

1%過酸化水素水 10 mL を加え、室温で 5 分間放置する。その後、100 mL 容分液漏斗に移し、クロロホルム 20 mL で 2 回 5 分間振とう抽出し、クロロホルム層を分取する。クロロホルム層を硫酸ナトリウム 50 g をのせたガラスろ過器を通過させ、脱水する。40℃以下で減圧濃縮して約 1 mL とし、最後は窒素気流を吹き付けて乾固させ、水に溶解して試験溶液とした。

7.1.2.4. 非凝固液，玄米とぎ汁，白米とぎ汁

試料 20 mL を採取し、20%トリクロロ酢酸 4 mL を加え、室温で 5 分間放置する。その後、試験管に取り分けて、遠心分離（20℃，1000g，5 分間）する。上清液を分取し、0.45mol/L 硫酸 20 mL を加え、同様に遠心分離する。上清液を分取し、0.45mol/L 硫酸で 50 mL に定容する。そのうちの 25 mL（試料 10 mL 相当）を分取し、飽和塩化ナトリウム溶液 10 mL（流速 0.3 mL/min）および水 20 mL（流速 0.8 mL/min）を流し前処理した陽イオン交換樹脂ミニカラムに移し流下する。水 5 mL，2mol/L 塩酸 5 mL および水 5 mL を順次流下し、流出液を捨てる。次に 5 mol/L 塩化アンモニウム溶液 20 mL を流下し、溶出液を分取する。この溶出液の 5 mL（試料 2.5 mL 相当）に 9mol/L 水酸化ナトリウム溶液 30 mL，1%フェリシアン化カリウム溶液 5 mL および 1%過酸化水素水 10 mL を加え、室温で 5 分間放置する。その後、100 mL 容分液漏斗に移し、クロロホルム 20 mL で 2 回 5 分間振とう抽出し、クロロホルム層を分取する。クロロホルム層を硫酸ナトリウム 50 g をのせたガラス

ろ過器を通過させ、脱水する。40℃以下で減圧濃縮して約 1 mL とし、最後は窒素気流を吹き付けて乾固させ、水に溶解して試験溶液とした。

7.2. 添加回収率測定

無処理区原料試料およびそれから得た各加工試料に定量下限相当を含む 2 種濃度で、以下に示す添加混合溶液を添加し、3 反復で 7.1 項に示した全操作を行い、7.3 項の方法で定量した。

7.2.1. ジメトエート，メチルパラチオン

フェニトロチオンおよびカルバリル 水稻試料の分析時はジメトエート，メチルパラチオン，フェニトロチオンおよびカルバリル標準原液を，大豆および小麦の試料分析時はジメトエート，メチルパラチオンおよびフェニトロチオン標準原液をそれぞれ混合し，アセトンで希釈して，回収試験用の添加混合溶液とした。

7.2.2. ジクワットおよびパラコート

標準原液を混合し，0.01 mol/L 塩酸で希釈して，回収試験用の添加混合溶液とした（ジクワット+パラコート）。

7.3. 定量

7.3.1. ジメトエート，メチルパラチオン，フェニトロチオンおよびカルバリル（水稻分析時）

検量線作成用標準溶液を GC に注入し，縦軸にピーク高さ，横軸に重量をとって，ジメトエート，メチルパラチオン，フェニトロチオンおよびカルバリルの検量線を作成した。この検量線より，試験溶液のジ

メトエート, メチルパラチオン, フェニトロチオンおよびカルバリルの重量を求め, 試料中の残留濃度を算出した。

7.3.2. ジメトエート, メチルパラチオンおよびフェニトロチオン(大豆および小麦分析時)

検量線作成用標準溶液を GC に注入し, 縦軸にピーク面積, 横軸に重量をとって, ジメトエート, メチルパラチオンおよびフェニトロチオンの検量線を作成した。この検量線より, 試験溶液のジメトエート, メチルパラチオンおよびフェニトロチオンの重量を求め, 試料中の残留濃度を算出した。

7.3.3. ジクワットおよびパラコート

標準原液を混合し, 0.01 mol/L 塩酸で希釈して, 0.2, 0.5, 1.0, 1.5 および 2.0 mg/L 標準混合溶液を作成する。これらの溶液の 0.5 mL を各々の試料の陽イオン交換樹脂ミニカラム溶出液 5 mL に添加し, 9 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 30 mL, 1% フェリシアン化カリウム溶液 5 mL および 1% 過酸化水素水 10 mL を加え, 室温で 5 分間放置する。その後, 100 mL 容分液漏斗に移し, クロロホルム 20 mL で 2 回 5 分間振とう抽出し, クロロホルム層を分取する。クロロホルム層を硫酸ナトリウム 50 g を敷いたガラスろ過器に通過させて, 脱水する。40℃以下で減圧濃縮して約 1 mL とし, 最後は窒素气流を吹き付けて乾固させ, 水 5 mL に溶解して, 0.02, 0.05, 0.1, 0.15 および 0.2 mg/L の標準混合溶液を調製した。さらに 0.02 mg/L 標準混合溶液を水で希釈して, 0.004 mg/L 標準混合溶

液を作成し, 検量線作成用標準混合溶液とした。これらを HPLC に注入し, 縦軸にピーク面積, 横軸に重量をとって, ジクワットおよびパラコートの検量線を作成した。この検量線より, 試験溶液のジクワットおよびパラコートの重量を求め, 試料中の残留濃度を算出した。

7.4. 数値処理

加工係数は, 加工品中の対象農薬濃度を原料農産物中の当該農薬の濃度で除して算出した。原料農産物から加工品への移行率は, 次式から算出した。移行率 = [原料農産物からの当該加工品の生成比率(重量比)] × [加工品中濃度] / [原料農産物中の濃度]。これは, [原料農産物からの当該加工品の生成率] × [加工係数] に相当する。

上記を含む各種の計算には, 検出限界以上の測定値を有効な数値として使用した。検出限界未満 (<X; nd) の値同士の合計量は検出限界値の合計値未満 (<2X) と表示した。有効な数値 (A) と検出限界未満 (<X) の合計値は (<X+A) と表示した。

C. 研究結果

1. ジメトエート

1.1. 添加回収率および変動係数

表 2 に結果を示す。以下に示すように, 調査した全農薬および試料とも, 2 濃度での添加回収率および変動係数の結果は良好であった。

米およびその加工品各試料に 0.04~1.0 ppm 濃度で添加したジメトエートの回収率は, いずれも 90~101% の範囲内であった。また, 定量限界に相当する 0.002~0.04 ppm 添加の結果は, いずれも 99~105% の範囲内

であった。回収率の変動係数は、高濃度および定量限界相当濃度のいずれにおいても10%未満(0.6~5.9%)であった。

大豆およびその加工品各試料に0.1~0.25 ppm 濃度で添加したジメトエートの回収率はいずれも93~106%の範囲内であった。定量限界に相当する0.002~0.01 ppm 添加の結果は、いずれも102~106%の範囲内であった。回収率の変動係数は、高濃度および定量限界相当濃度のいずれにおいても10%未満(0.6~6.1%)であった。

