



図 2.1. ジスルホトン分析法

大豆試料：大豆 10 g, 水浸漬大豆 20 g, おから 10 g, 豆乳 20 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 (水浸漬大豆, 豆乳および豆腐については, 水膨潤操作なし)
30 分間放置
↓ + アセトン 100 mL (大ふすま 80 mL + 純ジニゲ-洗浄 20 mL)
30 分振とう抽出 (大ふすま：純ジニゲ-を使用して磨砕した後, 15 分間振とう抽出)
↓
吸引ろ過 (洗：アセトン 50 mL)
↓
減圧濃縮 (アセトン留去)
↓
液々分配 (大豆試料：浸漬水 50 mL, 非凝固液 25 mL)
↓ + 水 100 mL (浸漬水 50 mL, 非凝固液 75 mL), NaCl 5 g, ジクロロメタン 50 mL × 2
5 分間振とう
↓
ジクロロメタン層分取
↓
無水硫酸ナトリウム (50 g) による脱水後, 自然ろ過 (洗：ジクロロメタン 20 mL)
[水浸漬大豆および豆腐は半量分取 (10 g 相当量)]
↓
減圧留去, 窒素気流下乾固
↓
ヘキサン/アセトニトリル分配 (浸漬水, 非凝固液はこの操作なし)
↓ + ヘキサン 50 mL, アセトニトリル 40 mL × 2
5 分間振とう
↓
アセトニトリル層分取
↓
減圧留去, 窒素気流下乾固
↓
過マンガン酸カリウム酸化 (30 分間室温放置)
↓ + アセトン 2 mL, 20% 硫酸マグネシウム溶液 3 mL, 1.6% 過マンガン酸カリウム溶液 12 mL
多孔性ケイソウ土カラム (CE 1020)
↓ 保持：反応液流下, 5 分間放置, 溶出：ジクロロメタン 100 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 10 mL)
↓ 保持：ヘキサン 10 mL
↓ 洗浄：ヘキサン/アセトン (95:5, v/v) 10 mL
↓ 溶出：ヘキサン/アセトン (7:3, v/v) 20 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. ホスファミドン分析法 No.1

玄米試料：炊飯玄米 20 g, 炊飯白米 20 g, 粉 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 20 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 (おから 10 mL)
↓ (炊飯玄米, 炊飯白米, 水浸漬大豆, 豆乳, 豆腐：水膨潤操作なし)
↓ + アセトン 100 mL (大ふすま 80 mL + 粉ジナイザ[®] - 洗浄 20 mL)
30 分振とう抽出 (大ふすま：粉ジナイザ[®] - を使用して磨砕した後, 15 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)
↓
アセトンを用いて, 200 mL に定容
↓
100 mL 分取 (半量)
↓ + 水 200 mL, NaCl 30 g, 酢酸エチル 100 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 (30 g) による脱水後, 自然ろ過 (洗：酢酸エチル 20 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：水 10+5 mL, 5 分間放置, 洗浄：ヘキサン 50 (20+20+10) mL
↓ 溶出：ジクロロメタン 120 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 10 mL)
↓ 保持：ヘキサン 10 mL
↓ 洗浄：ヘキサン/アセトン (95:5, v/v) 10 mL
↓ 溶出：ヘキサン/アセトン (7:3, v/v) 20 mL
減圧留去, 窒素気流下乾固後, アセトンに溶解
↓
GC/NPD

図 2.2.2. ホスファミドン分析法 No.2

玄米とぎ汁 50 mL, 浸漬水 50 mL, 非凝固液 25 mL

↓ +水 50mL (非凝固液 75 mL), NaCl 15 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 20 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 10 mL)

↓ 保持: ヘキサン 10 mL

↓ 洗浄: ヘキサン/アセトン (95:5, v/v) 10 mL

↓ 溶出: ヘキサン/アセトン (7:3, v/v) 20 mL

減圧留去, 窒素気流下乾固後, アセトンに溶解

↓

GC/NPD

白米とぎ汁 25 mL

↓ +水 175 mL, NaCl 30 g, 酢酸エチル 100 mL×2

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 10 mL)

