

表 23. 米試料の加工調理における各供試試料の加工品への移行率  
(メチルパラチオン)

試験場所 区画	AR01	AR01
	Plot 4 (1X)	Plot 5 (5X)
試料名	(%)	
籾米 (ppm)	1.07	1.55
玄米 (ppm)	0.135	0.241
穀粒	100	100
玄米	9.9	12
籾	68	108
玄米	100	100
白米	24	23
糠	66	80
水洗玄米	65	69
水洗白米	3.8	6.4
玄米とぎ汁	35	31
白米とぎ汁	17	16
炊飯玄米	30	26
炊飯白米	<4.3	<2.2

表 24. 大豆試料の加工調理における各供試試料の加工品への移行率  
(メチルパラチオン)

試験場所 区画	IA01	IA01
	Plot 14 (5X)	Plot 15 (1X)
試料名	(%)	
乾燥大豆 (ppm)	0.415	0.039
乾燥大豆	100	100
水浸漬大豆	79	82
浸漬水	2.7	<9.5
おから	29	<29
豆乳	59	<84
豆腐	50	38
非凝固液	4.9	<10

表 25. 小麦試料の加工調理における各供試試料の加工品への移行率  
(メチルパラチオン)

試験場所 区画	ND01	ND01
	Plot 9 (5X)	Plot 10 (1X)
試料名	(%)	
玄麦 (ppm)	2.35	0.151
玄麦	100	100
60%製粉	10	10
未粉	3.0	2.6
大ふすま	53	58
小ふすま	12	13
食パン	6.9	8.7
食パン(全粒粉)	80	84
うどん	8.8	9.0
中華麺	9.4	11

表 26. 米試料の加工調理における各供試試料の加工品への移行率  
(フェニトロチオン)

試験場所 区画	AR01	AR01
	Plot 4 (1X)	Plot 5 (5X)
試料名	(%)	
粳米 (ppm)	0.494	0.822
玄米 (ppm)	0.137	0.296
穀粒	100	100
玄米	22	28
粳	61	93
玄米	100	100
白米	26	27
糠	63	77
水洗玄米	75	105
水洗白米	9.4	10
玄米とぎ汁	6.3	8.8
白米とぎ汁	17	16
炊飯玄米	45	56
炊飯白米	5.5	3.8

表 27. 大豆試料の加工調理における各供試試料の加工品への移行率  
(フェニトロチオン)

試験場所 区画	IA01	IA01
	Plot 14 (5X)	Plot 15 (1X)
試料名	(%)	
乾燥大豆 (ppm)	0.244	0.018
乾燥大豆	100	100
水浸漬大豆	90	126
浸漬水	3.0	<21
おから	48	<64
豆乳	92	<182
豆腐	63	<59
非凝固液	5.0	<23

表 28. 小麦試料の加工調理における各供試試料の加工品への移行率  
(フェニトロチオン)

試験場所 区画	ND01	ND01
	Plot 9 (5X)	Plot 10 (1X)
試料名	(%)	
玄麦 (ppm)	2.45	0.319
玄麦	100	100
60%製粉	4.1	4.8
末粉	1.5	1.4
大ふすま	64	65
小ふすま	10	13
食パン	3.1	4.1
食パン(全粒粉)	95	100
うどん	3.6	4.5
中華麺	3.9	5.3

表 29. 米試料の加工調理における各供試試料の加工品への移行率  
(カルバリル)

試験場所 区画	AR01	AR01
	Plot 2 (1X)	Plot 3 (5X)
試料名	(%)	
粳米 (ppm)	8.48	75.2
玄米 (ppm)	1.36	4.70
穀粒	100	100
玄米	13	4.9
粳	84	53
玄米	100	100
白米	38	36
糠	51	60
水洗玄米	69	36
水洗白米	13	9.4
玄米とぎ汁	28	78
白米とぎ汁	22	28
炊飯玄米	<0.6	0.4
炊飯白米	2.3	2.0

表 30. 米試料の加工調理における各供試試料の加工品への移行率  
(ジクワット処理)

