

平成 29 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

ヨウ化メチル登録データ整備及び
投薬機開発委託試験報告書

平成 30 年 3 月

一般社団法人日本くん蒸技術協会

目次

添付資料.....	2
事業の実施について.....	3
I ヨウ化メチル投薬機設計	5
1. 目的.....	5
2. 機器の仕様.....	5
3. 投薬機設計.....	5
4. まとめ.....	7
II 薬効試験	8
1. 目的.....	8
2. 材料及び方法.....	8
3. 結果及び考察.....	10
III 薬害試験	13
1. 目的.....	13
2. 材料及び方法.....	13
3. 結果及び考察.....	15
IV 作物残留試験（非 GLP）	19
1. 目的.....	19
2. 材料及び方法.....	19
3. 試料の分析.....	20
4. 結果及び考察.....	20
V 要約	22
VI 検討委員会における審議、確認	24

添付資料

- 別添 1 平成 29 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
(ヨウ化メチル登録データ整備及び投薬機開発) 仕様書
- 別添 2 試験計画書
- 別添 3 ヨウ化メチル投薬機設計依頼書 (一般社団法人日本くん蒸技術協会)
- 別添 4 ヨウ化メチル投薬機Ⅱ型 仕様書及び設計書 (山内企画)
- 別添 5 薬効試験野帳
- 別添 6 薬害試験野帳
- 別添 7 残留試験野帳
- 別添 8 ヨウ化メチル (くん蒸剤) アスパラガス作物残留試験報告書
(一般財団法人日本食品分析センター多摩研究所)
- 別添 9 試験状況写真
 - 1. 薬効試験
 - 2. 障害調査・食味試験
 - 3. 障害試験写真 (オーストラリア産アスパラガス)
 - 4. 障害試験写真 (メキシコ産アスパラガス)
 - 5. 障害試験写真 (タイ産アスパラガス)
 - 6. 作物残留試験 (非 GLP)

事業の実施について

1. 目的

植物検疫くん蒸剤である臭化メチルについては、オゾン層破壊物質として使用が制限されていることに加え、今後、農薬としての残留基準値等の見直しが予定されており、一部の植物で使用できなくなる可能性がある。

現在、植物の輸入検査において、検疫有害動物が発見された場合には、多くの場合において臭化メチルなどのくん蒸剤を用いて消毒が行われた後、輸入が認められているが、臭化メチルが使用できなくなると、検疫有害動物が発見された場合、当該植物は消毒できず廃棄または返送となり、物流に影響を及ぼすことになる。

こうしたことから、国民に対する食料の安定的な供給を確保する観点から、臭化メチルの代替薬剤として既に農薬登録されているヨウ化メチルが使用できるよう、ヨウ化メチルの農薬登録に対象作物を追加するために必要な試験を早急を実施することが求められている。

このため、ヨウ化メチルについて、対象作物を追加するために必要な試験を実施し、データ整備を行うとともに、くん蒸倉庫でヨウ化メチルを使用するために必要な投薬機を開発することを目的として、本事業を実施する。

2. 事業の内容

(1) ヨウ化メチルの農薬登録に対象植物を追加するために必要な試験実施及びデータ整備

対象植物及び対象害虫に対しヨウ化メチルくん蒸による薬効試験、薬害試験、作物残留試験を実施し、データ整備を行う。

(2) ヨウ化メチル投薬機設計

平成28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（ヨウ化メチル登録データ整備及び投薬機開発）において設計、試作、中規模な倉庫（64m³）で性能を確認した機器の設計図を応用し、大規模なくん蒸倉庫（1,000～2,000m³）で利用可能な機器を設計する。

3. 事業の実施期間

平成29年7月12日から平成30年3月16日

4. 検討委員会

事業を進めるに当たり、害虫の殺虫や植物のくん蒸等に関する業務について知見を有する外部機関の専門家、消費・安全局植物防疫課等からなる検討委員会を設置し、試験の実施方法、試験結果の妥当性等についての検討を行った。

(1) 委員

◎森田 利夫（前一般財団法人残留農薬研究所常務理事）

中北 宏（元食品総合研究所監事）

三代 浩二（国立研究開発法人農業・食品産業技術研究機構果樹茶業研究
部門生産・流通研究領域 虫害ユニット長）

（敬称略。◎は委員長）

(2) 開催実績

1) 第1回検討委員会

・日 時：平成29年8月17日（月）14：00～16：00

・場 所：台東区民センター会議室 東京都台東区台東1-25-5

・概 要：日本くん蒸技術協会が作成した事業実施計画書案について
検討した。

2) 第2回検討委員会

・日 時：平成30年2月15日（水）14：30～16：30

・場 所：台東区民センター会議室 東京都台東区台東1-25-5

・概 要：日本くん蒸技術協会から各試験結果について説明し、その内容に
ついて検討を行い、報告書の取りまとめ等について検討した。

I ヨウ化メチル投薬機設計

1. 目的

青果物を加害する害虫類をヨウ化メチルくん蒸により殺虫するため、ポンベ詰めされた液体のヨウ化メチルをガス化（気化）させてくん蒸倉庫内に投入する装置を設計する。

2. 機器の仕様

- ① 大型のくん蒸倉庫（内容積：1,000～2,000 m³）に対応可能であること。
- ② 平成28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（ヨウ化メチル登録データ整備及び投薬機開発）において設計、試作した投薬機と同様な構造とすること。
- ③ 窒素等で加圧したポンベ（1MPa未満）を使用することから、耐圧ホースによりポンベとワンタッチで接続できる構造とし、重量計により計量投薬できること。
- ④ 移動式で、倉庫への接続は既存の投薬口に接続できること。
- ⑤ 薬液及び気化後のガスが散逸することのない気密性を保持できること。
- ⑥ ヨウ化メチルは鉄に対する腐食性があることから、気化用蛇管、希釈層等主要な構造部分はステンレス製とすること。
- ⑦ 試験を行う倉庫の規模に応じた温水層、希釈層及び送風機を装備し、単位薬量 48g/m³を倉庫内温度 10℃以下で、20分程度で完全にガス化投薬できること。
- ⑧ 投薬機と倉庫間で循環しながら投薬できること。
- ⑨ 薬液量等の流量制御を行うことにより、ガス化したヨウ化メチルの再凝縮を防げること。
- ⑩ 引火源、発火源とならない構造とすること。

3. 投薬機設計

投薬機は、2,000 m³の倉庫に、倉庫内温度 10℃以下、ヨウ化メチル投薬量 48g/m³、投薬時間 20分 で完全にガス化投薬することを想定して設計した。

まず、投薬機の循環希釈ブロワ風量を定める。ヨウ化メチルの使用量を 2,000 m³×48g/m³=96kg とした場合、毎分当たりの投薬量は 96kg÷20min=4.8kg/min となり、ヨウ化メチルガスの発生量は 4.800g/min÷141.94g/mol（ヨウ化メチル分子量）×24.4ℓ・mol（at 20℃）=826ℓ/min となる。ヨウ化メチルの沸点は 42℃であり、常温で液体であるため、庫内温度が低い場合は気化後の再凝縮（液化）を防止するために直ちに大気と希釈することが必要となる。ヨウ化メチルの飽

