平成30年度農林水産省委託事業

JAS規格化等のテーマに関する調査事業
「木材保存剤分析方法に関するJAS規格策定」
委託事業成果報告書

平成31年3月15日

公益社団法人 日本木材保存協会

はじめに

農林水産省は,「農林水産業・地域の活力創造プラン」や「未来投資戦略 2017」において，農林水産業・食品産業の競争力強化に向け，戦略的な JAS 規格の活用を位置づけている。JAS 規格を通じて行なうことができる木材の規格・認証は，木材製品の品質，品質を保証する技術などの内容を「見える化」するものであり，国内の消費者のみならず，商慣行が異なる海外市場においても JAS 木材製品の利用拡大に寄与すると言える。

平成 29 年 6 月公布の JAS 法改正，平成 30 年 1 月 17 日公布の JAS 法施行令改正により，JAS 規格の対象が農林物資の品質に加え，生産方法,「試験方法」，事業者による農林物資の取扱方法などにも広がっている。木材の「試験方法」に関しては，JAS 規格に規定された製材品においては，既にジデシルジメチルアンモニウムクロリド剤，銅・Ｎ－アルキルベンジルジメチルアンモニウムクロリド剤，銅・シプロコナゾール剤，シプロコナゾール・イミダクロプリド剤など様々な木材保存剤による保存処理の規定が示され，その試験方法（浸潤度試験と吸収量試験）が定められている。そして，平成 29 年には，集成材，合板，LVL についても，新たに木材保存剤による保存処理の規定が製品毎に示された。

保存処理に用いられている木材保存剤は多様化し，国産材利用の進展に伴い使用される樹種も多様化しているため，従来の JAS 規格による「試験方法」では，正確な分析が困難な事例が増加していることから，保存処理木製品の「試験方法」としての，新たな JAS 化に当たっては，製品毎に規定されてきた試験方法を，各製品に対応した効率的・高精度な分析方法に統合する事が必要となる。そのため，平成 29 年度「新たな種類のＪＡＳ規格調査委託事業」では，木材保存剤シプロコナゾール分析の改良及び分析方法の妥当性検証の方法について作業を進めている。その成果を基に，平成 30 年度の事業では，分析方法の妥当性検証のために必要である共同試験の予備試験を行い，その統計解析を進め，加えて，海外における妥当性検証の方法についてもオーストラリアでの現地調査を行った。事業推進の母体であるコンソーシアムについては，さらに継続・発展させ，妥当性検証のための共同試験を推進していく。

本事業の実施にあたっては，ご協力を頂いた委員各位をはじめ，オブザーバーとして貴重なアドバイスを頂いた農林水産省 食料産業局 食品製造課基準認証室の佐藤宏治氏,独立行政法人 農林水産消費安全技術センター横田俊峰氏,株式会社アール・ピー・アイ木佐貫正博氏に対して，厚く御礼申し上げる。さらに，本成果を踏まえ，保存処理木材の更なる品質向上と性能表示の高度化が図られ，木材の利用拡大がより一層進展することを期待している。

平成 31 年 3 月 15 日

公益社団法人 日本木材保存協会
会長　鮫島正浩

目　　次

第１章　事業の概要 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・1
1.1　事業の背景・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・1
1.2　事業目的・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・1
1.3　事業の実施体制・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・2
1.4　試験の概要・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・2
1.5　事業の経過・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・3

第２章　薬剤の分析試験方法の改良と妥当性の検証 ・・・・・・・・・・・・6

2.1　処理木材・木質材料中のシプロコナゾールの吸収量分析の手順
　　（予備試験用）　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・6
2.2　分析試験方法の予備試験の実施と解析 ・・・・・・・・・・・・・・・・14
2.3　海外（オーストラリア）における妥当性検証の調査 ・・・・・・・・・32

第３章　今後の課題・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・43

3.1　共同試験の円滑な推進とスケジュールの具体化 ・・・・・・・・・・・43
3.2　海外情報の把握 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・44

別添　成果報告書のＣＤ

第１章　事業の概要

1.1　事業の背景

農林水産省は、「農林水産業・地域の活力創造プラン」や「未来投資戦略 2017」において，農林水産業・食品産業の競争力強化に向け，戦略的な JAS 規格の活用を位置づけている。平成 29 年 6 月 23 日公布の JAS 法改正は，取引の円滑化，ひいては，輸出力の強化に資するよう，JAS 規格を戦略的に制定・活用できる枠組みを整備し，JAS 規格の国際化の推進を図ることを目指している。

従来，JAS 規格の対象は，モノ（農林水産物・食品）の品質に限定されていたが，モノの「生産方法」(プロセス)，「取扱方法」(サービス等)，「試験方法」などにも拡大したことから，木材に関する JAS に於いても，JAS 本体に組み込まれていた各種の試験方法を「試験方法」として取り出し，試験方法自体の JAS 化が可能となった。さらに，産地・事業者の創意工夫を生かした JAS 規格の活用が図られるよう，(1)JAS 制度の普及，(2)規格に関する普及・啓発、専門人材の育成・確保及び国際機関・国際的枠組みへの参画等が国，及び独立行政法人農林水産消費安全技術センター（FAMIC）の努力義務として明確にされた。この点を受けて，農林水産省ホーム頁の「JAS 規格の制定等に関する手続の進捗状況」(平成 30 年 12 月版)には，制定しようとする日本農林規格として「木材の保存処理性能の試験方法」と「木材の接着性能の試験方法」が，検討主体を FAMIC として進められていることが明記され，作業段階としては共に JAS の制定及び改正の検討作業開始となっている。

木材利用推進の観点からは，平成 22 年 10 月 1 日施行の「公共建築物等における木材の利用の促進に関する法律」では公共建築物をターゲットに国が率先して木材利用に取り組んできた。平成 28 年 5 月に改定された「森林・林業基本計画」の大項目「林産物の供給及び利用の確保に関する施策」中項目「新たな木材需要の創出」小項目「公共建築物・民間非住宅・土木分野等への利用拡大」では，「高耐久化した木材製品等の活用により、外構や外装、屋外の簡易施設等への木材利用を推進する。」との文言が盛り込まれている。これは，木材利用の場面を拡大するためには木材保存が重要であること示している。

これらを背景に，2020 東京オリンピック・パラリンピック施設，商業施設，工場，コンビニなど非住宅でも木材利用が進んでおり，木材の意匠性を意識した「木材の現し利用」が試みられ，木材の劣化対策が求められている。木材の劣化対策としては，JAS 規格に定められた保存処理製品の利用が大いに期待される。

1.2　事業目的

本事業は，木材保存剤の分析方法の JAS 化を目的とする。これは，1.1 事業の背景で述べた「JAS 規格の対象が「試験方法」などにも拡大した」ことに拠る。「試験方法」の JAS 規格化には，規定しようとする「試験方法」の科学的な妥当性を評価するための多機関による共同試験，及び妥当性確認委員会での共同試験結果の検討作業が必須となっている。これまでに JAS 規格に規定されている木材保存剤の試験方法は，AOAC (Association of Official Analytical

Chemists）の共同試験ガイドラインに沿ったものではないことから，これに従って見直すことが必要となっている。そのため，関係者から成るコンソーシアムを形成し，「木材保存剤の試験方法」の JAS 規格化に向けての各種作業を推進することを本事業の目的とする。最終的に「木材保存剤の試験方法」が JAS 規格化されれば，保存処理を施した各種の JAS 製品がより広く利用される基盤になると期待できる。

1.3　事業の実施体制

公益社団法人日本木材保存協会を事業本体とし、本協会会長を委員長に、下記の研究機関、認定機関、関係企業の委員からなる委員会を形成し、それを実施体制として事業を推進した。

委員長：　鮫島正浩（東京大学）
委　員：　赤堀裕一（大日本木材防腐株式会社）
　　池田学（株式会社ザイエンス）
　　榮澤純二（(公財）日本合板検査会）
　　大村和香子｛(国研）森林研究・整備機構　森林総合研究所｝
　　神原広平｛(国研）森林研究・整備機構　森林総合研究所｝
　　大澤朋子｛(公財）日本住宅・木材技術センター｝
　　清水眞長｛(一社）全国木材検査・研究協会｝
　　五十嵐盟（兼松サステック株式会社）
　　馬場庸介（住化エンバイロメンタルサイエンス株式会社）
　　宮内輝久｛(独法）北海道立総合研究機構林産試験場｝
オブザーバー：佐藤宏治（農林水産省食料産業局食品製造課基準認証室）
　　横田俊峰
　　｛(独法）農林水産消費安全技術センター：以下 FAMIC｝
事務局：鈴木昭｛(公社）日本木材保存協会　事務局長｝
　　山本幸一｛(公社）日本木材保存協会　参与｝
　　小林理恵｛(公社）日本木材保存協会　経理事務担当｝

1.4　試験の概要

本事業は，平成 29 年度事業により既に立ち上げられたコンソーシアムを基に（表 1）新たに形成した委員会活動により推進された。コンソーシアムは，公的研究機関，JAS 認定機関（外部委託機関を含む），関係する当該製品の製造企業(4 社)の専門家により形成したものである。

保存処理木製品の分析試験の方法を JAS 化するためには、各種目製品の JAS において個別に規定されてきた試験方法を、各種目製品に対応した効率的かつ高精度な分析方法に統一する必要がある。その第一段階として、木材保存剤シプロコナゾールを取り上げ、その分析試験の方法について，効率的で高精度な分析を実施する上で障害となる可能性がある，抽出成分や接着剤の影響を除去するための改良を行ない，その手順を手順書（プロトコル）として取り纏めた。更に、手順書に従っての共同試験を行うために必要とされる予備試験を行ない，本分析試験の方法の妥当性を統計的に検証した。共同試験に向けての予備試験

を5か所の試験機関にて行うことが出来た。本事業で得られた成果は、次の事業に継続し、木材保存剤の分析試験方法のJAS化に繋げる。

1.5　事業の経過

事業の採択から、成果報告書の完成までを時系列で以下に示す。

〇平成30年12月15日　事業の採択の通知を株式会社アール・ピー・アイから受け，再委託契約書の作成を開始した。事業期間は，平成30年12月15日～平成31年3月15日である。

〇平成30年12月15日　事業の開始

事業が採択され、事業を進める為の委員会を正式に形成し、打ち合わせを開始した。検討内容は、共同試験のための予備試験への参画機関数の決定，実施する分析に必要とする試験試料の均一性の検証、保存処理分析規格における妥当性検証方法について情報を得る相手国の決定，今後のスケジュールなどであった。

〇平成30年12月25日　事業推進上の留意点の打ち合わせ

株式会社アール・ピー・アイの本事業担当木佐貫正博氏から，海外旅費，業務日誌，人件費などについての留意点について説明を受けた。

〇平成31年1月25日　第1回委員会の開催。　以下に議事録を掲載する。

第1回木材保存剤分析JAS化事業委員会議事録

日時：2019年1月25日13時～14時20分

場所：日本木材保存協会事務所

出席者：

委員：　西澤翔太（赤堀裕一の代理）（大日本木材防腐株式会社），池田学（株式会社ザイエンス），神原広平｛(国研）森林研究・整備機構 森林総合研究所｝大澤朋子（(公財）日本住宅・木材技術センター），清水眞長（(一社）全国木材検査・研究協会），馬場庸介（住化エンバイロメンタルサイエンス株式会社），宮内輝久｛(独法）北海道立総合研究機構林産試験場｝

オブザーバー：佐藤宏治（農林水産省食料産業局食品製造課基準認証室），横田俊峰（｛(独法）農林水産消費安全技術センター），木佐貫正博（株式会社アール・ピー・アイ）　**事務局**：山本幸一

【配布資料】

1）事業計画書，2）均一性の確認，3）手順書，4）予備試験の報告様式，5）海外調査

【議題】

1）JAS改正の現状

農水省食品規格室の佐藤氏から説明があった。本事業の薬剤分析方法は，製材JASの告示に入れるスケジュールであったが間に合わなかったので，次のチャンスはJASとして試験方法でまとめる時と考えている。その為，木材保存協会とFAMICに検討して貰っている。得られたデータを元データとして規格原案を作り，JAS化になる流れと考える。

2）30年度事業の概要

事務局の山本から説明があった。農水省の本事業は株式会社アール・ピー・アイさんに委託され，本事業は協会が再委託として受ける事に成った。期間は2018年12月15日から2019年3月15日である。事業内容は，配布資料1）事業計画書に示したように，木材保存剤分析方法の妥当性検証の為の共同試験の予備試験を実施すること，諸外国の保存処理規格における妥当性検証方法についての情報を収集すること，それを報告書として作成することである。

3）試料の調製，均一性の確認テスト，予備試験についての簡単な状況説明

予備試験のための試料調製や分析方法の手順書の作成を中心となって行ってくれている宮内委員から説明があった。妥当性検証のためのグループが昨年の事業で出来上がった。保存分野に見合った共同試験（コラボテスト）を行うため，実際に予備的なコラボテストを5機関にお願いして，シプロコナゾールの分析を現在進めている。5機関に配布した試料については，配布資料2）の均一性試験（ランダムな10サンプルを2回繰り返し）を行って，均一性を確認した。2月末日が試験結果の報告期限であり，それらを統計分析（指定のエクセル解析表がある）して手順書の妥当性を検証する。

JAS改正に当たって，妥当性の検証が必要となる薬剤の条件に付いて論議を行った。木材成分の影響を強く受ける薬剤として，アゾール，非エステルピレスロイド，ネオニコチノイドは改良法が求められるので妥当性検証が必要となるであろう。一方，金属や界面活性剤系は従来法である事から，妥当性検証は必要ないであろう。妥当性検証の必要性の有無については，納得出来る説明が必要であろうとのアドバイスが佐藤氏からあった。

農水省としては，JAS改正は5年間隔とは言わないが適切な間隔が必要と考えていることから，試験法のJAS化に関しては，委員会として上記条件を勘案し順調な進捗を図る必要あろう。

委員から手順書の扱いに対して，全て準拠する必要があるかとの質問があった。従来の慣れた方法で行った部分については，その旨を報告書に明記すれば良いとの事であった。

試料の重さ・密度・含水率から吸収量kg/m^{3}が算出されるので，これらの測定方法が結果の制度に大きく影響するとの指摘が委員からあった。この点は，今回の妥当性検証では考えないが，重要な問題であることから，今後の課題（JAS改正の際に明確に示すなど）とした。

4）海外調査の日程と目的

事務局の山本から説明があった。調査はオーストラリア国を対象とし，2月16～21日の日程で，宮内委員，神原委員，事務局山本が担当する。調査に当たり，日本の妥当性検証の内容，聞き取りのための質問票を英語で準備している。委員からは，日本企業がニュージーランドやオーストラリアで活動しているので，例えば株式会社ウッドワンや住友林業株式会社から情報を得ることが出来るのでは，オーストラリアではCSIROが規格・基準に関与しているので，担当であったJim Crefield氏に当たればとのアドバイスがあった。

5）報告書の目次と分担

事務局で案を作ることとした。

6）スケジュール

予備試験の結果が出揃った3月上旬に第2回委員会を開催する。日程は，後日調整する。

7）その他

必要な消耗品は本事業で購入できるので，あれば至急，宮内委員に挙げて貰うこととした。

〇平成31年3月12日　第2回委員会の開催。　以下に議事録を掲載する。

第2回木材保存剤分析JAS化事業委員会議事録

日時：2019年3月15日13時～14時55分

場所：日本木材保存協会事務所

出席者：

委員：鮫島正浩（委員長・協会会長）　赤堀裕一（大日本木材防腐株式会社），池田学（株式会社ザイエンス），大村和香子，神原広平｛以上（国研）森林研究・整備機構 森林総合研究所｝，大澤朋子｛(公財）日本住宅・木材技術センター｝，清水眞長｛(一社）全国木材検査・研究協会｝，宮内輝久｛(独法）北海道立総合研究機構林産試験場｝，榮澤純二｛(公財）日本合板検査会｝，五十嵐盟（兼松サステック株式会社）

