

図 2-2-3. 分析法フローシート：ジクワット，パラコート分析法 No.3

大豆試料：浸漬水 10 mL

↓ +0.9 mol/L 硫酸 10 mL

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

↓ 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

図 2-2-4. 分析法フローシート：ジクワット，パラコート分析法 No.4

大豆試料：非凝固液 20 mL

玄米試料：玄米とぎ汁 20 mL，白米とぎ汁 20 mL，

↓ + 20%トリクロロ酢酸 4 mL

↓ (室温で5分間放置)

20 mL or 10 mL 容試験管に分けて，遠心分離 (1000 g, 5分間, 20°C)

上澄液分取 + 0.45 mol/L 硫酸 20 mL

↓

10 mL 容試験管に分けて，遠心分離 (1000 g, 5分間, 20°C)

上澄液分取，0.45 mol/L 硫酸で50 mL 定容。そのうち25 mL を分取 (試料 10 mL 相当)

↓

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 (25 mL)

↓ 洗浄：水 10 mL

↓ 2 mol/L 塩酸 5 mL

↓ 水 10 mL

↓ 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)

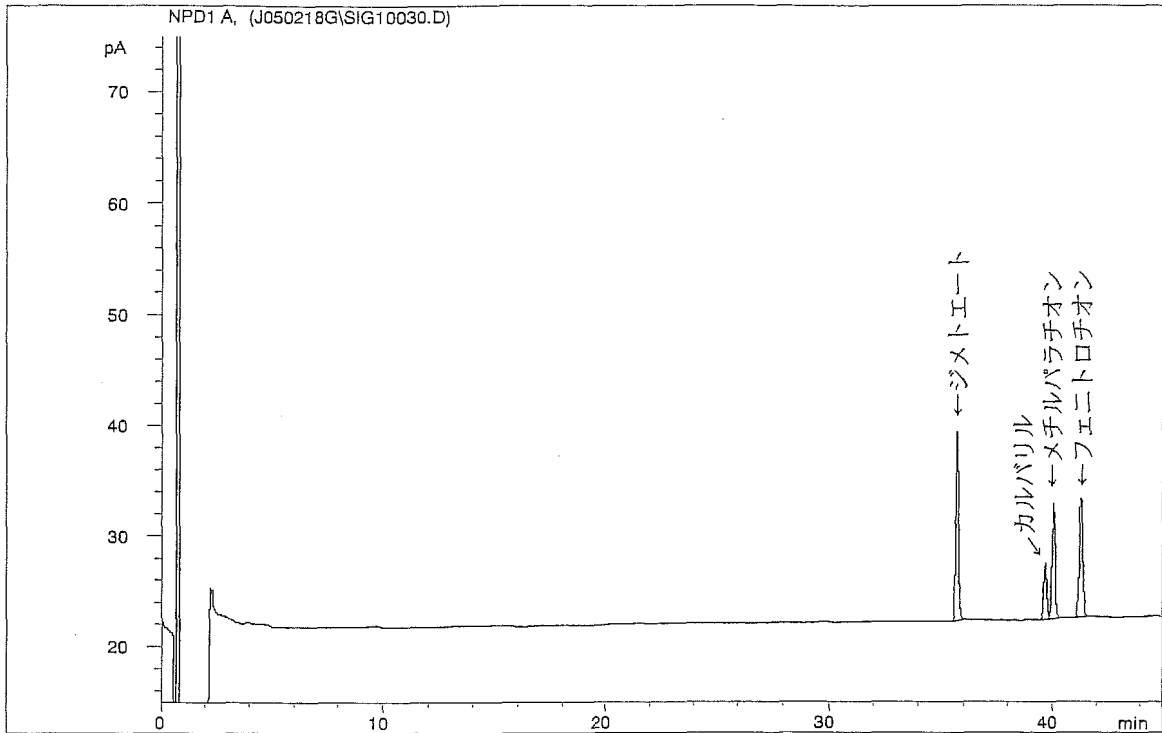
↓

減圧留去，窒素気流下乾固

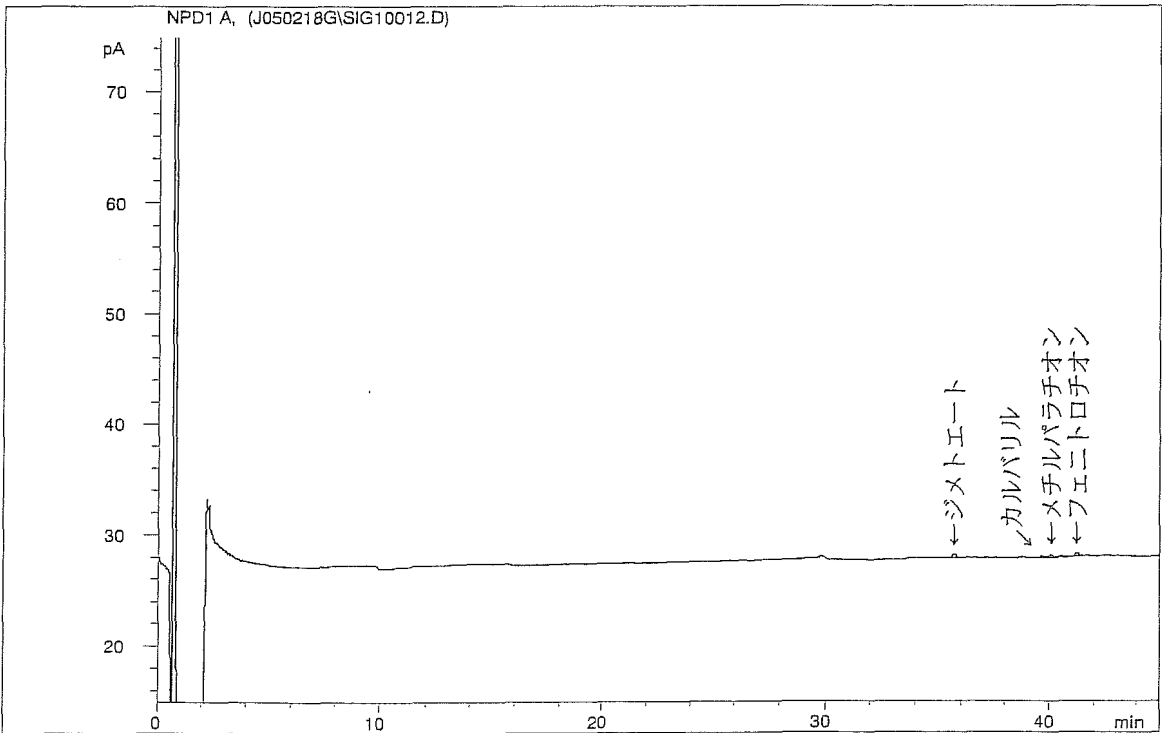
水に溶解

↓

HPLC/FLD

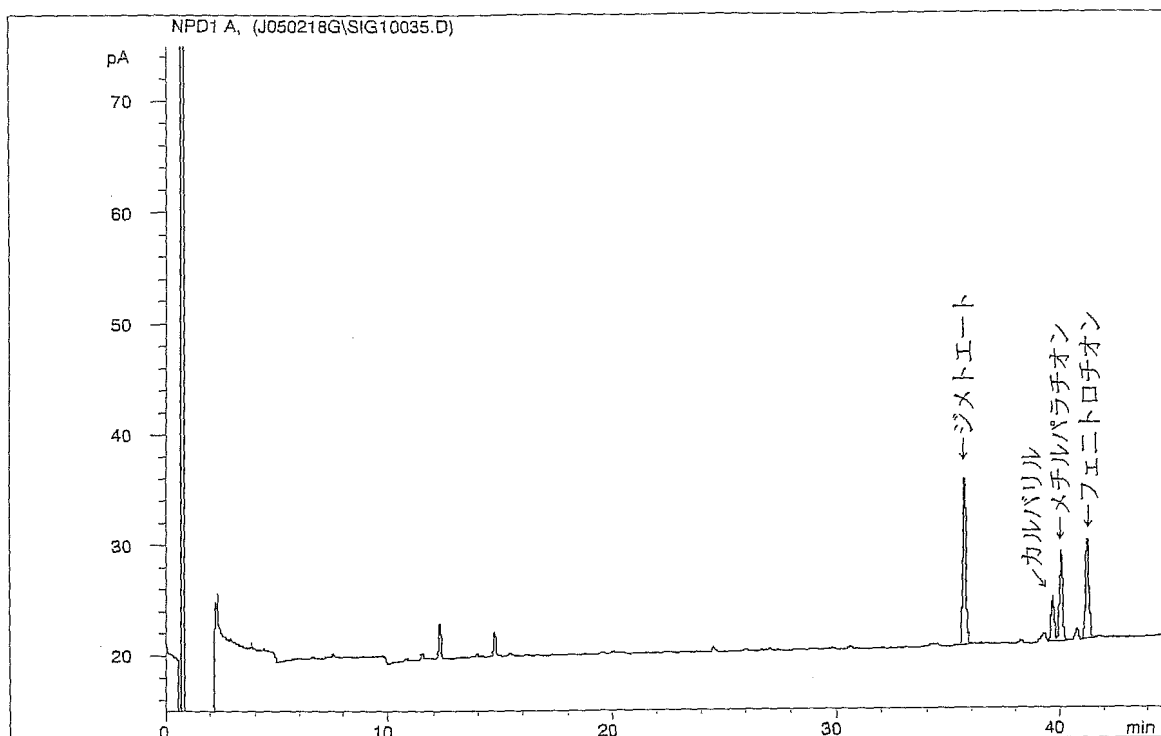


ジメトエート，メチルパラチオン，フェニトロチオン，カルバリル標準品 1 ng

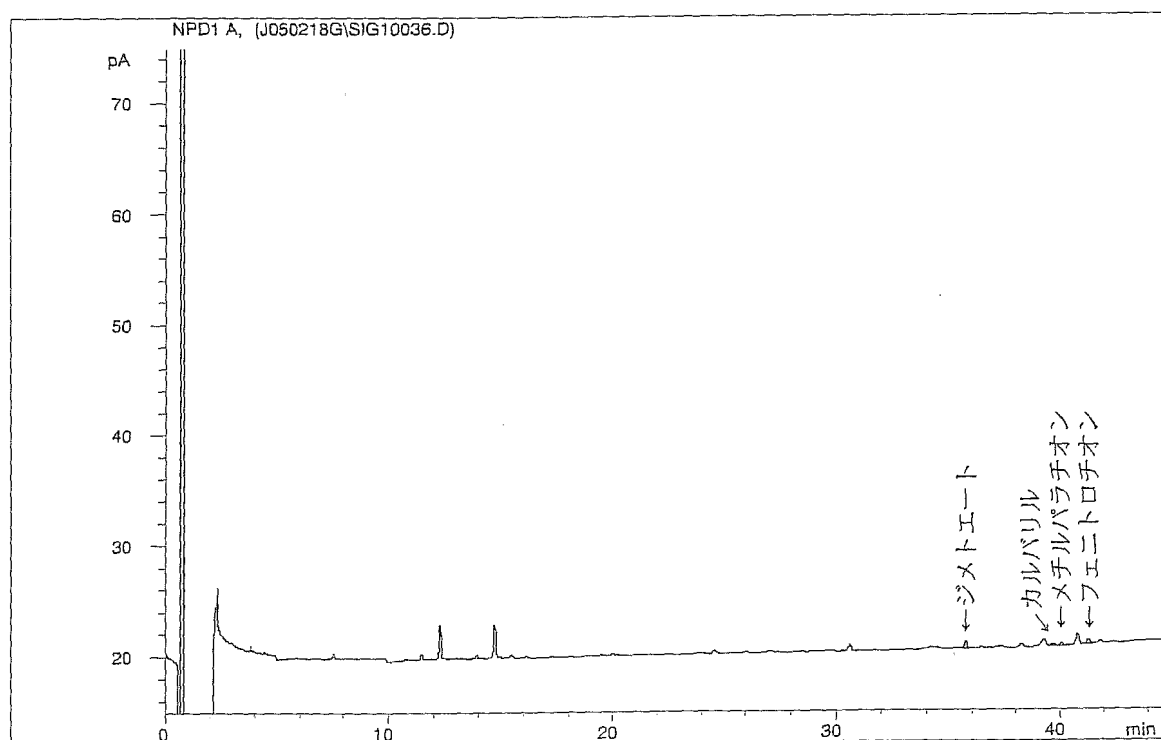


ジメトエート，メチルパラチオン，フェニトロチオン，カルバリル標準品 0.02 ng

図 3. 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（玄米試料）のクロマトグラム

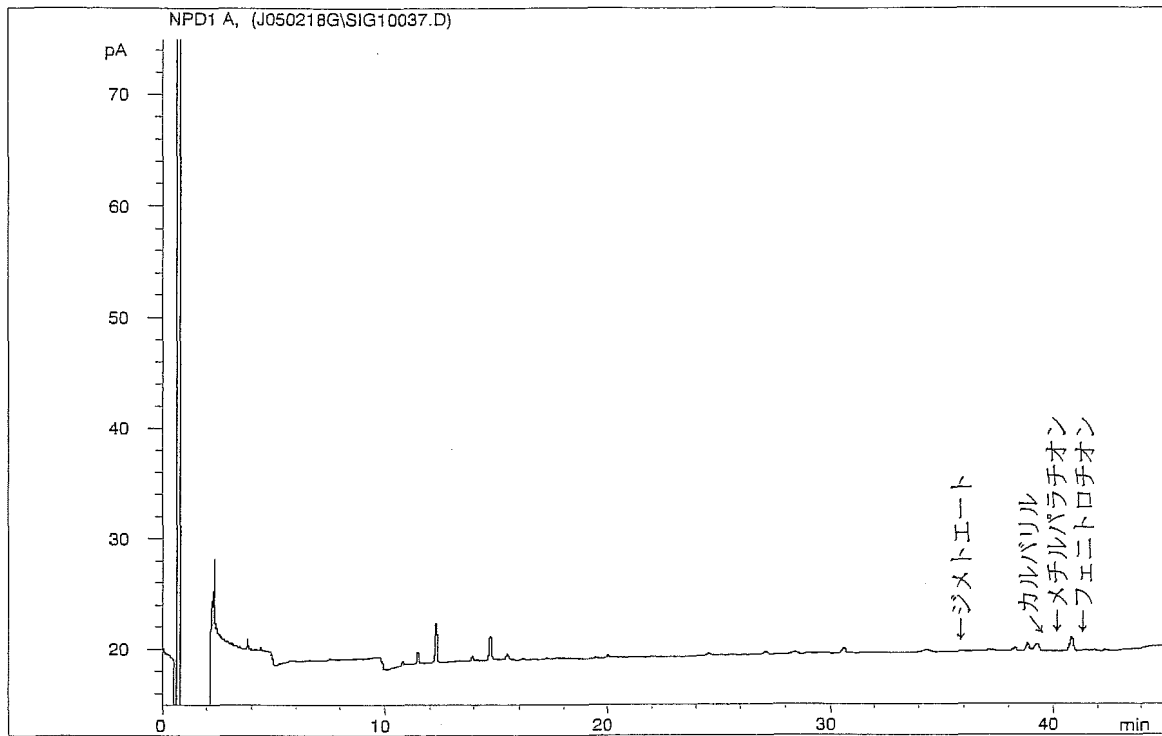


0.2 ppm 添加 2 μ L/5 mL/10 g

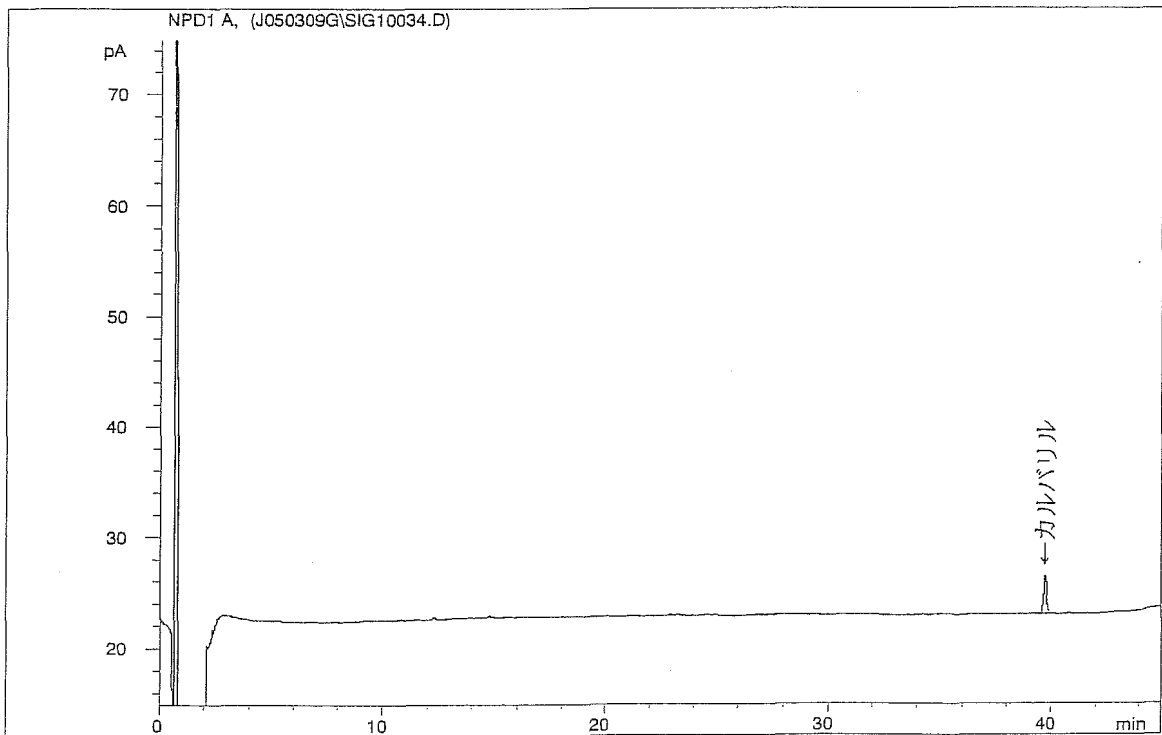


0.01 ppm 添加 2 μ L/5 mL/10 g

図 3. 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 (玄米試料) のクロマトグラム (続き)

