

II 木酢液中のホルムアルデヒドの作物への残留試験

1 目的

木酢液を葉面散布し、こまつな中のホルムアルデヒドの残留性を確認する。

2 こまつなの栽培

別添資料Ⅱ-1「平成22年度 農薬作物残留量分析試料調製明細書」参照

1) 試験機関及び試験場

(社)日本植物防疫協会 高知試験場

2) 被検物質 (別添資料Ⅱ-2 検査成績書参照)

- ・木酢液 (株尾鷹林業製 Lot No10-0906 原料はカシで木竹酢液認証協議会の認証品 ホルムアルデヒド含量: 110ppm)

3) 栽培概要

露地・施設の別 : 施設栽培

播種 : 平成22年12月25日、畝幅: 150cm、株間: 5cm、
4条播き、53000株/10a

施肥 : 慣行に従った。

収穫期間 : 平成23年2月上旬

4) 試験区

- ・処理区をAⅠ、AⅡ、AⅢの3連 (13.5 m²、720株) とし、無処理区をB (15.0 m²、800株) とした。

5) 処理方法

- ・木酢液の200倍液を1.9ℓ/13.5 m²で1週間おきに4回葉面散布した。

6) 試料採取

- ・試験区の境界部を除く試験区全体から鋏を用いて各区1kg以上を採取し、冷蔵便 (5℃) にて、分析機関の (財) 日本食品油脂検査協会へ送った。2月14~15日に試験を実施するまで、冷蔵庫 (5℃) で保管した。

3 分析

1) 分析機関 : (財) 日本食品油脂検査協会

2) 分析対象物質 : ホルムアルデヒド

3) 分析法の概要 : 高速液体クロマトグラフ法

4) 分析結果 (別添資料Ⅱ-3 検査成績書参照)

- ・別添資料Ⅱ-3の検査結果、試験方法及び添加回収試験を参照。
- ・検査の結果は、処理区 (AⅠ、AⅡ、AⅢ)、無処理区ともホルムアルデヒドを検出せず検出限界は2ppmであった。
- ・ホルムアルデヒドは、車排ガス等により、自然界にも存在し、これが検知されるので検出限界は2ppmとした ((財) 日本食品油脂検査協会へ確認)。

(22-456)

平成22年度 農薬作物残留量分析試料調製明細書

(試験期間 23年 1月 ~ 23年 2月)

試験場名 社団法人 日本植物防疫協会 高知試験場

1. 被験物質

- (1) 一般名・剤型 木酢液
- (2) 調査対象成分名及び含有率 カルメルチン 110ppm
- (3) 被験物質のLot No. 10-0906

2. 農作物名 こまつな 品種名 楽天

3. 試験実施機関名 社団法人 日本植物防疫協会 高知試験場
試験圃場所在地 高知県香南市野市町

4. 試験責任者氏名

5. 土性 砂土・砂壤土・壤土・埴壤土・粘土・軽粘土 (○を付す) 減水深 — cm/日

6. 過去1年間に作付けした作物および使用した農薬 (別紙としても掲げません)
別紙に記載。

7. 栽培概要 播種期、移植期、施肥の種類・量・時期、樹齡、栽植密度(畝間・株間)・株数(10a)、水管理等、
被験資材(茶は茶れい紗番号)、いちご・おうとう等の被験時期、茶の茶れい紗・いちご栽培の被験時期を記載する
露地・施設の別 施設栽培 有袋・無袋の別 —

播種：平成22年12月25日 畝幅：150cm 株間：5cm 4条播き 約53000株/10a

施肥：平成22年12月20日 こうち園芸ベレット(8-6-5) 167kg, 苦土石灰 100kg, ケトツブ 2600kg
(施用量は10a当たり) 加温栽培 その他管理は慣行に従った。