試験場所 区画	AR01	AR01
	Plot 2 (1X)	Plot 3 (5X)
試料名	(%)	
籾米 (ppm)	2.67	26.0
玄米 (ppm)	0.17	1.37
穀粒	100	100
玄米	5.0	4.2
籾	91	99
玄米	100	100
白米	21	9.7
糠	96	106
水洗玄米	91	102
水洗白米	18	4.4
玄米とぎ汁	10	19
白米とぎ汁	9.2	5.3
炊飯玄米	59	81
炊飯白米	<23	4.1

表 31. 大豆試料の加工調理における各供試試料の加工品への移行率  
(ジクワット処理)

試験場所 区画	IA01	IA01	IA02	IA02
	Plot 12 (1X)	Plot 13 (5X)	Plot 20 (1X)	Plot 22 (5X)
試料名	(%)			
乾燥大豆 (ppm)	0.018	0.077	0.025	0.045
乾燥大豆	100	100	100	100
水浸漬大豆	89	72	44	88
浸漬水	<41	14	<30	<17
おから	<87	48	<69	53
豆乳	<152	61	<104	86
豆腐	<58	25	<36	23
非凝固液	<45	22	33	28

表 32. 小麦試料の加工調理における各供試試料の加工品への移行率  
(ジクワット処理)

試験場所 区画	ND01	ND01
	Plot 7 (1X)	Plot 8 (5X)
試料名	(%)	
玄麦 (ppm)	0.30	4.73
玄麦	100	100
60%製粉	13	4.7
末粉	4.8	1.9
大ふすま	66	79
小ふすま	12	15
食パン	12	4.1
食パン(全粒粉)	96	82
うどん	13	4.2
中華麺	8.9	3.0

表 33. 大豆試料の加工調理における各供試試料の加工品への移行率  
(パラユート処理)

試験場所 区画	IA01	IA01	IA02	IA02
	Plot 12 (1X)	Plot 13 (5X)	Plot 21 (1X)	Plot 23 (5X)
試料名	(%)			
乾燥大豆 (ppm)	0.012	0.094	<0.008	0.050
乾燥大豆	100	100	100	100
水浸漬大豆	134	66	166	72
浸漬水	<62	<7.9	<93	<15
おから	<130	43	<218	87
豆乳	<171	50	<321	65
豆腐	<87	33	<106	29
非凝固液	<68	13	<106	24

表 34. 米試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(ジメトエート)

試験場所 区画	AR01	AR01
	Plot 4 (1X)	Plot 5 (5X)
試料名		
籾米 (ppm)	0.043	0.093
玄米 (ppm)	<0.005	0.011
玄米	1.00	1.00
白米	<1.00	0.73
糠	<4.00	<1.82
水洗玄米	<1.00	0.82
水洗白米	<1.00	<0.45
玄米とぎ汁	<0.20	<0.091
白米とぎ汁	<0.20	<0.091
炊飯玄米	<0.60	<0.27
炊飯白米	<0.60	<0.27

表 35. 大豆試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(ジメトエート)

試験場所 区画	IA01	IA01
	Plot 14 (5X)	Plot 15 (1X)
試料名		
乾燥大豆 (ppm)	0.185	0.010
乾燥大豆	1.00	1.00
水浸漬大豆	0.21	<0.50
浸漬水	0.086	<0.10
おから	<0.027	<0.50
豆乳	0.11	<0.50
豆腐	<0.027	<0.50
非凝固液	0.049	<0.10

表 36. 小麦試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(ジメトエート)

試験場所 区画	ND01	ND01
	Plot 9 (5X)	Plot 10 (1X)
試料名		
玄麦 (ppm)	2.23	0.308
玄麦	1.00	1.00
60%製粉	0.17	0.12
末粉	0.22	0.15
大ふすま	3.03	3.22
小ふすま	0.97	1.24
食パン	0.049	0.039
食パン(全粒粉)	0.35	0.40
うどん	0.086	0.065
中華麺	0.090	0.068

表 37. 米試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(メチルパラチオン)