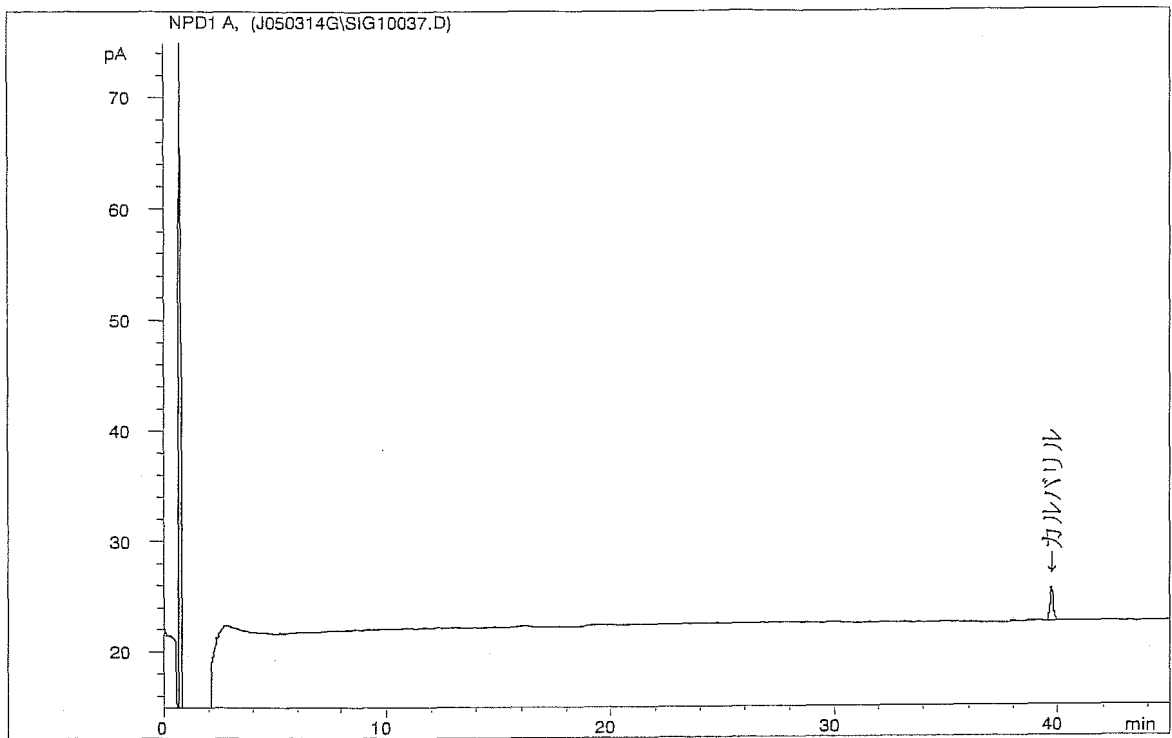


無処理(AR01-Plot1) 2 μ L/5 mL/10 g

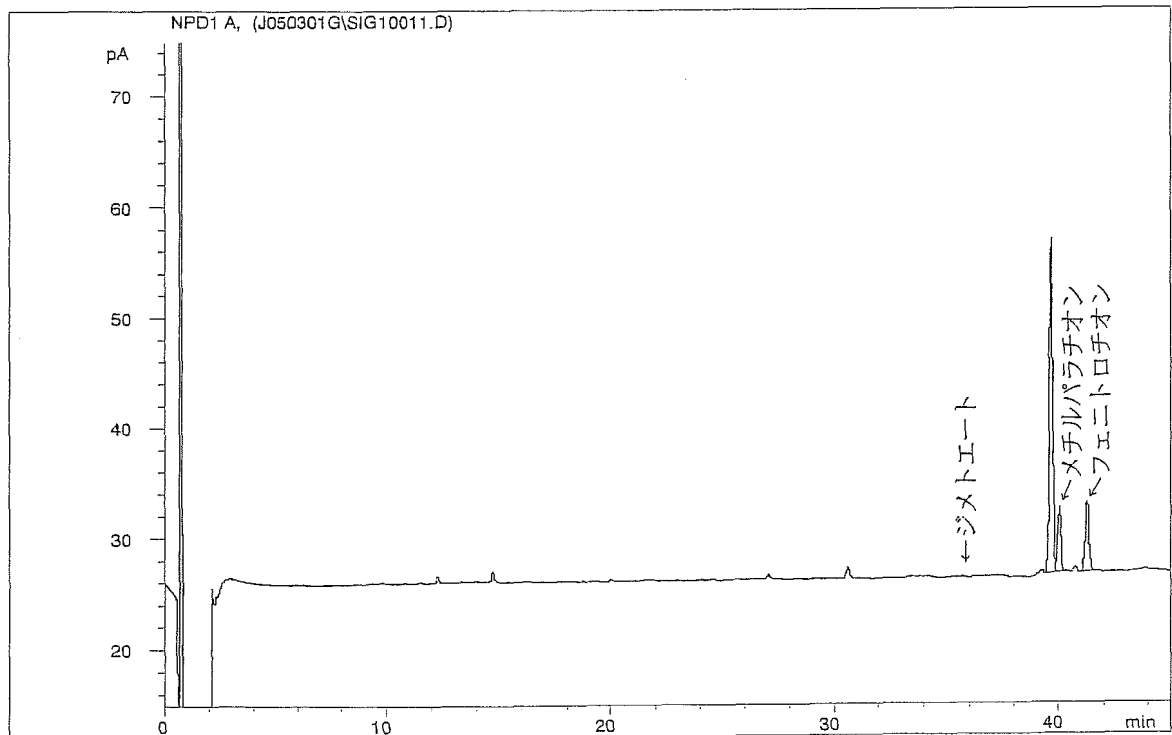


処理区(AR01-Plot2) 2 μ L/30 mL/10 g

図 3. 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 (玄米試料) のクロマトグラム (続き)

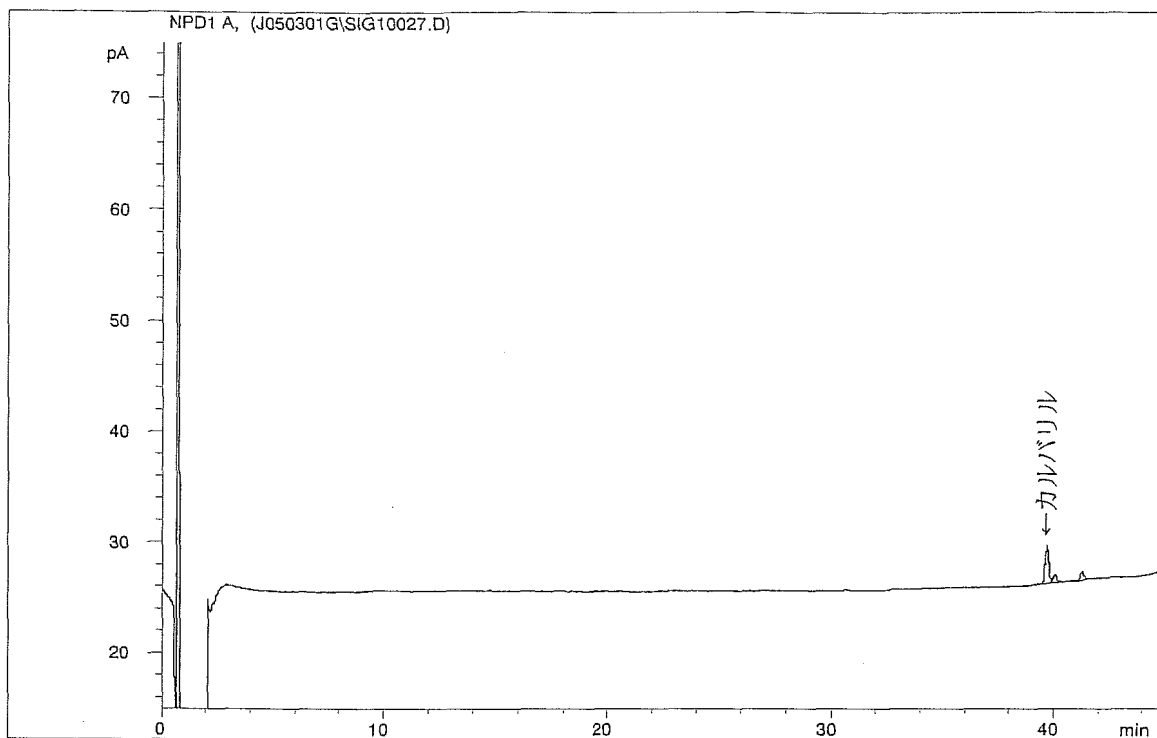


処理区(AR01-Plot3) 2 μ L/100 mL/10 g

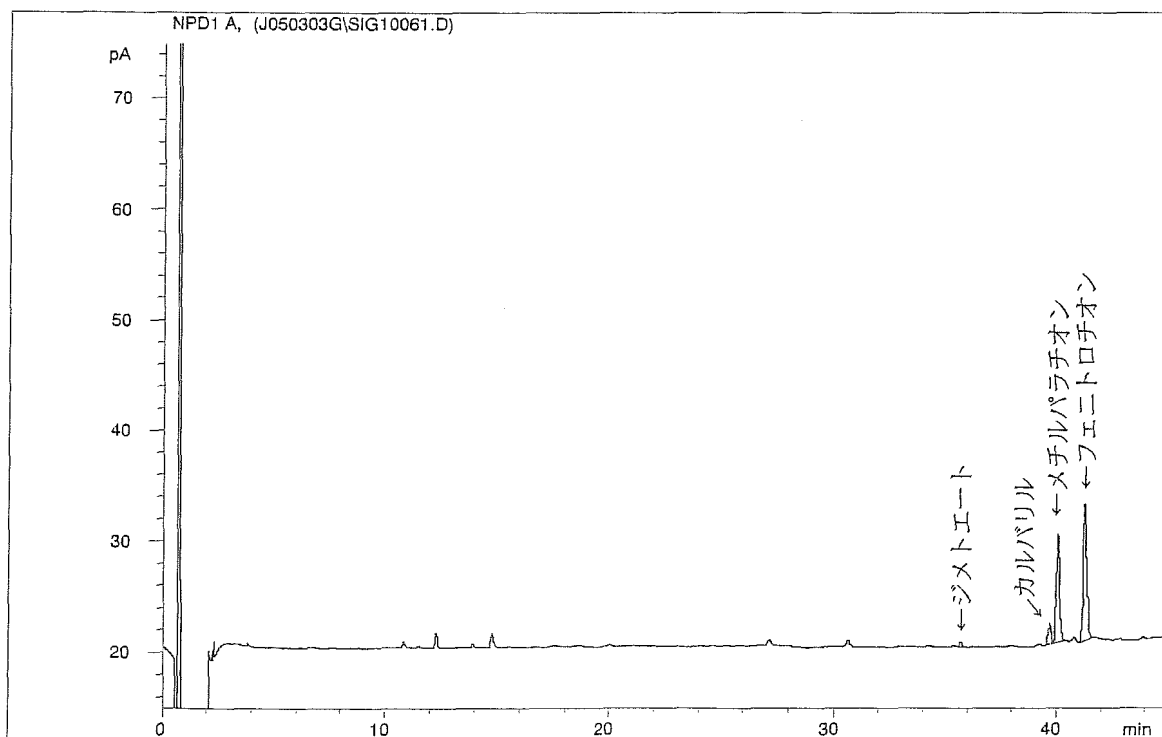


処理区(AR01-Plot4) 2 μ L/5 mL/10 g

図 3. 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 (玄米試料) のクロマトグラム (続き)