オブザーバー：古藤信義（農林水産省食料産業局食品製造課基準認証室），横田俊峰｛(独法）農林水産消費安全技術センター｝**事務局**：鈴木昭，山本幸一

【配布資料】

1）報告書（案），2）平成31年度JAS事業のパンフレット，

【議題】

委員長挨拶：より正確で汎用性の高い分析方法が要求されている。国内だけでなく，国外も見て木材業界は成長して行かなければならない。委員会各位の尽力により良い成果が出ており，今後も続けて貰いたい。

1）予備試験の分析結果（途中版）

予備試験参画の6機関に中で，外れ値と思われる機関が1つあった。その原因を明らかにすることが重要。大きな値がでた要因としては，プラスチック製品であるピペット，チップ，バイアルなどの汚れ（これに関しては空試験が望まれる），固相抽出の手順の不備等が考えられる。予備試験での問題点の発生は，今後の改善に向けてどの点について注意すべきかを知る上で役立つ。検量線については，特段問題は無かった。参画機関のクロマトグラムがス経て報告書に盛り込めれば参考になるが，紙面の都合でダイジェスト版にすることとした。外れ値の要因としては，含水率の精度，木粉粒度の範囲（細かいと高濃度に成る傾向有り）も重要である。今後は，含水率測定方法や配布する木粉の粒度についても検討する必要がある。

2）オーストラリアの妥当性検証調査

オーストラリアでは日本木材保存協会に相当するオーストラリア木材保存工業会があり，保存処理製品の認定をしているが，吸収量の分析といった品質管理的な分析は行っていない。一方，オーストラリアエンジニア―ドウッド協会では集成材と合板の認定を行っているが保存処理の認定は無い。オーストラリア規格における分析法は，保存剤メーカーが示した分析法，或はAWPA(米国木材

保存協会)の分析法を取り入れているため，妥当性の検証を共同試験で行うことは無い。日本で行っている方法は諸外国でも有効な方法であることから国際共同研究を進めることが望ましいとのアドバイスが有った。

3) 平成 31 年度 JAS 事業への応募

平成 31 年度 JAS 関連予算（平成 31 年 3 月 29 日締め切り）には，①新たな種類の JAS 規格調査委託事業（47 百万)，②日・アセアン連携による新産業人材育成支援事業（125 百万の内数)，③海外産業・貿易投資環境調査分析事業（684 百万の内数)，④海外における JAS マークの保護（34 百万）が有り，従来の延長としての共同試験の推進に関しては①に応募することとした。その際には，今回の予備試験の延長と言うだけでは無く，次につながるポイントとして「分析法の国際化の準備」の観点を入れることとした。今回の海外調査で推奨された国際共同試験を進めるためには準備が必要である事から，関係大学（京大生存圏研究所）などに声をかけるなど，事前の活動を進めることとした。②への応募は次年度以降に考えることとした。

4) 今後の共同試験に向けて

予備試験の統計解析は FAMIC と相談して進める。その上で本試験である共同試験の方向性を考える。検討事項としては，①新たな試験体の作成，②樹種，薬剤，濃度などの試験項目，③試験機関数，AOAC ガイドラインの要件を木材保存剤として独自に緩和する論理，④接着剤混入などである。今回の共同試験には接着製品は含めないこととした。

5) その他

特になし。

〇平成 31 年 3 月 14 日　報告書の印刷原稿の印刷業者への入稿
〇平成 31 年 3 月 14 日　収支報告書及び報告書原稿の株式会社アール・ピー・アイへの納入

第２章　薬剤の分析試験方法の改良と妥当性の検証

2.1　処理木材・木質材料中のシプロコナゾールの吸収量分析の手順（予備試験用）

以下に手順を示す。

2.1.1 適用範囲

この手順書は、木材・木質材料に加圧注入された木材から調製した試料木粉中に含まれる有効成分のうちシプロコナゾールに適用する。

2.1.2 測定方法の概要

粉砕した試料にメタノールを加えて抽出し，抽出物を固相抽出により精製する。精製後の抽出物を紫外可視吸光光度検出器付の高速液体クロマトグラフ（以下、「HPLC」という。）を用いて分析し，シプロコナゾールの含有量を測定する。

2.1.3 注意事項

(a)試薬を取り扱う際には，適切な個人用保護具（保護手袋、保護メガネ、有機

ガス用マスク，保護面等）を着用し、操作はよく換気された場所で行う。
(b)メタノール、アセトニトリルは、引火性が高いため、火気に注意する。
(c)メタノール、アセトニトリルは環境有害性があるため、屋外に放出しない。
(d)アンモニア水が皮膚に付着した場合は、直ちに多量の水で洗い流す。
(e)測定により生じる廃液は、法令の規定に基づき適切に処分する。

2.1.4 器具及び装置

試験に用いる器具及び装置は、次のとおりとする。

2.1.4.1 器具

(a)全量ピペット：JIS R 3505 に規定するクラス A のものまたはそれと同等以上の精度を持つもので、呼び容量、1mL、2mL、3mL、10mL、20mL のもの。上端にピペッター―を取り付けて使用する。
(b) メスピペット：JIS R 3505 に規定する呼び容量 5 mL のもので、体積の許容誤差の区分がクラス A のもの又はこれと同等のもの。
(c) パスツールピペット：長さが 15 cm 程度のもの。
(d) ピペット吸引器具: 前述の全量ピペット、メスピペット及びパスツールピペットに接続可能なもの。
(e) 全量フラスコ：JIS R 3505 に規定する呼び容量 5mL、25 mL 及び 50 mL のもので、体積の許容誤差の区分がクラス A のもの又はこれと同等のもの。
(f) メスシリンダー：JIS R 3505 に規定する呼び容量 5、20 mL、100 mL、200 mL、250 mL 及び 1 L のもので、体積の許容誤差の区分がクラス A のもの又はこれと同等のもの。
(g) ねじ口瓶：容量 100 mL、500 mL 及び 1 L のもの。または同等の保存容器。
(h) 薬包紙：パラピン製のもの。
(i) 薬さじ：使用に適した大きさで、清浄な薬さじ又はスパチュラ。
(j) 電子微量天びん用秤量容器
(k) 温度計：30 ℃を測定範囲に含むもの。
(l) タイマー：抽出時間（のべ 2 時間）を計測することができるもの。
(m) ねじ口サンプル瓶：ガラス製で超音波抽出時の圧力に耐性のあるもので、キャップはメタノールに対する耐性のある素材であるもので、容量 20mL および 30mL のもの。
(n) 試験管：ガラス製、ポリプロピレン又はメタノール、アセトニトリルに耐性のある樹脂製で、容量 5～10mL のもの。
(o)メンブランフィルター:フィルター材質が親水性 PTFE で、孔径が 0.45 μm 以下で、吸引ろ過可能なガラス製のハウジングに装着できるもの。
(p) カートリッジ式メンブレンフィルター（有効ろ過面積 25 mm程度）：フィルター材質が親水性 PTFE で、孔径が 0.45 μm で、プラスチック製のハウジングを用いたカートリッジ式のもの（例：ADVANTEC 製 DISMIC25-HP 。型番 25HP045AN）
(q) カートリッジ式メンブレンフィルター（有効ろ過面積 13 mm程度）：フィルター材質が親水性 PTFE で、孔径が 0.45 μm で、プラスチック製のハウジングを用いたカートリッジ式のもの（例：ADVANTEC 製 DISMIC13-HP 。型番

13HP020AN)（例：ADVANTEC 製 DISMIC13-HP 。型番 13HP045AN）

(r) ガラス繊維ろ紙：保持粒子径（JIS Z 8901 で規定された 7 種粉体分散水をろ過した時､90%以上を保持できる粒子径)が 0.8μm 以下であり､直径 24～25mm､厚さ 0.7～0.8 ㎜のもの。

(s) ディスポーザブルシリンジ：ポリプロピレン又はメタノールおよびアセトニトリルに耐性のある樹脂製で、カートリッジ式メンブレンフィルターが装着可能で容量 5 mL のもの及び（r）のガラス繊維ろ紙がシリンジ底部に固定可能で容量 30mL のもの。

(t) ピストン式ピペット：JIS K 0970 又は ISO 8655-2:2002 に規定される性能を満たすもので可変容量が 50-200 μL 及び 500-1000 μL を含むもの。

(u) ピペットチップ：上記(t)に対応するもの。

(v) 不活性処理済バイアル：使用する HPLC に適合したもので、透明または褐色ガラス製で容量が 2 mL 以下のもの。

(w) バイアルの蓋：PTFE 製又は PTFE でコーティングされたセプタム付きで、上記バイアルに対応するもの。必要があれば、プレスリットの入ったセプタム付のもの。

2.1.4.2 装置

(a) 高速液体クロマトグラフ（HPLC）：JIS K 0124 に規定するもので、送液ポンプ、オンライン脱気装置、カラムオーブン、UV 検出器（若しくは PDA 検出器)、データ処理システムを備えたもの。

(b) 高速液体クロマトグラフ用カラム：C18 逆相カラム（内径 3.0 mm× 長さ 150 mm、粒子径 3 μm）で,シプロコナゾールと試料由来のマトリクス成分が十分に分離される性能を有していること（例えば、GL サイエンス社製 Inertsil ODS-3）

(c) ガードカラム：使用する場合は(b)に対応するもの。

(e) 固相抽出カートリッジ：強陽イオン交換基としてスルホン基が導入されたジビニルベンゼン－Ｎ－ビニルピロリドン共重合体あるいはそれと同等の保持能力を持つ物を担体とするものであること。また、担体の充塡量は 1.0meq／ｇが 60mg 以上充塡されている場合に相当する量であること。(例えば Oasis MCX　60 mg/3cc カートリッジ)

(e) 電子天びん：最小表示桁数が 0.1 mg のもの。

(f) 恒温水槽：30 ℃程度の温度に調節できるもの。

(g) 濃縮装置：メタノール等の溶媒を減圧流去できるロータリーエバポレーターまたは 5～10mL の試験管がセットできる遠心エバポレーターまたは 5～10mL の試験管がセットできる窒素吹付式濃縮装置。

(g) 試験管ミキサー：または試験管内の溶液の撹拌が可能なもの。

(h) 超音波洗浄機：ねじ口サンプル瓶が入る大きさのもの。

2.1.5　水及び試薬

(a) シプロコナゾール：異性体混合物でシプロコナゾール純度 99 %以上(HPLC)のもの。

(b) 水：JIS K 0557 に規定する A3 以上の品質を有するもの。

(c) リン酸：JIS K 9005 に規定する濃度 85 %で、特級又は同等以上の品質の

もの。
(d) リン酸二水素ナトリウム二水和物：JIS K 9009 に規定する純度 99%以上のもの。
(e) アンモニア水：JIS K 8085 に規定する純度 25～28％の範囲で、特級又は同等以上の品質のもの。
(f) １Ｎアンモニア水：(e) に対応するアンモニア水を希釈し 1mol/L に調製したもの、または,容量分析用滴定液として 1mol/L に調製されたアンモニア水。
(g) メタノール：高速液体クロマトグラフ用。
(h) アセトニトリル：高速液体クロマトグラフ用。

2.1.6　試薬の調製

2.1.6.1　メタノール-アンモニア混液 A

(a) 100mL のメスシリンダーに１Ｎアンモニア水を 80mL 量り取り,500mL のねじ口瓶に移す~~に~~。
(b)50mL メスシリンダーにメタノール 20mL を量り取り,(a)のねじ口瓶に移す。
(c)（ｂ）のねじ口瓶に蓋をして、転倒混和等により均一な溶液にする。

2.1.6.2　メタノール-アンモニア混液 B

(a) 100mL のメスシリンダーにメタノールを 100mL 量り取り,200mL のねじ口瓶に移す。
(b)5mL メスシリンダーにアンモニア水を 1mL 量り取り,(a)のねじ口瓶に移す。
(c)（ｂ）のねじ口瓶に蓋をして、均一な溶液にする。

2.1.6.3　移動相

(a) りん酸二水素ナトリウム二水和物 7.8g を 1L の全量フラスコに移す。
(b) りん酸を 5mL のメスシリンダーで 3.4mL 量り取り，(a) の全量フラスコに移す。
（ｃ）（ｂ）の全量フラスコに水を加え定容した後、よく振り混ぜてりん酸二水素ナトリウム二水和物を溶解する。
(d) 1000mL のメスシリンダーにアセトニトリルを 600mL 量り取り,1000mL のねじ口瓶に移す。
(e) 500mL のメスシリンダーに水を 300mL 量り取り，(d) のねじ口瓶に移す。
(f) 100mL のメスシリンダーに,（ｃ）で調製した溶液を 100mL 量り取り，(e) のねじ口瓶に移す。
(g) (f) のねじ口瓶に蓋をして、均一な溶液にする。この溶液の一部または全部を 2.3.4.1 (o) のメンブレンフィルターでろ過し、ろ液をねじ口瓶に移し蓋をして、冷暗所で保管する。

2.1.7　HPLC 用標準溶液の調製

2.1.7.1　200μg/mL 標準原液(標準原液 A)

(a) 分析用電子天秤の上にパラフィン紙を置き,風袋引きした後、薬さじでシプロコナゾール 10mg (100 mg) を量り取り、0.01mg (0.1 mg) の桁まで秤量し、その値を記録する。
(b) 採取した試薬を 50mL (500mL) の全量フラスコに移した後、パラフィン紙を電子天秤の上に置き、0.01mg(0.1mg)の桁まで秤量し、その値を記録する。(a) で秤量した値から、その値をひいたものを秤量した試薬の質量とする。

(c) 移動相を（b）の 50mL（500mL）の全量フラスコに入れ定容した後、よく混ぜてシプロコナゾールを溶解する。シプロコナゾールが溶けにくい場合は水を入れた超音波洗浄器内に全量フラスコを浸けて超音波を発生させ、溶解する。

(d)（c）で調製した溶液の一部または全部を不活性処理済みのねじ口容器に移し、蓋をした後， 5℃以下で保管する。

(e) 使用前に保管庫から取り出し、室温で 120 分以上静置して、よく混和する。

2.1.7.2　20μg/mL 標準原液(標準原液 B)

シプロコナゾール標準原液 A を全量ピペット等で 10mL 採り、100mL の全量フラスコに入れる。次に移動相を用いて定容し，よく振り混ぜ混和する。この溶液の一部または全部を不活性処理済みのねじ口容器に移し、蓋をした後，5℃以下で保管する。

2.1.7.3　40μg/mL 標準溶液

標準原液 A を 200 μL（1000μL）ピストン式ピペットで 200 μL（1000μL）採り、5 mL 試験管等の容器（5mL の全量フラスコ）に入れる。次に、移動相を 1000 μL のピストン式ピペットで 800 μL 採り、5 mL 試験管等の容器に入れ、試験管ミキサー等を用いてよく撹拌する（次に、移動相を 5mL の全量フラスコに入れ定容した後、よく振り混ぜ混和する)。得られた溶液の一部、または全部を 2.3.4.1（q）のカートリッジ式メンブレンフィルター（有効ろ過面積 13 ㎜程度）が装着された 5 mL ディスポーザブルシリンジに移し、ろ液を不活性処理済バイアルに受ける。直ちに HPLC 測定に用いない場合は、5℃以下の冷蔵庫で保存する。

