

# ジノテフラン剤のブドウ果房散布における防除効果と農薬 付着量および未熟果粒の回収率低下の原因解明

誌名	島根県農業技術センター研究報告 = Bulletin of the Shimane Agricultural Technology Center
ISSN	0388905X
著者名	長崎, 洋子 澤村, 信生 姫宮, 雅美
発行元	島根県農業技術センター
巻/号	43号
掲載ページ	p. 13-19
発行年月	2015年12月

農林水産省 農林水産技術会議事務局筑波産学連携支援センター  
Tsukuba Business-Academia Cooperation Support Center, Agriculture, Forestry and Fisheries Research Council  
Secretariat



## ジノテフラン剤のブドウ果房散布における防除効果と農薬付着量 および未熟果粒の回収率低下の原因解明

長崎洋子<sup>1)</sup>・澤村信生<sup>2)</sup>・姫宮雅美<sup>3)</sup>

Dinotefuran-sprayed Grape Clusters:  
Control Effect on Japanese Mealybugs, Deposit of the Pesticide,  
and Causes for Low Pesticide Recovery Rate in Unripe Berries

Yoko Nagasaki, Nobuo Sawamura and Masami Himemiya

### I 緒 言

島根県のブドウは‘デラウェア’を中心に約200 ha（全農島根県本部，平成26年産島根ぶどう品種別・作型別面積について）で栽培され，果樹の主要品目である．果樹の重要害虫であるコナカイガラムシ類の寄生した葉や果実はすす病を併発して汚損が目立ち，果実は商品価値の低下が著しく（逸見，1986），本県においてもブドウ栽培で問題となっている（澤村ら，2013）．

病虫害防除は動力噴霧機を使用する農薬散布が一般的であるが，果実被害を確実に低減するためにはブドウの果房へスポット的に農薬を散布する方法（果房散布）がより効果的と考えられる．そこで殺虫剤のジノテフラン（20%）顆粒水溶剤について果房散布によるコナカイガラムシに対する防除効果と果房への農薬付着量を検討した．また，農薬の付着量調査の分析で，未熟果粒において回収率が低いことが判明したため，その原因と分析法の改善を検討したので報告する．

### II 試験方法

#### 1. ジノテフランの果房散布によるコナカイガラムシ類に対する防除効果

島根県農業技術センター（出雲市芦渡町）内病虫科網室ほ場植栽のコナカイガラムシ類（クワコナカイガラムシ，フジコナカイガラムシ）が多発している24年生‘デラウェア’1樹から10房を選び，2013年6月10日（果粒肥大期，果実の大きさ：小豆大～大豆大）にジノテフラン（20%）顆粒水溶剤2,000倍液をハンドスプレーで1果房に約10ml噴霧した．収穫期（8月2日）に散布した果房を採取しコナカイガラムシ類の寄生状況を調査した．

#### 2. 果房散布によるジノテフランの付着量調査

島根県農業技術センター（出雲市芦渡町）内果樹科ほ場植栽の早期加温栽培15年生‘デラウェア’および普通加温栽培15年生‘ピオーネ’各1樹を供試した．

ジノテフラン（20%）顆粒水溶剤2,000倍液を‘デラウェア’では2012年3月18日，‘ピオー

1) 元資源環境研究部土壌環境科

2) 資源環境研究部病虫科

3) 栽培研究部果樹科

ネ’では2012年5月11日(両品種ともジベレリン2回目処理期にあたる)に、果房散布器を用い1果房に約10ml噴霧した。処理は1樹すべての果房に行った。

薬剤処理した果房15~30房を‘デラウェア’では4月2日(処理後15日)、4月16日(処理後29日)、5月25日(処理後68日・収穫期)、『ピオーネ’では5月25日(処理後14日)、6月11日(処理後31日)、7月6日(処理後56日)、8月3日(処理後84日・収穫期)に採取し、果粒および果軸のジノテフラン濃度を測定した。

