

輸入飼料中及び堆肥中に含まれるクロピラリドの調査結果について

1 目的

クロピラリドは、我が国では農薬として登録されていません（登録の申請がない。）が、米国、カナダ、豪州等では登録されており、除草剤としてイネ科の牧草、麦、とうもろこし、てんさいなどの穀類等に使用されています。

しかしながら、クロピラリドを含む堆肥をトマト、ピーマン等のナス科作物やスイートピーなどに使用した場合、極めて低濃度であっても生育障害を起こすことが報告されています。平成 28 年 11 月に報告のあったスイートピー生育障害の報告を受け、飼料中及び肥料中のクロピラリド濃度の実態を把握するため、平成 28 年度に実施した調査に引き続き、平成 29 年度においても調査を実施しました。

なお、クロピラリドは、家畜体内から速やかに尿中に排出される（給与後 32 時間で 90%以上）上に、人や動物に対する毒性も低いことから、クロピラリドを含む飼料を給与した家畜由来の畜産物による人への健康影響は無視できます。

2 調査結果

(1) 飼料

① 調査対象：

平成 29 年度は 28 年度より調査対象及び点数を拡大して、輸入量が多い乾牧草、穀類及び加工穀類について調査しました。

② 結果概要：

乾牧草では、ほぼ定量下限未満でしたが、一部濃度が高いものがありました。また、加工穀類の濃度は、乾牧草、穀類よりも高い傾向でした。さらに、加工穀類のうち、小麦ふすま及び大麦ぬかの濃度は、他の加工穀類よりも高い傾向でした。平成 29 年度の調査結果は、28 年度と同様な傾向でした。

(2) 肥料

① 調査対象：

平成 29 年度は平成 28 年度より調査対象及び点数を拡大して、日本国内で生産される家畜ふん堆肥（牛ふん堆肥、豚ふん堆肥、鶏ふん堆肥、馬ふん堆肥）について調査しました。

② 結果概要：

平成 29 年度に新たに調査を行った堆肥（豚ふん堆肥、鶏ふん堆肥、馬ふん堆肥）についても、定量下限値（0.00030 mg/kg～0.0019 mg/kg）以上のクロピラリドが検出されました。平均値は、牛ふん堆肥（全体）が 0.023 mg/kg、豚ふん堆肥が 0.011 mg/kg、鶏ふん堆肥が 0.0084 mg/kg、馬ふん堆肥が 0.013 mg/kg でした。

肥料の分析法は、現在その妥当性を確認中であるため、分析結果については全て参考値です。なお、妥当性が確認された際には、その旨公表いたします。

3 今後の対応

これまでの実態調査の結果等を踏まえて、平成30年度の委託事業として、トマト等の生産量が多い都道府県を対象に、生物検定やクロピラリド分析を支援するとともに、濃度に応じた堆肥利用マニュアル等作成のための調査を実施します。

(別紙1-①) 平成29年度輸入飼料中に含まれるクロピラリド濃度の調査結果

(別紙1-②) 輸入飼料中に含まれるクロピラリド濃度の調査結果(28年度及び29年度のまとめ)

(別紙2) 平成29年度堆肥中に含まれるクロピラリド濃度の調査結果

平成29年度 輸入飼料中に含まれるクロピラリド濃度の調査結果

1 調査対象及び点数

輸入量が多い乾牧草、穀類及び加工穀類を対象として採取し、481点の調査を行いました。

① 乾牧草 (計 296点 (28年度 : 97点))

チモシー	102点	バミューダグラス	24点
ライグラス	45点	クレイングラス	20点
フェスク類	38点	スーダングラス	18点
オーツヘイ	28点	稲わら	21点

② 穀類 (計 61点 (28年度 : 40点))

小麦	15点	こうりゃん (マイロ)	6点
とうもろこし	40点		

③ 加工穀類 (計 124点 (28年度 : 58点))

小麦ふすま	53点	ホミニーフード	12点
大麦ぬか	14点	ビートパルプ	18点
コーングルテンフィード	27点		

2 試料の採取及び分析 (詳細は参考)

(1) 試料の採取

飼料が生産された場所に偏りが生じないように、飼料工場、飼料保管場所等からサンプルを採取しました。

(2) 試料の分析

試料の分析は、妥当性が確認された分析法により、日本環境科学株式会社が実施しました。

分析法の検出限界値及び定量下限値は以下のとおりでした。

- ・ 検出限界値 : 0.003 mg/kg (注)
- ・ 定量下限値 : 0.010 mg/kg

3 調査結果

乾牧草のクロピラリドの濃度は、ほぼ定量下限未満でしたが、一部濃度が高いものがありました。

加工穀類の濃度は、乾牧草、穀類よりも高い傾向でした。さらに、加工穀類のうち、

小麦ふすま及び大麦ぬか（穀類の精製副産物）の濃度は、ビートパルプ（絞り粕）、コーングルテンフィード及びホミニーフード（製造工程の副産物）よりも高い傾向で平成29年度の調査結果は、平成28年度と同様の傾向でした。

① 乾牧草

乾牧草296点のうち、254点（86%）が定量下限（0.010 mg/kg）未満で、一部濃度の高いものがありました（18点（6%）：0.100～0.760 mg/kg）。

② 穀類

穀類61点のうち、54点（88%）が定量下限未満で、7点（11%）が0.010～0.210 mg/kgでした。

③ 加工穀類

加工穀類124点のうち、58点（46%）が定量下限未満で、66点（54%）0.010～0.280 mg/kgでした。

（注）

検出限界値

ある分析法で、分析対象物質が存在していることがわかる最低濃度です。

定量下限値

ある分析法で、分析対象物質の濃度がわかる最低濃度です。

中央値

複数のデータを、数値が小さい方から順に並べた時に中央に位置する値です。データが偶数個の場合は、中央に近い2つの値の平均値です。

① 乾牧草

(値の単位: mg/kg)

飼料原料の種類	調査点数	定量下限 以上の点数	検出率	検出限界以上 定量下限未満の点数	最小値	最大値	中央値	平均値 ¹⁾	平均値 ²⁾
チモシー	102	22	21.6%	26	<0.010	0.620	<0.010	0.032	0.040
ライグラス	45	9	20.0%	11	<0.010	0.760	<0.010	0.031	0.039
フェスク類	38	8	21.1%	5	<0.010	0.700	<0.010	0.033	0.041
オーツヘイ	28	2	7.1%	4	<0.010	0.210	<0.010	0.008	0.017
バミューダグラス	24	1	4%	0	<0.010	0.300	<0.010	0.013	0.022
クレイグラス	20	0	0%	0	<0.010	<0.010	<0.010	0	0.010
スーダングラス	18	0	0%	0	<0.010	<0.010	<0.010	0	0.010
稲わら	21	0	0%	1	<0.010	<0.010	<0.010	0	0.010
合計	296	42	14.2%	47	<0.010	0.760	<0.010	0.015	0.024

② 穀類

(値の単位: mg/kg)

飼料原料の種類	調査点数	定量下限 以上の点数	検出率	検出限界以上 定量下限未満の点数	最小値	最大値	中央値	平均値 ¹⁾	平均値 ²⁾
小麦	15	4	26.7%	4	<0.010	0.210	<0.010	0.033	0.041
とうもろこし	40	2	5.0%	17	<0.010	0.100	<0.010	0.003	0.012
こうりゃん(マイロ)	6	1	16.7%	2	<0.010	0.010	<0.010	0.002	0.010
合計	61	7	11.5%	23	<0.010	0.210	<0.010	0.013	0.021

③ 加工穀類

(値の単位: mg/kg)

飼料原料の種類	調査点数	定量下限 以上の点数	検出率	検出限界以上 定量下限未満の点数	最小値	最大値	中央値	平均値 ¹⁾	平均値 ²⁾
小麦ふすま	53	46	86.8%	2	<0.010	0.280	<0.010	0.092	0.093
大麦ぬか	14	9	64.3%	1	<0.010	0.180	<0.010	0.061	0.065
コーングルテンフィード	27	0	0.0%	6	<0.010	<0.010	<0.010	0	0.010
ホミニーフード	12	1	8.3%	2	<0.010	0.010	<0.010	0.001	0.010
ビートパルプ	18	10	55.6%	6	<0.010	0.030	<0.010	0.012	0.016
合計	124	66	53.2%	17	<0.010	0.280	<0.010	0.033	0.039