2.3.7.4　20 μg/mL 標準溶液

標準原液 A を 200μL（1000μL）ピストン式ピペットで 100μL（1000μL）採り、5 mL 試験管等の容器（10mL の全量フラスコ）に入れる。次に、移動相を 1000μL のピストン式ピペットで 900μL 採り、5mL 試験管等の容器に入れ、試験管ミキサー等を用いてよく撹拌する（次に、移動相を 10mL の全量フラスコに入れ定容した後、よく振り混ぜ混和する)。得られた溶液の一部、または全部を 2.3.4.1（q）のカートリッジ式メンブレンフィルター（有効ろ過面積 13 ㎜程度）が装着された 5mL ディスポーザブルシリンジに移し、ろ液を不活性処理済バイアルに受ける。直ちに HPLC 測定に用いない場合は、5℃以下の冷蔵庫で保存する。

＊または、標準原液 B の一部、を 2.3.4.1（q）のカートリッジ式メンブレンフィルター（有効ろ過面積 13 ㎜程度）が装着された 5mL ディスポーザブルシリンジに移し、ろ液を不活性処理済バイアルに受ける。直ちに HPLC 測定に用いない場合は、5℃以下の冷蔵庫で保存する。

2.1.7.5　10 μg/mL 標準溶液

標準原液 A を 200 μL（1000μL）ピストン式ピペットで 50 μL（1000μL）採り、5～10 mL 試験管等の容器（20mL の全量フラスコ）に入れる。次に、移動相を 1000 μL のピストン式ピペットで 950 μL 採り、5mL 試験管等の容器に入れ、試験管ミキサー等を用いてよく撹拌する（次に、移動相を 20mL の全量フラスコに入れ定容した後、よく振り混ぜ混和する)。得られた溶液の一部、ま

たは全部を2.3.4.1（q）のカートリッジ式メンブレンフィルター（有効ろ過面積13㎜程度）が装着された5mLディスポーザブルシリンジに移し、ろ液を不活性処理済バイアルに受ける。直ちにHPLC測定に用いない場合は、5℃以下の冷蔵庫で保存する。

2.1.7.6　4 μg/mL標準溶液

標準原液Bを200 μL（1000μL）のピストン式ピペットで200 μL（1000μL）採り、5～10 mL試験管等の容器に入れる（5mLの全量フラスコ）。次に、移動相を1000 μLのピストン式ピペットで800 μL採り、5mL試験管等の容器に入れ、試験管ミキサー等を用いてよく撹拌する（次に、移動相を5mLの全量フラスコに入れ定容した後、よく振り混ぜ混和する）。得られた溶液の一部、または全部を2.3.4.1（q）のカートリッジ式メンブレンフィルター（有効ろ過面積13㎜程度）が装着された5mLディスポーザブルシリンジに移し、ろ液を不活性処理済バイアルに受ける。直ちにHPLC測定に用いない場合は、5℃以下の冷蔵庫で保存する。

2.1.7.7　1μg/mL標準溶液

標準原液Bを200 μL（1000μL）のピストン式ピペットで50 μL（1000μL）採り、5～10 mL試験管等の容器（20mLの全量フラスコ）に入れる。次に、移動相を1000 μLのピストン式ピペットで950 μL採り、5～10 mL試験管等の容器に入れ、試験管ミキサー等を用いてよく撹拌する（次に、移動相を20mLの全量フラスコに入れ定容した後、よく振り混ぜ混和する）。得られた溶液の一部、または全部を2.3.4.1（q）のカートリッジ式メンブレンフィルター（有効ろ過面積13㎜程度）が装着された5mLディスポーザブルシリンジに移し、ろ液を不活性処理済バイアルに受ける。直ちにHPLC測定に用いない場合は、5℃以下の冷蔵庫で保存する。

2.1.8 試料溶液の調製

2.1.8.1 抽出

(a) 木材試料1 gをスクリューキャップにより密栓できる30 mL容のサンプル瓶に0.1 mgの桁まで量り取り、メタノールを20 mLの全量ピペット等で正確に量り採り加える。

(b) スクリューキャップを超音波照射時等における溶媒の揮散がないようにしっかりと閉めた後，サンプル瓶の重さを量り記録する。

(c) サンプル瓶を水の入った超音波洗浄機に浸け,超音波を発生させた状態をのべ2時間継続することで抽出を行う。この際，水温が20℃以上で40度を超えないように管理する（例えば、30または45分ごとに槽内の水を入れ替えるなど）。また、抽出中2～3回、サンプル瓶を激しく振り混ぜる。

(d) 抽出後、サンプル瓶を取り出し、表面についた水をふきとった後、サンプル瓶の重さを測り記録する。(c) の記録と比較し抽出前後の変化を確認する

(e) サンプル瓶内の溶液が十分冷めたことを確認した後、一回激しく振り、5分間静置する。

(f) 静置後、サンプル瓶内の溶液の一部、または全部を2.3.4.1 (p) カートリッジ式メンブレンフィルター（有効ろ過面積25㎜程度）またはガラス繊維ろ紙が取り付けられた30 mLのディスポーザブルシリンジに移し、ろ液を20ま

たは30 mL容のサンプル瓶に受け、これを抽出溶液とする。

2.1.8.2　固相抽出

(a) 固相抽出カートリッジに2 mLのメタノール、2 mLの蒸留水を通液(流速、2 mL/min程度)する。

(b) 1 mLの抽出溶液を1 mLの全量ピペットまたはピストン式ピペットを用いて採り、(a) の固相抽出カートリッジに通液する(流速、2 mL/min以下)。

(c) 3 mLのメタノールを全量ピペットまたはピストン式ピペットを用いて量り採り、(b) の固相抽出カートリッジに通液する (流速、2 mL/min程度)。

(d) 2 mLのメタノール-アンモニア水混液Aを全量ピペットまたはピストン式ピペットを用いて量り採り、(c) の固相抽出カートリッジに通液する (流速、2 mL/min程度)。

(e) 3 mLのメタノール-アンモニア水混液Bを全量ピペットまたはピストン式ピペットを用いて量り採り、(c) の固相抽出カートリッジに通液し、カートリッジからの溶出液を5～10 mLの試験管に回収する。5 mLのプラスチックシリンジ等を用い、固相抽出カートリッジ内の担体に残留するメタノール-アンモニア水混液Bを可能な限り回収する。

(f) (e) で回収した溶液を減圧濃縮乾固または窒素吹付けにより乾固する。

2.1.8.3　HPLC 注入用試料溶液の調製

(a) 1 mLの移動相を全量ピペットまたはピストン式ピペットを用いて採り、減圧濃縮乾固物を再溶解する。不溶物がある場合は、超音波洗浄器を用いて 10秒間程度超音波をかけて溶解させる。溶解後、試験管ミキサー等を用いて十分に撹拌する。

(b) (a) の溶液の一部または全部を2.3.4.1（q）カートリッジ式メンブレンフィルター（有効ろ過面積13 mm程度）が装着されたシリンジでろ過し、不活性処理済バイアルに入れる。これをHPLC注入用試料溶液とする。

HPLC 注入用試料溶液は原則として、調製した当日に HPLC による測定を行う。

当日に測定を行うことができない場合は、5 ℃以下で保存し、調製後3日以内にHPLC による測定を行う。保存した HPLC 注入用試料溶液は、測定日に室温に戻し、転倒混和等によって混合する。

2.1.9 高速液体クロマトグラフ（HPLC）による測定

2.1.9.1　測定条件の設定

HPLC の取扱説明書に従い、以下の測定条件を設定する。

測定条件

(a) カラム（HPLC 用）：2.3.4.2 において指定したもの(13)

(b) ガードカラム（HPLC 用）：2.3.4.2 において指定したもの

(c) 移動相：2.3.6.3において指定したもの

(d) カラム温度：40 ℃

(e) 測定波長：221 nm

(f) 流量：0.5 mL/min（使用するシステムに応じ、分析結果に影響しない範囲で変更可とする（0.4～1.0mL/min））

(g) 注入量：10 μL

＊冷却機能を持つ自動試料導入装置を使用する場合、設定温度は 20℃とする。

2.1.9.2 HPLC の性能確認

測定は、以下の項目について確認した後に行う。

(a) ベースラインの安定性

設定した測定条件で作動させたとき、ベースラインの変動が測定に支障がないことを確認する。

(b) 定量限界

1.0μg/mL 標準溶液を測定したとき、シプロコナゾールのシグナルが、ノイズの 10 倍以上であることを確認する。

ノイズ：ピークの前後におけるベースラインの、ピーク半値幅の 20 倍の間における出力信号の最大値と最小値の差の振れ幅の 1/2 をノイズとする。

シグナル：ノイズの最大値と最小値との中間をベースラインとし、ベースラインからピークトップまでの高さをシグナルとする。JIS K 0124 を参照。

2.3.9.3 測定

(a) HPLC 用標準溶液の測定

標準溶液（1，4，10，20，40 μg/mL）を HPLC により測定する。得られたクロマトグラムについて、データ処理装置により積分を行う。データ処理装置の自動積分機能等によりピーク面積を求める場合は、濃度等によりベースラインの引き方やピークの切り方等が異なることがあるため、クロマトグラムの拡大機能等を用いて積分が適切に行われていることを確認する。積分が適切に行われていない場合は、手動により修正する。

(b) 検量線の作成

2.3.7 において求めた濃度を横軸（x）に、(a)において求めた HPLC 用標準溶液のピーク面積を縦軸（y）にして、原点を含めない直線回帰の検量線（y = a + bx）を作成する。作成した検量線の直線性を目視により確認するとともに、相関係数（R）が 0.995 以上である場合は適切な検量線であると判断し、試料溶液の濃度の算出に用いる。

(c) HPLC 注入用試料溶液の定量

(a) の HPLC 用標準溶液の測定と連続して、 HPLC 注入用試料溶液を HPLC により測定する。標準溶液のシプロコナゾールの保持時間と一致したピークを、シプロコナゾールと同定する。得られたクロマトグラムについてデータ処理装置により積分を行い、シプロコナゾール のピーク面積を求める。(a)の HPLC 用標準溶液と同様に、積分が適切に行われていることを確認し、必要に応じて修正する。また、分析ランの管理として、試料 5 点ごとに標準液（10 μg/mL）を 1 回測定し、シプロコナゾールのピーク面積の最小値及び最大値が平均値（最小値と最大値の和を 2 で除したもの）の 90 ～ 110%であることを確認する。ピーク面積の最小値及び最大値が平均値の 90 ～ 110%の範囲内に入らない場合は、再測定を行う。シプロコナゾールのピークに試料由来の夾雑ピークが近接している場合は、次のとおりとする。

二つのピークの大きさがほぼ等しい場合、ピークの谷から時間軸に下ろした垂線によってベースライン上のピークを二つに分割し、ピーク面積を求める。

大きなピークのテーリング又はリーディングに重なった小さなピークの場合、ピークの谷と大きなピークの裾とを結ぶ接線上の部分をピーク面積とする。

JIS K 0124 を参照。

(b)で作成した検量線を用いて HPLC 注入用試料溶液のシプロコナゾールの濃度（μg/mL）を求める。このとき、HPLC 注入用試料溶液の シプロコナゾール濃度が、2.3.9.3 (a)の標準溶液の濃度を超えた場合は、全量ピペットまたはピストン式ピペット及び全量フラスコを用いて HPLC 注入用試料溶液を標準溶液（40μg/mL）の濃度以下となるように希釈し、再度(a)、(b)及び HPLC 注入用試料溶液の測定を行う。

2.1.10 計算

次式により、木材試料および絶乾木材試料中のシプロコナゾール量（μg/g）を算出する（小数第 4 位を四捨五入し第 3 位まで求める)。計算はパソコンや電卓を用いて行い、計算途中では数値を丸めない。

木材試料中のシプロコナゾール量（μg/g）$=\dfrac{X\times 20}{Y}$

絶乾木材試料中シプロコナゾール量（μg/g）$=\dfrac{X\times 20}{Y\times\left(\frac{100}{100+Z}\right)}$

X：HPLC 注入用試料溶液のシプロコナゾール濃度
Y：抽出に用いた木材試料の量（g）
Z：木材試料の含水率（%）*
*2.3.8 で使用した木粉と同じものを用い、JIS Z　2101 に記載されている方法で測定した含水率。なお、含水率は各試料木粉 1g を使って測定し、反復 2 回で実施し、得られた平均値をもって評価する（小数第 2 位を四捨五入し第 1 位まで求める)。

2.1.11　日本工業規格引用

本手順書において引用された規格は、その最新版（追補を含む）を適用する。

2.2 分析試験方法の予備試験の実施と解析

予備試験の実施を中核研究機関である林産試験場宮内委員から，機関名を付して6機関の委員に依頼した。試験用のサンプルを送付し，手順書に従って分析を進め，平成31年2月28日までに以下に示す報告様式に従って結果を送付して貰った。

加圧処理木材から調製した木粉中のシプロコナゾール（CYP）報告様式

１　試験室名:
２　試料受取の状況
　⑴試料到着時の状態　　□冷凍　□その他(　　)
　⑵試料到着日　　平成　　年 月　　日
　⑶試料の保存状　　□遮光・室温　□その他(　　)
３　標準溶

(1) CYP 標準原液の調製日　　平成　年　月　日

CYP 標準原液の濃度:

(2) HPLC 用標準溶液の調製日　　平成　年　月　日

(3) HPLC 用標準溶液の調製に使った器具について

操作	使用した器具
2.3.7.1	本文記載(黒字)・()内の赤字・その他(具体的に:　　)
2.3.7.2	本文記載(黒字)・()内の赤字・その他(具体的に:　　)
2.3.7.3	本文記載(黒字)・()内の赤字・その他(具体的に:　　)
2.3.7.4	本文記載(黒字)・()内の赤字・その他(具体的に:　　)
2.3.7.5	本文記載(黒字)・()内の赤字・その他(具体的に:　　)
2.3.7.6	本文記載(黒字)・()内の赤字・その他(具体的に:　　)
2.3.7.7	本文記載(黒字)・()内の赤字・その他(具体的に:　　)

4　測定機器

(1) 高速液体クロマトグラフ

(a) HPLC 本体　　メーカー名※1 :＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

機種名※1 : ＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

(自動試料導入装置を使用の場合)

冷却機能 : □ あり □ なし

(b)カラム　　メーカー名※1 : ＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

名称 :＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

粒子径 :＿＿μm　　内径:＿＿mm　　長さ:＿＿＿mm

型 番 ※2 :　　Lot.No.※2 :

(c)ガードカラム　　メーカー名※3 :

名称 :＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

粒子径 :＿＿＿μm　　内径:＿＿mm　　長さ:＿＿＿mm

型番※2 : ＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿　Lot.No.※2 : ＿＿＿＿＿＿

(d)データ処理装置　　メーカー名 :＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

名称 :＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

型番(ﾊﾞｰｼﾞｮﾝ)※2 :＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

5 HPLC測定

(1)　性能確認

(a)　ベースラインの安定性　　□ 安定 □ 異常あり※4

(b)　定量限界

□ HPLC 標準溶液④の CYP のピークシグナルがノイズの 10 倍以上

(2)　ピーク面積の求め方　　□ 全て自動積分 □ 全て手動で修正

□ 一部手動で修正※5

(1)　検量線

(a)　直線性(目視)　　□ 良好 □ 異常あり※4

(b)　相関係数 (R)※6

6　測定結果

(1) 高速液体クロマトグラフ

検量線の作成に用いた標準溶液及び試料溶液の全てについて、クロマトグラム及び

CYP のピーク　面積が分かるものを添付すること。

試料番号				
試験溶液調製日				
HPLC測定日				
試料採取量（g）※9				
試料の含水率（%）				
試料溶液のCYP濃度（μ g/mL）※10				
試料中のCYP含有量（mg/ g）※11				
全乾試料中のCYP含有量（mg/ g）※11				
手順書からの逸脱※8				

