

令和4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（生鮮品）における残留性調査

試験番号：IET 22-1018

最終報告書

2023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 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 残留担当部長

飯島 和昭

2023 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 防疫対策室 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)

試験場所 (くん蒸施設)

名称：一般社団法人日本くん蒸技術協会
試験場所管理責任者：大村 克己
担当部署：横浜研究室
所在地：神奈川県横浜市神奈川区出田町 1-33-2 (〒221-0032)

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：2022 年 6 月 10 日 (事業契約日)
第 1 回事業推進会議：2022 年 9 月 13 日 (事業計画検討)
第 2 回事業推進会議：2023 年 2 月 7 日 (事業成果報告)
履行期限：2023 年 3 月 16 日

保管

くん蒸作業関連の生データ等は、一般社団法人日本くん蒸技術協会の資料保管施設で保管する。その他の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、担当部署内の一時保管庫に保管する。

試験従事者

試験責任者： 飯島 和昭

試験担当者

分析担当： 若曾根 佳樹，矢島 智成，小林 修一，山口 優衣，小林 大介

くん蒸担当： 相馬 幸博，高橋 正和，町田 真生

目次

	頁
表紙 -----	1
陳述書 -----	2
試験委託者 -----	3
試験施設 -----	3
試験場所（くん蒸施設） -----	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 -----	4
目次 -----	5
要約 -----	7
1. 目的 -----	12
2. 背景 -----	12
3. 被験物質 -----	12
4. 分析対象物質 -----	13
5. 分析標準物質 -----	14
6. 供試試料 -----	14
7. ヨウ化メチルくん蒸 -----	14
8. 残留分析 -----	15
9. データ処理 -----	18
10. 結果 -----	19
11. 考察 -----	23
12. 結論 -----	24
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 -----	25
14. 参考資料 -----	25

[図]	-----	26
-----	-------	----

図 1. 分析法のフローシート

[表]	-----	27
-----	-------	----

表 1. 作物残留試験の概要

表 2. 試験日程の詳細

表 3. 試料重量表

表 4. ヨウ化メチルの分析結果

表 5. 分析法の妥当性確認結果

表 6. 内部精度管理試料の分析結果

表 7. 試料均質化方法の比較結果

[付図]	-----	40
------	-------	----

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]	-----	72
------	-------	----

付表 1. 検討対象農産品の情報

付表 2. GLP 適合確認書（農林水産省）

[別添]

別添 1. 試料調製報告書

別添 2. 米国内でのヨウ化メチルの登録状況調査報告書

要約

本年度調査では、ヨウ化メチルの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、臭化メチルでの消毒実績が多く、且つ、形状や成分等が異なる生鮮品について、ヨウ化メチルくん蒸した場合の残留量および減衰傾向を調査した。供試試料は、ヨウ化メチル（ヨーカヒューム、有効成分 99.0%以上）くん蒸剤を用いていちご、オクラ、オレンジ、キウイフルーツ、キャベツ、さやえんどう、にんにくおよびピーマンの 8 品目（各 2 産地）をくん蒸して調製した。くん蒸条件は、くん蒸温度 10℃、薬量 48.0 g/m³、収容比 0.1 kg/L または 0.12 kg/L で 3 時間くん蒸とした。くん蒸試料は、残存ガスを 1 時間排気した後、直ちに冷蔵便にて分析場所に送付した。分析試料は、その一部を受領後直ちに分析した（くん蒸 1 日後）。残り試料は、分析場所の保管庫（10℃）で 2 日間保管した後に分析した（くん蒸 3 日後）。さらに、くん蒸 3 日後試料中でヨウ化メチルが検出されたオレンジおよびキャベツについては、試料保管を継続してくん蒸 7 日後にも分析した。

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。オレンジ、キウイフルーツ、さやえんどう、にんにくおよびピーマンの 5 品目での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。また、併行分析した内部精度管理試料の分析値に問題は認められなかった。

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 (%)
オレンジ	果実	0.01	5	88	9.1	10
		0.5	5	81	2.9	4
キウイフルーツ	果実	0.01	5	80	7.7	10
		0.5	5	71	4.2	6
さやえんどう	さや	0.01	5	72	3.1	4
		0.5	5	70	1.4	2
にんにく	鱗茎	0.01	5	76	7.9	10
		0.5	5	83	5.6	7
ピーマン	果実	0.01	5	75	8.0	11
		0.5	5	87	2.3	3

SD: 標準偏差 RSDr: 併行相対標準偏差

くん蒸試料中のヨウ化メチル残留濃度の調査結果を、品目別に次表に示す。各分析値は、同一試料を2回分析した値の平均とした。いちごでは、くん蒸1日後に最高値 (0.08 mg/kg) を示し、その後、減衰して3日後には定量限界未満となった。オクラでは、くん蒸1日後に最高値 (0.02 mg/kg) を示し、その後、減衰して3日後には定量限界未満となった。オレンジでは、くん蒸1日後に最高値 (3.67 mg/kg) を示し、その後、減衰して7日後には定量限界未満となった。キウイフルーツでは、くん蒸1日後に最高値 (1.02 mg/kg) を示し、その後、減衰して3日後には定量限界未満となった。キャベツでは、くん蒸1日後に最高値 (0.90 mg/kg) を示し、その後、減衰して7日後には定量限界未満または 0.04 mg/kg となった。さやえんどうでは、くん蒸1日後の北海道産のみで定量限界相当の残留が認められたが、その他の試料は定量限界未満であった。にんにくでは、くん蒸1日後に最高値 (0.10 mg/kg) を示し、その後、減衰して3日後には定量限界未満となった。ピーマンでは、くん蒸1日後に最高値 (1.00 mg/kg) を示し、その後、減衰して3日後には定量限界未満となった。

くん蒸1日後時点では、さやえんどうの1産地を除き、供試8品目全てで残留ヨウ化メチルが検出された。残留濃度が最も高かったのは、精油成分を含む果皮を有し、果肉は酸性であるオレンジであった。くん蒸3日後時点では、残留ヨウ化メチルは減衰し、オレンジとキャベツを除く、6品目で定量限界未満となった。くん蒸7日後時点では、残留ヨウ化メチルはさらに減衰し、1産地のキャベツで 0.04 mg/kg 検出されたが、その他3試料は定量限界未満となった。結球葉菜類であるキャベツでの残留ヨウ化メチルの減衰傾向が比較的緩やかであった理由としては、くん蒸ガスが内部まで到達し易いことが推察された。

ヨウ化メチルの残留濃度調査結果

作物名 (産地) 品種 実施年度 ^a	試験条件				分析 部位	PHI (日)	平均残留値 ^b (mg/kg)
	剤型	使用条件	使用 回数	使用 時期			
いちご (茨城県) とちおとめ 2022 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 3 時間 薬量 48.0 g/m ³ くん蒸温度 10℃	1	検疫 消毒	果実	1	0.02
						3	<0.01
いちご (栃木県) とちあいか 2022 年		収容比 0.1 kg/L				1	0.08
						3	<0.01
オクラ (沖縄県) 品種不明 2022 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 3 時間 薬量 48.0 g/m ³ くん蒸温度 10℃	1	検疫 消毒	果実	1	0.02
						3	<0.01
オクラ (フィリピン) ひざかり 2022 年		収容比 0.1 kg/L				1	0.02
						3	<0.01
オレンジ (オーストラリア) ネーブル 2022 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 3 時間 薬量 48.0 g/m ³ くん蒸温度 10℃	1	検疫 消毒	果実	1	3.67
						3	0.14
						7	<0.01
オレンジ (南アフリカ) ネーブル 2022 年		収容比 0.1 kg/L				1	2.72
						3	0.18
						7	<0.01
キウイフルーツ (福島県) ヘイワード [®] 2022 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 3 時間 薬量 48.0 g/m ³ くん蒸温度 10℃	1	検疫 消毒	果実	1	1.02
						3	<0.01
キウイフルーツ (ニュージー ランド) サンゴールド 2022 年		収容比 0.1 kg/L				1	0.42
						3	<0.01

PHI : くん蒸終了からの保管期間

^a くん蒸場所 : 一般社団法人日本くん蒸技術協会, 分析場所 : 一般財団法人残留農薬研究所^b JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出

ヨウ化メチルの残留濃度調査結果（続き）

作物名（産地） 品種 実施年度 ^a	試験条件				分析 部位	PHI （日）	平均残留値 ^b （mg/kg）
	剤型	使用条件	使用 回数	使用 時期			
キャベツ（茨城県） 品種不明 2022 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 3 時間 薬量 48.0 g/m ³ くん蒸温度 10℃	1	検疫 消毒	葉球	1 3 7	0.90 0.05 0.04
キャベツ（神奈川県） グリーンスター 2022 年		収容比 0.1 kg/L（茨 城県），0.12 kg/L （神奈川県）				1 3 7	0.50 0.04 <0.01
さやえんどう（北海道） 品種不明 2022 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 3 時間 薬量 48.0 g/m ³ くん蒸温度 10℃	1	検疫 消毒	さや	1 3	0.01 <0.01
さやえんどう（愛知県） キヌサヤエンドウ 2022 年		収容比 0.1 kg/L				1 3	<0.01 <0.01
にんにく（青森県） 品種不明 2022 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 3 時間 薬量 48.0 g/m ³ くん蒸温度 10℃	1	検疫 消毒	鱗茎	1 3	0.10 <0.01
にんにく（中国） 品種不明 2022 年		収容比 0.1 kg/L				1 3	0.04 <0.01
ピーマン（茨城県） 品種不明 2022 年	99.0% くん蒸剤	くん蒸 3 時間 薬量 48.0 g/m ³ くん蒸温度 10℃	1	検疫 消毒	果実	1 3	0.38 <0.01
ピーマン（高知県） 品種不明 2022 年		収容比 0.1 kg/L				1 3	1.00 <0.01

PHI：くん蒸終了からの保管期間

^a くん蒸場所：一般社団法人日本くん蒸技術協会，分析場所：一般財団法人残留農薬研究所^b JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出

本年度の生鮮品におけるヨウ化メチル残留濃度の減衰傾向には、供試農産品の形状に応じた違いも認められた。しかしながら、既往の乾燥品における調査結果と比較した場合、明らかにヨウ化メチルの残留レベルは低く、その減衰も迅速であった。従って、各種の生鮮品は、麦類、豆類などの乾燥品とは異なる農産品グループとして残留性を評価する必要性が示唆された。生鮮品を乾燥品とは異なる一つの大きなグループとした上で、各種生鮮品を、それらの残留傾向をくん蒸から定量限界未満 (<0.01 mg/kg) となる期間を目安として、さらに詳細に分類した結果を次表に示す。

生鮮品グループ内の残留傾向の分類

無残留確認までの期間	供試作物
くん蒸 3 日後	いちご (果実), キウイフルーツ (果実), オクラ (果菜), ピーマン (果菜), さやえんどう (豆類), にんにく (鱗茎類)
7 日後	オレンジ (柑橘類)
7 日以降	キャベツ (結球葉菜)

ヨウ化メチルの残留性に影響する主な要因は、乾燥品と生鮮品グループでの残留傾向の違いから、農産品中の水分量が考えられた。なお、本年度の生鮮品におけるヨウ化メチル残留濃度の減衰傾向と、既往の乾燥品における調査結果の比較では、くん蒸温度条件が異なることに注意する必要がある (昨年度は 5℃と 35℃の 2 温度条件で調査)。

ヨウ化メチルを飼料用植物に使用した際に、家畜の安全性担保のために利用可能な情報入手を目的として、米国において文献調査を実施した。しかしながら、ヨウ化メチルの米国内での登録は失効しており、その各種製剤はイチゴ栽培を中心とした果樹・果菜の土壌処理用途であったことから、飼料作物での残留性、家畜残留および代謝試験データは見当たらなかった。従って、同剤を飼料作物に適用し、残留が認められる場合には、家畜代謝試験および家畜残留試験成績が安全性評価時に必要となる。但し、多くの輸入飼料作物は、粉碎混和、圧ペンおよび圧搾等の加工を経て家畜飼料として消費されることから、加工調理試験によりヨウ化メチルの家畜への暴露が無いことを確認することで、人への間接的な健康影響も無いことを科学的に説明することは可能と考えられる。

当該事業期間中に推進検討委員会を 2 回開催した。

1. 目的

ヨウ化メチルの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、臭化メチルでの消毒実績が多く、且つ、形状や成分等が異なる 8 品目の生鮮品について、ヨウ化メチルくん蒸した場合の残留量及び減衰傾向を明らかにする。また、その試験結果から、試験を行っていない農産品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及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。

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。

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性の確保が求められる。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対応した各種安全性試験成績に基づく再評価が求められる。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措置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。本事業成果により、臭化メチルの代替剤になり得ることが想定され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が推進されることが期待される。

3. 被験物質

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

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 (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

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°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

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：プロモメタン, 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. 供試試料

検討対象試料は比較的臭化メチルくん蒸実績が多い生鮮品から、小売店またはネット通信販売で入手できたいちご、オクラ、オレンジ、キウイフルーツ、キャベツ、さやえんどう、にんにくおよびピーマンの計 8 品目を選択した。検討対象試料は、その形状や成分等が異なるように配慮し、同一農産物をヨウ化メチルくん蒸した場合の残留量及び減衰傾向の変動を考察する為、各 2 産地を供した。供試試料の栄養成分およびテストガイダンスにおける農産物の分類カテゴリーに関する情報を付表 1-1 に示す。

7. ヨウ化メチルくん蒸

7.1. くん蒸条件

くん蒸装置： キャベツ用 250 L 容, オレンジ用 100 L 容, その他 30 L 容
 収容比： 0.1 (試料量：キャベツ 25 kg, オレンジ 10 kg, その他 3 kg),
 0.12 (キャベツ・神奈川県産, 30 kg)
 投薬量： 48.0 g/m³ (くん蒸開始時)
 くん蒸温度： 10℃
 くん蒸時間： 3 時間
 ガス濃度測定： くん蒸 15, 30 分後, 1, 2, 3 時間後
 ガス排気時間： 1 時間 (排気流量 6.5 L/min)

7.2. くん蒸操作

くん蒸試料の調製は、一般社団法人日本くん蒸技術協会の横浜研究室にて、検疫消毒手順に準じて実施した。くん蒸試料は、残存ガスを 1 時間排気した後、直ちに冷蔵便にて分析場所へ送付した。

くん蒸中は、くん蒸開始 0.25 (15 分), 0.5 (30 分), 1, 2 および 3 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（温度および湿度はくん蒸開始直後（0 分）にも記録）。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。

8. 残留分析

8.1. 試料の受領と保管

くん蒸試料は、受領後直ちにその一部を採取して分析した（くん蒸 1 日後）。残りの試料は、分析場所の保管庫（10℃設定）で保管し、その 2 日後に一部を採取して分析した（くん蒸 3 日後）。さらに、くん蒸 3 日後試料でヨウ化メチルが検出されたオレンジおよびキャベツについては、試料保管を継続してくん蒸 7 日後にも同様に分析した。くん蒸試料の保管庫内の平均温度は 9.6℃（最低～最高：8.6～10.3℃）であり、平均湿度は 77%（最低～最高：68～81%）であった。

8.2. 試料調製

いちご、オクラ、オレンジ、ピーマンは、受領試料から無作為に約 1 kg を分取し、へたを除去した後に、包丁およびハンドチョッパーで細切して調製試料を作製した。

キウイフルーツは、受領試料から無作為に約 1 kg を分取し、そのまま包丁およびハンドチョッパーで細切して調製試料を作製した。

キャベツは、受領試料から無作為に 5 個体（4.12～4.97 kg）を取り、縦に分割した後に芯を除去し、包丁およびミキサーで細切して調製試料を作製した。

さやえんどうは、受領試料から無作為に約 1 kg を分取し、花梗を除去した後に、包丁およびハンドチョッパーで細切して調製試料を作製した。

にんにくは、受領試料から無作為に約 1 kg を分取し、外皮およびひげ根を除去した後に、ハンドチョッパーで細切して調製試料を作製した。

8.3. 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：	6000 (株式会社久保田製作所，東京都)
ハンドチョッパー：	スティージー（上径 148 mm，底径 144 mm，高さ 120 mm，和平方レイズ株式会社，新潟県）
ミキサー：	ロボクーブ R-23 (株式会社エフ・エム・アイ，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.)

データ処理装置 : ChemStation (Agilent Technologies, Inc.)

8.4. 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 : キャリヤー (He) ; 10 mL/min,
 メークアップガス (N₂) ; 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

分析値の確認測定条件 (上記と異なる条件のみ記載)

カラム : TC-WAX (ジーエルサイエンス株式会社),
 内径 0.25 mm, 長さ 60 m, 膜厚 0.25 μ m
 温度 : カラム ; 30°C (1 min 保持)–2°C/min–90°C
 ガス流量 : キャリヤー (He) ; 1 mL/min,
 保持時間 : 臭化メチル (内部標準物質) ; 7.0 min, ヨウ化メチル ; 8.7 min

8.5. 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。

8.6. 分析操作および定量

細切試料 20.0 g を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, 水 2~7 mL (試料由来の水分量と合わせて、水分量が 20 g となるように調整) およびメタノール 80 mL を加え、0.5 分間摩砕抽出した。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、抽出用メタノール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。

8.7. 分析法の妥当性評価

適用したヨウ化メチルの残留分析法の妥当性を、以下の評価項目について確認した。

8.7.1. 選択性

内部標準物質の添加あり、または添加なしの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。

8.7.2. 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。

8.7.3. 真度および精度

オレンジ, キウイフルーツ, さやえんどう, にんにくおよびピーマンの 5 品目について、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併行相対標準偏差 (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。なお、検証濃度範囲を上回る実測値を検出したオレンジ, キウイフルーツ, キャベツおよびピーマンについては、高濃度添加での回収実験 (n=3) を追加実施した。

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

8.7.4. 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。

8.7.5. 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。

8.8. 保存安定性

全ての分析試料は、直ちに分析に供したため、保存安定性は実施しなかった。なお、分析場所におけるくん蒸試料の保管期間は、通常の作物残留試験における圃場での最終散布から収穫までの期間に相当する。

8.9. 精度管理

実試料の分析に際しては、分析を行う都度、無処理区試料ならびに 0.1 mg/kg 添加回収試料（内部精度管理試料）の併行分析を 1 点ずつ行った。また、実試料における分析値 2 連の変動が次表の基準を満たしていることを確認した。また、分析場所における外部精度管理状況を確認した。

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

9. データ処理

各試料の測定値について平均値を算出した。また、2 連の分析値の差（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。

10. 結果

10.1. くん蒸試料の調製

ヨウ化メチル（ヨーカヒューム，有効成分 99.0%）くん蒸剤を用いていちご，オクラ，オレンジ，キウイフルーツ，キャベツ，さやえんどう，にんにくおよびピーマンの 8 品目（各 2 産地）をくん蒸して試料を調製した。ヨウ化メチルのくん蒸条件は，くん蒸温度 10℃，薬量 48.0 g/m³，収容比 0.1 kg/L または 0.12 kg/L で 3 時間くん蒸とした。くん蒸試料は，残存ガスを 1 時間排気した後，直ちに冷蔵便にて分析場所へ送付した。分析試料は，受領後直ちにその一部を採取して分析した（くん蒸 1 日後）。残りの試料は，分析場所の保管庫（10℃）で保管し，その 2 日後に一部を採取して分析した（くん蒸 3 日後）。さらに，くん蒸 3 日後試料中でヨウ化メチルが検出されたオレンジおよびキャベツについては，試料保管を継続してくん蒸 7 日後にも同様に分析した。

くん蒸条件を含む当該作物残留試験の概要を表 1 に，試験日程の詳細を表 2 に示す。くん蒸中の温湿度とガスの濃度測定結果，保管中の温湿度記録ならびに CT 値の算出結果を，くん蒸日順に取りまとめて別添の表 2 に示す。一般社団法人日本くん蒸技術協会でのくん蒸作業の写真記録を，くん蒸日順に別添の付図 1 に示す。くん蒸および保管は，試験計画書ならびに消毒基準に従い適切に実施された。

分析場所で受領した供試試料の重量情報を表 3 に示す。分析に供した作物写真および検討対象農産品の情報は，それぞれ付図 1 および付表 1 に示す。全ての分析試料は，採取後は保存せずに速やかに分析に供した。

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 回分析した値の平均とした。

いちごでは，くん蒸 1 日後に最高値（0.08 mg/kg）を示し，その後，減衰して 3 日後には定量限界未満となった（表 4-1）。栃木県産の無処理試料での検出値（0.03 mg/kg）については，異なるカラムおよび温度条件での再分析値（0.03 mg/kg）も同等であることを確認した。国内においていちごへのヨウ化メチルくん蒸使用は認められていないことから，当該分析値は本試験操作中（くん蒸，移送等）のコンタミネーションが疑われたが，その原因は特定できなかった。

オクラでは，くん蒸 1 日後に最高値（0.02 mg/kg）を示し，その後，減衰して 3 日後には定量限界未満となった（表 4-2）。

オレンジでは，くん蒸 1 日後に最高値（3.67 mg/kg）を示し，その後，減衰して 7 日後には定量限界未満となった（表 4-3）。オーストラリア産の無処理試料での検出値（0.04 mg/kg）については，異なるカラムおよび温度条件での再分析値（0.03 mg/kg）も同等であることを確認した。当該分析値は本試験操作中（くん蒸，移送等）のコンタミネーションが疑われたが，その原因は特定できなかった。

キウイフルーツでは、くん蒸 1 日後に最高値 (1.02 mg/kg) を示し、その後、減衰して 3 日後には定量限界未満となった (表 4-4)。

キャベツでは、くん蒸 1 日後に最高値 (0.90 mg/kg) を示し、その後、減衰して 7 日後には定量限界未満または 0.04 mg/kg となった (表 4-5)。

さやえんどうでは、くん蒸 1 日後の北海道産のみで定量限界相当の残留が認められたが、その他の分析値は定量限界未満であった (表 4-6)。

にんにくでは、くん蒸 1 日後に最高値 (0.10 mg/kg) を示し、その後、減衰して 3 日後には定量限界未満となった (表 4-7)。中国産のくん蒸 1 日後試料での 2 連の分析値は、0.06 mg/kg および定量限界未満であり、試験施設で規定する変動許容範囲外であった。同一の測定条件での再分析値も、同等であった。ヨウ化メチルは揮発性が極めて高いことから、必ずしも十分な均一試料を調製出来ないことが当該分析値変動の原因と考えられた。なお、青森県産での 2 連の分析値を含めると、不検出値 (<0.01 mg/kg) が外れ値である可能性が高いと考えられた。

ピーマンでは、くん蒸 1 日後に最高値 (1.00 mg/kg) を示し、その後、減衰して 3 日後には定量限界未満となった (表 4-8)。

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 法のフローシートを、図 1 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。この通知試験法は、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、昨年度の本事業で乾燥農産品用に開発した HS-GC-ECD 法は²⁾、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。

本年度は、HS-GC-ECD を水分量の多い生鮮品に適用するために、欧州委員会の「臭素および臭素酸に対する分析法 (QuPPE-PO-Method)³⁾」を参照して検討を行った。その結果、メタノール抽出時に生鮮品の水分量に応じた適量の水 (2~7 mL) を加えることで、良好な分析条件を設定することが可能となった。そこで、HS-GC-ECD 法の選択性、添加試料を用いた回収率および RSDr、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、本試験には HS-GC-ECD 法を採用した。

10.3.2. 分析法の妥当性確認結果

妥当性確認は、小売店で入手したオレンジ、キウイフルーツ、さやえんどう、にんにくおよびピーマンの 5 品目で実施した。分析法の妥当性確認に供した農産品情報を付表 1-2 に示す。但し、妥当性の検証範囲 (0.01~0.5 mg/kg) を超過した残留値が、実くん蒸試料で得られた場合に実施した高濃度添加回収実験には、当該無処理試料を供した。以下に評

価項目別の確認結果を示す。

1) 選択性

5 品目全てのコントロール試料におけるヨウ化メチルの 2 連の分析結果は、全て定量限界未満であった（表 5-1）。また、内部標準物質（臭化メチル）を添加していないコントロール試料のクロマトグラム上のヨウ化メチルおよび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（ヨウ化メチル／臭化メチル 相対濃度比 0.0006～4）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

0.01 mg/kg のヨウ化メチルを添加して求めた 5 連の平均回収率は、72～88%の範囲であり、全て許容範囲内（60～120%）であった（表 5-2）。0.5 mg/kg のヨウ化メチルを添加して求めた 5 連の平均回収率は、70～87%の範囲であり、全て許容範囲内（70～110%）であった（表 5-3）。0.5 mg/kg 濃度を上回る残留値が得られたオレンジ、キウイフルーツ、キャベツおよびピーマンの追加回収実験での 3 連の平均回収率は、72～92%の範囲であり、全て許容範囲内（70～110%）であった（表 5-4）。

4) 精度

3 連または 5 連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 5-2～5-4）。

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 5-2）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生鮮品を代表する 5 品目におけるヨウ化メチルの分析法の妥当性を実証した。

10.3.3. 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。

10.4. 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 連で実施した。2 連の分析値の差が 8.9 項の基準範囲外となった場合は、再測定で分析値を確認した (10.2 項参照)。

内部精度管理試料の分析結果は、使用したいちご無添加試料で 0.03 mg/kg 検出する事例があった。同日に分析したオクラやピーマンの無処理試料は不検出であり、別途分析した同試料 (無処理試料, n=2) も同様に検出していたことから、分析操作中での汚染ではなく、当該試料が何らかの原因でヨウ化メチルに汚染されていたものと考えられた。そのため、回収率は検出濃度を差し引いて算出し、118%と規定を満たしており、問題ないと判断した。その他の分析日の試料については、回収率 70%以上で、且つ、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 (表 6)。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。

10.5. 検討事項

ヨウ化メチルくん蒸したオレンジ試料において、均質化処理に用いた調製器具 (ハンディチョッパー, ミキサー) の違いによる臭化メチル分析値の比較結果を表 7 に示す。

5 連で分析したオレンジの平均分析値は、ハンディチョッパーで均質化した試料では 2.94 mg/kg, ミキサーで均質化した試料では 1.83 mg/kg であり、ハンディーショッパーの場合よりも、ミキサーを使用した試料では約 40%低い値となった、一方、各分析値の RSD はハンディチョッパーでは 6.0%, ミキサーでは 5.0%であり、分析値のバラツキに

は大きな差は認められなかった。そのため、ハンディチョッパーによる均質化を基本とした。ミキサーにより分析値が低値となった要因としては、試料が激しく攪拌されることや摩擦やモーターによる熱の影響と推察した。なお、残留性調査において、キャベツ試料は5個体採取した時点で、4 kg以上の重量があったため、ハンディチョッパーでは試料調製に時間を要することから、ミキサーによる均質化を実施した。ミキサーの稼働時間は1分程度とし、その間の試料温度の上昇幅は平均 2.9℃であり、残留性評価に影響がないよう配慮した。

10.6. 文献調査

ヨウ化メチルを飼料用植物に使用した際に、家畜の安全性担保のために利用可能な情報入手を目的として、米国において文献調査を実施した。しかしながら、ヨウ化メチルの米国内での登録は失効しており、その各種製剤はイチゴ栽培を中心とした果樹・果菜の土壌処理用途であったことから、飼料作物での残留性、家畜残留および代謝試験データは見当たらなかった。従って、同剤を飼料作物に適用し、残留が認められる場合には、家畜代謝試験および家畜残留試験成績が安全性評価時に必要となる。但し、多くの輸入飼料作物は、粉碎混和、圧ペンおよび圧搾等の加工を経て家畜飼料として消費されることから、加工調理試験によりヨウ化メチルの家畜への暴露が無いことを確認することで、人への間接的な健康影響も無いことを科学的に説明することは可能と考えられる。LANDIS INTERNATIONAL R & D MANAGEMENT 社の調査レポートを、その概要の和訳と共に別添2に示す。

11. 考察

くん蒸1日後時点では、さやえんどうの1産地を除き、供試8品目全てで残留ヨウ化メチルが検出された。残留濃度が最も高かったのは、精油成分を含む果皮を有し、果肉は酸性であるオレンジであった。くん蒸3日後時点では、残留ヨウ化メチルは減衰し、オレンジとキャベツを除く、6品目で定量限界未満となった。くん蒸7日後時点でのオレンジおよびキャベツでは、残留ヨウ化メチルはさらに減衰し、1産地のキャベツで 0.04 mg/kg 検出されたが、その他3試料は定量限界未満となった。結球葉菜類であるキャベツでの残留ヨウ化メチルの減衰傾向が比較的緩やかであった理由としては、くん蒸ガスが内部まで到達し易いことが推察された。

本年度の生鮮品におけるヨウ化メチル残留濃度の減衰傾向には、供試農産品の形状に応じた違いも認められた。しかしながら、既往の乾燥品における調査結果²⁾と比較した場合、明らかにヨウ化メチルの残留レベルは低く、その減衰も迅速であった。従って、各種の生鮮品は、麦類、豆類などの乾燥品とは異なる農産品グループとして残留性を評価する必要性が示唆された。生鮮品を乾燥品とは異なる一つの大きなグループとした上で、各種生鮮品を、それらの残留傾向をくん蒸から無残留となる期間を目安として、さらに詳細に分類

した結果を次表に示す。

表. 生鮮品グループ内の残留傾向の分類

無残留確認までの期間	供試作物
くん蒸 3 日後	いちご (果実), キウイフルーツ (果実), オクラ (果菜), ピーマン (果菜), さやえんどう (豆類), にんにく (鱗茎類)
7 日後	オレンジ (柑橘類)
7 日以降	キャベツ (結球葉菜)

ヨウ化メチルの残留性に影響する主な要因としては、農産品の水分量が考えられた。なお、本年度の生鮮品におけるヨウ化メチル残留濃度の減衰傾向と、既往の乾燥品における調査結果との比較では、くん蒸および保管中の温度条件が異なることに注意する必要がある（昨年度は 5℃と 35℃の 2 温度条件で調査）。

12. 結論

8 品目の生鮮品を、くん蒸温度 10℃および収容比 0.1 kg/L または 0.12 kg/L で、薬量 48.0 g/m³ のヨウ化メチルで 3 時間くん蒸し、くん蒸試料中のヨウ化メチル残留濃度を調査した。その結果、くん蒸 1 日後においては、何れの生鮮品においてもヨウ化メチルの残留が認められたが、試料中のヨウ化メチルはその後速やかに減衰し、くん蒸 3 日後には 6 品目で定量限界未達となった。くん蒸 1 日後において、調査対象中で最もヨウ化メチルの残留が高かったのはオレンジであり、くん蒸 7 日後においてもヨウ化メチルの残留が認められたのはキャベツであった。

本年度の生鮮品におけるヨウ化メチル残留濃度の減衰傾向には、供試農産品の形状に応じた違いも認められた。しかしながら、既往の乾燥品における調査結果と比較した場合、明らかに生鮮品でのヨウ化メチル残留レベルは低く、その減衰も迅速であった。従って、各種の生鮮品は、麦類、豆類などの乾燥品とは異なる農産品グループとして残留性を評価する必要性が示唆された。

また、生鮮品を乾燥品とは異なる一つの大きなグループとした上で、各種生鮮品を、それらの残留傾向をくん蒸から無残留となる期間をもとに分類した結果、オレンジ (柑橘類) とキャベツ (結球葉菜類) については、その他の生鮮品とは異なる残留性を持つと考えられた。

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、5～100 L のくん蒸装置を使用して収容比が 0.1 kg/L となるよう試料量を調整してくん蒸することとしていた。しかし、キャベツのくん蒸装置について、分析に必要な個数（15 個以上）を確保しつつ、収容比が 0.1 kg/L となるよう調整するためには、くん蒸装置の容量が 100 L では足りなかったため、農林水産省消費・安全局植物防疫課と協議の上、250 L のくん蒸装置を使用した。また、キャベツ（神奈川県産）のくん蒸において、くん蒸装置に入れる試料量を誤認しており、収容比が 0.12 kg/L であることがくん蒸後に判明したことについて、農林水産省消費・安全局植物防疫課と協議の上、収容比が 0.12 kg/L であっても、キャベツの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から、当該分析データを有効なものとして取り扱った。いずれも、本事業目的である「試験を行っていない農産品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及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」ために必要な知見の取得に与える影響はなかった。