果粒はミキサーで磨砕均一化し、果軸は細かく刻んで分析に供した。分析方法は果粒試料10gに0.5Mリン酸緩衝液(pH7.0)10mlを添加、果軸は試料10gに水10mlを添加してアセトニトリル抽出後、多孔性ケイソウ土カラム、グラファイトカーボンミニカラム、中性アルミナミニカラムで精製後、高速液体クロマトグラフで定量した。測定機器は島津製HPLC Prominence LC-20Aシリーズ、フォトダイオードアレイ検出器、測定は波長270nm、カラムL-column ODS(内径4.6mm、長さ250mm、粒径5 $\mu$ m)、カラム温度40 $^{\circ}$ C、溶離液アセトニトリル:水(7:93)、流速1ml/min、注入量20 $\mu$ lで行った。

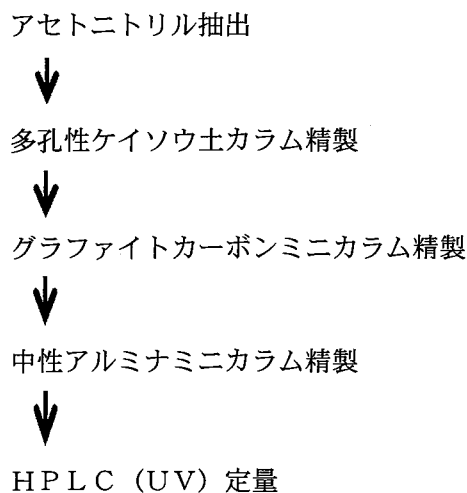


図1 厚生労働省通知試験法によるジノテフランの分析法

### 3. ブドウ未熟果におけるジノテフラン回収率低下の原因解明

島根県農業技術センター(出雲市芦渡町)内果樹科ほ場植栽の早期加温栽培16年生‘デラウェア’および普通加温栽培16年生‘ピオーネ’を供試した。ジノテフラン無処理果房を2012年に実施した果房散布による農薬付着量調査とほぼ同時期に、‘デラウェア’では2013年4月30日(果粒軟化期)、5月30日(収穫期)、『ピオーネ’では5月17日、6月3日、7月31日(収穫期)に採取して分析に供した。

#### 1) 添加回収試験による分析法の妥当性確認

磨砕均一化した果粒10gにジノテフラン標準品を4 $\mu$ g添加し、図1の方法(厚生労働省通知試験法、以下通知試験法)で分析し回収率を求めた。

#### 2) 果粒の有機酸およびpH

有機酸(酒石酸、リンゴ酸、クエン酸)は果粒のしぼり汁をろ紙(No.5A)でろ過後、超純水で希釈して高速液体クロマトグラフで定量した。測定機器は島津製HPLC Prominence LC-20Aシリーズ、フォトダイオードアレイ検出器、測定は波長210nm、カラムWakosil-II 5C18RScolumn ODS(内径4.6mm、長さ250mm、粒径4.5 $\mu$ m)、溶離液10mM過塩素酸ナトリウム、流速1ml/min、注入量20 $\mu$ lで行った。

pHは果粒を磨砕均一化したものについてガラス電極法で測定した。

#### 3) 未熟果における回収率低下の再現

磨砕均一化した収穫期の果粒10gに2)で測定した濃度になるよう酒石酸とリンゴ酸を添加し、さらにジノテフラン標準品4 $\mu$ gを添加して通知試験法で分析し回収率を求めた。また、試料のpHが約2になるよう塩酸を添加して添加回収試験を実施した。

#### 4) 未熟果におけるジノテフラン分析法の改良

磨砕均一化した未熟果(収穫期以外の果実)10gにジノテフラン標準品4 $\mu$ gと0.5Mリン酸緩衝液(pH7.0)10mlを添加した後、通知試験法で分析して回収率を求めた。

表1 ブドウ‘デラウェア’の果粒肥大期におけるコナカイガラムシ類に対するジノテフランの防除効果

試験区	調査房数	寄生房数	寄生虫数/10房	被害痕数/10房
果房散布区	10	0	0	3
無処理区	10	4	15	5

\*調査日：2013/8/2

表2 ブドウ果軸におけるジノテフラン濃度の推移 (ppm)

デラウェア	4/2 (処理15日後)	4/16 (処理29日後)	5/25 (処理68日後) (収穫期)
	5.2	3.7	3.5
ピオーネ	5/25 (処理14日後)	6/11 (処理31日後)	8/3 (処理84日後) (収穫期)
	3.8	1.5	1.3