試料番号				
試験溶液調製日				
HPLC測定日				
試料採取量(g)※9				
試料の含水率 （%）				
試料溶液のCYP濃度 (μ g/mL)※10				
試料中のCYP含有量 (μ g / g)※11				
全乾試料中のCYP含有量(μ g / g)※11				
手順書からの逸脱※8				

※1　部分的に異なるメーカーの機器を使用している場合は、7に具体的に記入してください。
※2　不明の場合は、「不明」と記入してください。
※3　保護カラムを使用していない場合は、「不使用」と記入してください。
※4　異常があった場合は、その具体的な内容を7に記入してください。
※5　どの測定結果について手動で修正を行ったかを7に記入してください。
※6　相関係数は、小数第4位まで求め、その求めた小数第4位について四捨五入し、小数第3位に丸めた値を記入してください。HPLC 測定が複数日にわたる場合は、値とともに日付を記入してくださ い。
※7　標準原液の CYP 濃度は、有効数字の桁数4桁目まで求め、その求めた4桁目について四捨五入し、有効数字の桁数3桁に丸めた値を記入してください。
※8　手順書から逸脱したものは〇を記入し、その具体的な内容を7に記入してください。
※9　試料採取量は、0.1 mg の桁まで記入してください。
※10　HPLC 注入用試料溶液の CYP 濃度は、小数点第3位まで求めて、その求めた第3位について四捨五入し、小数点第2位に丸めた値を記入してください。
※11　送付した試料木粉中の CYP 含有量を算出してください。試料木粉中の CYP 含有量は、有効数字の桁数4桁目まで求め、その求めた4桁目について四捨五入し、有効数字の桁数3桁に丸めた値を記入してください。

7　その他、お気付きの点があればご記入下さい。

2.2.1共通試料の調整

加圧注入処理材の中央部を含む長さ70㎝程度の材料について、長さ方向に平行で表面から10㎜の範囲の部分を含む板材を切り出した（図1）。加圧注入処理材にはCUAZで処理されたスギ製材、ベイツガ製材、AZNで処理されたスギ製材、オウシュウアカマツ集成材を用いた。各処理材について，切り出した板材をカッター式ミルで粉砕し、目開き2㎜のメッシュを通過したものを木粉試料として回収した。回収した木粉試料を十分に混ぜたのち、4gずつを50mLのねじ口瓶に

入れた。各処理材について30個の瓶を用意した。各ねじ口瓶に番号を振り，1～30がCUAZ処理スギ材、31～60がCUAZ処理ベイツガ材、61～90がAZN処理スギ材、91～120AZN処理オウシュウアカマツ材である。それぞれの条件について30個用意した瓶のうち10個を均質性の確認用に用いた（図2）。残りの20個のうち2個一組として配布用試料とした。手順書に従って分析した結果を用いた均一性の評価結果から、AZN処理スギ材は均一ではないと判断された。また、CUAZ処理スギについては均一と判断されたが再検討の余地が残された。予備試験の実施にあたっては、これらすべての処理材について実施することとした。各機関から提出された加圧処理木材から調製した木粉中のシプロコナゾール（CYP）　報告様式のうち結果の記載の部分について以下に示す。なお、試験機関６は当初予定していた機関が都合により分析できなくなったため、配布用試料の調整と均一性の確認を行った道総研林産試が実施した。以下に，実施機関ごとの分析結果を示す。

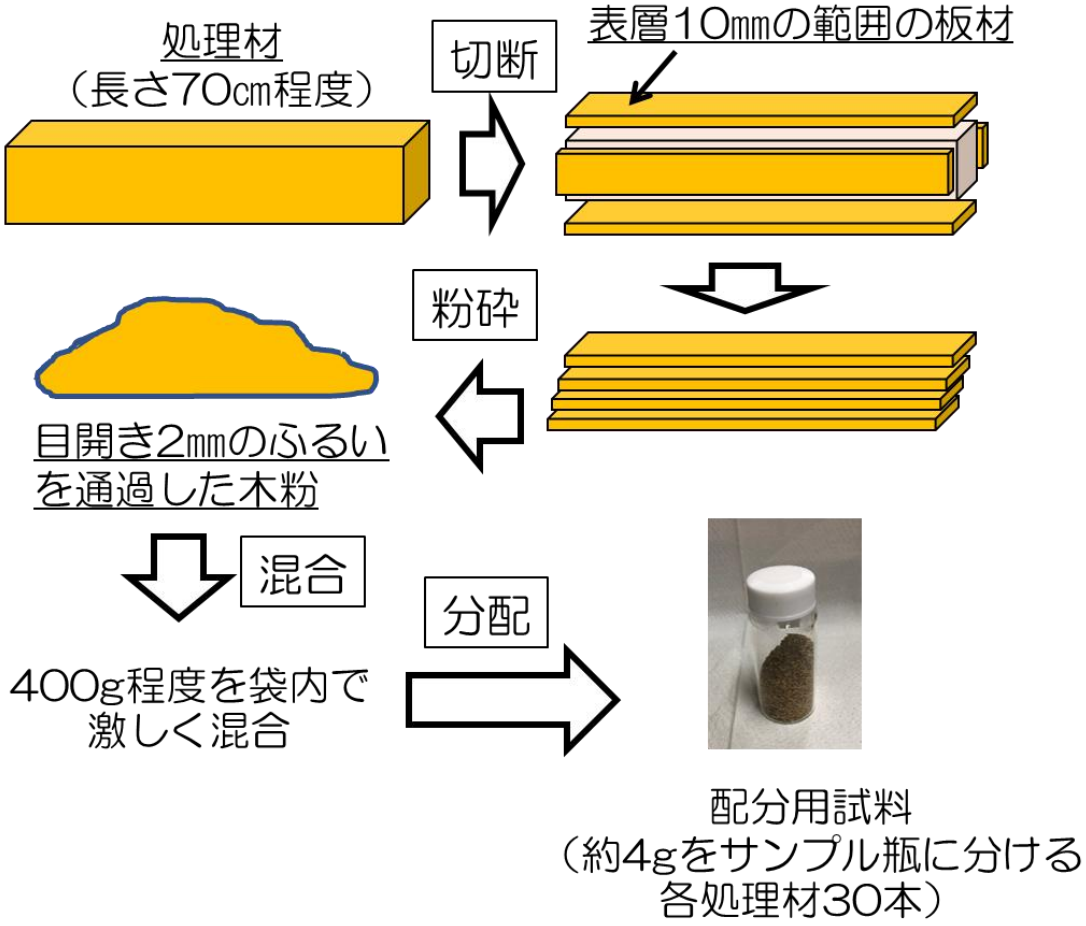


図1　配分用試料の調製

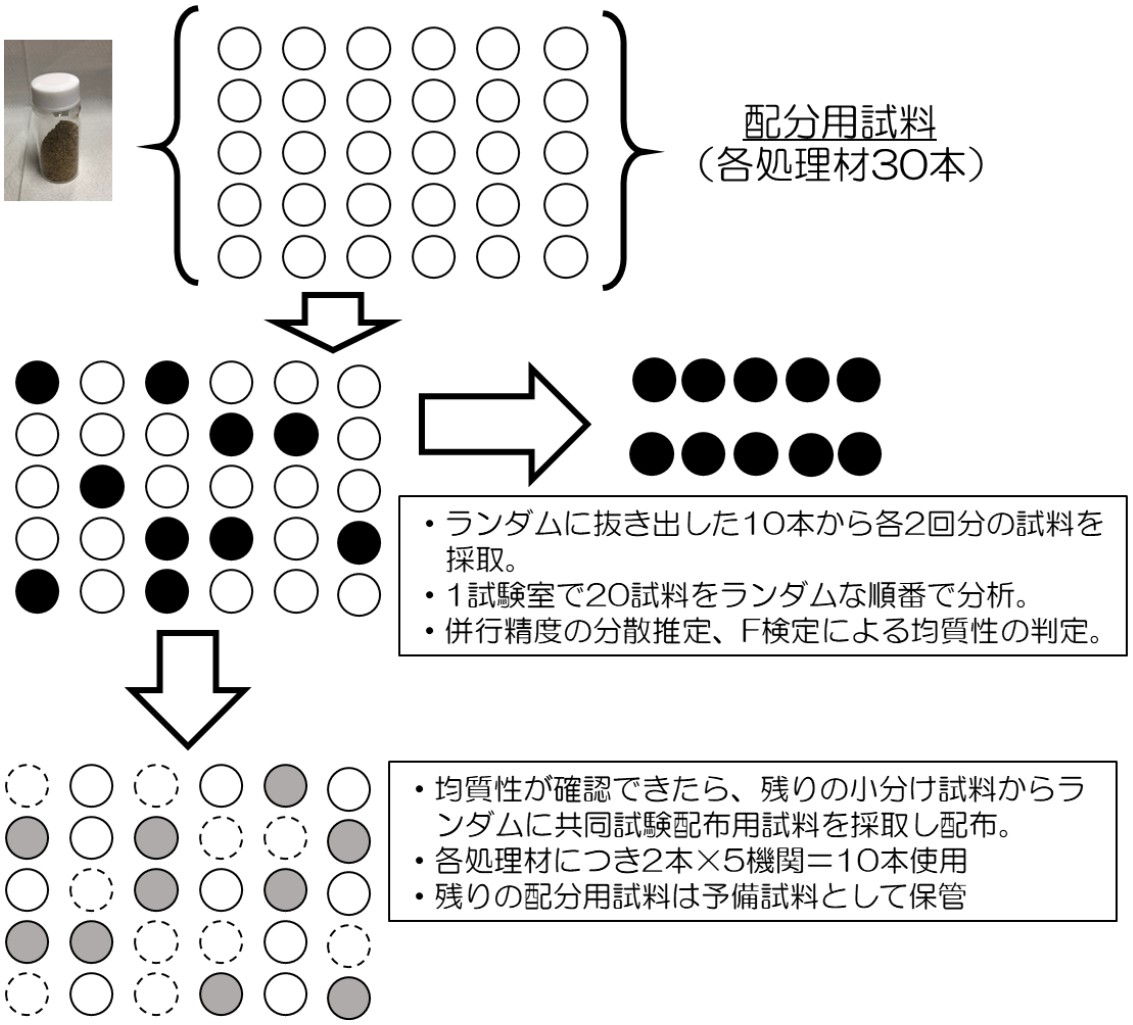


図2　配分用試料の均質性評価と配分方法

実施機関１

試料番号	10	23	48	49
試験溶液調製日	平成31年1月23日	平成31年1月23日	平成31年1月23日	平成31年1月23日
HPLC測定日	平成31年1月24日	平成31年1月24日	平成31年1月24日	平成31年1月24日
試料採取量(g)※9	1.1081	1.0802	1.1065	1.1133
試料の含水率（%）	8.2	8.4	7.4	7.3
試料溶液のCYP濃度（μ g/mL)※10	1.35	1.45	33.75	33.59
試料中のCYP含有量（μ g/ g)※11	24.4	26.9	610	604
全乾試料中のCYP含有量(μ g/ g)※11	26.4	29.1	655	648
手順書からの逸脱※8				

試料番号	70	79	102	109
試験溶液調製日	平成31年1月23日	平成31年1月23日	平成31年1月23日	平成31年1月23日
HPLC測定日	平成31年1月24日	平成31年1月24日	平成31年1月24日	平成31年1月24日
試料採取量(g)※9	1.1002	1.1069	1.1071	1.1040
試料の含水率（%）	7.7	8.2	6.6	6.7
試料溶液のCYP濃度（μ g/mL)※10	1.93	1.91	21.86	21.35
試料中のCYP含有量（μ g / g)※11	35.1	34.4	395	387
全乾試料中のCYP含有量(μ g / g)※11	37.9	37.3	421	413
手順書からの逸脱※8				

※9　試料採取量は、0.1 mgの桁まで記入してください。

※10　HPLC注入用試料溶液のCYP濃度は、小数点第3位まで求めて、その求めた第3位について四捨五入し、小数点第2位に丸めた値を記入してください。

※11　送付した試料木粉中のCYP含有量を算出してください。試料木粉中のCYP含有量は、有効数字の桁数4桁目まで求め、その求めた4桁目について四捨五入し、有効数字の桁数3桁に丸めた値を記入してください。

実施機関2

試料番号	11	12	56	58
試験溶液調製日	2019/1/28	2019/1/28	2019/1/28	2019/1/28
HPLC測定日	2019/1/30	2019/1/30	2019/1/30	2019/1/30
試料採取量(g)※9	1.0001	1.0081	1.0149	1.0135
試料の含水率（%）	7.7	7.7	7.4	7.2
試料溶液のCYP濃度（μ g/mL)※10	1.42	1.40	32.73	31.13
試料中のCYP含有量（μ g/ g)※11	2.85×10^{1}	2.79×10^{1}	6.45×10^{2}	6.14×10^{2}
全乾試料中のCYP含有量(μ g/ g)※11	3.07×10^{1}	3.00×10^{1}	6.93×10^{2}	6.58×10^{2}
手順書からの逸脱※8				

試料番号	62	88	97	107
試験溶液調製日	2019/1/29	2019/1/29	2019/1/29	2019/1/29
HPLC測定日	2019/1/30	2019/1/30	2019/1/30	2019/1/30
試料採取量(g)※9	1.0099	1.0106	1.0044	1.0067
試料の含水率（%）	7.7	7.7	6.3	6.1
試料溶液のCYP濃度（μ g/mL)※10	2.23	2.08	20.96	21.71
試料中のCYP含有量（μ g / g)※11	4.41×10^{1}	4.12×10^{1}	4.17×10^{2}	4.31×10^{2}
全乾試料中のCYP含有量(μ g / g)※11	4.75×10^{1}	4.44×10^{1}	4.44×10^{2}	4.58×10^{2}
手順書からの逸脱※8				

※9　試料採取量は、0.1 mgの桁まで記入してください。
※10　HPLC注入用試料溶液のCYP濃度は、小数点第3位まで求めて、その求めた第3位について四捨五入し、小数点第2位に丸めた値を記入してください。
※11　送付した試料木粉中のCYP含有量を算出してください。試料木粉中のCYP含有量は、有効数字の桁数4桁目まで求め、その求めた4桁目について四捨五入し、有効数字の桁数3桁に丸めた値を記入してください。

実施機関3

試料番号	2	8	31	42
試験溶液調製日	平成31年2月20日	平成31年2月20日	平成31年2月20日	平成31年2月20日
HPLC測定日	平成31年2月21日	平成31年2月21日	平成31年2月21日	平成31年2月21日
試料採取量(g)※9	1.0012	1.0023	1.0011	1.0009
試料の含水率(%)	8.0	8.2	7.5	7.3
試料溶液のCYP濃度(μ g/mL)※10	1.19	1.22	29.47	29.41
試料中のCYP含有量(mg/ g)※11	23.8	24.4	589	588
全乾試料中のCYP含有量(mg/ g)※11	25.7	26.4	633	631
手順書からの逸脱※8	○	○	○	○

試料番号	74	80	103	117
試験溶液調製日	平成31年2月20日	平成31年2月20日	平成31年2月20日	平成31年2月20日
HPLC測定日	平成31年2月21日	平成31年2月21日	平成31年2月21日	平成31年2月21日
試料採取量(g)※9	1.0002	1.0013	1.0008	1.0011
試料の含水率(%)	8.0	8.1	6.9	6.9
試料溶液のCYP濃度(μ g/mL)※10	1.80	1.88	19.35	19.42
試料中のCYP含有量(μ g / g)※11	36.1	37.6	387	388
全乾試料中のCYP含有量(μ g / g)※11	39.0	40.6	413	415
手順書からの逸脱※8	○	○	○	○