和濃度は 10℃で約 29v/v%、0℃で約 22v/v%であることから、気化後の大気との希釈率を 20v/v%以下になるように希釈する。そのため、1 分間に必要な希釈風量 Q を求める式は $826\text{l} \div (826\text{l} + Q) = 0.2$ となり、 $Q=3,304\text{l}$ となるため、ブロワ風量は $4 \text{ m}^3/\text{min}$ 以上とする。

次に投薬機のヒーター容量を定める。すべてのヨウ化メチルを気化させるための必要気化潜熱は 47kcal/kg (ヨウ化メチルの気化潜熱) $\times 96\text{kg} = 4,512\text{kcal}$ となる。そのため、20 分間で 96kg のヨウ化メチルを気化させるためには、 $4,512\text{kcal} / 20\text{min} = 226\text{kcal/min}$ 以上の気化熱量が必要となる。よって、投薬機のヒーター容量 (kw) は $226\text{kcal/min} \div 14.4\text{kcal/kw} \cdot \text{min} \approx 16\text{kw}$ となり、16kw 以上の能力が必要となる。

以上のことから、設計した投薬機の模式図は (図 1) のとおりである。ヨウ化メチルの投薬量を 4.8kg/min 、温水槽を 80°C 、ヒーター容量を 20kw 、ブロワの設定風量 $4 \text{ m}^3/\text{min}$ 、希釈槽 110l とし、温水槽入り口に流量制御装置を設置し投薬量が所定量を超えないようにした。また、ヨウ化メチルは鉄に対する腐食性が強いことから材質はすべてステンレス製とし、従来の臭化メチル用投薬機と同様にヨウ化メチルポンペを接続できること、薬量を重量計により計量し、温水槽にて気化投薬できること、移動式であること、倉庫への接続はくん蒸用投薬口にワンタッチで接続できる装置を有すること、投薬機と倉庫を循環しながら投薬できることで設計した (倉庫内の攪拌は倉庫に設置されている攪拌機により実施される)。

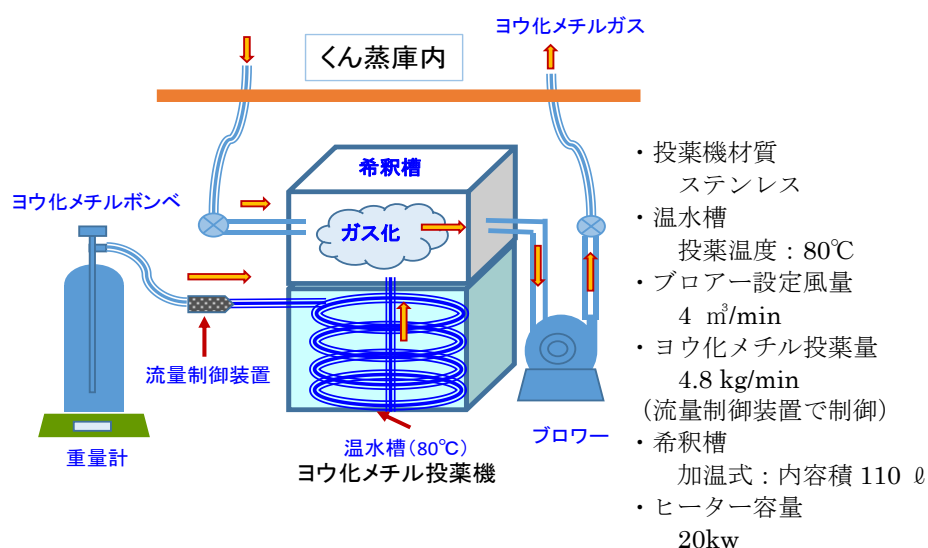


図1 ヨウ化メチル投薬機の概要図

4. まとめ

今回、設計したヨウ化メチル投薬機は、平成 28 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（ヨウ化メチル登録データ整備及び投薬機開発）において設計、試作した投薬機と同様な構造となっており、機能を大型化したものである。別添 4 の設計図に基づき、製作することで大型のくん蒸倉庫でのヨウ化メチルくん蒸に使用可能と考えられる。

II 薬効試験

1. 目的

ヨウ化メチルを用いた殺虫試験を実施し、薬効を確認する。

2. 材料及び方法

1) 供試作物、害虫の種類及びくん蒸条件

害虫の種類（態）、供試作物の産地数及びくん蒸条件は（表 1）、供試作物の種類、産地、1 本当たりの重量、1 区当たりの使用本数、購入先及び購入日は（表 2）のとおりである。

表 1 薬効試験における供試作物、害虫の種類（態）、供試作物の産地数及びくん蒸条件

供試作物	害虫及び態	産地数	薬量 g/m ³	温度 °C	くん蒸 時間h	収容比 t/m ³
アスパラガス <i>Asparagus officinalis</i>	オオタバコガ老熟幼虫 <i>Helicoverpa armigera</i>	3	20	15	2	0.1
			30	15	2	0.1

表 2 薬効試験における供試作物の商品名、産地、1 本当たりの重量、1 区当たりの使用本数、購入先及び購入日

種類	産地	1本当たり 重量(g)	1区当たり 使用本数	購入先	購入日
アスパラガス (グリーンアスパラ)	栃木	約30	約100	横浜(市場)	7/24
	長野	約20	約150	横浜(市場)	9/7
	オーストラリア	約70	約43	横浜(市場)	9/11

購入したアスパラガスは、栃木産及び長野産については、ポリ容器に入れた氷水に切り口を浸し、試験日まで 5°C に保管した。オーストラリア産は、購入当日試験に用いた。

オオタバコガの老熟幼虫は、横浜植物防疫所調査研究部から若齢幼虫（2 齢）を提供してもらい、当協会出田町調査室で、飼料のインセクタ LFS（日本農産工業株式会社製）を与え、25°C、60%R.H.、16L:8D の条件下で老熟幼虫まで飼育した。

くん蒸試験前日に、老熟幼虫 10～11 頭を飼料（約 10g）とともに小型プラスチック容器（95×64×47mm）に入れ、15°C に設定したくん蒸室に置き温度馴化

させた。アスパラガスは、くん蒸 1~3 時間前に 15°C に設定したくん蒸室に置き温度馴化させた。

ヨウ化メチルは、ヨーカヒューム 250g 充填ボトル (井筒屋化学産業株式会社、ヨウ化メチル含有量 99%) から褐色バイアルビンに詰め替えたものを使用した。

2) くん蒸方法

くん蒸は、30ℓ のアクリル製くん蒸箱 (260×260×450mm、ガス攪拌装置、ガス投入・測定・排気・温度測定孔付き) を使用し、当協会出田町調査室の温度調整可能なくん蒸室内で行った。