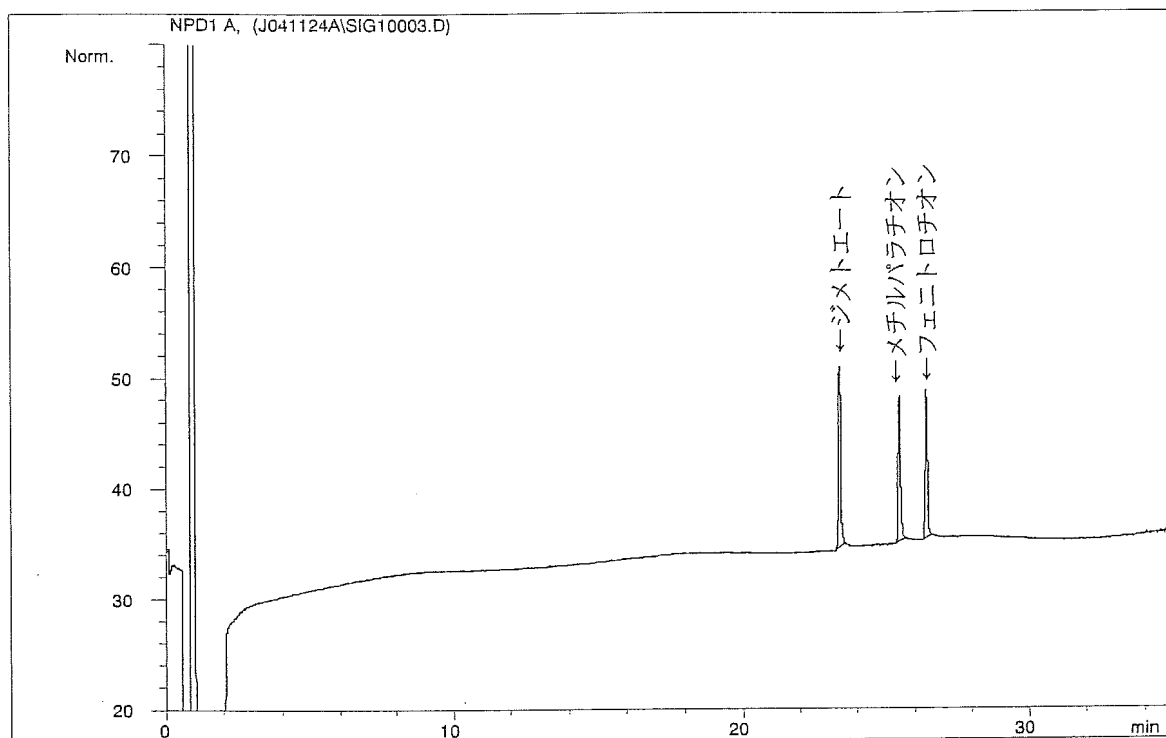


処理区(AR01-Plot4) 2 μ L/40 mL/10 g

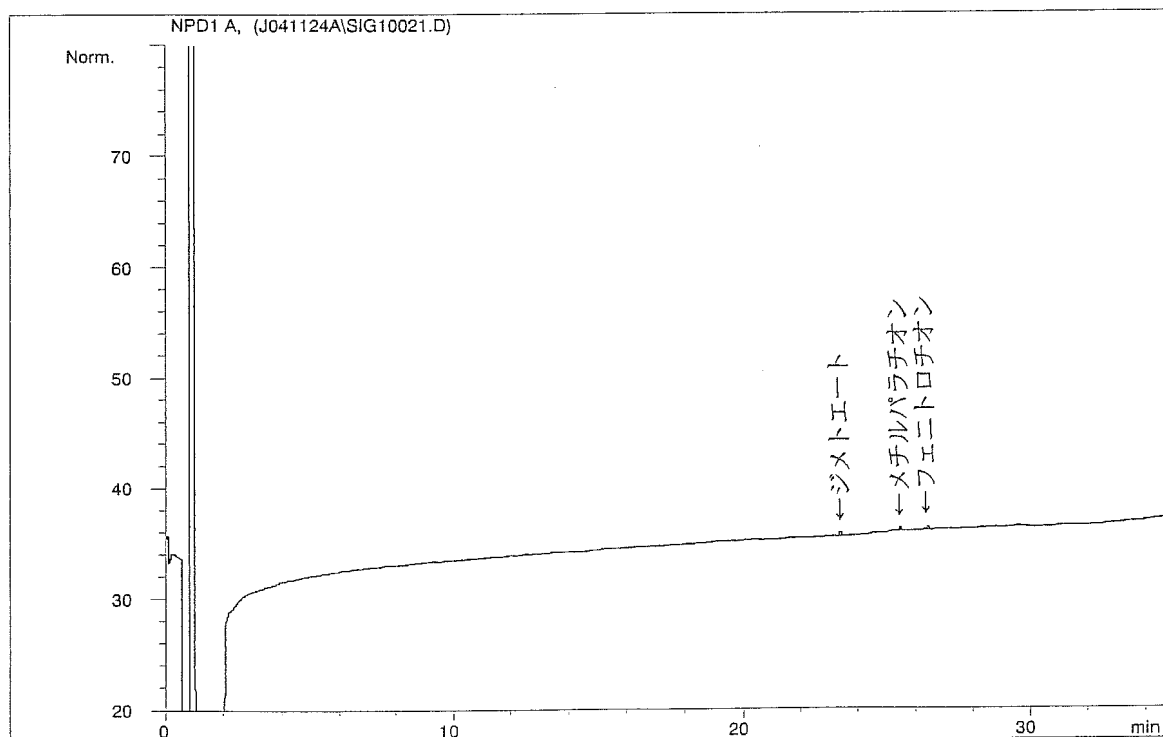


処理区(AR01-Plot5) 2 μ L/5 mL/10 g

図 3. 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 (玄米試料) のクロマトグラム (続き)