※9　試料採取量は、0.1 mgの桁まで記入してください。
※10　HPLC注入用試料溶液のCYP濃度は、小数点第3位まで求めて、その求めた第3位について四捨五入し、小数点第2位に丸めた値を記入してください。
※11　送付した試料木粉中のCYP含有量を算出してください。試料木粉中のCYP含有量は、有効数字の桁数4桁目まで求め、その求めた4桁目について四捨五入し、有効数字の桁数3桁に丸めた値を記入してください。

実施機関4

試料番号	19	24	45	59
試験溶液調製日	平成31年2月25日	平成31年2月25日	平成31年2月25日	平成31年2月25日
HPLC測定日	平成31年2月25日 ～2月26日	平成31年2月25日 ～2月26日	平成31年2月25日 ～2月26日	平成31年2月25日 ～2月26日
試料採取量(g)※9	1.0131	1.0085	1.0263	1.0335
試料の含水率 (%)	7.2	6.2	7.1	6.3
試料溶液のCYP濃度 (μ g/mL)※10	1.31	1.33	30.57	30.97
試料中のCYP含有量 (μ g/ g)※11	25.9	26.4	596	599
全乾試料中のCYP含有量(μ g/ g)※11	27.7	28.1	638	637
手順書からの逸脱※8				

試料番号	65	78	105	111
試験溶液調製日	平成31年2月25日	平成31年2月25日	平成31年2月25日	平成31年2月25日
HPLC測定日	平成31年2月25日 ～2月26日	平成31年2月25日 ～2月26日	平成31年2月25日 ～2月26日	平成31年2月25日 ～2月26日
試料採取量(g)※9	1.0314	1.0278	1.0062	1.0662
試料の含水率 (%)	6.6	6.7	6.8	7.3
試料溶液のCYP濃度 (μ g/mL)※10	1.99	2.00	19.73	20.85
試料中のCYP含有量 (μ g / g)※11	38.6	39.0	392	391
全乾試料中のCYP含有量(μ g / g)※11	41.1	41.6	419	420
手順書からの逸脱※8				

※9　試料採取量は、0.1 mgの桁まで記入してください。
※10　HPLC注入用試料溶液のCYP濃度は、小数点第3位まで求めて、その求めた第3位について四捨五入し、小数点第2位に丸めた値を記入してください。
※11　送付した試料木粉中のCYP含有量を算出してください。試料木粉中のCYP含有量は、有効数字の桁数4桁目まで求め、その求めた4桁目について四捨五入し、有効数字の桁数3桁に丸めた値を記入してください。

実施機関5

試料番号	15	18	40	57
試験溶液調製日	2019/2/7	2019/2/7	2019/2/7	2019/2/7
HPLC測定日	2019/2/14	2019/2/14	2019/2/14	2019/2/14
試料採取量(g)※9	1.0039	1.0089	0.9987	1.0160
試料の含水率(%)	9.1	11.1	6.2	11.6
試料溶液のCYP濃度(μ g/mL)※10	1.89	1.97	34.08	35.22
試料中のCYP含有量(mg/ g)※11	37.6	39.1	683	693
全乾試料中のCYP含有量(mg/ g)※11	41.0	43.4	725	774
手順書からの逸脱※8				

試料番号	76	82	95	101
試験溶液調製日	2019/2/7	2019/2/7	2019/2/7	2019/2/7
HPLC測定日	2019/2/14	2019/2/14	2019/2/14	2019/2/14
試料採取量(g)※9	1.0090	1.0124	1.0011	1.0091
試料の含水率(%)	7.2	11.0	6.7	6.3
試料溶液のCYP濃度(μ g/mL)※10	2.47	2.58	23.86	23.91
試料中のCYP含有量(μ g / g)※11	48.9	51.0	477	474
全乾試料中のCYP含有量(μ g / g)※11	52.4	56.6	509	504
手順書からの逸脱※8				

※9　試料採取量は、0.1 mgの桁まで記入してください。
※10　HPLC注入用試料溶液のCYP濃度は、小数点第3位まで求めて、その求めた第3位について四捨五入し、小数点第2位に丸めた値を記入してください。
※11　送付した試料木粉中のCYP含有量を算出してください。試料木粉中のCYP含有量は、有効数字の桁数4桁目まで求め、その求めた4桁目について四捨五入し、有効数字の桁数3桁に丸めた値を記入してください。

実施機関6

試料番号	7	16	33	39
試験溶液調製日	2019/2/28	2019/2/28	2019/2/28	2019/2/28
HPLC測定日	2019/3/1	2019/3/1	2019/3/1	2019/3/1
試料採取量(g)※9	1.0001	1.0044	0.9805	0.9995
試料の含水率(%)	8.0	8.0	7.1	7.1
試料溶液のCYP濃度(μ g/mL)※10	1.39	1.39	29.66	30.12
試料中のCYP含有量(mg/ g)※11	27.8	27.7	605	603
全乾試料中のCYP含有量(mg/ g)※11	30.0	29.9	648	645
手順書からの逸脱※8				

試料番号	61	81	94	113
試験溶液調製日	2019/2/28	2019/2/28	2019/2/28	2019/2/28
HPLC測定日	2019/3/1	2019/3/1	2019/3/1	2019/3/1
試料採取量(g)※9	1.0012	1.0028	1.0097	1.0178
試料の含水率(%)	8.1	8.1	6.5	6.6
試料溶液のCYP濃度(μ g/mL)※10	2.03	2.10	19.55	19.58
試料中のCYP含有量(μ g / g)※11	40.6	41.8	387	385
全乾試料中のCYP含有量(μ g / g)※11	43.8	45.2	413	410
手順書からの逸脱※8				

※9　試料採取量は、0.1 mgの桁まで記入してください。
※10　HPLC注入用試料溶液のCYP濃度は、小数点第3位まで求めて、その求めた第3位について四捨五入し、小数点第2位に丸めた値を記入してください。
※11　送付した試料木粉中のCYP含有量を算出してください。試料木粉中のCYP含有量は、有効数字の桁数4桁目まで求め、その求めた4桁目について四捨五入し、有効数字の桁数3桁に丸めた値を記入してください。

各機関の結果をプロット（図3）したところ、実施機関５が高い値を出す傾向にあった。この実施機関はいずれの処理材についても一貫して高い値を出す傾向にあり，試験操作上における何らかのバイアスが影響していると考えられた。

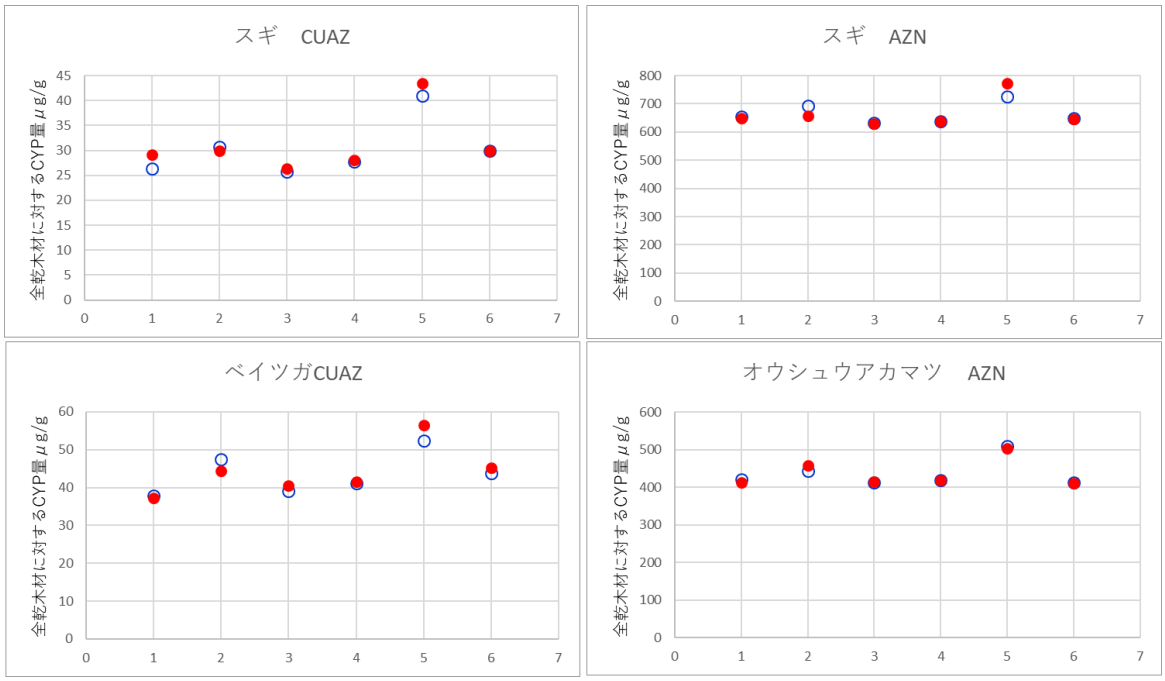
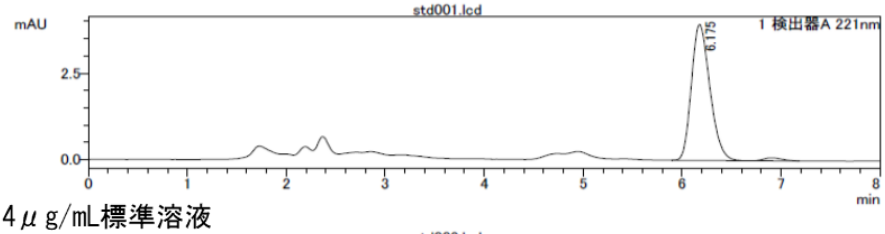


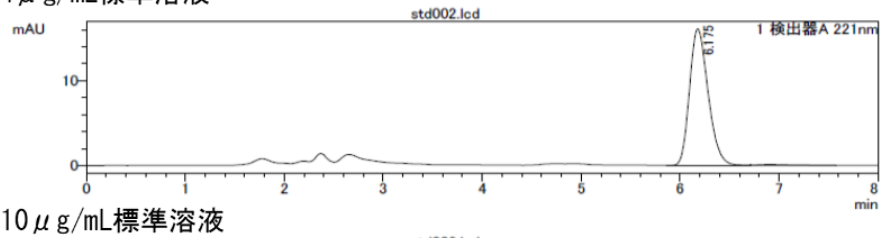
図3　各機関の分析結果

各機関で実施した分析時に得られたHPLCクロマトグラムのうち，標準溶液とCUAZ処理スギ材のクロマトグラムを図4～図9に示す。各機関で実施したクロマトグラムを比較すると，標準溶液の場合も含め、シプロコナゾール以外に視認できるピークの数や大きさなどが異なる。特に，実施機関5のクロマトグラムではCYPのピーク付近に視認できるピークが他の機関よりも多く，HPLC分析試料に含まれる夾雑物の影響が分析結果に影響していると考えられた。また，機関によってシプロコナゾール以外のピークが異なっていた要因について検証することで，分析方法の精度を高めることができると考えられた。