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. 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_iryou/shokuhin/zanryu/zanryu3/siken.html#sankou（2021 年 6 月 25 日閲覧）。
- 2) 令和 3 年度 植物検疫に係る臭化メチルクん蒸の代替薬剤開発委託事業「ヨウ化メチルクん蒸農産品における残留性調査」事業報告書（一般残留農薬研究所，2022年3月，試験番号：IET 21-1017）
- 3) “Quick Method for the Analysis of Numerous Highly Polar Pesticides in Food Involving Extraction with Acidified Methanol and LC-MS/MS Measurement (QuPPE-PO-Method)”：欧州委員会ホームページ（2020年11月2日閲覧）
[https://www.eurl-pesticides.eu/userfiles/file/EurlSRM/meth_QuPPE_PO_V11\(1\).pdf](https://www.eurl-pesticides.eu/userfiles/file/EurlSRM/meth_QuPPE_PO_V11(1).pdf)

抽出

- ↓ 細切試料 20 g を遠心管に採取
- ↓ +水 2 mL (オレンジ, キウイフルーツ 3 mL, にんにく 7 mL)
- ↓ +メタノール 80 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

遠心分離

- ↓ 遠心分離 ($5000 \times g$, -5°C , 15 分間)
- ↓ 上澄み 5 mL を窒素ガスで満たした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, 抽出用メタノールは予め -30°C 以下に冷却したものを使用

定量 (HS-GC-ECD)

図 1. 分析法のフローシート

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 (ヨーカヒューム) 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	いちご (果実), オクラ (果実), オレンジ (果実), キウイフルーツ (果実), キャベツ (葉球), さやえんどう (さや), にんにく (鱗茎), ピーマン (果実)
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；70～92% (添加濃度；0.01～5 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	くん蒸 3 時間, 薬量 48.0 g/m ³ , くん蒸温度 10℃, 収容比：0.1 kg/L または 0.12 kg/L (キャベツ・神奈川県産のみ), 残存ガス排気 1 時間
くん蒸施設名	一般社団法人日本くん蒸技術協会
分析施設名	一般財団法人残留農薬研究所

表 2. 試験日程の詳細

表 2-1. いちご

産 地 (品 種)	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
茨城県 (とちおとめ)	2022/11/20	0	—	2022/11/21	2022/11/22
	11/21	1	1	11/22	11/22
		1	3	11/22	11/24
栃木県 (とちあいか)	2022/11/15	0	—	2022/11/16	2022/11/16
	11/15	1	1	11/16	11/16
		1	3	11/16	11/18

表 2-2. オクラ

産 地 (品 種)	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
沖縄県 (不明)	2022/11/1	0	—	2022/11/2	2022/11/2
	11/1	1	1	11/2	11/2
		1	3	11/2	11/4
フィリピン (ひざかり)	2022/11/15	0	—	2022/11/16	2022/11/16
	11/15	1	1	11/16	11/16
		1	3	11/16	11/18

表 2-3. オレンジ

産 地 (品 種)	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
オーストラリア (ネーブル)	2022/11/8	0	—	2022/11/9	2022/11/9
	11/8	1	1	11/9	11/9
		1	3	11/9	11/11
		1	7	11/9	11/15
南アフリカ (ネーブル)	2022/11/20	0	—	2022/11/21	2022/11/22
	11/21	1	1	11/22	11/22
		1	3	11/22	11/24
		1	7	11/22	11/28

表 2. 試験日程の詳細 (続き)

表 2-4. キウイフルーツ

産 地 (品 種)	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
福島県 (ヘイワード)	2022/11/8	0	—	2022/11/9	2022/11/9
	11/8	1	1	11/9	11/9
		1	3	11/9	11/11
ニュージーランド (サンゴールド)	2022/11/20	0	—	2022/11/21	2022/11/22
	11/21	1	1	11/22	11/22
		1	3	11/22	11/24

表 2-5. キャベツ

産 地 (品 種)	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
茨城県 (不明)	2022/11/15	0	—	2022/11/16	2022/11/16
	11/15	1	1	11/16	11/16
		1	3	11/16	11/18
		1	7	11/16	11/22
神奈川県 (グリーンスター)	2022/11/8	0	—	2022/11/9	2022/11/9
	11/8	1	1	11/9	11/9
		1	3	11/9	11/11
		1	7	11/9	11/15

表 2-6. さやえんどう

産 地 (品 種)	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
北海道 (不明)	2022/11/1	0	—	2022/11/2	2022/11/2
	11/1	1	1	11/2	11/2
		1	3	11/2	11/4
愛知県 (キヌサヤエンドウ)	2022/11/8	0	—	2022/11/9	2022/11/9
	11/8	1	1	11/9	11/9
		1	3	11/9	11/11

表 2. 試験日程の詳細 (続き)

表 2-7. にんにく

産 地 (品 種)	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
青森県	2022/11/1	0	—	2022/11/2	2022/11/2
(不明)	11/1	1	1	11/2	11/2
		1	3	11/2	11/4
中国	2022/11/20	0	—	2022/11/21	2022/11/22
(不明)	11/21	1	1	11/22	11/22
		1	3	11/22	11/24

表 2-8. ピーマン

産 地 (品 種)	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
茨城県	2022/11/1	0	—	2022/11/2	2022/11/2
(不明)	11/1	1	1	11/2	11/2
		1	3	11/2	11/4
高知県	2022/11/15	0	—	2022/11/16	2022/11/16
(不明)	11/15	1	1	11/16	11/16
		1	3	11/16	11/18

表 3. 試料重量表

農産品 産地	処理 回数	平均重量 (g/個)	総平均重量 (g/個)	送付量 ^a (kg)
いちご	0	28.2	26.3	1.27 [45]
茨城県	1	24.4		3.03 [124]
いちご	0	31.8	30.8	1.08 [34]
栃木県	1	29.8		3.04 [102]
オクラ	0	10.1	10.0	1.05 [104]
沖縄県	1	9.93		3.03 [305]
オクラ	0	8.47	8.58	1.22 [144]
フィリピン	1	8.69		3.04 [350]
オレンジ	0	244	245	1.22 [5]
オーストラリア	1	245		4.41 [18]
オレンジ	0	215	214	1.29 [6]
南アフリカ	1	212		3.81 [18]
キウイフルーツ	0	104	104	1.04 [10]
福島県	1	104		3.03 [29]
キウイフルーツ	0	119	121	1.43 [12]
ニュージーランド	1	122		3.04 [25]
キャベツ	0	807	890	2.42 [3]
茨城県	1	972		17.5 [18]
キャベツ	0	940	945	2.82 [3]
神奈川県	1	950		17.1 [18]
さやえんどう	0	2.09	2.12	1.01 [484]
北海道	1	2.15		3.01 [1399]
さやえんどう	0	1.76	1.75	1.03 [585]
愛知県	1	1.74		3.03 [1738]

^a [] 内は個数

表 3. 試料重量表 (続き)

農産品 産地	処理 回数	平均重量 (g/個)	総平均重量 (g/個)	送付量 ^a (kg)
にんにく	0	105	103	1.05 [10]
青森県	1	101		3.02 [30]
にんにく	0	66.0	65.4	1.32 [20]
中国	1	64.7		3.04 [47]
ピーマン	0	30.6	31.3	1.07 [35]
茨城県	1	32.0		3.04 [95]
ピーマン	0	36.9	36.6	1.18 [32]
高知県	1	36.2		3.04 [84]

^a [] 内は個数

表 4. ヨウ化メチルの分析結果

表 4-1. いちご

産地	分析値 (mg/kg)				残存率	
	経過日数	分析値①	分析値②	R		平均値 ^a
茨城県						
	無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
	1 日後	0.02,	0.02	0.00	0.02	100
	3 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<50
栃木県						
	無処理	0.03,	0.03	0.00	0.03	
	1 日後	0.09,	0.08	0.01	0.08	100
	3 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<13

備考：試料は採取後，保存せずに直ちに分析

^a JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出 ^b 処理 1 日後試料の分析値に対する比率

表 4-2. オクラ

産地	分析値 (mg/kg)				残存率	
	経過日数	分析値①	分析値②	R		平均値 ^a
沖縄県						
	無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
	1 日後	0.02,	0.01	0.01	0.02	100
	3 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<50
フィリピン						
	無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
	1 日後	0.03,	0.02	0.01	0.02	100
	3 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<50

備考：試料は採取後，保存せずに直ちに分析

^a JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出 ^b 処理 1 日後試料の分析値に対する比率

表 4. ヨウ化メチルの分析結果 (続き)

表 4-3. オレンジ

産地	分析値 (mg/kg)				残存率
経過日数	分析値①	分析値②	R ^a	平均値 ^b	(%) ^c
オーストラリア					
無処理	0.04,	0.03	0.01	0.04	
1 日後	3.83,	3.51	0.32 (9)	3.67	100
3 日後	0.14,	0.13	0.01	0.14	4
7 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<1
南アフリカ					
無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
1 日後	2.84,	2.59	0.25 (9)	2.72	100
3 日後	0.19,	0.18	0.01	0.18	7
7 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<1

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 ^c 処理 1 日後試料の分析値に対する比率

表 4-4. キウイフルーツ

産地	分析値 (mg/kg)				残存率
経過日数	分析値①	分析値②	R ^a	平均値 ^b	(%) ^c
福島県					
無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
1 日後	1.02,	1.01	0.01 (1)	1.02	100
3 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<1
ニュージーランド					
無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
1 日後	0.43,	0.40	0.03 (7)	0.42	100
3 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<2

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 ^c 処理 1 日後試料の分析値に対する比率

表 4. ヨウ化メチルの分析結果 (続き)

表 4-5. キャベツ

産地	分析値 (mg/kg)				残存率
経過日数	分析値①	分析値②	R ^a	平均値 ^b	(%) ^c
茨城県					
無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
1 日後	0.91,	0.90	0.01 (1)	0.90	100
3 日後	0.05,	0.05	0.00	0.05	6
7 日後	0.04,	0.03	0.01	0.04	4
神奈川県					
無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
1 日後	0.52,	0.49	0.03 (6)	0.50	100
3 日後	0.04,	0.04	0.00	0.04	8
7 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<2

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 ^c 処理 1 日後試料の分析値に対する比率

表 4-6. さやえんどう

産地	分析値 (mg/kg)				残存率
経過日数	分析値①	分析値②	R	平均値 ^a	(%) ^b
北海道					
無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
1 日後	0.01,	0.01	0.00	0.01	100
3 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<100
愛知県					
無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
1 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	—
3 日後	<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 JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出 ^b 処理 1 日後試料の分析値に対する比率

表 4. ヨウ化メチルの分析結果 (続き)

表 4-7. にんにく

産地	分析値 (mg/kg)				残存率
経過日数	分析値①	分析値②	R	平均値 ^a	(%) ^b
青森県					
無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
1 日後	0.10,	0.09	0.01	0.10	100
3 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<10
中国					
無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
1 日後	0.06,	<0.01 ^b	—	0.04 ^c	100
3 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<25

備考：試料は採取後，保存せずに直ちに分析

^a JIS Z8401-2019 規則 A に従い算出^b 処理 1 日後試料の分析値に対する比率^c 定量限界相当残留として平均値を算出（再測定値も同値）

表 4-8. ピーマン

産地	分析値 (mg/kg)				残存率
経過日数	分析値①	分析値②	R ^a	平均値 ^b	(%) ^c
茨城県					
無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
1 日後	0.39,	0.36	0.03 (8)	0.38	100
3 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<3
高知県					
無処理	<0.01,	<0.01	—	<0.01	
1 日後	1.03,	0.98	0.05 (5)	1.00	100
3 日後	<0.01,	<0.01	—	<0.01	<1

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^c 処理 1 日後試料の分析値に対する比率

表 5. 分析法の妥当性確認結果

表 5-1. 選択性の確認

	分析値 (mg/kg)			
	分析値①	分析値②	R	平均値
オレンジ	<0.01,	<0.01	—	<0.01
キウイフルーツ	<0.01,	<0.01	—	<0.01
さやえんどう	<0.01,	<0.01	—	<0.01
にんにく	<0.01,	<0.01	—	<0.01
ピーマン	<0.01,	<0.01	—	<0.01

表 5-2. 回収実験 (定量限界添加)

	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	SD	RSDr (%)
オレンジ	0.01	101, 90, 86, 85, 76	88	9.1	10
キウイフルーツ	0.01	88, 85, 80, 78, 68	80	7.7	10
さやえんどう	0.01	77, 73, 70, 70, 70	72	3.1	4
にんにく	0.01	87, 80, 74, 71, 67	76	7.9	10
ピーマン	0.01	83, 79, 78, 70, 63	75	8.0	11

表 5-3. 回収実験 (0.5 mg/kg 添加)

	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	SD	RSDr (%)
オレンジ	0.5	84, 83, 81, 79, 77	81	2.9	4
キウイフルーツ	0.5	75, 73, 72, 72, 64	71	4.2	6
さやえんどう	0.5	71, 71, 71, 69, 68	70	1.4	2
にんにく	0.5	92, 84, 80, 80, 78	83	5.6	7
ピーマン	0.5	90, 88, 88, 86, 84	87	2.3	3

表 5-4. 追加回収実験 (高濃度添加)

作物	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	平均回収率 (%)	SD	RSDr (%)
オレンジ	5.0	95, 90, 90	92	2.9	3
キウイフルーツ	2.0	73, 72, 70	72	1.5	2
キャベツ	2.0	85, 83, 81	83	2.0	2
ピーマン	2.0	73, 72, 71	72	1.0	1

SD : 標準偏差 RSDr : 併行相対標準偏差

表 6. 内部精度管理試料の分析結果

分析日 ^a	回収率 (%)	無添加試料の 分析値 (mg/kg)	使用した 無添加試料
2022/11/2	71	<0.01	オクラ (沖縄県)
2022/11/4	79	<0.01	にんにく (青森県)
2022/11/9	87	<0.01	キャベツ (神奈川県)
2022/11/11	102	<0.01	さやえんどう (愛知県)
2022/11/15	70	<0.01	キャベツ (神奈川県)
2022/11/16	108 ^b	0.03	いちご (栃木県)
2022/11/18	71	<0.01	オクラ (フィリピン)
2022/11/22	118	<0.01	いちご (茨城県)
2022/11/24	71	<0.01	オレンジ (南アフリカ)
2022/11/28	114	<0.01	オレンジ (南アフリカ)

回収試料の添加濃度 0.1 mg/kg

^a 抽出日を記載^b 無添加試料の検出値を差し引いて算出

表 7. 試料均質化方法の比較結果

調製器具	ハンディチョッパー	ミキサー
分析値 (mg/kg)	3.22	1.99
	3.02	1.83
	2.89	1.81
	2.79	1.80
	2.77	1.74
平均値 (mg/kg)	2.94	1.83
SD (mg/kg)	0.19	0.09
RSD (%)	6.0	5.0

供試試料：下記条件でくん蒸処理したオレンジを縮分して，各調製器具で均質化したもの

くん蒸モデル装置： アクリル製真空デシケーター，12 L 容（外寸; 300×222×360 mm，
内寸; 260×180×260 mm，アズワン VL 型，東京都），
ガス測定用モニターFI-8000，N86KT.18 循環・排気用コンプレッサー装着

収容比： 0.1（試料1.22 kg/12.2 L）

くん蒸温度： 20±2℃（くん蒸開始時）

投薬量： 48.0 g/m³（循環注入方式，ヨウ化メチル原液 261 μLを注入）

くん蒸時間： 3時間

ガス排気速度： 2 L/min

ガス排気時間： 1時間

付図 1. 作物写真

いちご（茨城県，くん蒸試料の一部）



いちご（栃木県，くん蒸試料の一部）



付図 1. 作物写真 (続き)

オクラ (沖縄県, くん蒸試料の一部)



オクラ (フィリピン, くん蒸試料の一部)



付図 1. 作物写真 (続き)

オレンジ (オーストラリア, くん蒸試料の一部)



オレンジ (南アフリカ, くん蒸試料の一部)

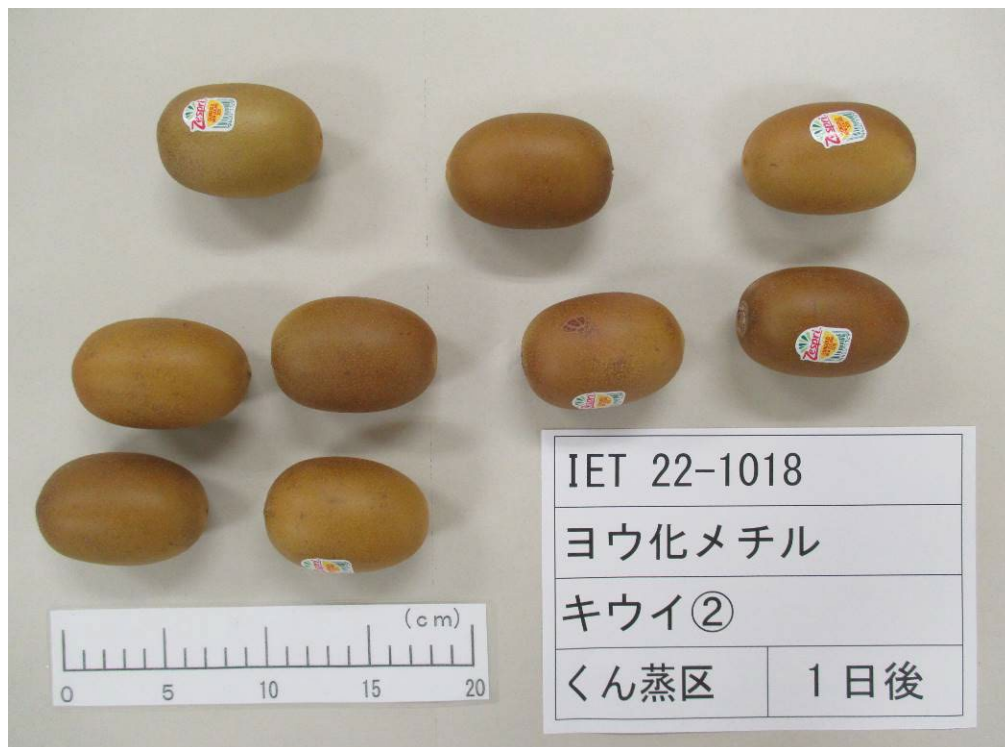


付図 1. 作物写真 (続き)

キウイフルーツ (福島県, くん蒸試料の一部)



キウイフルーツ (ニュージーランド, くん蒸試料の一部)



付図 1. 作物写真 (続き)

キャベツ (茨城県, くん蒸試料の一部)



キャベツ (神奈川県, くん蒸試料の一部)



付図 1. 作物写真 (続き)

さやえんどう (北海道, くん蒸試料の一部)



さやえんどう (愛知県, くん蒸試料の一部)



付図 1. 作物写真 (続き)

にんにく (青森県, くん蒸試料の一部)



にんにく (中国, くん蒸試料の一部)



付図 1. 作物写真 (続き)

ピーマン (茨城県, くん蒸試料の一部)



ピーマン (高知県, くん蒸試料の一部)



付図 2. クロマトグラムの一例

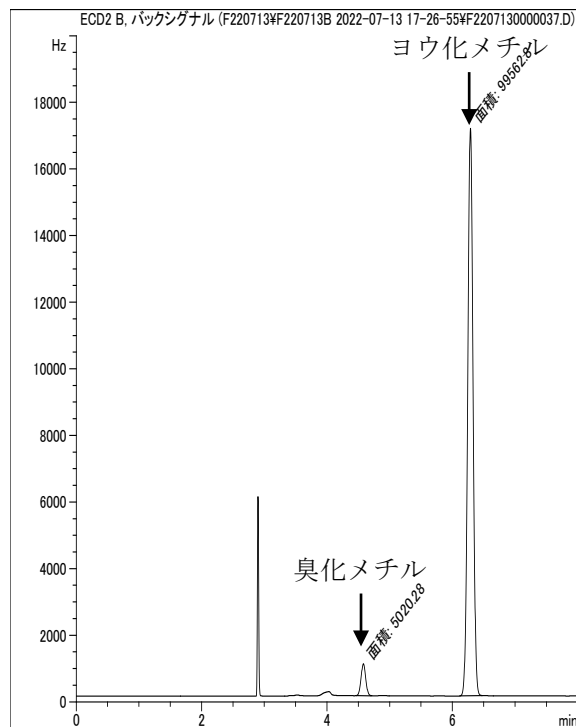
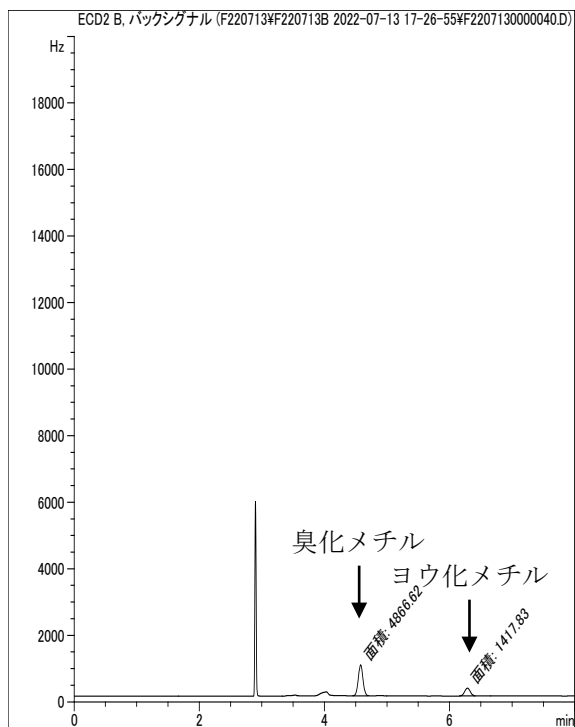
付図 2-1. 標準品のクロマトグラム

ヨウ化メチル 0.002 mg/L (定量限界相当濃度)

臭化メチル 1 mg/L

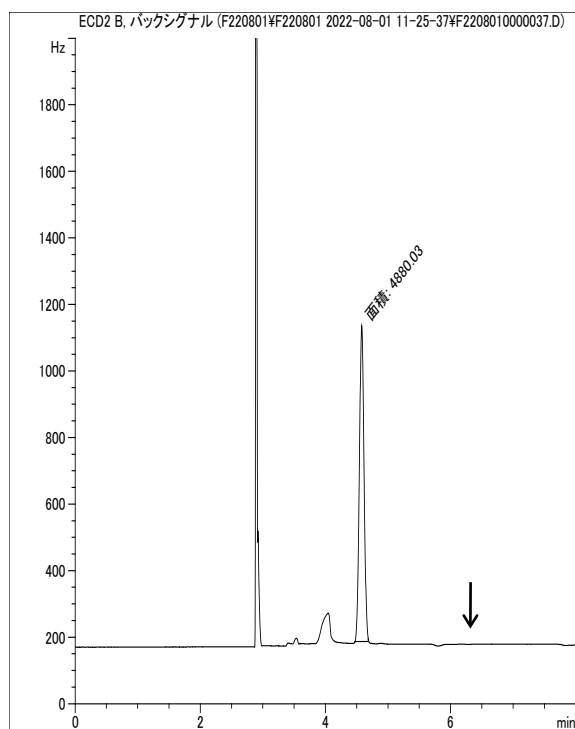
ヨウ化メチル 0.2 mg/L

臭化メチル 1 mg/L

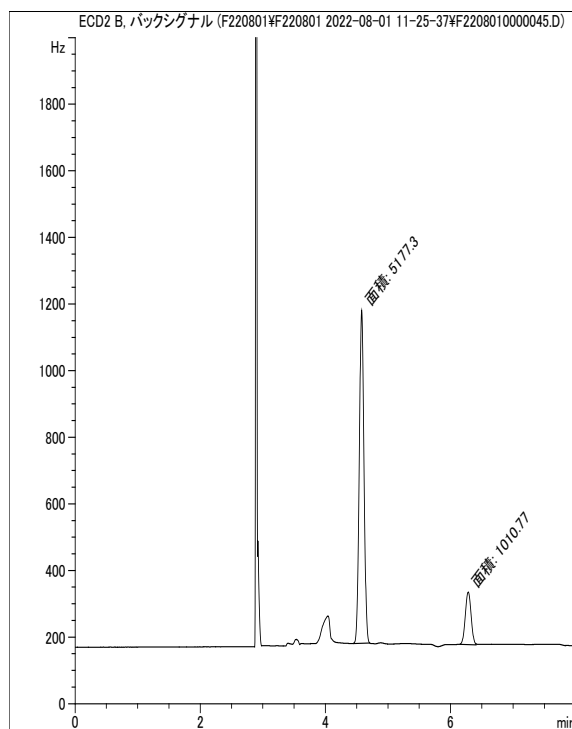


付図 2-2. 回収率のクロマトグラム

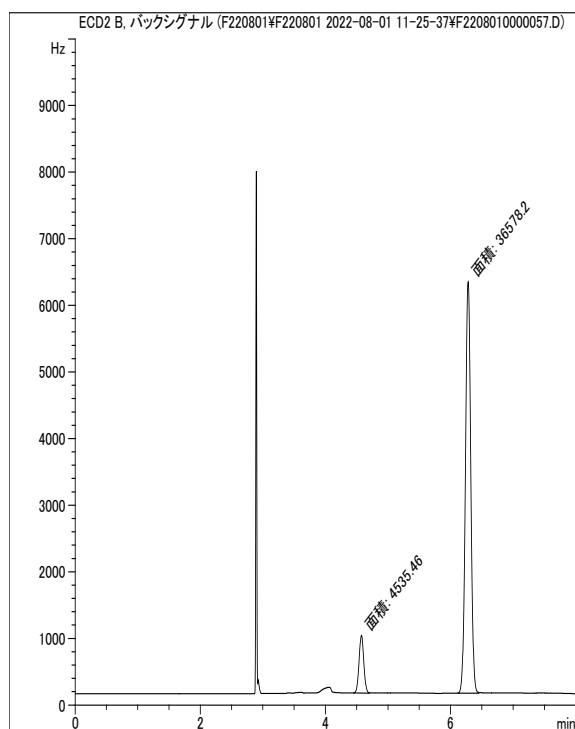
オレンジ 無添加



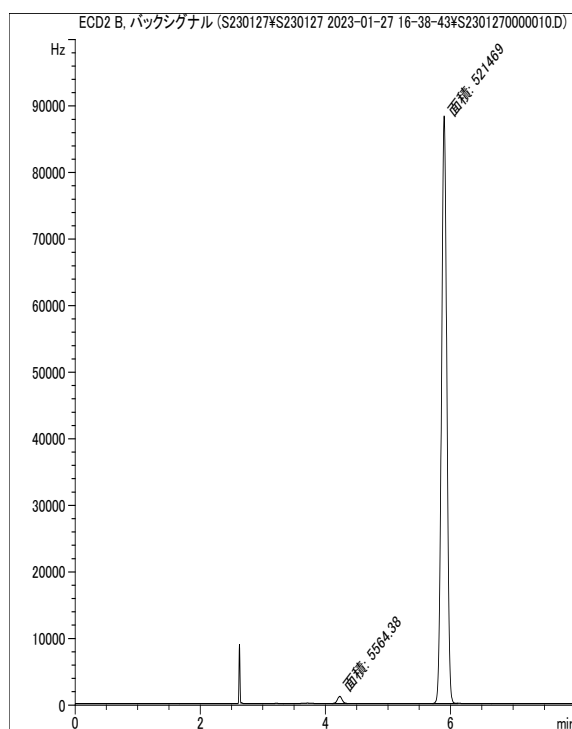
オレンジ 0.01 mg/kg 添加



オレンジ 0.5 mg/kg 添加

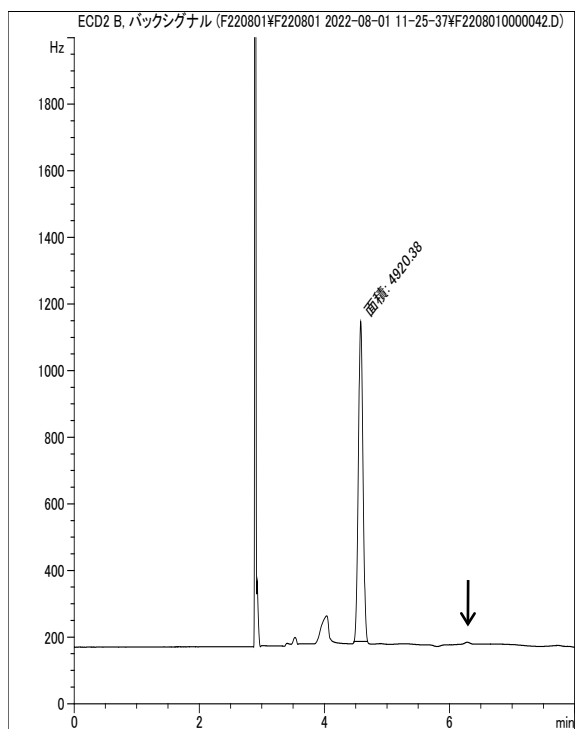


オレンジ 5 mg/kg 添加

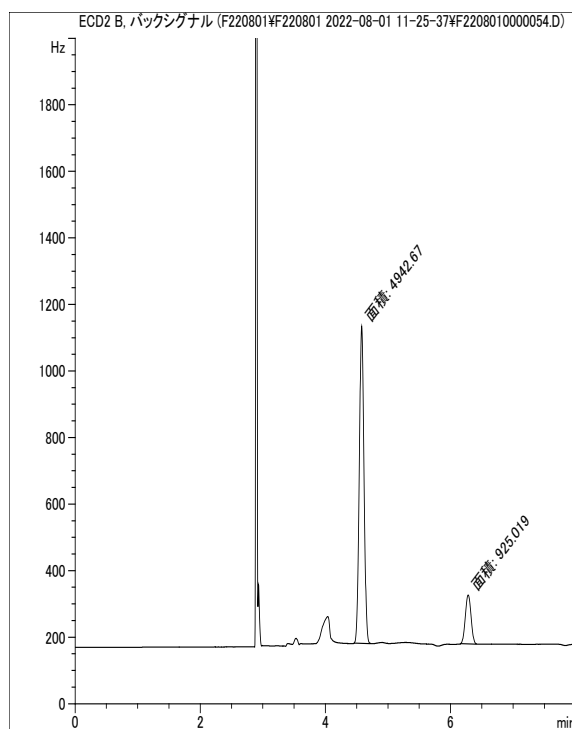


付図 2-2. 回収率のクロマトグラム (続き)