小型プラスチック容器に入れたオオタバコガ幼虫及びアスパラガスをステンレス製の網かごに入れ、くん蒸箱に収容した。

ヨウ化メチルの投薬は、褐色バイアルビンの薬液を専用のガラスシリンジ (1ml ガスタイトシリンジ、株式会社伊藤製作所) で採取し、ガラスシャーレ上のキムワイブに滴下しガス化させた。ヨウ化メチルのガス化には 2~3 分要した。投薬後は常時ガスを攪拌し、ガス濃度を均一化した。くん蒸中のガス濃度は、ガスクロマトグラフ (FID 検出器付：株式会社島津製作所) で測定した。くん蒸箱内の温度は自動温度記録計 (株式会社チノー、センサー：測温抵抗体) で測定した。ガス濃度及び温度は投薬 15 分、30 分、1 時間及び 2 時間後に測定した。くん蒸終了後、1 時間排気した。無処理区のオオタバコガ幼虫及びアスパラガスは、くん蒸区と同様にくん蒸箱に収容し、くん蒸終了時にくん蒸箱から取り出し保管した。

3) くん蒸後の供試虫の保管

くん蒸終了後、オオタバコガ幼虫の飼料を新しいものと入れ替え、金属製メッシュ付きの蓋をして、25°C、60%R.H.、16L:8D の条件下で保管した。無処理区は処理区と同様の方法で保管した。

4) 殺虫効果判定

顕微鏡下でオオタバコガ幼虫の動きの有無、変色、変形について、くん蒸 1 日及び 3 日後に調査した。3 日後も生存している個体は調査を継続した。

3. 結果及び考察

1) くん蒸中のガス濃度

オオタバコガ幼虫をアスパラガスとともに、ヨウ化メチル $20\text{g}/\text{m}^3$ または $30\text{g}/\text{m}^3$ 、2 時間、 15°C 、収容比 $0.1\text{t}/\text{m}^3$ の条件でくん蒸した時のガス濃度は (図 2) のとおりである。

ヨウ化メチルガス濃度の推移は、 $30\text{g}/\text{m}^3$ では 2 時間後には $20\text{mg}/\ell$ 以下になり、 $20\text{g}/\text{m}^3$ では 2 時間後には $10\text{mg}/\ell$ 前後であった。また、産地別に比較すると、 $20\text{g}/\text{m}^3$ 、 $30\text{g}/\text{m}^3$ とともにオーストラリア産は高めに推移し、栃木県産は低かった。オーストラリア産の濃度が高かったのは、他の産地に比べサイズが大きかったため、収容本数が少なく、表面積が小さいことによるものと考えられる。

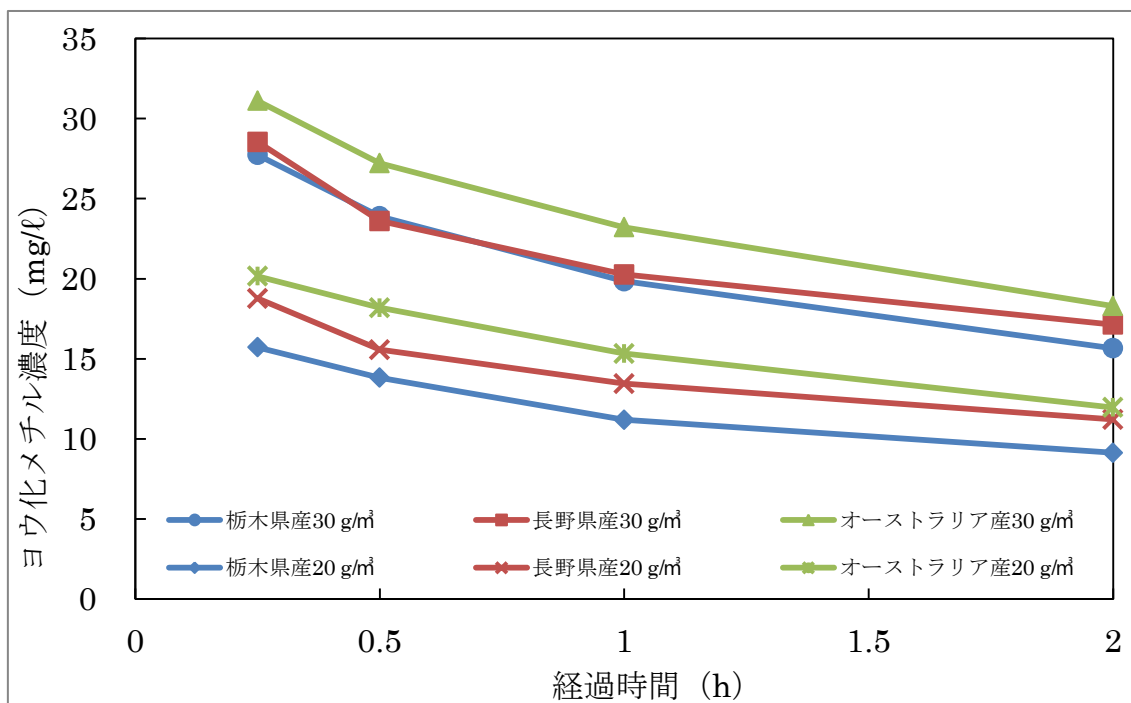


図 2 オオタバコガ老熟幼虫をアスパラガスとともにヨウ化メチルくん蒸した時のガス濃度経時変化 ($20\text{g}/\text{m}^3$ ・ $30\text{g}/\text{m}^3$ 、2h、 15°C 、 $0.1\text{t}/\text{m}^3$)

2) 殺虫効果

オオタバコガ幼虫の殺虫率は、栃木県産とともにくん蒸した場合は (表 3)、同長野県産は (表 4)、同オーストラリア産は (表 5) のとおりである。

栃木県産では、仕様書の要件である 100 頭以上の供試虫数を満たすため、2 回くん蒸を行った。

表 3 オオタバコガ老熟幼虫をアスパラガス（栃木県産）とともにヨウ化メチル 20g/m³ 及び 30g/m³、2h、15℃、0.1t/m³の条件でヨウ化メチルくん蒸したときの殺虫効果

産地	くん蒸日	処理	薬量 g/m ³	供試数 (頭)	1日後 (7/26)			3日後 (7/28)			7日後 (8/1)		
					死虫 (頭)	苦悶虫 (頭)*	殺虫率 (%)	死虫 (頭)	苦悶虫 (頭)*	殺虫率 (%)	死虫 (頭)	苦悶虫 (頭)*	殺虫率 (%)
栃木県	7/25	くん蒸区	20	120	33	87	28.0	93	27	77.5	120	0	100
			30	77	77	0	100	—	—	—	—	—	—
			無処理区	—	80	0	0	0	1	0	1.3	10	0

産地	くん蒸日	処理	薬量 g/m ³	供試数 (頭)	1日後 (7/27)			2日後 (7/28)		
					死虫 (頭)	苦悶虫 (頭)*	殺虫率 (%)	死虫 (頭)	苦悶虫 (頭)*	殺虫率 (%)
栃木県	7/26	くん蒸区	30	46	46	0	100	46	0	100
		無処理区	—	35	0	0	0	2	0	5.7