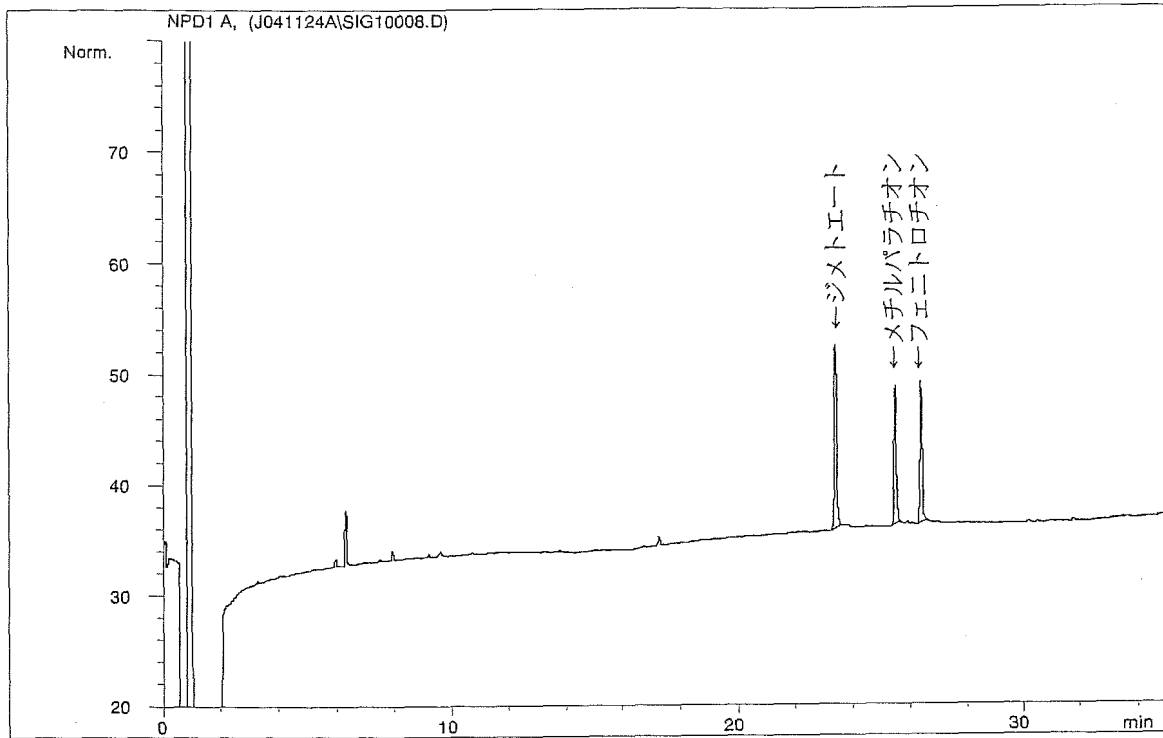


ジメトエート，メチルパラチオン，フェニトロチオン標準品 1 ng

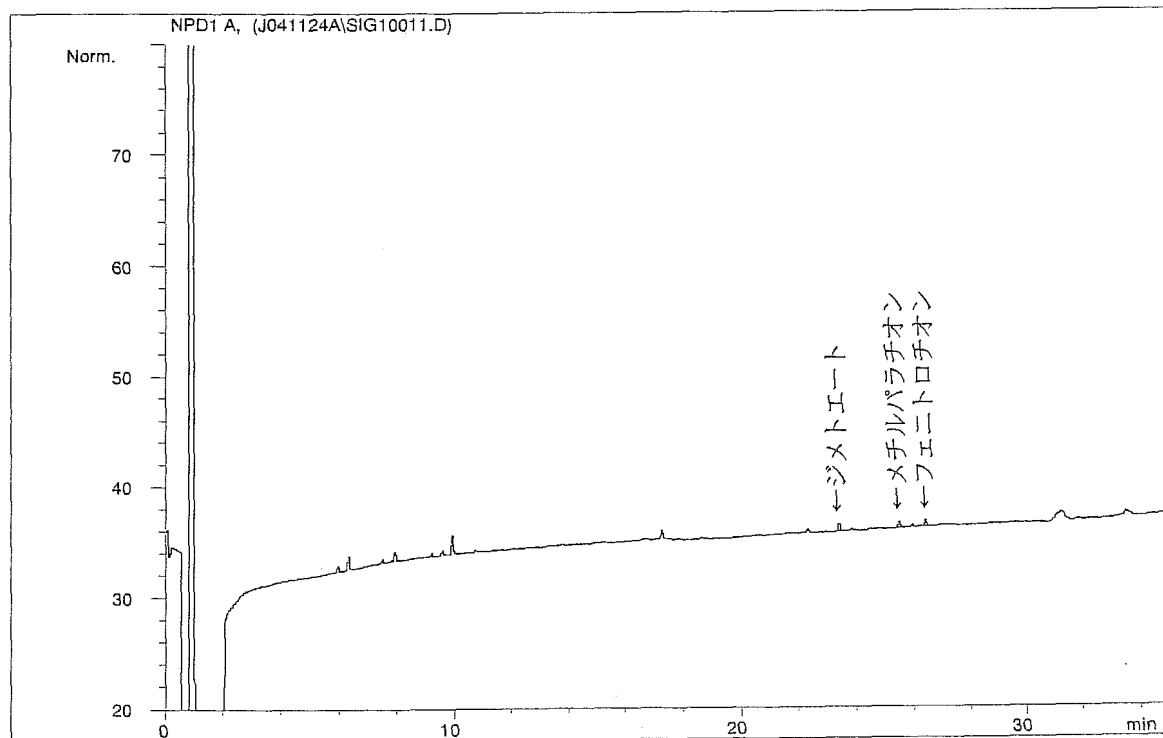


ジメトエート，メチルパラチオン，フェニトロチオン標準品 0.02 ng

図 4. ジメトエート，メチルパラチオン，フェニトロチオン（大豆試料）のクロマトグラム

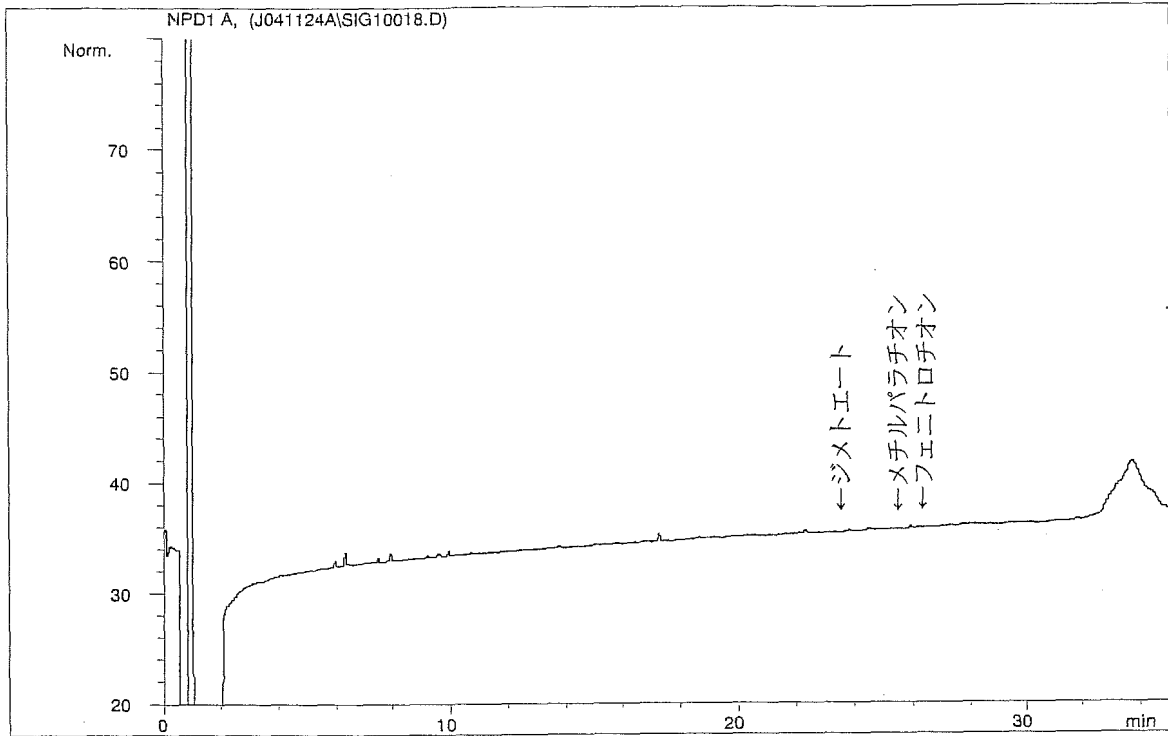


0.25 ppm 添加 2 μ L/5 mL/10 g

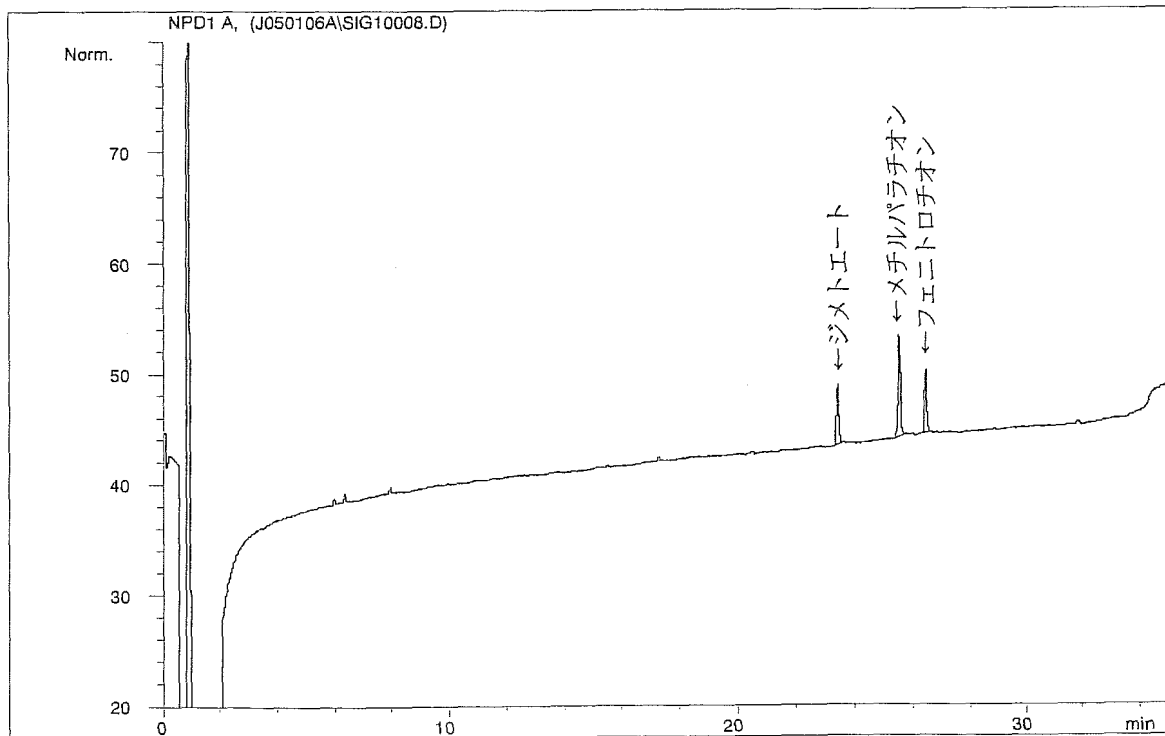


0.01 ppm 添加 2 μ L/5 mL/10 g