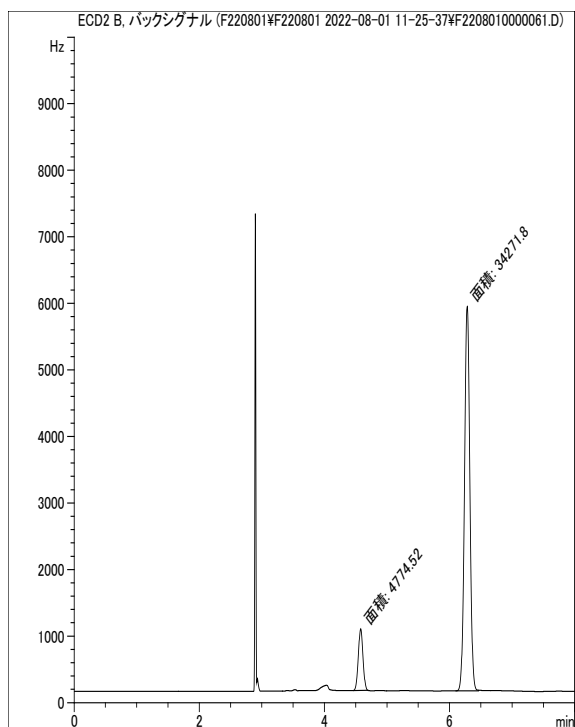
キウイフルーツ 無添加



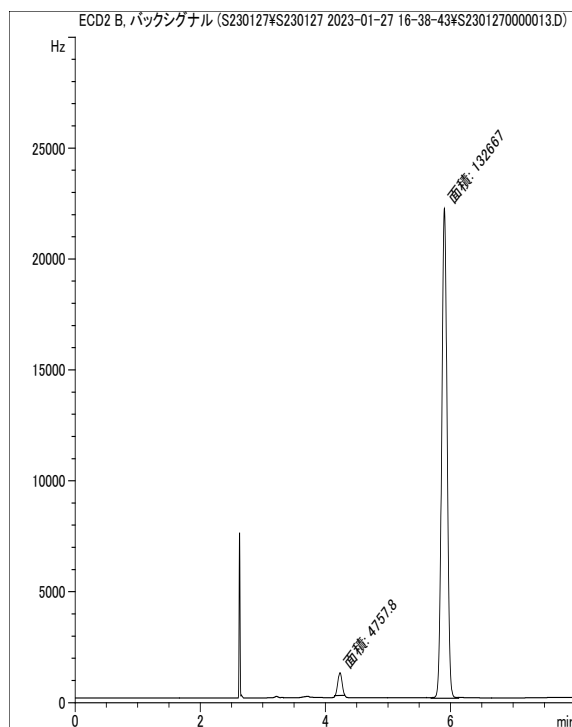
キウイフルーツ 0.01 mg/kg 添加



キウイフルーツ 0.5 mg/kg 添加

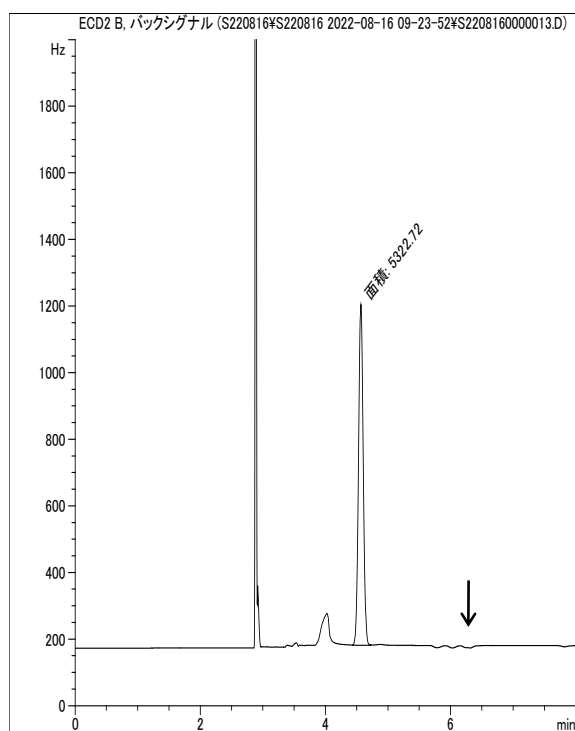


キウイフルーツ 2 mg/kg 添加

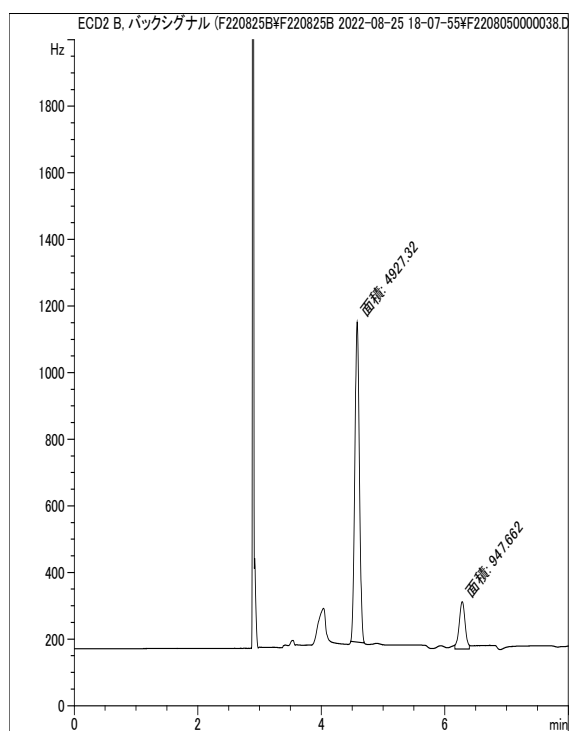


付図 2-2. 回収率のクロマトグラム (続き)

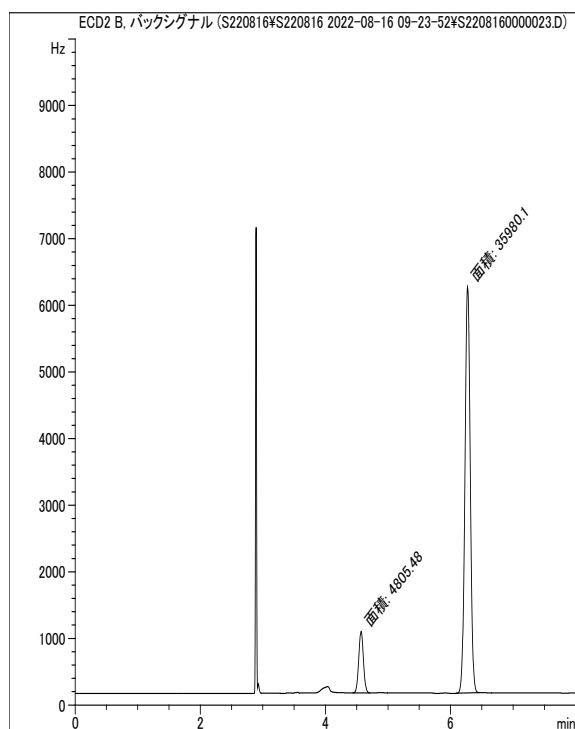
さやえんどう 無添加



さやえんどう 0.01 mg/kg 添加

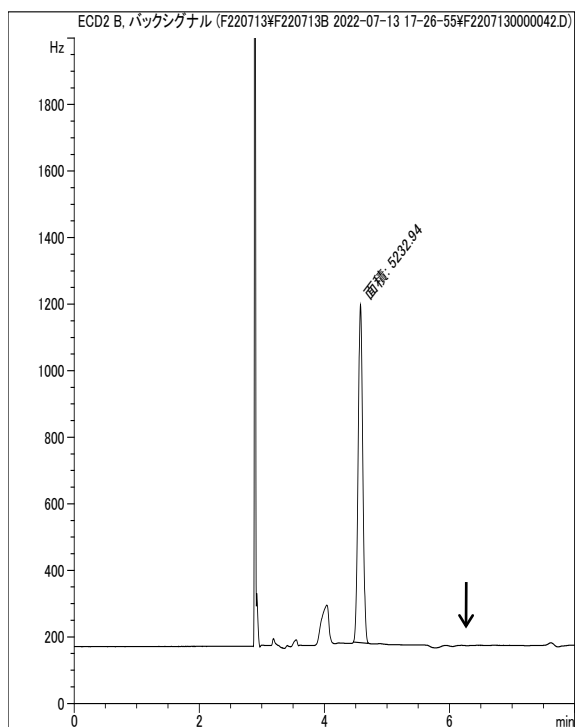


さやえんどう 0.5 mg/kg 添加

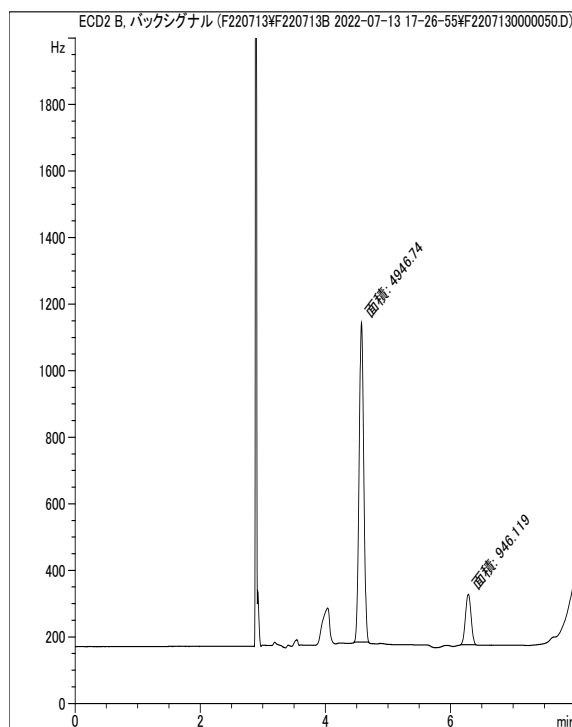


付図 2-2. 回収率のクロマトグラム (続き)

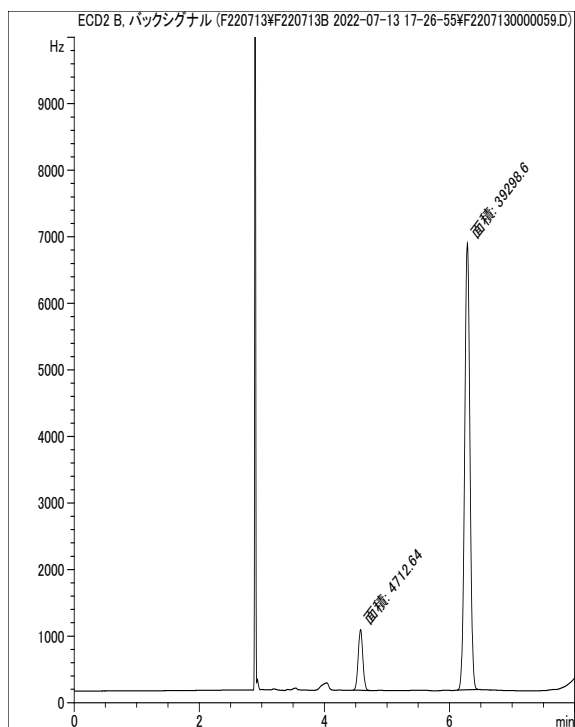
にんにく 無添加



にんにく 0.01 mg/kg 添加

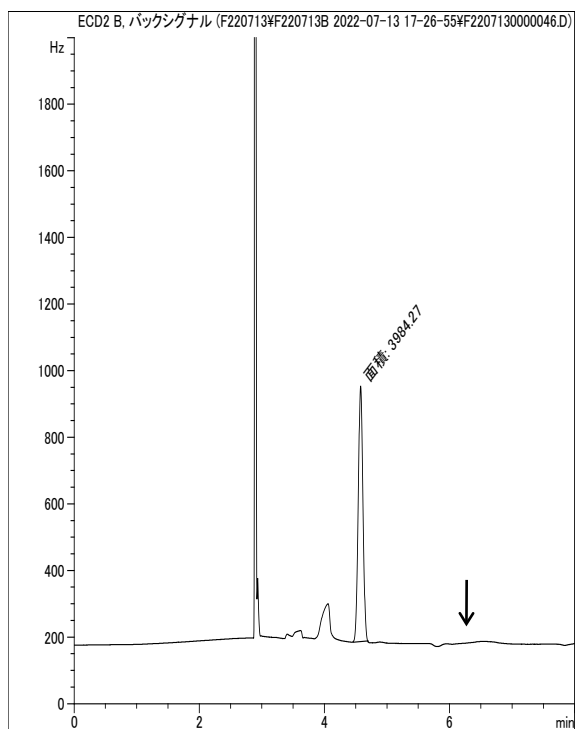


にんにく 0.5 mg/kg 添加

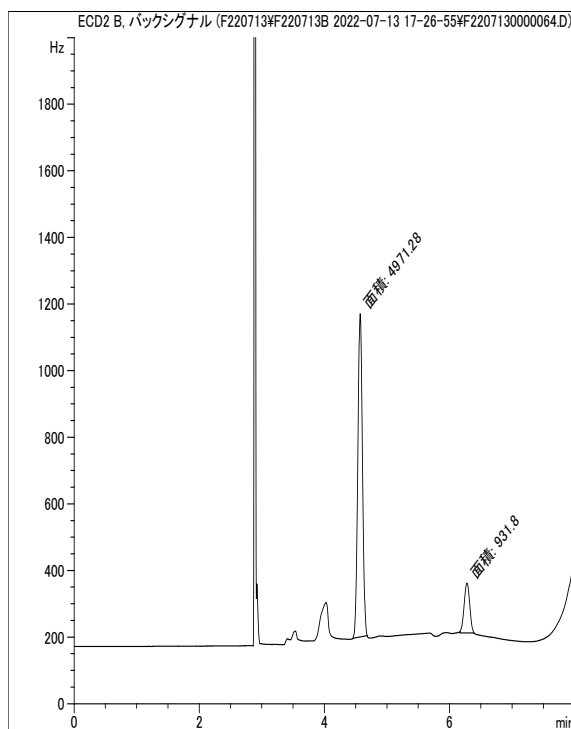


付図 2-2. 回収率のクロマトグラム (続き)

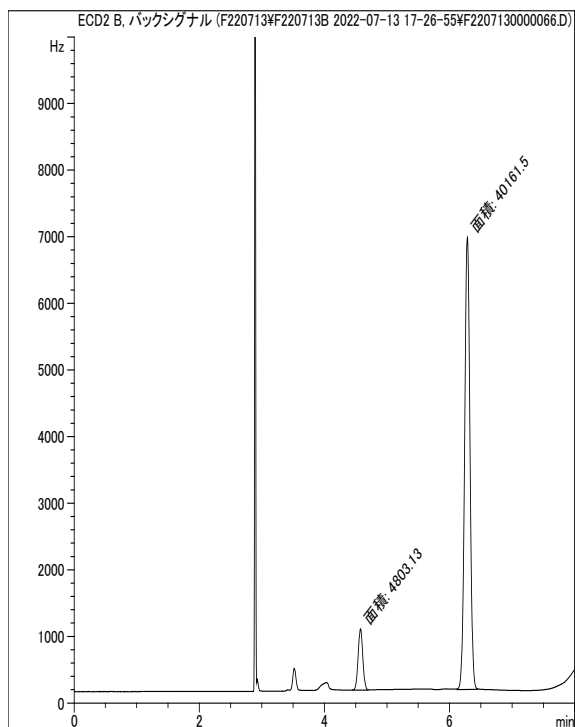
ピーマン 無添加



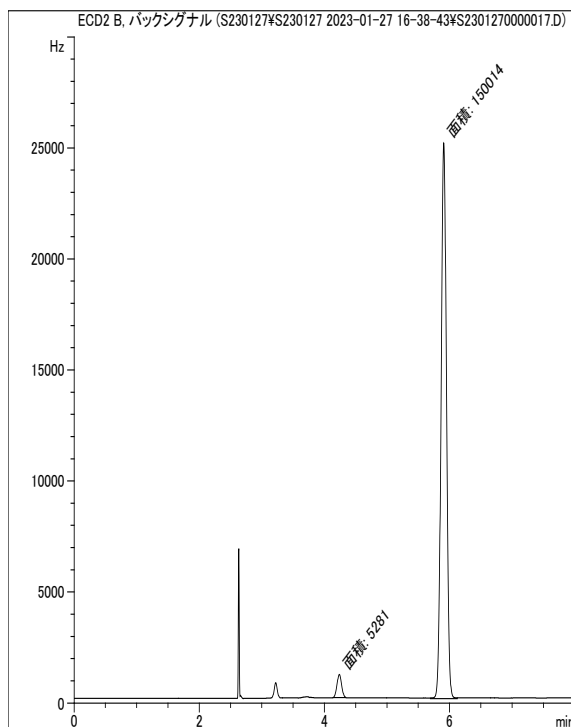
ピーマン 0.01 mg/kg 添加



ピーマン 0.5 mg/kg 添加

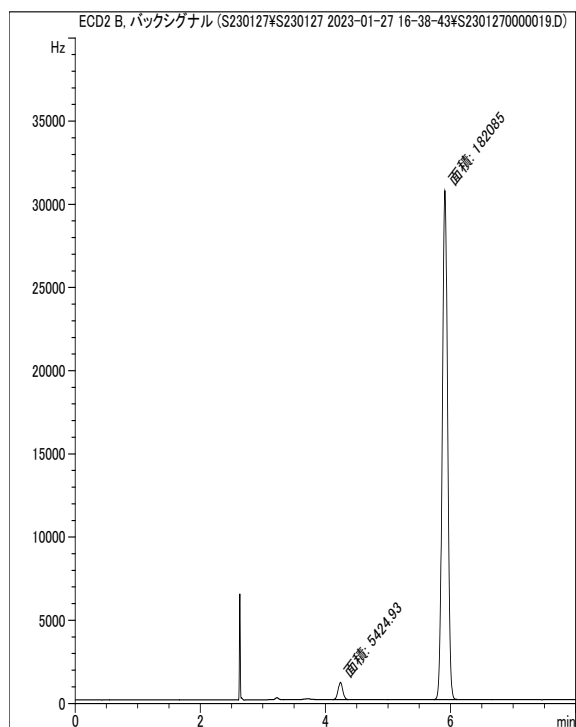


ピーマン 2 mg/kg 添加



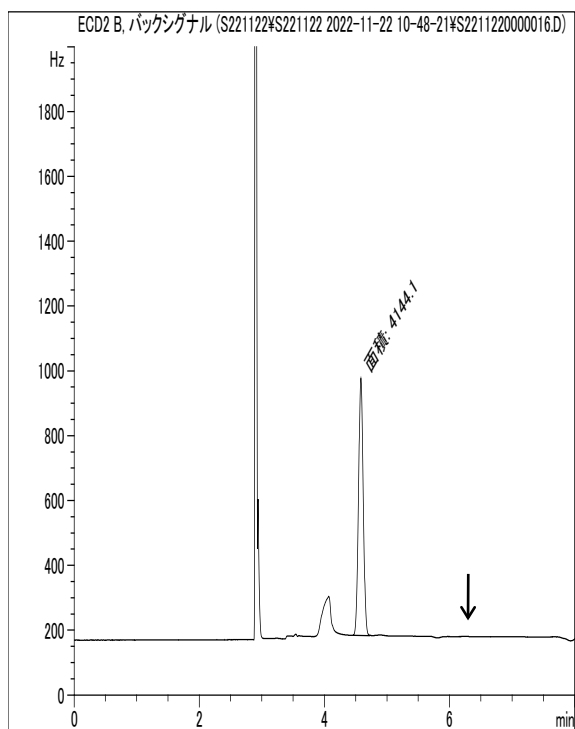
付図 2-2. 回収率のクロマトグラム (続き)

キャベツ 2 mg/kg 添加

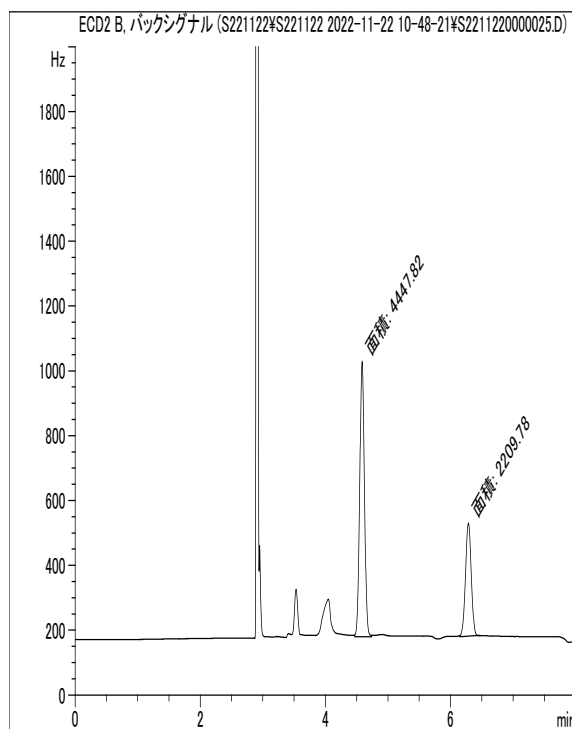


付図 2-3. いちごのクロマトグラム

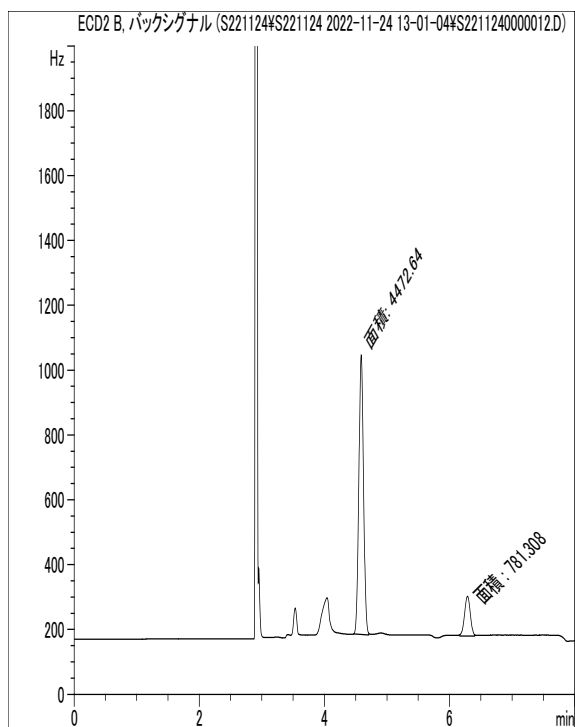
茨城県 無処理



茨城県 くん蒸処理 1 日後

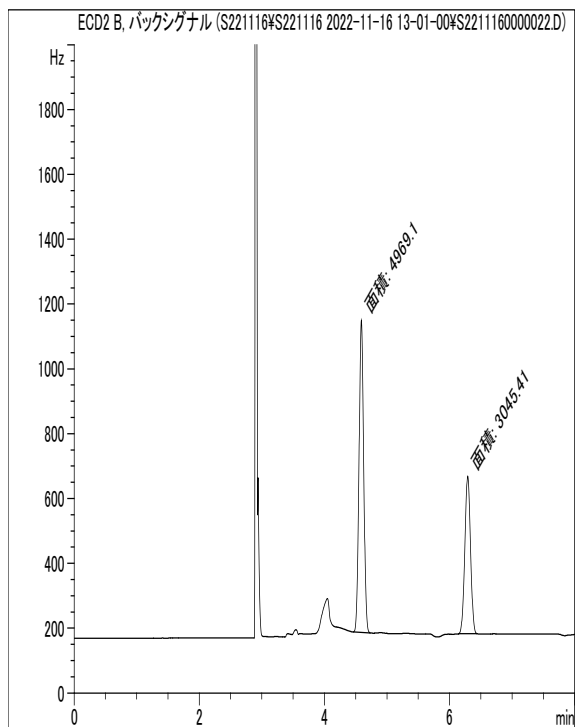


茨城県 くん蒸処理 3 日後

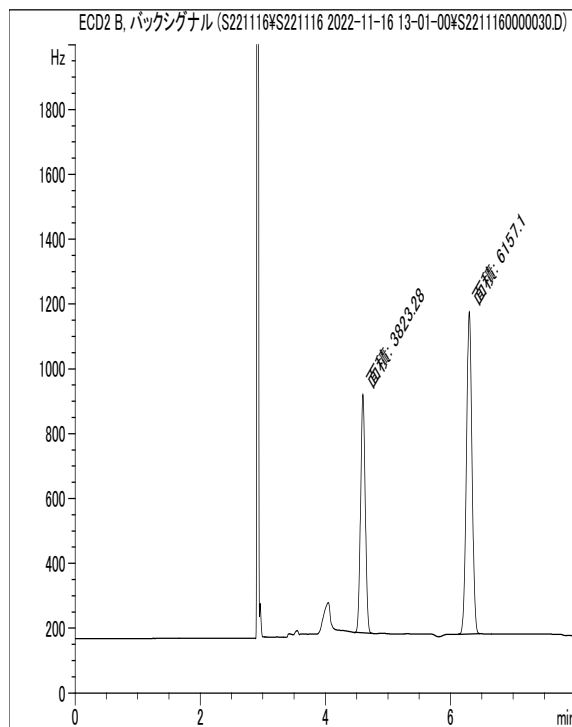


付図 2-3. いちごのクロマトグラム (続き)

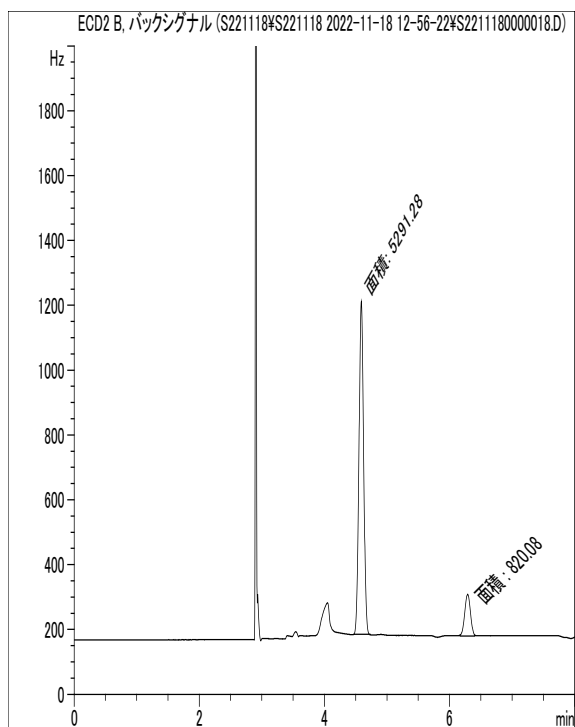
栃木県 無処理



栃木県 くん蒸処理 1 日後

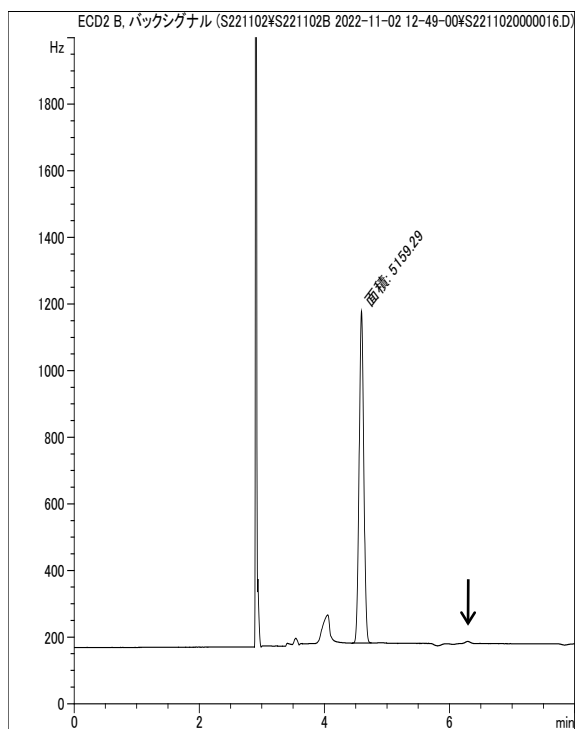


栃木県 くん蒸処理 3 日後

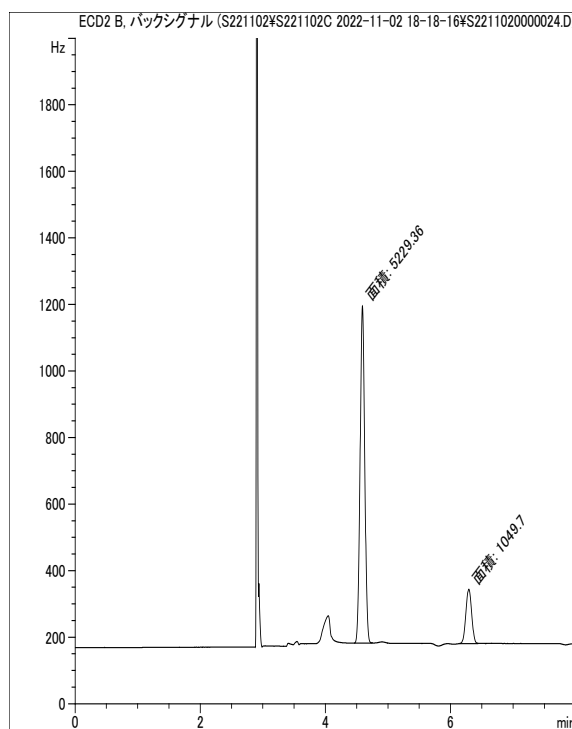


付図 2-4. オクラのクロマトグラム

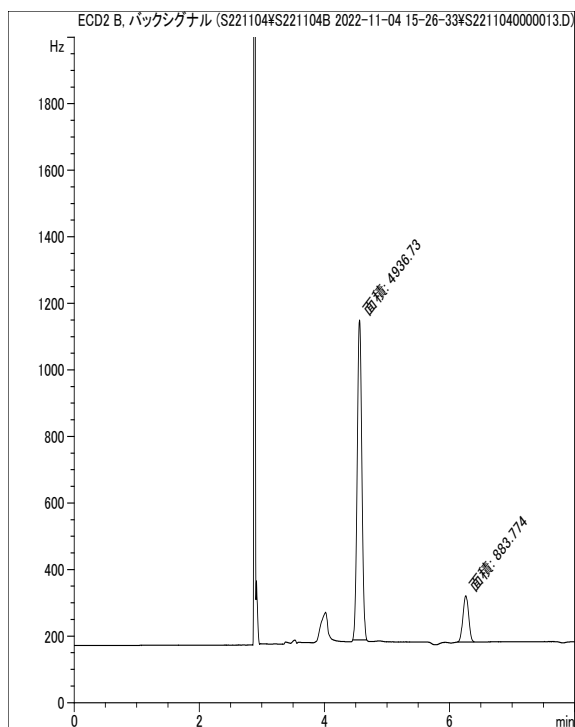
沖縄県 無処理



沖縄県 くん蒸処理 1 日後

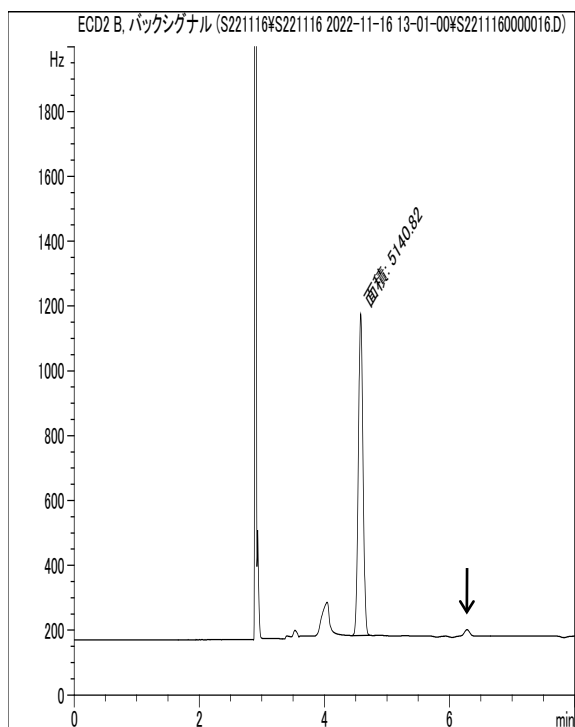


沖縄県 くん蒸処理 3 日後

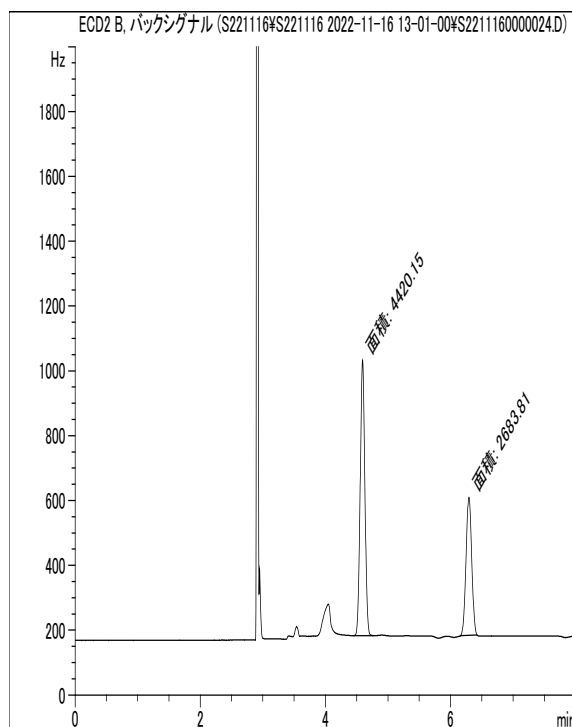


付図 2-4. オクラのクロマトグラム (続き)

