アオギリ科	56,245	75.3	6,324	11.2
コーヒー	嗜好品	アカネ科	417,597	75.3	4,476	1.1
クリ	嗜好品	ブナ科	3,637	28.3	585	16.1
ライムギ	穀類	イネ科	20,508	1.0	294	1.4
綿実	油料	アオイ科	37,822	0.3	166	0.4
アズキ	豆類	マメ科	24,939	0.3	78	0.3
落花生	豆類	マメ科	37,994	1.7	43	0.1
ヤエナリ	豆類	マメ科	58,248	0.7	33	0.1
インゲン豆	豆類	マメ科	12,474	1.3	14	0.1
ウマゴヤシ属	豆類	マメ科	68	0.3	12	17.6
カシューナッツ*	嗜好品	ウルシ科	10,384	0.7	8	0.6
ハトムギ	嗜好品	イネ科	1,337	0.3	7	0.6
ヒヨコマメ	豆類	マメ科	2,253	0.7	6	0.3
アワ	穀類	イネ科	3,375	0.3	2	0.1

農林水産省消費・安全局植物防疫課，提供資料

* 殻付き及び殻剥きカシューナッツの含量

付表 2. 検討対象農産品の情報

表 2-1. 栄養成分および分類

	栄養成分の含有率 (%) ^a				分類 ^b (分析, くん蒸)
	水分	タンパク質	脂質	炭水化物	
小麦	12.5	10.6	3.1	72.2	穀類 (HS, イ群)
大麦	14.0	10.9	2.1	72.1	穀類 (HS, イ群)
トウモロコシ	14.5	8.6	5.0	70.6	穀類 (HS, ロ群)
モロコシ	12.0	10.3	4.7	71.1	穀類 (HS, ロ群)
ゴマ	4.7	19.8	51.9	18.4	油糧 (HO, ハ群)
ナタネ	6.0	22.0	49.0	10.2	油糧 (HO, ハ群)
ダイズ	12.4	33.8	19.7	29.5	豆類 (HP, ハ群)
アズキ	15.5	20.3	2.2	58.7	豆類 (HP, ハ群)
インゲン豆	16.5	19.9	2.2	57.8	豆類 (HP, ハ群)

^a 出典：ナタネは Mervat M.Anwar らの文献値 (*Journal of Radiation Research and Applied Sciences* 8, p328-333, 2015), その他は, 食品栄養成分表 七訂, 女子栄養大学, 2017

^b NACCS (輸出入・港湾関連情報センター) 植物検疫分類コード

カッコ内は, OECD 分析法ガイダンスにおける農産品分類コードおよびくん蒸条件の分類
(平成 8 年 12 月 13 日付け 8-235 農産園芸局植物防疫課長通達)

HO: High Oil, HP: High Protein, HS: High Starch

イ群: 収着量が少ない被くん蒸物 (乾物), ロ群: 収着量が中間的な被くん蒸物 (乾物),

ハ群: 収着量が中間的な被くん蒸物 (乾物)

付表 2-2. 産地および重量情報

農産品	産地 (品種等)	千粒重
小麦	三重 (ニシノカオリ)	39.8 g
大麦	富山 (ファイバースノウ)	56.8 g
トウモロコシ	インド (メーズ小粒)	187 g
モロコシ	岩手 (たかきび)	21.8 g
ゴマ	エジプト (金胡麻)	3.84 g
ナタネ	ニュージーランド (キザキ)	5.09 g
ダイズ	広島 (あきまろ)	336 g
アズキ	北海道 (まめやの底力)	143 g
インゲン豆	北海道 (白インゲン)	378 g

付表 3. GLP 適合確認書（農林水産省）

2 消安第4096号-2
令和3年4月7日

一般財団法人残留農薬研究所
理事長 殿

農林水産省消費・安全局長

特定試験成績及びその信頼性の確保のための基準に関する省令第5条から第19条までに定める基準に適合していることの確認及びその調査等について（結果通知）

令和2年12月10日付けで申請のあったこのことについては、調査を行った結果、下記のとおりその適合性を確認しましたので、「特定試験成績及びその信頼性の確保のための基準に関する省令第5条から第19条までに定める基準に適合していることの確認及びその調査等について」（平成30年11月30日付け30消安第4215号農林水産省消費・安全局長通知）の6の（2）に基づき通知します。

記

1. 試験施設の名称
一般財団法人残留農薬研究所
2. 試験施設の所在地
茨城県常総市内守谷町4321番地
3. 適合確認した試験分野
 - （1）原体組成等
 - （2）物理的・化学的性状
 - （3）毒性
 - （4）遺伝毒性
 - （5）残留

付表 3. GLP 適合確認書（農林水産省，続き）

- （6）環境動態
- （7）生態毒性等