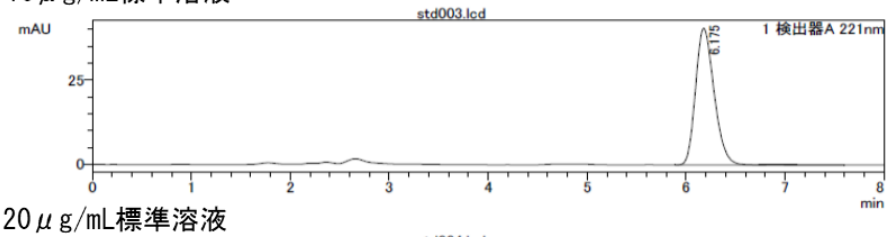
1μg/mL標準溶液



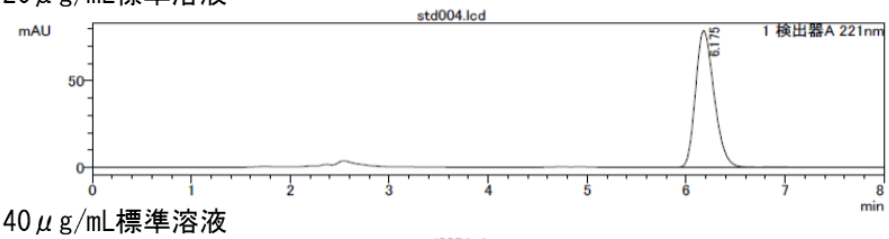
4μg/mL標準溶液



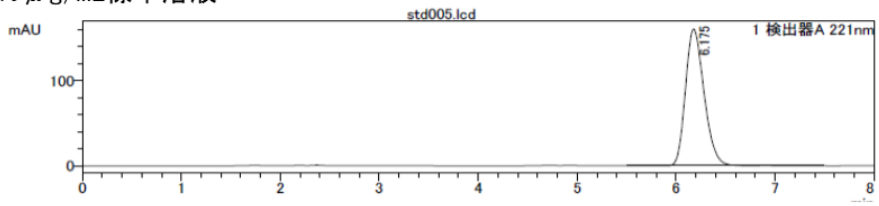
10μg/mL標準溶液



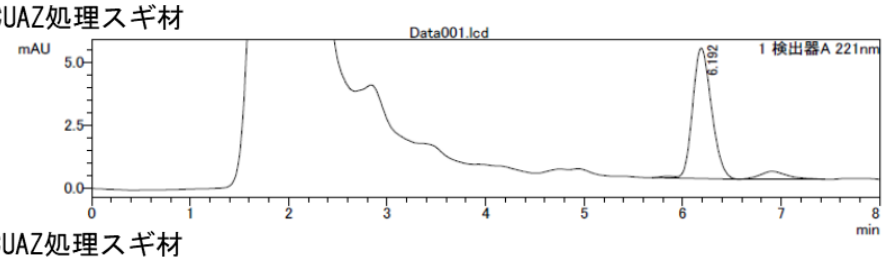
20μg/mL標準溶液



40μg/mL標準溶液



CUAZ処理スギ材



CUAZ処理スギ材

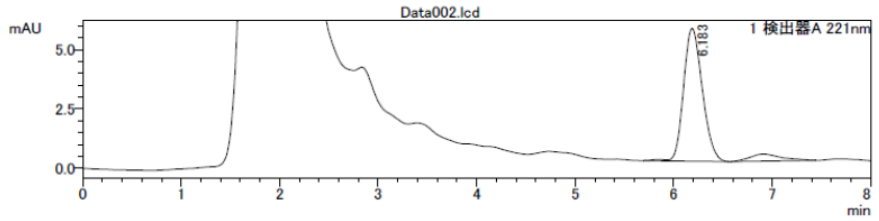


図4　実施機関1のクロマトグラム

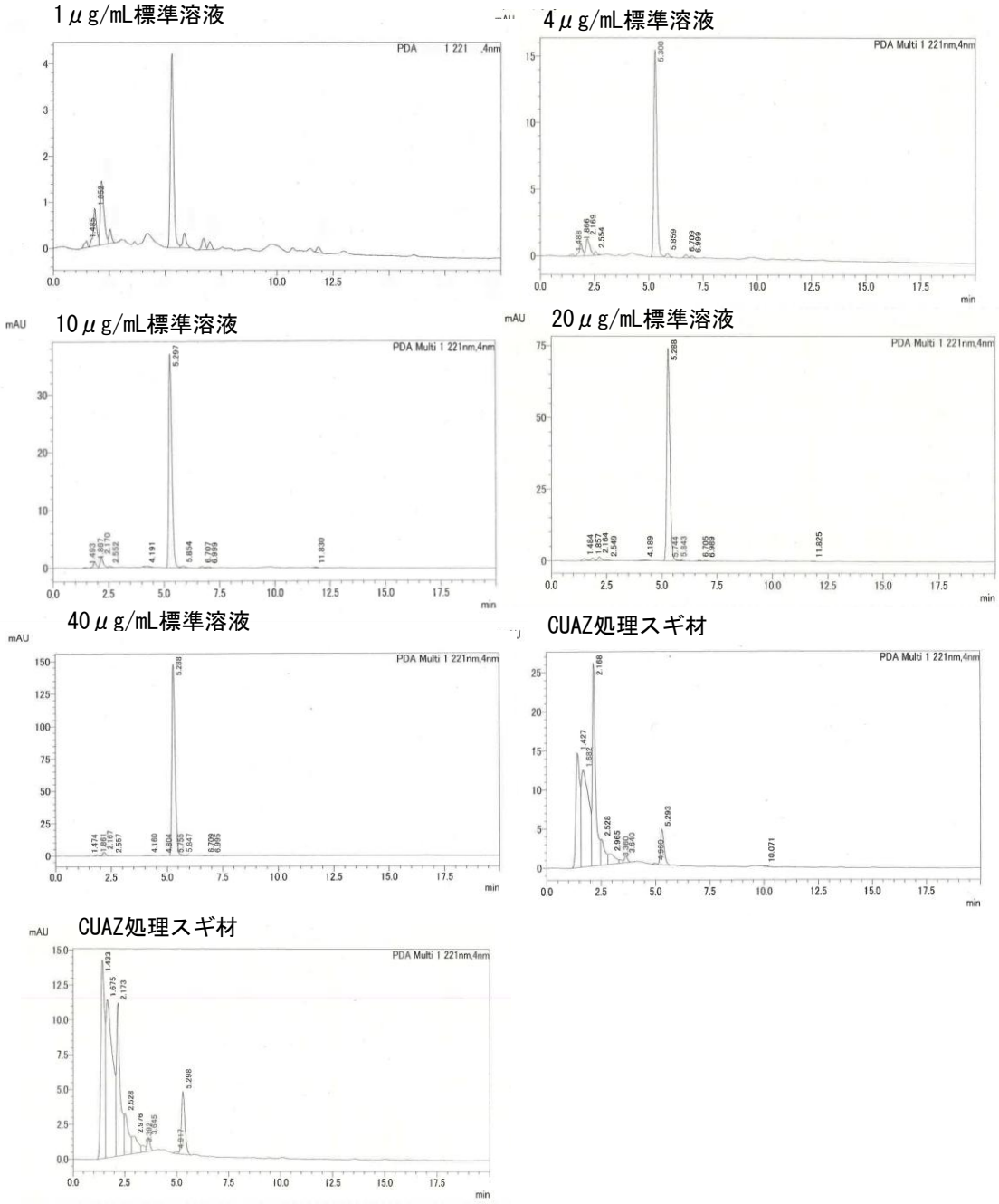
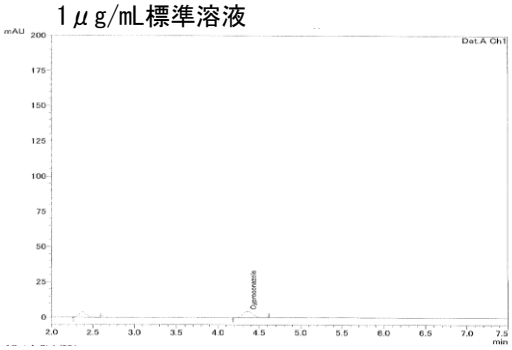
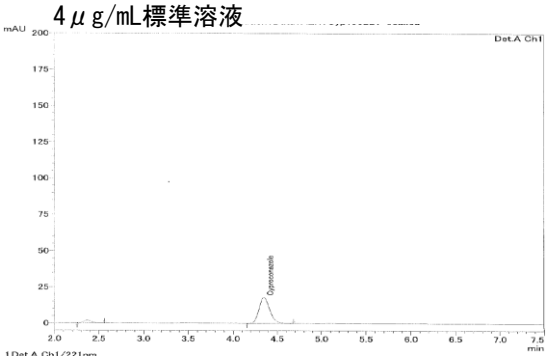


図5　実施機関2のクロマトグラム

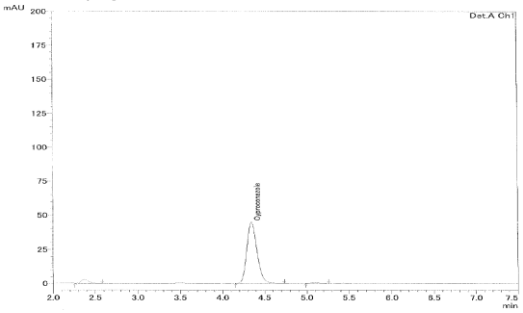
1μg/mL標準溶液



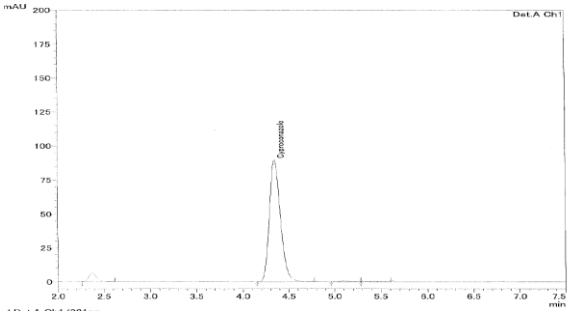
4μg/mL標準溶液



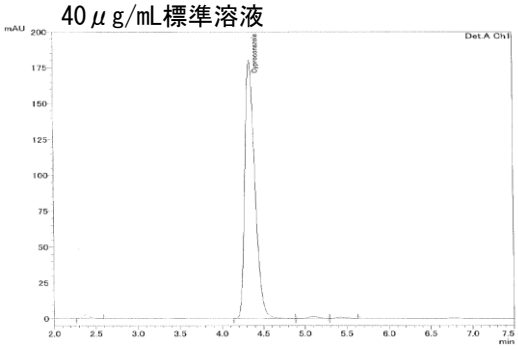
10μg/mL標準溶液



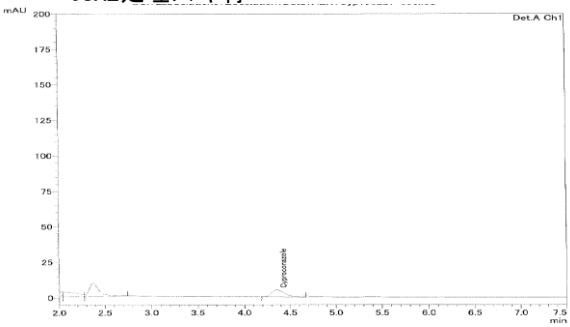
20μg/mL標準溶液



40μg/mL標準溶液



CUAZ処理スギ材



CUAZ処理スギ材

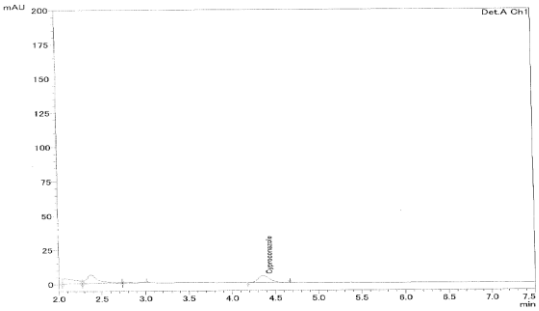
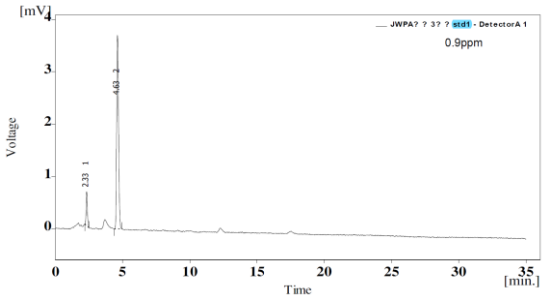
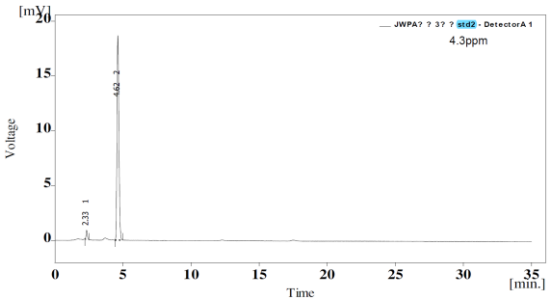