小麦およびその加工品各試料に0.25 ppm(高濃度)および0.01 ppm(定量限界相当)の2濃度水準で添加した回収率は、いずれも高濃度添加で90~115%、定量限界相当添加で101~105%の範囲内であった。回収率の変動係数は、高濃度および定量限界相当濃度のいずれにおいても10%未満(0.6~9.6%)であった。

1.2. 米試料

表8に加工調理における各生成物の重量をまとめた。100gの玄米から約90gの白米を得た。

表14.1と図3に各米試料の分析結果(残留濃度)と代表的なクロマトグラムを、また、加工品への移行率を表20に、加工係数を表34にそれぞれ示す。

処理濃度が5倍異なっても籾米中濃度は2倍異なったのみであった。

脱穀処理によって、籾米中残留量の9割以上(91~110%)は籾に分布しており、玄米に移行したのは籾米中残留量の<10%(9.2%, <9.1%)であり、その2/3(5X区)が白米に残った。ただし、5X区(AR01-Plot5)と1X区(AR01-Plot4)の

いずれにおいても出発原料である籾米中の残留濃度が低かったため、収支および加工係数について十分な結果を得る事が難しかった。

1.3. 大豆試料

処理濃度が5倍異なることによって乾燥大豆中濃度には18.5倍の差が生じた。

表9に大豆加工調理における各生成物の重量をまとめた。100gの乾燥大豆から約200gのおから、640~660gの豆乳、240gの豆腐を得た。

表14.2と図4に各大豆試料の分析結果(残留濃度)と代表的なクロマトグラムをそれぞれ示す。

表21に加工品への移行率を示す。5X区(IA01-Plot14)では水浸漬操作により、乾燥大豆中残留量の28%が浸漬水に溶出し、54%が浸漬大豆に残った。続く豆乳とおからへの分離とにがりによる凝固化では、乾燥大豆中残留量の<6%がおからに残り、<5.9%が豆腐にまで移行した。

加工係数(5X区)は表35に示すように、水浸漬大豆0.21、豆腐<0.027であった。1x区(IA01-Plot15)では出発原料である大豆の残留濃度が低かったため、豆腐に至る過程の全ての試料で定量値が得られず、収支および加工係数について十分な結果を得られなかった。

1.4. 小麦試料

処理濃度が5倍異なったことにより玄麦中濃度に7倍の差を生じた。

表10に製粉加工における生成物の重量分布を示す。玄麦重量の約56%が小麦粉(60%粉)として回収された。

表 14.3 と図 5 にそれぞれ、各小麦試料の分析結果（残留濃度）と代表的なクロマトグラムを示す。

表 22 に示すように、製粉によって、玄麦試料の約 90%以上がふすまおよび末粉中に除去され、食品に利用される小麦粉（60%粉）には移行したのは玄麦中残留量の 6.8~9.4%であった。小麦粉および全粒粉（=玄麦の粉）の製パン過程で、小麦粉中または玄麦中残留量の 4~5 割が消失したが、製麺ではほとんど失われなかった。

加工係数は表 36 に示すように、小麦粉で 0.12~0.17、食パンで 0.039、全粒パンで 0.40、麺類で 0.068~0.090 であった。

以上のように処理濃度が 5 倍異なっても小麦の各加工品への移行率および加工係数は類似していた。

2. メチルパラチオン

2.1. 添加回収試験

表 3 に結果を示す。

米およびその加工品各試料にメチルパラチオン 0.04~1.0 ppm を添加（高濃度）した際の回収率は 86~100%、0.002~0.04 ppm 添加（定量限界相当）の結果は 91~107%であった。変動係数ともに良好な結果（0.0~6.7%）であった。

大豆およびその加工品各試料にメチルパラチオン 0.1~0.25 ppm を添加（高濃度）した際の回収率は 89~107%、0.002~0.01 ppm 添加（定量限界相当）では 98~107%であった。回収率の変動係数は、高濃度および定量限界相当濃度のいずれにおいても 10%未満（0.0~6.9%）であった。

小麦とその加工品試料のメチルパラチオン添加回収率は、0.25 ppm 添加（高濃

度）で 97~105%、0.01 ppm 添加（定量限界相当）で 98~105%であった。平均回収率、変動係数ともに良好な結果（0.6~4.8%）であった。

2.2. 米試料

加工調理における各供試試料の生成重量を表 8 に示した。

表 15.1 と図 3 に各米試料の分析結果（残留濃度）と代表的なクロマトグラムを示す。

処理濃度が 5 倍異なっても籾米中濃度は顕著には変わらなかった（1.5 倍）。

表 23 に加工品への移行率を示す。脱穀処理によって、籾粒に残留していた量の 9.9~12%が玄米に移行した。精米行程においては、玄米中残留量の 66~80%が非可食部である糠に除かれ、23~24%が白米に残った。水洗により白米中残留量はさらに減少し、水洗白米に残ったのは玄米中残留量の 4~6%であった。炊飯行程でも玄米および白米中の残留量は消失し、炊飯玄米および炊飯白米にまで移行したのは玄米中残留量のそれぞれ、26~30%、および <4.3%であった。

加工係数を表 37 に示す。白米および炊飯白米でそれぞれ、0.26~0.27 および <0.022 であった。

移行率および加工係数のどちらも 5 倍の散布濃度の違いによってほとんど影響されなかった。

2.3. 大豆試料

加工調理における各供試試料の生成重量を表 9 に示す。

表 15.2 と図 4 に各大豆試料の分析結果（残留濃度）と代表的なクロマトグラムを

示す。加工品への移行率を表 24, 加工係数を表 38 に示す。

薬剤処理濃度が 5 倍異なることによって、乾燥大豆中濃度には 11 倍の差が生じた。

水浸漬操作で浸漬水に溶出したのは極僅か（乾燥大豆試料中残留量の 2.7%；5 X 区）であり、乾燥大豆中残留量の 79~82%, ≤29%, 38（1 X 区）~50%（5 X 区）がそれぞれ、浸漬大豆、おから、および豆腐に残った。

加工係数は水浸漬大豆で 0.35~0.36, 豆腐で 0.18~0.22 であった。

処理濃度の 5 倍の違いにより乾燥大豆中残留濃度は顕著に異なったが、大豆加工品への移行率と加工係数にはほとんど影響しなかった。

2.4. 小麦試料

製粉加工における各試料の生成重量を表 10 に示す。

表 15.3 と図 5 に各小麦試料の分析結果（残留濃度）と代表的なクロマトグラムを示す。

5 倍の散布濃度の違いにより、玄麦中残留濃度は 16 倍異なった。

表 25 に示すように、製粉過程において、玄麦試料中残留量の約 80%以上が除去されて、食品として使用される小麦粉(60%粉)には 10%が残留していた。

小麦粉（および全粒粉）の製パン、製麺で小麦粉（および全粒粉=玄麦）中残留量はほとんどもしくは顕著には失われなかった。

加工係数を表 39 に示す。小麦粉(60%粉)で 0.18~0.20 であった。

1X 区と 5 X 区での玄麦中濃度には顕著

な差があったが、製粉による一次加工品およびパン、麺への移行率、加工係数は両区でよく類似していた。

3. フェニトロチオン

3.1. 添加回収試験

表 4 に結果を示す。

米とその加工品各試料におけるフェニトロチオンの添加回収率は、0.04~1.0 ppm 添加（高濃度）で 92~103%の範囲、0.002~0.04 ppm 添加（定量限界相当）で 98~112%の範囲であった。変動係数は 0.6~9.0%と良好な結果であった。