収穫期間(適期)：平成23年2月上旬

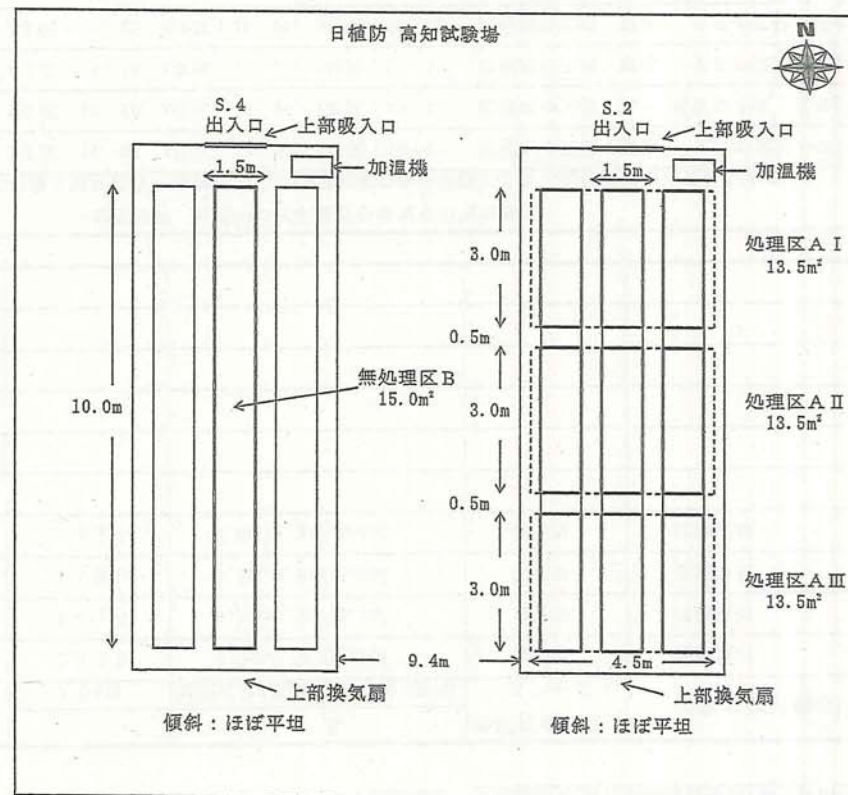
8. 生育ステージ 試験計画書に指定された生育ステージ —
を記入して下さい。

9. 被験物質以外に使用した農薬 (別紙としても掲げません)
使用農薬なし。

10. 試験区

- (1) 1試験区の面積および本(株)数 処理区A I, A II, A III: 13.5m² (1.5m×3.0m×3畝), 720株
無処理区B: 15.0m² (1.5m×10.0m×1畝), 800株
- (2) 施設の場合、面積・容積・高さ 面積: 64.8m² (5.4m×12.0m), 容積: 434m³, 高さ: 3.0m
- (3) 試験区の配置図 (試験区全体および周辺農地等の状況がわかるように記入して下さい。記入できない場合は別紙としても掲げません)

- ア) 下口内の点と点を結び、処理区および無処理区の配置関係を作図して下さい。果樹1樹は点を○で囲んで表し、必要に応じて枝の伸長方向を記載して下さい。
- イ) 試験区間および試験区と無処理区との距離を記入して下さい。
- ウ) 圃場の敷方向、方位および圃場の傾斜方向を記入して下さい。水田は給水口および排水口を記入して下さい。



12. 試料採取 (試料番号は試料送付時に「送付カード」(別添様式)に記入したものを記載する)

区分 採取月日	A I 区	A II 区	A III 区	B 区	C 区	D 区	E 区	試料採取時刻と天候	試料採取順 (区番号順)	試料送付量	試料送付月日
	試料番号	試料番号	試料番号	試料番号	試料番号	試料番号	試料番号				
H23. 2月 8日	A-1	A-2	A-3	B (無処理)				AI ; 10:00 ~ 10:20 AII ; 11:00 ~ 11:20 AIII ; 11:30 ~ 11:50 B : 9:10 ~ 9:30 天候:曇	B → A I → A II → A III	各区 1kg以上× 1分析	2月 8日
月 日										各区 以上× 分析	月 日
月 日										各区 以上× 分析	月 日
月 日										各区 以上× 分析	月 日
月 日										各区 以上× 分析	月 日
月 日										各区 以上× 分析	月 日