検出限界: 0.003 mg/kg、定量下限: 0.01 mg/kg

平均値1): 定量下限未満のクロピラリド濃度を「0」として算出

平均値2): 定量下限未満のクロピラリド濃度を定量下限として算出

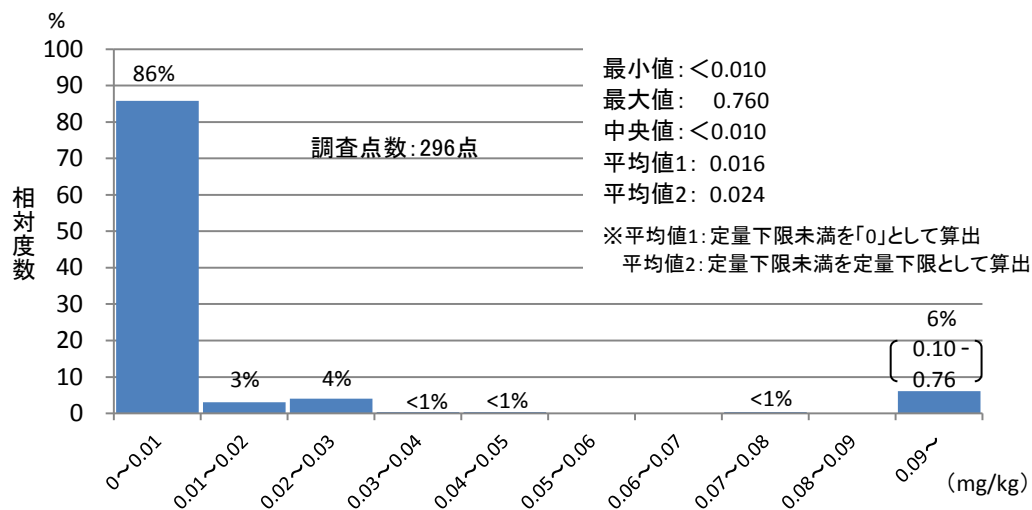
飼料に含まれるクロピラリド濃度の分布(平成29年度結果)

①乾牧草(チモシー、ライグラス、フェスク類、オーツヘイ等)

濃度分布

mg/kg	頻度
0~0.01	254
0.01~0.02	9
0.02~0.03	12
0.03~0.04	1
0.04~0.05	1
0.05~0.06	0
0.06~0.07	0
0.07~0.08	1
0.08~0.09	0
0.09~	18
合計	296

($\leq x <$)

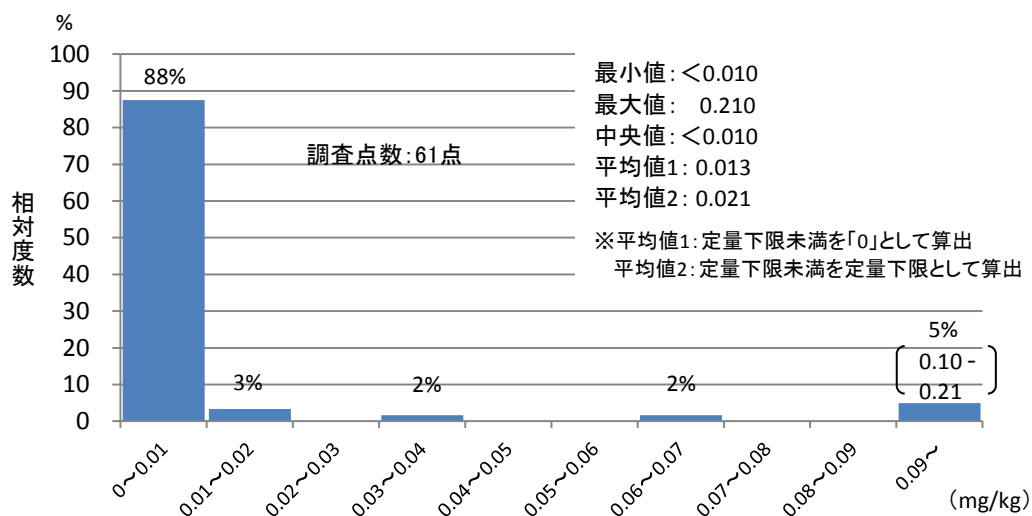


②穀類(小麦、とうもろこし、こうりゃん(マイロ))

濃度分布

mg/kg	頻度
0~0.01	54
0.01~0.02	2
0.02~0.03	0
0.03~0.04	1
0.04~0.05	0
0.05~0.06	0
0.06~0.07	1
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~	3
合計	61

($\leq x <$)

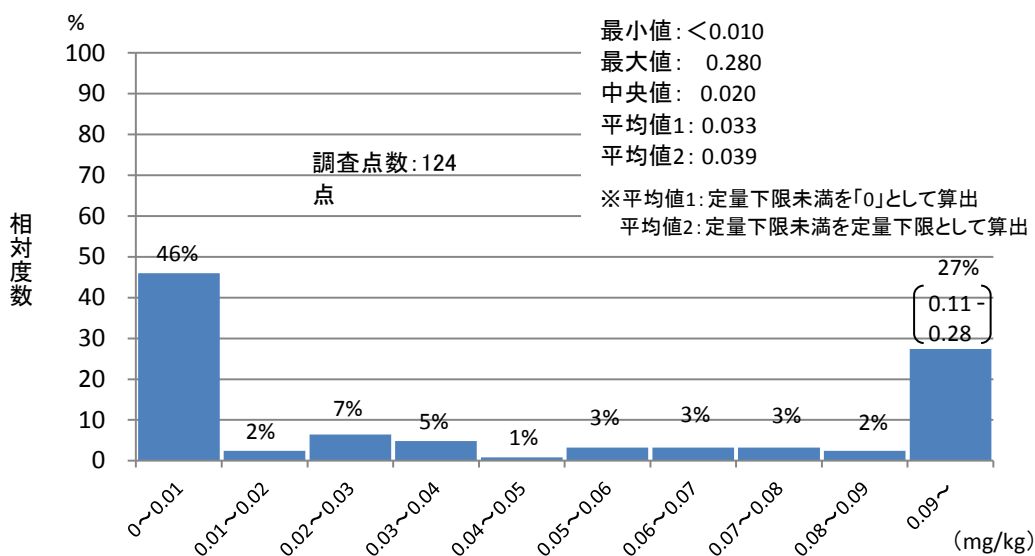


③加工穀類(大麦ぬか、小麦ふすま、ビートパルプ、コーングルテンフィード、ホニーフード)

濃度分布

mg/kg	頻度
0~0.01	58
0.01~0.02	2
0.02~0.03	8
0.03~0.04	6
0.04~0.05	1
0.05~0.06	4
0.06~0.07	4
0.07~0.08	4
0.08~0.09	3
0.09~	34
合計	124

($\leq x <$)

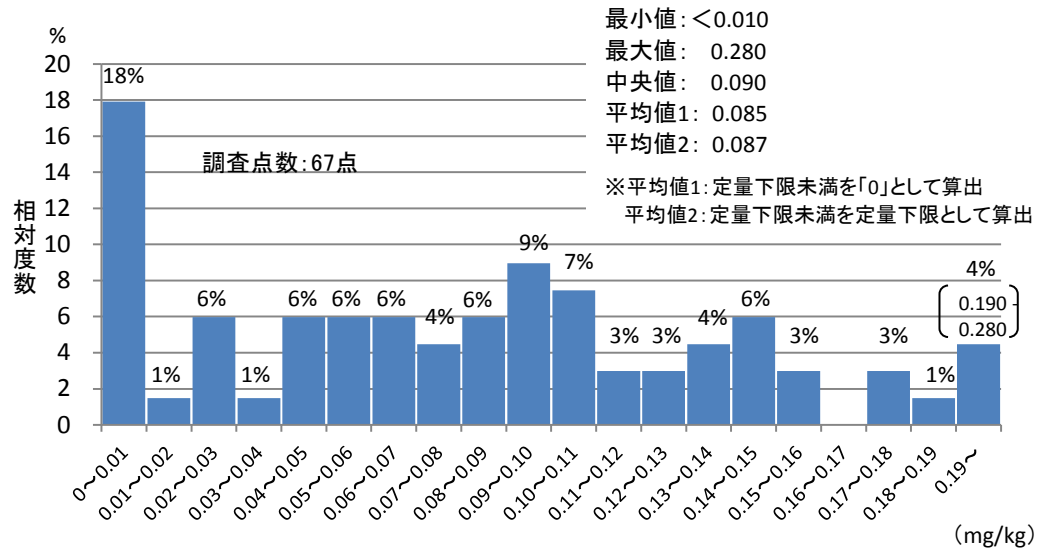


③-1 加工穀類（小麦ふすま、大麦ぬか）

濃度分布

mg/kg	頻度
0~0.01	12
0.01~0.02	1
0.02~0.03	4
0.03~0.04	1
0.04~0.05	4
0.05~0.06	4
0.06~0.07	4
0.07~0.08	3
0.08~0.09	4
0.09~0.10	6
0.10~0.11	5
0.11~0.12	2
0.12~0.13	2
0.13~0.14	3
0.14~0.15	4
0.15~0.16	2
0.16~0.17	0
0.17~0.18	2
0.18~0.19	1
0.19~	3
合計	67

