

令和3年度厚生労働行政推進調査事業費補助金 食品の安全確保推進研究事業

輸出先国のリスク管理に対応した残留農薬データ等の補完に関する研究

研究分担報告書

輸出可能性が高い農産品における残留物濃度の加工による変化に関する研究

研究分担者 荒川 史博

日本ハム株式会社 中央研究所

研究要旨

農林水産物・食品の輸出促進をするにあたり、農薬の最大残留基準値（MRL）の設定は一国の課題ではなく、多くの国で受け入れられるよう適切な根拠をもとに設定される必要がある。農薬等を使用して栽培された作物由来の農産品を原料とする農産加工品を対象に、精密な暴露量の推定や MRL 設定の必要性を判断するためには、個々の農産品と農薬等との組み合わせごとに、残留物の特性に応じた加工による変化や加工後の濃度を明らかにする必要がある。そのために実施される研究は、加工試験と呼ばれるが、世界規模で輸出入される主要な農産加工品でしか実施されていない。

本研究課題では、我が国からの輸出可能性が高く特有の農産加工品の原料ともなる農産品を対象とした加工試験を実施する上で必要な条件検討を実施し、農薬の有効成分やそれらの代謝産物並びに分解物の加工による挙動に関するデータを収集し解析を行うために、研究課題1で作製した農薬を投与して栽培した結果得られる農薬残留物を含むインカード試料を原料として加工試験を行い、加工工程での残留物の挙動を明らかにすることを目的とした。

本年度は、スルホキサフロル、ブプロフェジンを同一の区に散布した稲からこめ油の製造、炊飯試験を行い、これら農薬の加工係数及び物質収支（マスバランス）の算出を行った。また、ジノテフラン、トルフェンピラドを別々の区に散布した荒茶から、飲料茶を淹れる際の農薬の加工係数及び物質収支の算出も行った。

研究協力者

渡邊 敬浩

国立医薬品食品衛生研究所

山田 友紀子

国立医薬品食品衛生研究所

中村 歩

一般財団法人 日本食品分析センター

渡邊 文子

一般財団法人 日本食品分析センター

築野 卓夫	築野食品工業株式会社
山中 崇	築野食品工業株式会社
小石 翔太	築野食品工業株式会社
加藤 拓	東京農業大学応用生物科学部
佐藤 安志	国立研究開発法人 農業・食品産業技術総合研究機構 植物防疫研究部門

## A. 研究目的

わが国は 1981 年から 30 年連続して貿易黒字が続く貿易立国であったが、2011 年の東日本大震災発生を機に貿易赤字を記録するようになった。財務省の令和 2 年度貿易統計（令和 3 年 4 月 19 日）によると、輸出額は 83 兆 931 億円、輸入額は 84 兆 5652 億円となっており、輸出から輸入を差し引いた貿易収支は 1 兆 4722 億の赤字に推計されている。貿易収支は 2 年ぶりの赤字になったものの、輸出額は 3 年ぶりの増加となっている。農林水産物の輸出額は 1.0 兆円、輸入額は 8.5 兆円で、純輸入額が 7.5 兆円にもなり、世界一の農林水産物純輸入国となっている。このような状況を是正するために令和 2 年 4 月に施行された「農林水産物及び食品の促進に関する法律」では、輸出拡大のための課題の 1 つとして「輸出先国の食品安全等の規制への対応」が挙げられている。例えば、国内の農産物等の輸出先国において、該当する品目に農薬等の MRL が設定されていない場合や、設定されていたとしてもその値が我が国に比べ低い場合がこれにあたる。現状では、世界規模で

輸出入される主要な農産加工品でしか、加工試験は実施されていないのが現状である。

そこで本分担研究では、我が国からの輸出可能性は高いが OECD のガイドラインに加工係数の収載がない農産物の加工係数を算出することを目的とした。昨年度は我が国の主要農産品である米を原料とし、工業的に製造したこめ油と米の加工品として最も摂食量が多い炊飯米の加工係数とマスバランスの算出を行った。本年度は昨年度に引き続き、こめ油と炊飯米を試料としたが、より実用性の高いデータとするために化学的特性の異なる農薬を散布してインカード試料を作製し、加工係数とマスバランスの算出を行った。さらに、日本国内の主要農産品で輸出の可能性の高い飲料茶についても加工係数とマスバランスの算出を行った。

## B. 研究方法

### 【米加工試験】

#### こめ油の製造

本分担研究では、精密な暴露量推定に資する科学的データを得るために、研究

課題 1 で作製したインカード試料を用いて、こめ油製造時の薬剤のマスバランス並びに加工係数を算出する。昨年度のインカード試料は、FAO/WHO 合同残留農薬専門家会議（以下、JMPR）に作物残留試験データが提出されており、農産品における残留濃度が高いと評価されている薬剤の中で脂溶性の高いエトフェンプロックス、水溶性の高いジノテフランの 2 剤を選択した。本年度も同様に脂溶性の高い薬剤としてブプロフェジンと水溶性の高い薬剤としてスルホキサフロルの 2 剤を選択した。ブプロフェジンの logPow は 4.8 であり、昨年度選択したエトフェンプロックス (logPow 6.9) より脂溶性が低い。また、スルホキサフロルの logPow は 0.8 であり、昨年度選択したジノテフラン (logPow -0.549) より水溶性が低い剤である。昨年度選択した剤より、脂溶性、水溶性とも低い化合物を選択した事により、一次加工産品からの食事暴露量評価の基礎的なデータになる事が期待できる。

圃場から稲の収穫、脱穀、脱稈までの工程は東京農業大学で実施した。工業的なこめ油の製造は、昨年度に引き続き築野食品工業株式会社に委託した。上記工程でインカード試料として 51.54 kg の玄米を得た。得られた玄米は東京農業大学から日本ハムに冷蔵で輸送され、一時保管した後こめ油の製造委託先である築野食品工業株式会社に冷蔵便で送付した。保管、輸送時の温度記録を表 1 に示した。