図6　実施機関3のクロマトグラム

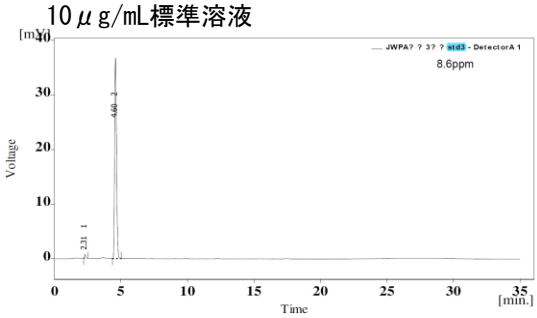
1μg/mL標準溶液



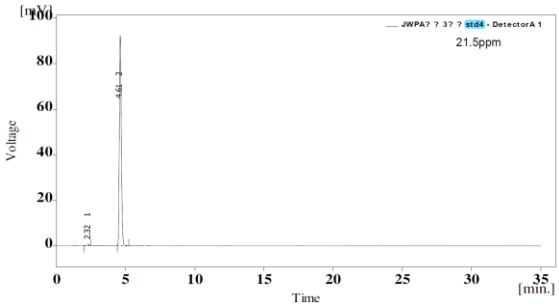
4μg/mL標準溶液



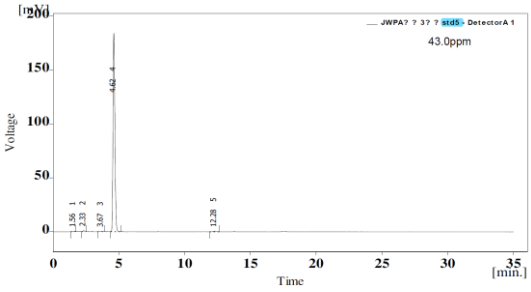
10μg/mL標準溶液



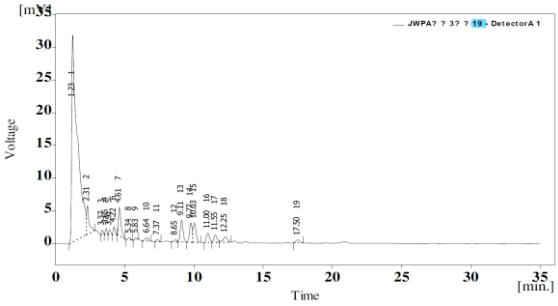
20μg/mL標準溶液



40μg/mL標準溶液



CUAZ処理スギ材



CUAZ処理スギ材

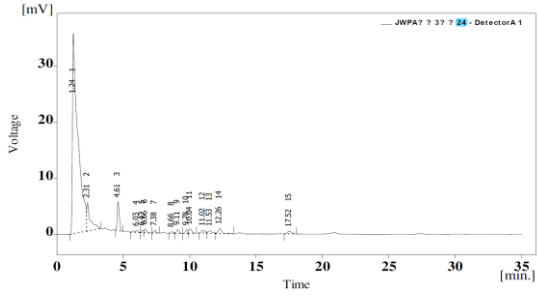


図7　実施機関4のクロマトグラム

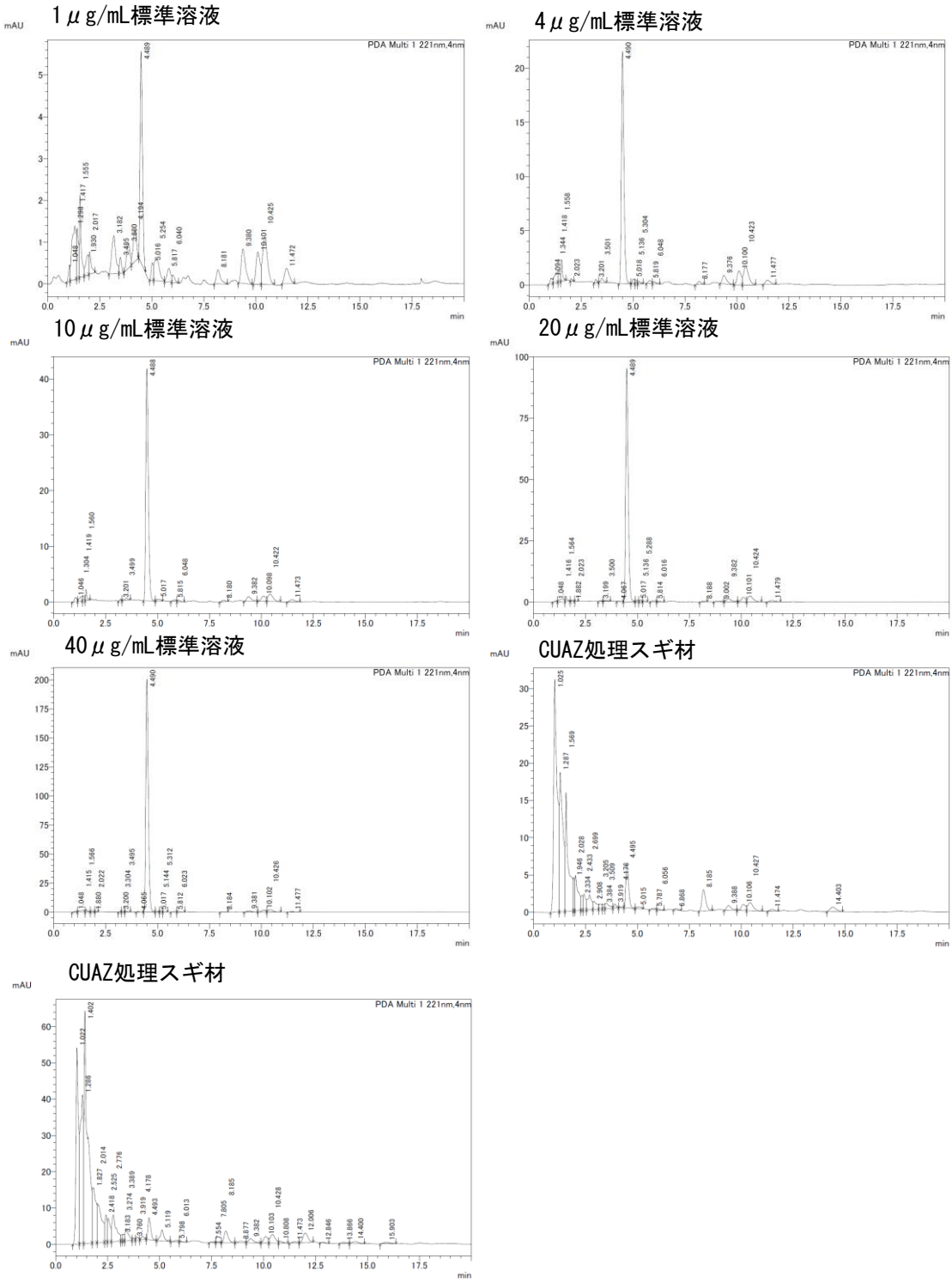


図8　実施機関5のクロマトグラム

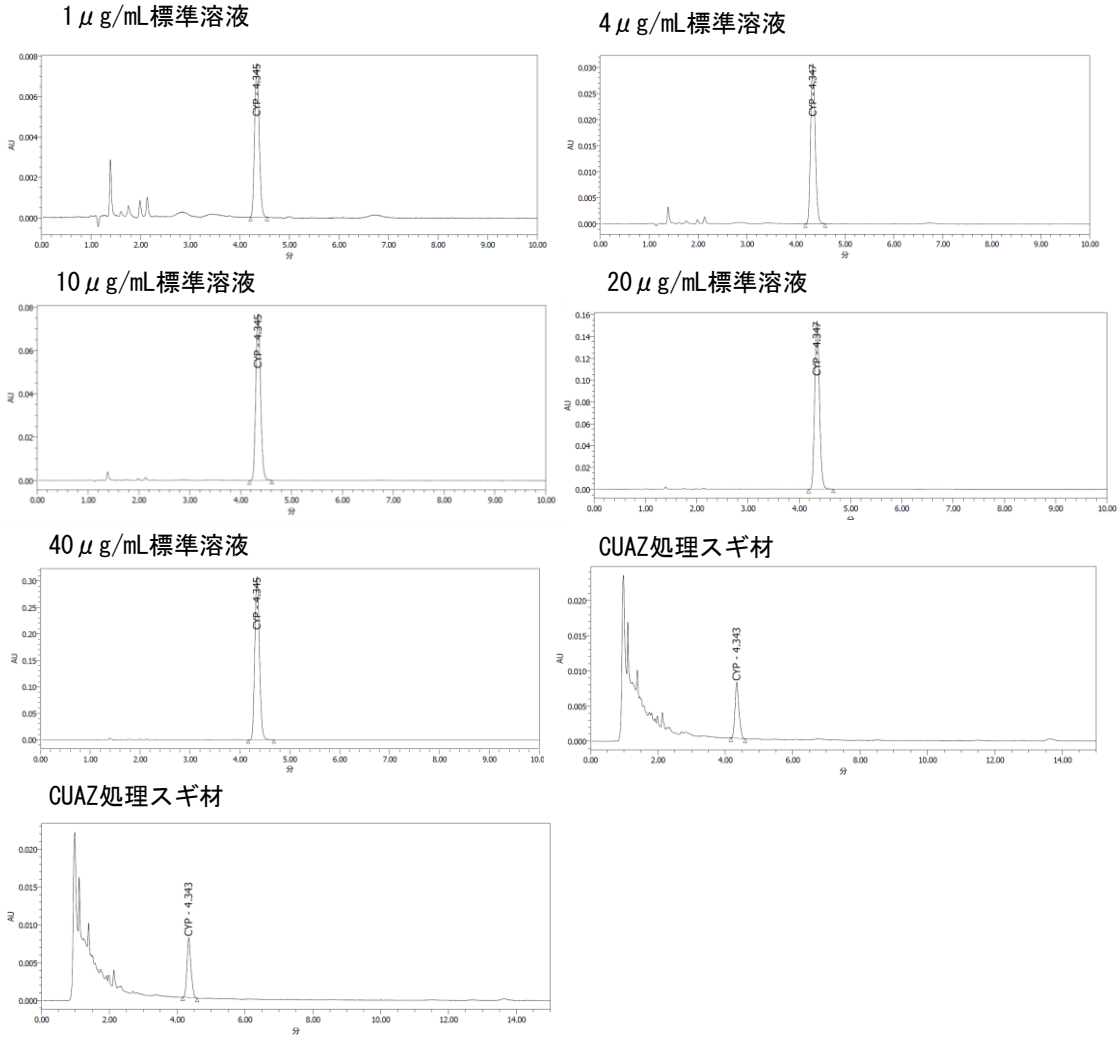


図9　実施機関6のクロマトグラム

2.3　海外（オーストラリア）における妥当性検証の調査

オーストラリア（ニュージーランド）における保存処理木材・木質材料の規格の現状と試験方法に関する規格作成における妥当性の検証について現地調査を行った。調査に当たり，National Centre for Timber Durability and Design Life, University of the Sunshine Coast（木材耐久性・デザインセンター，サンシャインコースト大学）のセンター長 Jeff Morrell 氏に，聞き取り面談・調査箇所の計画の立案をお願いし、以下に工程表を示す。2 月 18 日～20 日の調査には，Morrell 氏に加え国際木材保存会議（本部スウェーデン）の元会長であり，Timber Preservers Association of Australia（オーストラリア木材保存工業会）の参与でもある Jack Norton 氏も同行した。

表１　海外調査のスケジュール

2 月 16 日	成田空港出発（機中泊）
2 月 17 日 ブリスベン泊	ブリスベン空港着 ・CLT（直交集成木材）を用いた高層ビルの視察
2 月 18 日 ブリスベン泊	・Engineered Wood Products Australia（EWPA:オーストラリアエンジニアード木材協会）の Dave Gover 所長と面談 ・AKD softwood 社（製材工業）における EWPA 認定製品の製造について聞き取り ・I-treat 社（木材保存処理業）における EWPA 認定製品の製造について聞き取り
2 月 19 日 ブリスベン泊	・Bunnings 社の大型 DIY 店舗における木材保存処理製品の視察 ・Austral plywood mill 社（合板工業）における人工林木材を利用した製造について聞き取り ・Queensland Department of Agriculture and Fisheries Salisbury Lab（クイーンズランド農水研究所）でのセミナーと討論
2 月 20 日 ブリスベン泊	・Queensland Department of Agriculture and Fisheries Salisbury Lab（クイーンズランド農水研究所）の野外試験場の視察 ・纏めの打ち合わせ
2 月 21 日	ブリスベン空港から帰国

【視察箇所の概要】

・Timber Preservers Association of Australia（TPAA:オーストラリア木材保存工業会）：

事務所は訪問しなかったが，Jack Norton 参与から説明を受けた。オーストラリア・ニュージーランドの木材保存剤の分析に関連する規格は，AS/NZS1605(2018)： Methods for sampling and analysing timber preservatives and preservative-treated timber(木材保存剤と保存処理木材の試料採方法･分析方法)である。規格は 4 部からなっており，Part 1: General requirements, sampling, and determination of sapwood and heartwood presence（試料採取における辺材と心材特定について），Part 2: Determination of preservative penetration by spot tests（浸潤度の測定方法），Part 3: Analysis methods for determination of preservative retention（木材保存剤の吸収量の分析方法），Part 4: Analysis methods for determination of preservative solution concentration（作業液中の薬剤量の分析方法）である。Part 3，4 の分析方法については，例えば銅分析の場合，原子吸光法と ICP 発光分光法では値が違ってしまう，ユーカリ材中の保存剤の分析では

抽出物質の影響がある，等の問題についても提示された。規格は5年に1回の目安で改訂がなされるが，なかなか議論がまとまらない苦労話も有った。

2010年には品質管理システム（Quality system）を導入しようとしたがコストの問題から実現していないという事であった。同規格における薬剤の分析方法については，妥当性の確認のための共同試験は行われていないそうである。分析方法は，木材保存剤のメーカーが提案する方法，或はAWPAの方法を踏襲する事が通常の様である。木材保存剤のメーカーは，薬剤を販売することには勢力を割くが，良い保存剤処理製品を作ること（保存剤の分析方法を含めた品質管理）はあまり考えないという事も，品質管理システムが進まない要因の様であった。

規格に従って製造された保存処理木材製品について，国の認証制度はないが，TPAAが第三者機関としてのIndependent Verification Services(第三者認証サービス)と共にQuality Assurance Program（保存処理製品認証プログラム）を運営している。TPAA では，保存処理木材製品についての理解を促進するため，ウェブで技術書を示しており，1.認証マーク，2.ハザードクラス，3.辺材と心材，4.擁壁用のCCA,5.耐久性レベル，6.木材保存剤の種類，7.木材保存剤とハザードクラス，8.製品の廃棄，9.火災時の危険性と焼却，10.果樹園の支柱，11.適切な使用，12.保存処理材の勧め，13.薬剤の種類と番号である。薬剤は，日本では使用されなくなったCCA（銅・クロム・ヒ素系木材保存剤）が主体であり，クレオソート，ナフテン酸銅，ナフテン酸亜鉛，CuAz，ACQ,アゾール系，ピレスロイド系,ネオニコチノイド系等が13のリストに挙げられている。TPAAの収入は，会費と認証費が主であり，会費は保存剤メーカー大手6000AU$,中規模5000$,小規模3000＄，企業250＄，準会員（個人など）110＄であり，認証費は1件につき110$であった。TPAAは，認証製品について工場における品質管理の検証を義務付け，その検査体制を有している訳では無い様であることから，認証費が7万円程度と安価なのだろう。オーストラリアに参入している保存剤メーカーには，上位からLonza社，Koppers社，Kop-Coat社，TimTechChem社，Osmose社等があるとのことであった。

海外から新規薬剤を導入する場合は，木材保存剤にあってもAustralian Pesticides and Veterinary Medicines Authority（オーストラリア農・獣薬機関）の規制を受け認可が必要となる。例としては，CCA保存剤の用途の規制やアゾール保存剤の接地条件での使用禁止が有るとのことであった。

・Engineered Wood Products Association of Australia (EWPAA:オーストラリアエンジニアードウッド協会)：

EWPAでは所長のDave Gover氏と面談し，試験・分析施設を視察した。EWPAA

は，接着製品（合板や集成材）や構造材の認証を行っているが，保存処理木材製品の認証は行ってはいない。EWPAA の製品認証のマークは，オーストラリア政府 IP(知的財産)部署により与えられている。認証のレベルは，ISO/IEC17067:2013" Conformity assessment -- Fundamentals of product certification and guidelines for product certification schemes "(適合性評価-製品認証の基礎及び製品認証スキームのための指針）での製品認証スキームのタイプ１～５の中の５（生産現場から市場までの間，又は両方から定期的に製品検査し，且つ生産プロセスの定期的評価/マネジメントシステムの監査）を採用している。そのため，試験・分析施設にはホルムアルデヒド放散量測定装置（各種デシケータ法），促進劣化と接着強度測定装置，材料試験機などが設備され各種サンプルが試験されていた。

政府による輸入品のコントロールが緩くなり，国内の工場に対する規制（specification）も緩くなっている。国による規制よりも自主的な規制（self-regulation）の方が望ましいとの事であった。

写真１　EWPAA 施設内に置かれたデシケータ中の試験体(左)と集合写真(右，左端が Gover 氏、右端が Morrell 氏，Norton 氏提供)

・AKD softwood 社（製材工場）：従業員は 1200 名で，原木使用量は各工場（6 製材工場）の合計で 2.3 百万 m^3 である。人工林育成に力を入れており，9000ha の植林を終え，拡大中である。使用樹種はカリビヤマツが中心で，樹齢は 26～30 年，丸太の直径は 12~40cm であり，36~40cm の大径材は選別している。年輪幅は平均で 4mm 程であり，2~8mm の幅があった。40m^3 積載のトラックで 50 台/日の入荷が有る。製材は 3D 計測して最適な木取を行い，歩留り向上を目指し 56%である。ガンマ線透過による密度推定，及び打音による強度推定を工程に組み込んである。製材品のサイズは，90×35×4800mm が主体で，材長は，5400, 6000, 8000mm と様々であった。チッパーキャンターでチップを製造（推定毎秒 10L 程）し，木くず焚きボイラー（10MW と 8MW）による木材乾燥（1 機は 40m^3 で台数とスケジュールは不明）を行っている。乾燥は含水率 12%目標となっている。1 日に 14 体の製品を破壊検査し，強度データを得て，打音による非破壊検査の強度推定値の精度向上に役立てており，強度等級区分の精度

を挙げていた。プレーナーは，カナダ・ケベックの gilbert システムを導入している。本表面処理は envelop treatment と称し，木材の表面を浸漬或はスプレーにより薬剤で覆うことで耐シロアリ性能を発揮するという事で，オーストラリアでは住宅用部材として普遍的な保存処理方法であった。

写真 2　AKD の土場　（左）と表面処理材製造ライン（右）

・Bunnings Warehouse 社の大型 DIY 店舗：

オーストラリア資本で DIY では最大手である。尋ねた店舗は大型で，店内に車が入って購入基材を直接積み込むことが出来る。保存処理木材も多く売られていた。CCA 処理材は，150×25mm・4.8m 材で 18.16A$，140×45mm･6m 材で 49.44A$，A$190×45mm･6m 材で 65.70A$の価格であった。ハザードクラス H2 用の浸漬（スプレー）処理材（認証材か不明）は，90×35mm・6m 材で 29.16A$，90×35mm･5.4m 材で 26.24A$であった。一方，Stora Enso 社のスウェーデン産スコットパイン無処理材は，90×35mm･3.6m 材で 12.17A$，90×35mm･2.4m 材で 8.11A$，90×35mm･4.8m 材で 16.22A$であった。
保存処理材のマークとしては，“CCA H4 by Future Wholesale Timber”(薬剤名 ハザードクラス 製造会社)，“038 64 H3”（Lumber One Limited 社 プロピコナゾール+テブコナゾール+パーメスリン ハザードクラス 3）などが有った。後者は，記載様式が TPAA 認証に合致していた。その他，398　01　H4 や 485 84　H3 や 049　64　H3 の認証表示を付けた製品が見られた。また，EWPAA の製品認証についての宣伝パンフも置かれていた。オーストラリアでのマークの認知度は不明であるが，簡易で分かり易い記載では有った。

写真 3　店頭に並ぶ CCA 処理材（左）と 表面処理材（右）

・(Mitre 10 home & Trade 社の小さな DIY：

商品に見られた TPAA 認証マークは，467　64　H3 でニュージーランドのラジアータマツ，441　89　H3 Gold coast ラジアータマツがあり，別と思われる認証として T2 Blue Brisbane HYNE Timber Grade MGP 10 があった。

写真 4　保存処理木材陳列棚（左）と TPAA 認証マーク（右）

・Austral plywood mill 社（合板工業）：

フープパイン（*Araucaria cunninghamii*）は落ち着いた色調でプレミアムな材料であると認識されていた。樹齢 40~50 年で平均直径 40cm の原木が 50m³/日入り，2 回挽きをしていた（性質の良い外側の材を分けて使うため，あえて面倒な工程に）。外周部からの単板は合板のフェースに，樹心部側の単板は合板のコアに使い分けていた。剥き心は 12cm までとし，端材として外部に売却していた。

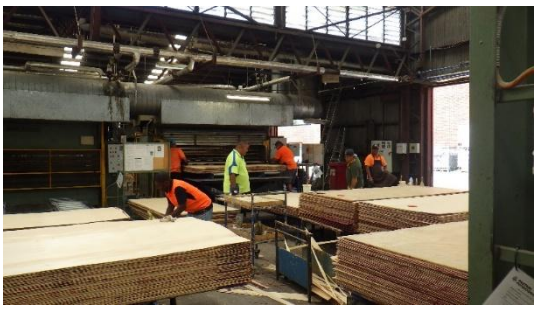


写真 5　土場に置かれた合板原木の剥き心（左）と工場内プレス装置（右）

・I-treat 社（木材保存処理工場）：

CCA の加圧注入処理は，年代物の注薬缶を使ってハザードクラス 6 の処理，及び住宅用部材のハザードクラス 2 の防蟻処理としてパーメスリンの LOSP（Light organic solvent preservative：灯油等の有機溶媒に薬剤を溶解し減圧注入後に溶媒を揮散させる）処理（15 分の真空で 1 サイクルの 2 つを半々の割合で行っていた。後者は Kop-Coat 社 Tru-Core 法を採用しており，製品には 488 70

H2 （左から Treatment plant No. Preservative Code No. Hazard Class で Company Name は Optional)の TPAA 認証マークがあった。政府による保存処理工場に対する環境的な規制としては，工場にはコンクリートのタタキと屋根が必須であること，注薬缶が破損して全ての薬剤が流出することを想定し薬液量の 1.2 倍のピットが必要であること，周辺への銅の排水基準は水道水に含まれる銅の基準値以下であること等，その厳しさが説明された。

写真 6　LOSP 減圧注入装置（左）と表面処理装置（右）

・Queensland Department of Agriculture and Fisheries Salisbury Lab（クイーンズランド農水研究所）：