### III 結果および考察

#### 1. ジノテフランの果房散布によるコナカイガラムシ類に対する防除効果

ブドウ‘デラウェア’の果粒肥大期におけるコナカイガラムシ類に対するジノテフランの防除効果を表1に示した。ジノテフラン果房散布区における寄生房数、寄生虫数および被害痕数は無処理区に比べ少なかった。

ブドウ果軸におけるジノテフラン濃度の推移を表2に示した。ジノテフラン濃度は、‘デラウェア’で処理15日後が5.2ppm、処理68日後(収穫期)は3.5ppm、‘ピオーネ’で処理14日後が3.8ppm、処理84日後(収穫期)は1.3ppmと両品種とも処理後の日数が経過するにつれて低下した。

コナカイガラムシ類のジノテフランに対するLC50(半数致死濃度)値はフジコナカイガラムシ1齢幼虫で0.771ppm、2齢幼虫で1.58ppm(森下,2006)、クワコナカイガラムシ1齢幼虫で0.51ppm(澤村ら,2013)である。

‘デラウェア’では、報告されている1齢幼虫および2齢幼虫のLC50値を収穫期まで上回っていた。一方、‘ピオーネ’では1齢幼虫のLC50値を収穫期まで上回っていたが、薬剤処理31日以降2齢幼虫のLC50値をやや下回っ

た。

コナカイガラムシ類は、ふ化幼虫が果房に入り被害を及ぼすことが多く認められることから、ジベレリン2回目処理期頃果房に直接噴霧する農薬散布法は防除効果が長期間持続し、カイガラムシ類防除に有効であると考えられた。

しかし、処理した一部の果房でコナカイガラムシのろう物質の付着が認められた。これは果房に侵入後死亡し、それが残ったものと考えられ、出荷する際には注意が必要である。

#### 2. ジノテフランの果房散布による農薬の付着量調査

表3にブドウ果粒におけるジノテフラン濃度の推移を示した。果粒におけるジノテフラン濃度は‘デラウェア’の方が‘ピオーネ’より高く、収穫期に近づくほどその差が大きかった。これは同じ散布量であるにもかかわらず表4に示したように‘デラウェア’に比較し‘ピオーネ’の果粒重の増加率が大きく、希釈されたためと考えられる。

収穫期における果粒のジノテフラン濃度は、‘デラウェア’で残留基準(15ppm)の約1/27、‘ピオーネ’で1/200以下と著しく低かった。

表3 ブドウ果粒におけるジノテフラン濃度の推移 (ppm)

デラウェア	4/2 (処理15日後)	4/16 (処理29日後)	5/25 (処理68日後) (収穫期)
	1.9	1.4	0.56
ピオーネ	5/25 (処理14日後)	6/11 (処理31日後)	8/3 (処理84日後) (収穫期)
	1.2	0.16	0.07

表4 ブドウ果粒重の推移 (g/房)

デラウェア	4/2 (処理15日後)	4/16 (処理29日後)	5/25 (処理68日後) (収穫期)
	26.9	62.7	109.5
ピオーネ	5/25 (処理14日後)	6/11 (処理31日後)	8/3 (処理84日後) (収穫期)
	33.0	120.1	320.5

\* 果粒重 = 房重 - 果軸重

表5 厚生労働省通知試験法によるブドウ果粒のジノテフラン添加回収試験結果

品 種	試料採取日	回収率 (%)
デラウェア	2013/4/30 (未熟果)	10
	2013/5/30 (成熟果)	81
ピオーネ	2013/5/17 (未熟果)	19
	2013/6/ 3 (未熟果)	9
	2013/7/31 (成熟果)	91

表6 ブドウ果粒の有機酸濃度および pH

品 種	試料採取日	有機酸濃度 (ppm)			試料pH
		酒石酸	リンゴ酸	クエン酸	
デラウェア	2013/4/30 (未熟果)	8,000	19,400	460	2.6
	2013/5/30 (成熟果)	3,900	2,700	310	3.5
ピオーネ	2013/5/17 (未熟果)	11,500	9,600	680	2.6
	2013/6/ 3 (未熟果)	10,500	14,500	590	2.6
	2013/7/31 (成熟果)	3,300	1,400	200	3.7