大豆とその加工品各試料におけるフェニトロチオンの添加回収率は、0.1~0.25 ppm 添加（高濃度）で 91~107%, 0.002~0.01 ppm 添加（定量限界相当）では 100~108%の範囲であった。変動係数は 0.0~3.4%と良好な結果であった。

小麦とその加工品各試料におけるフェニトロチオンの添加回収率は、0.25 ppm 添加（高濃度）で 93~105%, 0.01 ppm 添加（定量限界相当）で 95~102%の範囲であった。変動係数は 0.0~5.4%であった。

3.2. 米試料

加工調理における各供試試料の生成重量を表 8 に示す。

米試料の各供試試料の分析結果（残留濃度）を表 16.1, 代表的なクロマトグラムを図 3 に示す。

薬剤処理濃度は 5 倍異なったが、粳米中残留濃度は 1.7 倍、玄米中でも 2.2 倍の差にとどまった。

表 26 に加工品への移行率を示す。脱穀処理によって、粳粒中残留量の 22~28%が

玄米に移行した。精米行程においては、玄米中残留量の 63~77%が非可食部である糠に除かれ、26~27%が白米に移行した。水洗行程により、玄米の場合は玄米中残留量の約 6.3~8.8%、白米では白米中残留量の 50%以上（玄米中残留量の 16~17%）が除去された。炊飯行程では水洗玄米および水洗白米中残留量の約 1/2 が消失し、炊飯玄米および炊飯白米にまで残留したのは玄米中残留量の 45~56%および 3.8~5.5%であった。

表 40 に加工係数を示す。加工係数は白米では 0.29~0.30、炊飯白米では 0.020~0.029 であった。

玄米各加工品への移行率および加工係数は 1X 区と 5X 区の間で類似していた。

3.3. 大豆試料

加工調理における各供試試料の生成重量を表 9 に示す。

大豆試料の各供試試料の分析結果（残留濃度）を表 15.2、代表的なクロマトグラムを図 4、加工品への移行率を表 27、加工係数を表 41 に示す。

5 倍の処理濃度の違いは、乾燥中大豆残留濃度に 13.6 倍の差を生じた。

5X 区（IA01-Plot14）では水浸漬操作で乾燥大豆試料の 90%が浸漬大豆に残った。豆腐にまで移行したのは乾燥大豆中残留量の 63%であった。加工係数は水浸漬大豆 0.41、豆乳 0.14、豆腐 0.28 であった。1X 区（IA 01-Plot15）では出発原料である大豆の残留濃度が低く、豆腐に至る過程の各加工試料の大部分で定量値が得られず、収支および加工係数について十分な結果を得る事ができなかった。

3.4. 小麦試料

加工調理における各供試試料の生成重量を表 10 に示す。

表 16.3 および図 5 に各小麦試料の分析結果（残留濃度）と代表的なクロマトグラムを示す。

5 倍の処理濃度の違いを反映して、玄麦中の残留濃度は 7.7 倍異なった。

表 28 に加工品への移行率を示す。製粉過程において、玄麦試料中残留量の 90%以上がふすま等に除去されて、4.1~4.8%が小麦粉（60%粉）に移行した。小麦粉および全粒粉中のフェニトロチオンは製パン、製麺で顕著には失われなかった。

表 42 に示すように、加工係数は、小麦粉で 0.073~0.085、食パン（白パン）、麺類で 0.03~0.07 であった。

処理濃度の 5 倍異なっても加工品への移行率、加工係数は類似していた。

4. カルバリル

4.1. 添加回収試験

表 5 に結果を示す。

米とその加工品各試料のカルバリル 0.04~1.0 ppm 添加（高濃度）の結果は 93~103%、0.002~0.04 ppm 添加（定量限界相当）の結果は 92~111%の範囲であった。変動係数は 0.6~9.0%の範囲であった。

4.2. 米試料

加工調理における各供試試料の生成重量を表 8 に、各米試料の分析結果（残留濃度）と代表的なクロマトグラムを表 17 および図 3 にそれぞれ示す。

5 倍の処理濃度の違いにより、米粉中の

残留濃度は約 9 倍の差を生じた。

加工品への移行率を表 29 に示す。脱穀処理によって、籾粒に残留していた量の 4.9~13%が玄米に移行した。精米行程においては、玄米の残留量の 51~60%が非可食部である糠に除去され、36~38%が白米に残った。水洗により白米中残留量の 60~80%が除去された。炊飯でさらに消失し、炊飯白米に残ったのは玄米中残留量の 2.0-2.3%（水洗白米の<40%~27%）であった。一方、炊飯玄米に残ったのは玄米中残留量の<0.6%、水洗玄米中残留量の<1.1%であり、炊飯白米よりも残留量は少なく、炊飯による消失率も白米よりも高かった。

加工係数は表 43 に示すように、白米で 0.40~0.43、炊飯白米で 0.010~0.013、炊飯玄米で<0.0022~0.0017 であった。

5 倍の処理濃度の違いにかかわらず、加工品への移行率、加工係数は比較的類似していた。

5. ジクワット

5.1. 添加回収率および変動係数

表 6 に結果を示す。

米およびその加工品各試料に 0.04~0.2 ppm 濃度で添加（高濃度）したジクワットの回収率は、いずれも 82~106%の範囲内であった。また、定量限界相当の 0.004~0.08 ppm 添加の結果は、いずれも 76~125%の範囲内であった。回収率の変動係数は、高濃度および定量限界相当濃度のいずれにおいても 10%未満（1.3~9.9%）であった。

大豆およびその加工品各試料に 0.04~0.2 ppm 濃度で添加（高濃度）したジクワットの回収率はいずれも 74~92%の範囲内

であった。0.004~0.02 ppm 添加（定量限界相当）の結果は、いずれも 75~98%の範囲内であった。回収率の変動係数は、高濃度および定量限界相当濃度のいずれにおいても 10%未満（1.6~9.2%）であった。

小麦およびその加工品各試料に添加濃度 0.2~1.0 ppm（高濃度）および 0.02~0.08 ppm 添加（定量限界相当）の 2 濃度水準で添加したジクワットの回収率は、いずれも高濃度添加で 85~103%、定量限界相当添加で 94~106%の範囲内であった。回収率の変動係数は、高濃度および定量限界相当濃度のいずれにおいても 10%未満（1.5~9.1%）であった。