($\leq x <$)

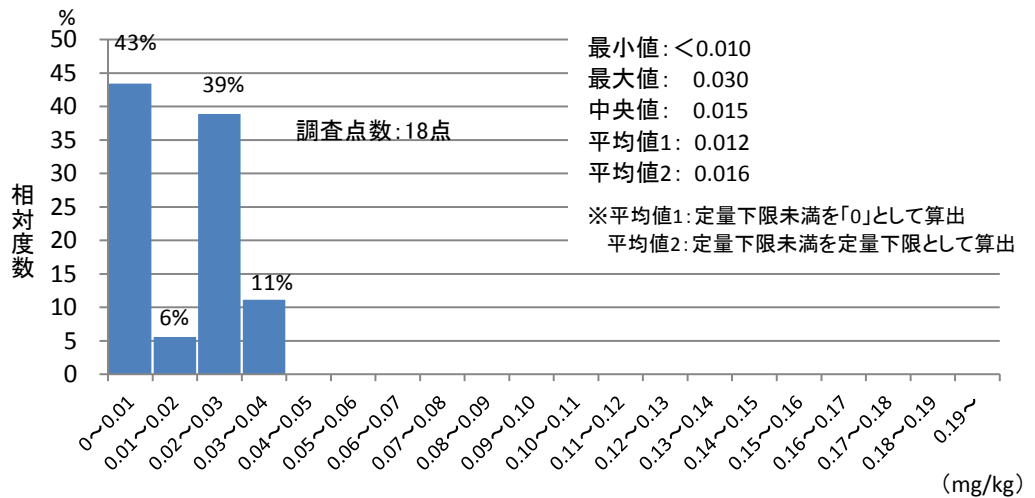


③-2 穀類（ビートパルプ）

濃度分布

mg/kg	頻度
0~0.01	8
0.01~0.02	1
0.02~0.03	7
0.03~0.04	2
0.04~0.05	0
0.05~0.06	0
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~	0
合計	18

($\leq x <$)

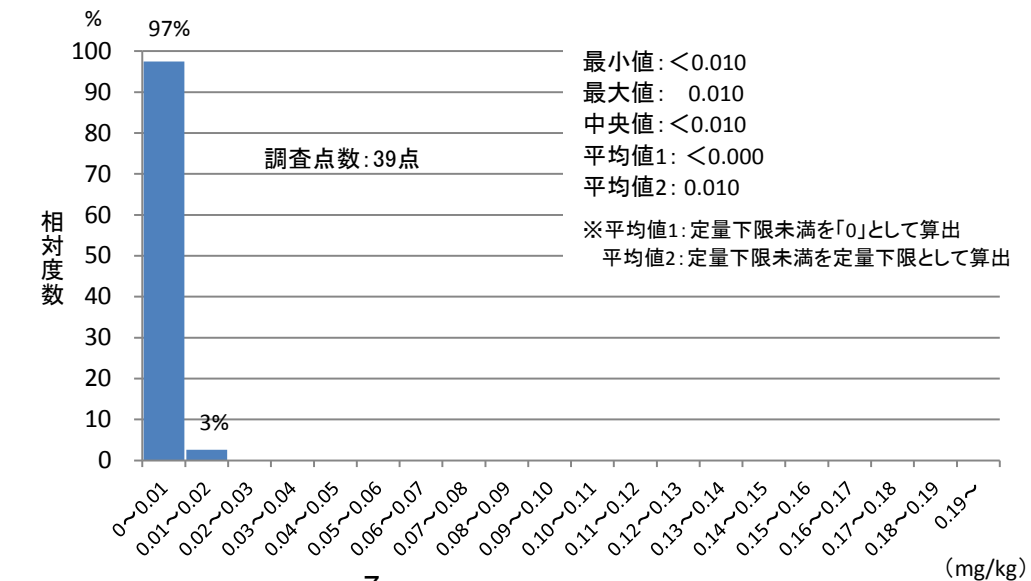


③-3 加工穀類（コーングルテンフィード、ホミニーフィード）

濃度分布

mg/kg	頻度
0~0.01	38
0.01~0.02	1
0.02~0.03	0
0.03~0.04	0
0.04~0.05	0
0.05~0.06	0
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~	0
合計	39

($\leq x <$)



試料の採取及び分析の詳細

1 試料の採取

(1) 粗飼料

コンパクトベールは、20個以上の梱包を無作為に抽出し、1梱包あたり50 g以上を採取して1 kg以上とし、ビッグベールは、4個以上の梱包を無作為に抽出し、1梱包あたり250 g以上を採取して1 kg以上採取しました。

(2) 穀類・加工穀類

スコップ等を用いて、無作為に10箇所（1箇所あたり1 kg）から採取し、集めたサンプルを一次サンプルとし、混合した一次サンプルをビニールシート等の上に積上げ、円すい四分法を3回実施し、10 kg の一次試料から約1 kg まで縮分して採取しました。

2 試料の分析

(1) 分析機関及び分析法

日本環境科学株式会社（481点実施）

アルカリ条件下で水抽出を行い、クロピラリドが pH に依存して溶出挙動が変化することを利用して抽出・精製を行い、LC-MS/MS（高速液体クロマトグラフータンデム型質量分析計）により定量しました。

（「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マニュアル」（平成21年畜産草地研究所。以下「対策マニュアル」という。）IVの C の堆肥残留分析法マニュアルを参照し、飼料における妥当性確認）

(2) 精度管理

① 検出限界及び定量下限

定量下限濃度（0.010 mg/kg）のクロピラリドを含む試料を7点測定し、妥当性確認ガイドラインより算出された値が検出限界値（0.003 mg/kg）及び定量下限値（0.010 mg/kg）を満たすことを確認しました。

② 添加回収試験

定量下限濃度（0.010 mg/kg）及び5倍（0.050 mg/kg）相当する濃度のクロピラリドを各試料に添加し、添加回収試験を3回実施し、70 %～120 %の回収率の範囲内であることを確認しました。

また、分析の都度、クロピラリドの定量下限の5倍の濃度を添加した試料を2点併行で添加回収試験を実施し、その結果、平均添加回収率は74 %～94 %の間にあり、いずれも許容できる範囲内でした。

※ 上記①及び②を分析機関に義務付け

**輸入飼料中に含まれるクロピラリド濃度の調査結果
(28年度及び29年度のまとめ)**

1 調査対象及び点数

輸入量が多い乾牧草、穀類及び加工穀類を対象として、676点クロピラリド濃度の分析を行いました。

① 乾牧草 (計 393点)

チモシー	128点	クレイングラス	30点
ライグラス	55点	スーダングラス	31点
フェスク類	50点	稲わら	21点
オーツヘイ	42点	小麦わら	1点
バミューダグラス	35点		

② 穀類 (計 101点)

大麦	14点	とうもろこし	50点
小麦	21点	こうりゃん (マイロ)	16点

③ 加工穀類 (計 182点)

皮付き圧ぺん大麦	17点	ビートパルプ	18点
小麦ふすま	85点	コーングルテンフィード	27点
大麦ぬか	23点	ホミニーフード	12点

2 調査結果

乾牧草のクロピラリドの濃度は、ほぼ定量下限未満でしたが、一部濃度が高いものがありました。

加工穀類の濃度は、乾牧草、穀類よりも高い傾向でした。さらに、加工穀類のうち、小麦ふすま及び大麦ぬか（穀類の精製副産物）の濃度は、ビートパルプ（絞り粕）、コーングルテンフィード及びホミニーフード（製造工程の副産物）よりも著しく高い結果でした。

また、家畜代謝試験から、反すう動物の尿中濃度は、飼料中濃度とほぼ同濃度であることから、小麦ふすま等の給与割合が高い肥育牛で堆肥濃度が高くなっている要因と推定されました。

① 乾牧草

乾牧草393点のうち、341点（87%）が定量下限（0.010 mg/kg）未満で、20点（5%）が0.100～0.760 mg/kgでした。

② 穀類

穀類101点のうち、83点（81%）が定量下限未満で、18点（19%）が0.010～0.210 mg/kgでした。

③ 加工穀類

加工穀類182点のうち、81点（45%）が定量下限未満で、101点（55%）0.010～0.280 mg/kgでした。

① 乾牧草

(値の単位: mg/kg)