↓ 保持: ヘキサン 10 mL

↓ 洗浄: ヘキサン/アセトン (95:5, v/v) 10 mL

↓ 溶出: ヘキサン/アセトン (7:3, v/v) 20 mL

減圧留去, 窒素気流下乾固後, アセトンに溶解

↓

GC/NPD

図 2.3.1. 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 2.3.2. 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 2.3.2. 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

図 2.3.3. 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 2.3.4. 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

図 2.4.1. 分析法フローシート：カルボフラン，3-keto-カルボフラン分析法 No.1

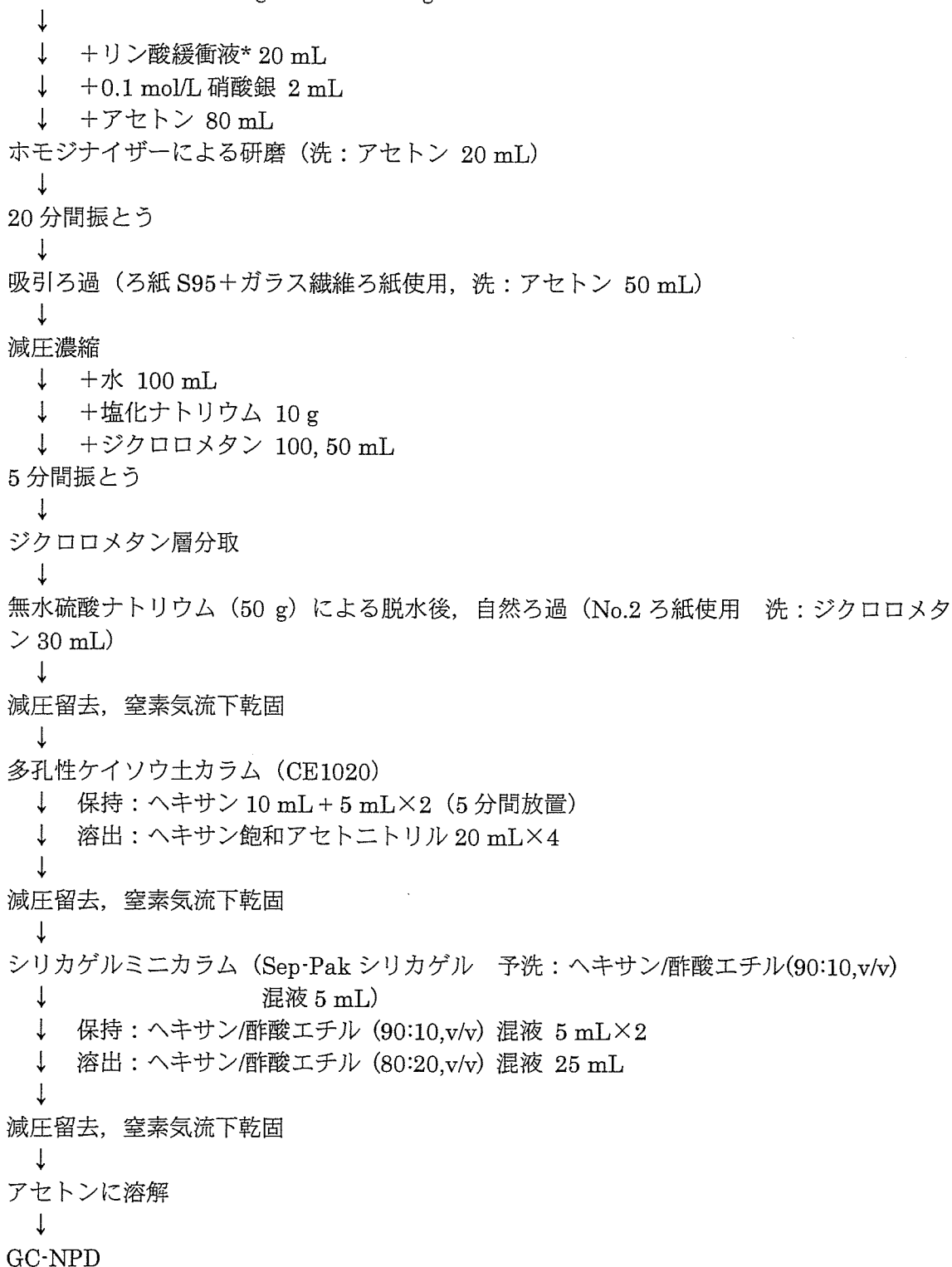
玄米試料：玄米 10 g, 白米 10 g, 水洗玄米 10 g, 水洗白米 10 g, 糠 2 g