インカード試料である玄米を精米度合い 9% で精米し 4.67 kg の米糠を得た。玄米から米糠までの工程は 1 試験で実施し、得られた米糠を等量に分け、こめ油の製造工程は 2 試行で行った。こめ油の製造方法は、米糠に対して 5 倍量のヘキサンを加えて、数時間攪拌し米原油が溶解したヘキサン層を分取した。残った糠に対して当初糠の 3 分の 1 量に相当するヘキサンを加え、数時間攪拌後、米原油が溶解したヘキサン層を分取し、上記と合一した後にヘキサンを除去し、米原油を得た。得られた米原油に温水を加え混合しガム質を除去する脱ガム工程、ヘキサンを加えロウ分を除去する脱ロウ工程、水酸化ナトリウム処理による脱酸工程、酸性白土の処理による脱色工程及び 240 °C で 533 Pa 以下の状態で 2 時間水蒸気処理を行う脱臭工程を経てこめ油を精製した。本試験報告では市場に流通するこめ油に相当する試料を脱臭油と定義した。米加工試験のフローを図 1 に示した。本研究では、米の加工工程の中で玄米、精白米、糠、脱脂糠、米原油、脱臭油、精白米を試験対象とし、マスバランス及び加工係数の算出を行った。また、加工試験と同じ工程の市販原油、脱臭油を購入し、コントロール試料とした。

#### 炊飯試験

炊飯時の白米の研ぎ方は様々な方法があり、調査の結果一様に定義された方法はなかった。昨年度の研究で、株式会社

神明及び福井精米株式会社が推奨する 2 種の方法で白米を研ぎ、その方法によって加工係数に違いが生じるか検証した。その結果、白米の研ぎ方の違いが加工係数に与える影響はない事を確認した。従って、本年度は株式会社神明が推奨する方法で白米を研ぎ、家庭用の炊飯器で炊飯を行った。

株式会社神明の方法を以下に記す。炊飯釜に約 450 g (3 合) の米を入れ、水 1 L を加え 2~3 回手早くかき混ぜ、水を捨てた。この操作をさらに 2 回繰返した。最後に水を約 560 mL 加え、30 分間浸漬し、家庭用炊飯器の標準モードで炊飯を行った。炊飯米は、農薬試験の抽出に供する前に、1.15 倍の水を加え米粒が確認できなくなる程度まで粉碎操作を行った。

#### インカード試料の分析

農薬の分析は一般財団法人日本食品分析センターへ委託した。本研究で実施する試験方法の性能は、インカード試料栽培時に農薬散布区と非散布区の境界で栽培、収穫した玄米を試料（以下、額縁試料）として用いた。

#### **分析対象化合物**

分析対象化合物は、スルホキサフロル、ブプロフェジンとした。

#### **分析対象品目**

玄米、糠、脱脂糠、米原油、脱臭油、精白米及び炊飯米の 7 品目を分析対象品目とした（表 1）。

#### **【茶加工試験】**

#### 飲料茶の加工

本分担研究では、精密な暴露量推定に資する科学的データを得るために、米加工試験と同様に、研究課題 1 で作製したインカード試料を用いて、飲料茶を淹れる際の薬剤のマスバランス並びに加工係数を算出する。茶に投与した農薬は、FAO/WHO 合同残留農薬専門家会議（以下、JMPR）に作物残留試験データが提出されており、農産品における残留濃度が高いと評価されている薬剤の中で脂溶性の高いトルフェンピラド（logPow 5.61）、水溶性の高いジノテフラン（logPow -0.549）の 2 剤を選択した。茶を淹れる工程は、試料の輸送から試験開始までの時間等を考慮し、研究協力者である日本食品分析センターへ委託した。

飲料茶の調製は 2 試行で行った。調製方法を以下に示す。インカード試料である荒茶を急須に 5 g 採取し、あらかじめ 90 °C に加温したイオン交換水 250 mL を茶葉が舞わないように静かに注いだ。お湯を注いだ急須を時計回りに 2 回転、反時計回りに 2 回転した後に、2 分間静置した。この浸漬液を全量回収し、飲料茶 1 とした。次いで、90 °C に加温したイオン交換水 100 mL を飲料茶 1 を採取した後の急須に注いだ。お湯を注いだ急須を時計回りに 2 回転、反時計回りに 2 回転した後に、2 分間静置し、浸漬液を全量回収したものを飲料茶 2 とした。飲料茶 2 を採

取した後の急須に残った茶殻を全量回収したものを、茶殻試料と定義した。加工試験のフローは図2に示した。

### 分析対象化合物

分析対象化合物は、ジノテフラン、トルフェンピラドとした。

### 分析対象品目

荒茶、飲料茶1、飲料茶2及び茶殻の4品目を分析対象とした(表1)。

#### 【農薬の測定】

### 試験方法の性能評価

試験法の性能要求事項は、LOQが0.01 mg/kg以下であること、添加回収率が70～120%の範囲内であること及び併行精度が20%未満であることを確認し、試験法としての妥当性を評価する。飲料茶の試験法については、荒茶の定量下限の1/100の濃度を担保することを確認し、妥当性を評価する。

### 標準品

分析には以下の標準品を使用した。

スルホキサフロル (Sulfoxaflor) 標準品：純度99.9% (林純薬工業製)

ブプロフェジン (Buprofezin) 標準品：純度99.4% (富士フィルム和光純薬製)

ジノテフラン標準品 (Dinotefuran)：純度99.8% (富士フィルム和光純薬製)

トルフェンピラド標準品 (Tolfenpyrad)：純度99.7% (林純薬工業製)

### 試薬

アセトン、アセトニトリル、ヘキサンは関東化学株式会社製の残留農薬試験用、メタノールは関東化学株式会社製の高速液体クロマトグラフ用を使用した。塩化ナトリウム、酢酸アンモニウムは関東化学株式会社製の特級を使用した。InertSep C18 (1 g)、InertSep GC-e (250 mg)、InertSep k-solute 5 mL用、InertSep Slim-J C18-C (500 mg)はジーエルサイエンス株式会社製を使用した。

### 試液の調製方法

ヘキサン飽和アセトニトリルは、アセトニトリル約500 mLとヘキサン約100 mLを混合し、5分間振とう後静置してアセトニトリル層を分取、又は同割合で調製した。

水及びメタノールの混液(9:1)は、メタノール900 mLと水100 mLを混合、又は同割合で混合した。1 mol/L酢酸アンモニウム溶液は、酢酸アンモニウム15.43 gを水に溶解し200 mLとした。2 mmol/L酢酸アンモニウム溶液は、1 mol/L酢酸アンモニウム溶液2 mLに水を加えて1000 mLとし、調製した。