試験場所 区画	AR01	AR01
	Plot 4 (1X)	Plot 5 (5X)
試料名		
籾米 (ppm)	1.07	1.55
玄米 (ppm)	0.135	0.241
玄米	1.00	1.00
白米	0.27	0.26
糠	7.04	7.76
水洗玄米	0.58	0.61
水洗白米	0.038	0.066
玄米とぎ汁	0.14	0.071
白米とぎ汁	0.045	0.041
炊飯玄米	0.12	0.10
炊飯白米	<0.022	<0.012

表 38. 大豆試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(メチルパラチオン)

試験場所 区画	IA01	IA01
	Plot 14 (5X)	Plot 15 (1X)
試料名		
乾燥大豆 (ppm)	0.415	0.039
乾燥大豆	1.00	1.00
水浸漬大豆	0.35	0.36
浸漬水	0.0072	<0.026
おから	0.14	<0.13
豆乳	0.089	<0.13
豆腐	0.22	0.18
非凝固液	0.012	<0.026

表 39. 小麦試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(メチルパラチオン)

試験場所 区画	ND01	ND01
	Plot 9 (5X)	Plot 10 (1X)
試料名		
玄麦 (ppm)	2.35	0.151
玄麦	1.00	1.00
60%製粉	0.19	0.19
末粉	0.32	0.28
大ふすま	2.83	3.15
小ふすま	1.24	1.35
食パン	0.073	0.093
食パン(全粒粉)	0.51	0.54
うどん	0.10	0.11
中華麺	0.12	0.13

表 40. 米試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(フェニトロチオン)

試験場所 区画	AR01	AR01
	Plot 4 (1X)	Plot 5 (5X)
試料名		
籾米 (ppm)	0.494	0.822
玄米 (ppm)	0.137	0.296
玄米	1.00	1.00
白米	0.29	0.30
糠	6.74	7.43
水洗玄米	0.66	0.93
水洗白米	0.094	0.10
玄米とぎ汁	0.022	0.022
白米とぎ汁	0.044	0.040
炊飯玄米	0.073	0.22
炊飯白米	0.029	0.020

表 41. 大豆試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(フェニトロチオン)

試験場所 区画	IA01	IA01
	Plot 14 (5X)	Plot 15 (1X)
試料名		
乾燥大豆 (ppm)	0.244	0.018
乾燥大豆	1.00	1.00
水浸漬大豆	0.41	0.56
浸漬水	0.0082	<0.056
おから	0.18	<0.28
豆乳	0.14	<0.28
豆腐	0.28	<0.28
非凝固液	0.012	<0.056

表 42. 小麦試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(フェニトロチオン)

試験場所 区画	ND01	ND01
	Plot 9 (5X)	Plot 10 (1X)
試料名		
玄麦 (ppm)	2.45	0.319
玄麦	1.00	1.00
60%製粉	0.073	0.085
末粉	0.16	0.15
大ふすま	3.46	3.54
小ふすま	1.07	1.37
食パン	0.033	0.044
食パン(全粒粉)	0.62	0.65
うどん	0.043	0.053
中華麺	0.049	0.066

表 43. 米試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(カルバリル)

試料名	試験場所	AR01	AR01
	区画	Plot 2 (1X)	Plot 3 (5X)
粳米 (ppm)		8.48	75.2
玄米 (ppm)		1.36	4.70
玄米		1.00	1.00
白米		0.43	0.40
糠		5.26	6.38
水洗玄米		0.62	0.33
水洗白米		0.13	0.095
玄米とぎ汁		0.065	0.18
白米とぎ汁		0.057	0.072
炊飯玄米		<0.0022	0.0017
炊飯白米		0.013	0.010

表 44. 米試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(ジクワット処理)

試験場所 区画	AR01	AR01
	Plot 2 (1X)	Plot 3 (5X)
試料名		
籾米 (ppm)	2.67	26.0
玄米 (ppm)	0.17	1.37
玄米	1.00	1.00
白米	0.24	0.11
糠	9.29	9.27
水洗玄米	0.82	0.93
水洗白米	0.18	0.044
玄米とぎ汁	0.024	0.044
白米とぎ汁	0.024	0.014
炊飯玄米	0.24	0.33
炊飯白米	<0.12	0.022

表 45. 大豆試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(ジクワット処理)