5.2. 米試料

表 11 に加工調理における各生成物の重量をまとめた。

表 18.1 と図 6 に各米試料の分析結果（残留濃度）と代表的なクロマトグラムをそれぞれ示す。

5 倍の処理濃度の違いは、籾粒中残留濃度に 9.7 倍の差を生じた。

加工品への移行率を表 30 に示す。脱穀処理によって、籾粒中残留量の 91~99%が籾に除去され、4~5%が玄米に残った。精米行程においては、玄米中残留量の 96~106%が非可食部である糠に除かれ、白米には約 10~20%が残った。水洗および炊飯工程を経て炊飯玄米には玄米中残留量の 59~81%、炊飯白米にはそれよりも 1 桁低い<23~4.1%が残留した。

加工係数は表 44 に示すように、白米では 0.11~0.24、炊飯玄米で 0.24~0.33、<0.12~0.022 であった。

処理濃度の 5 倍の差は、加工品への移行

率，加工係数に若干影響した。

5.3. 大豆試料

表 12 に大豆加工調理における各生成物の重量をまとめた。

表 18.2 と図 6 に各大豆試料の分析結果（残留濃度）と代表的なクロマトグラムをそれぞれ示す。

処理量の 5 倍の違いによって乾燥大豆中残留濃度には最大で約 4 倍までの差を生じた。

加工品への移行率を表 31 に示す。5 X 区（IA01-Plot13 および IA02-Plot22）では水浸漬操作により，浸漬水に少量が溶出したが，乾燥大豆中残留量の 72~88%は浸漬大豆に残った。浸漬大豆中残留量の 4 割がおからに 6 割が豆乳に回収され，豆腐には乾燥大豆中残留量の 22~28%が移行した。加工係数は表 45 に示すように，水浸漬大豆 0.20~0.40，豆腐 0.10~0.11 であった。2 つの 1 X 区（IA01-Plot12，IA02-Plot20）では出発原料である大豆中残留濃度が低かったため，豆腐に至る過程の各加工試料の大部分で定量値が得られず，収支および加工係数について十分な結果が得られなかった。

5.4. 小麦試料

表 13 に製粉加工における生成物の重量分布を示す。

表 18.3 と図 8 にそれぞれ，各小麦試料の分析結果（残留濃度）と代表的なクロマトグラムを示す。

処理濃度の 5 倍の違いは玄麦中残留濃度に約 16 倍の差を生じた。

表 33 に示すように，製粉によって，玄

麦試料中残留量の約 90%以上がふすまおよび末粉中に除去され，食品に利用される小麦粉(60%粉)への移行率は 4.7（5X 区）~13%(1X 区)であった。小麦粉中のジクワットは製パン，うどん製造ではほとんど消失しなかったが，塩基性のカンスイを使用する中華麺製造では小麦粉中ジクワットの 30%程度が消失した。

加工係数は表 47 に示すように，小麦粉で 0.082~0.23，食パンで 0.042~0.12，全粒粉パンで 0.52~0.61，うどんでは 0.05~0.15，中華麺で 0.038~0.11 であった。

以上のように，ジクワットを処理した小麦では処理濃度（1X と 5X）による加工品への移行率と加工係数に比較的大きな差が認められ，低濃度処理区の方が移行率および加工係数共に高かった。

6. パラコート

6.1. 添加回収率および変動係数

表 7 に結果を示す。

大豆およびその加工品各試料に 0.04~0.2 ppm 濃度で添加（高濃度）したパラコートの回収率はいずれも 77~101%の範囲内であった。また 0.004~0.02 ppm 添加（定量限界相当）の結果は，いずれも 86~92%の範囲内であった。回収率の変動係数は，高濃度および定量限界相当濃度のいずれにおいても 10%未満（1.4~9.2%）であった。

6.2. 大豆試料

表 12 に大豆加工調理における各生成物の重量をまとめた。

表 19 と図 7 に各大豆試料の分析結果（残留濃度）と代表的なクロマトグラムをそれぞれ示す。

5 倍の処理濃度の違いは乾燥大豆中残留濃度に最大で 10 倍以上の差を生じた。

加工品への移行率を表 32 に示す。5X 区 (IA01-Plot13 および IA02-Plot23) では水浸漬操作後の水浸漬大豆、豆乳、および豆腐に乾燥大豆中残留量のそれぞれ、66~72%、50~65%、29~33%が残った。

加工係数は表 46 に示すように、水浸漬大豆 0.29~0.32、豆乳 0.074~0.10、豆腐 0.12~0.14 であった。1X 区 (IA01-Plot12 および IA02-Plot21) では出発原料である大豆の残留濃度が低かったため、豆腐に至る過程の各供試試料の大部分で定量値が得られず、収支および加工係数について十分な結果を得ることができなかった。

D. 考察

1. 脱穀処理

H15 年度においては、籾摺り器 TR-200 を使用したが、この機器では米国産の米を脱穀し、籾と玄米に明確に分別することは難しかった。本年度は機器を YANMAR ST50 に変更した。この機種は脱穀の際の微調整が可能のため採用した。

2. 分析法

2.1. ジメトエート、メチルパラチオン、フェニトロチオンおよびカルバリル

4 成分の同時分析を検討し、アセトン抽出後、酢酸エチル抽出、多孔性ケイソウ土カラムによるアセトニトリル/ヘキサン分配、フロリジルミニカラムによる精製を実施し、GC/NPD を用いて定量する方法を採用した。

2.2. ジクワットおよびパラコート

環境省告示法等を参考にして、2 成分同時分析を検討した。

2.2.1. 精製

試料を酸性条件下で加熱還流抽出した後、煩雑な操作を必要とするイオン交換樹脂カラムでの精製を、市販されているイオン交換樹脂ミニカラムに変更し検討した。ミニカラム単独では安定した結果を得ることができなかったが、予備的な精製としてポリスチレンミニカラム (PS-2) による精製を追加することにより、良好な結果を得ることができたため、これを採用した。

2.2.2. 測定機器

LC/MS/ESI の正イオンモードおよび HPLC/UV を用いて、両化合物を直接測定することは可能であった。しかし、測定の再現性が悪く、また十分な感度を得ることができなかったため、蛍光誘導体化した後、HPLC/FLD での定量する方法を採用した。

2.2.3. 蛍光誘導体化

蛍光誘導体化は、土橋ら³⁾の方法を参考にして検討した。試料夾雑物の混在下で蛍光誘導体化反応を安定させるために、酸化剤の過酸化水素水を追加した。

2.2.4. 検量線作成用標準溶液

蛍光誘導体化においては、各試料の夾雑物が反応率に影響を与えることが判明した。このため、検量線作成用標準溶液はマトリックス混在下で蛍光誘導体化したマトリックス検量線を使用した。