### 標準溶液の調製方法

#### 標準原液調製法

スルホキサフロル標準品10 mgを精密に量り、50 mL容全量フラスコに入れた。アセトンを加え、超音波処理をしながら溶解した後に定容し、これをスルホキサフロル標準原液(200 mg/L)とした。ブプロフェジン標準品25 mgを精密に量り、以下同様に調製し、ブプロフェジン標準原液(500 mg/L)とした。ジノテフラン

標準品 25 mg を精密に量り、以下同様に調製し、ジノテフラン標準原液（500 mg/L）とした。トルフェンピラド標準品 25 mg を精密に量り、以下同様に調製し、トルフェンピラド標準原液（500 mg/L）とした。

#### 測定用標準溶液調製法

米加工試験の標準溶液として、200 mg/L のスルホキサフロル標準原液 2.5 mL、500 mg/L のブプロフェジン標準原液 1 mL を 20 mL の全量フラスコに測り取り、アセトニトリルを用いて定容したものを 25 mg/L スルホキサフロル／ブプロフェジン混合標準溶液を調製し、適宜希釈し定量用の標準溶液とした。標準溶液の濃度は表 2 に示した。

茶加工試験の標準溶液として、500 mg/L のジノテフラン標準原液 1 mL、500 mg/L のトルフェンピラド標準原液 1 mL を 20 mL の全量フラスコに測り取り、アセトニトリルを用いて定容したものを 25 mg/L ジノテフラン／トルフェンピラド混合標準溶液を調製し、適宜希釈し定量用の標準溶液とした。標準溶液の濃度は表 3 に示した。

#### 試験溶液の調製

米加工品の試験溶液は、試料に応じて 5 種の調製方法を行った。一例として玄米の調製方法を以下に示す。玄米 10.0 g を採取し、水 20 mL を加え 30 分間放置した。その後、アセトニトリル 100 mL を加え、ホモジナイズ後吸引ろ過をした。ろ紙上の残留物にアセトニトリル 50 mL を加え、再度ホモジナイズし、吸引ろ過をした。得られたろ液を合一し、アセトニトリル

で 200 mL に定容した。これを 1 mL 分取し、減圧濃縮、窒素乾固した残留物を 20 mL のメタノールで再溶解したものを、LC-MS/MS による測定に供した。その他米加工品の試験溶液の調製方法は図 3, 4, 5, 6, 7 に示した。

茶加工試験の試験溶液は、試料及び対象化合物に応じて 4 種の調製方法を行った。一例として荒茶の調製方法を以下に示す。試料 5.0 g を採取し、水 20 mL を加え 30 分間放置した。その後、アセトニトリル 100 mL を加え、ホモジナイズ後吸引ろ過をした。ろ紙上の残留物にアセトニトリル 50 mL を加え、再度ホモジナイズし、吸引ろ過した。得られたろ液を合一し、アセトニトリルを加えて正確に 200 mL に定容した。これを、LC-MS/MS に供する試験溶液とした。茶加工品の試験溶液の調製方法は図 8, 9, 10 に示した。

#### LC-MS/MS による測定条件

機種：LC 部；Nexera X2（LC-30AD）

MS 部；LCMS-8050

解析ソフト：LabSolutions LCMS

（以上、島津製作所製）

カラム：InertSustain C18

内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒径 5 μm

（ジーエルサイエンス株式会社製）

オープン温度：40 °C

移動相：

A 液；2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液

B 液；メタノール

A 液：B 液（50：50）

流量：0.2 mL/min

注 入 量：2 μL

コリジョンガス：アルゴン

モニターイオン等：イオン化法、モニターイオン等の詳細は表 4 に示す。

#### C. D. 結果及び考察

##### 保管設備及び試料輸送時の温度モニタリング

研究課題 1 で作製したインカード試料及び加工を行った試料は試験開始まで日本ハム（株）中央研究所にて保管した。保管を開始した 2021 年 9 月 1 日より、6 時間毎に冷凍保管庫の温度モニタリングを行った。温度記録計は株式会社シロ産業の MI1TP-251-FRM を用いた。試料保管時の温度記録は表 1 に示す。保存期間中の最も高い温度は-18.21 °C、最も低い温度は-20.62 °Cであり、試料保管時の温度は問題ない事を確認した。試料の輸送は宅急便（ヤマト運輸株式会社）の冷蔵便もしくは冷凍便を利用した。試料輸送時の箱に温度記録計を同梱し、輸送温度のモニタリングを行ったところ、輸送時においても既定の温度範囲内であることを確認した。以上より、いずれの試料とも輸送、保管時に試料が毀損するような条件にはなっておらず、適切な試料管理が実施できていることを確認した。

##### こめ油の製造及び炊飯試験

本研究では OECD のガイドラインに則り、工業的に製造したこめ油の加工係数の算出並びに製造過程でのマスバランスを算出することを目的としている。従っ

て、こめ油の大手製造企業である築野食品工業株式会社に玄米から脱臭油の製造を委託した。製造方法は米糠からヘキサンを用いて米原油の抽出を行う。その後、米原油を温水処理してガム層を除去し脱ガム油を得、次にヘキサンを用いて脱ロウ処理を行い、脱ロウ油を得る。得られた脱ロウ油に水酸化ナトリウム処理を施し、脱酸油を得、酸性白土で処理をして脱色油を得る。最後に 533 Pa の減圧下で 240 °C の水蒸気処理を 2 時間行い、脱臭油を得るという工程でこめ油の製造を行った。図 1 で示す各工程の試料重量とその農薬濃度を測定した。玄米 51.54 kg から精米を行い米糠 4.67 kg と白米 46.85 kg を得た。白米は炊飯試験に供するまで冷凍庫で保管をした。得られた米糠から 200 g を分析用にサンプリングし、残りの米糠から米原油の製造工程を 2 試行実施した。1 試行目は、2.10 kg の米糠から 1.66 kg の米原油を得、さらにこの原油から 380 g の脱臭油を得た。2 試行目は、2.10 kg の米糠から 1.69 kg の米原油を得、この原油から 378 g の脱臭油を得た。