↓
↓ +リン酸緩衝液* 20 mL
↓ +0.1 mol/L 硝酸銀 2 mL
30 分間放置
↓ +アセトン 100 mL
30 分振とう
↓
吸引ろ過（ろ紙 S95+ガラス繊維ろ紙使用，洗：アセトン 50 mL）
↓
減圧濃縮
↓ +水 100 mL
↓ +塩化ナトリウム 10 g,
↓ +ジクロロメタン 100, 50 mL
5 分間振とう
↓
ジクロロメタン層分取
↓
無水硫酸ナトリウム（50 g）による脱水後，自然ろ過（No.2 ろ紙使用 洗：ジクロロメタン 30 mL）
↓
減圧留去，窒素気流下乾固
↓
多孔性ケイソウ土カラム（CE1020）
↓ 保持：ヘキサン 10 mL + 5 mL×2（5 分間放置）
↓ 溶出：ヘキサン飽和アセトニトリル 20 mL×4
↓
減圧留去，窒素気流下乾固
↓
シリカゲルミニカラム（Sep-Pak シリカゲル 予洗：ヘキサン/酢酸エチル(90:10,v/v) 混液 5 mL）
↓ 保持：ヘキサン/酢酸エチル (90:10,v/v) 混液 5 mL×2
↓ 溶出：ヘキサン/酢酸エチル (80:20,v/v) 混液 25 mL
↓
減圧留去，窒素気流下乾固
↓
アセトンに溶解
↓
GC-NPD

*：1/15 mol/L Na₂HPO₄+1/15 mol/L KH₂PO₄ (95:5,v/v), pH8.0

図 2.4.2. 分析法フローシート：カルボフラン， 3-keto-カルボフラン分析法 No.2

玄米試料：炊飯玄米 20 g, 炊飯白米 20 g



* : 1/15 mol/L Na_2HPO_4 +1/15 mol/L KH_2PO_4 (95:5,v/v), pH8.0

図 2.4.3. 分析法フローシート：カルボフラン，3-keto-カルボフラン分析法 No.3

玄米試料：玄米とぎ汁 50 mL，白米とぎ汁 50 mL

大豆試料：浸漬水 50 mL

↓ + 水 50 mL

↓ + 塩化ナトリウム 10 g

↓ + ジクロロメタン 100 mL, 50mL

5 分間振とう

↓

ジクロロメタン層分取

↓

無水硫酸ナトリウム (50 g) による脱水後，自然ろ過 (No.2 ろ紙使用 洗：ジクロロメタン 30 mL)

↓

減圧留去，窒素気流下乾固

↓

シリカゲルミニカラム (Sep-Pak シリカゲル 予洗：ヘキサン/酢酸エチル(90:10,v/v) 混液 5 mL)