3. 移行率、加工係数

精米によって、玄米中のメチルパラチオン、フェニトロチオン、およびジクワットの50%以上が糠に除去され、白米に移行したのは、玄米中残留量のそれぞれ、約25%、約23%、10~20%であった。対照的に、ジメトエートは、玄米中残留量の65%が白米に移行し、カルバリルの白米への移行率は中間の約40%であった。この違いは、ジメトエートは浸透性が高く、カルバリルも若干浸透性があるのに対してその他の農薬は非浸透性である⁴⁾ことに関連していると思われる。調査した白米中のほぼ全ての農薬は米磨ぎと炊飯によって更に消失し、炊飯白米中の農薬は白米中の約1/2~1/20、玄米中の残留量の数%以下となった。炊飯による消失率は、5X区で、カルバリル>メチルパラチオン>フェニトロチオン>ジクワットの順であり、ジクワットではほとんど消失しなかった。この傾向は蒸気圧(カルバリル 0.665Pa>メチルパラチオン 1.3・10⁻³Pa>フェニトロチオン 8・10⁻⁴Pa>ジクワット<1・10⁻⁵Pa)⁵⁾と対応しており、揮発が消失の主因となっている可能性が示唆される。なお、水溶液からの蒸発のし易さを示すヘンリー定数⁶⁾とは対応していなかった。

小麦では、調査した全薬剤とも、玄麦中残留量の大部分が製粉でふすま等に除去され、小麦粉(60%粉)に移行したのは玄麦中残留量の4~13%であった。食パン、うどん、中華麺への2次加工では、ジメトエートは製パンで小麦粉(全粒粉食パンの場合は玄麦)中残留量の40~50%が失われたが、その他の農薬では、製パン、製麺で顕著には減少しなかった。中華麺ではうどんと異なり、塩基性のかんすいを使用する。以前

に行った調査²⁾では小麦粉中のカルバリルは、中華麺への製麺過程で50%以上が消失したが、今回調査した薬剤では、ジクワットではうどんよりも中華麺への回収が若干低下したが、顕著ではなかった。

豆腐にはメチルパラチオンとフェニトロチオンは大豆中残留量の約40~60%、ジクワットは25%程度が移行したが、ジメトエートは<6%しか移行せず、豆腐データが得られたこの4農薬の中では、水溶解度の低い農薬の方が豆腐に移行し易い傾向にあった。

農産物の加工過程での残留農薬の挙動のうち、製粉、果実の加工、搾油に関する加工係数については比較的多くの調査例があり、JMPRに報告されているが、その他の加工過程ならびに、収支または原料から加工品への移行率についてはほとんど調べられていない。今回対象とした農薬と食品の組み合わせの中では、炊飯白米には玄米中のフェニトロチオンの約6%が移行するとの1例の報告⁸⁾があるのみである。この移行率は今回の調査結果(約4~6%)とよく一致していた。加工係数については、今回の対象薬剤については、表48に示すように、若干の報告例がある。結果の項で述べたように、小麦粉への加工係数は5倍の処理量の違いの影響を受けない薬剤が大部分であったが、ジクワットでは5倍の処理濃度の差により加工係数に約3倍の差を生じ、GAP最大濃度区の小麦で調べた小麦粉およびふすまの加工係数は報告値⁸⁾と概ね一致していた。小麦については、ジメトエート、メチルパラチオン、フェニトロチオンでも報告例^{6,7,8)}があるが、フェニトロチオンの小麦粉への加工係数が報告例より

もやや低かった（約1/3）ことを除いて、今回の結果は報告例と概ね対応していた。また、米についてはカルバリル⁶⁾とメチルパラチオン⁷⁾の報告があるが、前者については、玄米の分析値が無く、玄米を出発原料とした加工係数を算定できない。メチルパラチオンについては、今回の結果とほぼ同等である。

4. 暴露量

1～6歳までの幼児における米、小麦、大豆の3品目からの農薬摂取量を、厚生労働省の暫定基準第2次案に基づく理論的1日最大摂取量のADI(JMPR)⁹⁾に対する比率で算定すると、表49に示すように、ジメトエートはADI(0.002 mg/kg/d)の4.4倍、メチルパラチオンが3.9倍(ADI=0.003 mg/kg/d)、フェニトロチオンが10.8倍(ADI=0.005 mg/kg/d)、ジクワットが8.5倍(ADI=0.002 mg/kg/d)、カルバリルが4.3倍(AD=0.008 mg/kg/d)である。なお、パラコートのTMDIは国際基準を基にした場合はADIの15.5倍であるが、暫定基準では米の基準として国際基準ではなく登録保留基準を採用しており、3品目からのTMDIはADIの27%、大豆のみでは5.3%(ADI=0.004 mg/kg/d)である。

1 X区で認められた残留量と、米については白米への、小麦では小麦粉への、大豆については豆腐への加工をそれぞれ考慮すると、この3品目からの1日摂取量は、3種の有機リン剤はすべてADIの10%以下に(ジメトエート、フェニトロチオン:ADIの6%、メチルパラチオン:10%)、ジクワットでは23%にそれぞれ低下すると推定される。今回調査しなかったカルバリルの

大豆と小麦については、以前に同様な調査^{1, 2)}を行っており、その結果を合わせて今回の米の結果を整理すると、カルバリルではADIの約30%(28%)になると推定される。

E. 参考文献

- 1) 残留農薬研究所：平成13年度汎用農薬分析調査等の試験検査報告書
- 2) 残留農薬研究所：平成14年度汎用農薬分析調査等の試験検査報告書
- 3) 土橋ら：衛生化学 34(1), p.31~35, 1988
- 4) The Pesticide Manual, 12th Edition, British Crop Protection Council, 2000
- 5) J.B.H.J. Linders, et al., : " Pesticides: Benefaction or Pandoras's Box? A synopsis of the environmental aspects of 243 pesticides", National Institute of Public Health an Environmental Protection, Netherland, Report No.679101014, 1994
- 6) FAO : Plant Production and Protection Paper 172, Pesticide residues in food-2002, 2002
- 7) FAO : Plant Production and Protection Paper 163, Pesticide residues in food-2000, JMPR Report 2000
- 8) FAO : Plant Production and Protection Paper 176, Pesticide residues in food-2003
- 9) Codex Committee of Pesticide Residues : Draft and Proposed Draft Maximum Residue Limits in Foods and Feeds at Steps 7 and 4, CX/PR 04/5, 35th Session, 2004,