農林水産省食料・農業・農村政策審議会食糧部会において纏められた資料「米をめぐる関係資料」（令和 2 年 7 月 30 日）において、国内の米の消費は 67.3 % が家庭内消費であると調査されていることから、昨年度と同様に炊飯米の加工試験は家庭用炊飯器を用いて行った。米の研ぎ方は、株式会社神明が推奨する方法で 2

試行の炊飯試験を実施した。1 試行目は、0.45 kg の精白米から 1.14 kg の炊飯米が得られ、2 試行目は、0.45 kg の精白米から 1.14 kg の炊飯米を得た。コントロール区の米の砥ぎ方も試験区同様、株式会社神明が推奨する方法で実施し、0.45 kg の精白米から 1.15 kg の炊飯米を得た。試験区による収量の違い、試行回数による収量の違いは無かった。

#### 飲料茶の加工試験

飲料茶の調製は 2 試行で行った。研究方法 飲料茶の加工に従って、荒茶から飲料茶を淹れた結果、1 試行目の飲料茶 1 は 222 g、飲料茶 2 は 97.1、茶殻は 23.7 g であり、2 試行目の飲料茶 1 は 224 g、飲料茶 2 は 95.4、茶殻は 23.8 g であった。試行回数による収量の違いは確認されなかった。

#### 試験方法の性能評価

表 2 で示した混合標準溶液と試験溶液の調製方法の項で示した抽出方法から、本研究で実施するスルホキサフロル及びブプロフェジンの定量下限は、玄米で 0.08 mg/kg、糠、脱脂糠及び精白米で 0.01 mg/kg、炊飯米で 0.008 mg/kg であった。ジノテフラン及びトルフェンピラドの定量下限は、荒茶で 0.8 mg/kg、飲料茶で 0.0001 mg、茶殻で 0.01 mg/kg であった。

米加工試験の添加回収試験は 3 試行実施した。添加濃度を表 5-1 に、添加回収試験の結果を表 5-2、5-3 に示した。併行精

度はスルホキサフロルでは炊飯米で最も大きく 5.0 %であった。ブプロフェジンでは脱脂糠で最も大きく 3.9 %であった。添加回収率は、スルホキサフロルでは 96.5 ~ 114 %、ブプロフェジンでは 86.9 ~ 104 %と薬剤、試料いずれの組合せにおいても性能評価要件を満たしていた。茶加工試験のは荒茶で 6 試行、飲料茶および茶殻で 3 試行実施した。添加濃度を表 6-1 に添加回収試験の結果を表 6-2、6-3 に示した。併行精度はジノテフランでは荒茶で最も大きく 2.0 %であった。トルフェンピラドでは荒茶で最も大きく 3.4 %であった。添加回収率は、ジノテフランでは 96.5 ~ 105 %、ブプロフェジンでは 86.2 ~ 108 %と薬剤、試料いずれの組合せにおいても性能評価要件を満たしていた。

以上より、開発された方法は本研究に用いる分析法として妥当であると評価した。

#### こめ油及び炊飯米の加工係数とマスバランス

日本国の主要農産物である米を試料として、昨年度同様加工試験を実施した。散布する剤は、FAO/WHO 合同残留農薬専門家会議（以下、JMPR）に作物残留試験データが提出されており、農産品における残留濃度が高いと評価されている薬剤の中で水溶性の高いスルホキサフロル、脂溶性の高いブプロフェジンの 2 種の薬剤を選択し、インカード試料の作製を行

った。インカード試料からの一次加工産品は脱臭油及び炊飯米とした。玄米から糠までの工程は 1 試行で行い、糠から脱臭油まで並びに精白米から炊飯米までの工程については 2 試行で行った。散布した薬剤の加工工程での挙動を確認するため各工程で得られた試料の収量とその試料の分析値を乗じて得た薬剤量をマスバランスとして算出した。さらに、加工品による精密な暴露量の推定を行うために玄米を RAC (raw agricultural commodities) として、脱臭油製造時の加工係数、炊飯試験時の加工係数を算出した。加工の工程で分析に供する試料をサンプリングしたので、マスバランスの算出にあたっては、サンプリングによる減少分を考慮して計算を行った。計算の際は、糠、精白米からの加工工程における工程収率を根拠とした。炊飯米のマスバランスは得られた精白米を全て炊飯したと仮定し、計算した。マスバランスの算出結果は表 8-1、8-2 に、加工係数は表 9-1、9-2 に示した。

精米工程を経た糠と白米の結果から水溶性のスルホキサフロル ( $\log Pow$  0.8) は約 60%が精白米に移行し、糠には 28%が移行することが示された。また、脂溶性のブプロフェジン ( $\log Pow$  4.8) は約 24%が精白米に移行し、糠には約 65%が移行することが示された。昨年実施したジノテフラン ( $\log Pow$  -0.549) は約 90%が精白米に移行していたこととあわせて考察すると、それぞれの剤は分配係数から推

定される通りに移行しており、理にかなったインカード試料が調製できていることが確認された。炊飯の工程でスルホキサフロルは 88.4%、ブプロフェジンは 41.6%にマスバランスが減少していた。JMPR の報告書には使用した 2 剤の加水分解安定性について、スルホキサフロルは 25 °C、pH 7 で安定、ブプロフェジンは 25 °C、pH 7 で推定半減期 (DT50) : 378 日と記載されている。高温、高圧で炊飯したことによる分解の傾向は JMPR の報告書の記載内容とも相関がとれていると考察された。こめ油の加工試験では水溶性のスルホキサフロルは米原油へ 1.5%程度しか移行せず、脱臭油から検出はされなかった。これは本剤が水溶性であることと一致した結果であった。一方、脂溶性のブプロフェジンは糠から米原油に全量移行したが、脱臭油では定量下限未満であった。原油から脱臭油への製造に必要な減圧下で 240 °C 処理という特殊な条件下で加水分解されたものと推察された。

米加工試験の加工係数は炊飯米でスルホキサフロルが 0.22、ブプロフェジンが 0.040 であった。脱臭油では 2 剤とも定量下限値以下であったことから加工係数の算出はできなかった。本研究において炊飯米のスルホキサフロル及びブプロフェジンの加工係数を示せたことは、加工品を通じた暴露量の推定を行う上での基礎的なデータになるものと考えられる。