試験場所 区画	IA01	IA01	IA02	IA02
	Plot 12 (1X)	Plot 13 (5X)	Plot 20 (1X)	Plot 22 (5X)
試料名				
乾燥大豆 (ppm)	0.018	0.077	0.025	0.045
乾燥大豆	1.00	1.00	1.00	1.00
水浸漬大豆	0.39	0.31	0.20	0.40
浸漬水	<0.11	0.039	<0.080	<0.044
おから	<0.44	0.23	<0.32	0.24
豆乳	<0.22	0.091	<0.16	0.13
豆腐	<0.22	0.10	<0.16	0.11
非凝固液	<0.11	0.052	0.080	0.067

表 46. 小麦試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(ジクワット処理)

試験場所 区画	ND01	ND01
	Plot 7 (1X)	Plot 8 (5X)
試料名		
玄麦 (ppm)	0.30	4.73
玄麦	1.00	1.00
60%製粉	0.23	0.082
末粉	0.43	0.17
大ふすま	3.70	4.52
小ふすま	1.33	1.57
食パン	0.12	0.042
食パン(全粒粉)	0.61	0.52
うどん	0.15	0.050
中華麺	0.11	0.038

表 47. 大豆試料の加工調理における各供試試料の加工係数  
(パラコート処理)

試験場所 区画	IA01	IA01	IA02	IA02
	Plot 12 (1X)	Plot 13 (5X)	Plot 21 (1X)	Plot 23 (5X)
試料名				
乾燥大豆 (ppm)	0.012	0.094	<0.008	0.050
乾燥大豆	1.00	1.00	1.00	1.00
水浸漬大豆	0.58	0.29	0.75	0.32
浸漬水	<0.17	<0.021	<0.25	<0.040
おから	<0.67	0.21	<1.00	0.42
豆乳	<0.25	0.074	<0.50	0.10
豆腐	<0.33	0.14	<0.50	0.12
非凝固液	<0.17	0.032	<0.25	0.060

表48 JMPR Reportに収録されている加工データ（調理加工係数）

		ジメトエート <sup>1)</sup>	フェニトロチオン <sup>2)</sup>	メチルパラチオン <sup>3)</sup>	カルバリル <sup>4)</sup>	ジクワット <sup>5)</sup>
小麦	全粒粉	0.31		1.2~3.2		
	ふすま	2.03	4, 3.9	2.42, 1.94	1.03	twice
	胚乳 (ミドリング)	0.1		0.71, 0.50	crude 0.08	
	小麦粉	0.09, 0.17/0.12	0.21, 0.26	0.24 <sup>a)</sup> , 0.082 <sup>b)</sup> , 0.17/0.19	refine 0.1	0.2-0.25
	白パン		0.089, 0.11			1
	全粒パン	0.85, 0.35/0.40	0.43, 0.33			1よりやや低い
米	白米			0.193, 0.289, 0.31/0.26	0.01 <sup>c)</sup> , 0.03 <sup>c)</sup>	
	ぬか			5	0.95 <sup>c)</sup> , 0.4 <sup>c)</sup>	
	炊飯白米		移行率 6.1%			
大豆	粗油			4.73		<0.01
	精製油			3.8		<0.01
	スープストック					0.02, 0.03

パラコート<sup>5)</sup>の調理加工に関するデータは無い。

1) Wilson, 2003 : 未発表資料, (cited in JMPR Report 2003)

2) 米 : Takimoto Y. et al., J.Pesticide Sci., 3,277-290, 1978 (cited in JMPR Report 2003)

小麦 : Ohnishi et al., 1987未発表資料 (cited in JMPR Report 2003)

Turnbull and Ardley, 1987未発表資料 (cited in JMPR Report 2003)

3) 米 : LeRoy, 1990未発表資料 (cited in JMPR Report 1994 & 2000)

米加工品の加工係数は、玄米を出発原料とした値。

小麦 : LeRoy, 1990未発表資料 (cited in JMPR Report 1994 & 2000)

大豆 : Canez 1990未発表資料 (cited in JMPR Report 1994 & 2000)

4) 米 : Davis, 1986未発表資料 (cited in JMPR Report 2002)

Macy and Mede, 1995未発表資料 (cited in JMPR Report 2002)