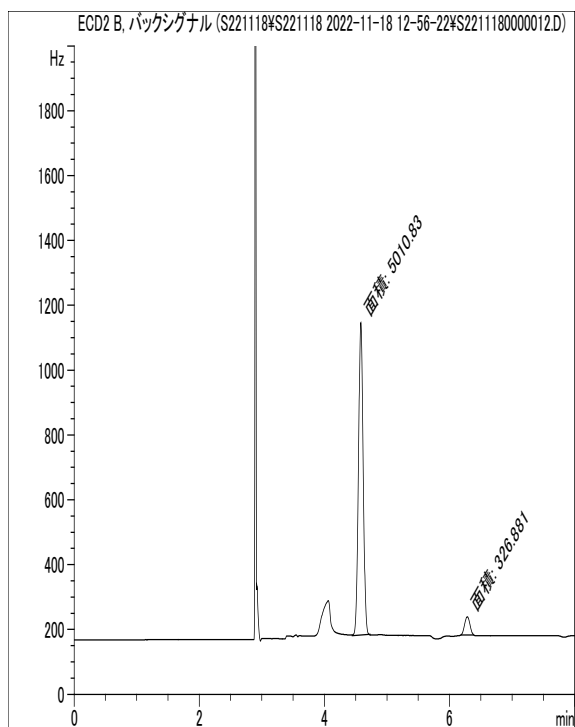
フィリピン 無処理



フィリピン くん蒸処理 1 日後

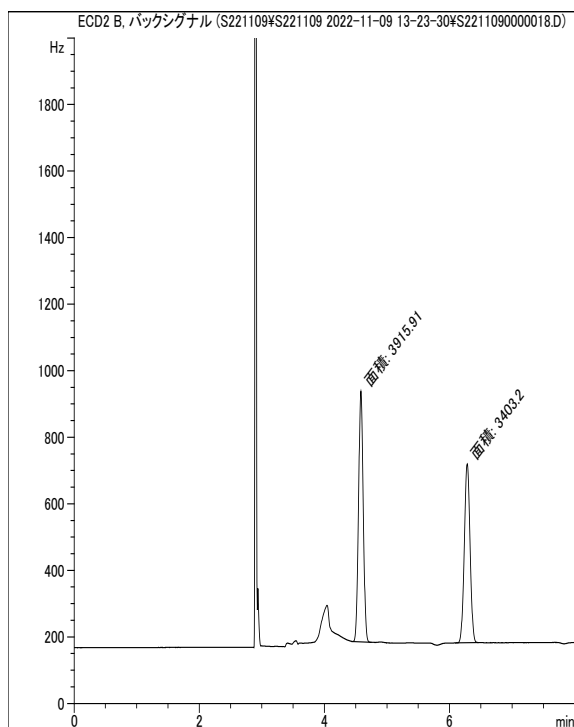


フィリピン くん蒸処理 3 日後

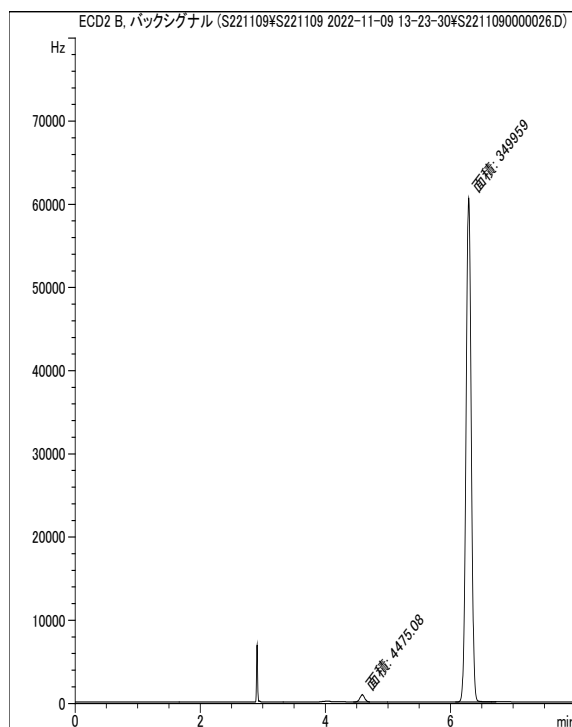


付図 2-5. オレンジのクロマトグラム

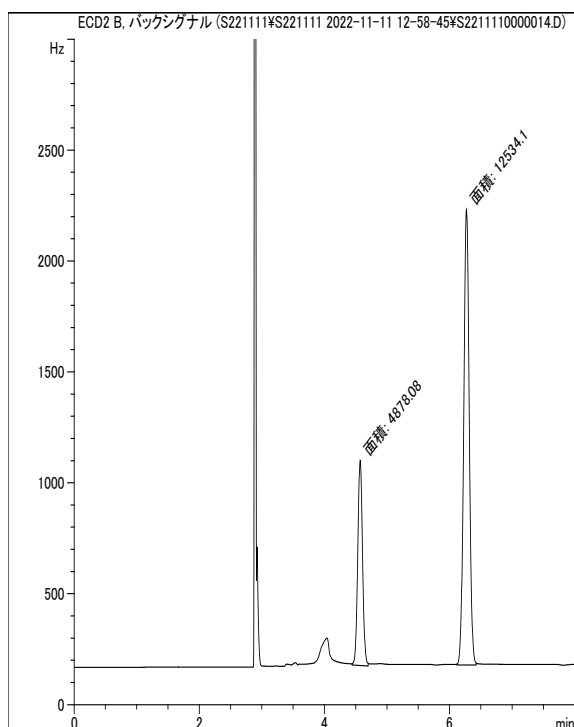
オーストラリア 無処理



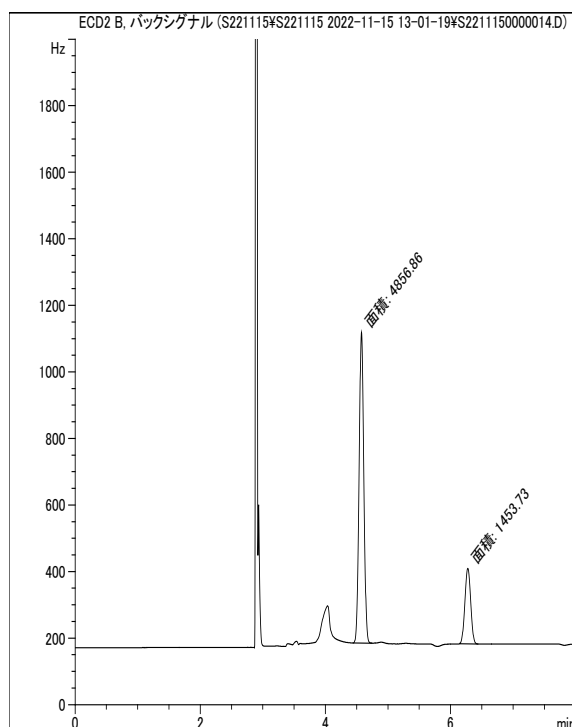
オーストラリア くん蒸処理 1 日後



オーストラリア くん蒸処理 3 日後

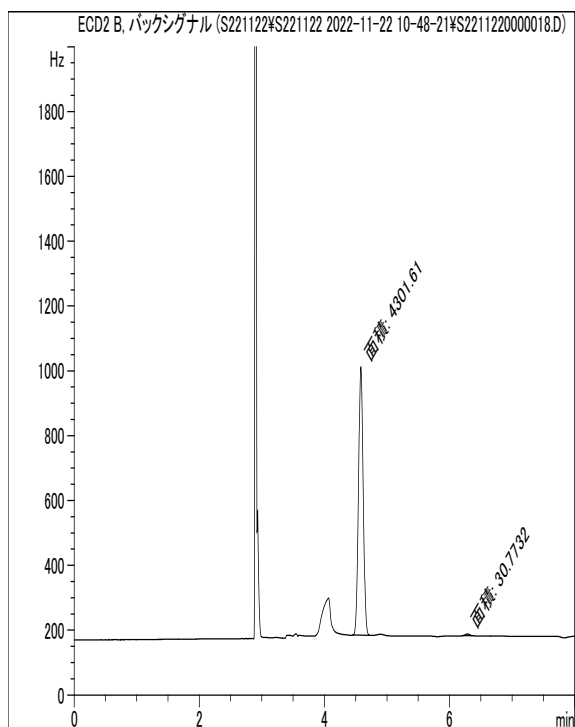


オーストラリア くん蒸処理 7 日後

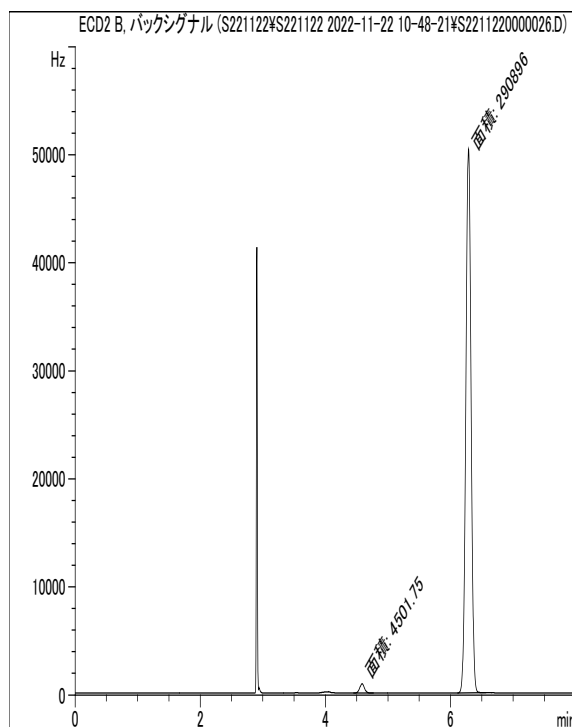


付図 2-5. オレンジのクロマトグラム (続き)

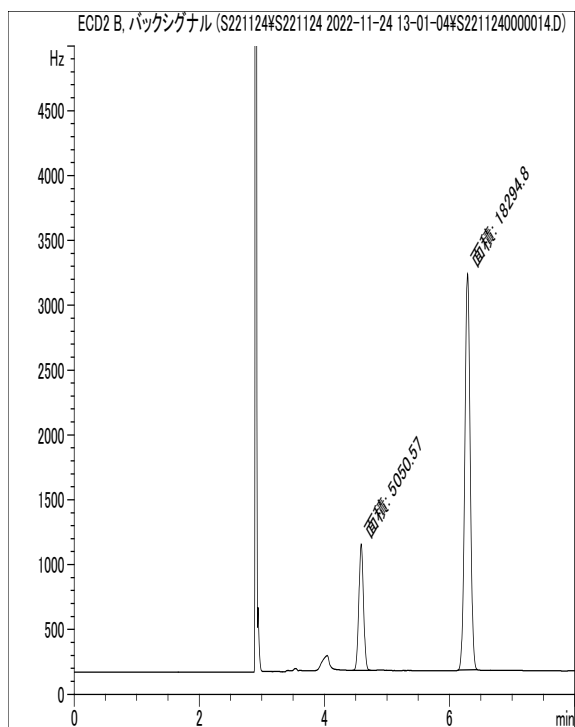
南アフリカ 無処理



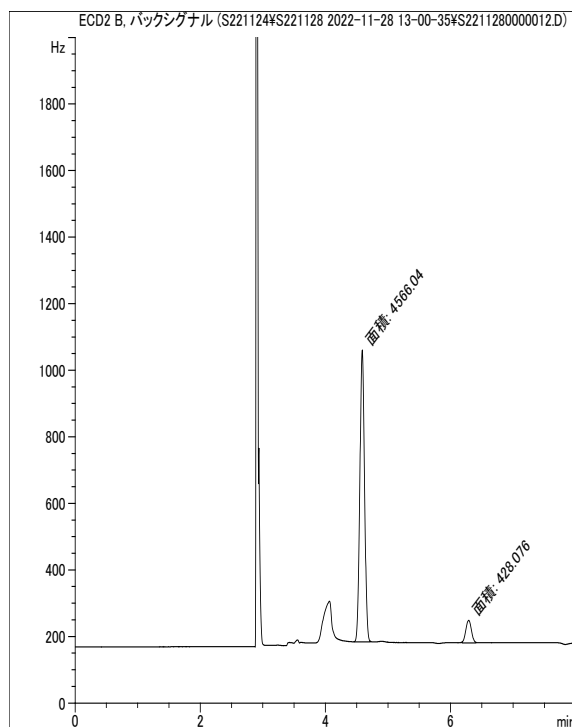
南アフリカ くん蒸処理 1 日後



南アフリカ くん蒸処理 3 日後

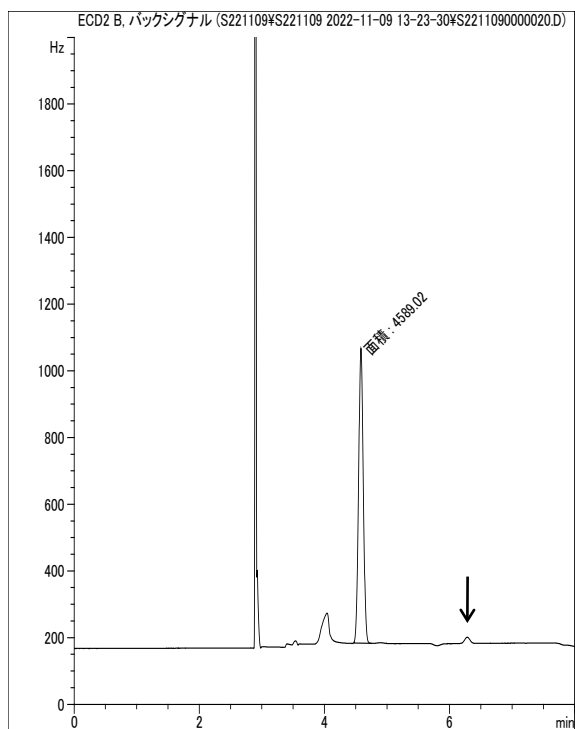


南アフリカ くん蒸処理 7 日後

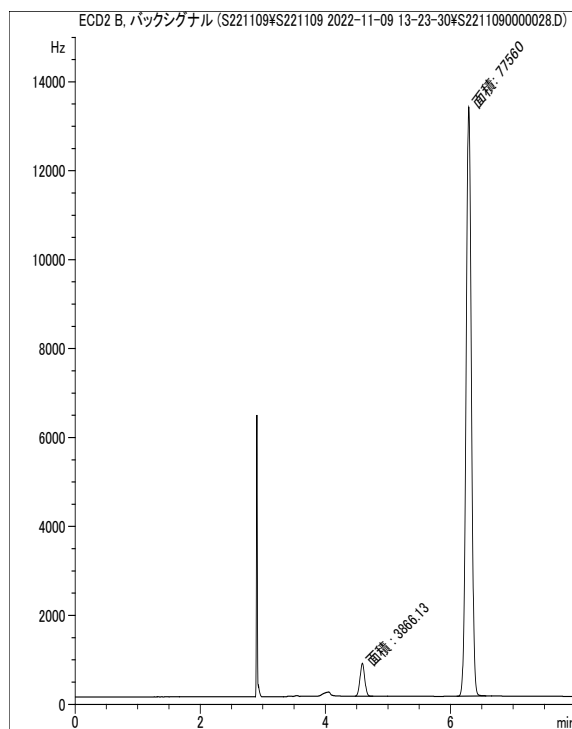


付図 2-6. キウイフルーツのクロマトグラム

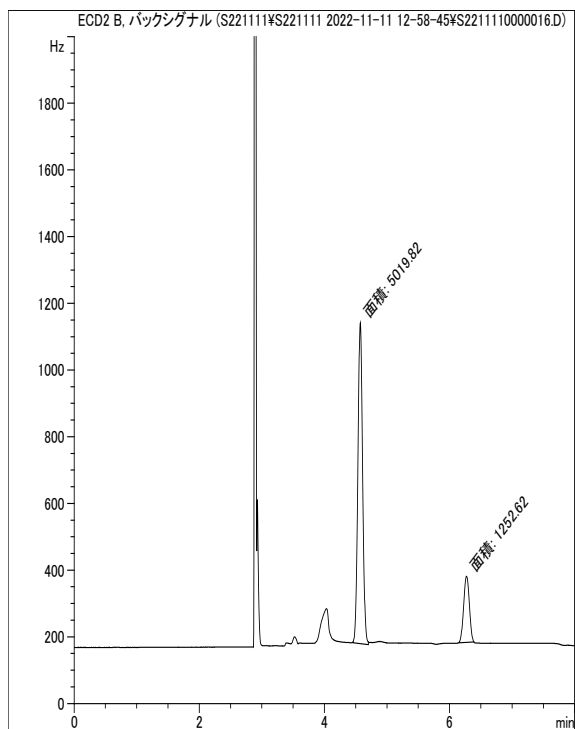
福島県 無処理



福島県 くん蒸処理 1 日後

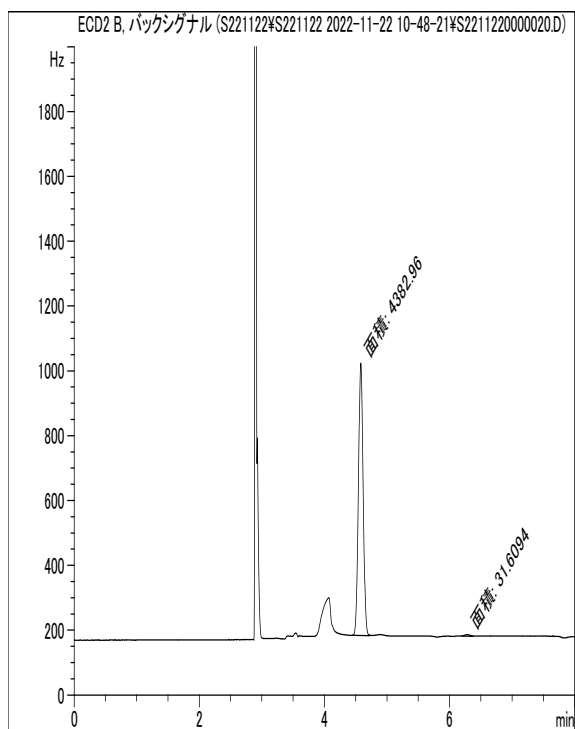


福島県 くん蒸処理 3 日後

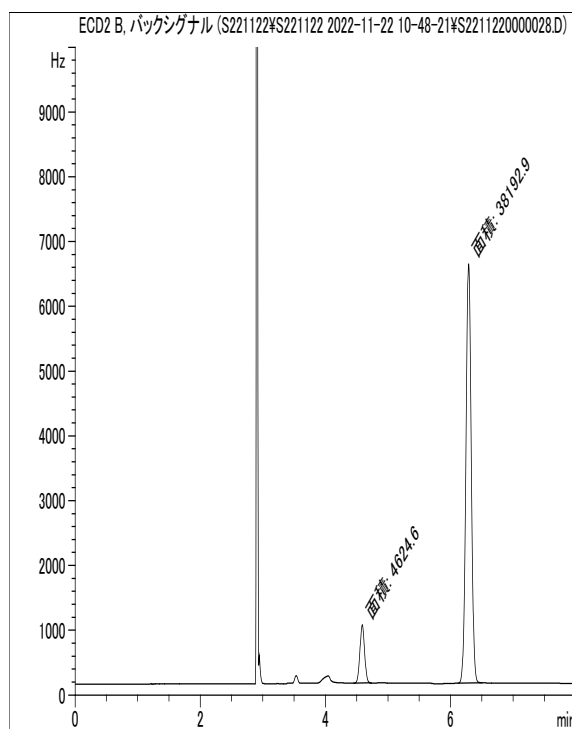


付図 2-6. キウイフルーツのクロマトグラム (続き)

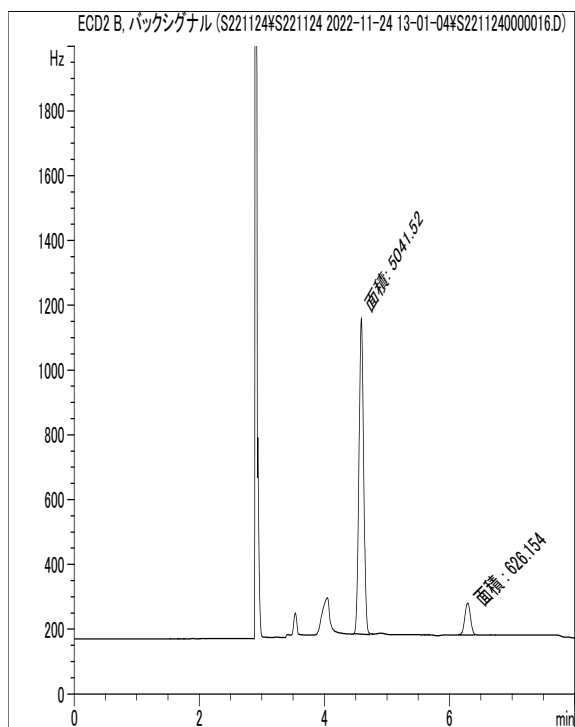
ニュージーランド 無処理



ニュージーランド くん蒸処理 1 日後

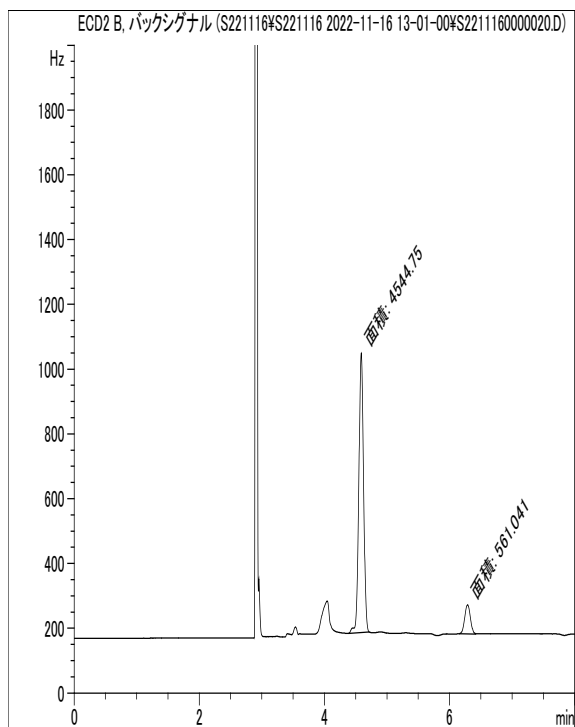


ニュージーランド くん蒸処理 3 日後

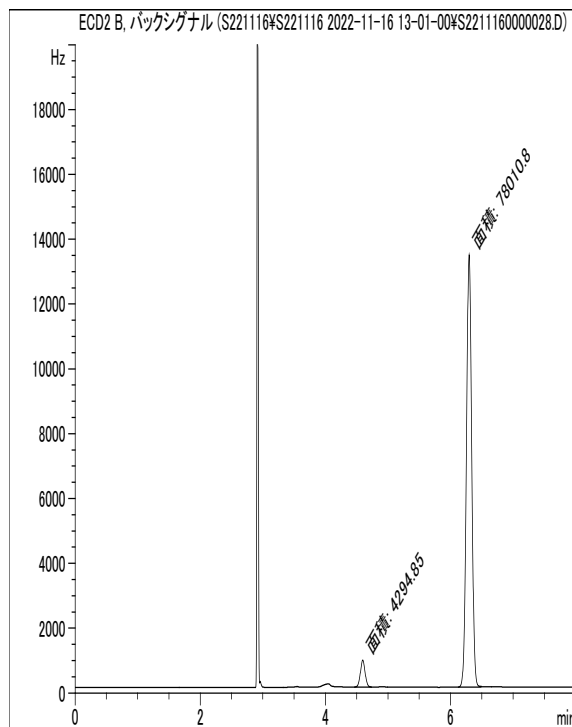


付図 2-7. キャベツのクロマトグラム

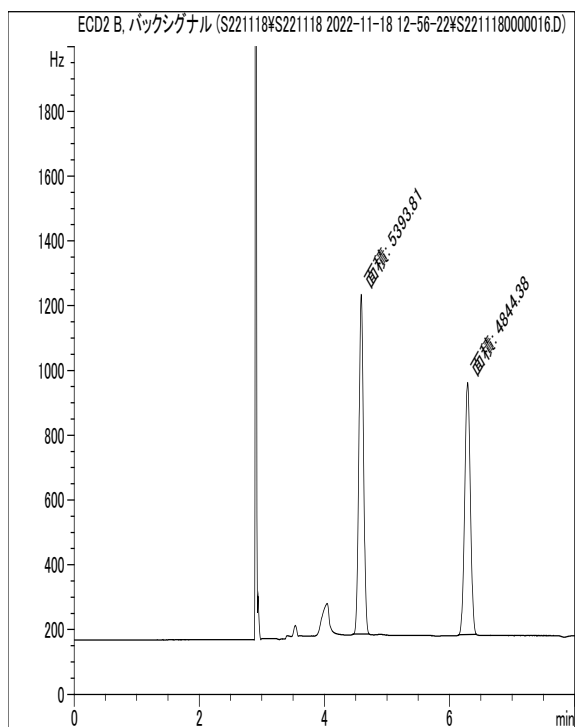
茨城県 無処理



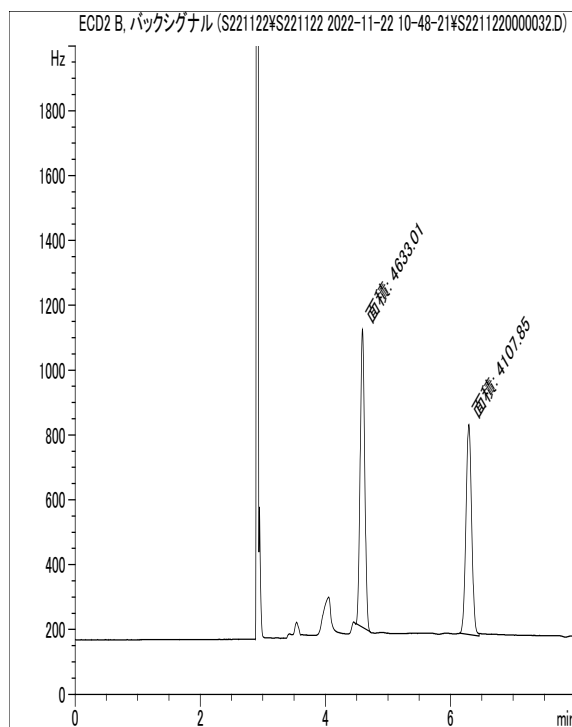
茨城県 くん蒸処理 1 日後



茨城県 くん蒸処理 3 日後

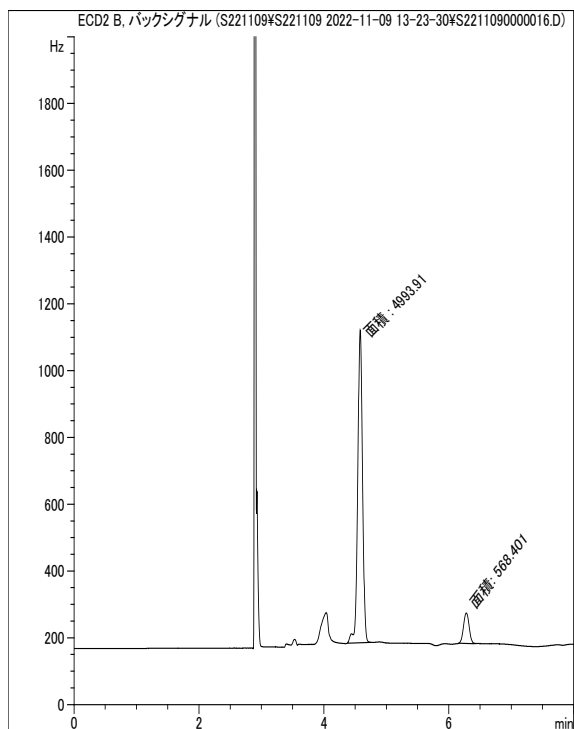


茨城県 くん蒸処理 7 日後

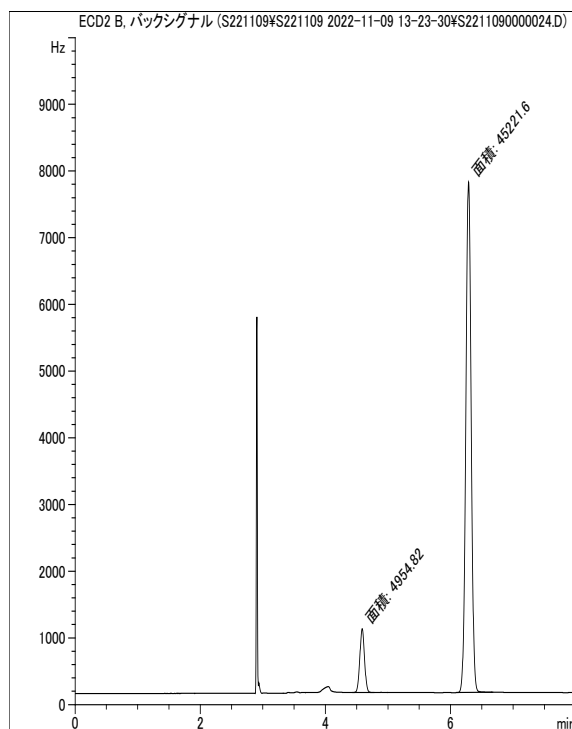


付図 2-7. キャベツのクロマトグラム (続き)