図 4. ジメトエート, メチルパラチオン, フェニトロチオン (大豆試料) のクロマトグラム (続き)

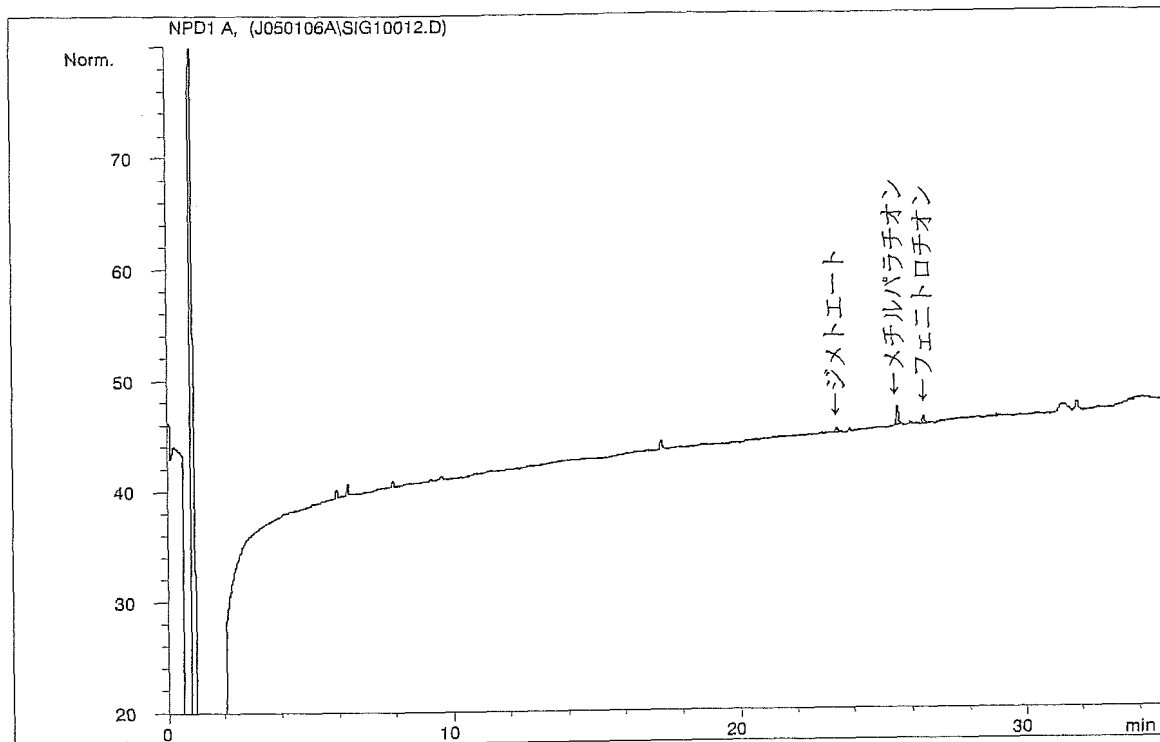


無処理(IA01-Plot11) 2 μ L/5 mL/10 g



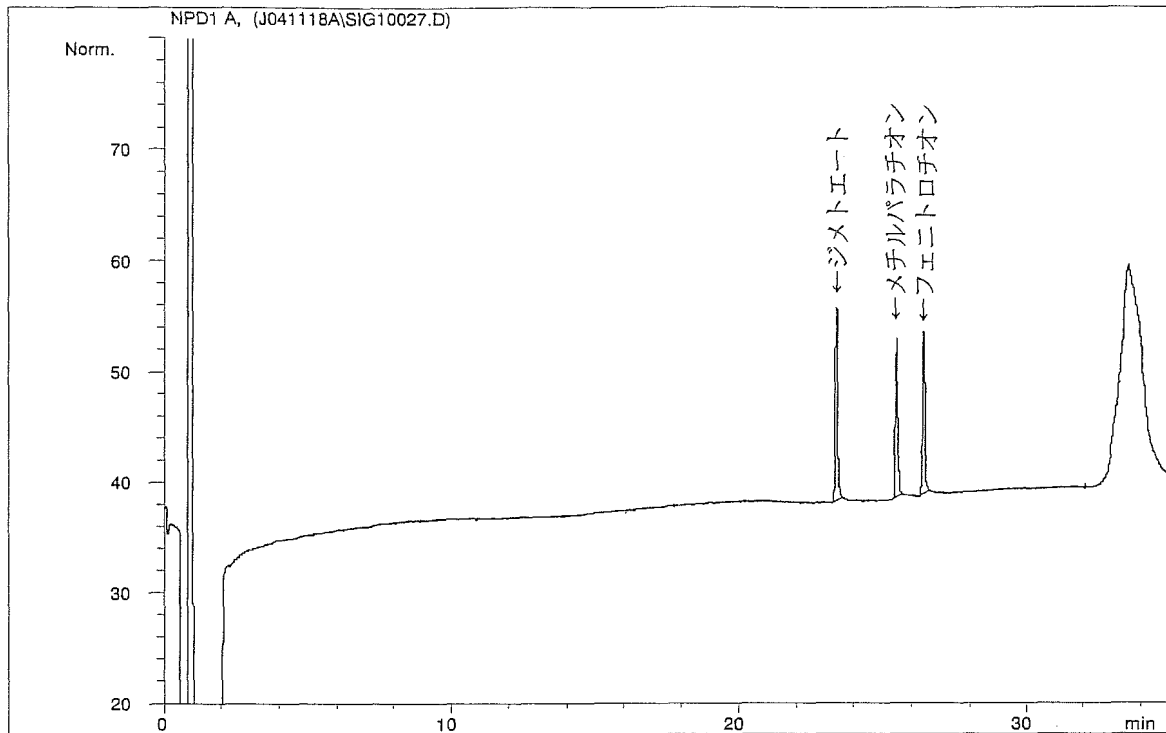
処理区(IA01-Plot14) 2 μ L/10 mL/10 g

図 4. ジメトエート, メチルパラチオン, フェニトロチオン (大豆試料) のクロマトグラム (続き)

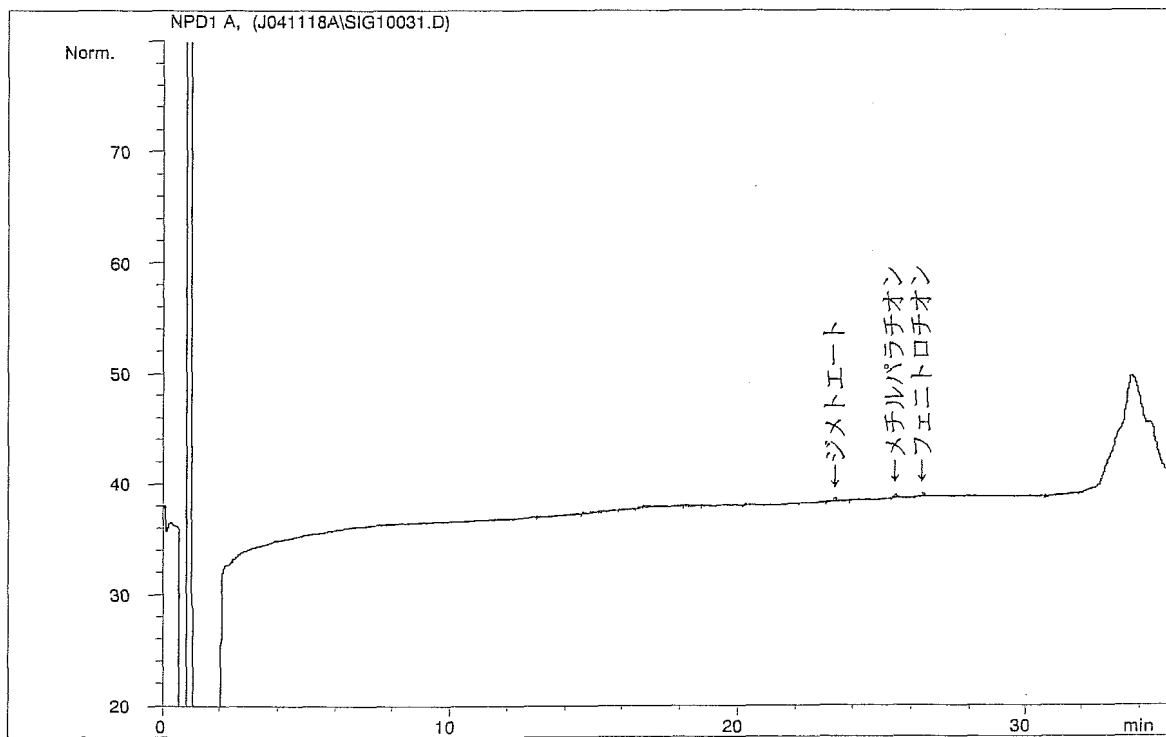


処理区(IA01-Plot15) 2 μ L/5 mL/10 g

図 4. ジメトエート, メチルパラチオン, フェニトロチオン (大豆試料) のクロマトグラム (続き)