飼料原料の種類	調査点数	定量下限 以上の点数	検出率	検出限界以上 定量下限未満の点数	最小値	最大値	中央値	平均値 ¹⁾	平均値 ²⁾
チモシー	128	27	21.1%	28	<0.010	0.620	<0.010	0.027	0.035
ライグラス	55	11	20.0%	11	<0.010	0.760	<0.010	0.030	0.038
フェスク類	50	10	20.0%	6	<0.010	0.700	<0.010	0.035	0.043
オーツヘイ	42	3	7.1%	5	<0.010	0.210	<0.010	0.006	0.015
バミューダグラス	35	1	3%	0	<0.010	0.300	<0.010	0.009	0.018
クレイングラス	30	0	0%	0	<0.010	<0.010	<0.010	0	0.010
スーダングラス	31	0	0%	0	<0.010	<0.010	<0.010	0	0.010
稲わら	21	0	0%	1	<0.010	<0.010	<0.010	0	0.010
小麦わら	1	0	0%	0	<0.010	<0.010	<0.010	0	0.010
合計	393	52	13.2%	51	<0.010	0.760	<0.010	0.012	0.021

② 穀類

(値の単位: mg/kg)

飼料原料の種類	調査点数	定量下限 以上の点数	検出率	検出限界以上 定量下限未満の点数	最小値	最大値	中央値	平均値 ¹⁾	平均値 ²⁾
大麦	14	6	42.9%	7	<0.010	0.071	<0.010	0.012	0.017
小麦	21	5	23.8%	4	<0.010	0.210	<0.010	0.025	0.032
とうもろこし	50	3	6.0%	24	<0.010	0.100	<0.010	0.002	0.012
こうりゃん(マイロ)	16	4	25.0%	2	<0.010	0.017	<0.010	0.003	0.011
合計	101	18	17.8%	37	<0.010	0.210	<0.010	0.011	0.018

③ 加工穀類

(値の単位: mg/kg)

飼料原料の種類	調査点数	定量下限 以上の点数	検出率	検出限界以上 定量下限未満の点数	最小値	最大値	中央値	平均値 ¹⁾	平均値 ²⁾
皮付き圧ぺん大麦	17	5	29.4%	5	<0.010	0.021	0.016	0.011	0.018
小麦ふすま	85	71	83.5%	3	<0.010	0.280	0.060	0.069	0.071
大麦ぬか	23	14	60.9%	3	<0.010	0.180	0.027	0.043	0.047
ビートパルプ	18	10	55.6%	6	<0.010	0.030	0.015	0.012	0.016
コーングルテンフィード	27	0	0.0%	6	<0.010	<0.010	<0.010	0	0.010
ホミニーフード	12	1	8.3%	2	<0.010	0.010	<0.010	0.001	0.010
合計	182	101	55.5%	25	<0.010	0.280	0.020	0.023	0.029

検出限界: 0.003 mg/kg、定量下限: 0.010 mg/kg

平均値1): 定量下限未満のクロピラリド濃度を「0」として算出

平均値2): 定量下限未満のクロピラリド濃度を定量下限として算出

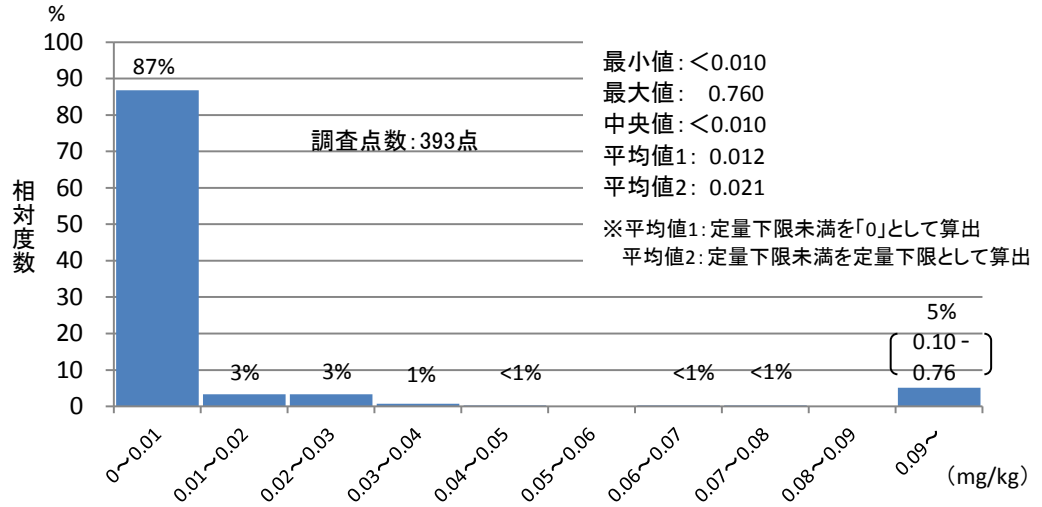
飼料に含まれるクロピラリド濃度の分布(平成28年度・29年度結果)

①乾牧草(チモシー、ライグラス、フェスク類、オーツヘイ等)

濃度分布

mg/kg	頻度
0~0.01	341
0.01~0.02	13
0.02~0.03	13
0.03~0.04	3
0.04~0.05	1
0.05~0.06	0
0.06~0.07	1
0.07~0.08	1
0.08~0.09	0
0.09~	20
合計	393

($\leq x <$)

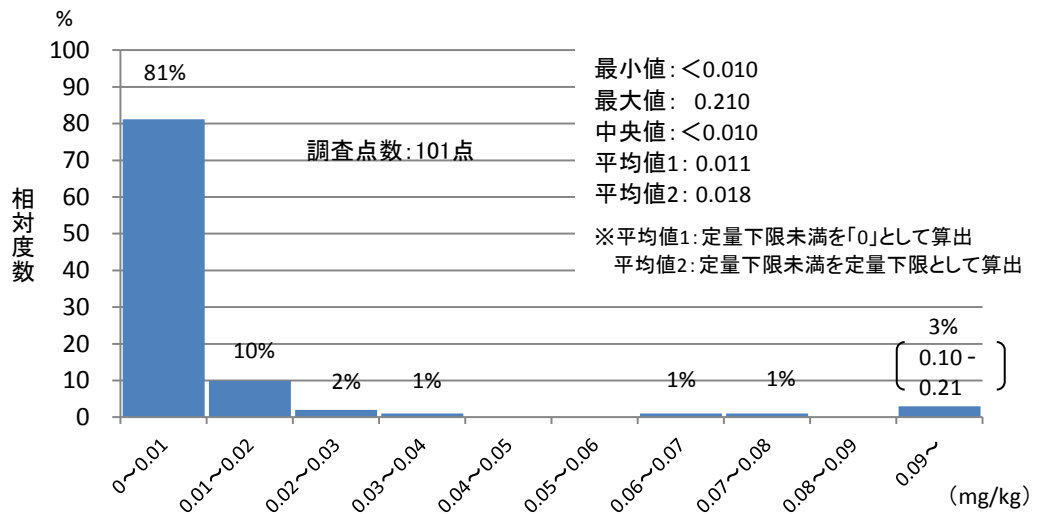


②穀類(大麦、小麦、とうもろこし、こうりゃん(マイロ))

濃度分布

mg/kg	頻度
0~0.01	83
0.01~0.02	10
0.02~0.03	2
0.03~0.04	1
0.04~0.05	0
0.05~0.06	0
0.06~0.07	1
0.07~0.08	1
0.08~0.09	0
0.09~	3
合計	101

($\leq x <$)

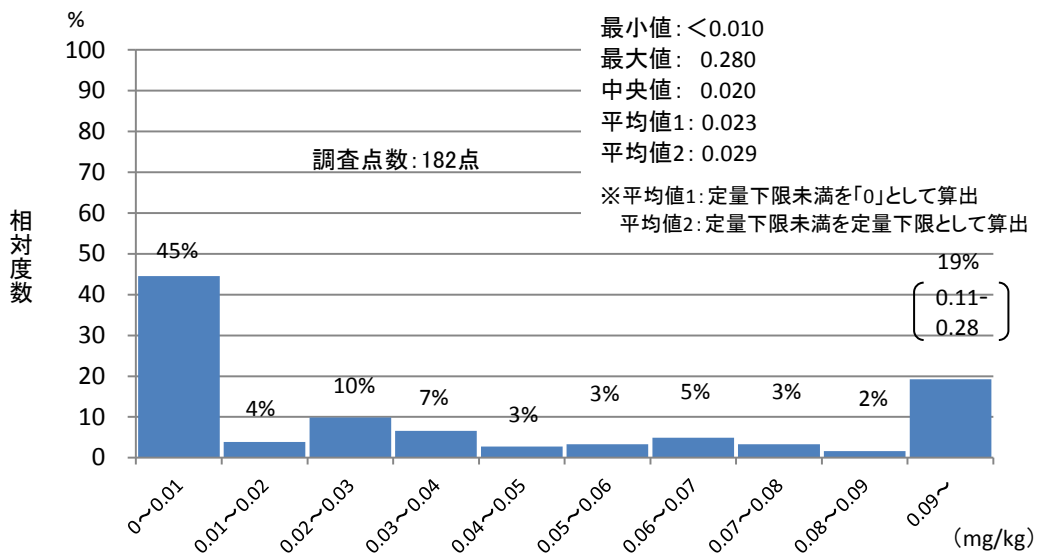


③加工穀類(皮付き圧ぺん大麦、大麦ぬか、小麦ふすま、ビートパルプ、コーングルテンフィード、ホニーマー)