## 茶加工試験の加工係数とマスバランス

輸出可能性が高く日本国内でも消費量の多い飲料茶について、マスバランス及び加工係数の算出を行った。インカード試料を作製する際に投与する剤として水溶性の高いジノテフラン、脂溶性の高いトルフェンピラドの2剤を選択した。加工試験は荒茶を原料として一煎目の茶（飲料茶1）、二煎目の茶（飲料茶2）及び茶殻とした。荒茶から飲料茶2までの工程を2試行で行い、それぞれの試料を分析した。茶殻のみ試行1の試料を分析した。試料の収量とその試料の分析値を乗じて得た薬剤量をマスバランスとして算出した。さらに、飲料茶1、飲料茶2の加工係数を算出した（表11-1, 11-2, 12-1, 12-2）。

水溶性のジノテフラン（logPow -0.549）は、約40%が飲料茶1に約20%が飲料茶2に移行した。茶殻には約43%が移行した。脂溶性のトルフェンピラド（logPow 5.61）は約0.004%が飲料茶1に、約0.003%が飲料茶2に移行した。茶殻には約85%が移行した。ジノテフランのマスバランスの合計は1.04、トルフェンピラドのマスバランスの合計は0.86と計算され、両剤とも加工による分解を受けなかった。2試行実施した茶加工試験の加工係数はジノテフランが飲料茶1で0.0095, 0.0083、飲料茶2で0.010, 0.012であり、トルフェンピラドが飲料茶1で0.000087, 0.0000994、飲料茶2で0.00015, 0.00012

であった。本試験では、茶を淹れて一般的に飲まれる状態のものを飲料茶として定義しているため、加工係数としては小さい数字になっている。

本年度は新規に茶の加工試験を行ったことに加えて、米加工試験においてはインカード試料を作製する際に投与する剤を変更し、昨年と同様の加工試験を行った。1種の加工試験について複数の薬剤の挙動を考察したことから、本研究の最終的な目的である国産農産品の輸出促進に繋がるデータを取得できたものとする。今後も引き続き輸出可能性の高い農産加工品と農薬の組合せを模索し検討を重ね、精緻な研究を遂行していく必要がある。

## E. 研究発表

### 1. 論文発表

なし

### 2. 学会発表

なし

表 1 試験試料一覧

試料名	加工／調製		加工機関から保管機関への輸送			保管				保管機関から試験機関への輸送			試験実施機関
	実施機関	期間	期間	最低温度	最高温度	機関	期間	最低温度	最高温度	期間	最高温度	最低温度	
玄米	東京農業大学	2021/8/23-8/31	2021/8/31-9/1	5.4	5.9	日本ハム株式会社	2021/9/1-11/15	-20.62	-18.24	2021/11/15-11/16	-11.1	-18.3	日本食品分析センター
糖	築野食品工業株式会社	2021/10/12-10/21	2021/10/22-10/25	-19.8	-12.2	日本ハム株式会社	2021/10/25-11/16	-20.55	-18.24	2021/11/16-11/17	温度記録なし (冷凍便)	温度記録なし (冷凍便)	日本食品分析センター
脱脂糖	築野食品工業株式会社	2021/10/12-10/21	2021/10/22-10/25	-19.8	-12.2	日本ハム株式会社	2021/10/25-11/15	-20.55	-18.24	2021/11/15-11/16	-11.1	-18.3	日本食品分析センター
原油	築野食品工業株式会社	2021/10/12-10/21	2021/10/22-10/25	-19.8	-12.2	日本ハム株式会社	2021/10/25-11/15	-20.55	-18.24	2021/11/15-11/16	-11.1	-18.3	日本食品分析センター
脱臭油	築野食品工業株式会社	2021/10/12-10/21	2021/10/22-10/25	-19.8	-12.2	日本ハム株式会社	2021/10/25-11/15	-20.55	-18.24	2021/11/15-11/16	-11.1	-18.3	日本食品分析センター
精白米	築野食品工業株式会社	2021/10/12-10/21	2021/10/22-10/25	-19.8	-12.2	日本ハム株式会社	2021/10/25-11/15	-20.55	-18.24	2021/11/15-11/16	-11.1	-18.3	日本食品分析センター
炊飯米	日本ハム株式会社	2022/1/10	輸送なし	-	-	日本ハム株式会社	2022/1/10-1/11	-20.16	-18.21	2022/1/11-1/12	-8.3	-17.2	日本食品分析センター
荒茶	食品総合研究所	6/29完了	2021/9/6-9/7	温度記録なし (冷凍便)	温度記録なし (冷凍便)	日本ハム株式会社	2021/9/7-9/13	-20.51	-18.32	2021/9/13-9/14	温度記録なし (冷凍便)	温度記録なし (冷凍便)	日本食品分析センター
飲料茶	日本食品分析センター	9/14-	輸送なし	-	-	-	-	-	-	-	-	-	日本食品分析センター
茶殻	日本食品分析センター	9/14-	輸送なし	-	-	-	-	-	-	-	-	-	日本食品分析センター