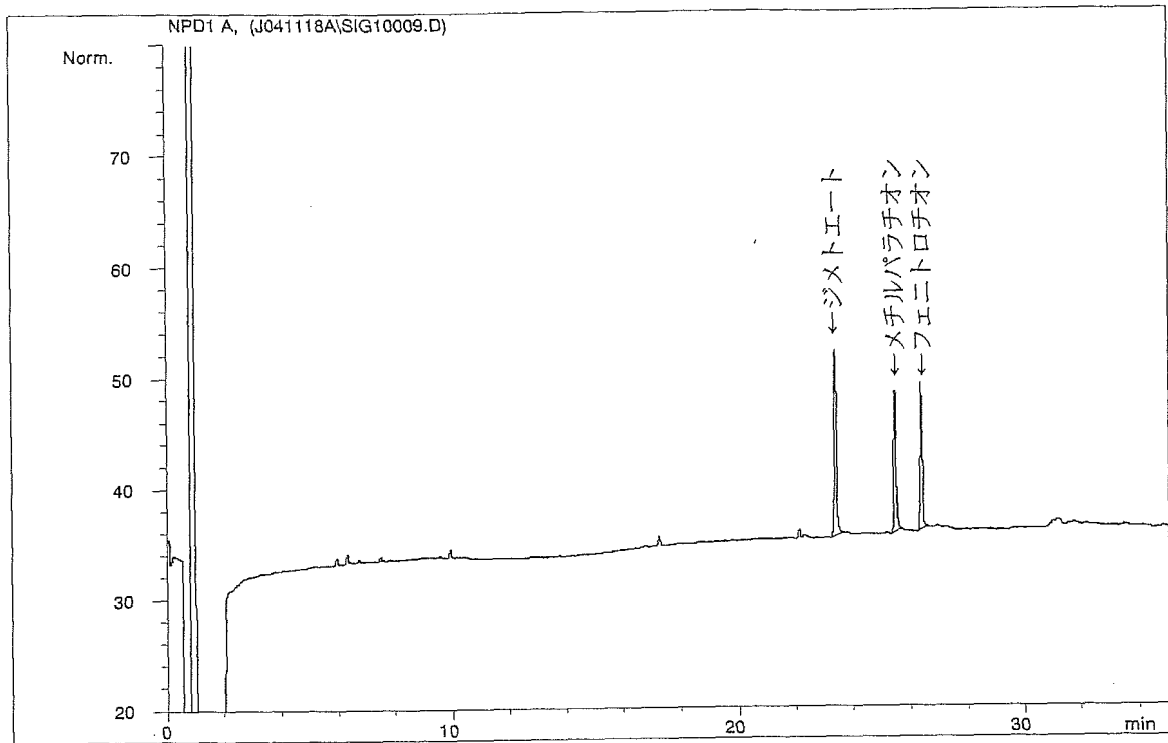


ジメトエート，メチルパラチオン，フェニトロチオン標準品 1 ng

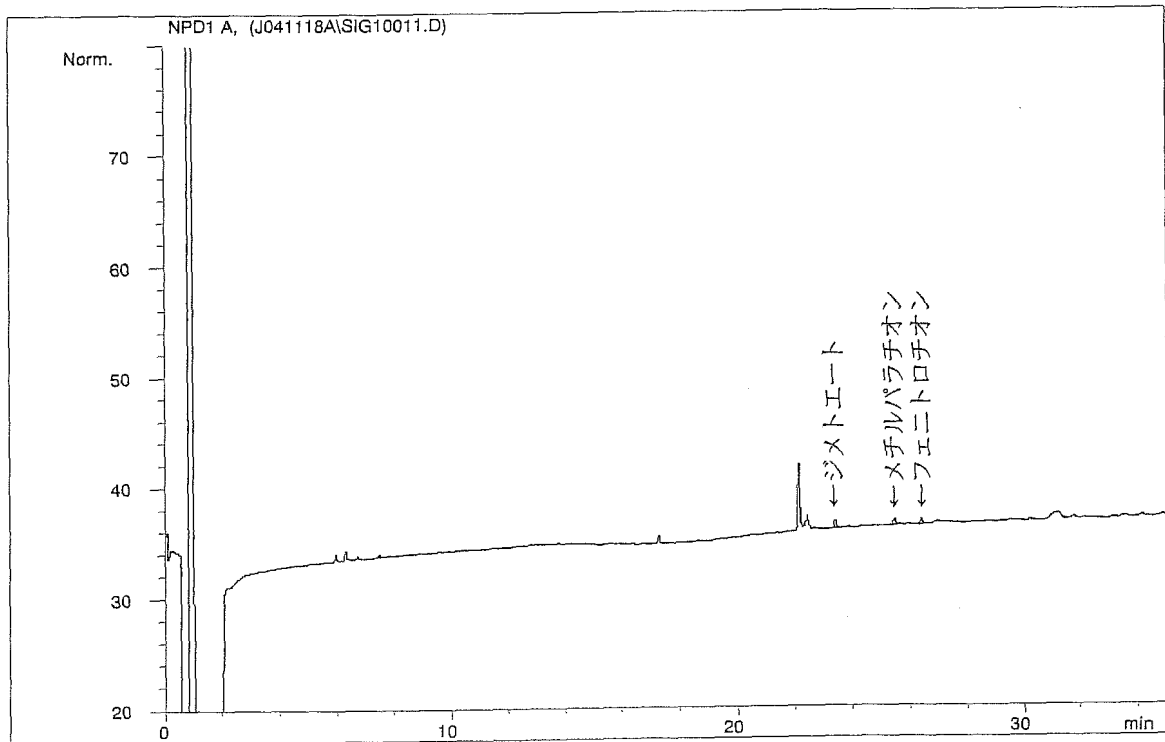


ジメトエート，メチルパラチオン，フェニトロチオン標準品 0.02 ng

図 5. ジメトエート，メチルパラチオン，フェニトロチオン（玄麦試料）のクロマトグラム

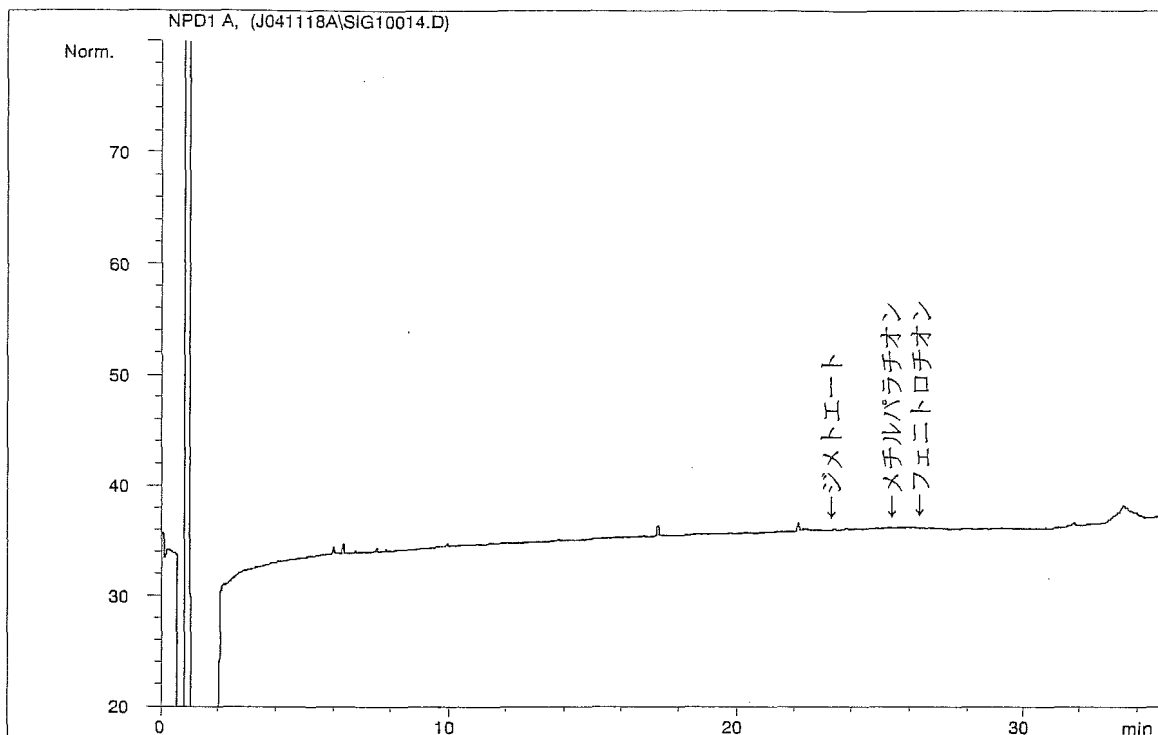


0.25 ppm 添加 2 μ L/5 mL/10 g

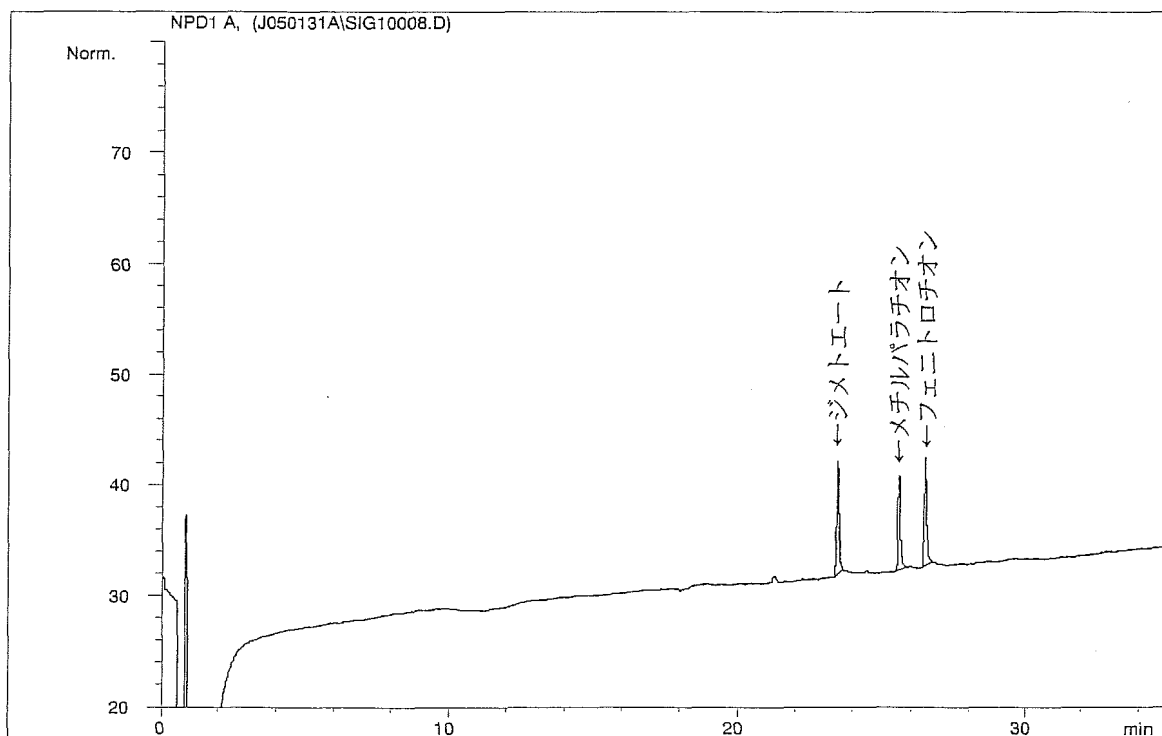


0.01 ppm 添加 2 μ L/5 mL/10 g

図 5. ジメトエート, メチルパラチオン, フェニトロチオン (玄麦試料) のクロマトグラム (続き)