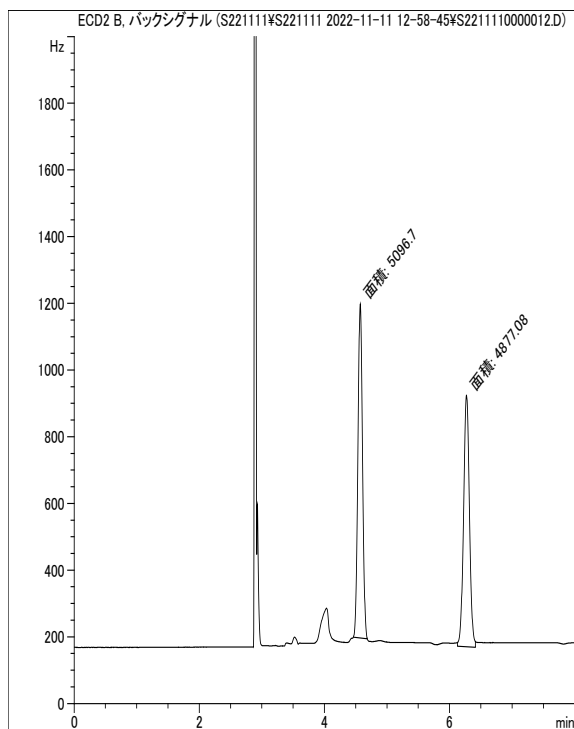
神奈川県 無処理



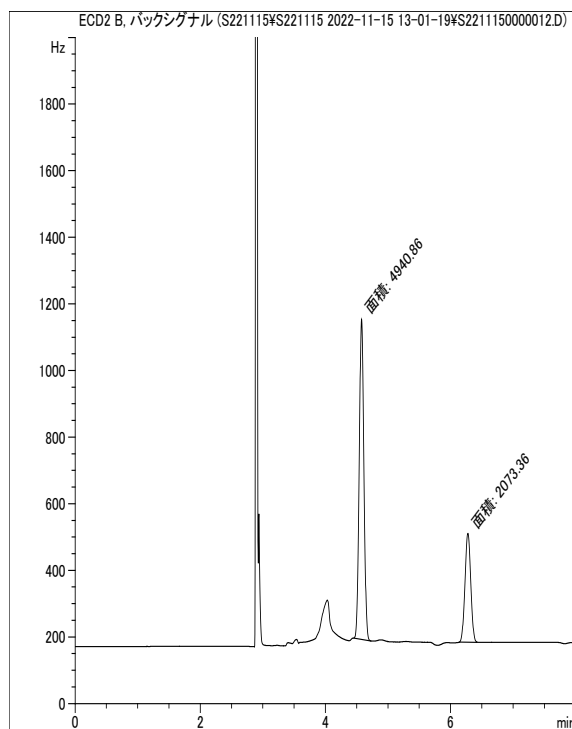
神奈川県 くん蒸処理 1 日後



神奈川県 くん蒸処理 3 日後

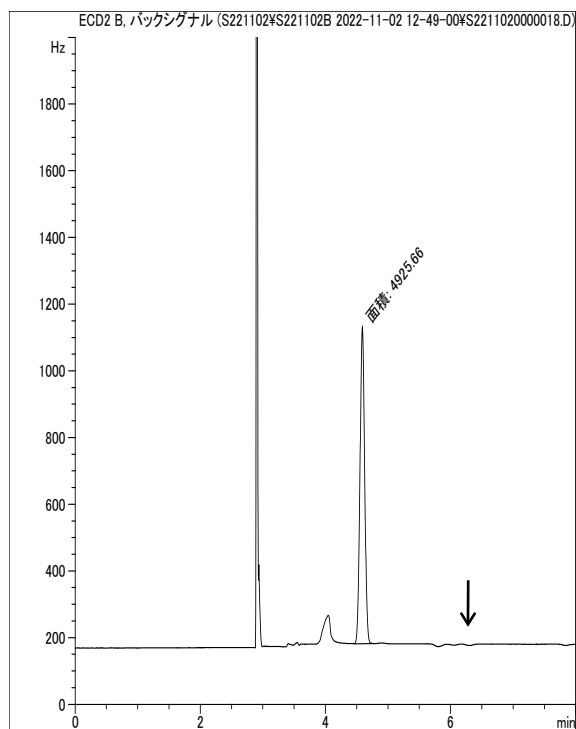


神奈川県 くん蒸処理 7 日後

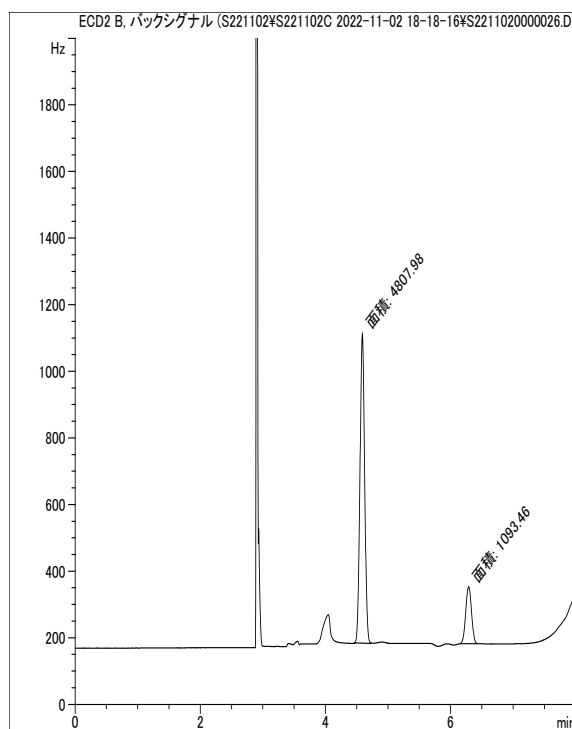


付図 2-8. さやえんどうのクロマトグラム

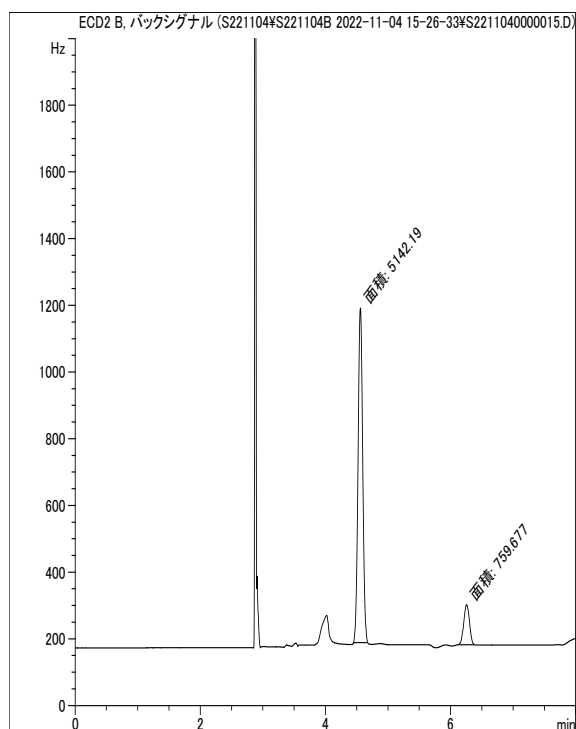
北海道 無処理



北海道 くん蒸処理 1 日後

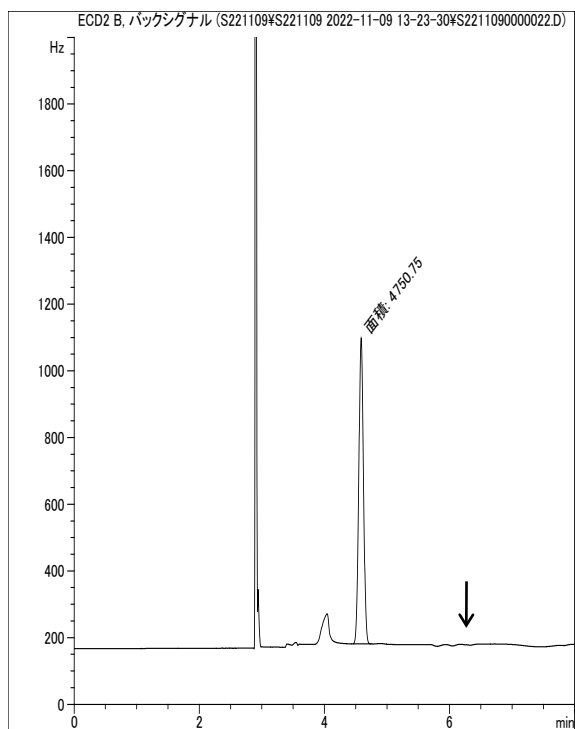


北海道 くん蒸処理 3 日後

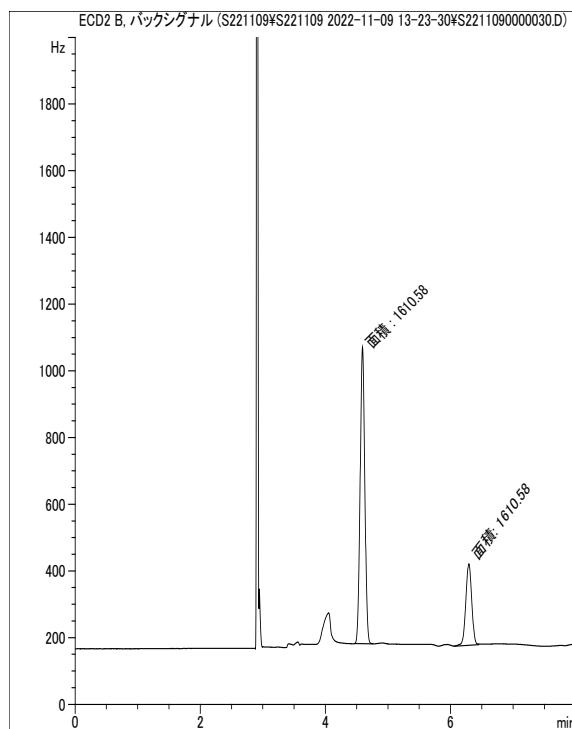


付図 2-8. さやえんどうのクロマトグラム (続き)

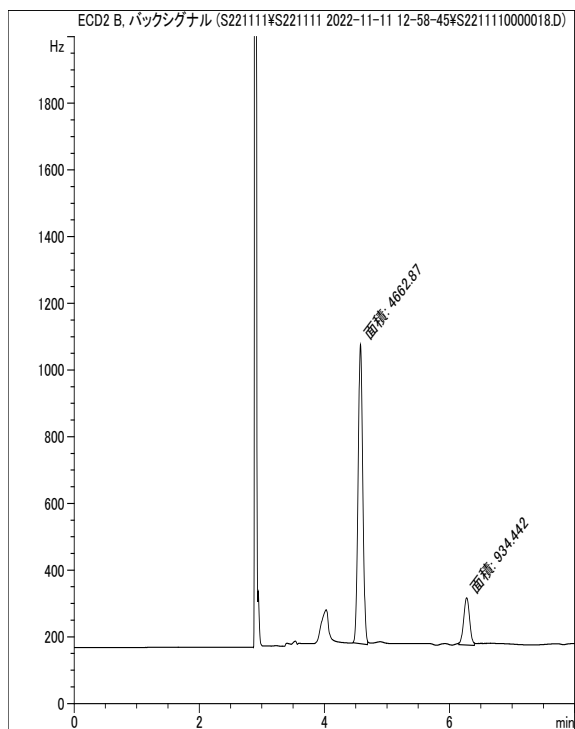
愛知県 無処理



愛知県 くん蒸処理 1 日後

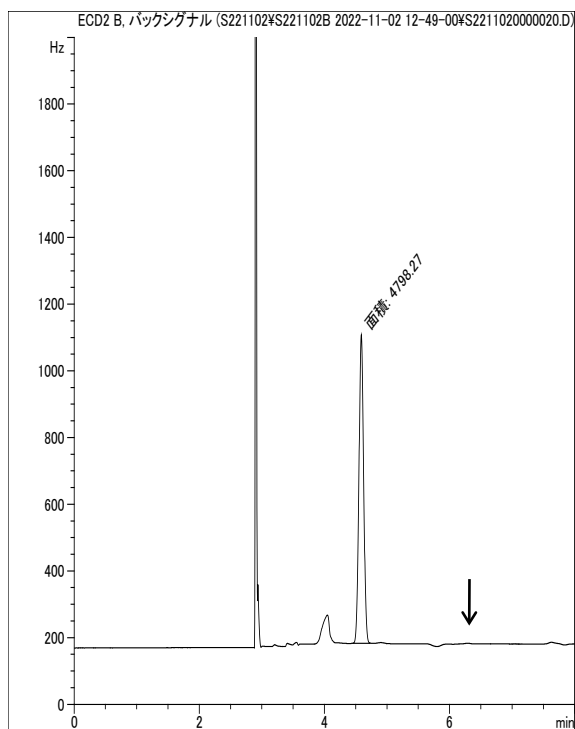


愛知県 くん蒸処理 3 日後

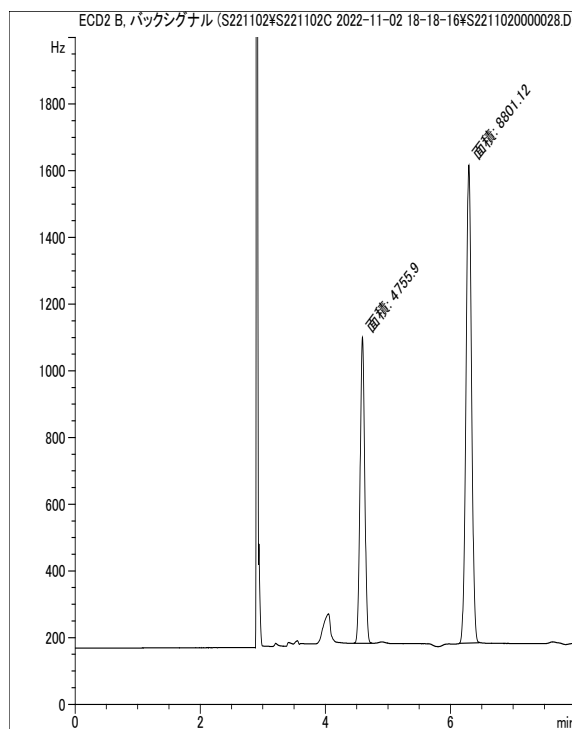


付図 2-9. にんにくのクロマトグラム

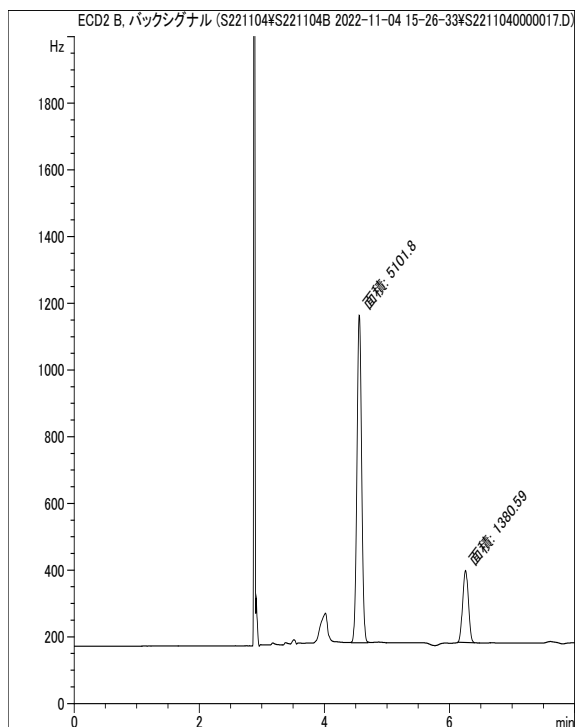
青森県 無処理



青森県 くん蒸処理 1 日後

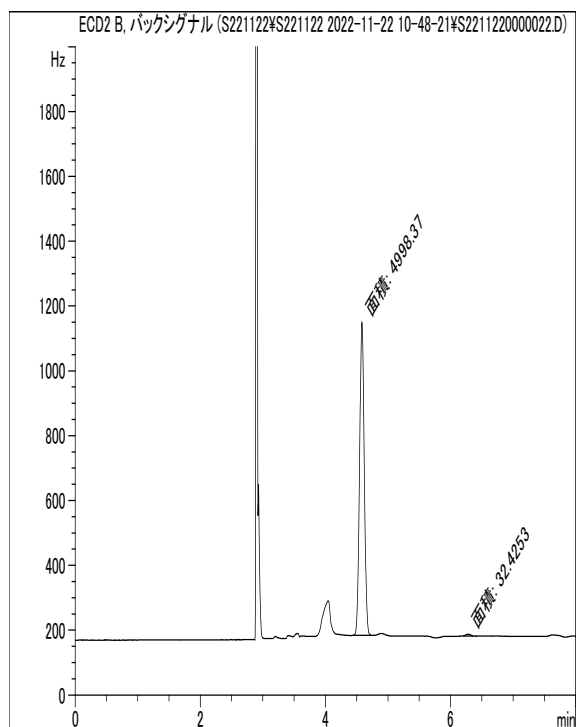


青森県 くん蒸処理 3 日後

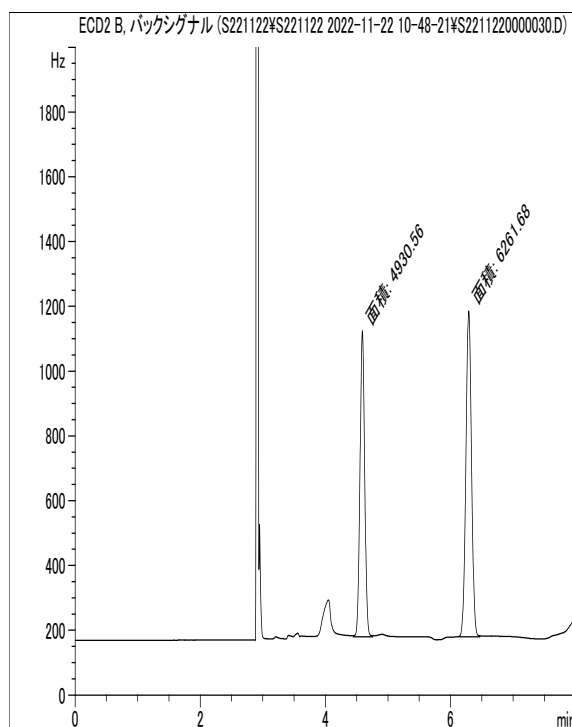


付図 2-9. にんにくのクロマトグラム (続き)

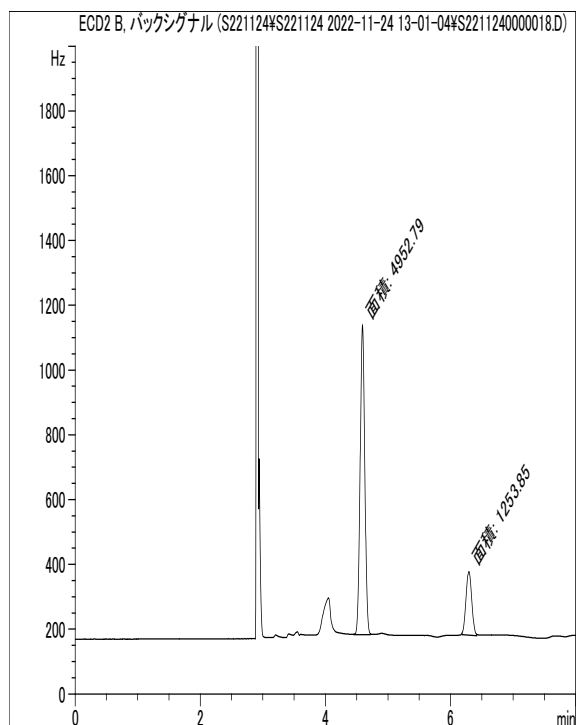
中国 無処理



中国 くん蒸処理 1 日後

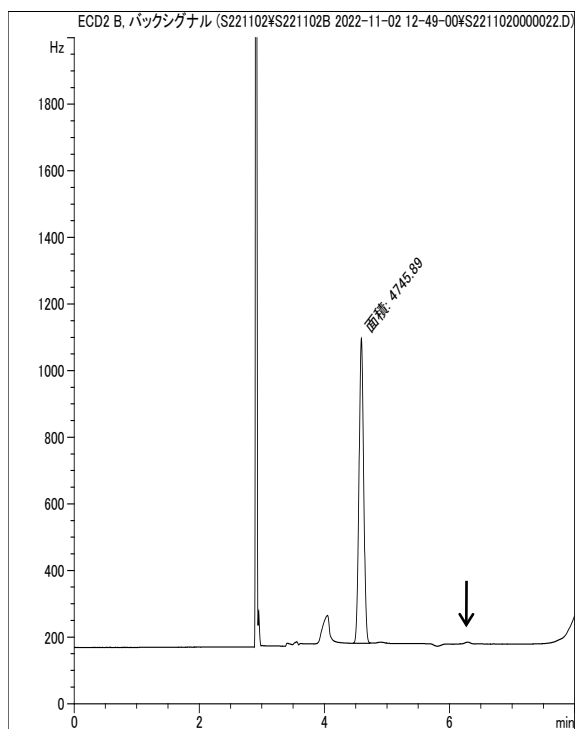


中国 くん蒸処理 3 日後

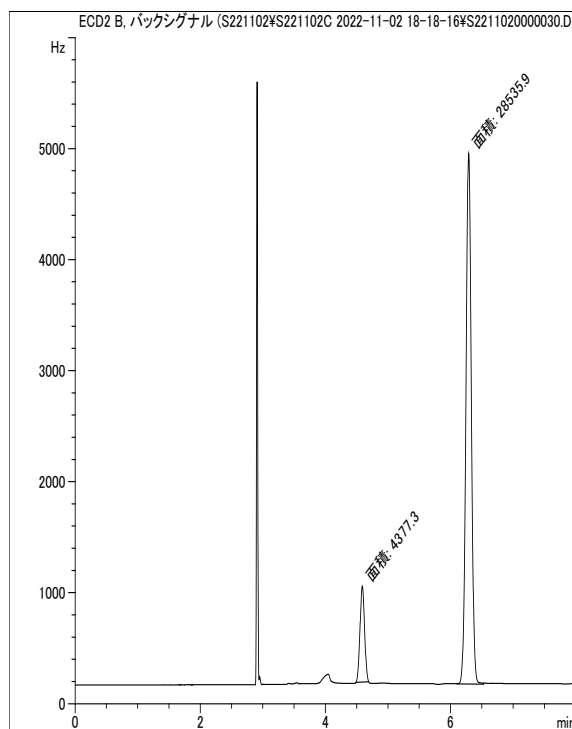


付図 2-9. ピーマンのクロマトグラム

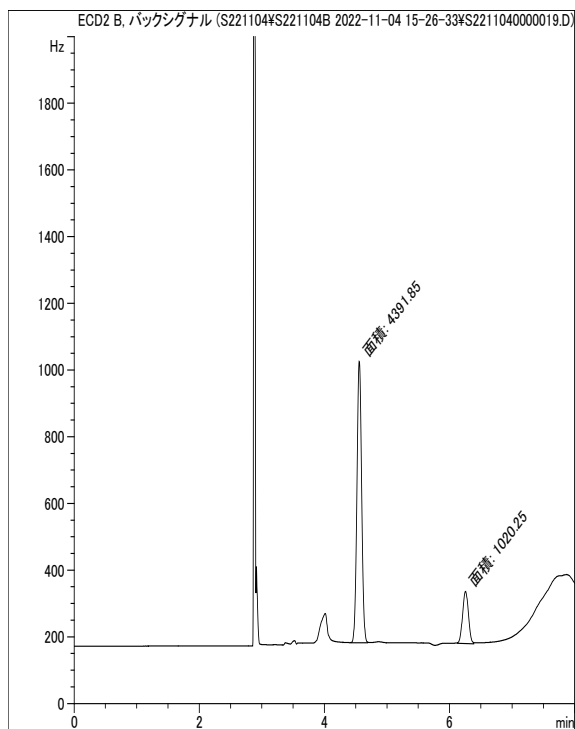
茨城県 無処理



茨城県 くん蒸処理 1 日後

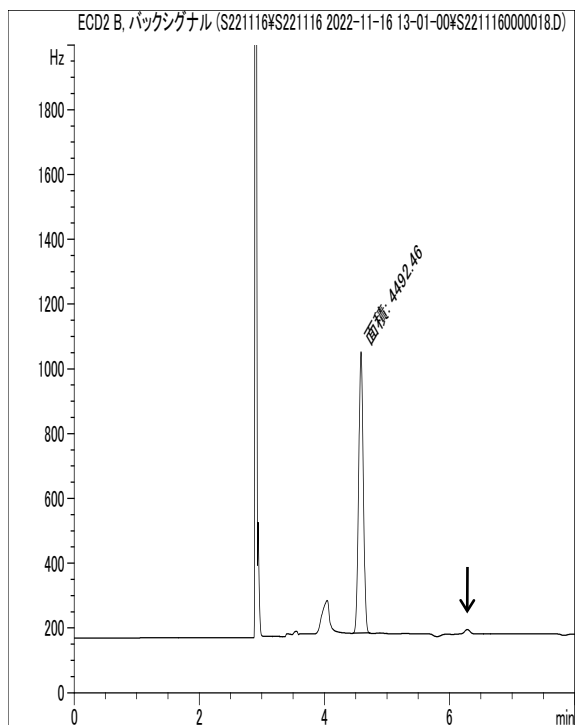


茨城県 くん蒸処理 3 日後

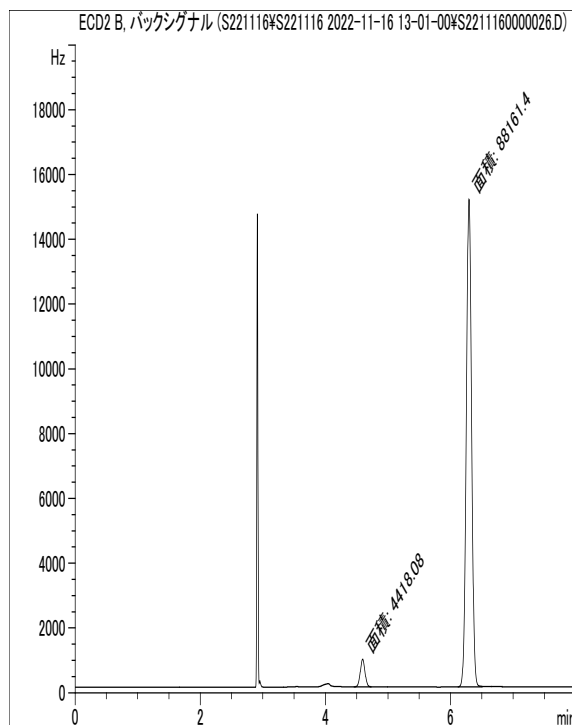


付図 2-9. ピーマンのクロマトグラム (続き)

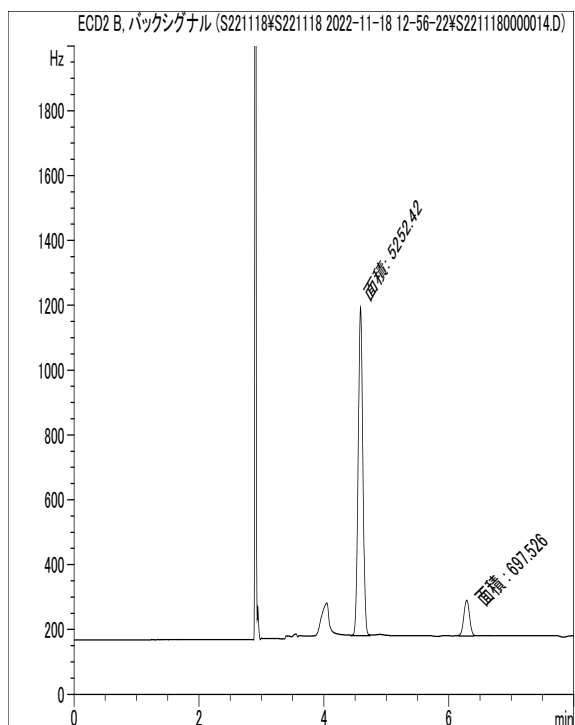
高知県 無処理



高知県 くん蒸処理 1 日後



高知県 くん蒸処理 3 日後



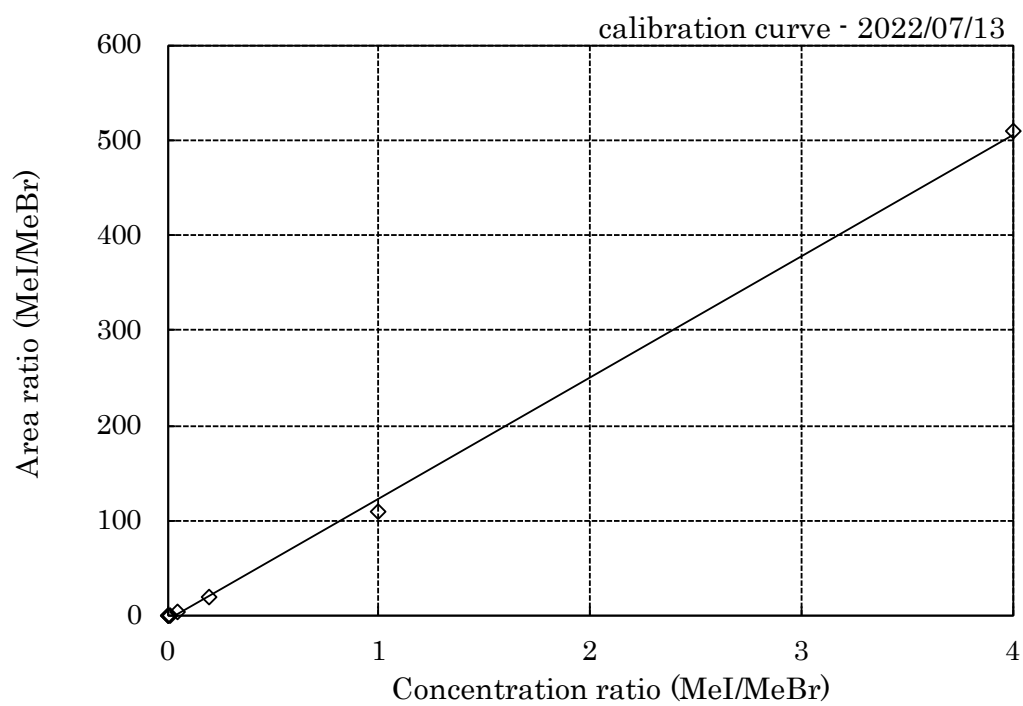
付図 3. 検量線の一例

calibration curve --- 2022/07/13

Methyl iodide

$$y = 127.404854 x - 3.55719$$

$$r = 0.99940$$



付表 1. 検討対象農産品の情報

付表 1-1. 栄養成分および分類

	栄養成分の含有率 (%) ^a				分類 ^b
	水分	タンパク質	脂質	炭水化物	
いちご	90.0	0.9	0.1	8.5	酸性果実（ベリー類）
オクラ	90.2	2.1	0.2	6.6	高水分含有作物（果菜類）
オレンジ	86.8	0.9	0.1	11.8	酸性果実（柑橘類）
キウイフルーツ	84.7	1.0	0.2	13.4	酸性果実
キャベツ	92.7	1.3	0.2	5.2	高水分含有作物（結球葉菜類）
さやえんどう	88.6	3.1	0.2	7.5	高水分含有作物（豆類）
にんにく	63.9	6.4	0.9	27.5	高水分含有作物（鱗茎類）
ピーマン	93.4	0.9	0.2	5.1	高水分含有作物（果菜類）

^a 出典：食品栄養成分表 七訂，女子栄養大学，2017^b OECD 分析法ガイダンスにおける農産品分類

付表 1-2. 分析法の妥当性確認用の市販品情報

農産品	産地	品種等
オレンジ	オーストラリア	ネーブル
キウイフルーツ	ニュージーランド	ヘイワード
さやえんどう	北海道	品種不明
にんにく	青森県	てんま一番星
ピーマン	茨城県	みおぎ

小売店で入手。

付表 2. 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 2. GLP 適合確認書（農林水産省，続き）

- （6）環境動態
- （7）生態毒性等

別添 1

令和 4 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（生鮮品）における残留性調査

試料調製報告書

一般社団法人日本くん蒸技術協会

令和 4 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（生鮮品）における残留性調査

試料調製報告書

2023 年 2 月 22 日

一般社団法人日本くん蒸技術協会
〒110-0016 東京都台東区台東 1-26-6 （植調会館 6 階）

目的

ヨウ化メチルの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、臭化メチルでの消毒実績が多く、且つ、形状や成分等が異なる 8 品目の生鮮品について、ヨウ化メチルくん蒸した場合の残留量及び減衰傾向を明らかにする。

試験期間

2022 年 6 月 10 日から 2023 年 2 月 22 日

試験場所（くん蒸施設）

名称：一般社団法人日本くん蒸技術協会 横浜研究室

所在地：〒221-0032 神奈川県横浜市神奈川区出田町 1-33-2

試験担当者（くん蒸担当者）：相馬 幸博、町田 真生、高橋 正和

被験物質

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

保管：室温

供試試料

くん蒸試料は比較的臭化メチルくん蒸実績が多い生鮮品から、小売店で入手できたいちご、オクラ、オレンジ、キウイフルーツ、キャベツ、さやえんどう、にんにく及びピーマンの計 8 品目を選択した。くん蒸試料は、その形状や成分等が異なるように配慮し、同一農産物をヨウ化メチルくん蒸した場合の残留量及び減衰傾向の変動を考察する為、各 2 産地を供した。

ヨウ化メチルくん蒸

くん蒸条件

くん蒸装置：キャベツ用 250 L 容器、オレンジ用 100 L 容器、その他 30 L 容器

収容比：0.1（試料量：キャベツ 25 kg、オレンジ 10 kg、その他 3 kg）、

0.12（キャベツ・神奈川県産、30 kg）

投薬量：48.0 g/m³（くん蒸開始時）

くん蒸温度：10℃

くん蒸時間：3 時間

ガス濃度測定：くん蒸 15、30 分後、1、2、3 時間後

ガス排気時間：1 時間（排気量 6.5L/min）

機器及び装置の操作条件

- ・ 定温庫：株式会社 FTH 製
- ・ 上皿天秤：EB-4300DW（株式会社島津製作所）
- ・ マイクロシリンジ：MS-GAN 100（株式会社伊藤製作所）
- ・ マイクロシリンジ：GASTGHT#1005（ハミルトン・カンパニー・ジャパン株式会社）
- ・ マイクロシリンジ：SYRINGE、710N、PT5（ハミルトン・カンパニー・ジャパン株式会社）
- ・ くん蒸容器：30L アクリル製くん蒸容器、100L アクリル製くん蒸容器、
250L 強化塩化ビニル製くん蒸容器
- ・ 圧力計：液柱型マノメーターPWW-600（株式会社岡野製作所）
- ・ 温湿度計：AD-5644A（株式会社エー・アンド・デイ）
- ・ 攪拌装置：San Ace 80（三洋電機株式会社）、
シルキー・ウィンド S（リズム株式会社）
- ・ 排気装置：設置型リングブロー VFZ301PN（テラル株式会社）
- ・ ガスクロマトグラフィー：GC-2014（島津株式会社）