*すべての生存虫がひけいれん状態であったため、苦悶虫とした。

表 4 オオタバコガ老熟幼虫をアスパラガス（長野県産）とともにヨウ化メチル 20g/m³ 及び 30g/m³、2h、15℃、0.1t/m³の条件でヨウ化メチルくん蒸したときの殺虫効果

産地	くん蒸日	処理	薬量 g/m ³	供試数 (頭)	1日後 (9/9)			3日後 (9/11)		
					死虫 (頭)	苦悶虫 (頭)*	殺虫率 (%)	死虫 (頭)	苦悶虫 (頭)*	殺虫率 (%)
長野県	9/8	くん蒸区	20	122	121	1	99.2	122	0	100
			30	121	121	0	100	121	0	100
			無処理区	—	121	1	0	0.8	1	0

*すべての生存虫がひけいれん状態であったため、苦悶虫とした。

表 5 オオタバコガ老熟幼虫をアスパラガス（オーストラリア産）とともにヨウ化メチル 20g/m³及び 30g/m³、2h、15℃、0.1t/m³の条件でヨウ化メチルくん蒸したときの殺虫効果

産地	くん蒸日	処理	薬量 g/m ³	供試数 (頭)	1日後 (9/12)			3日後 (9/14)			8日後 (9/19)		
					死虫 (頭)	苦悶虫 (頭)	殺虫率 (%)	死虫 (頭)	苦悶虫 (頭)*1	殺虫率 (%)	死虫 (頭)	生存虫 (頭)*2	殺虫率 (%)
オーストラリア	9/11	くん蒸区	20	110	85	25	77.3	90	20	81.8	107	3	97.3
			30	109	99	10	90.8	99	10	90.8	109	0	100
			無処理区	—	88	1	0	1.1	1	0	1.1	2	0

*1 20g/m³では3頭が蛹化したが、残り17頭はわずかに動く程度であった。

*2 蛹化した3頭は、体色、動きが正常であったため、生存虫と判断した。

栃木県産は、20g/m³区で合計 120 頭供試し 7 日後に、30g/m³区で合計 123 頭を供試し 1 日後にそれぞれ 100%殺虫された。長野県産は、20g/m³区で合計 122 頭供試し 3 日後に、30g/m³で合計 121 頭を供試し 1 日後にそれぞれ 100%殺虫された。オーストラリア産は、20g/m³区で合計 110 頭供試し、くん蒸 3 日後に 4 頭が蛹化したが、そのうち 3 頭は 8 日後まで動きも正常であったため生存虫と

した。殺虫率は97.3%であった。30g/m³区で合計109頭供試し、8日後に100%殺虫された。20g/m³区で殺虫率が低く、30g/m³区で殺虫までの生存日数が長くなったのは、他の区と比べ老熟幼虫の齢が進んでおり、蛹化寸前の個体が多く含まれていたことによるものと考えられる。無処理区では各産地で1~2頭の自然死虫が認められた。

オオタバコガ老熟幼虫は30g/m³、2時間、15℃、収容比0.1t/m³で完全殺虫されたことから、薬害試験における投薬量は、30g/m³を適用することとした。

Ⅲ 薬害試験

1. 目的

農産物をヨウ化メチルくん蒸した場合の薬害の有無について調査する。

2. 材料及び方法

1) 供試作物及びくん蒸条件

供試作物、供試作物の産地数及びくん蒸条件は（表 6）、供試作物の種類、産地、1 本当たりの重量、1 区当たりの使用本数、購入先及び購入日は（表 7）のとおりである。

表 6 薬害試験における供試作物、供試作物の産地数及びくん蒸条件

供試作物	産地数	処理	薬量 g/m ³	温度 ℃	くん蒸 時間h	収容比 t/m ³	くん蒸後 保管温度℃
アスパラガス	3	くん蒸区	30	$\frac{15}{25}$	2	0.1	5
		無処理区	—	$\frac{15}{25}$	—	—	5

表 7 薬害試験における供試作物の商品名、産地、1 本当たりの重量、1 区当たりの使用本数、購入先及び購入日

種類	産地	1本当たり 重量(g)	1区当たり 使用本数	購入先	購入日
アスパラガス (グリーンアスパラ)	オーストラリア	約70	約43	横浜(市場)	9/19
	メキシコ	約30	約100	横浜(市場)	9/19
	タイ	約25	約120	横浜(市場)	10/16

アスパラガスは、購入当日、くん蒸 1~3 時間前に 15℃に設定したくん蒸室に置き温度馴化させた。

ヨウ化メチルは、ヨーカヒューム 250g 充填ボトル(井筒屋化学産業株式会社、ヨウ化メチル含有量 99%)から褐色バイアルビンに詰め替えたものを使用した。

2) くん蒸方法

くん蒸は、30ℓのアクリル製くん蒸箱(260×260×450mm、ガス攪拌装置、ガス投入・測定・排気・温度測定孔付き)を使用し、当協会出田町調査室の温度

調整可能なくん蒸室内で行った。

ヨウ化メチルの投薬は、褐色バイアルビンの薬液を専用のガラスシリンジ（1ml ガスタイトシリンジ、株式会社伊藤製作所）で採取し、ガラスシャーレ上のキムワイブに滴下しガス化させた。ヨウ化メチルのガス化には2～3分要した。投薬後は常時ガスを攪拌し、ガス濃度を均一化した。くん蒸中のガス濃度は、ガスクロマトグラフ（FID 検出器付：株式会社島津製作所）で測定した。くん蒸箱内の温度は自動温度記録計（株式会社チノー、センサー：測温抵抗体）で測定した。ガス濃度及び温度は投薬15分、30分、1時間及び2時間後に測定した。くん蒸終了後、1時間排気した。

3) くん蒸後の供試作物の保管

くん蒸終了後、ポリ容器に入れた氷水にアスパラガスの切り口を浸し、薬害調査日まで5℃に保管した。無処理区は処理区と同様に取り扱った。

4) 薬害調査

アスパラガスの薬害調査項目、調査個数、調査内容は（表8）のとおりである。

表8 薬害試験における調査項目及び調査内容

調査項目	アスパラガス調査量			調査内容
	1日後	3日後	7日後	
外観	全量	全量の2/3	全量の1/3	果皮の色、形状、腐敗
重量	全量	全量の2/3	全量の1/3	重量の変化
切開調査	全量の1/3	全量の1/3	全量の1/3	切断面の色、形状、腐敗
食味	—	全量の1/3	—	加熱後に3点識別法による調査 味、色、臭い等

注) 外観及び切開調査については、写真撮影を実施。

薬害は、くん蒸したアスパラガスを3区に分け、1、3、7日後に外観、重量、切開及び食味の4項目について調査した。食味は、くん蒸3日目にボイルし、5人以上で2反復して調査し、計10以上のデータを得た。食味は「3点識別法（くん蒸区1点、無処理区2点またはくん蒸区2点、無処理区1点の組合せから1点の区を識別する方法）」で評価した。解析は次式の二項分布の検定により計算した。