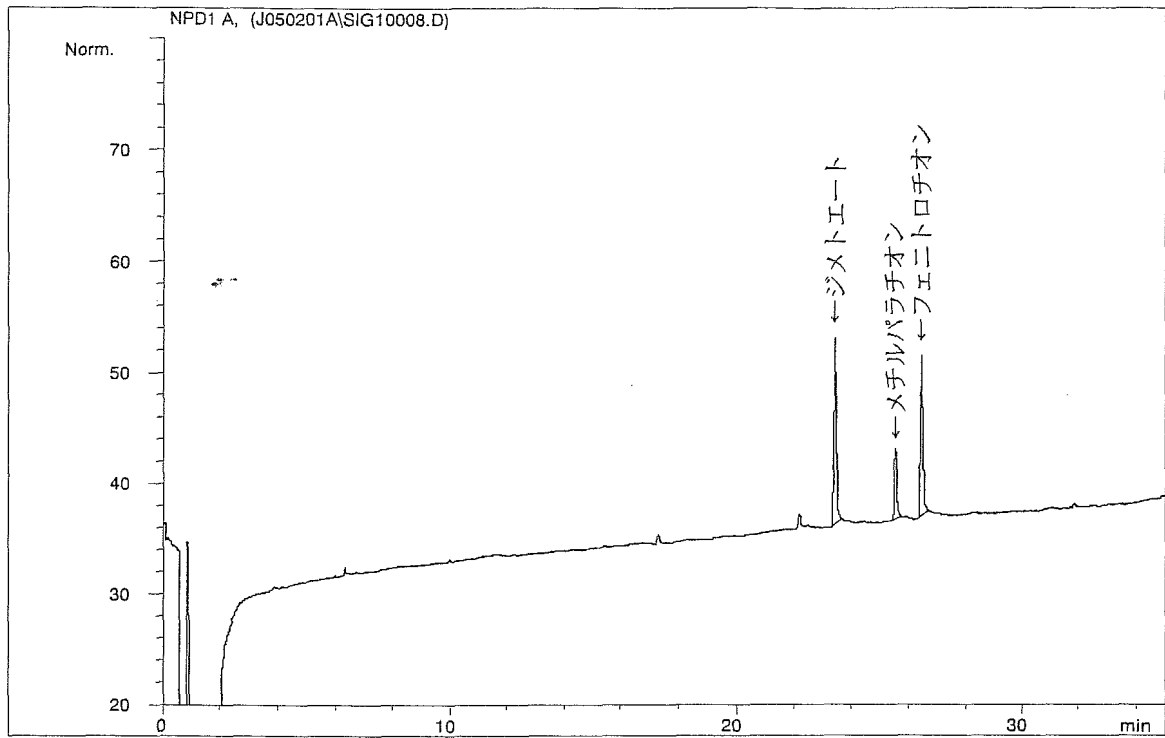


無処理(ND01-Plot6) 2 μ L/5 mL/10 g



処理区(ND01-Plot9) 2 μ L/45 mL/10 g

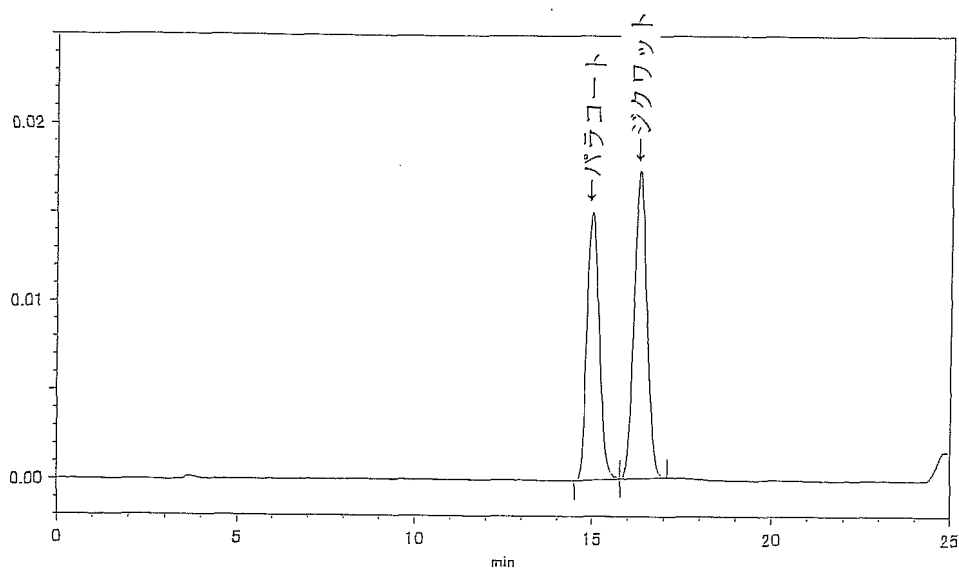
図 5. ジメトエート, メチルパラチオン, フェニトロチオン (玄麦試料) のクロマトグラム (続き)



処理区(ND01-Plot10) 2 μ L/5 mL/10 g

図 5. ジメトエート, メチルパラチオン, フェニトロチオン (玄麦試料) のクロマトグラム (続き)

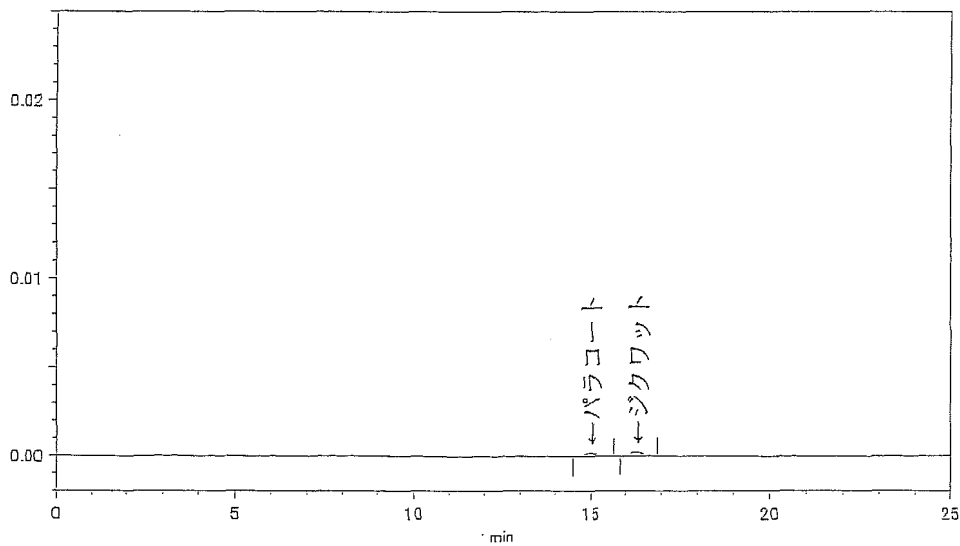
File name: D:\morimoto\m-data\DiquatParaquat\RES-LC-25\050520\A050520-008



RF-10AXL
(Ex:340nm,
Em:430nm)

ジクワットおよびパラコート標準品 2 ng

File name: D:\morimoto\m-data\DiquatParaquat\RES-LC-25\050520\A050520-003

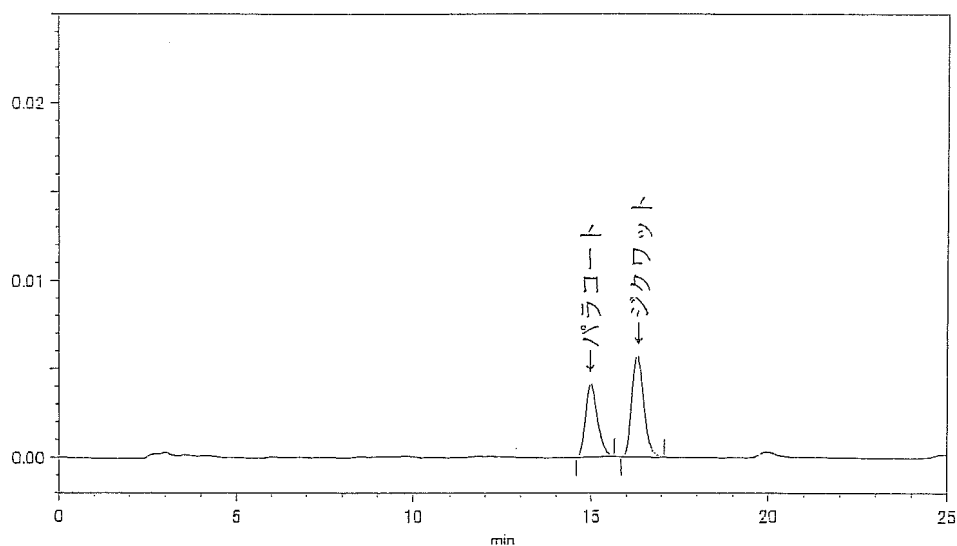


RF-10AXL
(Ex:340nm,
Em:430nm)

ジクワットおよびパラコート標準品 0.04 ng

図 6. ジクワットおよびパラコート (玄米試料) のクロマトグラム

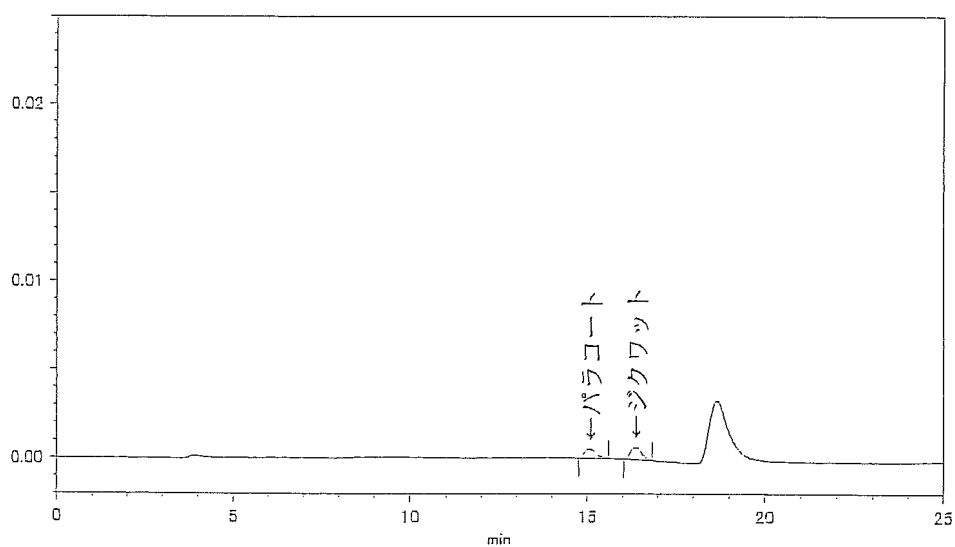
File name: D:\morimoto\m-data\DiquatParaquat\RES-LC-25\050520\A050520-016