区分 採取月日	送付試料について (該当項目に○を付し、必要に応じてその原因を記載する)
H23. 2月 8日	1. 試料の大きさは (やや大きい <input checked="" type="radio"/> 通常 <input type="radio"/> やや小さい 大きさにバラツキがある) 2. 熟期は (やや早い <input checked="" type="radio"/> 通常 <input type="radio"/> やや遅熟) 3. その他 () 4. 原因
月 日	1. 試料の大きさは (やや大きい <input type="radio"/> 通常 <input type="radio"/> やや小さい 大きさにバラツキがある) 2. 熟期は (やや早い <input type="radio"/> 通常 <input type="radio"/> やや遅熟) 3. その他 () 4. 原因
月 日	1. 試料の大きさは (やや大きい <input type="radio"/> 通常 <input type="radio"/> やや小さい 大きさにバラツキがある) 2. 熟期は (やや早い <input type="radio"/> 通常 <input type="radio"/> やや遅熟) 3. その他 () 4. 原因
月 日	1. 試料の大きさは (やや大きい <input type="radio"/> 通常 <input type="radio"/> やや小さい 大きさにバラツキがある) 2. 熟期は (やや早い <input type="radio"/> 通常 <input type="radio"/> やや遅熟) 3. その他 () 4. 原因
月 日	1. 試料の大きさは (やや大きい <input type="radio"/> 通常 <input type="radio"/> やや小さい 大きさにバラツキがある) 2. 熟期は (やや早い <input type="radio"/> 通常 <input type="radio"/> やや遅熟) 3. その他 () 4. 原因
月 日	1. 試料の大きさは (やや大きい <input type="radio"/> 通常 <input type="radio"/> やや小さい 大きさにバラツキがある) 2. 熟期は (やや早い <input type="radio"/> 通常 <input type="radio"/> やや遅熟) 3. その他 () 4. 原因

- (1) 試料採取方法 使用した器具(機械)、採取方法の詳細、採取後処理等のための輸送方法を記載
 各処理区および無処理区試料は、試験区の境界部を除く試験区全体から鉢を用いて採取した。
 採取した試料は、直ちに採取用カゴに入れ、場内の試料調製室まで自動車ですんだ。
- (2) 採取後の調製・梱包方法 試料採取後の加工、水洗い、根等の除去、風乾、乾燥、脱穀・剪り等の方法、調製後の試料調製方法および試料の梱包方法を記載
 採取後変質葉を除去し、株の地際部に付着した泥は水洗いして取り除いた。その後、室内で風乾した。
 試料は、未使用の包装紙を敷いたダンボール箱に株元を揃えて詰め、試験区ラベルおよび梱包シールを貼り付けて梱包した。各試料は、各区毎に別々のダンボール箱に詰めた。
- (3) 試料送付先 公的分析機関： 社内分析機関： 財団法人 日本食品油脂検査協会
- (4) 試料の輸送方法 到着日指定、温度指定、輸送会社等
 到着日を2月9日に指定し、ヤマト運輸株式会社の冷蔵便で送付した。

(5) 備考 -

6. 過去1年間に作付けした作物および使用した農薬

処理区A

平成22年春夏作：きゅうり

平成22年. 5/25 モリスラン水和剤 4000倍, アトマイヤーフロアブル 4000倍 散布

平成22年秋冬作：にら

平成22年. 7/9 トチキン細粒剤F 9kg/10a

8/25 アグロメック乳剤 2000倍 散布

9/8, 17 スピノサート水和剤 10000倍 散布

9/29, 10/6 トチキン乳剤 2000倍 灌注

10/1 オンコルマイクログラブセル 2000倍, バイロン水和剤5 500倍 散布

11/12 ダントツ水溶剤 2000倍, バイロン水和剤5 500倍 散布

11/17, 24 ランネット45DF 1000倍 灌注

無処理区B

平成22年春夏作：メロン

平成22年. 1/8 クロロピクリン液剤 3mL/穴 原液注入

1/28 ネマトリクス粒剤 20kg/10a

2/4 スターク粒剤 2g/株

2/10 グラコニール1000 1000倍, アファム乳剤 2000倍 散布

2/25 アファム乳剤 2000倍, ベルコート水和剤 1000倍 散布

3/10 スミックス水和剤 2000倍, ベルコート水和剤 1000倍, アファム乳剤 2000倍, ベストガード水溶剤 1000倍 散布

3/27 アトマイヤー顆粒水和剤 10000倍, ランマンフロアブル 1000倍, ベルコート水和剤 1000倍 散布

4/10 グラコニール1000 1000倍, ベルコート水和剤 1000倍, アファム乳剤 2000倍 散布

4/12, 16 ボリネキシAL水溶剤 50倍 塗布

平成22年秋冬作：にら

平成22年. 8/25 アグロメック乳剤 2000倍 散布

9/8, 17 スピノサート水和剤 10000倍 散布

10/1 オンコルマイクログラブセル 2000倍, バイロン水和剤5 500倍 散布

11/12 ダントツ水溶剤 2000倍, バイロン水和剤5 500倍 散布

(22-456)