- ・ n 回のテストのうち x 回まぐれ当たりする確率 $P(x)$ は、

$$P(x) = \frac{n!}{x!(n-x)!} \left(\frac{1}{3}\right)^x \left(\frac{2}{3}\right)^{n-x}$$

- ・ 有意水準 0.05 において、 $\sum P(x+a) \leq 0.05$ の場合、識別は有意となる。

(α は 0 から n まで)

- ・ 検定の結果、0.05 を超える場合は食味の差を識別できなかったとした。

3. 結果及び考察

1) くん蒸中のガス濃度

3 産地 (オーストラリア産、メキシコ産、タイ産) のアスパラガスを $30\text{g}/\text{m}^3$ 、2 時間、 15°C 、収容比 $0.1\text{t}/\text{m}^3$ の条件でくん蒸した時のガス濃度は図 3、 25°C でくん蒸した時のガス濃度は図 4 のとおりである。

ガス濃度の推移を温度別に比較すると、両温度区でくん蒸 2 時間後には $20\text{mg}/\ell$ 以下となり、大きな差は認められなかった。産地別に比較すると、オーストラリア産及びタイ産のガス濃度が高く推移し、ヨウ化メチル収着性が低い傾向を示した。これは、オーストラリア産はサイズが大きかったため、収容本数が少なく、表面積が小さいことと、メキシコ産の場合は表皮が硬かったことによるものと考えられる。

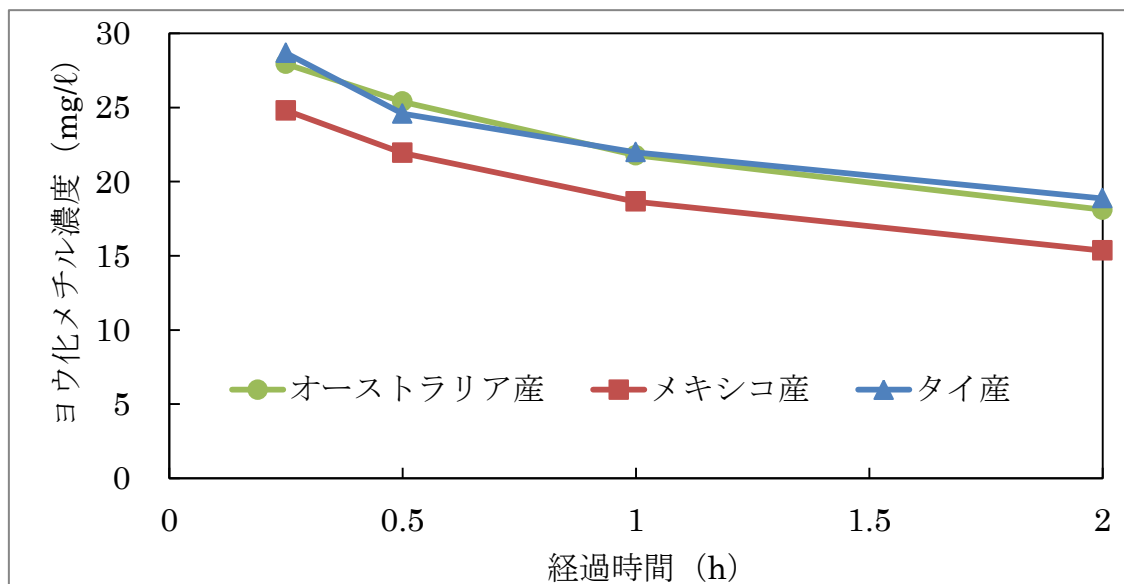


図 3 15°C でアスパラガスをヨウ化メチルくん蒸した時のガス濃度経時変化 ($30\text{g}/\text{m}^3$ 、 2h 、 15°C 、 $0.1\text{t}/\text{m}^3$)

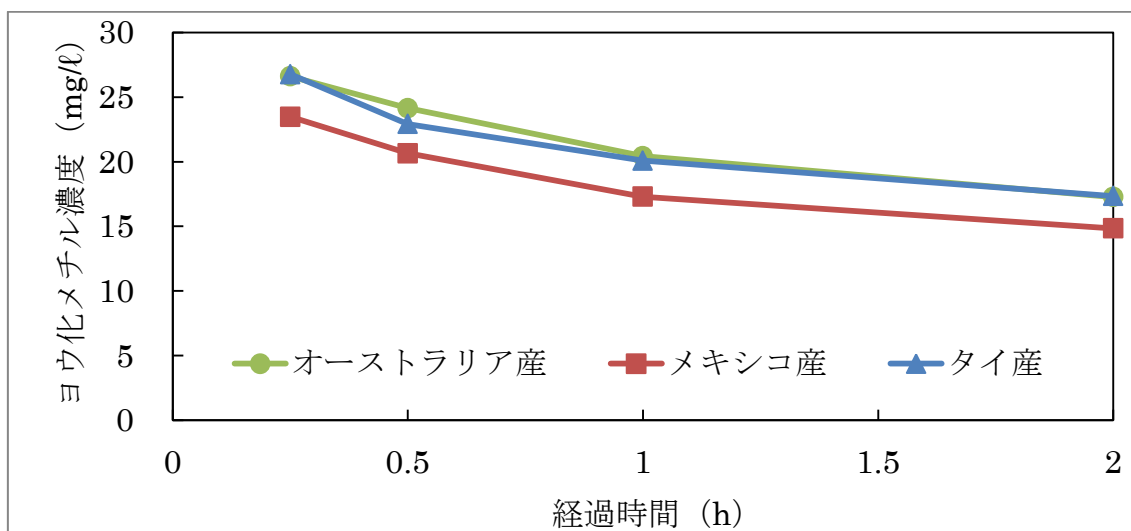


図4 25°Cでアスパラガスをヨウ化メチルくん蒸した時のガス濃度経時変化 (30g/m³、2h、25°C、0.1t/m³)

2) 障害調査結果

葉害（外観、重量及び切開部）調査の結果は（表9）のとおりである。また、オーストラリア産の重量の変化は（図5）、メキシコ産は（図6）、タイ産は（図7）のとおりである。

外観及び切開調査については、調査期間を通していずれの産地もくん蒸区、無処理区に差は認められなかった（別添写真参照）。重量については、いずれの産地も7日後で5~10%の増加が認められた。これは、アスパラガス保管中の品質保持のため切り口を氷水に浸していたことから、水を吸い上げ重量が増加したためと考えられる。