↓

↓ 保持：ヘキサン/酢酸エチル (90:10,v/v) 混液 5 mL×2

↓ 溶出：ヘキサン/酢酸エチル (80:20,v/v) 混液 25 mL

↓

減圧留去，窒素気流下乾固

↓

アセトンに溶解

↓

GC-NPD

図 2.4.4. 分析法フローシート：カルボフラン、3-keto-カルボフラン分析法 No.4

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

小麦試料：末粉 10 g, 60%製粉 10 g

↓ +リン酸緩衝液* 20 mL

↓ +0.1 mol/L 硝酸銀 2 mL

30 分間放置

↓ +アセトン 100 mL

30 分振とう

↓

吸引ろ過（ろ紙 S95+ガラス繊維ろ紙使用, 洗：アセトン 50 mL）

↓

アセトンで 200 mL に定容

↓

半量（100 mL 分取）

↓ +水 100 mL

↓ +塩化ナトリウム 5 g

↓ +ジクロロメタン 50 mL×2

5 分間振とう

↓

ジクロロメタン層分取

↓

無水硫酸ナトリウム（50 g）による脱水後, 自然ろ過（No.2 ろ紙使用 洗：ジクロロメタン 30 mL）

↓

減圧留去, 窒素気流下乾固

↓

多孔性ケイソウ土カラム（CE1020）

↓ 保持：ヘキサン 10 mL + 5 mL×2（5 分間放置）

↓ 溶出：ヘキサン飽和アセトニトリル 20 mL×4

↓

減圧留去, 窒素気流下乾固

↓

シリカゲルミニカラム（Sep-Pak シリカゲル 予洗：ヘキサン/酢酸エチル(90:10,v/v) 混液 5 mL）

↓

↓ 保持：ヘキサン/酢酸エチル (90:10,v/v) 混液 5 mL×2

↓ 溶出：ヘキサン/酢酸エチル (80:20,v/v) 混液 25 mL

↓

減圧留去, 窒素気流下乾固

↓

アセトンに溶解

↓

GC-NPD

* : 1/15 mol/L Na_2HPO_4 +1/15 mol/L KH_2PO_4 (95:5,v/v), pH8.0

図 2.4.5. 分析法フローシート：カルボフラン、3-keto-カルボフラン分析法 No.5

小麦試料：大ふすま 2 g, 小ふすま 2 g

↓ +リン酸緩衝液* 20 mL

↓ +0.1 mol/L 硝酸銀 2 mL

30 分間放置

↓ +アセトン 80 mL

ホモジナイザーによる研磨（洗：アセトン 20 mL）

↓

15 分間振とう

↓

吸引ろ過（ろ紙 S95+ガラス繊維ろ紙使用，洗：アセトン 50 mL）

↓

アセトンで 200 mL に定容

↓

半量（100 mL 分取）

↓ +水 100 mL

↓ +塩化ナトリウム 5 g

↓ +ジクロロメタン 50 mL×2

5 分間振とう

↓

ジクロロメタン層分取

↓

無水硫酸ナトリウム（50 g）による脱水後，自然ろ過（No.2 ろ紙使用 洗：ジクロロメタン 30 mL）

↓