小麦 : Cappy, 1995未発表資料 (cited in JMPR Report 2002)

5) 小麦 : Cappy, 1995未発表資料 (cited in JMPR Report 2002)

大豆 : Canez 1990未発表資料 (cited in JMPR Report 1994)

a) 小麦粉（低グレード粉）

b) 小麦粉（パテント粉）

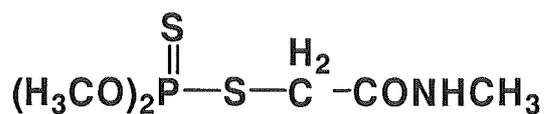
c) 粳米を出発原料とした加工係数値

	ADI(JMPR) mg/kg/d	残留基準値または実測残留濃度 <sup>a</sup>				幼小児1日摂取量(μg)					幼小児(15.8kg体重) 1日許容摂取量(μg)	対ADI 比率
		米	小麦	大豆	大豆	米	小麦	大豆	合計			
シクワット	0.002	1	2	0.2	0.2	97.7	165	6.74	269	31.6	8.5	
1X残留レベル		0.17	0.3	0.0215	0.0215	16.6	24.7	0.72	42.0	31.6	1.33	
1X残留レベル*移行率		0.036	0.039	0.0158	0.0158	3.52	3.21	0.532	7.26	31.6	0.23	
5X残留レベル		1.37	4.73	0.061	0.061	134	389	2.06	525	31.6	17	
5X残留レベル*移行率		0.133	0.222	0.0146	0.0146	13.0	18.3	0.49	31.8	31.6	1.0	
ジメエート	0.002	1	0.1	1	1	97.7	823	33.7	140	31.6	4.4	
1X残留レベル		0.005	0.308	0.01	0.01	0.489	25.3	0.337	26.2	31.6	0.83	
1X残留レベル*移行率		0.003	0.0209	0.00057	0.00057	0.293	1.72	0.0192	2.03	31.6	0.064	
5X残留レベル		0.011	2.23	0.185	0.185	1.07	184	6.23	191	31.6	6.0	
5X残留レベル*移行率		0.00715	0.210	0.105	0.105	0.699	17.3	3.55	21.5	31.6	0.68	
フェニトロチオン	0.005	0.2	10	0.20	0.20	19.5	823	6.74	849	79	10.8	
1X残留レベル		0.137	0.319	0.018	0.018	13.4	26.3	0.607	40.2	79	0.51	
1X残留レベル*移行率		0.0356	0.0153	0.00059	0.00059	3.48	1.26	0.0199	4.8	79	0.060	
5X残留レベル		0.296	2.45	0.244	0.244	28.9	201.6	8.22	239	79	3.0	
5X残留レベル*移行率		0.0829	0.100	0.0113	0.0113	8.10	8.27	0.382	16.7	79	0.21	
メチルパラチオン	0.003	1	1	0.1	0.1	97.7	82.3	3.37	183	47.4	3.9	
1X残留レベル		0.135	0.151	0.039	0.039	13.2	12.4	1.31	26.9	47.4	0.57	
1X残留レベル*移行率		0.0324	0.0151	0.0148	0.0148	3.17	1.24	0.499	4.91	47.4	0.10	
5X残留レベル		0.241	2.35	0.415	0.415	23.5	193	14.0	231	47.4	4.9	
5X残留レベル*移行率		0.0554	0.235	0.245	0.245	5.42	19.3	8.25	33.0	47.4	0.70	
パラコート	0.004	0.1	0.05	0.1	0.1	9.77	4.12	3.37	17.3	63.2	0.27	
1X残留レベル		-	-	0.01	0.01	-	-	0.337	0.337	63.2	0.0053	
1X残留レベル*移行率		-	-	0.00575	0.00575	-	-	0.194	0.194	63.2	0.0031	
5X残留レベル		-	-	0.072	0.072	-	-	2.43	2.43	63.2	0.038	
5X残留レベル*移行率		-	-	0.0414	0.0414	-	-	1.40	1.40	63.2	0.022	
カルバリル	0.008	1	5	1	1	97.7	411.5	33.7	543	126.4	4.3	
1X残留レベル		0.754	3.40	0.03	0.03	73.7	280	1.01	354	126.4	2.8	
1X残留レベル*移行率		0.238	0.136	<0.015	<0.015	23.2	11.2	0.506	35	126.4	0.28	
5X残留レベル		3.21	-	-	-	313	-	-	313	126.4	2.5	
5X残留レベル*移行率		0.849	-	-	-	83.0	-	-	83.0	126.4	4.3	