濃度分布

mg/kg	頻度
0~0.01	81
0.01~0.02	7
0.02~0.03	18
0.03~0.04	12
0.04~0.05	5
0.05~0.06	6
0.06~0.07	9
0.07~0.08	6
0.08~0.09	3
0.09~	35
合計	182

($\leq x <$)

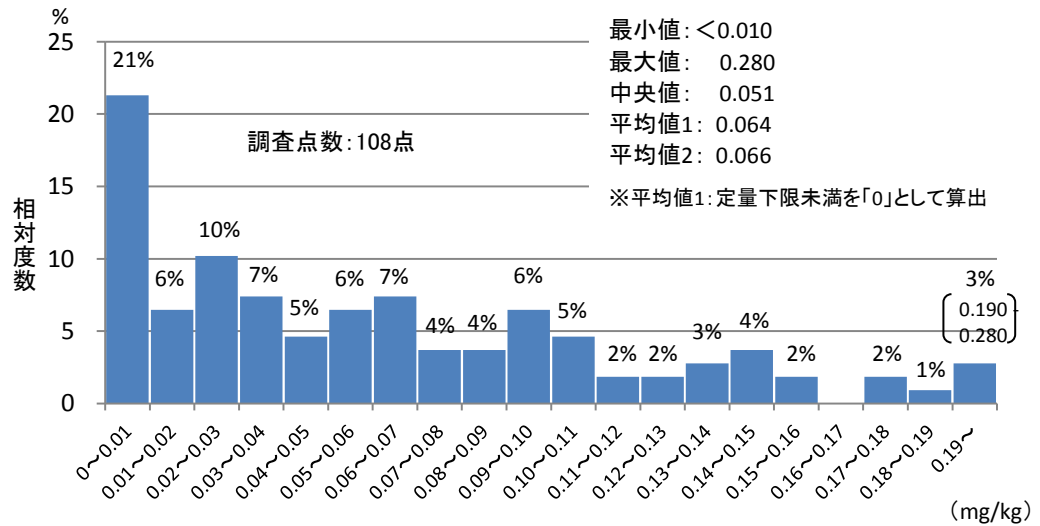


③'-1 加工穀類 (小麦ふすま、大麦ぬか)

濃度分布

mg/kg	頻度
0~0.01	23
0.01~0.02	7
0.02~0.03	11
0.03~0.04	8
0.04~0.05	5
0.05~0.06	7
0.06~0.07	8
0.07~0.08	4
0.08~0.09	4
0.09~0.10	7
0.10~0.11	5
0.11~0.12	2
0.12~0.13	2
0.13~0.14	3
0.14~0.15	4
0.15~0.16	2
0.16~0.17	0
0.17~0.18	2
0.18~0.19	1
0.19~	3
合計	108

($\leq x <$)

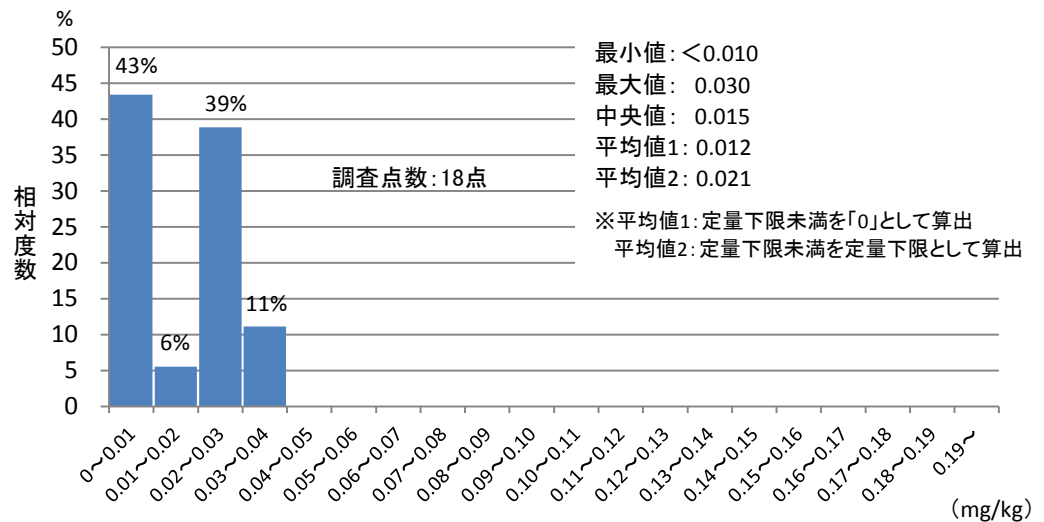


③'-2 加工穀類 (ビートパルプ)

濃度分布

mg/kg	頻度
0~0.01	8
0.01~0.02	1
0.02~0.03	7
0.03~0.04	2
0.04~0.05	0
0.05~0.06	0
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~	0
合計	18

($\leq x <$)

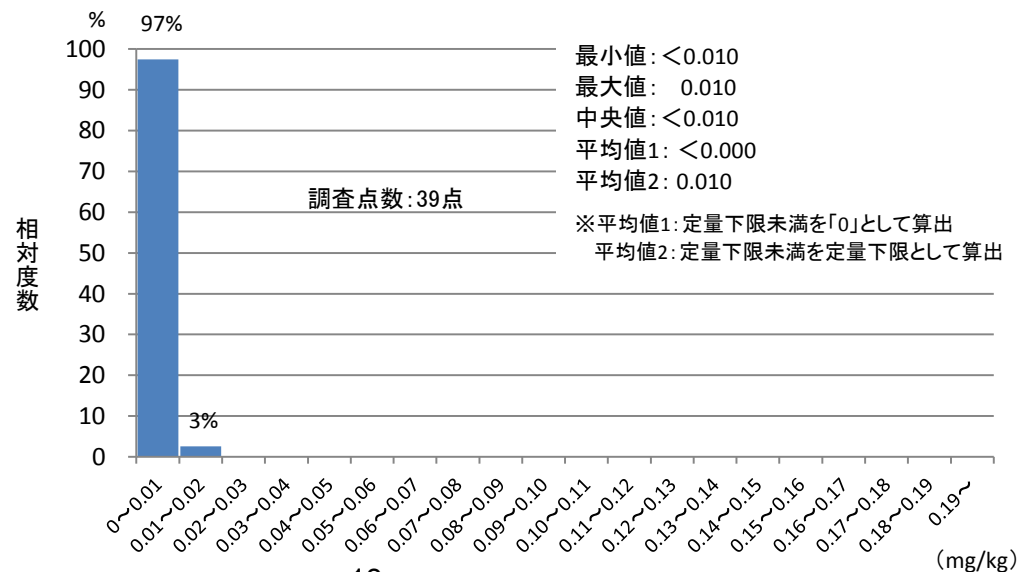


③'-3 加工穀類 (コーングルテンフィード、ホミニーフィード)

濃度分布

mg/kg	頻度
0~0.01	38
0.01~0.02	1
0.02~0.03	0
0.03~0.04	0
0.04~0.05	0
0.05~0.06	0
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~	0
合計	39

($\leq x <$)



平成 29 年度 堆肥中に含まれるクロピラリド濃度の調査結果

1 調査対象及び点数

(1) 調査対象

国内で生産されている牛ふん堆肥、豚ふん堆肥、鶏ふん堆肥及び馬ふん堆肥を対象として試料を採取しました。

なお、堆肥の流通の実態として、堆肥の生産届出を出さずに自らの圃場に施用しているものや相対で取引しているものが多く存在することから、平成 28 年度の調査に比べて、届出を行っていない畜産農家にも調査対象を拡大しています。