減圧留去，窒素気流下乾固

↓

多孔性ケイソウ土カラム（CE1020）

↓ 保持：ヘキサン 10 mL + 5 mL×2（5 分間放置）

↓ 溶出：ヘキサン飽和アセトニトリル 20 mL×4

↓

減圧留去，窒素気流下乾固

↓

シリカゲルミニカラム（Sep-Pak シリカゲル 予洗：ヘキサン/酢酸エチル（90:10,v/v）混液 5 mL）

↓ 保持：ヘキサン/酢酸エチル（90:10,v/v）混液 5 mL×2

↓ 溶出：ヘキサン/酢酸エチル（80:20,v/v）混液 25 mL

↓

減圧留去，窒素気流下乾固

↓

アセトンに溶解

↓

GC-NPD

*：1/15 mol/L Na₂HPO₄+1/15 mol/L KH₂PO₄（95:5,v/v），pH8.0

図 2.4.6. 分析法フローシート：カルボフラン，3-keto-カルボフラン分析法 No.6

小麦試料：中華麺玉 10 g, うどん玉 10 g
↓ +リン酸緩衝液* 20 mL
↓ +0.1 mol/L 硝酸銀 2 mL
↓ +アセトン 80 mL
ホモジナイザーによる研磨（洗：アセトン 20 mL）
↓
15 分間振とう
↓
吸引ろ過（ろ紙 S95+ガラス繊維ろ紙使用，洗：アセトン 50 mL）
↓
アセトンで 200 mL に定容
↓
半量（100 mL 分取）
↓ +水 100 mL
↓ +塩化ナトリウム 5 g
↓ +ジクロロメタン 50×2 mL
5 分間振とう
↓
ジクロロメタン層分取
↓
無水硫酸ナトリウム（50 g）による脱水後，自然ろ過（No.2 ろ紙使用 洗：ジクロロメタン 30 mL）
↓
減圧留去，窒素気流下乾固
↓
多孔性ケイソウ土カラム（CE1020）
↓ 保持：ヘキサン 10 mL + 5 mL×2（5 分間放置）
↓ 溶出：ヘキサン飽和アセトニトリル 20 mL×4
↓
減圧留去，窒素気流下乾固
↓
シリカゲルミニカラム（Sep-Pak シリカゲル 予洗：ヘキサン/酢酸エチル（90:10,v/v）
混液 5 mL）
↓ 保持：ヘキサン/酢酸エチル(90:10,v/v)混液 5 mL×2
↓ 溶出：ヘキサン/酢酸エチル(80:20,v/v)混液 25 mL
↓
減圧留去，窒素気流下乾固
↓
アセトンに溶解
↓
GC-NPD

*：1/15 mol/L Na_2HPO_4 +1/15 mol/L KH_2PO_4 (95:5,v/v), pH8.0

図 2.5.1. 分析法フローシート：3-OH-カルボフラン分析法 No.1

玄米試料：玄米 10 g, 白米 10 g, 水洗玄米 10 g, 水洗白米 10 g, 糠 2 g, 炊飯玄米 20 g,
炊飯白米 20 g

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

小麦試料：玄麦 10 g, 60%製粉 10 g, 大ふすま 5 g, 小ふすま 5 g, 末粉 10 g,
食パン（全粒粉）10 g, 食パン（60%製粉）10 g,