表9 アスパラガスをヨウ化メチル 30g/m³、2h、15°C及び25°C、0.1t/m³でくん蒸した時の葉害調査（外観、重量及び切開部）

産地	くん蒸日	温度 °C	処理	1日後			3日後			7日後		
				外観 (全量)	重量 変化(%)	切開 (1/3量)	外観 (2/3量)	重量 変化(%)	切開 (1/3量)	外観 (1/3量)	重量 変化(%)	切開 (1/3量)
オーストラリア	9/19	15	くん蒸区	異常なし	+6.4	異常なし	異常なし	+9.4	異常なし	異常なし	+10.4	異常なし
			無処理区	異常なし	+6.3	異常なし	異常なし	+9.4	異常なし	異常なし	+10.6	異常なし
		25	くん蒸区	異常なし	+6.9	異常なし	異常なし	+9.8	異常なし	異常なし	+10.5	異常なし
			無処理区	異常なし	+6.7	異常なし	異常なし	+9.3	異常なし	異常なし	+11.4	異常なし
メキシコ	9/19	15	くん蒸区	異常なし	+6.0	異常なし	異常なし	+7.2	異常なし	異常なし	+10.3	異常なし
			無処理区	異常なし	+5.3	異常なし	異常なし	+5.7	異常なし	異常なし	+7.8	異常なし
		25	くん蒸区	異常なし	+7.6	異常なし	異常なし	+7.9	異常なし	異常なし	+10.0	異常なし
			無処理区	異常なし	+6.1	異常なし	異常なし	+6.4	異常なし	異常なし	+8.5	異常なし
タイ	10/16	15	くん蒸区	異常なし	+3.8	異常なし	異常なし	+5.0	異常なし	異常なし	+5.0	異常なし
			無処理区	異常なし	+4.1	異常なし	異常なし	+6.0	異常なし	異常なし	+6.3	異常なし
		25	くん蒸区	異常なし	+3.0	異常なし	異常なし	+4.5	異常なし	異常なし	+4.4	異常なし
			無処理区	異常なし	+3.0	異常なし	異常なし	+5.1	異常なし	異常なし	+4.8	異常なし