研究所の一室にてセミナーが行われ，研究所員，留学生，企業技術者，コンサルタントなど 20 数名が参加し、先ず，山本が「日本の木材保存の概要」を，続いて宮内が「規格に規定された木材保存剤の新しい分析方法」を示した。宮内委員による「木材保存剤の新しい分析方法」は，樹種による抽出成分の悪影響を除去できる方法であるため，大きな関心を呼び，英語の手順書を示して欲しいなど反響があった。更に，共同試験をするのであれば国際的にすることに意義があるとの意見が有った。

その後，研究所の実証レベルの充実した研究・製造施設を見学したが，数年前から予算削減で十分な実験が出来ない状況であるとのことであった。翌日は，付属の野外の木材暴露試験場を見学した。試験されている木材試験体の多くは国際共同研究(ドイツ・マレーシア・アメリカなどの参加)のものであり，国際性に関して日本との相違を実感した。

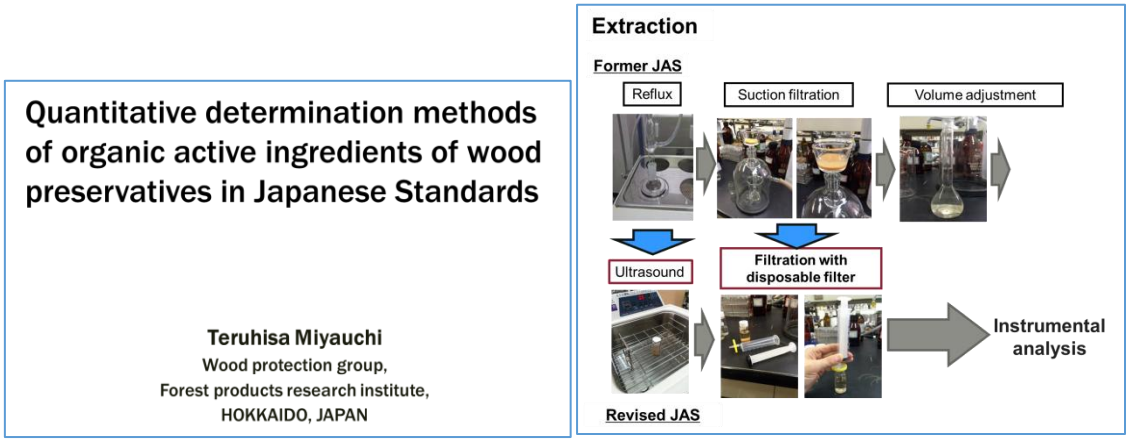


図 10　宮内委員のプレゼンのタイトル（左）と新しい試験方法の抽出方法の特徴を説明するスライド（右）

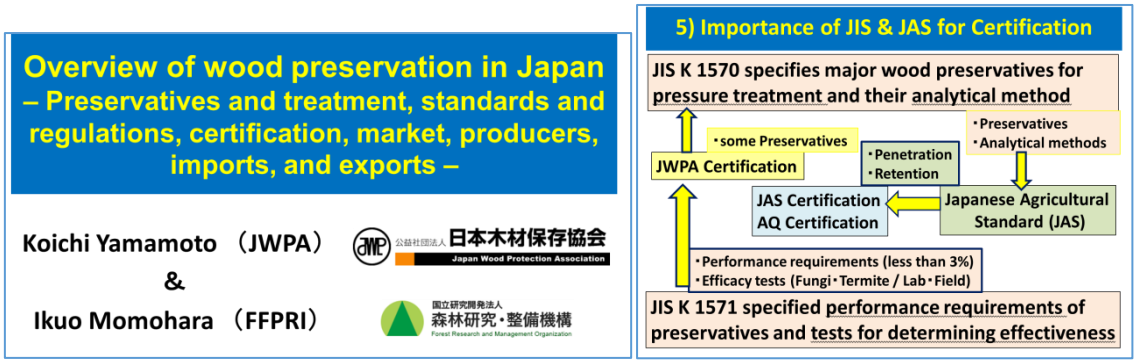


図 11　山本委員のプレゼンのタイトル（左）と JIS・JAS 規格の製品認証に対する重要性を説明するスライド（右）

写真 7　講演する山本氏（左）と宮内氏（右）

写真 8　研究・製造施設（左）と野外木材暴露試験場（右）

【妥当性検証の共同試験についての論議の内容】

Morrell 氏と Norton 氏からは，妥当性を検証するための共同試験を国際レベルで行うことは重要である。理由としては，木材保存業界には分析の専門家が少ない事，分析を妨害する抽出物質等の問題は汎用性がある事，科学的に規格をより良くすることは重要である事，等が挙げられた。そのためには，手順書を英語にし，国際会議で発表し，参画機関を募ることが必要であり，そのことを強く求められた。予想される機関は，Oregon State University（オレゴン州立大学），Mississippi State University（ミシシッピ州立大学），Michigan Technological University(ミシガンテック)，FPInnovations(カナダの三セク林業研究機関)，Scion(ニュージーランドの三セク林業研究機関)，Hamburg（関連した大学），Lonza(企業), Viance (企業) , Kop-Coat(企業)などが候補であるとのことである。帰国後，カナダで 2019 年 5 月に開催される第 50 回国際木材保存会議にて口頭発表することを決め，下記のタイトルで論文を投稿した（要旨のみ掲載)。日本木材保存協会の第 35 回年次大会に於いても「JAS 法改正に即した木材保存剤分析方法の規格化に向けた取り組み」のタイトルでポスター発表を予定している。

****

Improvement of analytical methods of wood preservatives and its validation with collaborative testing

Miyauchi Teruhisa[1], Yamamoto Koichi[2], Shota Nishizawa[3], Akabori Yuichi[3], Ikeda Manabu[4], Eisawa Junji[5], Kambara Kohei[6], Osawa Tomoko[7], Igarashi Chikai[8], Baba Yosuke[9], Ohmura Wakako[6], Shimizu Masanaga[10], Samejima Masahiro[11]

[1] Forest Products Research Institute, Hokkaido Research Organization, Nishi-Kagura, Asahikawa, Japan
[2] Japan Wood Protection Association, 4-2-5 Toranomon, Minato, Tokyo
[3] Dainihon Wood-Preserving Co., Ltd., 1-3-17 Chidori, Minato, Nagoya, Japan
[4] Xyence Co.,Ltd., 2208 Naganuma, Isesaki, Gunma, Japan
[5]Japan Plywood Inspection Corporation, 2-11-33 Yatsuka, Souka, Saitama, Japan
[6] Forestry and Forest Products Research Institute,1 Matsunosato, Tsukuba, Ibaraki, Japan
[7] Japan Housing and Wood Technology Center, 3-4-2 Shinsuna, Koutou, Tokyo, Japan
[8] Kanematsu Sustech Corporation, 5-4-6 Kashiwanoha, Kashiwa, Chiba, Japan
[9] Nishinomiya Research Center, SC Environmental Science Co., Ltd, 2-123 Tsumoniida-machi, Nishinomiya, Hyogo Japan
[10] Japan Lumber Inspection and Research Association, 2-4-3 Nagatacho, Chiyoda, Tokyo, Japan
[11] Graduate School of Agricultural and Life Sciences, The University of Tokyo, 1-1-1 Yayoi, Bunkyo, Tokyo, Japan

ABSTRACT

This discussion paper presents on-going collaborative test of analytical methods of wood preservatives according to the standardization process of Japan Agricultural Standard (JAS) by the Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries (MAFF). Food and Agricultural Materials Inspection Center (FAMIC) in close cooperated organization with the MAFF, has wide range of tasks about inspections and analyses of agricultural, forestry, and fishery products. FAMIC responsible for processes of the revision and enactment of JAS. The process basically follows the AOAC (Association of Official Agricultural Chemists), namely “Official methods of analysis of AOAC INTERNATIONAL”. Developed analytical procedures for cyproconazole by the research group in Japan Wood Protection Association (JWPA) has been validated from the viewpoint of both repeatability and reproducibility in the process of pre-test before the collaborative test will start. Pre-test includes confirmation of uniformity of wood flour samples obtained from commercially impregnated timber with CUAZ or AZN, and small scale pre-collaborative test by 5 or 6 testing organizations. After the evaluation of pre-collaborative test, our group commences the collaborative test required by JAS.

Key words: standards, collaborative test, analytical method, wood preservatives, repeatability, reproducibility

****

表 2　オーストラリアにおける保存処理規格についての調査票

Certification system of wood preservatives and treated wood (木材保存剤や保存処理材の認定の仕組み)	Case in Japan: JWPA certifies mainly preservatives, then HOWTEC certifies treated wood as AQ (Approved Quality) using the preservatives registered by JWPA. When the AQ products becomes popular, it obtains JAS **Case in Australia:**
Process of certification (認定に必要な手続)	Case in Japan: 2 tomes of on-site test in the company required to confirm performance of products. Criterion are on the up-take and penetration of preservatives. **Case in Australia:**
Inspection items in periodic quality control of certified products （認定材の定期検査項目）	Case in Japan: Absorbance (kg/m^3) and penetration area (%) within 10mm depth **Case in Australia:**
Inspection organizations （認定の検査機関） Third party？How many? （第三者機関？　何機関か？） How many inspections? （検査の回数？）	Case in Japan: JAS=3 Organizations: J. Plywood Inspection Corporation, J Lumber Inspection & Research Association, Hokkaido Lumber Inspection Corporation AQ=same as JAS 2 tomes/year in AQ. Every month in JAS. **Case in Australia:**

Kinds of certified commodities in wood protection area （認定されている保存処理木材製品の種類）	Case in Japan: Treated pre-cut timber Treated timber (foundation) Treated exterior wood　(mainly round wood) Treated glue-lam Treated plywood Resin treated Thermal treated in AQ **Case in Australia:**

第３章　今後の課題

3.1　共同試験の円滑な推進とスケジュールの具体化

JAS 規格に規定された製材品においては、既にジデシルジメチルアンモニウムクロリド剤、銅・Ｎ－アルキルベンジルジメチルアンモニウムクロリド剤、銅・シプロコナゾール剤、シプロコナゾール・イミダクロプリド剤など様々な木材保存剤の「試験方法」（浸潤度試験と吸収量試験）が定められ，平成 29 年には集成材，合板，LVL についても、木材保存剤の規定が製品毎に示された。保存処理に用いられている木材保存剤の製品対象は今後とも多様化し、従来の JAS 規格による「試験方法」では、正確な分析が困難な事例が増加しているため，これまで製品毎に規定されてきた「試験方法」を、各製品に対応できる汎用的な「分析方法」に統合し、「分析方法」の JAS 化に向けた対応を平成 29 年度と 30 年度の「新たな種類のＪＡＳ規格調査委託事業」で進めてきた。平成 29 年度では，事業実施期間の制約が有り，FAMIC が示している JAS 分析方法の妥当性試験として AOCA が求めるガイドラインの明確化，実施項目「事前確認と準備」に位置付けられる仮手順書の作成，参画試験室による研修的「予備試験」の実施を行うに留まった。平成 30 年度では，5 機関による本「予備試験」を行い，結果の分析を行うことが出来た。

「木材保存剤の分析試験方法」の新たな JAS 規格化においては，FAMIC が示している JAS 分析方法の妥当性試験のための共同試験（AOAC ガイドラインに準拠）が求められている。それに応えるには，数多くのハードルが存在する。そのハードルとしては、従来の共同試験が AOAC の共同試験ガイドラインに沿っていなかったこと、共同試験では手順書（プロトコル）に従うことが挙げられる。共同試験は，最低 8 試験室で行うことが求められているが，外れ値の削除を考慮すると 12 試験室は必要となる。木材保存に係る公的研究機関が限られているこ

とから、試験室数の確保は現実的には容易ではない。

本事業では，共同試験のための予備試験を 5 か所で行なった。手順書により細部にわたる器具・測定装置や実験操作の指示を行ったが、機関によって所有する器具が異なっていたことに合わせて修正が必要となった。また，これまでの分析業務では行っていなかった操作などもあったため，参画機関の意見を取り入れた修正を行う必要があり，予備実験を行うに至るまでに時間を要した。修正を加えた手順書に従って実際の作業を各機関で実施したが，作業中に手順書の不具合などに気づくこともあった。これら予備実験を行うことで明らかとなった課題について整理し，本実験を進めていく必要がある。また，固相抽出法の操作などについては，その成否が実験者の力量に左右されるも場合があるため，手順書に記載の実験操作については熟度を高めるための工夫が必要になると考えられる。また，配布用試料の均一性を上げる手段として，ふるい分け等により粒度分布の狭い調製方法の検討などが必要になると考えられる。

平成 30 年度の本「予備実験」の結果を基にし，平成 31 年度からは「本実験」である共同試験を継続的に推進して行かなければならない。共同試験では「木材保存剤の分析試験方法」の妥当性を保証するため，樹種×濃度×製品種(製材品・集成材・合板・LVL など)×繰り返し数の掛け合わせによる試験数が膨大となることから，必要最低限の試験数に絞り込む論理性が求められる。作業を無駄にしないためには，妥当性確認委員会を公正な立場で設置し，節目，節目で外部評価を受け適切なアドバイスを得ることが必要である。今後の共同試験の推進と並行して，シプロコナゾール以外に想定される改訂が必要であろう「木材保存剤」種の決定，及び妥当性検証についても考えて行く必要がある。2021～2 年頃の JAS 調査会を想定し，今後は、「木材保存剤」全般について「木材保存剤の分析試験方法」を取り纏めて行く具体的なスケジュールが求められる。

3.2　海外情報の把握

新たに整備されるであろう JAS 体系の中で、「木材保存剤の分析試験方法」が JAS 規格化されれば、各種の保存処理木材製品がより広く社会的に利用される基盤となる。聞き取りによると世界的には，「木材保存剤の分析試験方法」は保存剤メーカーが作成した方法や米国木材保存協会（AWPA）の方法に依拠いている例が多い様である。試験方法の効率化・高精度化した本「木材保存剤の分析試験方法」を海外にも普及する事が出来れば，国内での木材の利用拡大に加え，国産材の輸出拡大にも大きな貢献ができるであろう。

JAS として木材保存剤の分析方法に関する試験方法を統一的に纏めることは，製品の製造者，使用者，市民一般にとって分かり易い規格となる意義がある。本規格を基に製品の認定・認証を進めることは，使用者にとっては製品性能や

品質管理の良さを理解する手段となる。オーストラリアの調査では，規格改定の難しさを知る一方,DIY での認証製品の解り易さを知ることが出来た。今後も，欧州や北米の状況を知ることが，今後の JAS の普遍化に向けて重要であると考える。そのためには，木材保存製品と品質管理，木材保存剤の分析方法（吸収量の分析と保存剤浸潤度の化学的呈色法），認定・認証に長じた専門家を海外に派遣し正確な情報を得ることが必要である。

執筆者一覧

はじめに	鮫島委員長
目次	事務局
第１章　事業の概要	
1.1　事業の背景	鮫島委員長
1.2　事業目的	鮫島委員長
1.3　事業の実施体制	事務局
1.4　試験の概要	鮫島委員長
1.5　事業の経過	事務局
第２章　薬剤の分析試験方法の改良と妥当性の検証	
2.1　処理木材･木質材料中のシプロコナゾールの吸収量分析の手順（予備試験用）	宮内委員
分析試験方法の手順書の改訂	
2.2　分析試験方法の予備試験の実施と解析	宮内委員
2.3　海外（オーストラリア）における妥当性検証の調査	神原委員/事務局
第３章　今後の課題	
3.1　共同試験のスケジュールの具体化	鮫島委員長/宮内委員
3.2　海外情報の把握	神原委員/事務局

平成30年度農水省委託事業

ＪＡＳ規格化等のテーマに関する調査事業
「木材保存剤分析方法に関するＪＡＳ規格策定」
委託事業成果報告書

平成31年３月15日

公益社団法人 日本木材保存協会