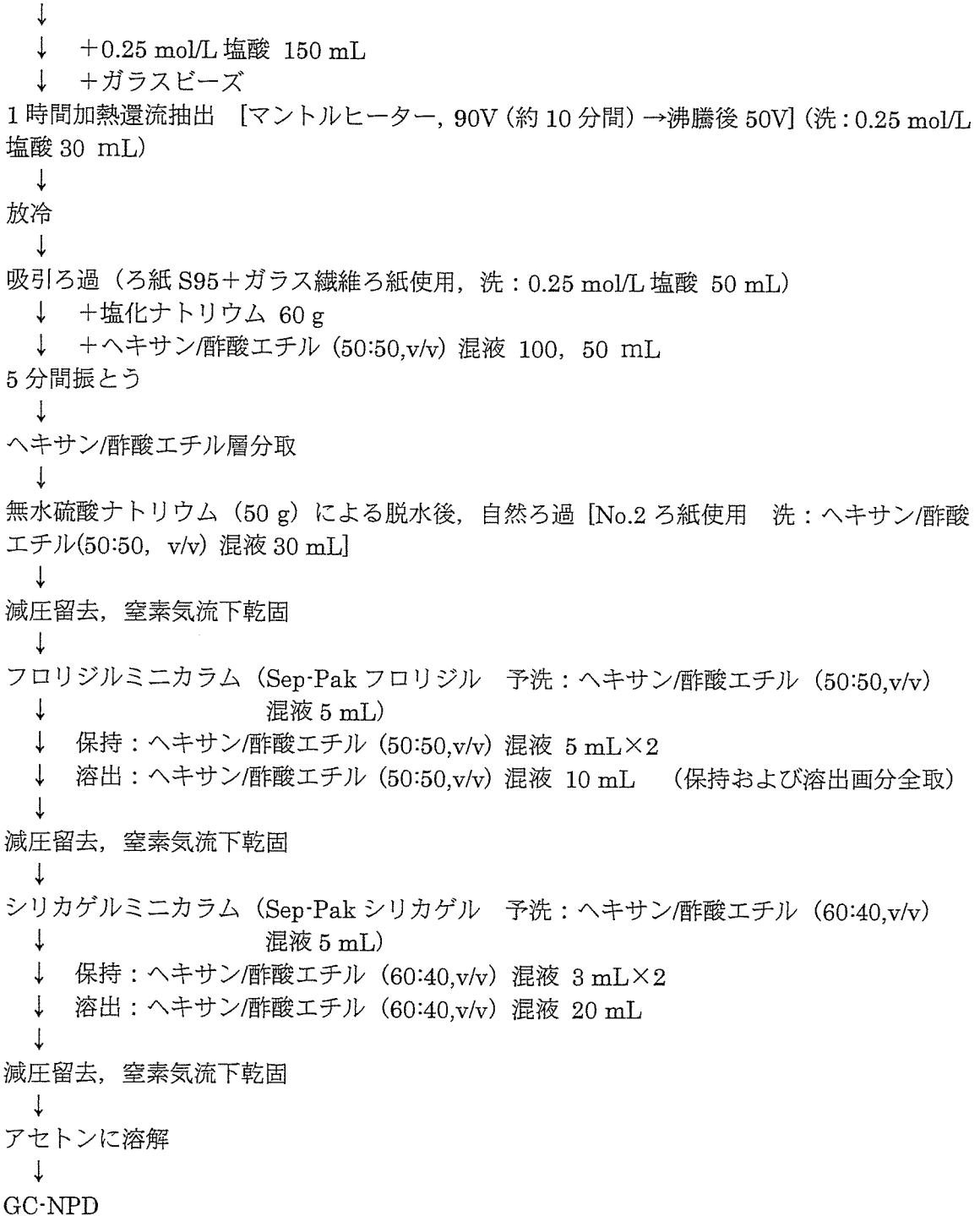


図 2.5.2. 分析法フローシート：3-OH-カルボフラン分析法 No.2

玄米試料：玄米とぎ汁 50 mL, 白米とぎ汁 50 mL

大豆試料：浸漬水 50 mL, 非凝固液 50 mL

↓

液液分配

↓ +水 50mL

↓ +塩化ナトリウム 30 g

↓ +ヘキサン/酢酸エチル (50:50, v/v) 混液 100, 50 mL

5 分間振とう

↓

ヘキサン/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 (No.2 ろ紙使用 洗：ヘキサン/酢酸エチル (50:50, v/v) 混液 30 mL)

↓

減圧留去, 窒素気流下乾固

↓

フロリジルミニカラム (Sep-Pak フロリジル 予洗：ヘキサン/酢酸エチル (50:50,v/v) 混液 5 mL)

↓ 保持：ヘキサン/酢酸エチル (50:50,v/v) 混液 5 mL×2

↓ 溶出：ヘキサン/酢酸エチル (50:50,v/v) 混液 10 mL (保持, 溶出画分共に分取)