検出器：水素炎イオン化検出器（FID）

検出器温度（℃）：150

注入口温度（℃）：110

カラムの種類：Packed Column、I.D.3.2φx2.1m、Silicone SE-30 10%、
Chromosorb WAW、80/100 メッシュ（ジューエルサイエンス株式会社）

カラム温度（℃）：85

キャリアーガス：窒素

キャリアーガス流量（mL/min）：40

水素流量（kPa）：55

空気流量（kPa）：40

試料ガス注入量（μL）：50

くん蒸操作

ヨウ化メチルは、褐色バイアル瓶に充填したヨーカヒュームを使用した。くん蒸は、30L アクリル製くん蒸ボックス（攪拌装置 San Ace 80、投薬孔、圧力測定孔、温度測定孔、給排気孔付き）、100L アクリル製くん蒸ボックス（攪拌装置シルキー・ウィンド S、投薬孔、圧力測定孔、温度測定孔、給排気孔付き）及び 250L 強化塩化ビニル製（攪拌装置 San

Ace 80 2 台、シルキー・ウィンド S 2 台、投薬孔、圧力測定孔、温度測定孔、給排気孔付き) を使用し、温度を設定した恒温室内 (定温庫) で実施した。

くん蒸試料は前日から $10^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ の定温庫で温度順化した。ヨウ化メチルの投薬は、30L くん蒸容器はガラスシャーレ上に敷いたキムワイブに液体のヨウ化メチルをマイクロシリンジで滴下し、攪拌装置にてガス化させた。100L 及び 250L くん蒸容器は、容器内に取り付けした金属製の網に挟み込んだキムワイブに、液体のヨウ化メチルをマイクロシリンジで滴下し、攪拌装置にてガス化させた。くん蒸中のガス濃度及び庫内温度は、くん蒸開始 15 分後、30 分後、1、2 及び 3 時間後時点に測定し、CT 値 (くん蒸中のガス濃度積算値) は次式により計算した。

$$\text{CT 値 (mg} \cdot \text{h/L)} = (7.5C_{15} + 22.5C_{30} + 45C_{60} + 60C_{120} + 30C_{180}) / 60$$

(C_{15} : 15 分後のガス濃度、 C_{30} : 30 分後のガス濃度、 C_{60} : 60 分後のガス濃度、 C_{120} : 120 分後のガス濃度、 C_{180} : 180 分後のガス濃度)

ヨウ化メチルガス濃度は FID 付きガスクロマトグラフ GC-2014 (株式会社島津製作所) を用い、くん蒸容器内のガスをマイクロシリンジで $50 \mu\text{L}$ 採取し分析した。検量線用のヨウ化メチル標準ガスは、ガスメーカー (大陽日酸株式会社) が作成した標準ガスボンベ (約 5000ppm) を用いた。くん蒸中の温湿度は、くん蒸容器内に温湿度計を設置し測定した。くん蒸後は、ガス排気装置により 1 時間排気した。くん蒸後の試料は、残存ガスを 1 時間排気した後、直ちに冷蔵便にて分析場所に送付した。

結果

ヨウ化メチル (ヨーカヒューム、有効成分 99.0%) くん蒸剤を用いていちご、オクラ、オレンジ、キウイフルーツ、キャベツ、さやえんどう、にんにく及びピーマンの 8 品目 (各 2 産地) をくん蒸して残留分析試料を調製した。ヨウ化メチルのくん蒸条件は、

くん蒸温度 10°C 、薬量 48.0 g/m^3 、収容比 0.1 kg/L または 0.12 kg/L で 3 時間くん蒸とした。くん蒸試料は、残存ガスを 1 時間排気した後、直ちに冷蔵便にて無処理区試料とともに分析場所に送付した。くん蒸後の試料に顕著な障害は認められなかった。

試験日程の詳細を表 1 に示した。くん蒸中の温湿度とガスの濃度測定結果、保管中の温湿度記録ならびに CT 値の算出結果を、くん蒸日順に取りまとめて表 2 に示した。また、くん蒸作業の写真記録を、くん蒸日順に付図 1 に示した。

表 1. 試験日程の詳細

品目	産地	品種	購入日	くん蒸日	試料発送日
サヤエンドウ	北海道	不明	2022/10/31	2022/11/1	2022/11/1
	愛知	キヌサヤエンドウ	2022/11/7	2022/11/8	2022/11/8
オクラ	沖縄	不明	2022/10/31	2022/11/1	2022/11/1
	フィリピン	ひざかり	2022/11/14	2022/11/15	2022/11/15
ニンニク	青森	不明	2022/10/31	2022/11/1	2022/11/1
	中国	不明	2022/11/19	2022/11/21	2022/11/21*
ピーマン	茨城	不明	2022/10/31	2022/11/1	2022/11/1
	高知	不明	2022/11/14	2022/11/15	2022/11/15
キャベツ	神奈川	グリーンスター	2022/11/7	2022/11/8	2022/11/8
	茨城	不明	2022/11/14	2022/11/15	2022/11/15
オレンジ	オーストラリア	ネーブル	2022/11/7	2022/11/8	2022/11/8
	南アフリカ	ネーブル	2022/11/19	2022/11/21	2022/11/21*
イチゴ	栃木	とちあいか	2022/11/14	2022/11/15	2022/11/15
	茨城	とちおとめ	2022/11/19	2022/11/21	2022/11/21*
キウイ	福島	ヘイワード	2022/11/7	2022/11/8	2022/11/8
	ニュージーランド	サンゴールド	2022/11/18	2022/11/21	2022/11/21*

*無処理区の試料は、前日に発送した。

表 2. くん蒸中の温湿度とガス濃度の測定結果 (2022/11/1)

品目	品種	産地	くん蒸箱 (L)	果実数 (個)	重量 (g)	収容比 (t/m ³)	葉量 (g/m ³)	温度 (°C)	時間 (h)	投葉量 (mL)		0min	15min	30min	1h	2h	3h	CT値	無処理区
1	サヤエンドウ ①	北海道	30	—	3014.3	0.1	48	10	3	0.63	時刻	10:06	10:21	10:36	11:06	12:06	13:06	78.2	1007.7g
											庫内温度 (°C)	9.4	9.8	10.0	10.0	10.1	9.9		
											庫内湿度 (%)	99	99	99	99	99	99		
											庫内濃度 (mg/L)	—	32.2	30.0	29.1	27.8	26.7		
2	オクラ ①	沖縄	30	—	3034.6	0.1	48	10	3	0.63	時刻	10:11	10:26	10:41	11:11	12:11	13:11	79.4	13袋 1048.9g
											庫内温度 (°C)	9.4	9.7	10.0	10.0	10.1	9.9		
											庫内湿度 (%)	99	99	99	99	99	99		
											庫内濃度 (mg/L)	—	40.9	33.9	30.2	26.5	25.0		
3	ニンニク ①	青森	30	30	3023.6	0.1	48	10	3	0.63	時刻	10:16	10:31	10:46	11:16	12:16	13:16	1280	10房 1053.7g
											庫内温度 (°C)	9.4	9.9	10.2	10.2	10.1	9.8		
											庫内湿度 (%)	69	69	68	69	70	72		
											庫内濃度 (mg/L)	—	53.5	51.7	48.9	44.5	41.6		
4	ピーマン ①	茨城	30	95	3035.9	0.1	48	10	3	0.63	時刻	10:21	10:36	10:51	11:21	12:21	13:21	1298	35個 1072.7g
											庫内温度 (°C)	9.4	9.8	10.0	10.1	10.1	9.9		
											庫内湿度 (%)	88	94	96	97	99	99		
											庫内濃度 (mg/L)	—	60.1	57.0	51.9	43.0	38.0		
くん蒸室	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	時刻	10:06	10:21	10:36	11:06	12:06	13:06		—
											庫内温度 (°C)	8.3	9.5	9.1	9.1	9.1	9.2		
											庫内湿度 (%)	72.1	73.5	80.8	76.4	74.7	84.2		

表 2. くん蒸中の温湿度とガス濃度の測定結果 (2022/11/8)

品目	品種	産地	くん蒸箱 (L)	果実数 (個)	重量	収容比 (t/m ³)	薬量 (g/m ³)	温度 (°C)	時間 (h)	投薬量 (mL)	時刻	0min	15min	30min	1h	2h	3h	CT値	無処理区
1	キャベツ ①	神奈川	250	32	30.020kg	0.12	48	10	3	5.28	時刻 庫内温度 (°C) 庫内湿度 (%) 庫内濃度 (mg/L)	10:30 10.1 99 —	10:45 10.3 99 47.4	11:00 10.5 99 43.5	11:30 10.1 99 39.7	12:30 10.4 99 36.3	13:30 10.5 99 34.2		3個 2816.4g
2	オレージ ①	オースト ラリア	100	41	10.030kg	0.1	48	10	3	2.11	時刻 庫内温度 (°C) 庫内湿度 (%) 庫内濃度 (mg/L)	10:35 9.7 98 —	10:50 9.9 98 55.9	11:05 9.8 99 54.8	11:35 9.6 99 52.1	12:35 9.6 99 49.2	13:35 9.6 99 46.8		5個 1219.5g
3	キウイ ①	福島	30	29	3032.2g	0.1	48	10	3	0.63	時刻 庫内温度 (°C) 庫内湿度 (%) 庫内濃度 (mg/L)	10:40 9.6 83 —	10:55 9.9 87 53.3	11:10 10.2 87 51.8	11:40 10.2 88 50.0	12:40 10.2 91 47.7	13:40 10.2 92 45.9		10個 1043.3g
4	サヤエン ドク ②	愛知	30	—	3031.3g	0.1	48	10	3	0.63	時刻 庫内温度 (°C) 庫内湿度 (%) 庫内濃度 (mg/L)	10:45 9.6 99 —	11:00 9.9 99 29.9	11:15 10.1 99 28.6	11:45 10.1 99 27.3	12:45 10.1 99 26.5	13:45 10.1 99 25.6		1027.8g
くん 蒸室	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	時刻 庫内温度 (°C) 庫内湿度 (%)	10:30 9.2 78.0	10:45 9.3 78.0	11:00 8.3 73.6	11:30 8.5 83.9	12:30 9.6 92.4	13:30 9.5 88.8		

表 2. くん蒸中の温湿度とガス濃度の測定結果 (2022/11/15)

品目	品種	産地	くん蒸箱 (L)	果実数 (個)	重量	収容比 (t/m ³)	薬量 (g/m ³)	温度 (°C)	時間 (h)	投薬量 (mL)		0min	15min	30min	1h	2h	3h	CT値	無処理区
1	キャベツ ②	茨城	250	26	25.035kg	0.1	48	10	3	5.28	時刻	10:00	10:15	10:30	11:00	12:00	13:00	3個 2422.2g	
											庫内温度 (°C)	9.8	9.9	10.1	10.1	10.2	10.1		
											庫内湿度 (%)	99	99	99	99	99	99		
											庫内濃度 (mg/L)	—	51.3	46.8	43.6	39.1	37.1	114.3	
2	イチゴ ①	栃木	30	—	3041.6g	0.1	48	10	3	0.63	時刻	10:05	10:20	10:35	11:05	12:05	13:05	4パック 1078.5g (果実重量)	
											庫内温度 (°C)	9.6	9.5	9.6	9.6	9.5	9.7		
											庫内湿度 (%)	99	99	99	99	99	99		
											庫内濃度 (mg/L)	—	44.9	38.7	33.9	29.4	27.4	88.6	
3	オクラ ②	フィリピン	30	—	3038.4g	0.1	48	10	3	0.63	時刻	10:10	10:25	10:40	11:10	12:10	13:10	16袋 1217.4g (果実重量)	
											庫内温度 (°C)	9.8	10.0	10.0	10.0	10.1	10.2		
											庫内湿度 (%)	99	99	99	99	99	99		
											庫内濃度 (mg/L)	—	37.3	32.1	28.4	25.6	24.5	75.9	
4	ピーマン ②	高知	30	84	3037.0g	0.1	48	10	3	0.63	時刻	10:15	10:30	10:45	11:15	12:15	13:15	32個 1184.6g	
											庫内温度 (°C)	9.9	10.0	9.9	10.0	10.0	10.1		
											庫内湿度 (%)	91	93	94	96	99	99		
											庫内濃度 (mg/L)	—	58.5	55.9	50.1	41.3	37.0	125.6	
くん 蒸室	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	時刻	10:00	10:15	10:30	11:00	12:00	13:00		
											庫内温度 (°C)	9.4	9.2	8.1	8.8	9.5	8.5		
											庫内湿度 (%)	86.8	79.2	74.7	82.5	97.0	77.0		

表 2. くん蒸中の温湿度とガス濃度の測定結果 (2022/11/21)

品目	品種	産地	くん蒸箱 (L)	果実数 (個)	重量	収容比 (t/m ³)	薬量 (g/m ³)	温度 (°C)	時間 (h)	投薬量 (mL)		0min	15min	30min	1h	2h	3h	CT値	無処理区
1	オレンジ ②	南アフリカ	100	48	10.030kg	0.1	48	10	3	2.11	時刻 庫内温度 (°C) 庫内湿度 (%) 庫内濃度 (mg/L)	10:00 9.5 89 —	10:15 9.7 94 55.4	10:30 9.8 96 55.1	11:00 9.7 98 53.7	12:00 9.6 99 51.3	13:00 10.0 99 49.3		6個 1292.8g
2	イチゴ ②	茨城	30	12 パック	3033.1g	0.1	48	10	3	0.63	時刻 庫内温度 (°C) 庫内湿度 (%) 庫内濃度 (mg/L)	10:05 9.5 99 —	10:20 9.6 99 40.4	10:35 9.6 99 34.3	11:05 9.8 99 29.9	12:05 10.0 99 27.3	13:05 10.1 99 26.5		5パック 1273.8g (果実重量)
3	キウイ ②	ニュージー ランド	30	25	3041.4g	0.1	48	10	3	0.63	時刻 庫内温度 (°C) 庫内湿度 (%) 庫内濃度 (mg/L)	10:10 9.5 90 —	10:25 9.8 91 52.3	10:40 10.0 91 51.8	11:10 10.0 93 49.9	12:10 10.3 95 46.6	13:10 10.1 97 44.8		12個 1433.7g
4	ニンニク ②	中国	30	47	3038.6g	0.1	48	10	3	0.63	時刻 庫内温度 (°C) 庫内湿度 (%) 庫内濃度 (mg/L)	10:15 9.6 80 —	10:30 10.0 78 52.3	10:45 10.1 77 50.4	11:15 10.2 77 48.0	12:15 10.4 75 42.7	13:15 10.3 76 40.6		20個 1318.4g
くん 蒸室	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	時刻 庫内温度 (°C) 庫内湿度 (%)	10:00 8.8 84.2	10:15 9.2 92.8	10:30 9.3 94.0	11:00 9.2 93.0	12:00 9.0 78.0	13:00 9.6 79.9		

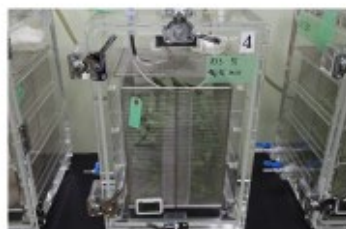
付図 1. くん蒸作業写真

2022/11/1 くん蒸 ①

20221101サヤエンドウ①オクラ①ニンニク①ピーマン①
MI48g・3h・10°C・0.1t/m³



サヤエンドウ①
くん蒸状況



オクラ①
くん蒸状況



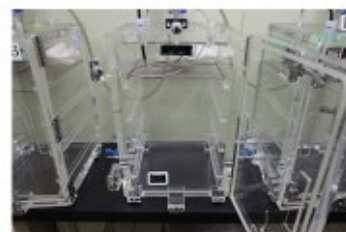
ニンニク①
くん蒸状況



ピーマン①
くん蒸状況



くん蒸状況



30Lくん蒸箱
投薬孔、攪拌ファン付き

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/1 くん蒸 ②

サヤエンドウ① 北海道産



購入状況



購入状況



無処理区



無処理区



処理区くん蒸前



処理区くん蒸直後

* 写真のラベル『MB』は『MI』の誤りです。

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/1 くん蒸 ③

オクラ① 沖縄県産



購入状況



購入状況



無処理区



無処理区



処理区くん蒸前



処理区くん蒸直後

* 写真のラベル『MB』は『MI』の誤りです。

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/1 くん蒸 ④

ニンニク① 青森県産



購入状況



購入状況



無処理区



無処理区



処理区くん蒸前



処理区くん蒸直後

* 写真のラベル『MB』は『MI』の誤りです。

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/1 くん蒸 ⑤

ピーマン① 茨城県産



購入状況



購入状況



無処理区



無処理区



処理区くん蒸前



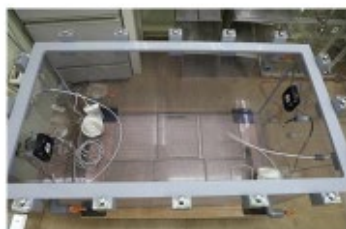
処理区くん蒸直後

* 写真のラベル『MB』は『MI』の誤りです。

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/8 くん蒸 ①

20221108 キャベツ① オレンジ① キウイ① サヤエンドウ②
MI48g・3h・10°C・0.1t/m³



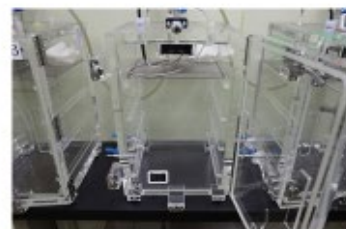
250Lくん蒸箱

- ・投薬孔付き
- ・備え付き攪拌ファン2台
- ・モバイルファン2台設置
- ・温湿度計1台設置
- ・底面に網を設置



100Lくん蒸箱

- ・投薬孔付き
- ・モバイルファン1台設置
- ・温湿度計1台設置



30Lくん蒸箱

- ・投薬孔付き
- ・備え付き攪拌ファン1台
- ・温湿度計1台設置

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/8 くん蒸 ②

20221108 キャベツ① オレンジ① キウイ① サヤエンドウ②
MI48g・3h・10°C・0.1t/m³



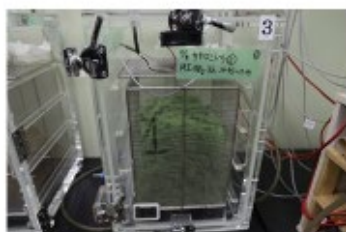
キャベツ①
くん蒸状況
250Lくん蒸箱



オレンジ①
くん蒸状況
100Lくん蒸箱



キウイ①
くん蒸状況
30Lくん蒸箱



サヤエンドウ②
くん蒸状況
30Lくん蒸箱



くん蒸状況

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/8 くん蒸 ③

キャベツ① 神奈川県産 グリーンスター



購入状況①



購入状況②



購入状況③



無処理区①



無処理区②



処理区くん蒸直前①

* キャベツのラベル『0.1t/m³』は『0.12t/m³』の誤りです。

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/8 くん蒸 ④

キャベツ① 神奈川県産 グリーンスター



処理区くん蒸直前②



処理区くん蒸直後①



処理区くん蒸直後②

* キャベツのラベル『0.1t/m³』は『0.12t/m³』の誤りです。

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/8 くん蒸 ⑤

オレンジ① ネーブル オーストラリア産
* 防ばい剤としてTBZ、イマザリル、フルジオキシニル、ピリメタニル
を使用しています。



購入状況①



購入状況②



購入状況③



無処理区



処理区くん蒸前



処理区くん蒸直後

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/8 くん蒸 ⑥

キウイ① ハイワード 福島県産



購入状況①



購入状況②



購入状況③



無処理区



処理区くん蒸前



処理区くん蒸直後

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/8 くん蒸 ⑦

サヤエンドウ② キヌサヤエンドウ 愛知県産



購入状況①



購入状況②



無処理区①



無処理区②



処理区くん蒸前



処理区くん蒸直後

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/15 くん蒸 ①

20221115 キャベツ② イチゴ① ピーマン② オクラ②
MI48g・3h・10°C・0.1t/m³



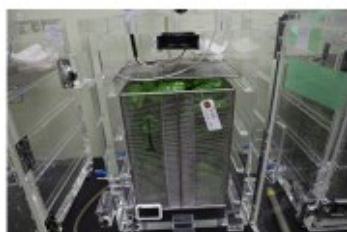
キャベツ②
くん蒸状況
250Lくん蒸箱



イチゴ①
くん蒸状況
30Lくん蒸箱



オクラ②
くん蒸状況
30Lくん蒸箱



ピーマン②
くん蒸状況
30Lくん蒸箱

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/15 くん蒸 ②

キャベツ② 茨城県産



購入状況①



購入状況②



購入状況③



無処理区①



無処理区②



処理区くん蒸直前①

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/15 くん蒸 ③

キャベツ② 茨城県産



処理区くん蒸直前②



処理区くん蒸直後①



処理区くん蒸直後②

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/15 くん蒸 ④

イチゴ① とちあいか 栃木県産



購入状況①



購入状況②



無処理区①



無処理区②



処理区くん蒸前



処理区くん蒸直後

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/15 くん蒸 ⑤

オクラ② ひざかり フィリピン産



購入状況①



購入状況②



購入状況③



無処理区



処理区くん蒸前



処理区くん蒸直後

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/15 くん蒸 ⑥

ピーマン② 高知県産



購入状況①



購入状況②



無処理区①



無処理区②



処理区くん蒸前



処理区くん蒸直後

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/21 くん蒸 ①

20221121 オレンジ② イチゴ② キウイ② ニンニク②
MI48g・3h・10°C・0.1t/m³



オレンジ②
くん蒸状況
100Lくん蒸箱



イチゴ②
くん蒸状況
30Lくん蒸箱



キウイ②
くん蒸状況
30Lくん蒸箱



ニンニク②
くん蒸状況
30Lくん蒸箱



くん蒸状況

*イチゴは外側のフィルムと中敷きの気泡緩衝材は除いて、トレイと果実の状態でくん蒸しました。前回も同様です。

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/21 くん蒸 ②

オレンジ② ネーブル 南アフリカ産

*イマザリル、チアベンダゾール、ピリメタニルが使用されています。



購入状況①



購入状況②



購入状況③



無処理区①



無処理区②



処理区くん蒸直前①

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/21 くん蒸 ③

イチゴ② とちおとめ 茨城県産



購入状況①



購入状況②



購入状況③



無処理区②



処理区くん蒸前



処理区くん蒸直後

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/21 くん蒸 ④

キウイ② サンゴールド ニュージーランド産



購入状況①



購入状況②



無処理区①



無処理区②



処理区くん蒸前



処理区くん蒸直後

付図 1. くん蒸作業写真 (続き)

2022/11/21 くん蒸 ⑤

ニンニク② 中国産



購入状況①



購入状況②



無処理区①



無処理区②



処理区くん蒸前



処理区くん蒸直後

別添 2

令和 4 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（生鮮品）における残留性調査

米国内でのヨウ化メチルの登録状況調査報告書

LANDIS INTERNATINAL R & D MANGEMENT

要 旨

ヨウ化メチルは, 2007 年に Arysta LifeScience (2019 年～UPL) が初めて米国登録し, 臭化メチルの代替品として 7 製品 (リスト記載) を登録していたが, 2012 年に EPA と合意し, すべての登録を抹消した。ヨウ化メチルは, 米国では農薬用途での使用は禁止され, Arysta LifeScience¹ 社が登録者であり, 登録申請時に米国 EPA に提出された報告書／関連資料は 247 件であった。登録されていた全製品と登録のために提出されていた報告書／関連資料のリストを作成した。

米国 EPA による新規登録, リスク評価, Arysta LifeScience による自主的な取り消し要請 (2012 年 11 月 21 日), 取り消しに対する EPA の回答 (2012 年 11 月 21 日及び 2013 年 1 月 16 日) について公開された 26 文章についてリストが入手可能である。また, カリフォルニア州での裁判により, カリフォルニア州でも登録抹消されており, 当該裁判に関する情報を調査する事が可能である。

連絡先 :

一般財団法人残留農薬研究所

〒303-0043 茨城県常総市内守谷町 4321 番地

TEL 0297-27-4509

LANDIS INTERNATIONAL R & D MANGEMENT

Post Office Box 5126 / Valdosta, Georgia 31603-5126

Tel (229)247-6472

米国におけるヨウ化メチルの農薬としての利用状況（概要和訳）

ヨウ化メチルは 2007 年に米国 EPA によって最初に登録され、登録者はアリストであった。アリストによって登録された 7 種類の製品のリストを Appendix A に示す。ヨウ化メチルは臭化メチルの代替品として開発された。2007 年、EPA は、ノーベル化学賞を受賞した 6 名を含む 50 名以上の科学者のグループによって重大な懸念が提起されたにも関わらず、1 年間の条件付きで登録を承認した。この科学者たちが EPA に宛てた文書には“ヨウ化メチルの高い揮発性と水溶性のため、農業場面でこの物質が広範に使用されることによって大気、表層水及び地下水への放出が確実に起こり、その結果、多くの人に暴露されることになる”ことが示されていた。2008 年、EPA は期限付き登録を期限なしの条件登録とする新しい通知を発出した。その要求事項は、登録者は製品に関するトレーニング／製品管理計画を作成するとともに、他の土壌燻蒸剤と同様な資料及びラベルの提出であった。ヨウ化メチル製品 7 剤の登録をサポートするために EPA に提出されたすべての試験成績及び資料のリストを Appendix B に示す。

Earth Justice は 2010 年 3 月 31 日、カリフォルニア州で CDPR (California Department of Pesticide Regulation) に対し、ヨウ化メチルの登録に反対する申し立てを行った。裁判手続き、評判の悪さ、販売不振、及び EPA との協議の長期化のため、アリストは 2012 年 11 月 21 日にすべてのヨウ化メチル剤の自主的登録取り下げを要請した。アリストは唯一のヨウ化メチル登録者であった。EPA とアリストは登録取り下げに関する覚書 (MOA) を作成した (2012 年 11 月 21 日付け Regulations.gov に掲載)。2013 年 1 月 16 日、EPA によってヨウ化メチル製剤の最終的登録取り消しを発表した。Regulations.gov には、連邦におけるヨウ化メチルの登録とその後の取り下げに関する 26 の文書が掲載されている。

ヨウ化メチルはカリフォルニア州のイチゴ栽培において多く使用され、100 ポンド/エーカー施用量で州内 38,000 エーカーのイチゴ圃場であったので、併せて数百万ポンドが使用されていた。ヨウ化メチルは登録された時点で主にイチゴ用であったが、トマト、ピーマン、苗床、及び果樹やブドウの植え替え前の土壌用にも登録されていた。

カリフォルニア州における裁判では、ヨウ化メチルは後期流産や地下水汚染を引起し、研究所ではがん細胞を作成するために使用されるほどの発がん物質であることが提起された。ヨウ化メチルは 65 種の California's Proposition 65 List of known carcinogenic chemicals (既知発がん物質) に掲載され、裁判では重大な生殖及び神経系に関する健康影響との関連も指摘されている。

現在の米国では、ヨウ化メチルは農薬としての使用が禁止されているので、農薬用ヨウ化メチル製剤のいかなる使用も違法となる。なお、当初の登録のために EPA に提出された資料の評価記録の閲覧に対しては、情報公開 (FOIA) 請求が可能である。



Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

Methyl iodide was first registered by the US EPA in 2007 with Arysta as the registrant. A list of the seven products registered by Arysta is included in Appendix A. Methyl iodide was developed as an alternative to methyl bromide. In 2007, EPA approved a time-limited, one-year conditional registration of methyl iodide despite serious concerns raised by a group of over 50 scientists, including six Nobel Laureates in Chemistry. These scientists sent a letter of concern to EPA explaining, "Because of methyl iodide's high volatility and water solubility, broad use of this chemical in agriculture will guarantee substantial releases to air, surface waters and groundwater, and will result in exposures for many people." In 2008, EPA issued a new registration notice converting the time-limited conditional registration to a time-unlimited conditional registration. The only requirements were that the registrant provide a product training/stewardship program and that it follow the data and label submission requirements of other soil fumigants. A list of all of the studies/documents submitted to the EPA to support the registrations of the 7 methyl iodide products is included in Appendix B.

Earth Justice filed a petition on March 31, 2010 in California against CDPR for registering methyl iodide. Due to the court proceedings, negative publicity, lack of sales, and lengthy discussions with EPA, Arysta requested to voluntarily cancel all their methyl iodide registrations on November 21, 2012. Arysta was the only registrant for methyl iodide. EPA and Arysta developed a memorandum of agreement (MOA) for the cancellations which was also posted to Regulations.gov on November 21, 2012. On January 16, 2013, EPA published the final cancellation of the methyl iodide products. There are 26 documents on Federal Regulations.gov pertaining to the registration and subsequent cancellation of methyl iodide.

Methyl iodide was applied to much of California's strawberry fields at rates up to 100 pounds per acre on the state's 38,000 acres in strawberry production, totaling millions of pounds of use. Even though methyl iodide was to be used primarily on strawberries when it was registered, it was also registered for use on tomatoes, peppers, nurseries and on soils prior to replanting orchards and vineyards.

The court case in CA claimed methyl iodide causes late term miscarriages, contaminates groundwater and is so reliably carcinogenic that it's used to create cancer cells in laboratories. Methyl iodide is on California's Proposition 65 List of known carcinogenic chemicals and according to the court case has been linked to serious risks in reproductive and neurological health.

Methyl iodide is now banned for pesticidal use in the US. It is illegal to use any methyl iodide pesticide products in the US. Data evaluation records (DERs) for studies that were submitted to the EPA to support the original registrations can be acquired through a FOIA request.