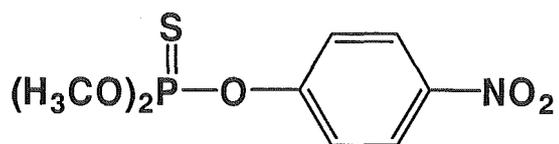
<sup>a</sup> イタリック数値は暫定基準値(第2次案)。その他は実測残留濃度。

- ・移行率については、各処理区での移行率を使用した。1Xで製品中濃度がNDの場合は、5Xでの実数値移行率を採用した。同一濃度区で複数の値が得られている場合はその平均値を採用した。
- ・カルバリルの小麦のデータは、財団法人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」より引用したポストハーベスト処理小麦のデータ。Codex基準(5 mg/kg)に合致する濃度で水和剤を玄麦に散布し、オーストリアの保存条件を模して、30℃暗所で3ヶ月保管したのち、製粉加工した。
- ・カルバリルの大豆のデータは、財団法人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」からの引用。米国使用基準の最大濃度(1.5qt/A;最終散布のみは2倍濃度)で4回処理、21日後に収穫した大豆。

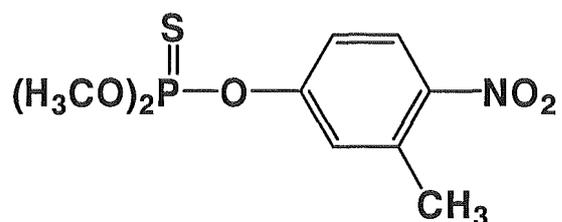




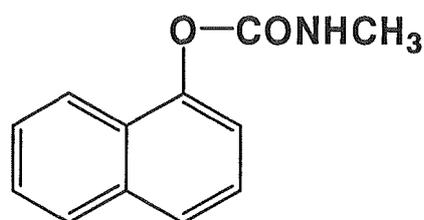
Dimethoate 分子量：229.3



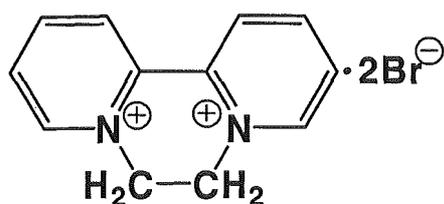
Prathion-methyl 分子量：263.2



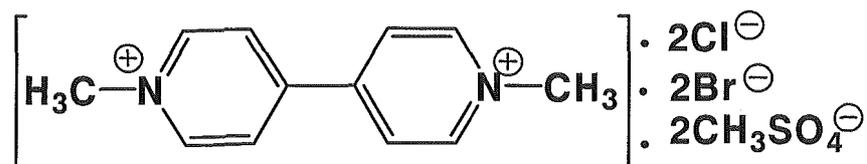
Fenitrothion 分子量：277.2



Carbaryl 分子量：201.2



Diquat 分子量：184.2 (free), 344.1 (-Br)



Paraquat 分子量：186.3 (free), 257.2 (-Cl), 346.2 (-Br), 408.5 (-CH<sub>3</sub>SO<sub>4</sub>)

图 1. 对象化合物構造式

図 2-1-1. 分析法フローシート：ジメトエート，メチルパラチオン，  
フェニトロチオン，カルバリル分析法 No.1

玄米試料：炊飯玄米 20 g, 炊飯白米 20 g, 粳 2 g, むか 2 g, その他の試料 10 g

大豆試料：大豆 10 g, 水浸漬大豆 20 g, おから 10 g, 豆乳 10 mL, 豆腐 20 g

小麦試料：大ふすま 4 g, 小ふすま 4 g, その他の試料 10 g

↓ + 水 20 mL (炊飯玄米, 炊飯白米, おから 10 mL)