↓

減圧留去, 窒素気流下乾固

↓

アセトンに溶解

↓

GC-NPD

図 2.5.3. 分析法フローシート：3-OH-カルボフラン分析法 No.3

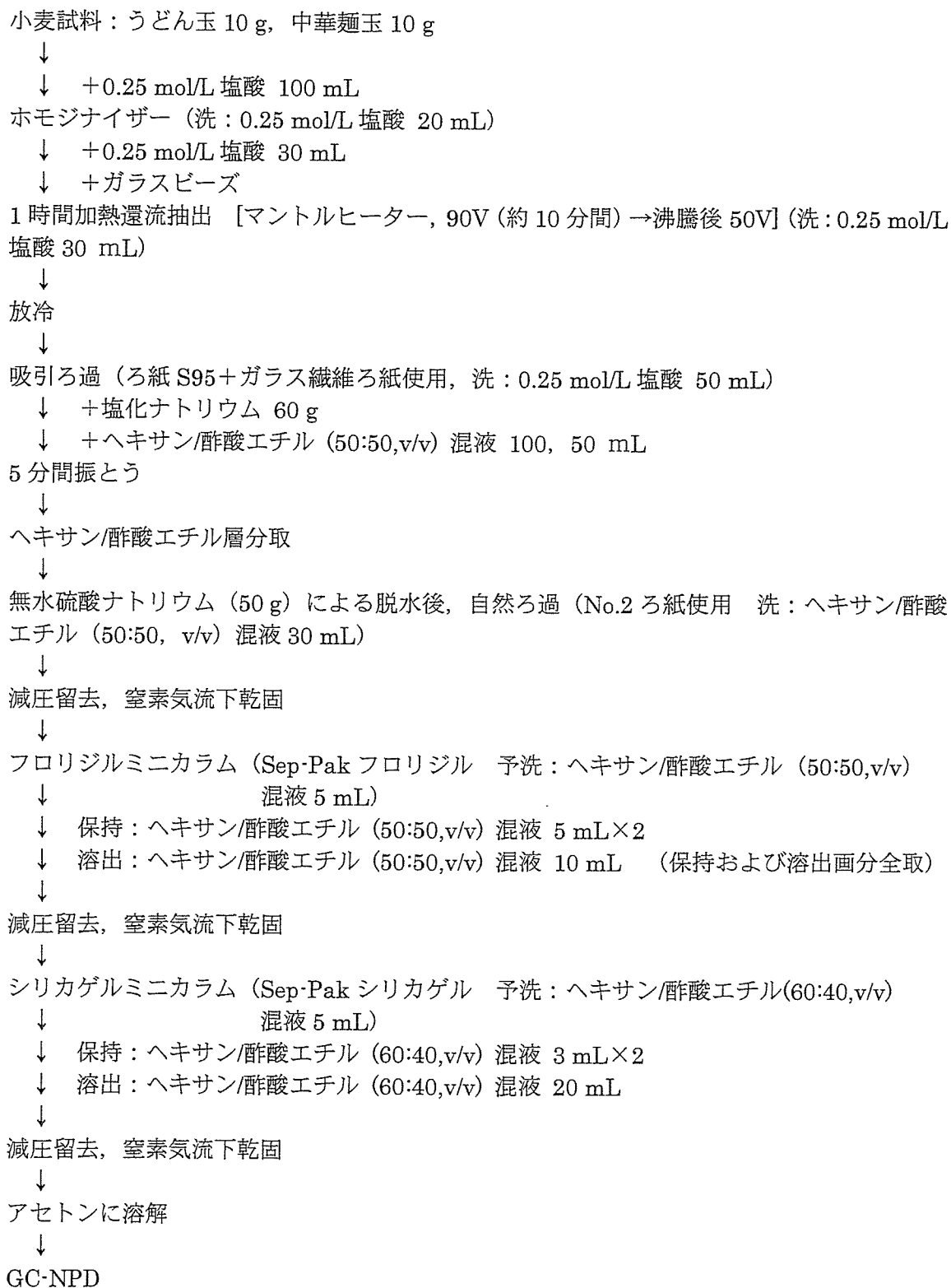


図 2.6.1. 分析法フローシート：クレトジム：分析法 No.1

大豆試料：大豆 20g, 浸漬大豆 20g, 豆腐 20g, おから 20g, 豆乳 20 mL
↓ +メタノール/水 (1:1, v/v) 混液 100 mL
30 分間振とう
↓
吸引ろ過 (ガラス繊維ろ紙 + セライト 洗：メタノール/水 (1:1, v/v) 混液 50 mL)
↓
メタノール/水 (1:1, v/v) 混液で 180 mL に定容
↓
90 mL (試料 10g 相当量)
↓
減圧留去, 窒素気流下乾固
↓
水 15 mL
↓ + 酢酸 0.5 mL
多孔性ケイソウ土カラム (CE 1020)
5 分間放置
↓ + 酢酸エチル/ヘキサン (1:1, v/v) 20 + 130 mL
減圧留去, 窒素気流下乾固
↓
ジクロロメタン 25 mL
↓ + 3mol/L 硫酸 1 mL
↓ + 1% m-ククロロ過安息香酸/ジクロロメタン溶液 5 mL
50°C, 水浴, 1 分間
↓ + 10%チオ硫酸ナトリウム水溶液 30 mL
3 分間振とう
↓ + 10%塩化ナトリウム水溶液 80 mL
↓ + ジクロロメタン 20 mL
5 分間振とう
↓
自然ろ過
↓ + ジクロロメタン 50 mL
減圧留去, 窒素気流下乾固
↓
シリカゲルミニカラム (前処理 : アセトン 10 mL + 0.2%酢酸/ヘキサン溶液 20 mL)
↓ 捨て：ヘキサン/酢酸エチル (2:1, v/v) 混液 5 + 5 + 30 mL
↓ 捨て：ヘキサン/アセトン (6:1, v/v) 混液 20 mL