気象表

観測地点および試料調製場所：高知県香南市野市町深淵 (社)日本植物防疫協会 高知試験場

気温：平均気温 (1 時間毎)

降水量：日界 _____ 時

記号：○：薬剤処理日
△：試料採取日

(23年)

月	日	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	
1	気温 (施設内温度)																	9.7	9.0	9.3	8.7	9.5	10.9	10.4	8.6	7.9	5.5	6.9	8.3	7.4	6.5	6.9	
	降水量																																
	薬剤処理/試料採取																	○							○								○
	区記号 (試料番号)																		A I, A II, A III						A I, A II, A III							A I, A II, A III	
2	気温 (施設内温度)	8.6	9.5	10.6	10.3	11.4	11.4	10.4	12.8																								
	降水量																																
	薬剤処理/試料採取							○	△																								
	区記号 (試料番号)						A I, A II, A III	A-1, A-2, A-3, B																									
	気温 (施設内温度)																																
	降水量																																
	薬剤処理/試料採取																																
	区記号 (試料番号)																																
	気温 (施設内温度)																																
	降水量																																
	薬剤処理/試料採取																																
	区記号 (試料番号)																																
	気温 (施設内温度)																																
	降水量																																
	薬剤処理/試料採取																																
	区記号 (試料番号)																																

薬剤処理日 (ガス抜き等を含む)、試料採取日等を記号で記入する。

薬剤処理日へは該当する区記号、試料採取日へは該当する試料番号 (送付カードと同様の番号) を当該欄へ記入する。

施設内気温測定には、デ-ワカ- (株式会社 ティント-デイ おんどとり TR-71Ui) を使用した。

こまつなのホルムアルデヒド残留分析試験方法

試験方法

2~3cm に切った小松菜 10g

カップ型ホモジナイザー

← 20ml 蒸留水

ホモジナイズ (2 分間)

定容 (蒸留水で 100ml)

ろ過

検液 2ml

← 20% リン酸 2ml

← 2,4 ジニトロフェニルヒドラジン・アセトニトリル溶液 2ml

加熱 (80~90°C、10~20 秒)

冷却

HPLC (ブランク : 検液の代わり H₂O を使って反応させたもの)

HPLC 条件

カラム : InertsilODS-2 (粒径 5 μm、内径 4.6mm、長さ 250mm)