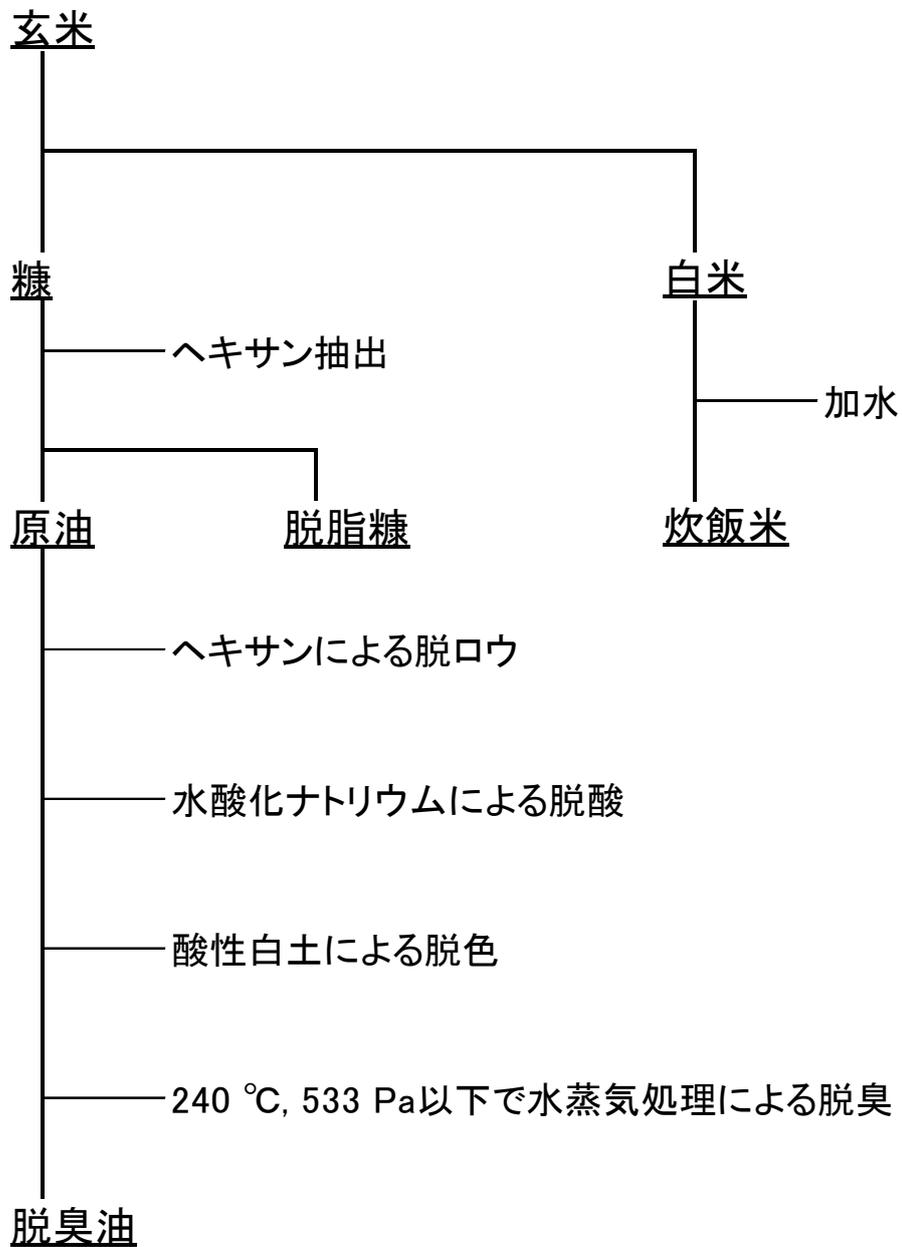


図 1 米加工試験のフロー

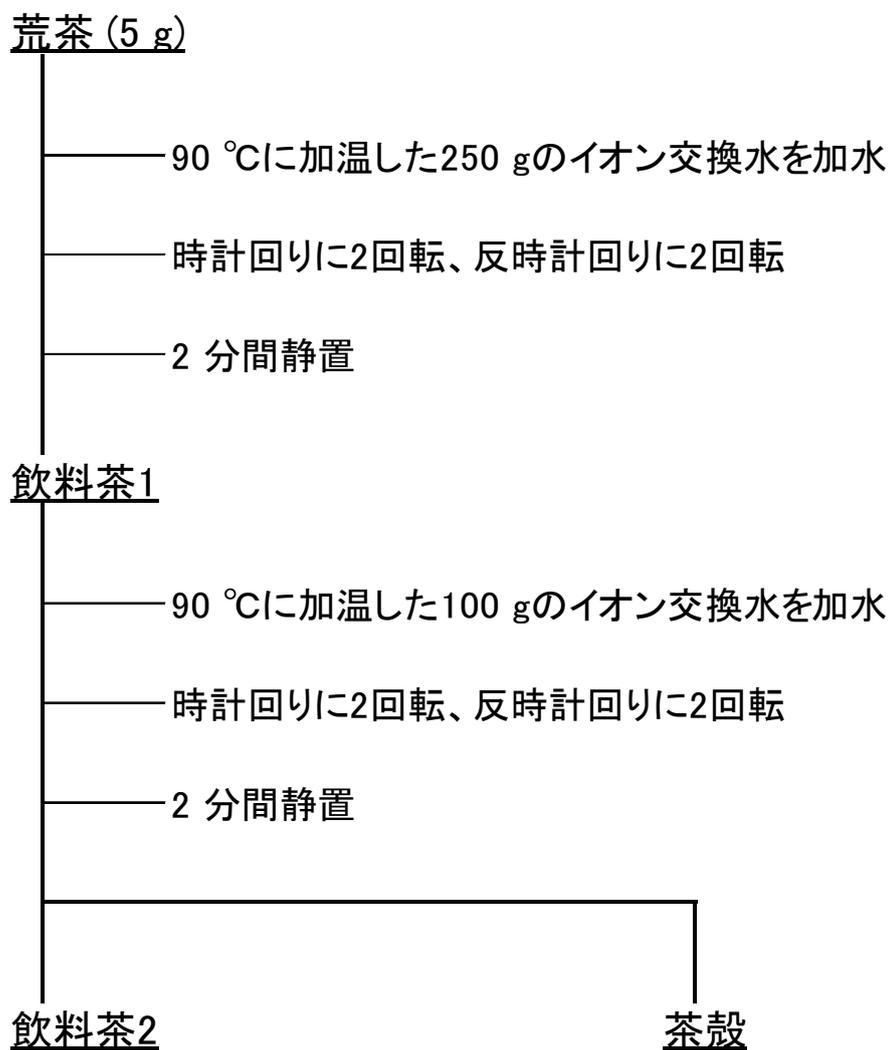


図 2 飲料茶加工試験のフロー

表2 スルホキサフロル、ブプロフェジン混合標準溶液

名称	調製濃度 (mg/L)	使用溶液	使用量 (mL)	定容量 (mL)
標準溶液 A	0.04	1 mg/L	1	25
標準溶液 B	0.008	標準溶液 A	4	20
標準溶液 C	0.006	標準溶液 A	3	20
標準溶液 D	0.004	標準溶液 A	2	20
標準溶液 E	0.002	標準溶液 A	1	20
標準溶液 F	0.0008	標準溶液 B	1	10
標準溶液 G	0.0006	標準溶液 C	1	10
標準溶液 H	0.0004	標準溶液 D	1	10
標準溶液 I	0.0002	標準溶液 E	1	10
標準溶液 J	0.0001	標準溶液 E	1	20
標準溶液 K	0.00004	標準溶液 H	1	10