↓ 分取：ヘキサン/アセトン (2:1, v/v) 混液 30 mL
減圧留去, 窒素気流下乾固
↓
アルミナミニカラム (前処理 : 酢酸エチル 5 mL)
↓ 捨て：酢酸エチル 5 + 5 + 10 mL
↓ 分取：酢酸エチル/メタノール (9:1, v/v) 混液 60 mL
↓

減圧留去，窒素気流下乾固

↓

メタノールで溶解

クレトジム

抽出

図 2.6.2. 分析法フローシート：クレトジム：分析法 No.2

大豆試料：浸漬水 20 mL

↓ + 酢酸 0.5 mL

多孔性ケイソウ土カラム (CE 1020)

5 分間放置

↓ + 酢酸エチル/ヘキサン (1:1, v/v) 20 +130 mL

減圧留去，窒素気流下乾固

↓

ジクロロメタン 25 mL

↓ + 3mol/L 硫酸 1 mL

↓ + 1% m-クロロ過安息香酸/ジクロロメタン溶液 5 mL

50°C，水浴，1 分間

↓ + 10%チオ硫酸ナトリウム水溶液 30 mL

3 分間振とう

↓ + 10%塩化ナトリウム水溶液 80 mL

↓ + ジクロロメタン 20 mL

5 分間振とう

↓

自然ろ過

↓ + ジクロロメタン 50 mL

減圧留去，窒素気流下乾固

↓

シリカゲルミニカラム (前処理：アセトン 10 mL + 0.2%酢酸/ヘキサン溶液 20 mL)

↓ 保持：ヘキサン/酢酸エチル (2:1, v/v) 混液 5 +5+30mL

↓ 洗浄：ヘキサン/アセトン (6:1, v/v) 混液 20 mL

↓ 溶出：ヘキサン/アセトン (2:1, v/v) 混液 30 mL

減圧留去，窒素気流下乾固

↓

アルミナミニカラム (前処理：酢酸エチル 5 mL)

↓ 保持：酢酸エチル 5 + 5 + 10 mL

↓ 溶出：酢酸エチル/メタノール (9:1, v/v) 混液 60 mL

↓

減圧留去，窒素気流下乾固

↓

メタノールで溶解