(2) 調査点数

以下のとおりの点数（計 346 点）をサンプリングし、分析調査しました。

牛ふん堆肥全体	215 点 (163 点)
主に乳用牛のふん尿を原料としたもの	49 点 (85 点)
主に肉用牛（肥育）のふん尿を原料としたもの	57 点 (52 点)
主に肉用牛（繁殖）のふん尿を原料としたもの	46 点 (22 点)
主に肉用牛（肥育・繁殖一貫）のふん尿を原料としたもの	45 点 (9 点)
様々な種類の牛ふんを原料としたもの又は不明なもの	18 点 (0 点)
豚ふん堆肥	59 点 (0 点)
鶏ふん堆肥	54 点 (0 点)
馬ふん堆肥	18 点 (0 点)
合計	346 点 (163 点)

括弧内の数字は、平成 28 年度の調査点数。平成 28 年度の調査では、2 つの原料を同じ割合で混合したものは、両方に計上したため、原料別の調査点数の合計は堆肥全体の調査点数と一致しない。

2 試料の採取及び分析（詳細は参考）

(1) 試料の採取

地域的に偏りが生じないように、生産者届出を行っている業者数を基に各都道府県に調査点数を配分しました。採取の際には、堆肥の生産届出を行っていない畜産農家も対象にしました。平成 29 年 11 月から平成 30 年 2 月の間に、当該生産者が保管している出荷可能な堆肥から試料を採取しました。

(2) 試料の分析

試料の分析は、平成 29 年度に国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構農業環境変動研究センターが確立した「牛ふん堆肥中クロピラリドの高感度分析法(参考法)」により、独立行政法人農林水産消費安全技術センター及び(一社)日本海事検定協会が実施しました。この分析法は現在その妥当性を確認中であるため、分析結果等については全て参考値です。なお、妥当性が確認された際には、その旨公表いたします。

今回の調査における当該分析法の検出下限値及び定量下限値は以下のとおりでした。

検出下限値：0.00012～0.00073 mg/kg FW

定量下限値：0.00030～0.0019 mg/kg FW

(注) 試料ごとに、製品及び分析用試料の水分含量が異なるため、検出下限値及び定量下限値に相違が生じます。

3 調査結果

① 牛ふん堆肥

乳用牛のふん尿を原料とした堆肥のクロピラリド濃度の中央値は、平成 28 年度の調査では<0.0080 mg/kg で、平成 29 年度の調査では 0.0049 mg/kg でした。また、肉用牛(肥育)のふん尿を原料とした堆肥のクロピラリド濃度の中央値は、平成 28 年度の調査では 0.031 mg/kg で、平成 29 年度の調査では 0.034 mg/kg でした。平成 28 年度と 29 年度の間における乳用牛と肉用牛(肥育)各々のクロピラリド濃度を解析したところ、統計学的に有意な差は認められませんでした(Wilcoxon の順位和検定：P<0.01)。

また、肥育牛のふん尿を原料とした堆肥は、乳用牛のふん尿を原料とした堆肥よりもクロピラリド濃度が統計学的に有意に高く、この傾向は昨年度の調査結果と変わりませんでした(Wilcoxon の順位和検定：P<0.01)。

①-1 乳用牛のふん尿を主な原料とした堆肥

乳用牛のふん尿を主な原料とした堆肥では、約 8 割の試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。クロピラリド濃度の中央値は 0.0049 mg/kg、最大値は 0.033 mg/kg でした。

①-2 肉用牛(肥育)のふん尿を主な原料とした堆肥

肉用牛(肥育)のふん尿を主な原料とした堆肥では、2 点を除く全ての試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。クロピラリド濃度の中央値は 0.034 mg/kg、最大値は 0.13 mg/kg でした。

①-3 肉用牛(繁殖)のふん尿を主な原料とした堆肥

肉用牛(繁殖)のふん尿を主な原料とした堆肥では、85%の試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。クロピラリド濃度の中央値は 0.0076 mg/kg、最大値は 0.058 mg/kg でした。

①-4 肉用牛(肥育・繁殖一貫)のふん尿を主な原料とした堆肥

肉用牛(肥育・繁殖一貫)のふん尿を主な原料とした堆肥では、1 点を除く全ての試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。クロピラリド濃度の中央値は 0.024 mg/kg、最大値は 0.38 mg/kg でした。

② 豚ふん堆肥

豚ふん堆肥では、9 割の試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。ク

ロピラリド濃度の中央値は 0.0080 mg/kg、最大値は 0.042 mg/kg でした。

③ 鶏ふん堆肥

鶏ふん堆肥では、約 9 割の試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。クロピラリド濃度の中央値は 0.0050 mg/kg、最大値は 0.099 mg/kg でした。

④ 馬ふん堆肥

馬ふん堆肥では、約 8 割の試料で定量下限値以上のクロピラリドが検出されました。クロピラリド濃度の中央値は 0.0065 mg/kg、最大値は 0.098 mg/kg でした。

(別紙)
堆肥中のクロピラリド濃度

(単位: mg/kg DW)

調査対象	調査点数	定量下限以上の点数		検出下限以上 定量下限未満 の点数	検出下限未 満の点数	集計にあたり除 外した点数 ³⁾	最小値	最大値	中央値	平均値 ¹⁾	平均値 ²⁾
		検出率									
主な原料											
牛ふん堆肥全体	215	196	91%	10	9	0	< 0.0001	0.38	0.010	0.023	0.023
主に乳用牛のふん尿を原料としたもの	49	40	82%	6	3	0	< 0.0003	0.033	0.0049	0.0070	0.0072
主に肉用牛(肥育)のふん尿を原料としたもの	57	55	98%	1	1	0	< 0.0005	0.13	0.034	0.037	0.037
主に肉用牛(繁殖)のふん尿を原料としたもの	46	39	85%	2	5	0	< 0.0004	0.058	0.0076	0.011	0.012
主に肉用牛(肥育・繁殖一貫)の尿ふんを原料としたもの	45	44	98%	1	0	0	< 0.0004	0.38	0.024	0.036	0.036
様々な種類の牛ふんを原料としたもの又は不明なもの	18	18	100%	0	0	0	0.0010	0.074	0.0070	0.014	0.014
豚ふん堆肥	59	53	90%	2	1	3	< 0.0005	0.042	0.0080	0.011	0.011
鶏ふん堆肥	54	48	89%	1	1	4	< 0.0008	0.099	0.0050	0.0084	0.0084
馬ふん堆肥	18	14	78%	3	1	0	< 0.0005	0.098	0.0065	0.013	0.013

定量下限値 : 0.0003~0.002mg/kg 検出下限値 : 0.0001~0.0007mg/kg

※ 試料ごとに、製品及び分析用試料の水分含量が異なるため、検出下限値及び定量下限値に相違が生じる。

平均値¹⁾: 定量下限値未満のクロピラリド濃度を「0」として算出した。なお、検出下限未満のものは「0」とした。

平均値²⁾: 定量下限値未満のクロピラリド濃度を「定量下限値」として算出した。なお、検出下限未満のものは「0」とした。

集計にあたり除外した点数³⁾: 豚ふんにおいて牛ふんが混入した堆肥が3点、鶏ふんにおいて妨害ピークが存在し測定不能だったものが3点、牛ふんが混入していたものが1点存在した。

堆肥のクロピラリド含有量の分布について

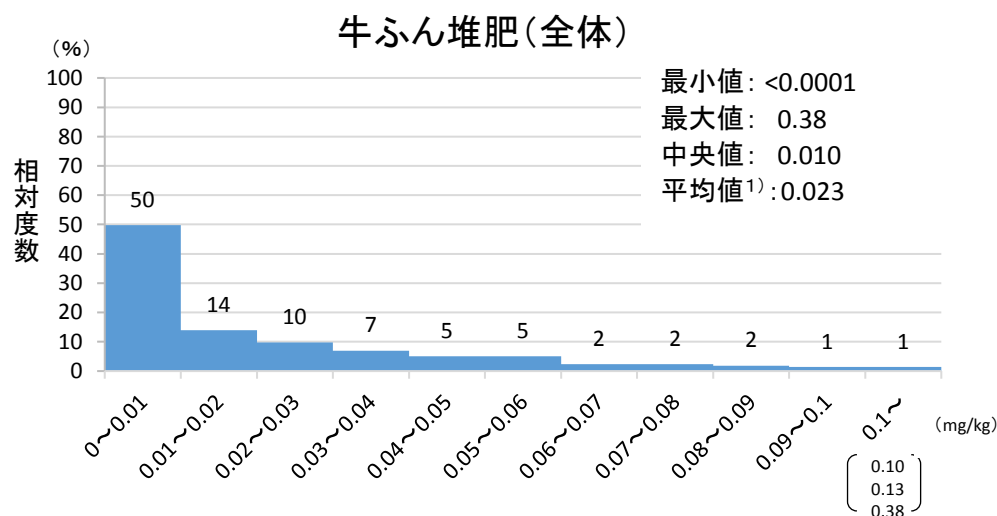
対象:各都道府県でサンプリングされた各種堆肥 計346点

分析者:(独)農林水産消費安全技術センター (一社)日本海事検定協会

① 牛ふん堆肥(全体)