F 健康危険情報

なし

G 研究発表

日本食品衛生学会第 90 回学術講演会・
口頭発表を予定（10 月）

H 知的財産権の出願・登録状況

なし

表

表1 作物栽培および農薬処理の概要

シクワット

作物	品種	栽培地, 試験地記号	試験区 処理濃度	製剤	対応GAP	処理量		処理回数	処理日 月/日/年	PHI 日	収穫日 月/日/年
						(lb ai/A)	(kg ai/ha)				
水稻	Cocodrie Rice (Japonica種)	1 AR01	Plot 1 無処理区	Diquat 2lb ai cation/gal	オーストラリア	0	0	0			10/01/04
			Plot 2 1X			0.54	0.56	1	09/26/04	5	10/01/04
			Plot 3 5X			2.68	3.0	1	09/26/04		10/01/04
大豆	Pioneer 93B87 soybean	2 IA01	Plot 11 無処理区	Reglone Syngenta, 37.3%, 2lb ai cation/gal	米国	0	0	0			10/04/04
			Plot 12 1X			0.5	0.56	1	09/27/04	7	10/04/04
			Plot 13 5X			2.5	2.8	1	09/27/04		10/04/04
小麦	Pioneer 93M80	3 IA02	Plot 19 無処理区	Reglone Syngenta, 37.3%, 2lb ai cation/gal	米国	0	0	0			10/18/04
			Plot 20 1X			0.5	0.56	1	10/11/04	7	10/18/04
			Plot 22 5X			2.5	2.8	1	10/11/04		10/18/04
小麦	Granite wheat	4 ND01	Plot 6 無処理区	Reglone Syngenta, 37.3%, 2lb ai cation/gal	オーストラリア	0	0	0			09/19/04
			Plot 7 1X			0.54	0.61	1	09/12/04	7	09/19/04
			Plot 8 5X			2.68	3.0	1	09/12/04		09/19/04
小麦	Knudson wheat	5 ND02	Plot 16 無処理区	Reglone Syngenta, 37.3%, 2lb ai cation/gal	オーストラリア	0	0	0			08/31/04
			Plot 17 1X			0.54	0.61	1	08/24/04	7	08/31/04
			Plot 18 5X			2.68	3.0	1	08/24/04		08/31/04

パラコート

作物	品種	栽培地, 試験地記号	試験区 処理濃度	製剤	対応GAP	処理量		処理回数	処理日 月/日/年	PHI 日	収穫日 月/日/年
						(lb ai/A)	(kg ai/ha)				
大豆	Pioneer 93B87 soybean	2 IA01	Plot 11 無処理区	Gramoxone Max Syngenta, 43.8%	米国	0	0	0			10/04/04
			Plot 12 1X			0.25	0.28	1	09/18/04	15	10/04/04
			Plot 13 5X			1.25	1.4	1	09/18/04		10/04/04
大豆	Pioneer 93M80	3 IA02	Plot 19 無処理区	Gramoxone Max Syngenta, 43.8%		0	0	0			10/18/04
			Plot 21 1X			0.25	0.28	1	10/02/04	15	10/18/04
			Plot 23 5X			1.25	1.4	1	10/02/04		10/18/04

ジメエート

作物	品種	栽培地, 試験地記号	試験区 処理濃度	製剤	対応GAP	処理量		処理回数	処理日 月/日/年	PHI 日	収穫日 月/日/年
						(lb ai/A)	(kg ai/ha)				
水稻	Cocodrie Rice (Japonica種)	1 AR01	Plot 1 無処理区	Dimethoate 4EC Helena, 4 lb/gal	オーストラリア	0	0	0			10/01/04
			Plot 4 1X			0.18	0.20	4	08/13,20,27/04, 09/03/04	28	10/01/04
			Plot 5 5X			0.89	1.0	4	08/13,20,27/04, 09/03/04		10/01/04
大豆	Pioneer 93B87 soybean	2 IA01	Plot 11 無処理区	Dimethoate 4EC Herena, 4 lb/gal	米国	0	0	0			10/04/04
			Plot 15 1X			0.5	0.56	2	09/06,12/04	21	10/04/04
			Plot 14 5X			2.5	2.8	2	09/06,12/04		10/04/04
小麦	Granite wheat	4 ND01	Plot 6 無処理区	Dimate 4E Chemimova, 4EC, 43.5%, 4lb/gal	米国	0	0	0			09/19/04
			Plot 10 1X			0.375	0.42	2	09/06,12/04	7	09/19/04
			Plot 9 5X			1.875	2.1	2	09/06,12/04		09/19/04

表1 作物栽培および農薬処理の概要

メタルパラチオン

作物	品種	栽培地 試験地記号	試験区 処理濃度	製剤	対応GAP	処理量		処理 回数	処理日 月/日/年	PHI 日	収穫日 月/日/年
						(lb ai/A)	(kg ai/ha)				
水稻	Cocodrie Rice (Japonica種)	1 AR01	Plot 1	Pennicap M (4EC; 4lb/gal)	米国	0	0	0			10/01/04
			Plot 4			0.75	0.84	2	09/09,16/04	15	10/01/04
			Plot 5			3.75	4.2	2	09/09,16/04		10/01/04
大豆	Pioneer 93B87 soybean	2 IA01	Plot 11	Methyl 4EC Cheminova, 4EC, 4lb/gal, 43.8%	米国	0	0	0			10/04/04
			Plot 15			1	1.1	2	09/06,13/04	20	10/04/04
			Plot 14			5	5.6	2	09/06,13/04		10/04/04
小麦	Granite wheat	4 ND01	Plot 6	Methyl 4EC Cheminova, 4EC, 4lb/gal, 43.8%	米国	0	0	0			09/19/04
			Plot 10			0.75	0.84	2	08/28/04, 09/04/04	15	09/19/04
			Plot 9			3.75	4.2	2	08/28/04, 09/04/04		09/19/04

フェニトロチオン

作物	品種	栽培地 試験地記号	試験区 処理濃度	製剤	対応GAP	処理量		処理 回数	処理日 月/日/年	PHI 日	収穫日 月/日/年
						(lb ai/A)	(kg ai/ha)				
水稻	Cocodrie Rice (Japonica種)	1 AR01	Plot 1	スミチオン EC (住友化学, 50%EC)	日本	0	0	0			10/01/04
			Plot 4			0.91	1.0	3	08/27/04, 09/03,10/04	21	10/01/04
			Plot 5			4.55	5.1	3	08/27/04, 09/03,10/04		10/01/04
大豆	Pioneer 93B87 soybean	2 IA01	Plot 11	スミチオン EC (住友化学, 50%EC)	日本	0	0	0			10/04/04
			Plot 15			0.48	0.54	3	08/22,29/04, 09/06,12/04	21	10/04/04
			Plot 14			2.4	2.7	3	08/22,29/04, 09/06,12/04		10/04/04
小麦	Granite wheat	4 ND01	Plot 6	スミチオン EC (住友化学, 50%EC)	日本	0	0	0			09/19/04
			Plot 10			0.71	0.80	1	09/13/04	7	09/19/04
			Plot 9			3.58	4.0	1	09/13/04		09/19/04

カルバリル

作物	品種	栽培地 試験地記号	試験区 処理濃度	製剤	対応GAP	処理量		処理 回数	処理日 月/日/年	PHI 日	収穫日 月/日/年
						(lb ai/A)	(kg ai/ha)				
水稻	Cocodrie Rice (Japonica種)	1 AR01	Plot 1	Sevin 4F Bayer C. S., 43.0%, 4lb/gal	米国	0	0	0			10/01/04
			Plot 2			1.5	1.7	2	09/10,17/04	14	10/01/04
			Plot 3			7.5	8.4	2	09/10,17/04		10/01/04