RF-10AXL
(Ex:340nm,
Em:430nm)

0.2 ppm 添加 (ジクワット+パラコート) 10 μ L/1 mL/0.25 g

File name: D:\morimoto\m-data\DiquatParaquat\RES-LC-25\060516\A050616-006

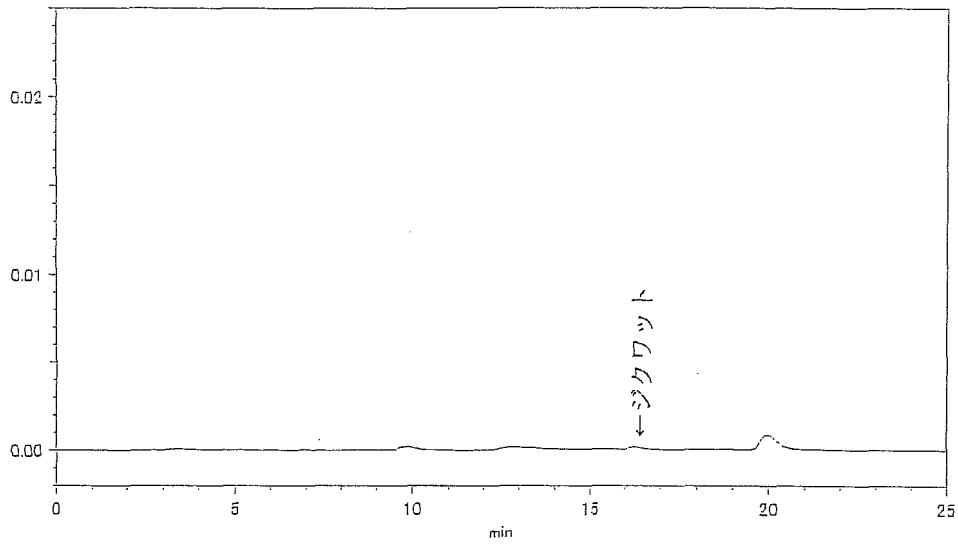


RF-10AXL
(Ex:340nm,
Em:430nm)

0.04 ppm 添加 (ジクワット+パラコート) 10 μ L/1 mL/0.25 g

図 6. ジクワットおよびパラコート (玄米試料) のクロマトグラム (続き)

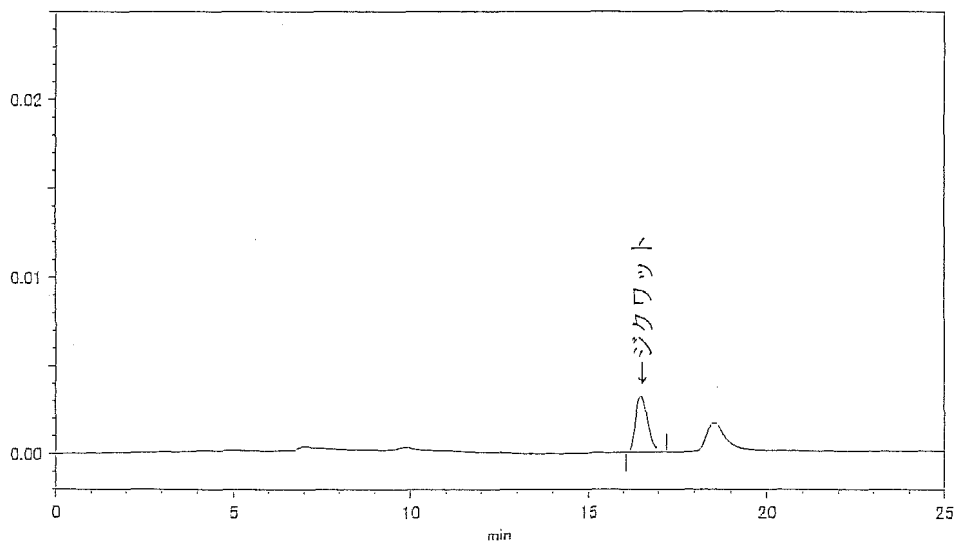
File name: D:\morimoto\m-data\DiquatParaquat\RES-LC-25\050520\A050520-009



RF-10AXL
(Ex:340nm,
Em:430nm)

無処理(Ar01-Plot1) 10 μ L/1 mL/0.25 g

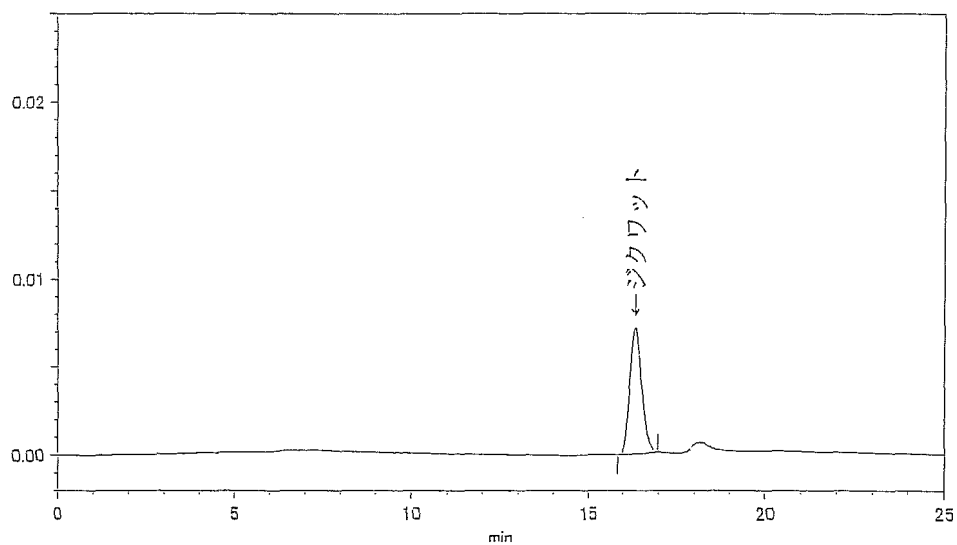
File name: D:\morimoto\m-data\DiquatParaquat\RES-LC-25\050531\A050531-007



RF-10AXL
(Ex:340nm,
Em:430nm)

処理区(Ar01-Plot2) 10 μ L/1 mL/0.25 g

図 6. ジクワットおよびパラコート (玄米試料) のクロマトグラム (続き)

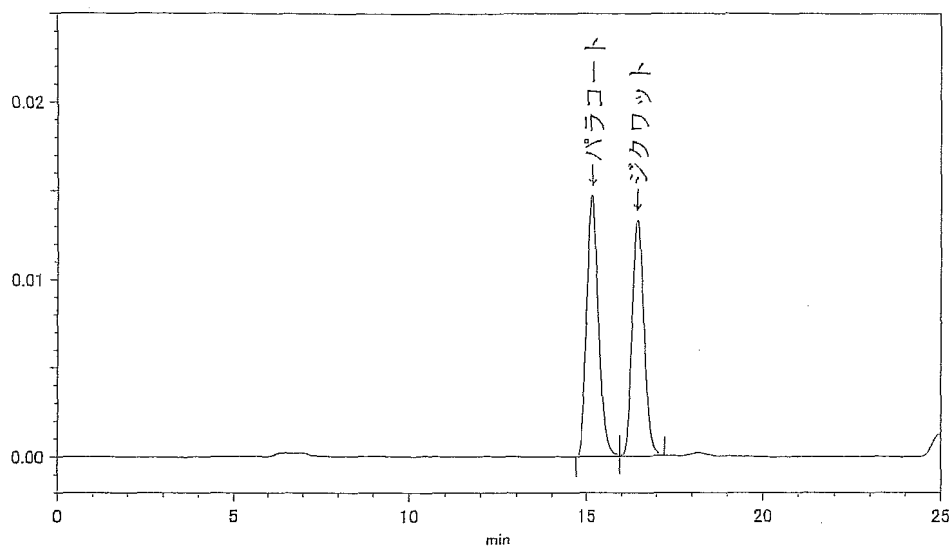


RF-10AXL
(Ex:340nm,
Em:430nm)

処理区(AR01-Plot3) 10 μ L/4 mL/0.25 g

図 6. ジクワットおよびパラコート（玄米試料）のクロマトグラム（続き）

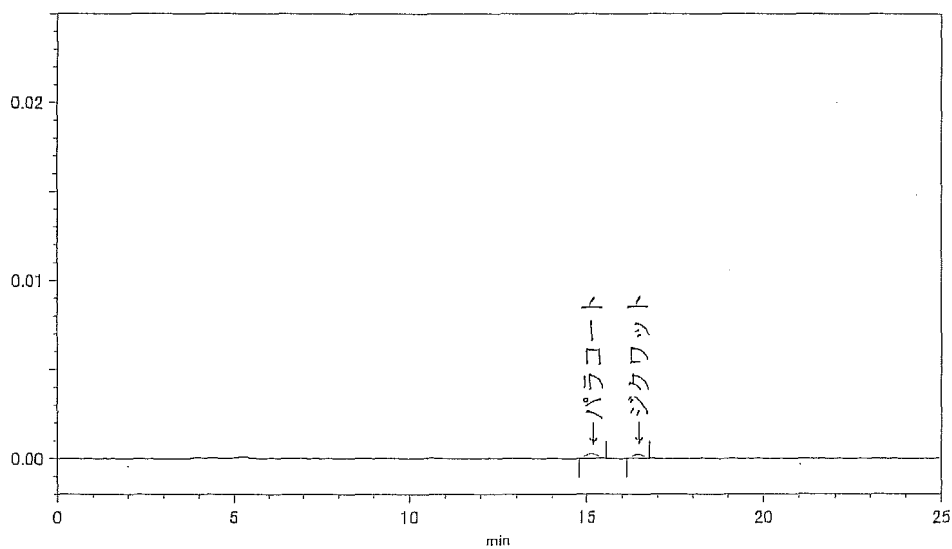
File name: D:\morimoto\m-data\DiquatParaquat\RES-LC-25\050407\B050407-006



RF-10AXL
(Ex:340nm,
Em:430nm)

ジクワットおよびパラコート標準品 2 ng

File name: D:\morimoto\m-data\DiquatParaquat\RES-LC-25\050407\B050407-001



RF-10AXL
(Ex:340nm,
Em:430nm)

ジクワットおよびパラコート標準品 0.04 ng

図 7. ジクワットおよびパラコート (大豆試料) のクロマトグラム