### 3. ブドウ未熟果におけるジノテフラン回収率低下の原因解明

#### 1) 添加回収試験による分析法の妥当性確認

厚生労働省通知試験法によるブドウ果粒のジノテフラン添加回収試験結果を表5に示した。'デラウェア'、'ピオーネ'ともに成熟果における回収率はそれぞれ81および91%と良好であったが、未熟果では9~19%と低かった。

農業の作物残留分析は厚生労働省の通知試験法や環境省の告示試験法を参考に分析法を検討

する。しかし、同一作物であっても熟度、品種、栽培方法などの違いにより夾雑物の種類や量が異なり、このため回収率が不十分となることが多々ある(澁谷ら,2004)。残留農薬分析では回収率がおおむね70~120%である場合に分析の信頼性が妥当である(食品衛生検査指針,2003)と評価されることから、未熟果のジノテフランを分析するには分析法の改良が必要であると考えられた。

表7 ブドウ果粒磨砕液の有機酸濃度を調整して実施したジノテフラン添加回収試験結果

供 試 試 料	酒石酸濃度 (ppm)			リンゴ酸濃度 (ppm)			回収率 (%)
	試料	添加	合計	試料	添加	合計	
デラウェア (成熟果)	3,900	4,100	8,000	2,700	16,700	19,400	8
ピオーネ (成熟果)	3,300	8,200	11,500	1,400	8,200	9,600	25
	3,300	7,200	10,500	1,400	13,100	14,500	10

表8 ブドウ成熟果粒磨砕液の pH を調整して実施したジノテフラン添加回収試験結果

供試試料	添加試薬	果粒	回収率 (%)
デラウェア (成熟果)	1M塩酸	2.1	78

表9 ブドウ未熟果粒の磨砕液に 0.5M リン酸緩衝液 (pH0.7) を添加して実施したジノテフラン添加回収試験結果

品 種	試料採取日	回収率 (%)
デラウェア	2013/4/30 (未熟果)	88
ピオーネ	2013/5/17 (未熟果)	89
	2013/6/ 3 (未熟果)	98

## 2) 果粒の有機酸および pH

ブドウ果粒の有機酸濃度および pH を表 6 に示した。

‘デラウェア’の未熟果では酒石酸が 8,000ppm, リンゴ酸が 19,400ppm と高く, クエン酸が 460ppm であった。収穫期になると酒石酸は 3,900ppm, リンゴ酸は 2,700ppm, クエン酸は 310ppm に低下した。また, ‘ピオーネ’の未熟果では酒石酸が 10,500ppm ~ 11,500ppm, リンゴ酸が 9,600 ~ 14,500ppm, クエン酸が 590 ~ 680ppm であった。収穫期になると酒石酸は 3,300ppm, リンゴ酸は 1,400ppm, クエン酸は 200ppm に低下した。各有機酸とも未熟果は成熟果より高かった。

果粒の pH は未熟果で 2.6, 成熟果で 3.5 ~ 3.7 といずれも酸性であった。

## 3) 未熟果における回収率低下の再現

表 7 にブドウ果粒磨砕液の有機酸濃度を調整

して実施したジノテフラン添加回収試験結果を示した。‘デラウェア’の成熟果に未熟果と同じ濃度になるように酒石酸およびリンゴ酸を添加したときの回収率は 8% で, 未熟果 (10%, 表 5) とほぼ同じ結果となった。また同様に ‘ピオーネ’の成熟果に未熟果と同じ濃度になるように酒石酸およびリンゴ酸を添加したときの回収率は 25% と 10% で, 未熟果 (19% と 9%, 表 5) とほぼ同じ結果となった。このことからジノテフランの回収率が低い原因のひとつは有機酸含量が高いためであると推察された。

また, 果粒の pH が回収率に及ぼす影響を明らかにするため塩酸を成熟果の磨砕液に添加して実施したジノテフラン添加回収試験の結果を表 8 に示した。果粒の pH が低くても回収率は 70% 以上で, 回収率の低下は有機酸による pH 低下によるものではなく, 有機酸そのものが影響していると考えられた。