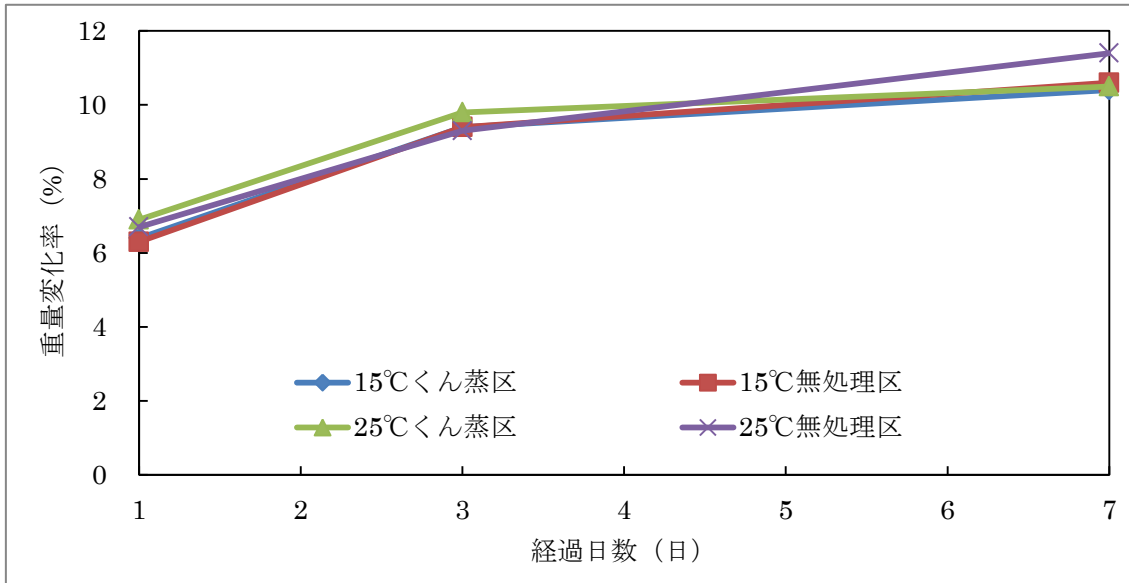


図5 オーストラリア産アスパラガスをヨウ化メチル 30g/m³、2h、15°C及び25°C、0.1t/m³でくん蒸し、5°Cに保管した時の経過日数と重量変化率

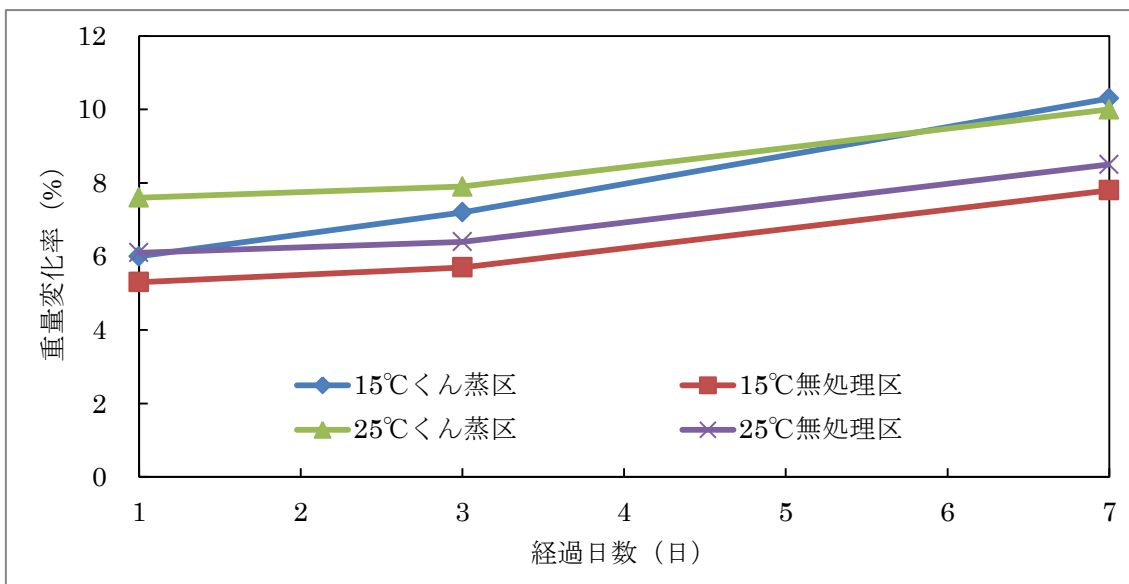


図6 メキシコ産アスパラガスをヨウ化メチル 30g/m³、2h、15°C及び25°C、0.1t/m³でくん蒸し、5°Cに保管した時の経過日数と重量変化率

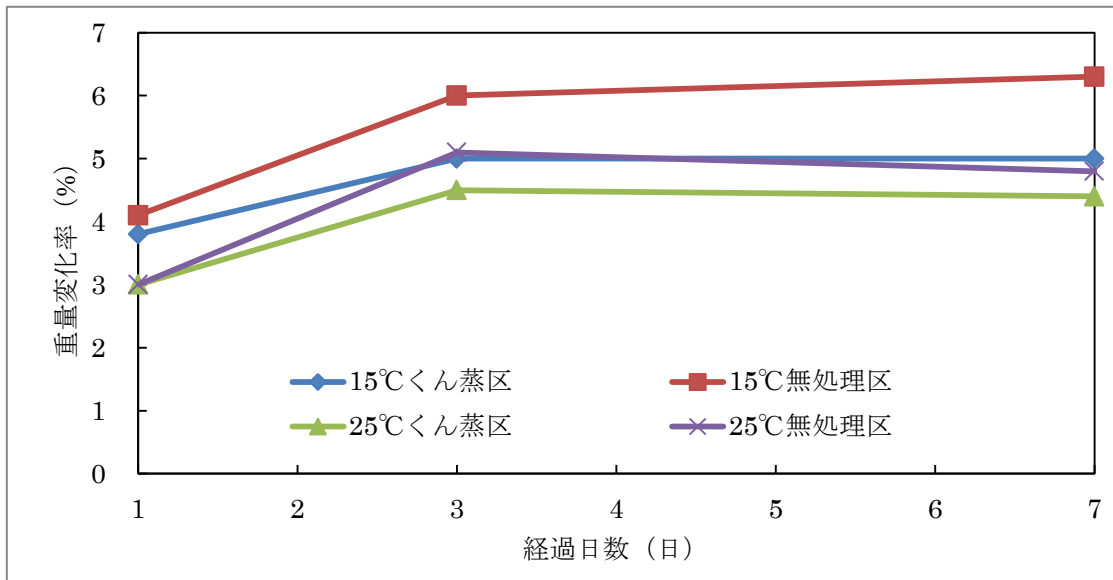


図 7 タイ産アスパラガスをヨウ化メチル 30g/m³、2h、15℃及び 25℃、0.1t/m³でくん蒸し、5℃に保管した時の経過日数と重量変化率

3点識別法によるアスパラガスの食味調査の結果は表 10 のとおりである。

正解率が最も高かったのはタイ産の 15℃区の 60.0%、最も低かったのはタイ産の 25℃区の 20.0%であったが、二項分布の検定値はいずれも 0.05 以上で、くん蒸区と無処理区の間に食味の差は識別できなかった。また、ボイル後の味、色、匂い等にも差は認められなかった。

以上から、ヨウ化メチル 30g/m³、2 時間、15℃及び 25℃、収容比 0.1t/m³のくん蒸条件では、アスパラガスに薬害は発生しないと考えられる。15℃及び 25℃でのくん蒸結果に差が認められなかったが、他の作物（ブロッコリー）で 25℃の方が残留値が高い傾向がみられたことから、横浜防疫所調査研究部と協議し、作物残留試験では 25℃のくん蒸温度を適用することとした。

表 10 3点識別法によるアスパラガスのくん蒸区及び無処理区の食味調査結果

産地	温度 ℃	調査員 (人)	1回目			2回目			合計			
			正解者 (人)	正解率 (%)	検定値	正解者 (人)	正解率 (%)	検定値	調査員 (人)	正解者 (人)	正解率 (%)	検定値
オーストラリア	15	6	4	66.7	0.100	3	50.0	0.320	12	7	58.3	0.066
	25	6	2	33.3	0.649	2	33.3	0.649	12	4	33.3	0.607
メキシコ	15	6	2	33.3	0.649	2	33.3	0.649	12	4	33.3	0.607
	25	6	4	66.7	0.100	1	16.7	0.912	12	5	41.7	0.368
タイ	15	5	4	80.0	0.045	2	40.0	0.539	10	6	60.0	0.077
	25	5	0	0	1.000	2	40.0	0.539	10	2	20.0	0.896

IV 作物残留試験（非 GLP）

1. 目的

ヨウ化メチルくん蒸した場合のヨウ化メチルの残留実態を調査する。

2. 材料及び方法

1) 供試作物及びくん蒸条件

作物残留試験における供試作物、産地数、くん蒸条件及び分析日は表 11、供試作物の商品名、産地、1 本当たりの重量、1 区当たりの使用量、購入先及び購入日は表 12 のとおりである。

表 11 作物残留試験における供試作物、産地数、くん蒸条件及び分析日

供試作物	産地数	処理	薬量 g/m ³	温度 ℃	くん蒸 時間h	収容比 t/m ³	分析日
アスパラガス	2	くん蒸区	30	25	2	0.1	くん蒸1日後、3日後
		無処理区	—	—	—	—	くん蒸当日

表 12 作物残留試験における供試作物の商品名、産地、1 本当たりの重量、1 区当たりの使用量、購入先及び購入日

種類	産地数	1本当たり 重量(g)	1区当たり 使用本数	購入先	購入日
アスパラガス	メキシコ	約30	約100	横浜(市場)	11/6
(グリーンアスパラ)	オーストラリア	約70	約43	横浜(市場)	11/6

購入したアスパラガスは、ポリ容器に入れた氷水に切り口を浸し、試験日まで 5℃に保管した。

ヨウ化メチルは、ヨーカヒューム 250g ボトル（井筒屋化学産業株式会社、ヨウ化メチル含有量 99%）から褐色バイアルビンに詰め替えたものを使用した。

2) くん蒸方法

くん蒸は、30ℓ のアクリル製くん蒸箱（260×260×450mm、ガス攪拌装置、ガス投入・測定・排気・温度測定孔付き）を使用し、当協会出田町調査室の温度調整可能なくん蒸室内で行った。

ヨウ化メチルの投薬は、褐色バイアルビンの薬液を専用のガラスシリンジ（1ml ガスタイトシリンジ、株式会社伊藤製作所）で採取し、ガラスシャーレ

上のキムワイプに滴下しガス化させた。ヨウ化メチルのガス化には2~3分要した。投薬後は常時ガスを攪拌し、ガス濃度を均一化した。くん蒸中のガス濃度は、ガスクロマトグラフ（FID 検出器付：株式会社島津製作所）で測定した。くん蒸箱内の温度は自動温度記録計（株式会社チノー、センサー：測温抵抗体）で測定した。ガス濃度及び温度は投薬15分、30分、1時間及び2時間後に測定した。くん蒸終了後、1時間排気した。

3) 試料の送付

くん蒸終了後、アスパラガスは分析に必要な数量(1kg)を紙タオル等で包み、分析委託先の（一財）日本食品分析センター多摩研究所に送付した。無処理区は試験前日（購入日）に同様の包装形態で送付した。

3. 試料の分析

当協会でくん蒸調整した試料は、（一財）日本食品分析センター多摩研究所において、分析対象のヨウ化メチルを公定法により、くん蒸1日及び3日後に分析（定量限界0.01ppm）が行われた。

4. 結果及び考察

1) くん蒸中の濃度

メキシコ産及びオーストラリア産を30g/m³、2時間、25℃、収容比0.1t/m³でくん蒸した時のガス濃度を（図8）に示した。

オーストラリア産の方がメキシコ産よりもガス濃度が高かった。これは、オーストラリア産の方がサイズが大きかったため、収容本数が少なく、表面積が小さいことによるものと考えられる。