分析点数:215点 ($\leq x <$)

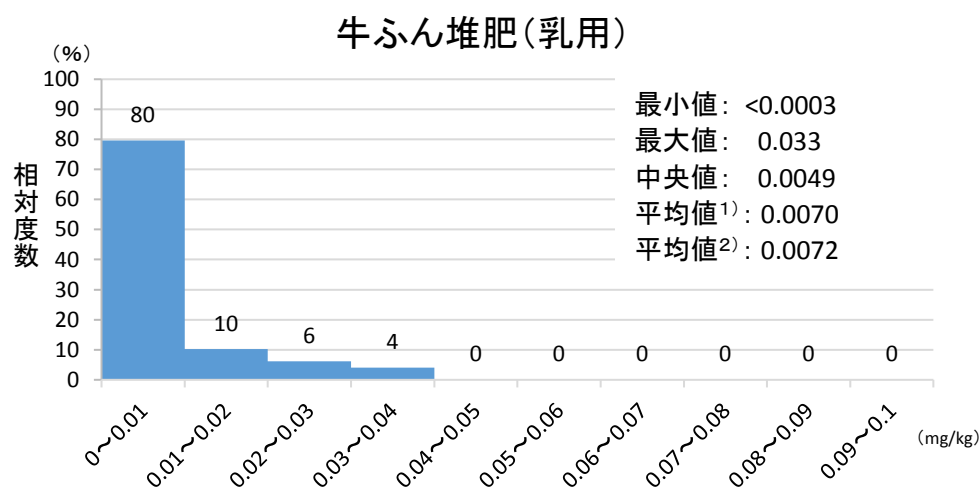
mg/kg	頻度
0~0.01	107
0.01~0.02	30
0.02~0.03	21
0.03~0.04	15
0.04~0.05	11
0.05~0.06	11
0.06~0.07	5
0.07~0.08	5
0.08~0.09	4
0.09~0.1	3
0.1~	3
合計	215



①-1 牛ふん堆肥(乳用)

分析点数:49点 ($\leq x <$)

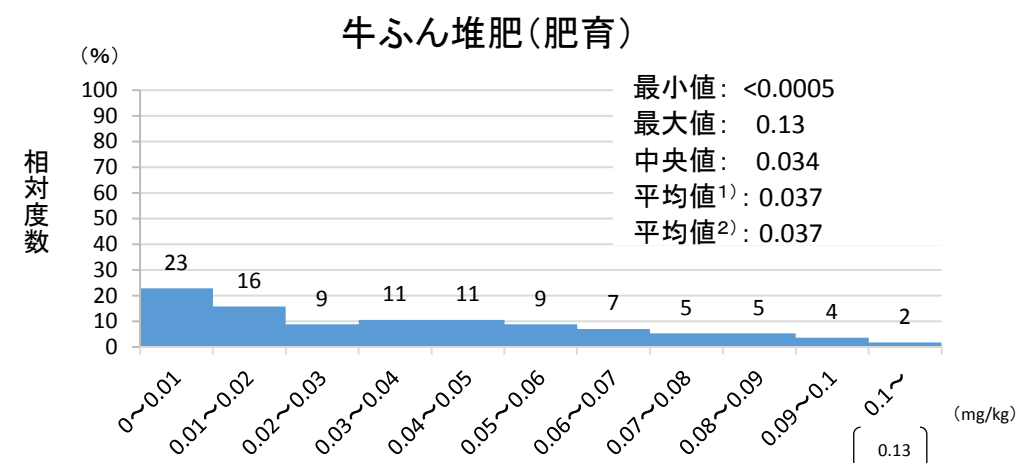
mg/kg	頻度
0~0.01	39
0.01~0.02	5
0.02~0.03	3
0.03~0.04	2
0.04~0.05	0
0.05~0.06	0
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~0.1	0
0.1~	0
合計	49



①-2 牛ふん堆肥(肥育)

分析点数:57点 ($\leq x <$)

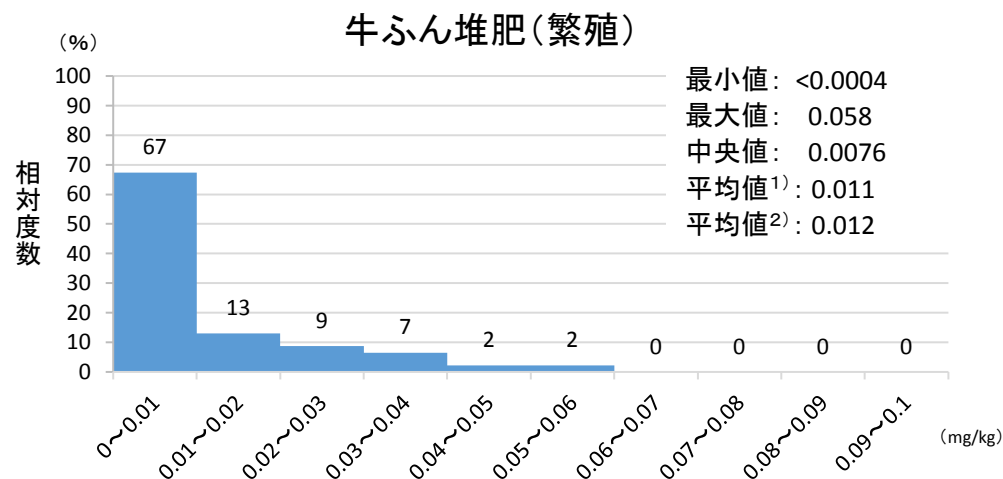
mg/kg	頻度
0~0.01	13
0.01~0.02	9
0.02~0.03	5
0.03~0.04	6
0.04~0.05	6
0.05~0.06	5
0.06~0.07	4
0.07~0.08	3
0.08~0.09	3
0.09~0.1	2
0.1~	1
合計	57



①-3 牛ふん堆肥(繁殖)

分析点数:46点 ($\leq x <$)

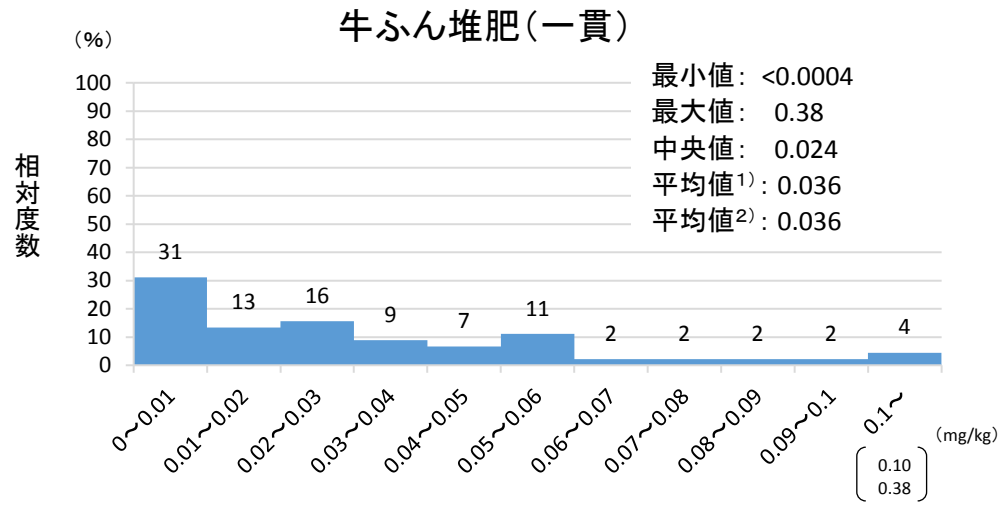
mg/kg	頻度
0~0.01	31
0.01~0.02	6
0.02~0.03	4
0.03~0.04	3
0.04~0.05	1
0.05~0.06	1
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~0.1	0
0.1~	0
合計	46



①-4 牛ふん堆肥(一貫)

分析点数:45 (≦x<)