栽培地1: Mid-South Ag Research, Crittenden County, Rector, AR 72376; (EPA Region IV)

栽培地2: Bennett Ag Research, Jefferson County, Richmond, Iowa, USA; (EPA Region V)

栽培地3: Bennett Ag Research, Keokuk County, Richmond, Iowa, USA; (EPA Region V)

栽培地4: Northern Plains Ag Research, Cass county, Gardner, ND, USA; (EPA Region V)

栽培地5: Northern Plains Ag Research, Stutsman County, Eldridge, ND, USA; (EPA Region VII)

表 2. ジメトエート添加回収試験(米, AR01)

試料	添加量 (ppm)	回収率(%)					
		実測値		平均値	S.D.	C.V.(%)	
粳米	0.2	96	98	94	96	2.0	2.1
	0.01	108	107	101	105	3.8	3.6
粳	1.0	92	91	88	90	2.1	2.3
	0.04	102	101	102	102	0.6	0.6
玄米	0.2	97	98	93	96	2.6	2.7
	0.01	97	109	105	104	6.1	5.9
白米	0.01	97	89	98	95	4.9	5.2
	1.0	102	100	102	101	1.2	1.2
糠	0.04	96	103	106	102	5.1	5.0
	0.2	96	101	101	99	2.9	2.9
水洗玄米	0.01	102	103	96	100	3.8	3.8
	0.2	95	97	97	96	1.2	1.3
水洗白米	0.01	106	108	97	104	5.9	5.7
	0.002	105	99	101	102	3.1	3.0
玄米とぎ汁	0.04	94	101	101	99	4.0	4.0
白米とぎ汁	0.002	96	98	102	99	3.1	3.1
炊飯玄米	0.005	98	103	104	102	3.2	3.1
炊飯白米	0.1	96	98	101	98	2.5	2.6
	0.005	95	104	103	101	4.9	4.9
大豆	0.25	100	102	100	101	1.2	1.2
	0.01	114	118	111	114	3.5	3.1
水浸漬大豆	0.25	95	91	93	93	2.0	2.2
	0.01	108	99	98	102	5.5	5.4
浸漬水	0.1	104	106	108	106	2.0	1.9
	0.002	106	105	107	106	1.0	0.9
豆乳	0.25	95	95	99	96	2.3	2.4
	0.01	105	106	107	106	1.0	0.9
おから	0.25	94	103	106	101	6.2	6.1
	0.01	105	104	105	105	0.6	0.6
豆腐	0.25	93	100	99	97	3.8	3.9
	0.01	107	105	106	106	1.0	0.9
非凝固液	0.1	102	103	105	103	1.5	1.5
	0.002	105	105	107	106	1.2	1.1
玄麦	0.25	107	118	119	115	6.7	5.8
	0.01	93	108	112	104	10.0	9.6
60%製粉	0.25	100	101	98	100	1.5	1.5
	0.01	107	104	105	105	1.5	1.4
末粉	0.25	102	103	97	101	3.2	3.2
	0.01	102	104	101	102	1.5	1.5
大ふすま	0.25	107	116	102	108	7.1	6.6
	0.01	102	101	100	101	1.0	1.0
小ふすま	0.25	104	105	103	104	1.0	1.0
	0.01	103	103	105	104	1.2	1.2
中華麺	0.25	89	91	96	92	3.6	3.9
	0.01	101	101	100	101	0.6	0.6
うどん	0.25	90	92	87	90	2.5	2.8
	0.01	101	100	101	101	0.6	0.6
食パン(60%製粉)	0.25	101	103	103	102	1.2	1.2
	0.01	105	101	101	102	2.3	2.3
食パン(全粒粉)	0.25	102	105	106	104	2.1	2.0
	0.01	102	102	101	102	0.6	0.6

表 3. メチルパラチオン添加回収試験(米, AR01)

試料	添加量 (ppm)	回収率(%)					
		実測値		平均値	S.D.	C.V.(%)	
粳米	0.2	101	101	98	100	1.7	1.7
	0.01	110	108	103	107	3.6	3.4
粳	1.0	95	93	92	93	1.5	1.6
	0.04	101	100	101	101	0.6	0.6
玄米	0.2	88	86	83	86	2.5	2.9
	0.01	88	96	90	91	4.2	4.6
白米	0.01	96	109	99	101	6.8	6.7
	1.0	88	86	89	88	1.5	1.7
糠	0.04	92	92	92	92	0.0	0.0
	0.2	88	91	91	90	1.7	1.9
水洗玄米	0.01	101	101	99	100	1.2	1.2
水洗白米	0.2	91	93	95	93	2.0	2.2
	0.01	100	111	104	105	5.6	5.3
玄米とぎ汁	0.002	103	105	100	103	2.5	2.4
白米とぎ汁	0.04	93	97	97	96	2.3	2.4
	0.002	98	95	94	96	2.1	2.2
炊飯玄米	0.005	104	99	108	104	4.5	4.3
炊飯白米	0.1	95	95	102	97	4.0	4.1
	0.005	93	92	105	97	7.2	7.4
大豆	0.25	95	96	95	95	0.6	0.6
	0.01	90	100	103	98	6.8	6.9
水浸漬大豆	0.25	92	90	85	89	3.6	4.0
	0.01	99	97	98	98	1.0	1.0
浸漬水	0.1	103	108	108	106	2.9	2.7
	0.002	104	103	103	103	0.6	0.6
豆乳	0.25	95	94	97	95	1.5	1.6
	0.01	105	105	105	105	0.0	0.0
おから	0.25	92	98	100	97	4.2	4.3
	0.01	107	106	108	107	1.0	0.9
豆腐	0.25	92	91	92	92	0.6	0.7
	0.01	105	106	105	105	0.6	0.6
非凝固液	0.1	102	110	109	107	4.4	4.1
	0.002	104	102	101	102	1.5	1.5
玄麦	0.25	103	104	107	105	2.1	2.0
	0.01	96	103	96	98	4.0	4.1
60%製粉	0.25	101	96	98	98	2.5	2.6
	0.01	106	101	102	103	2.6	2.5
末粉	0.25	100	98	93	97	3.6	3.7
	0.01	103	103	104	103	0.6	0.6
大ふすま	0.25	102	107	103	104	2.6	2.5
	0.01	101	100	100	100	0.6	0.6
小ふすま	0.25	98	104	100	101	3.1	3.1
	0.01	104	103	99	102	2.6	2.5
中華麺	0.25	95	97	101	98	3.1	3.2
	0.01	100	100	103	101	1.7	1.7
うどん	0.25	94	96	103	98	4.7	4.8
	0.01	101	100	100	100	0.6	0.6
食パン(60%製粉)	0.25	101	104	106	104	2.5	2.4
	0.01	101	101	100	101	0.6	0.6
食パン(全粒粉)	0.25	96	99	100	98	2.1	2.1
	0.01	106	105	105	105	0.6	0.6

表 4. フェニトロチオン添加回収試験(米, AR01)