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

(IET 22-1018)

Appendix A: Federal Registrations of Methyl Iodide

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

Federal Registration Data

Number of Products Selected: 7

Federal Data

Ingredient:
METHYL IODIDE

TM-42503

EPA REG NO: 66330-42 NAME STATUS: PRIMARY
NAMEPRODUCT STATUS: CANCELLED ON: 09-15-09 EXISTING STOCKS DATE:
** NA **

REASON FOR CANCELLATION: COMPANY REQUEST

REGISTRANT: ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA LLC
C/O UPL NA INC.630 FREEDOM BUSINESS CENTER, SUITE
402
KING OF PRUSSIA PA 19406FORMULATION: PRESSURIZED GAS
SIGNAL WORD: DANGERTYPES: RESTRICTED
CONDITIONALLY REGISTERED - FIFRA 3(c)7
INSECTICIDE
HERBICIDE
FUNGICIDE
NEMATOCIDE
SOIL FUMIGANTPERCENT ACTIVE INGREDIENT
25.0000 Methane, iodo- (11)
75.0000 Chloropicrin (81501)

STATES REG: ME-12 CO-10 IA-11 PA-10 IN-12 AK-10

ORIGINAL APPROVAL DATE: 10-05-07
MOST RECENT EPA UPDATE: 09-05-18 USES LAST UPDATED BY EPA:
** NA **SELECTED USES
***** END OF DATA FOR THIS PRODUCT *****

MIDAS 98:2

EPA REG NO: 66330-43 NAME STATUS: PRIMARY
NAMEPRODUCT STATUS: CANCELLED ON: 12-31-12 EXISTING STOCKS DATE:
** NA **

REASON FOR CANCELLATION: COMPANY REQUEST

REGISTRANT: ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA LLC
C/O UPL NA INC.630 FREEDOM BUSINESS CENTER, SUITE
402

(IET 22-1018)

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

KING OF PRUSSIA PA 19406

FORMULATION: PRESSURIZED GAS
SIGNAL WORD: DANGER

TYPES: RESTRICTED
CONDITIONALLY REGISTERED - FIFRA 3(c)7
FUNGICIDE
INSECTICIDE
SOIL FUMIGANT
NEMATOCIDE
HERBICIDE

PERCENT ACTIVE INGREDIENT
97.8000 Methane, iodo- (11)
1.9900 Chloropicrin (81501)

STATES REG: ME-12 CO-12 IA-12 CA-12 PA-12 IN-12 AK-12

ORIGINAL APPROVAL DATE: 10-05-07
MOST RECENT EPA UPDATE: 09-05-18 USES LAST UPDATED BY EPA:
06-21-10

SELECTED USES
***** END OF DATA FOR THIS PRODUCT *****

IODOMETHANE TECHNICAL
EPA REG NO: 66330-44 NAME STATUS: PRIMARY
NAME

PRODUCT STATUS: CANCELLED ON: 12-01-15 EXISTING STOCKS DATE:
** NA **

REASON FOR CANCELLATION: COMPANY REQUEST

REGISTRANT: ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA LLC
C/O UPL NA INC.630 FREEDOM BUSINESS CENTER, SUITE
402
KING OF PRUSSIA PA 19406

FORMULATION: TECHNICAL CHEMICAL
SIGNAL WORD: DANGER

TYPES: CONDITIONALLY REGISTERED - FIFRA 3(c)7
SOIL FUMIGANT

PERCENT ACTIVE INGREDIENT
99.8000 Methane, iodo- (11)

STATES REG: FL-14 CA-12

ORIGINAL APPROVAL DATE: 10-05-07
MOST RECENT EPA UPDATE: 12-10-15 USES LAST UPDATED BY EPA:
** NA **

SELECTED USES
***** END OF DATA FOR THIS PRODUCT *****

MIDAS 50:50
EPA REG NO: 66330-57 NAME STATUS: PRIMARY
NAME

PRODUCT STATUS: CANCELLED ON: 12-31-12 EXISTING STOCKS DATE:
** NA **

(IET 22-1018)

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

REASON FOR CANCELLATION: COMPANY REQUEST

REGISTRANT: ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA LLC
C/O UPL NA INC.630 FREEDOM BUSINESS CENTER, SUITE
402 KING OF PRUSSIA PA 19406

FORMULATION: PRESSURIZED GAS
SIGNAL WORD: DANGER

TYPES: RESTRICTED
CONDITIONALLY REGISTERED - FIFRA 3(c)7
INSECTICIDE
HERBICIDE TERRESTRIAL
SOIL FUMIGANT
FUNGICIDE AND NEMATICIDE

PERCENT ACTIVE INGREDIENT
49.9000 Methane, iodo- (11)
49.7500 Chloropicrin (81501)

STATES REG: ME-12 CO-12 FL-12 IA-12 CA-12 PA-12 IN-12 AK-12

ORIGINAL APPROVAL DATE: 10-18-07
MOST RECENT EPA UPDATE: 09-12-18 USES LAST UPDATED BY EPA:
06-21-10

SELECTED USES
***** END OF DATA FOR THIS PRODUCT *****

MIDAS EC BRONZE
EPA REG NO: 66330-58 NAME STATUS: PRIMARY
NAME

PRODUCT STATUS: CANCELLED ON: 12-31-12 EXISTING STOCKS DATE:
** NA **

REASON FOR CANCELLATION: COMPANY REQUEST

REGISTRANT: ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA LLC
C/O UPL NA INC.630 FREEDOM BUSINESS CENTER, SUITE
402 KING OF PRUSSIA PA 19406

FORMULATION: SOLUTION-READY TO USE
SIGNAL WORD: DANGER

TYPES: RESTRICTED
CONDITIONALLY REGISTERED - FIFRA 3(c)7
INSECTICIDE
NEMATICIDE
SOIL FUMIGANT
FUNGICIDE
HERBICIDE

PERCENT ACTIVE INGREDIENT
49.9000 Methane, iodo- (11)
44.7800 Chloropicrin (81501)

STATES REG: ME-12 CO-12 IA-12 PA-12 IN-12 AK-12

ORIGINAL APPROVAL DATE: 10-11-07
MOST RECENT EPA UPDATE: 12-15-15 USES LAST UPDATED BY EPA:
06-21-10

(IET 22-1018)

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

SELECTED USES
 ***** END OF DATA FOR THIS PRODUCT *****
 MIDAS 33:67
 EPA REG NO: 66330-59 NAME STATUS: PRIMARY
 NAME
 PRODUCT STATUS: CANCELLED ON: 12-31-12 EXISTING STOCKS DATE:
 ** NA **
 REASON FOR CANCELLATION: COMPANY REQUEST
 REGISTRANT: ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA LLC
 C/O UPL NA INC.630 FREEDOM BUSINESS CENTER, SUITE
 402
 KING OF PRUSSIA PA 19406
 FORMULATION: SOLUTION-READY TO USE
 SIGNAL WORD: DANGER
 TYPES: RESTRICTED
 CONDITIONALLY REGISTERED - FIFRA 3(c)7
 FUNGICIDE
 SOIL FUMIGANT
 INSECTICIDE
 NEMATOCIDE
 HERBICIDE
 PERCENT ACTIVE INGREDIENT
 32.9300 Methane, iodo- (11)
 66.3000 Chloropicrin (81501)
 STATES REG: ME-12 CO-12 IA-12 CA-12 PA-12 IN-12 AK-12
 ORIGINAL APPROVAL DATE: 10-05-07
 MOST RECENT EPA UPDATE: 09-12-18 USES LAST UPDATED BY EPA:
 06-21-10

SELECTED USES
 ***** END OF DATA FOR THIS PRODUCT *****
 MIDAS EC GOLD
 EPA REG NO: 66330-60 NAME STATUS: PRIMARY
 NAME
 PRODUCT STATUS: CANCELLED ON: 12-31-12 EXISTING STOCKS DATE:
 ** NA **
 REASON FOR CANCELLATION: COMPANY REQUEST
 REGISTRANT: ARYSTA LIFESCIENCE NORTH AMERICA LLC
 C/O UPL NA INC.630 FREEDOM BUSINESS CENTER, SUITE
 402
 KING OF PRUSSIA PA 19406
 FORMULATION: SOLUTION-READY TO USE
 SIGNAL WORD: DANGER
 TYPES: RESTRICTED
 CONDITIONALLY REGISTERED - FIFRA 3(c)7
 SOIL FUMIGANT
 INSECTICIDE
 FUNGICIDE
 NEMATOCIDE

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

HERBICIDE

PERCENT	ACTIVE INGREDIENT
32.9300	Methane, iodo- (11)
61.6900	Chloropicrin (81501)

STATES REG: ME-12 CO-12 IA-12 CA-12 PA-12 IN-12 AK-12

ORIGINAL APPROVAL DATE: 10-11-07

MOST RECENT EPA UPDATE: 12-15-15 USES LAST UPDATED BY EPA:
06-21-10

SELECTED USES

***** END OF DATA FOR THIS PRODUCT *****

*** END OF OUTPUT ***

(IET 22-1018)

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

(IET 22-1018)

**Appendix B: Data Submitted to Support the Federal Registrations of
Methyl Iodide**

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

MRID and Citation

Last Search: Chemical: METHYL IODIDE
 Number of Citations Selected: 247

-
- 45593700 Arvesta Corp. (2002) Submission of Residue, Product Chemistry, Toxicity and Environmental Fate Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 26 of 49 Studies.
- 45593701 Curry, K.; Brookman, D. (2002) Iodomethane Technical: Summary of Scientific Data Supporting Registration: Product Properties: Lab Project Number: TM-425-07. Unpublished study prepared by Technology Sciences Group Inc. 32 p. {OPPTS 830.0000}
- 45593702 Curry, K.; Brookman, D. (2002) Iodomethane Technical: Product Properties--Group A TM-425 Manufacturing Use Product: Lab Project Number: TM-425-01. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 100 p. {OPPTS 830.1550, 830.1600, 830.1620, 830.1670, 830.1800, 830.1700, 830.1750}
- 45593703 Walker, R. (2001) Analysis of TM-425 for % Iodomethane by Gas Chromatography: Lab Project Number: TM-0410-00/C. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 11 p. {OPPTS 830.1800}
- 45593704 Curry, K.; Brookman, D. (2002) Iodomethane Technical: Product Properties--Group B TM-425 Manufacturing Use Product: Lab Project Number: TM-425-02. Unpublished study prepared by Technology Sciences Group Inc. 183 p. {OPPTS 830.6302, 830.6303, 830.6304, 830.6313, 830.6314, 830.6315, 830.6316, 830.6317, 830.6319, 830.6320, 830.6321, 830.7000, 830.7050, 830.7100, 830.7200, 830.7220, 830.7300, 830.7370, 830.7550, 830.7560, 830.7570, 830.7840, 830.7950}
- 45593705 Wujcik, C. (2001) A Hydrolysis Study of (Carbon 14) Iodomethane (TM-425) in Water: Lab Project Number: 012522-1: 012522. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 113 p.
- 45593706 McFadden, J. (2001) A Photolysis Study of (Carbon 14) Iodomethane (TM-425) in Water: Lab Project Number: 012521-1: 012521. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 95 p.
- 45593707 Wujcik, C. (2001) Aerobic Soil Metabolism (Carbon 14) Iodomethane (TM-425): Lab Project Number: 012520-1: 012520. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 97 p.
- 45593708 Wujcik, C. (2001) Anaerobic Aquatic Metabolism (Carbon 14) Iodomethane (TM-425): Lab Project Number: 013072-1: 013072. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 105 p.
- 45593709 McFadden, J.; Landphair, C. (2001) Adsorption and Desorption of (Carbon 14) Iodomethane (TM-425) on Five Soils: Lab Project Number: 013136-1: 013136. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 118 p.
- 45593710 Baker, F.; Estigoy, L.; Reiss, R. et al. (2002) Volatility of

- (Carbon 14) Iodomethane (TM-425) Under Field Conditions in California and Florida: Lab Project Number: 893W; 893W-1: 893W-FL. Unpublished study prepared by Plant Sciences, Inc. 929 p.
- 45593711 Baker, F.; Nelson, M.; Bolda, M. et al. (2002) Terrestrial Field Dissipation Iodomethane (TM-425) in California and Florida Bareground Soils: Final Report: Lab Project Number: 892W; 892W-1: MEIUSATD2000-03. Unpublished study prepared by Plant Sciences, Inc. 933 p.
- 45593712 Anonymous (2000) Estimates of the Atmospheric Lifetime, Global Warming Potential, and Ozone Depletion Potential of Iodomethane (CH₃I). Unpublished study prepared by Atmospheric and Environmental Research, Inc. 40 p.
- 45593713 Drottar, K.; Kendall, T.; Krueger, H. (2001) Iodomethane (TM-425): A 48-Hour Static-Renewal Acute Immobilisation Test with the Cladoceran (*Daphnia magna*): Final Report: Lab Project Number: 443A-106. Unpublished study prepared by Wildlife International, Ltd. 57 p. {OPPTS 850.1010}
- 45593714 Drottar, K.; Kendall, T.; Krueger, H. (2002) Iodomethane (TM-425): A 96-Hour Static-Renewal Acute Toxicity Test with the Rainbow Trout (*Oncorhynchus mykiss*): Final Report: Lab Project Number: 443A-107A. Unpublished study prepared by Wildlife International, Ltd. 65 p. {OPPTS 850.1075}
- 45593715 Nixon, W.; Kendall, T. (2001) Analytical Method Verification for the Determination of Iodomethane in Freshwater: Lab Project Number: 443C-107. Unpublished study prepared by Wildlife International, Ltd. 31 p. {OPPTS 830.1800}
- 45593716 Gallagher, S.; Beavers, J. (2001) Iodomethane: An Acute Oral Toxicity Study with the Northern Bobwhite Quail: Final Report: Lab Project Number: 443-101. Unpublished study prepared by Wildlife International, Ltd. 48 p. {OPPTS 850.2100}
- 45593717 Kiplinger, G. (2002) Acute Inhalation Toxicity Study of Iodomethane in Bobwhite Quail: Final Report: Lab Project Number: WIL-418005. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 184 p.
- 45593718 McFadden, J. (2002) Metabolism of (Carbon 14)-Iodomethane (TM-425) in Strawberries: Lab Project Number: 012033-1: 012033. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 138 p. {OPPTS 860.1300}
- 45593719 McFadden, J. (2002) Metabolism of (Carbon 14)-Iodomethane (TM-425) by Tomato: Amended Report: Lab Project Number: 012391-1-1: 012391. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 117 p. {OPPTS 860.1300}
- 45593720 Cassidy, P. (2001) GLP Method Validation Determination of Iodomethane (TM-425) by Gas Chromatography Headspace Analysis: Lab Project Number: 012157-1: 012157-0-1: 916. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 55 p. {OPPTS 860.1340 and 860.1380}
- 45593721 Cassidy, P. (2002) Analytical Method: Determination of Iodomethane in Tomato Fruit by Headspace Analysis using Gas Chromatography: Lab Project Number: 012157-3. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 25 p. {OPPTS 860.1340}

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

- 45593722 Cassidy, P. (2001) Analytical Method: Determination of Iodide in Tomato Fruit by Ion Chromatography: Lab Project Number: 012157-2. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 25 p. {OPPTS 860.1340}
- 45593723 Cassidy, P. (2001) GLP Method Validation Determination of Iodomethane (TM-425) by Gas Chromatography Headspace Analysis and Iodide by Ion Chromatography in Strawberries: Lab Project Number: 012953-1: TM-425: 012953-0. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 50 p. {OPPTS 860.1340 and 860.1380}
- 45593724 Cassidy, P. (2002) Analytical Method: Determination of Iodomethane in Strawberry Fruit by Headspace Analysis using Gas Chromatography: Lab Project Number: 012953-3. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 25 p.
- 45593725 Cassidy, P. (2002) Analytical Method: Determination of Iodide in Strawberry Fruit by Ion Chromatography: Lab Project Number: 012953-2. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 26 p. {OPPTS 860.1340}
- 45593726 Cassidy, P. (2002) Magnitude of the Residue of Iodomethane (TM-425) and Iodide in Tomato Raw Agricultural Commodity: Lab Project Number: 012921-1-1: TOM425TOM: 425USATOM00.069X. Unpublished study prepared by Ricerca, LLC. 103 p. {OPPTS 860.1500}
- 45593800 Arvesta Corporation (2002) Submission of Residue, Toxicity, Environmental Fate, Risk, Exposure Assessment and Efficacy Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 23 of 49 Studies.
- 45593801 Cassidy, P.; Hurstak, R.; Obrist, J. (2002) Magnitude of the Residue of Iodomethane (TM-425) and Iodide in Strawberry Raw Agricultural Commodity: Lab Project Number: TOM425STR: 013011-1: 17001. Unpublished study prepared by Pacific Ag Research Corp. and Ricerca, LLC. 102 p. {OPPTS 860.1500}
- 45593802 Burin, G.; Milesen, B. (2002) Iodomethane Technical: Summary of Scientific Data Supporting Registration: Health Effects: Lab Project Number: TM-425-21. Unpublished study prepared by Technology Sciences Group, Inc. 221 p. {OPPTS 835.0000}
- 45593803 Bonnette, K. (2001) An Acute Oral Toxicity Study in Rats with Iodomethane (TM-425): Amended Final Report: Lab Project Number: 3527.1. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 95 p. {OPPTS 870.1100}
- 45593804 Bonnette, K. (2001) An Acute Oral Toxicity Study in Mice with Iodomethane (TM-425): Amended Final Report: Lab Project Number: 3527.2. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 96 p. {OPPTS 870.1100}
- 45593805 Bonnette, K. (2001) An Acute Dermal Toxicity Study in Rabbits with Iodomethane (TM-425): Amended Final Report: Lab Project Number: 3527.3. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 66 p. {OPPTS 870.1200}
- 45593806 Kirkpatrick, D. (2001) Acute Inhalation Toxicity Study of Iodomethane in Albino Rats: Final Report: Lab Project Number: WIL-418006. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 124 p. {OPPTS 870.1300}
- 45593807 Bonnette, K. (2001) A Primary Eye Irritation Study in Rabbits

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

- with Iodomethane (TM-425): Amended Final Report: Lab Project Number: 3527.5. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 55 p. {OPPTS 870.2400}
- 45593808 Bonnette, K. (2001) A Primary Skin Irritation Study in Rabbits with Iodomethane (TM-425): Amended Final Report: Lab Project Number: 3527.6. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 66 p. {OPPTS 870.2500}
- 45593809 Bonnette, K. (2001) A Dermal Sensitization Study in Guinea Pigs with Iodomethane (TM-425): Maximization Design: Amended Final Report: Lab Project Number: 3527.7. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 84 p. {OPPTS 870.2600}
- 45593810 Kirkpatrick, D. (2002) A 13-Week Inhalation Toxicity Study (With a Four-Week Interim Necropsy) of Iodomethane in Albino Rats: Final Report: Lab Project Number: WIL-418015. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 829 p. {OPPTS 870.3465}
- 45593811 Nemec, M. (2002) An Inhalation Prenatal Developmental Toxicity Study of Iodomethane in Rabbits: Final Report: Lab Project Number: WIL-418002. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 375 p. {OPPTS 870.3700}
- 45593812 Nemec, M. (2002) An Inhalation Prenatal Developmental Toxicity Study of Iodomethane in Rats: Final Report: Lab Project Number: WIL-418010. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 288 p. {OPPTS 870.3700}
- 45593813 Wagner, V.; Dakoulas, E. (2001) Bacterial Reverse Mutation Assay (Ames) with Iodomethane: Final Report: Lab Project Number: AA38UL.504004.BTL: SPGT504004. Unpublished study prepared by BioReliance. 59 p.
- 45593814 Gudi, R.; Brown, C. (2001) In Vitro Mammalian Chromosome Aberration Test with Iodomethane: Final Report: Lab Project Number: AA38UL.331.BTL. Unpublished study prepared by BioReliance. 41 p.
- 45593815 San, R.; Clarke, J. (2001) In Vitro Mammalian Cell Gene Mutation Test (CHO/HGPRT Assay) with Iodomethane: Lab Project Number: AA38UL.782.BTL. Unpublished study prepared by BioReliance. 28 p.
- 45593816 Gudi, R.; Krsmanovic, L. (2001) Mammalian Erythrocyte Micronucleus Test with Iodomethane: Final Report: Lab Project Number: AA38UL.123.BTL. Unpublished study prepared by BioReliance. 34 p.
- 45593817 Schaefer, G. (2002) An Acute Neurotoxicity Study of Iodomethane in Rats: Final Report: Lab Project Number: WIL-418008. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 1017 p. {OPPTS 870.6200}
- 45593818 Sved, D. (2002) A Comparative Oral (Gavage) and Inhalation Metabolism and Toxicokinetic Study with Iodomethane in Male Rats: Interim Report: Lab Project Number: WIL-418007. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 284 p. {OPPTS 870.7485, 870.8340}
- 45593819 Lawyer, A.; Miles, B. (2002) Iodomethane Technical: Summary of Scientific Data Supporting Registration: Occupational and Residential Exposure: Lab Project Number: TM-425-32.

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

- Unpublished study prepared by Technology Sciences Group, Inc.
56 p. {OPPTS 875.0000}
- 45593820 Baker, F.; Estigoy, L.; Belcher, T. (2002) Worker and Applicator Exposure Under Field Conditions During Application of the Fumigant Iodomethane (TM-425): Lab Project Number: 974W: 974W-1. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Excel Research Services, Inc. and Bolsa Research Associates, Inc. 318 p. {OPPTS 875.1300}
- 45593821 Baker, F.; Arndt, T.; Estigoy, L. et al. (2002) Method Validation for Iodomethane Trapping, Field Stability and Storage Stability on Worker Exposure Sample Media: Lab Project Number: 983W: 983W-1. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc. 91 p. {OPPTS 875.1300}
- 45593822 Baker, F.; Estigoy, L.; Gillis, M. (2002) Environmental (Off-Site) Monitoring and Direct Flux/Indirect Flux Determination of Iodomethane (TM-425) under Field Conditions: Lab Project Number: 975W: 975W-1. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Excel Research Services, Inc. and Bolsa Research Associates, Inc. 684 p.
- 45593823 Gorder, G.; Lawyer, A. (2002) Iodomethane Technical: Summary of Scientific Data Supporting Registration: Product Performance: Lab Project Number: TM-425-31. Unpublished study prepared by Technology Sciences Group, Inc. 39 p. {OPPTS 810.0000}
- 45594100 Arvesta Corp. (2002) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Application for Registration of TM-42503. Transmittal of 2 Studies.
- 45594101 Brookman, D.; Curry, K. (2002) Product Properties--Group A TM-42503 End-Use Product: Lab Project Number: TM-425-05. Unpublished study prepared by Technology Sciences Group Inc. 30 p. {OPPTS 830.1550, 830.1600, 830.1650, 830.1700, 830.1750, 830.1800, 830.1900}
- 45594102 Brookman, D.; Curry, K. (2002) Product Properties--Group B TM-42503 End-Use Product: Lab Project Number: TM-425-06. Unpublished study prepared by Toxikon Corporation. 38 p. {OPPTS 830.6303, 830.6314, 830.6315, 830.6316, 830.6317, 830.6319, 830.6320, 830.6321, 830.7000, 830.7100, 830.7300}
- 45594200 Arvesta Corp. (2002) Submission of Product Chemistry and Toxicity Data in Support of the Application for Registration of TM-42501. Transmittal of 8 Studies.
- 45594201 Brookman, D.; Curry, K. (2002) Product Properties--Group A TM-42501 End-Use Product: Lab Project Number: TM-425-04. Unpublished study prepared by Technology Sciences Group Inc. 30 p. {OPPTS 830.1550, 830.1600, 830.1650, 830.1700, 830.1750, 830.1800, 830.1900}
- 45594202 Mainey, A. (2002) Analysis of Iodomethane and Chloropicrin in Two Formulations: Lab Project Number: 303516.1.023: 303516.1.024. Unpublished study prepared by Midwest Research Institute. 13 p. {OPPTS 830.1800}
- 45594203 Brookman, D.; Curry, K. (2002) Product Properties--Group B TM-42501 End-Use Product: Lab Project Number: TM-425-03. Unpublished study prepared by Toxikon Corporation. 38 p. {OPPTS 830.6303, 830.6314, 830.6315, 830.6316, 830.6317, 830.6319, 830.6320, 830.6321, 830.7000, 830.7100, 830.7300}

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

- 45594204 Bonnette, K. (2002) An Acute Oral Toxicity Study (Up/Down Study Design) in Rats with Iodomethane/Chloropicrin 98:2 (TM-42501): Lab Project Number: 3527.25. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 68 p. {OPPTS 870.1100}
- 45594205 Bonnette, K. (2002) An Acute Dermal Toxicity Study in Rats with Iodomethane/Chloropicrin 98:2 (TM-42501): Final Report: Lab Project Number: 3527.26. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 53 p. {OPPTS 870.1200}
- 45594206 Bonnette, K. (2002) A Primary Eye Irritation Study in Rabbits with Iodomethane/Chloropicrin 98:2 (TM-42501): Final Report: Lab Project Number: 3527.27. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 53 p. {OPPTS 870.2400}
- 45594207 Bonnette, K. (2002) A Primary Skin Irritation Study in Rabbits with Iodomethane/Chloropicrin 98:2 (TM-42501): Final Report: Lab Project Number: 3527.28. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 53 p. {OPPTS 870.2500}
- 45594208 Bonnette, K. (2002) A Dermal Sensitization Study (Modified Buehler Design) in Guinea Pigs with Iodomethane/Chloropicrin 98:2 (TM-42501): Final Report: Lab Project Number: 3527.31. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 80 p. {OPPTS 870.2600}
- 45641200 Arvesta Corporation (2002) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of TM-42503. Transmittal of 5 Studies.
- 45641201 Wilson, C. (2002) An Acute Oral Toxicity Study (Up/Down Study Design) in Rats with Iodomethane/Chloropicrin 25:75 (TM-42503): Final Report: Lab Project Number: 3527.20. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 87 p. {OPPTS 870.1100}
- 45641202 Wilson, C. (2002) An Acute Dermal Toxicity Study in Rats with Iodomethane/Chloropicrin 25:75 (TM-42503): Final Report: Lab Project Number: 3527.21. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 64 p. {OPPTS 870.1200}
- 45641203 Hilaski, R. (2002) An Acute Inhalation (Nose-only) Toxicity Study of Iodomethane/Chloropicrin 25:75 (TM-42503) in Rats: Final Report: Lab Project Number: 926-002. Unpublished study prepared by MPI Research, Inc. 178 p. {OPPTS 870.1300}
- 45641204 Wilson, C. (2002) A Primary Skin Irritation Study in Rabbits with Iodomethane/Chloropicrin 25:75 (TM-42503): Final Report: Lab Project Number: 3527.23. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 55 p. {OPPTS 870.2500}
- 45641205 Wilson, C. (2002) A Dermal Sensitization Study (Modified Buehler Design) in Guinea Pigs with Iodomethane/Chloropicrin 25:75 (TM-42503): Final Report: Lab Project Number: 3527.30. Unpublished study prepared by Springborn Laboratories, Inc. 82 p. {OPPTS 870.2600}
- 45641300 Arvesta Corp. (2002) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of TM-42501. Transmittal of 1 Study.
- 45641301 Hilaski, R. (2002) An Acute Inhalation (Nose-Only) Toxicity Study of Iodomethane/Chloropicrin 98:2 (TM-42501) in Rats: Lab Project Number: 926-001. Unpublished study prepared by MPI

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

- Research, Inc. 208 p. {OPPTS 870.1300}
- 45641400 Arvesta Corp. (2002) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of TM-425. Transmittal of 1 Study.
- 45641401 Sved, D. (2002) A Comparative Oral (Gavage) and Inhalation Metabolism and Toxicokinetic Study with Iodomethane in Male Rats: Final Report: Lab Project Number: WIL-418007. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 337 p. {OPPTS 870.7485 and 870.8340}
- 45710300 Arvest Corp. (2002) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of TM-425. Transmittal of 1 Study.
- 45710301 Nemec, M. (2002) An Inhalation Two-Generation Reproductive Toxicity Study of Iodomethane in Rats: Comprehensive Final Report: Lab Project Number: WIL-418004: WIL-418004F: WIL-418004M. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 3208 p. {OPPTS 870.3800}
- 45747400 Arvesta Corp. (2002) Submission of Toxicity Data in Support of Iodomethane (TM-425). Transmittal of 1 Study.
- 45747401 Platt, J. (1999) Letter Sent to J. Whalan dated July 31, 2002: Iodomethane (TM-425): Buffer Zone Questions and MeBr Human Equivalent NOELs. Lab Project No. 975W: 975W-1. 24 p.
- 45796200 Arvesta Corporation (2002) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of TM-425. Transmittal of 2 Studies.
- 45796201 Kirkpatrick, D. (2002) Acute Inhalation Toxicity Study of Iodomethane (sic) in Albino Rats: Lab Project Number: WIL-418006. Unpublished study prepared by Wil Research Laboratories, Inc. 28 p. {OPPTS 870.1300}
- 45796202 Schaefer, G. (2002) An Acute Neurotoxicity Study of Iodomethane in Rats: Lab Project Number: WIL-418008. Unpublished study prepared by Wil Research Laboratories, Inc. 49 p. {OPPTS 870.6200}
- 45879100 Arvesta Corporation (2003) Submission of Environmental Fate and Exposure Data in Support of the Applications for Registration of Iodomethane Technical, TM-42501, and TM-42503. Transmittal of 2 Studies.
- 45879101 Baker, F.; Estigoy, L.; Belcher, T. (2003) Environmental (Off-Site) Monitoring and Indirect Flux Determination of Iodomethane (TM-425) Under Field Conditions: Lab Project Number: 1142W: 1142W-1: ERS22087. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Excel Research Services, Inc., and Pacific Ag Group. 538 p.
- 45879102 Baker, F.; Hiler, R.; Belcher, T. (2003) Worker and Applicator Exposure Under Field Conditions During Tarped/Raised Bed/Shank Injection Application of the Fumigant Iodomethane (TM-425): Final Report: Lab Project Number: 1140W: 1140W-1: ERS22086. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Excel Research Services, Inc., and Pacific Ag Group. 312 p. {OPPTS 875.1300}
- 45939500 Arvesta Corporation (2003) Submission of Exposure Data in Support of the Registrations of Iodomethane Technical,

TM-42501, and TM-42503. Transmittal of 1 Study.

- 45939501 3M Corporation (2003) Characterization of Efficiency of 3M Respirator Cartridge 3M 60928 in Removal of Iodomethane From Air. Unpublished study prepared by Technology Sciences Group, Inc. 14 p. {OPPTS 875.1300}
- 46077000 Arvesta Corporation (2003) Submission of Toxicity Data in Support of the Applications for Registration of TM-425, TM 42501 and TM 42503. Transmittal of 1 Study.
- 46077001 Nemec, M. (2003) A Phased-Exposure Prenatal Developmental Toxicity Study of Iodomethane in Rabbits: Final Report. Project Number: WIL/418023. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 655 p.
- 46086300 Arvesta Corporation (2003) Submission of Toxicity Data in Support of the Applications for Registration of TM-425, TM-42501 and TM-42503. Transmittal of 2 Studies.
- 46086301 Harriman, J. (2002) A 90-Day Oral (Capsule) Toxicity Study of Iodomethane in Dogs: Final Report. Project Number: WIL/418017. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 894 p.
- 46086302 Harriman, J. (2003) A 90-Day Dietary Toxicity Study of Microencapsulated Iodomethane in Mice: Final Report. Project Number: WIL/418021. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 657 p.
- 46175700 Arvesta Corporation (2003) Submission of Environmental Fate Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane. Transmittal of 1 Study.
- 46175701 Reiss, R. (2003) An Analysis of the California Department of Pesticide Regulation's Methods for Estimating Buffer Zones For Fumigants and Recommendations for Refining the Method for Iodomethane: Arvesta Iodomethane (TM-425). Unpublished study prepared by Sciences International, Inc. 42 p.
- 46203700 Arvesta Corporation (2004) Submission of Product Chemistry, Environmental Fate, Exposure and Toxicity Data in Support of the Applications for Registration of Iodomethane Technical, TM-42501 and TM-42503. Transmittal of 8 Studies.
- 46203701 Baker, F.; Estigoy, L.; Belcher, T. (2003) Environmental (Off-Site) Monitoring and Indirect Flux Determination of Iodomethane (TM-425) Under Field Conditions Following Tarped/Raised Bed/Drip Irrigation Application. Project Number: 1198W, 1198W/1, AR23006. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Sciences International, Inc. and Pacific Agricultural Research Corp. 566 p.
- 46203702 Baker, F.; Hiler, R.; Belcher, T. (2003) Worker and Applicator Exposure Under Field Conditions During Drip Irrigation Application of the Fumigant Iodomethane (TM-425). Project Number: 1197W, 1197W/1, AR23005. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Agvise Inc. and Pacific Agricultural Research Corp. 272 p.
- 46203704 Harriman, J. (2003) A 21-Day Dietary Range-Finding Study of Microencapsulated Iodomethane in Mice: Final Report. Project Number: WIL/418020. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 277 p.
- 46203705 Harriman, J. (2004) A 12-Month Oral (Capsule) Toxicity Study of Iodomethane in Dogs: Final Report. Project Number: WIL/418018. Unpub

- lished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 1455 p.
- 46203706 Mertens, J. (2002) A 3-Week Capsule Dose Range-Finding Study of Iodomethane in Dogs: Final Report. Project Number: WIL/418016. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 271 p.
- 46203707 Kirkpatrick, D. (2003) A 24-Month Inhalation Combined Chronic Toxicity/Carcinogenicity Study of Iodomethane in Rats: Final Report. Project Number: WIL/418019. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 1812 p.
- 46203708 Stetson, P. (2003) Stability Assessment of Microencapsulated Iodomethane in Certified Rodent Labdiet 5002 Admixes: Final Report. Project Number: WIL/418014. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 193 p.
- 46203710 Nemec, M. (2003) An Inhalation Two-Generation Reproductive Toxicity Study of Iodomethane in Rats: Amended Final Report. Project Number: WIL/418004. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 61 p.
- 46239700 Arvesta Corporation (2004) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registrations of TM-425, TM-42501 and TM-42503. Transmittal of 2 Studies.
- 46239701 Harriman, J. (2003) A 90-Day Dietary Toxicity Study On Microencapsulated Iodomethane in Mice. Project Number: WIL/418022. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 657 p.
- 46239702 Harriman, J. (2003) A Single Dose Comparative Toxicity Study of Microencapsulated Versus Non-Microencapsulated Iodomethane in Rats: Final Report. Project Number: WIL/418022. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 162 p.
- 46332700 Arvesta Corporation (2004) Submission of Environmental Fate Data in Support of the Application for Registrations of TM-425, TM-42501, and TM-42503. Transmittal of 2 Studies.
- 46332701 McFadden, J. (2004) A Photolysis Study of [14-Carbon] Iodomethane (TM-425) in Water. Project Number: 012521/1, 012521. Unpublished study prepared by Ricerca Biosciences, LLC. 70 p.
- 46332702 McFadden, J.; Landphair, C. (2004) Adsorption and Desorption of [14-Carbon] Iodomethane (TM-425) on Five Soils. Project Number: 013136/1, 013136. Unpublished study prepared by Ricerca Biosciences, LLC. 60 p.
- 46385200 Arvesta Corp. (2004) Submission of Environmental Fate, Exposure and Risk Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane. Transmittal of 4 Studies.
- 46385201 Baker, F.; Hiler, R.; Estigoy, L.; et. al. (2004) Environmental (Off-Site) Monitoring and Indirect Flux Determination of Iodomethane (TM-425) Under Field Conditions Following Tarped/Raised Bed/Drip Irrigation Method: Final Report. Project Number: 1256W, 1256W/1, AR24002. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Access Research, Consulting, Inc. and Pacific Agri. Labs. 592 p.
- 46385202 Baker, F.; Estigoy, L.; Belcher, T. (2004) Environmental (Off-Site) Monitoring and Indirect Flux Determination of Iodomethane (TM-425) Under Field Conditions Following Tarped/Raised Bed/Shallow Shank Injection Application. Project Number: 1254W, 1254W/1, AR24004. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Access Research and Consulting, Inc. and Pacific Agricultural Research Corp. 591 p.