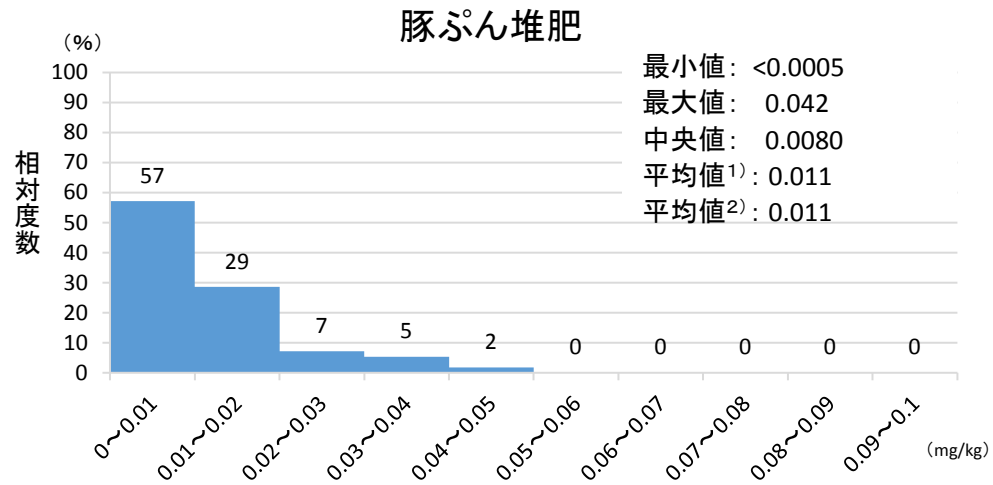
mg/kg	頻度
0~0.01	14
0.01~0.02	6
0.02~0.03	7
0.03~0.04	4
0.04~0.05	3
0.05~0.06	5
0.06~0.07	1
0.07~0.08	1
0.08~0.09	1
0.09~0.1	1
0.1~	2
合計	45



② 豚ふん堆肥

分析点数:59 (≦x<)

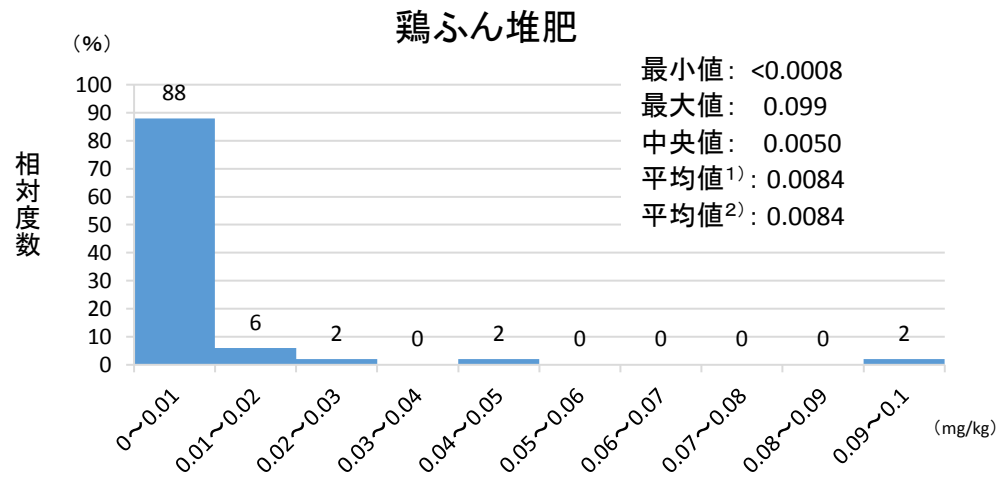
mg/kg	頻度
0~0.01	32
0.01~0.02	16
0.02~0.03	4
0.03~0.04	3
0.04~0.05	1
0.05~0.06	0
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~0.1	0
0.1~	0
合計	56



③ 鶏ふん堆肥

分析点数:54 (≦x<)

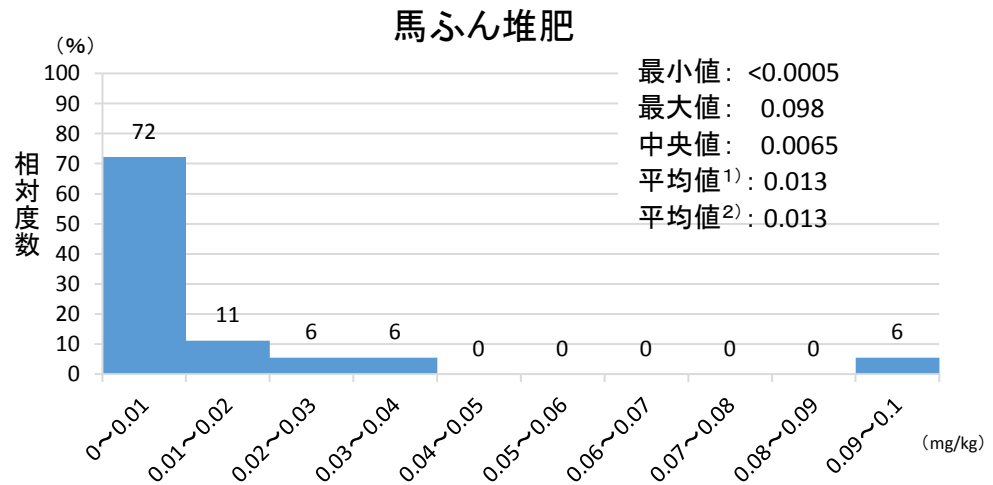
mg/kg	頻度
0~0.01	44
0.01~0.02	3
0.02~0.03	1
0.03~0.04	0
0.04~0.05	1
0.05~0.06	0
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~0.1	1
0.1~	0
合計	50



④ 馬ふん堆肥

分析点数:18 (≦x<)

mg/kg	頻度
0~0.01	13
0.01~0.02	2
0.02~0.03	1
0.03~0.04	1
0.04~0.05	0
0.05~0.06	0
0.06~0.07	0
0.07~0.08	0
0.08~0.09	0
0.09~0.1	1
0.1~	0
合計	18



平均値¹⁾ 定量下限値未満のクロピラリド濃度を「0」として算出した。なお、検出下限未満のものは「0」とした。
 平均値²⁾ 定量下限値未満のクロピラリド濃度を「定量下限値」として算出した。なお、検出下限未満のものは「0」とした。
 注) 豚ふん堆肥及び鶏ふん堆肥については、集計にあたり除外したものが存在するため、分析点数と頻度の合計が一致しない。

試料の採取及び分析の詳細

1 試料の採取

(1) 採取計画

- ① 都道府県への配分
 - ・ 地域的に偏りが生じないように、原則として堆肥生産者数を基に各都道府県に調査点数を配分しました。
- ② 各都道府県における調査対象生産者の選定
 - ・ 堆肥の生産届出を出さずに自らの圃場に施用しているものや相対で取引しているものも調査対象とするよう各県に依頼しました。

(2) 採取方法

- ・ 堆肥生産者が保管している出荷用の堆肥のうち1ロットを選定し、当該ロットの堆肥の表層からスコップ等を用いてランダムに4カ所から等量ずつ採取しました。(合計で約500g)

(3) 採取時期

- ・ 平成29年11月～平成30年2月

2 試料の分析

(1) 分析機関

- ・ 独立行政法人農林水産消費安全技術センター (FAMIC)
- ・ 一般社団法人日本海事検定協会

(2) 分析法

肥料中のクロピラリドをアルカリ性下でメタノール抽出し、酸性とアルカリ性への溶出挙動の差を利用して、クリーンアップカートリッジ及びジクロロメタンを用いて精製した後、LC-MS/MS (高速液体クロマトグラフタンデム質量分析計) を用いて分離・測定しました。

※ 詳細は「肥料等試験法(2018)」(独立行政法人農林水産消費安全技術センター) 8.2.b 高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法(2:微量クロピラリド分析法) 参照

(3) 精度管理

- ① 検出下限値及び定量下限値の確認
各分析機関で、定量下限濃度付近のクロピラリドを含む試料を7点測定し、併行標準偏差から算出した分析用試料の検出下限値及び定量下限値が以下の条

件を満たすことを確認しました。

検出下限値：0.0005 mg/kg 以下

定量下限値：0.001 mg/kg 以下

② 添加回収試験

分析作業日ごとに、クロピラリドをほぼ含まない堆肥に 0.04 mg/kg 又は 0.05 mg/kg 相当量を添加し、2点併行で検体の測定の開始前と終了後に LC-MS/MS で測定し、平均回収率が 70～120%の範囲であることを確認しました。

(4) 検出下限及び定量下限

分析機関からの報告により、この実態調査における定量下限値及び検出下限値は①及び②に示す値としました。

① 分析用試料

検出下限値：0.0005 mg/kg

定量下限値：0.001 mg/kg

② 堆肥（製品）

検出下限値：0.0001～0.007 mg/kg

定量下限値：0.0003～0.002 mg/kg

※ 分析用試料及び堆肥（製品）の水分含量が試料によって異なるため、堆肥（製品）中のクロピラリドの検出下限値及び定量下限値が異なります。