[調製溶媒：メタノール]

表3 ジノテフラン、トルフェンピラド混合標準溶液

名称	調製濃度 (mg/L)	使用溶液	使用量 (mL)	定容量 (mL)
標準溶液 A	0.04	1 mg/L	1	25
標準溶液 B	0.01	標準溶液 A	5	20
標準溶液 C	0.008	標準溶液 A	4	20
標準溶液 D	0.006	標準溶液 A	3	20
標準溶液 E	0.004	標準溶液 A	2	20
標準溶液 F	0.002	標準溶液 A	1	20
標準溶液 G	0.001	標準溶液 B	2	20
標準溶液 H	0.0008	標準溶液 C	2	20
標準溶液 I	0.0006	標準溶液 D	2	20
標準溶液 J	0.0004	標準溶液 E	2	20
標準溶液 K	0.0002	標準溶液 F	2	20
標準溶液 L	0.0001	標準溶液 F	1	20
標準溶液 M	0.00004	標準溶液 J	1	10

[調製溶媒：メタノール]

①スルホキサフロル及びブプロフェジン

a. 玄米

試料10.0 g採取

水20 mLを加え30分間放置

アセトニトリル100 mLを加えホモジナイズ後、吸引ろ過

ろ紙上の残留物にアセトニトリル50 mLを加えホモジナイズ後、吸引ろ過

得られたろ液を合わせアセトニトリルで200 mLに定容

1 mL (0.05 g相当) 分取、減圧濃縮、窒素乾固

残留物

メタノールで20 mL定容

LC-MS/MS注入

図3 玄米のスルホキサフロル及びブプロフェジンに対する試験溶液の調製法

b. 糠及び脱脂糠試験法

試料2.0 g採取

水20 mLを加え30分間放置  
アセトニトリル100 mLを加えホモジナイズ後、吸引ろ過  
ろ紙上の残留物にアセトニトリル50 mLを加えホモジナイズ後、吸引ろ過  
得られたる液を合わせアセトニトリルで200 mLに定容

※

スルホキサフロル

※InertSep C18 (1 g)

(カラムを予め、メタノール5 mL、水5 mLで洗浄)  
20 mL (試料0.2 g相当) 分取、約2 mLまで減圧濃縮  
水20 mLを加え負荷、洗浄  
水及びメタノールの混液 (9:1) 10 mL洗浄  
メタノール10 mLで溶出

溶出液

メタノールで10 mL定容

LC-MS/MS注入

ブプロフェジン

※InertSep K-solute (5 mL用)

10 mL (試料0.1 g相当) 分取、約1 mLまで減圧濃縮  
水2 mL、塩化ナトリウム1 gを加え負荷、5分間放置  
ヘキサン40 mLで溶出、減圧濃縮、窒素乾固

残留物

メタノールで5 mL定容

LC-MS/MS注入

図4 糠及び脱脂糠のスルホキサフロル及びブプロフェジンに対する試験溶液の調製法

c. 米原油及び脱臭油

試料1.0 g採取

アセトン50 mLを加え1分間超音波照射、10分間振とう  
綿栓ろ過、アセトンで100 mL定容

抽出液

4 mL (試料0.04 g相当) 分取  
減圧濃縮

残留物

ヘキサン30 mL及びヘキサン飽和アセトニトリル30 mLを加え  
5分間振とう

アセトニトリル層

ヘキサン層

ヘキサン飽和アセトニトリル30 mL  
5分間振とう

アセトニトリル層

ヘキサン層

減圧濃縮、窒素乾固

残留物

メタノールで2 mL定容

LC-MS/MS注入

図 5 米原油及び脱臭油のスルホキサフロル及びブプロフェジンに対する試験溶液の調製法

d. 精白米

試料10.0 g採取

水20 mLを加え30分間放置

アセトニトリル100 mLを加えホモジナイズ後、吸引ろ過

ろ紙上の残留物にアセトニトリル50 mLを加えホモジナイズ後、吸引ろ過  
得られたろ液を合わせアセトニトリルで200 mLに定容

1 mL (0.05 g相当) 分取、減圧濃縮、窒素乾固

残留物

メタノールで2.5 mL定容

LC-MS/MS注入

図 6 精白米のスルホキサフロル及びブプロフェジンに対する試験溶液の調製法

e. 炊飯米

試料21.6 g (10 g相当) 採取

アセトニトリル100 mLを加えホモジナイズ後、吸引ろ過

ろ紙上の残留物にアセトニトリル50 mLを加えホモジナイズ後、吸引ろ過  
得られたろ液を合わせアセトニトリルで200 mLに定容

1 mL (0.05 g相当) 分取、減圧濃縮、窒素乾固

残留物

メタノールで2 mL定容

LC-MS/MS注入

図 7 炊飯米のスルホキサフロル及びブプロフェジンに対する試験溶液の調製法

a 荒茶試験法

試料5.0 g採取

水20 mLを加え30分間放置

アセトニトリル100 mLを加えホモジナイズ後、吸引ろ過

ろ紙上の残留物にアセトニトリル50 mLを加えホモジナイズ後、吸引ろ過

得られたろ液を合わせアセトニトリルで200 mLに定容

4 mL分取、メタノールで25 mL定容

希釈

1 mL分取、メタノールで10 mL定容

LC-MS/MS注入

図 8 荒茶のジノテフラン及びトルフェンピラドに対する試験溶液の調製法

b-1 飲料茶試験法

試料4.0 g採取

InertSep GC-e (250 mg)

(カラムを予め、アセトニトリル5 mL、水5 mLで洗浄)

全量負荷、洗浄

アセトニトリル10 mLで溶出

減圧濃縮、窒素乾固

残留物

メタノールで2 mL定容

LC-MS/MS注入

図 9-1 飲料茶のジノテフランに対する試験溶液の調製法

b-2 飲料茶試験法

試料10.0 g採取

InertSep Slim-J C18 (500 mg)

(カラムを予め、メタノール5 mL、水5 mLで洗浄)