検出器 : 紫外検出器 360nm

移動相 : アセトニトリル 40% : リン酸 1% : 蒸留水 59%

流量 0.8ml/分

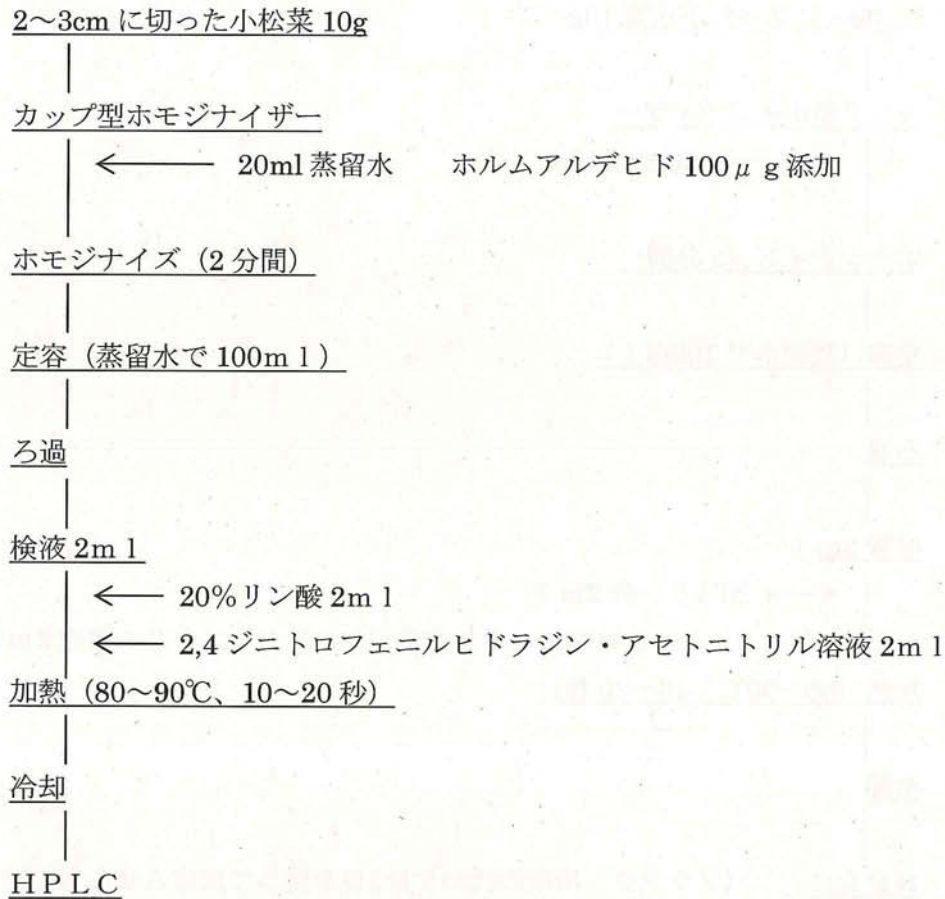
注入量 : 2 μL

添加回収試験結果 (ホルムアルデヒド 100 μg 添加)

試行数	1	2	3	4	5	平均	SD	CV
回収率 (%)	88	80	93	90	102	90.6	8.0	8.8

こまつなのホルムアルデヒド添加回収試験

試験方法



HPLC条件

カラム: InertsilODS-2 (粒径 5 μm、内径 4.6mm、長さ 250mm)

検出器: 紫外検出器 360nm

移動相: アセトニトリル 40% : リン酸 1% : 蒸留水 59%

流量 0.8ml/分

注入量: 2 μL

結果

試行数	1	2	3	4	5	平均	SD	CV
回収率 (%)	88	80	93	90	102	90.6	8.0	8.8

試験検査成績書

第10102095-001-1号

平成23年1月7日

株式会社尾鷹林業 殿

財団法人 日本食品油脂検査協会

東京 東京都中央区日本橋浜町3丁目27番8

大阪 大阪府大阪市北区天神橋3丁目8番9号

平成22年12月16日、当協会に依頼された供試品の
試験検査結果は下記のとおりです。

供試品	木酢液 製造ロット番号 10-0906
-----	---------------------

試験検査結果

項目	検査結果	単位	検出限界	方法	
特殊試験					
酸度	4.8	%	0.1	滴定法	※1
pH	2.6			pHメーター	※2
比重	1.013			浮ひょう法	※3
有害成分					
3,4-ベンゾピレン	検出せず	ng/g	0.1	高速液体クロマトグラフ法	
1,2,5,6-ジベンゾアントラセン	検出せず	ng/g	0.1	高速液体クロマトグラフ法	
3-メチルコランスレン	検出せず	ng/g	0.1	高速液体クロマトグラフ法	
フェノール類	0.2	%	0.001	吸光光度法	
ホルムアルデヒド	110	ppm	2	高速液体クロマトグラフ法	
※1 酢酸として					
※2 検査濃度:原液					
※3 25℃					

第 11100221-005-1 号

平成 23 年 2 月 25 日

日本特用林産振興会 殿

平成 23 年 2 月 9 日、当協会に依頼された供試品の
試験検査結果は下記のとおりです。

財団法人日本食品油脂検査協会

東京 東京都中央区日本橋浜町 3 丁目 27 番 8 号

大阪 大阪府大阪市北区天神橋 3 丁目 8 番 9 号

供試品：こまつな

試験検査結果

項目	検査結果	単位	検出限界	方法
有害成分				
ホルムアルデヒド				
無処理区(標準区)	検出せず	ppm	2	高速液体クロマトグラフ法
処理区 A-1	検出せず	ppm	2	高速液体クロマトグラフ法
処理区 A-2	検出せず	ppm	2	高速液体クロマトグラフ法
処理区 A-3	検出せず	ppm	2	高速液体クロマトグラフ法