↓ (水浸漬大豆, 豆乳, 豆腐, うどん玉, 中華麺玉：水膨潤操作なし)

↓ + アセトン 100 mL (炊飯玄米, 炊飯白米, 大ふすま, 食パン(全粒粉), 食パン(60%  
↓ 粉), うどん玉, 中華麺玉 80 mL + 秤ジナイザ<sup>®</sup> - 洗浄 20 mL)

30分振とう抽出 (炊飯玄米, 炊飯白米, 大ふすま, 食パン(全粒粉), 食パン(60%粉),

↓ うどん玉, 中華麺：秤ジナイザ<sup>®</sup> - を使用して磨砕した後, 20分間振とう

↓ 抽出)

吸引ろ過 (ガラス繊維ろ紙使用, 洗：アセトン 50 mL)

↓

減圧留去

↓ + 水 100 mL, NaCl 5 g, 酢酸エチル 80 mL × 2

5分間振とう

↓

酢酸エチル層分取

↓

無水硫酸ナトリウム (50 g) による脱水後, 自然ろ過 (洗：酢酸エチル 30 mL)

↓

減圧留去, 窒素気流下乾固

↓

多孔性ケイソウ土カラム (CE 1020)

↓ 保持：ヘキサン 10+5+5 mL, 5分間放置

↓ 溶出：ヘキサン飽和アセトニトリル 20+20+20+20 mL

減圧留去, 窒素気流下乾固

↓

Sep-Pak フロリジル (予洗：ヘキサン 5 mL)

↓ 保持：ヘキサン 5 mL

↓ 溶出：ヘキサン/アセトン (70:30, v/v) 30 mL

減圧留去, 窒素気流下乾固後, アセトンに溶解

↓

GC/NPD

図 2-1-2. 分析法フローシート：ジメトエート，メチルパラチオン，  
フェニトロチオン，カルバリル分析法 No.2

玄米とぎ汁 50 mL，白米とぎ汁 50 mL，浸漬水 20 mL，非凝固液 20 mL

↓ +水 50 mL（浸漬水，非凝固液 80 mL），NaCl 5 g，酢酸エチル 80 mL×2  
無水硫酸ナトリウム（50 g）による脱水後，自然ろ過（洗：酢酸エチル 30 mL）

↓

5 分間振とう

↓

酢酸エチル層分取

↓

減圧留去，窒素気流下乾固

↓

Sep-Pak フロリジル（予洗：ヘキサン 5 mL）

↓ 保持：ヘキサン 5 mL

↓ 溶出：ヘキサン/アセトン（70:30, v/v）30 mL

減圧留去，窒素気流下乾固後，アセトンに溶解

↓

GC/NPD

図 2-2-1. 分析法フローシート：ジクワット，パラコート分析法 No.1

大豆試料：大豆 10 g, 水浸漬大豆 20 g, 豆腐 20 g, 豆乳 20 mL  
↓ + 水 100 mL  
↓ + 9 mol/L 硫酸 10 mL  
↓ + 消泡剤 1 mL  
5 時間 加熱還流抽出 [マントルヒーター, 60V (15 分) →沸騰後 35V]  
↓  
吸引ろ過 (GFP ろ紙使用, 洗浄：水 50 mL)  
↓  
水で 200 mL 定容  
↓  
抽出液 20 mL 分取  
大豆試料：大豆, 浸漬大豆および豆腐 (試料 1 g or 2 g 相当), 豆乳 (試料 2 mL 相当)  
↓  
PS-2 カラム (洗浄：メタノール, 水 各 5 mL)  
↓ 溶出： 通液 (20 mL)  
↓ 溶出： 0.45 mol/L 硫酸 10 mL } 全取  
陽イオン交換樹脂ミニカラム  
↓ コンディショニング  $H^+ \rightarrow Na^+$  :  
飽和塩化ナトリウム溶液 10 mL (流速 0.3 mL/min)  
↓ 水 20 mL [流速 0.8 mL/min (カラム下部にガラス管 7.5 cm を接続)]  
↓ 保持： 通液 (30 mL)  
↓ 洗浄： 水 10 mL  
↓ 2 mol/L 塩酸 5 mL  
↓ 水 10 mL  
↓ 1 mol/L 塩化アンモニウム溶液 5 mL  
↓ 溶出： 5 mol/L 塩化アンモニウム溶液 10 mL  
100 mL 容分液漏斗  
↓ 陽イオン交換樹脂カラム溶出液 5 mL  
↓ + 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  
↓ + 1 % 過酸化水素水 10 mL  
↓ (室温で 5 分間 放置)  
↓ + クロロホルム 20 mL×2  
振とう 5 分間  
↓  
クロロホルム層分取, 硫酸ナトリウム 50 g をのせたガラスろ過器で脱水ろ過 (洗浄：クロロホルム 20 mL)  
↓  
減圧留去, 窒素気流下乾固  
↓  
水に溶解  
↓  
HPLC/FLD

