

クロピラリドの作物体残留量の把握（3）

池長 宙^{*1}、斎藤玲奈^{*1}

Ozora IKENAGA, Rena SAITO

（平成 20 年度実績）

要 約

新たな農林水産政策を推進する実用技術開発事業（旧・先端技術を活用した農林水産高度化事業）「飼料及び堆肥に残留する除草剤の簡易判定法と被害軽減対策の確立」に参画し、クロピラリドの作物残留分析法の検討及び作物残留試験を実施した。本課題は一昨年度より3カ年計画で取り組んでいるものである。

本年度は、こまつな及びブロッコリーについて分析法を検討するとともにクロピラリド残留堆肥を施用した土壌で作物を栽培し作物残留試験を行った。ブロッコリーの分析法において一部微修正が必要であったものの昨年度までにキャベツ等4作物で確立した分析法が適用可能であった。

作物残留試験の結果、 $<0.01 \sim 0.03\text{ppm}$ のクロピラリド残留が認められ、ブロッコリーの栽培では残留基準値（ 2ppm ）を超えることはなかったが、こまつなの栽培では堆肥（クロピラリド 0.15ppm 含有） $6\text{t}/10\text{a}$ 処理区で、一律基準値（ 0.01ppm ）を超える残留が認められた。

はじめに

近年、トマト栽培において原因不明の異常生育が発生する事例が全国的に報告された。その後の調査の結果、給与飼料および牛ふん堆肥から、国内で使用されていないホルモン型除草剤であるクロピラリドが高濃度で検出され、クロピラリドが異常生育の原因であることが明らかにされた。

これまで、クロピラリドは日本国内では農薬登録を受けたことがないため、作物残留に関する知見が少ない。また、栽培土壌から作物体への移行性については全く不明であり、高感度な作物残留分析法も確立されていない。

そこで、本研究では、食品の残留基準値遵守の観点からクロピラリドを含む堆肥の適正な施用方法等を確立することを目的に、昨年度に引き続きクロピラリドの残留分析法の確立と各種作物における残留量把握を行った。

*1（独）農林水産消費安全技術センター 農薬検査部 検査技術研究課

調査研究方法

1. 試料調製

比較的残留しやすいと考えられる作物及びこれまで調査した作物とは異なる部位を食する作物を調査対象とすることとし、前者に該当する作物としては、栽培期間が短く、軽量で小形の作物であるこまつなを、後者の作物として花蕾を食するブロッコリーを選定した。

クロピラリドを 0.15ppm 含有する堆肥を 3t/10a 又は 6t/10a 相当施用する処理区及び無処理区を設定し、各作物をプランターで栽培した。なお、試料調製は長野県中信農業試験場で行った。

2. 分析法

こまつなについては昨年度までにキャベツ等 4 作物で確立した分析法（図 1）を用いて試験溶液の調製・測定を行った。ブロッコリーは既存の分析法を一部変更し、最終溶離液（0.0025%アンモニア水/アセトニトリル(9:1)）の量を 1.5 倍にして試験液の調製を行った。

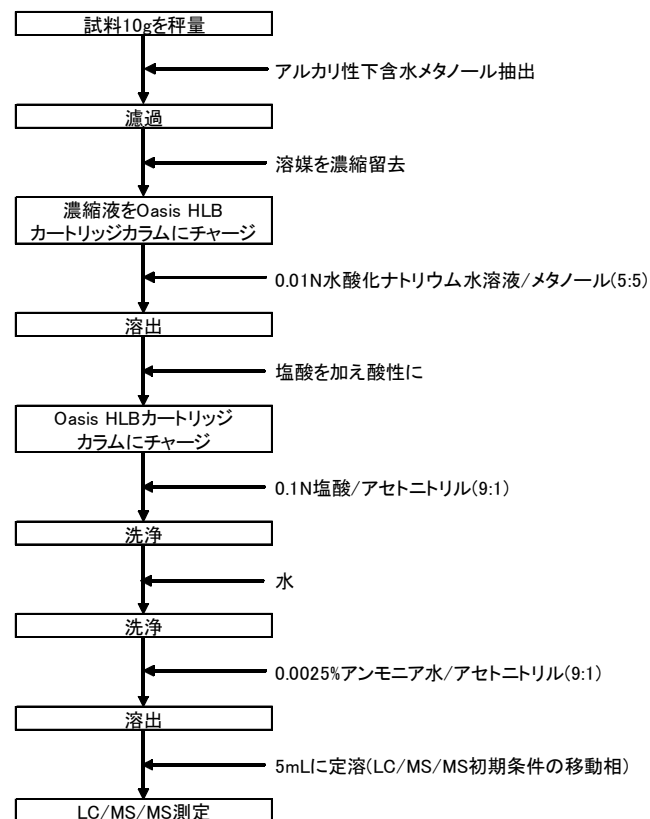


図 1 LC/MS/MS によるクロピラリド残留分析法フローチャート

結果及び考察

こまつな及びブロッコリーについて、昨年度までに確立した分析法を用いて 0.01ppm 相当のクロピラリド添加回収試験を行ったところ、こまつなでは良好な回収率（107%）が得られた。一方、ブロッコリーでは、回収率が悪かったため、既存の分析法を改良し、最終溶離液の量を 1.5 倍にした。その結果、良好な回収率（90%）が得られた。ブロッコリーの試料調製で一部微修正が必要であったものの、こまつな及びブロッコリーで、既存分析法の適用が可能であることが明らかになった。また、ブロッコリーに関しては基準値相当の 2ppm での添加回収試験も実施した結果、良好な回収率（90%）が得られた（表 1）。

クロピラリド残留堆肥（0.15ppm）3t/10a 及び 6t/10a 処理区のこまつな及びブロッコリーを分析したところ、微量（<0.01 ~ 0.03ppm）のクロピラリドが検出された。ブロッコリーにおいては残留基準値に比べ十分低い濃度であったが、こまつなでは一律基準値（0.01ppm）を超える残留（0.03ppm）が認められた（表 2）。

表 1 添加回収試験結果

試料	添加濃度	回収率	平均	変動係数
こまつな	0.01 ppm	113, 112, 97 %	107 %	8 %
ブロッコリー	0.01 ppm	105, 91, 75 %	90 %	17 %
ブロッコリー	2 ppm	91, 90, 90 %	90 %	1 %

表 2 作物残留試験結果

	試験区			残留基準値 (暫定)
	無処理	3 t/10a	6 t/10a	
こまつな	< 0.01 ppm	0.01 ppm	0.03 ppm	なし (=0.01 ppm)
ブロッコリー	< 0.01 ppm	< 0.01 ppm	0.01 ppm	2 ppm

(3カ年の総括)

pH による溶解度の違いを利用した前処理及び LC/MS/MS 測定によるクロピラリドの作物残留分析法を確立し、クロピラリド残留堆肥を施用して栽培したレタス等 6 作物における作物残留試験を実施して残留量を明らかにすることができた。

クロピラリド残留堆肥の施用によって作物にクロピラリドが残留することがあるので、栽培する作物の種類、堆肥中のクロピラリド濃度及び施用量に留意する必要がある。さらに、確立した当該分析法は、作物残留分析に活用することができるが、ブロッコリーにおいて分析法の一部微修正が必要だったように作物によっては更なる検討が必要となる場合がある。

また、今回参画した実用技術開発事業（旧・先端技術を活用した農林水産高度化事業）「飼料及び堆肥に残留する除草剤の簡易判定法と被害軽減対策の確立」の達成目標の一つである対策マニュアルの作成に当たって「作物残留分析法マニュアル」を作成した。