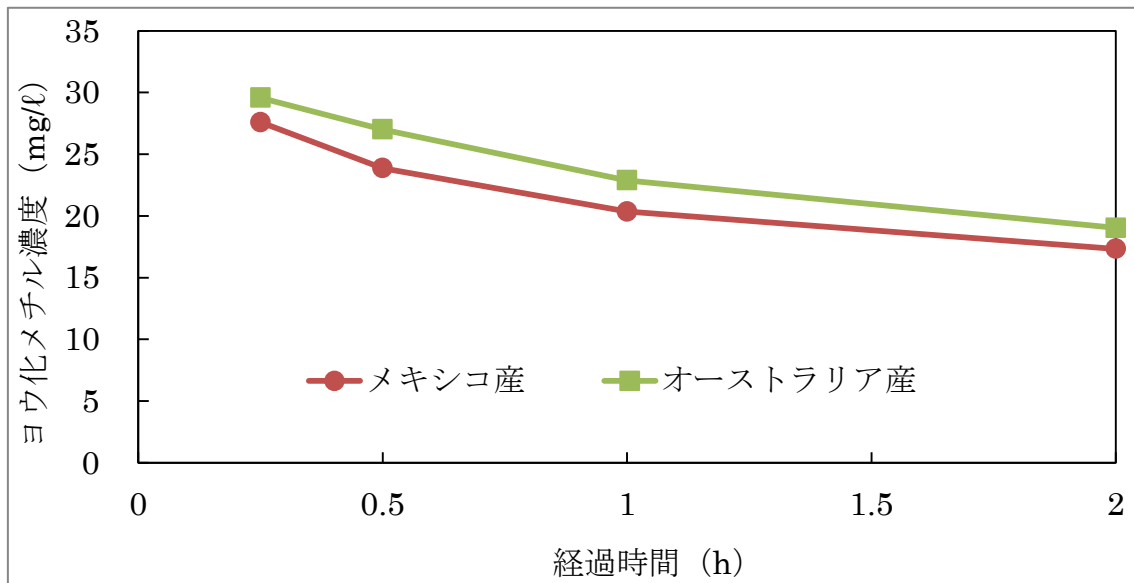


図 8 アスパラガスをヨウ化メチル 30g/m³、2 時間、25℃、収容比 0.1t/m³でくん蒸した時のガス濃度経時変化

2) ヨウ化メチル残留量

メキシコ産及びオーストラリア産のアスパラガスをヨウ化メチル 30g/m³、2 時間、25℃、収容比 0.1t/m³でくん蒸した時のヨウ化メチル残留量分析結果は、(表 13) のとおりである。

両産地ともくん蒸 1 日、3 日後において定量限界未満 (<0.01ppm) であった。

表 13 アスパラガスをヨウ化メチル 30g/m³、2 時間、25℃、0.1t/m³でくん蒸した時のヨウ化メチル残留量分析結果

産地	くん蒸日	薬量 g/m ³	温度 ℃	くん蒸 時間h	収容比 t/m ³	残留量(ppm)		
						無処理区	1日後	3日後
メキシコ	11/7	30	25	2	0.1	<0.01	<0.01	<0.01
オーストラリア						<0.01	<0.01	<0.01

V 要約

I ヨウ化メチル投薬機設計

投薬機は、2,000 m³の倉庫に、倉庫内温度 10℃以下、ヨウ化メチル 48g/m³を投薬し、投薬時間 20 分で完全にガス化投薬することを想定して設計した。

すなわち、ヨウ化メチルの投薬量 4.8kg/min、温水槽 80℃、ヒーター容量 20kw、ブロワの設定風量 4 m³/min、希釈槽 110ℓとし、温水槽の入り口に流量制御装置を設置して投薬量が所定量を超えないようにした。また、ヨウ化メチルは鉄に対する腐食性が強いことから材質はすべてステンレス製とし、従来の臭化メチル用投薬機と同様にヨウ化メチルポンペを接続できること、薬量を重量計により計量し、温水槽気化投薬できること、移動式であること、倉庫への接続はくん蒸用投薬口にワンタッチで接続できる装置を有すること、投薬機と倉庫を循環しながら投薬できることで設計した。

II 薬効試験

- 1) オオタバコガ老熟幼虫を人工飼料 10g とともに 10～11 頭ずつプラスチック容器に入れ、30ℓ くん蒸箱でアスパラガスとともにヨウ化メチル 20g/m³及び 30g/m³、2 時間、15℃、収容比 0.1t/m³でくん蒸した。くん蒸中は常時攪拌し、くん蒸後は 1 時間排気した。
- 2) ガス排気後、25℃、60%R.H.、16L:8D に保管して 1～8 日間殺虫効果を確認した。その結果、ヨウ化メチル 20g/m³では 120 頭（栃木県産アスパラガス）、122 頭（同長野県産）及び 110 頭（同オーストラリア産）の計 352 頭の殺虫率は 99.1%であった。30g/m³では 123 頭（同栃木県産）、121 頭（同長野県産）及び 109 頭（同オーストラリア産）の計 353 頭が完全に殺虫された。

III 薬害試験

- 1) アスパラガス（オーストラリア産、メキシコ産及びタイ産）をそれぞれ 30ℓ のくん蒸箱に収容し、ヨウ化メチル 30g/m³、2 時間、15℃及び 25℃、収容比 0.1t/m³でくん蒸した。くん蒸中は常時攪拌し、くん蒸後は 1 時間排気した。ガス排気後、アスパラガスは切り口を氷水に浸し調査日まで保管した。
- 2) くん蒸 1、3、及び 7 日後に外観、重量、切開部について薬害症状を調査した。また、くん蒸 3 日後にボイルしたアスパラガスを 3 点識別法で食味を評価した。調査期間を通じ薬害症状は認められなかった。食味（食感、異臭）

もくん蒸区、無処理区間に差は認められなかった。

IV 作物残留試験（非 GLP）

- 1) アスパラガス（メキシコ産及びオーストラリア産）を 30ℓ のくん蒸箱に収容し、ヨウ化メチル 30g/m³、2 時間、25℃、収容比 0.1t/m³でくん蒸した。くん蒸中は常時攪拌し、くん蒸後は 1 時間排気した。ガス排気後、1 日及び 3 日後に分析委託先の（一財）日本食品分析センター多摩研究所に送付し、分析対象のヨウ化メチルを公定法により分析した。
- 2) アスパラガスのヨウ化メチル残留量は、両産地ともにくん蒸 1 日、3 日後において定量限界未満（<0.01ppm）であった。

VI 検討委員会における審議、確認

当協会に設置されている学識経験者からなる検討委員会において、薬効、薬害及び作物残留試験に関し、農薬登録データを集積するための「試験計画書」及び得られたデータをまとめた「試験報告書」の内容について、また、ヨウ化メチル投薬機的设计について審議、確認を受けた。

平成 29 年 8 月 17 日の第 1 回検討委員会では、「委託試験計画書」に関し、供試農産物の産地、農産物の保管、くん蒸温度馴化、供試虫の供試方法、供試虫の保管方法、殺虫効果の判定方法、薬害の調査方法について助言を受けた。平成 30 年 2 月 15 日の第 2 回検討委員会では、「委託試験報告書」に関し、①各試験の試験方法及び試験結果については、第 1 回検討委員会において修正された事項を踏まえて適切に実施されており、得られた結果は信頼できる。②報告書の作成にあたっては文章の訂正や、一部追加記載すること等の助言を受けた。これらを踏まえ本報告書を作成した。