図 2-2-2. 分析法フローシート：ジクワット，パラコート分析法 No.2

玄米試料：穀粒 10 g, 玄米 10 g, 白米 10 g, むか 5 g, 粉 10 g, 水洗玄米 10 g, 水洗白米 10 g, 炊飯玄米 20 g, 炊飯白米 20 g

大豆試料：おから 20 g

小麦試料：玄麦 10 g, 60%粉 10 g, 大ふすま 5 g, 小ふすま 5 g, 末粉 10 g, 食パン(全粒粉) 20 g, 食パン(60%粉) 20 g, うどん玉 10 g, 中華麺玉 20 g

↓ + 水 100 mL

↓ + 9 mol/L 硫酸 10 mL

↓ + 消泡剤 1 mL

5 時間 加熱還流抽出 [マントルヒーター, 60V (15 分) →沸騰後 35V]

↓

吸引ろ過 (GFP ろ紙使用, 洗浄：水 50 mL)

↓

水で 200 mL 定容

↓

抽出液 20 mL 分取

玄米試料：穀粒 (試料 1 g 相当), 玄米 (試料 1 g 相当), 白米 (試料 1 g 相当), むか (試料 0.5 g 相当), 粉 (試料 1 g 相当), 水洗玄米 (試料 1 g 相当), 水洗白米 (試料 1 g 相当), 炊飯玄米 (試料 2 g 相当), 炊飯白米 (試料 2 g 相当)

大豆試料：おから (試料 2 g 相当)

小麦試料：玄麦 (試料 1 g 相当), 60%粉 (試料 1 g 相当), 大ふすま (試料 0.5 g 相当), 小ふすま (試料 0.5 g 相当), 末粉 (試料 1 g 相当), 食パン (全粒粉) (試料 2 g 相当), 食パン (60%粉) (試料 2 g 相当), うどん玉 (試料 2 g 相当), 中華麺玉 (試料 2 g 相当)

↓

PS-2 カラム (洗浄：メタノール, 水 各 5 mL)

↓ 溶出： 通液 (20 mL)

↓ 溶出： 0.45 mol/L 硫酸 10 mL } 全取

陽イオン交換樹脂ミニカラム

↓ コンディショニング  $H^+ \rightarrow Na^+$  :

飽和塩化ナトリウム溶液 10 mL (流速 0.3 mL/min)

↓ 水 20 mL [流速 0.8 mL/min (カラム下部にガラス管 7.5 cm を接続)]

↓ 保持： 通液 (30 mL)

↓ 洗浄： 水 10 mL

↓

2 mol/L 塩酸 5 mL

↓

水 10 mL

図 2-2-2. 分析法フローシート：ジクワット，パラコート分析法 No.2

↓ 溶出： 5 mol/L 塩化アンモニウム溶液 20 mL  
100 mL 容分液漏斗  
↓ 陽イオン交換樹脂カラム溶出液 5 mL  
↓ + 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  
↓ + 1 % 過酸化水素水 10 mL  
↓ (室温で5分間 放置)  
↓ + クロロホルム 20 mL×2  
振とう 5分間  
↓  
クロロホルム層分取，  
硫酸ナトリウム 50 g をのせたガラスろ過器で脱水ろ過 (洗浄：クロロホルム 20 mL)  
↓  
減圧留去，窒素気流下乾固  
↓  
水に溶解  
↓  
HPLC/FLD