試料	添加量 (ppm)	回収率(%)					
		実測値		平均値	S.D.	C.V.(%)	
穀粒	0.2	105	105	100	103	2.9	2.8
	0.01	107	107	101	105	3.5	3.3
籾	1.0	96	94	93	94	1.5	1.6
	0.04	102	103	102	102	0.6	0.6
玄米	0.2	94	94	90	93	2.3	2.5
	0.01	90	104	100	98	7.2	7.3
白米	0.01	105	109	99	104	5.0	4.8
	1.0	90	90	97	92	4.0	4.3
糠	0.04	103	103	109	105	3.5	3.3
	0.2	89	94	95	93	3.2	3.4
水洗玄米	0.01	103	113	114	110	6.1	5.5
水洗白米	0.2	93	95	95	94	1.2	1.3
	0.01	96	107	104	102	5.7	5.6
玄米とぎ汁	0.002	106	100	119	108	9.7	9.0
白米とぎ汁	0.04	92	96	99	96	3.5	3.6
炊飯玄米	0.002	106	100	103	103	3.0	2.9
	0.005	109	111	116	112	3.6	3.2
炊飯白米	0.1	93	93	99	95	3.5	3.7
	0.005	107	104	108	106	2.1	2.0
大豆	0.25	96	97	96	96	0.6	0.6
	0.01	102	97	100	100	2.5	2.5
水浸漬大豆	0.25	93	90	90	91	1.7	1.9
	0.01	101	99	100	100	1.0	1.0
浸漬水	0.1	106	110	106	107	2.3	2.1
	0.002	100	101	100	100	0.6	0.6
豆乳	0.25	98	96	98	97	1.2	1.2
	0.01	104	104	103	104	0.6	0.6
おから	0.25	96	99	100	98	2.1	2.1
	0.01	108	108	108	108	0.0	0.0
豆腐	0.25	93	95	94	94	1.0	1.1
	0.01	103	104	104	104	0.6	0.6
非凝固液	0.1	100	106	106	104	3.5	3.4
	0.002	101	99	101	100	1.2	1.2
玄麦	0.25	102	105	107	105	2.5	2.4
	0.01	99	106	102	102	3.5	3.4
60%製粉	0.25	101	98	100	100	1.5	1.5
	0.01	93	96	96	95	1.7	1.8
末粉	0.25	100	103	96	100	3.5	3.5
	0.01	102	101	101	101	0.6	0.6
大ふすま	0.25	103	106	98	102	4.0	3.9
	0.01	101	101	100	101	0.6	0.6
小ふすま	0.25	100	100	102	101	1.2	1.2
	0.01	99	99	104	101	2.9	2.9
中華麺	0.25	94	92	92	93	1.2	1.3
	0.01	99	101	100	100	1.0	1.0
うどん	0.25	91	94	101	95	5.1	5.4
食パン(60%製粉)	0.01	101	101	101	101	0.0	0.0
	0.25	100	102	104	102	2.0	2.0
食パン(全粒粉)	0.01	105	101	100	102	2.6	2.5
	0.25	100	102	103	102	1.5	1.5
	0.01	102	102	102	102	0.0	0.0

表 5. カルバリル添加回収試験(米, AR01)

試料	添加量 (ppm)	回収率(%)					
		実測値		平均値	S.D.	C.V.(%)	
粳米	0.2	99	102	101	101	1.5	1.5
	0.01	108	107	99	105	4.9	4.7
粳	1.0	97	94	89	93	4.0	4.3
	0.04	97	100	98	98	1.5	1.5
玄米	0.2	98	98	97	98	0.6	0.6
	0.01	90	93	94	92	2.1	2.3
白米	0.01	94	96	103	98	4.7	4.8
	1.0	95	91	103	96	6.1	6.4
	0.04	89	102	106	99	8.9	9.0
水洗玄米	0.2	95	96	102	98	3.8	3.9
	0.01	106	109	102	106	3.5	3.3
水洗白米	0.20	100	105	103	103	2.5	2.4
	0.01	97	99	93	96	3.1	3.2
玄米とぎ汁	0.002	105	109	94	103	7.8	7.6
白米とぎ汁	0.04	98	103	101	101	2.5	2.5
	0.002	108	101	113	107	6.0	5.6
炊飯玄米	0.005	94	92	104	97	6.4	6.6
炊飯白米	0.1	86	94	100	93	7.0	7.5
	0.005	117	101	114	111	8.5	7.7

表 6. ジクワット添加回収試験(米, AR01)

試料	添加量 (ppm)	回収率(%)					
		実測値		平均値	S.D.	C.V.(%)	
粳米	0.2	108	106	104	106	2.0	1.9
粳	4.0	92	90	88	90	2.0	2.2
	0.08	128	129	118	125	6.1	4.9
玄米	0.2	90	92	92	91	1.2	1.3
	0.04	103	115	98	105	8.7	8.3
白米	0.2	89	84	97	90	6.6	7.3
	0.04	113	115	118	115	2.5	2.2
糠*	4.0	101	97	96	98	2.6	2.7
	0.08	70	79	80	76	5.5	7.2
玄米とぎ汁	0.04	85	88	88	87	1.7	2.0
	0.004	85	78	95	86	8.5	9.9
白米とぎ汁	0.04	80	78	88	82	5.3	6.5
	0.004	75	75	88	79	7.5	9.5
炊飯玄米	0.2	104	104	99	102	2.9	2.8
	0.02	120	120	115	118	2.9	2.5
炊飯白米	0.2	95	95	101	97	3.5	3.6
	0.02	87	105	95	96	9.0	9.4
大豆	0.2	73	81	83	79	5.3	6.7
	0.02	90	105	100	98	7.6	7.8
浸漬水	0.04	75	75	73	74	1.2	1.6
	0.004	83	73	70	75	6.8	9.1
豆乳	0.1	92	95	89	92	3.0	3.3
	0.008	78	80	85	81	3.6	4.4
豆腐	0.1	78	80	83	80	2.5	3.1
	0.008	75	73	80	76	3.6	4.7
非凝固液	0.04	92	89	93	91	2.1	2.3
	0.004	83	93	100	92	8.5	9.2
玄麦	0.2	85	89	82	85	3.5	4.1
	0.04	88	97	98	94	5.5	5.9
60%製粉	0.2	102	94	98	98	4.0	4.1
	0.04	103	101	109	104	4.2	4.0
大ふすま	1.0	89	96	95	93	3.8	4.1
	0.08	98	98	104	100	3.5	3.5
中華麺	0.2	91	101	93	95	5.3	5.6
	0.02	97	112	108	106	7.8	7.4
うどん	0.2	90	100	96	95	5.0	5.3
	0.02	108	101	90	100	9.1	9.1
食パン(60%製粉)	0.2	103	105	102	103	1.5	1.5
	0.02	101	107	95	101	6.0	5.9
食パン(全粒粉)	0.2	93	104	110	102	8.6	8.4
	0.02	111	95	103	103	8.0	7.8

*BL値(0.12 ppm)を差し引いて求めた値