#### 4) 未熟果におけるジノテフラン分析法の改良

葛岡ら (2007) は GC/MS を用いた多種農薬の一斉分析法で、リン酸緩衝液の添加が回収率向上に有効であったと報告している。さらに武田ら (2006) は分解性農薬における試料の磨砕均一化時の前処理法の対策としてリン酸緩衝液を添加する方法を示している。そこで、ブドウ未熟果粒の磨砕液に 0.5M リン酸緩衝液 (pH7.0) を添加して実施したジノテフランの添加回収試験結果を表 9 に示した。‘デラウェア’、‘ピオーネ’ ともに未熟果のジノテフラン回収率は 88 ~ 98% となり分析の信頼性が妥当であるとされる 70 ~ 120% の範囲となった。

緩衝液は酸、塩基の濃度変化に抗して溶液自身の pH を保持しようとする緩衝作用がある (大橋ら, 1992) ため、その緩衝作用により果粒に含まれる有機酸が他の物質に変化した可能性があると考えられるが、今後検討する必要がある。

### IV 摘 要

ブドウの果房散布によるジノテフランのコナカイガラムシ類防除効果と農薬付着量および未熟果の回収率低下の原因を検討した。

1. ジノテフラン果房散布区のコナカイガラムシ類の寄生房数、寄生虫数および被害痕数は無処理区に比べ少なくなった。
2. 果粒におけるジノテフラン濃度は‘デラウェア’の方が‘ピオーネ’より高く、収穫期に近づくほど濃度は低下した。
3. 未熟果でジノテフランの回収率が低い原因のひとつは、有機酸濃度が高いためであると推察された。
4. 未熟果のジノテフラン分析では、果粒に 0.5M リン酸緩衝液 (pH7.0) を添加して分析することで回収率が向上した。

### 引用文献

- 逸見 尚 (1986) その他の害虫. 果樹の病害虫 (大竹昭郎・山口 昭編). 全国農村教育協会, 467-468.
- 葛岡修二・伊勢香織・鈴木恵子・酒井昌昭・宮下妙子・矢野公一 (2007) GC/MS による農産物中の残留農薬一斉分析法の検討 (第 2 報). 札幌市衛研年報 34, 55-70.
- 森下正彦 (2006) 虫体・葉片散布法によるフジコナカイガラムシの薬剤感受性. 応動昆 50, 211-216.
- 大橋弘三郎・小熊幸一・鎌田薩男・木原壮林共著 (1992) 分析化学. 三共出版, 76-78.
- 澤村信生・長崎洋子・姫宮雅美 (2013) ジノテフラン剤によるブドウの樹幹塗布処理における薬剤成分濃度と効果. 島根病害虫研究会会報 38, 1-6.
- 澁谷直美・水越一史・藪崎 隆 (2004) 農薬作物分析の注意点, 問題点. 第 27 回農薬残留分析研究会講演要旨集, 200-203.
- 食品衛生検査指針 (残留農薬編) (2003) 残留農薬分析総論. 社団法人日本食品衛生協会, 5-8.
- 武田明治・小田中芳次・小松一裕・前川吉明 (2006) 最新農薬の残留分析法改訂版 (基礎編・資料編). 中央法規出版, 24.

## Summary

After spot spraying a pesticide (dinotefuran) on clusters of grapes, the control effect on Japanese mealybugs, deposits of the pesticide, and causes for low recovery rate of the pesticide on unripe berries were investigated. The followings were noted:

1. At sites sprayed with dinotefuran, the number of clusters with mealybugs, the number of entire mealybugs, and the number of scars on berries were much less than those at sites not sprayed with dinotefuran. Thus, this pesticide application method is considered to successfully control Japanese mealybugs.
2. Concentrations of dinotefuran on 'Delaware' berries and stems were higher than those on 'Pione' berries.
3. One cause for a low pesticide recovery rate on the unripe berries is considered the high concentration of organic acids.
4. The recovery rate of dinotefuran improved with the addition of 0.5M phosphate acid buffer solution (pH7.0) on unripe berries.