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

- 46385203 Baker, F.; Hiler, R.; Belcher, T. (2004) Worker and Applicator Exposure Under Field Conditions During Tarped/Raised Bed/Drip Irrigation Application of the Fumigant Iodomethane (TM-425). Project Number: 1255W, 1255W/1, AR42001. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Access Research and Consulting, Inc., and Pacific Agricultural Research Corp. 306 p.
- 46385204 Baker, F.; Hiler, R.; Belcher, T. (2004) Worker and Applicator Exposure Under Field Conditions During Tarped/Raised Bed/Shallow Shank Injection Application of the Fumigant Iodomethane (TM-425). Project Number: 1253W, 1253W/1, AR24003. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Access Research and Consulting, Inc. and Pacific Agricultural Research Corp. 310 p.
- 46397700 Arvesta Corp. (2004) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Application for Registrations of Midas 98:2 and Midas 25:75. Transmittal of 2 Studies.
- 46397701 Li, Y.; Lezberg, P. (2004) TM-42501 Midas 98:2: Determination of Storage Stability and Corrosion Characteristics. Project Number: 02J0039, TMN/0354, 0707. Unpublished study prepared by Toxikon Environmental Sciences. 42 p.
- 46397702 Li, Y.; Lezberg, P. (2004) TM-42503 Midas 25:75: Determination of Storage Stability and Corrosion Characteristics. Project Number: TMN/0376, 03J0008, 0707. Unpublished study prepared by Toxikon Environmental Sciences. 39 p.
- 46408800 Arvesta Corp. (2004) Submission of Product Chemistry, Fate, Exposure and Risk Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane and Midas. Transmittal of 9 Studies.
- 46408801 Sweeney, L.; Kirman, C.; Gargas, M. (2004) Derivation of Human Toxicity Reference Values for Methyl Iodide using Physiologically Based Pharmacokinetic (PBPK) Modeling. Project Number: 34501. Unpublished study prepared by Sapphire Group, Inc. 91 p.
- 46408802 Mileson, B. (2004) Iodomethane Human Health Risk Assessment. Project Number: 810/01. Unpublished study prepared by Technology Sciences Group, Inc. 161 p.
- 46408803 Reiss, R.; Griffin, J. (2004) A Bystander Risk Assessment Following Applications of Iodomethane. Project Number: 2004/01. Unpublished study prepared by Sciences International, Inc. 68 p.
- 46408804 Thrall, K.; Woodstock, A.; Soelberg, J.; et. al. (2004) Uptake of MeI by the Rabbit Nasal Cavity: Final Report. Project Number: 47542. Unpublished study prepared by Battelle-Pacific Northwest Div. 23 p.
- 46408805 Thrall, K.; Woodstock, A.; Soelberg, J.; et. al. (2004) Uptake of MeI by the Rat Nasal Cavity: Final Report. Project Number: 47542. Unpublished study prepared by Battelle-Pacific Northwest Div. 18 p.
- 46408806 Thrall, K.; Woodstock, A.; Soelberg, J.; et. al. (2004) In Vivo Gas Uptake in Rabbits: Methyl Iodide: Final Report. Project Number: 47542. Unpublished study prepared by Battelle-Pacific Northwest Div. 19 p.
- 46408807 Corley, R.; Minard, K.; Trease, L.; et. al. (2004) Magnetic Resonance Imaging and Computational Fluid Dynamics Simulations of Rabbit Nasal Airflows: Methyl Iodide: Final Report. Project Number: 47542.

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

- Unpublished study prepared by Battelle-Pacific Northwest Div. 18 p.
- 46408808 Morris, J.; Sasser, L.; Creim, J.; et. al. (2004) The Pharmacokinetics of Sodium Iodide (NaI) in Pregnant Rabbits: Final Report. Project Number: 47542. Unpublished study prepared by Battelle-Pacific Northwest Div. 43 p.
- 46408809 Poet, T.; Wu, H. (2004) In vitro GSH Conjugation Study in Rat, Rabbit, and Human Blood and Tissues with Methyl Iodide: Final Report. Project Number: 47542. Unpublished study prepared by Battelle-Pacific Northwest Div. 36 p.
- 46412900 Arvesta Corporation (2004) Submission of Environmental Fate Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane. Transmittal of 1 Study.
- 46412901 Baker, F.; Estigoy, L.; Belcher, T. (2004) Environmental (Off-Site) Monitoring and Indirect Flux Determination of Iodomethane (TM-425) Under Field Conditions Following Tarped/Raised Bed/Drip Irrigation Application. Project Number: 1198W, 1198W/1. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Access Research and Consulting, Inc. and d Sciences International, Inc. 568 p.
- 46416200 Arvesta Corp. (2004) Submission of Toxicity Data in Support of the Registrations of Iodomethane Technical, TM-42501 and TM-42503. Transmittal of 1 Study.
- 46416201 Sweeney, L.; Kirman, C.; Gargas, M. (2004) Derivation of Human Toxicity Reference Values for Methyl Iodide using Physiologically Based Pharmacokinetic (PBPK) Modeling Computer: Computer Code for the Model. Project Number: 34501. Unpublished study prepared by Sapphire Group, Inc. 90 p.
- 46422700 Arvesta Corporation (2004) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of Midas 50:50. Transmittal of 1 Study.
- 46422702 Lawyer, A.; Mezin, L. (2004) Iodomethane: Data Waiver Request Health Effects: Acute Toxicity Data Using Existing Studies as Surrogate/Bridge. Unpublished study prepared by Arvesta Corporation. 12 p.
- 46441300 Arvesta Corporation (2005) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registrations of Iodomethane Technical, TM-42501, and TM-42503. Transmittal of 4 Studies.
- 46441301 Himmelstein, M. (2004) Iodomethane: In Vivo 2-Day Inhalation Mechanistic Toxicity Study in the Rat. Project Number: DUPONT/14998, 15298, 1389. Unpublished study prepared by E. I. Du Pont De Nemours and Co., Inc. and Exygen Research and University of Massachusetts Medical. 463 p.
- 46441302 DeLorme, M. (2004) Iodomethane: Pulmonary Function Study in the Rabbit. Project Number: DUPONT/15453, 15298, 707. Unpublished study prepared by E. I. Du Pont De Nemours and Co., Inc. and Exygen Research. 129 p.
- 46441303 Gannon, S. (2004) Iodomethane: In Vitro Partition Coefficients in Rat and Rabbit Tissues and Human Blood. Project Number: DUPONT/15617, 15298, 1388. Unpublished study prepared by E. I. Du Pont De Nemours and Co., Inc. 47 p.
- 46441304 Farwell, A. (2004) Effect of TM-425 (Methyl iodide) on Deiodinase Activity: Final Report. Project Number: DEIODINASE/1234. Unpublished

- ed study prepared by University of Massachusetts Medical. 36 p.
- 46446900 Arvesta Corp. (2005) Submission of Toxicity, Exposure and Risk Data in Support of the Application for Registrations of TM-42501, TM-42503 and Iodomethane Technical. Transmittal of 3 Studies.
- 46446901 Sweeney, L.; Kirman, C.; Gargas, M. (2005) Derivation of Human Toxicity Reference Values for Methyl Iodide Using Physiologically Based Pharmacokinetic (PBPK) Modeling (Revised Report). Project Number: 34501. Unpublished study prepared by Sapphire Group, Inc. 103 p.
- 46446902 Reiss, R.; Griffin, J. (2005) A Bystander Risk Assessment Following Applications of Iodomethane Revised. Project Number: 2005/01. Unpublished study prepared by Sciences International, Inc. 72 p.
- 46446903 Milesen, B. (2005) Iodomethane Human Health Risk Assessment Revised. Project Number: 810/02. Unpublished study prepared by Technology Sciences Group, Inc. 162 p.
- 46448900 Arvesta Corp. (2005) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Application for Registration of Midas 50:50. Transmittal of 1 Study.
- 46448901 Cornes, S. (2004) U.S. EPA Product Properties Test Guidelines- Group A and B of TM-42502 Midas 50:50. Project Number: TMN/0378, 02J0055, 02J0040. Unpublished study prepared by Toxikon Environmental Sciences. 51 p.
- 46451000 Arvesta Corporation (2005) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 2 Studies.
- 46451001 Slotter, E. (2005) A Combined Baseline/Inhalation Exposure Study of Iodomethane-Related Fetotoxicity in Rabbits: Final Report. Project Number: WIL/418031, WIL/418031H, WIL/418031I. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc., E. I. du Pont de Nemours and Company Inc. and Exygen Research. 1631 p.
- 46451002 Slotter, E. (2005) Mode of Action Study for Iodomethane-Related Fetotoxicity in Rabbits: Final Report. Project Number: WIL/418032, DUPONT/15855, P0000903. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. and E. I. du Pont de Nemours and Company Inc. and Exygen Research. 911 p.
- 46463600 Arvesta Corporation (2005) Submission of Environmental Fate, Exposure and Risk Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane. Transmittal of 2 Studies.
- 46463601 Baker, F.; Estigoy, L.; Hiler, R.; et al. (2005) Environmental (Off-Site) Monitoring and Indirect Flux Determination of Iodomethane (TM-425) Under Field Conditions Following Tarped/Raised Bed/Drip Irrigation Application. Project Number: 1315W, 1315W/1. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc. and Access Research and Consulting, Inc. and Pacific Agricultural Research Corp. 627 p.
- 46463602 Baker, F.; Hiler, R.; Lange, B. (2005) Worker and Applicator Exposure Under Field Conditions During Tarped/Raised Bed/Drip Irrigation Application of the Fumigant Iodomethane (TM-425). Project Number: 1314W, 1314W/1. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Access Research and Consulting, Inc. and Pacific Agricultural Research Corp. 319 p.
- 46476300 Arvesta Corp. (2005) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Application for Registration of Midas EC Gold. Transmittal

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

1 of 1 Study.

- 46476301 Cornes, S. (2005) U.S. EPA Product Properties Test Guidelines- Group A and B of Midas EC Gold (TM-42505). Project Number: ARV/04/425/003/004, 04/0248/G1, 04/0248/G2. Unpublished study prepared by Toxikon Environmental Sciences. 48 p.
- 46476400 Arvesta Corporation (2005) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Application for Registration of Midas 33:67. Transmittal of 1 Study.
- 46476401 Cornes, S. (2005) U.S. EPA Product Properties Test Guidelines - Group A and B of MIDAS 33:67 (TM-42504). Project Number: ARV/04/425/01/002, 04/0237/G1/2345678, 04/0236/G1/G2. Unpublished study prepared by Toxikon Environmental Sciences. 41 p.
- 46476500 Arvesta Corp. (2005) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Application for Registration of Midas EC Bronze. Transmittal of 1 Study.
- 46476501 Cornes, S. (2005) U.S. EPA Product Properties Test Guidelines - Group A and B of Midas EC Bronze (TM-42506). Project Number: ARV/04/425/005/006, 04/0261/G1, 04/0261/G2. Unpublished study prepared by Toxikon Environmental Sciences. 48 p.
- 46512400 Arvesta Corporation (2005) Submission of Toxicity, Exposure and Risk Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 2 Studies.
- 46512401 Kirkpatrick, D. (2005) A 24-Month Inhalation Combined Chronic Toxicity/Carcinogenicity Study of Iodomethane in Rats: Final Report. Project Number: WIL/418019, 418019, WIL/418019M. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 4817 p.
- 46512402 Milesen, B.; Sweeney, L.; Kirman, C. (2005) Risk Assessment of Thyroid Follicular Cell Tumors in Rats Following 2-Year Iodomethane Exposure by Inhalation. Project Number: 810/03. Unpublished study prepared by Technology Sciences Group, Inc. and Universitaet Dortmund and Institute of Environmental Toxicology. 114 p.
- 46545200 Arvesta Corporation (2005) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 46545201 Sweeney, L.; Gargas, M. (2005) Data and References to Support the Derivation of Human Toxicity Reference Values for Methyl Iodide Using Physiologically Based Pharmacokinetic (PBPK) Modeling. Project Number: 34503. Unpublished study prepared by Sapphire Group, Inc. 154 p.
- 46559300 Arvesta Corp. (2005) Submission of Fate Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 3 Studies.
- 46559301 Sweeney, L.; Gargas, M. (2005) Age Specific HEC's for Potential Nasal Effects of MeI in Children: Supplement to (PBPK) Modeling (MRID 46446901). Project Number: 34503. Unpublished study prepared by Sapphire Group, Inc. 46 p.
- 46559302 Sweeney, L. (2004) Revision of HEC for Nasal Effects of Methyl Iodide (MeI): Supplement to (PBPK) Modeling (MRID 46408801). Project Number: 45603. Unpublished study prepared by Sapphire Group, Inc. 68 p.

(IET 22-1018)

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

- 46559303 Sweeney, L.; Gargas, M. (2005) Supplemental Information Regarding Human Fetal and Maternal Iodide AUC Sensitivity and a Rabbit Model Sensitivity Analysis: Supplement to (PBPK) Modeling (MRID 46446901). Project Number: 45603. Unpublished study prepared by Sapphire Group, Inc. 65 p.
- 46570400 Arvesta Corporation (2005) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 46570401 Harriman, J.; Armstrong, A. (2005) A 12-Month Oral (Capsule) Toxicity Study of Iodomethane in Dogs: Evaluation of Injected Sclera in Dogs Exposed to Iodomethane for 12 Months From Study WIL-418018. Project Number: WIL/418018. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 8 p.
- 46582800 Arvesta Corp. (2005) Submission of Toxicity Data in Support of FIFRA 6(a)(2) Data Requirements for Iodomethane Technical. Transmittal of 2 Studies.
- 46582801 Harriman, J. (2005) An 18 Month Dietary Carcinogenicity Study of Microencapsulated Iodomethane in Mice: Final Report. Project Number: WIL/418025. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 3071 p.
- 46582802 Hardisty, J. (2005) A Pathology Working Group (PWG) Peer Review of Proliferative Lesions Reported in the Uterus and Cervix: Microencapsulated Iodomethane: Mice. Project Number: 758/011. Unpublished study prepared by Experimental Pathology Laboratories, Inc. 181 p.
- 46593800 Arysta LifeScience Corporation (2005) Submission of Fate Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 46593801 Gargas, M.; Sweeney, L.; Kirman, C. (2005) Weight of Evidence for Evaluation of the HEC for Acute Developmental Toxicity of Methyl Iodide. Project Number: 34501. Unpublished study prepared by Sapphire Group, Inc. 274 p.
- 46601700 Arysta LifeScience North America Corporation (2005) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 46601701 Miles, B.; McDonald, T. (2005) Review of Iodomethane Mutagenicity Studies. Project Number: 34505. Unpublished study prepared by Arysta LifeScience North America Corporation and Technology Services Group, Inc. 329 p.
- 46610900 Arysta LifeScience North America Corporation (2005) Submission of Exposure and Risk Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 46610901 Sweeney, L.; Miles, B. (2005) Application of PBPK Modeling of Iodomethane in Rat Cancer Risk Assessment. Project Number: 34502. Unpublished study prepared by Sapphire Group, Inc. 47 p.
- 46623400 Arysta Life Science North America Corp. (2005) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 46623401 Kurume Laboratory (2003) A 96-Hour Acute Toxicity Test of Iodomethane with Common Carp: (Final Report). Project Number: TMN/012, 92548, E01/2548E. Unpublished study prepared by Chemicals Evaluation and Research Institute. 32 p.

- 46631400 Arysta LifeScience North America Corporation (2005) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 46631401 Sweeney, L.; Gargas, M. (2005) Revaluation of the HEC for Acute Nasal Toxicity of Methyl Iodide. Project Number: 34510. Unpublished study prepared by Sapphire Group, Inc. 417 p.
- 46634200 Arysta LifeScience North America (2005) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 46634201 Walker, R. (2002) TM-425-Storage Stability/Corrosion. Project Number: 013124/1. Unpublished study prepared by Ricerca Biosciences, LLC. 25 p.
- 46846900 Arysta LifeScience North America Corporation (2006) Submission of Exposure and Risk Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 46846901 Sweeney, L.; Miles, B.; Gargas, M.; et al. (2006) Iodomethane: Supplemental Toxicology Information. Project Number: 34601. Unpublished study prepared by Arysta LifeScience North America Corporation, Sapphire Group, Inc. and Technology Sciences Group, Inc. 283 p.
- 46882500 Arysta LifeScience North America (2006) Submission of Efficacy Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 46882501 Allan, M.; Mezin, L. (2006) Iodomethane Technical: Additional Performance Data. Project Number: ARV2006PERF. Unpublished study prepared by Arysta LifeScience North America Corporation. 273 p.
- 46887000 Arysta LifeScience North America Corporation (2006) Submission of Efficacy and Economics Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 46887001 Sankula, S.; Marmon, G. (2006) Feasibility of MIDAS to Replace Methyl Bromide - A Comparative Analysis. Project Number: ARV2006ECON. Unpublished study prepared by Arysta LifeScience North America Corporation. 159 p.
- 46928400 Arysta Life Science North America Corporation (2006) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 46928401 Sweeney, L.; Miles, B.; Gargas, M. (2006) Concordance of the Nasal Epithelial Compartments of the Iodomethane PBPK Model and the Nasal Olfactory Epithelial Cell Degeneration Following Iodomethane Exposure. Project Number: 083006. Unpublished study prepared by Technology Sciences Group, Inc and The Sapphire Group. 39 p.
- 46934300 Arysta LifeScience Corporation (2006) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 2 Studies.
- 46934302 Sved, D. (2005) A Comparative Oral (Gavage) and Inhalation Metabolism and Toxicokinetic Study with Iodomethane in Female Rats: Final Report. Project Number: WIL/476001. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 351 p.
- 46934304 Mezin, L. (2006) Abstracts and Tables for Three Studies on the Effects of Iodomethane on Biological Functions in Mice, Rats and Dogs.

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

- Project Number: ALSNA/TOX/ABSTRACTS. Unpublished study prepared by Shin Nippon Biomedical Laboratories, Ltd. 36 p.
- 46962700 Arysta LifeScience North America Corporation (2006) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 3 Studies.
- 46962701 Nishimura, Y. (2003) A 90-Day Repeated Dose Toxicity Study of Iodomethane in Rats Followed by a 28-Day Recovery (with amendments): Final Report. Project Number: SBL98/24. Unpublished study prepared by Shin Nippon Biomedical Laboratories, Ltd. 461 p.
- 46962702 Nemec, M. (2004) A Combined Inhalation Range-Finding Reproductive and Subchronic Toxicity Study of Iodomethane in Rats: Final Report. Project Number: WIL/418003. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 1317 p.
- 46962703 Morris, T. (2002) A Repeated-Dose 21-Day Dermal Toxicity Study of Iodomethane in Rats. Project Number: WIL/418009. Unpublished study prepared by WIL Research Laboratories, Inc. 629 p.
- 47028600 Arysta LifeScience North America Corporation (2007) Submission of Fate Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 47028601 Rayburn, W.; Robinson, A.; Braverman, L.; et. al. (2007) Iodide Concentrations in Matched Maternal Plasma, Cord Plasma and Amniotic Fluid from Term and Pre-Term Human Pregnancies: Supplemental to MRID 46446901: Iodomethane. Project Number: 06/240. Unpublished study prepared by Sapphire Group. Technology Sciences Group Inc and New Mexico St. University. 308 p.
- 47053200 Arysta Life Science North America Corp. (2007) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Application for Registration of Midas EC Gold. Transmittal of 1 Study.
- 47053201 Mungalachetty, P. (2006) Midas EC GOLD: Determination of Storage Stability And Corrosion Characteristics. Project Number: 04/0238/G1, ARV/04/425/004. Unpublished study prepared by Toxikon Corp. 39 p.
- 47053300 Arysta LifeScience. (2007) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Application for Registration of Midas 33:67. Transmittal of 1 Study.
- 47053301 Mungalachetty, P. (2006) Storage Stability and Corrosion Characteristics of MIDAS 33:67. Project Number: 04/0236/GI. Unpublished study prepared by Toxikon Corp. 53 p.
- 47053400 Arysta LifeScience North America Corp. (2007) Submission of Fate, Environmental Fate, Exposure and Risk Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 6 studies.
- 47053401 Desjardins, D.; Kendall, T.; Krueger, H. (2006) Iodomethane: A 7-Day Static-Renewal Toxicity Test with Duckweed (Lemna gibba G3): Final Report. Project Number: 443A/134B. Unpublished study prepared by Wildlife International, Ltd. 50 p.
- 47053402 Porch, J.; Krueger, H. (2007) Iodomethane, A Toxicity Test to Determine the Effects of the Test Substance on Seedling Emergence of Ten Species of Plants: Final Report. Project Number: 443/111. Unpublished study prepared by Wildlife International, Ltd. 148 p.
- 47053403 Baker, F.; Estigoy, L.; Belcher, T. (2003) Environmental (Off-Site)

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

- Monitoring and Indirect Flux Determination of Iodomethane (TM-425) Under Field Conditions Following Tarped/Raised Bed/Drip Irrigation Application. Project Number: 1198W, 1198W/1, 1198W/2. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc. 569 p.
- 47053404 Dyer, N.; Brill, A. (2006) Maternal-Fetal Transport of Iron and Iodine in Humans Subjects. Project Number: ALSNA/TOX/2007/01. Unpublished study prepared by Arysta LifeScience North America Corp. 22 p.
- 47053405 Dyer, N.; Brill, A.; Glasser, S.; et. al. (2006) Maternal-Fetal Transport and Distribution of Fe and I in Humans. Project Number: ALSNA/TOX/2007/02. Unpublished study prepared by Arysta Life Science North America Corp. 11 p.
- 47053406 Fuse, Y. (2006) Development of the Hypothalamic-Pituitary-Thyroid Axis in Humans. Project Number: ALSNA/TOX/2007/03. Unpublished study prepared by Arysta LifeScience North America Corp. 25 p.
- 47086600 Arysta Life Science North America Corporation (2007) Submission of Exposure and Risk Data in Support of the Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 47086601 Milesen, B.; Sweeney, L.; Reiss, R.; et al. (2007) Iodomethane Human Health Risk Assessment: Revision Two (Previous MRID Nos. 46408802 and 46446903). Project Number: 810/07. Unpublished study prepared by Technology Sciences Group Inc. 144 p.
- 47106500 Arysta LifeScience North America Corporation (2007) Submission of Toxicity Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 47106501 Porch, J.; Krueger, H. (2007) Iodomethane: A Toxicity Test to Determine the Effects of the Test Substance on Vegetative Vigor of Ten Species of Plants: Final Report. Project Number: 443/112. Unpublished study prepared by Arysta LifeScience North America Corporation. 148 p.
- 47127300 Arysta LifeScience North America Corporation (2007) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 study.
- 47127301 Mungalachetty, P. (2007) Midas EC Bronze: Determination of Storage Stability and Corrosion Characteristics. Project Number: 04/0262/G1, ARV/04/425/006, AA/31876/22. Unpublished study prepared by Toxikon Corp. 47 p.
- 47132500 Arysta LifeSciences North America (2007) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical and the Experimental Use of Iodomethane. Transmittal of 1 Study.
- 47132501 Arysta LifeScience North America (2007) Documentation Supporting Application for Experimental Use Permit (EUP): Iodomethane. Project Number: ARV2007EUP. Unpublished study prepared by Arysta LifeScience North America. 57 p.
- 47154300 Sapphire Group, Inc., (2007) Submission of Exposure and Risk Data in Support of the Registration of Iodomethane. Transmittal of 1 Study.
- 47154301 Sweeney, L. (2007) Revision of Key Internal Dose Metrics for Reduced Fetal Viability: Explanation, Changes to the Human Equivalent Concentrations, and Sensitivity Analysis. Unpublished study prepared

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

by Sapphire Group, Inc. 12 p.

- 47172600 Arysta LifeScience North America (2007) Submission of Exposure and Risk Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 47172601 Tobia, A.; Milesen, B. (2007) Institutional Review Board Documentation Supplementary Report to: Iodide Concentrations in Matched Maternal Plasma, Cord Plasma, and Amniotic Fluid from Term and Pre-Term Human Pregnancies. Project Number: 070507. Unpublished study prepared by Arysta LifeScience North America Corporation. 80 p.
- 47196700 Arysta LifeScience North America Corporation (2007) Submission of Fate Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 47196701 Milesen, B.; Tinsworth, E.; Rhodes, B. (2007) Documentation of Ethical Conduct of a Human Study of Iodide Concentrations in Maternal Plasma, Cord Plasma, and Amniotic Fluid, Supplemental to MRID 470286 01. Project Number: 080607. Unpublished study prepared by Technology Sciences Group, Inc., Exponent, Inc., and Arysta LifeScience North America Corporation. 131 p.
- 47257400 Arysta LifeScience North America Corporation (2007) Submission of Environmental Fate Data in Support of the Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 1 Study.
- 47257401 Carter, W. (2007) Investigation of Atmospheric Ozone Impacts of Methyl Iodide. Project Number: UCR/07041867. Unpublished study prepared by University of California Riverside. 70 p.
- 47295200 Arysta LifeScience North America Corp. (2007) Submission of Fate Data in Support of the Experimental Use of Iodomethane Technical and Midas 50:50 on Strawberries, Fresh Market Tomato, Peppers, Ornamentals, Tree, and Vine Crops. Transmittal of 4 Studies.
- 47295201 Reiss, R.; Griffin, J. (2007) A Review of the Flux Rate Data Collected for Iodomethane and Midas 50:50. Project Number: EXP01207. Unpublished study prepared by Exponent. 45 p.
- 47295202 Baker, F.; Arndt, T. (2007) Direct and Indirect Flux Determination of Iodomethane and Chloropicrin under Field Conditions Following Tarped/Raised Bed/Shallow Shank Injection of Midas 50:50 in Dover, FL. Project Number: 1595W, 1595W/1. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Paragon Research Services and Pacific Ag Group. 707 p.
- 47295203 Baker, F.; Arndt, T. (2007) Direct and Indirect Flux Determination of Iodomethane and Chloropicrin Under Field Conditions Following Tarped/Raised Bed/Shallow Shank Injection of Midas 50:50 in Bainbridge, GA. Project Number: 1619W, 1619W/1. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Paragon Research Services, Pacific Ag Group. 590 p.
- 47295204 Baker, F.; Arndt, T. (2007) Direct and Indirect Flux Determination of Iodomethane and Chloropicrin Under Field Conditions Following Tarped/Raised Bed/Shallow Shank Injection of Midas 50:50 in Hart Michigan. Project Number: 1646W, 1646W/1. Unpublished study prepared by PTRL West, Inc., Paragon Research Services, Pacific Ag Group. 590 p.
- 47656800 Arysta LifeScience North America, LLC (2009) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Amended Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 2 Studies.

- 47656801 Bellet, E. (2009) Alternate II: Manufacturing Process for the Production of Iodomethane Technical and Discussion of the Formation of Impurities. Project Number: 66330/44. Unpublished study prepared by Chemical Consultants International, Inc. (CCIC). 56 p.
- 47656802 Weller, P. (2008) Group A - Product Chemistry for Iodomethane: Group A - Product Identity, Composition, and Analysis: Final Report. Project Number: 310885/1/002. Unpublished study prepared by Midwest Research Institute. 70 p.
- 47656900 Arysta LifeScience North America, LLC. (2009) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Application for Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 2 Studies.
- 47656901 Bellet, E. (2009) Alternate III: Manufacturing Process for the Production of Iodomethane Technical and Discussion of the Formation of Impurities. Unpublished study prepared by Chemical Consultants International, Inc. (CCIC). 57 p.
- 47656902 Weller, P. (2009) Group A- Product Chemistry for Iodomethane: Final Report. Project Number: 310929/1/001. Unpublished study prepared by Midwest Research Institute. 78 p.
- 47657000 Arysta LifeScience North America, LLC. (2009) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Amended Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 2 Studies.
- 47657001 Bellet, E. (2009) Alternate I: Manufacturing Process for the Production of Iodomethane Technical and Discussion of the Formation of Impurities. Unpublished study prepared by Chemical Consultants International, Inc. (CCIC). 53 p.
- 47657002 Weller, P. (2008) Group A- Product Chemistry for Iodomethane: Amended Final Report. Project Number: 310885/1/001. Unpublished study prepared by Midwest Research Institute. 70 p.
- 48144900 Arysta LifeScience North America, LLC (2010) Submission of Product Chemistry Data in Support of the Reregistration of the Chloropicrin Containing Product Midas 50:50. Transmittal of 1 Study.
- 48144901 Li, Y.; Lezberg, P. (2004) TM-42502 MIDAS 50:50: Determination of Storage Stability and Corrosion Characteristics. Project Number: 02 J0040. Unpublished study prepared by Toxikon Environmental Sciences. 39 p.
- 48467400 Arysta LifeScience North America, LLC (2011) Submission of Environmental Fate Data in Support of the Amended Registration of Iodomethane Technical. Transmittal of 5 Studies.
- 48467401 Ajwa, H.; Sullivan, D. (2010) Monitoring Iodomethane Emissions from Drip Applications under Virtually and Totally Impermeable Films. Project Number: 2010M1, 983W, 983W/1. Unpublished study prepared by University of California and Sullivan Environmental Consulting. 320 p.
- 48467402 Ajwa, H.; Sullivan, D. (2010) Monitoring Iodomethane Emissions from Shallow Broadcast under Virtually and Totally Impermeable Films and Strip Shank Applications under Virtually Impermeable Film. Project Number: 2010M2, 983W, 983W/1. Unpublished study prepared by University of California and Sullivan Environmental Consulting. 331 p.
- 48467403 Ajwa, H.; Sullivan, D. (2011) Monitoring Iodomethane Emissions from

(IET 22-1018)

Methyl Iodide Use in Pesticides in the US

Shallow Shank Application under Virtually Impermeable Film and from Deep Application under Virtually and Totally Impermeable Films. Project Number: 2010M3, 983W, 983W/1. Unpublished study prepared by University of California and Sullivan Environmental Consulting. 392 p.

48467404 Reiss, R.; Ma, Q. (2011) Estimation of Buffer Zones for Iodomethane Use in California Using Low Permeability Tarps. Project Number: WD0077/000/0511/RR07, WD0077/000/511/RR07/OCR. Unpublished study prepared by Exponent. 24 p.

48467405 Reiss, R.; Ma, Q. (2011) Estimation of Buffer Zones for Iodomethane Use Using Low Permeability Tarps. Project Number: WD0077/000/0511/RR06, WD0077/000/0511/RR06/OCR. Unpublished study prepared by Exponent. 19 p.

49022701 Unknown (2012) Film Permeability Determination for Guardian Plastics Using Static Permeability Cells (Methyl Bromide, Methyl Iodine, Dimethyl Disulfide, Chloropicrin and Telone). Project Number: GAP1201. Unpublished study prepared by Pacific Agricultural Research Corp. 28p.