全量負荷、洗浄

メタノール10 mLで溶出

溶出液

メタノールで10 mL定容

LC-MS/MS注入

図 9-2 飲料茶のトルフェンピラドに対する試験溶液の調製法

c 茶殻試験法

試料5.0 g採取

アセトニトリル100 mLを加えホモジナイズ後、吸引ろ過  
ろ紙上の残留物にアセトニトリル50 mLを加えホモジナイズ後、吸引ろ過  
得られたろ液を合わせアセトニトリルで200 mLに定容

InertSep Slim-J C18 (500 mg)

(カラムを予め、メタノール5 mL、水5 mLで洗浄)  
8 mL (試料0.2 g相当) 分取、減圧濃縮  
メタノール10 mLで負荷、溶出

溶出液

メタノールで10 mL定容

LC-MS/MS注入

図 10 ジノテフラン及びトルフェンピラドの茶殻に対する試験溶液の調製法

表 4-1 スルホキサフロルの測定条件

	イオン化法	プレカーサーイオン ( <i>m/z</i> )	プロダクトイオン ( <i>m/z</i> )	Q1 Pre Bias (V)	CE (eV)	保持時間の 目安 (分)
スルホキサフロル	ESI (-)	276	213	14	10	3.6

表 4-2 ブプロフェジンの測定条件

	イオン化法	プレカーサーイオン ( <i>m/z</i> )	プロダクトイオン ( <i>m/z</i> )	Q1 Pre Bias (V)	CE (eV)	保持時間の 目安 (分)
ブプロフェジン	ESI (+)	306	116	-13	-17	7.2

表 4-3 ジノテフランの測定条件

	イオン化法	プレカーサーイオン ( <i>m/z</i> )	プロダクトイオン ( <i>m/z</i> )	Q1 Pre Bias (V)	CE (eV)	保持時間の 目安 (分)
ジノテフラン	ESI (+)	203	113	-14	-12	6.0

表 4-4 トルフェンピラドの測定条件

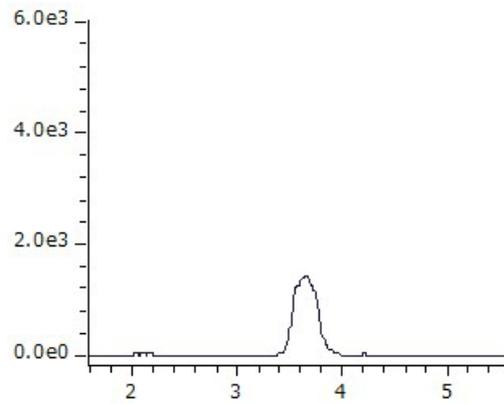
	イオン化法	プレカーサーイオン ( <i>m/z</i> )	プロダクトイオン ( <i>m/z</i> )	Q1 Pre Bias (V)	CE (eV)	保持時間の 目安 (分)
トルフェンピラド	ESI (+)	384	197	-11	-26	6.9

スルホキサフロル標準溶液

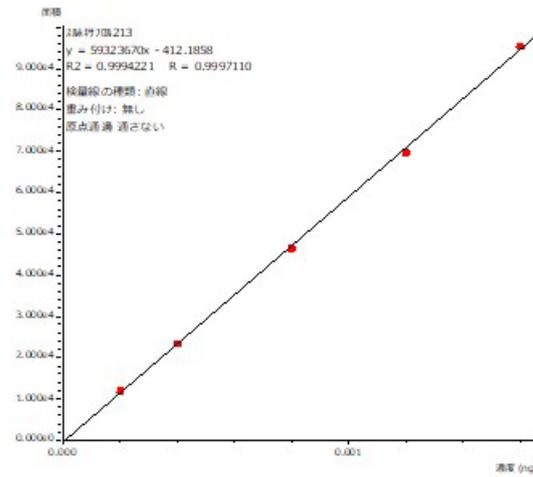
0.0002 mg/L

Q 276.05 > 213.05 (-)

1.42e3



低濃度検量線

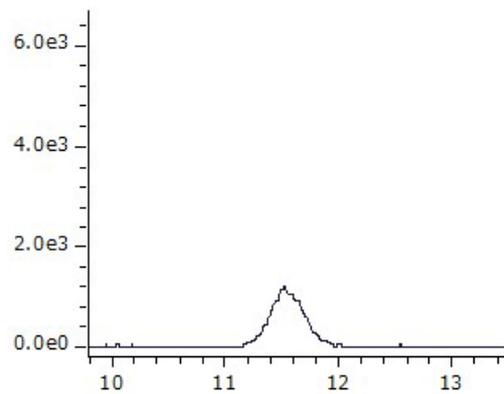


ブプロフェジン標準溶液

0.0001 mg/L

Q 306.16 > 116.05 (+)

1.19e3



低濃度検量線

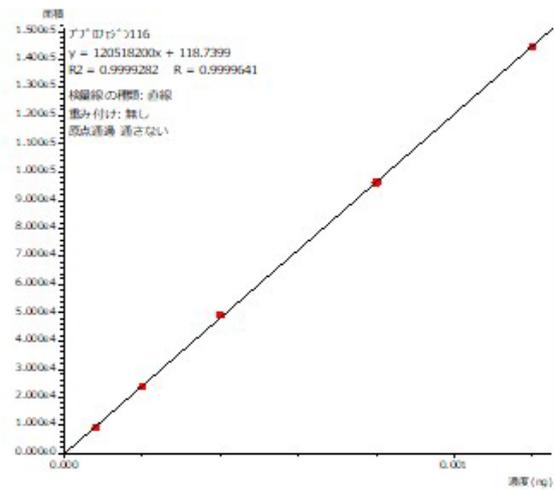
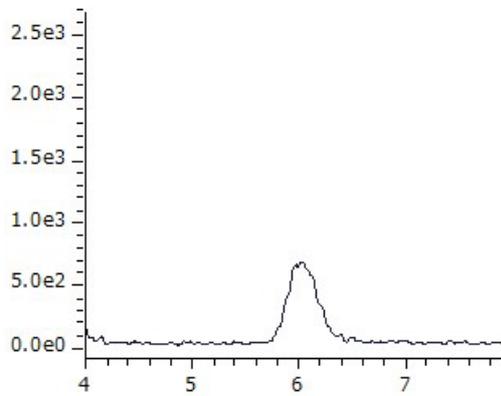


図 11-1 クロマトグラムと検量線の一例

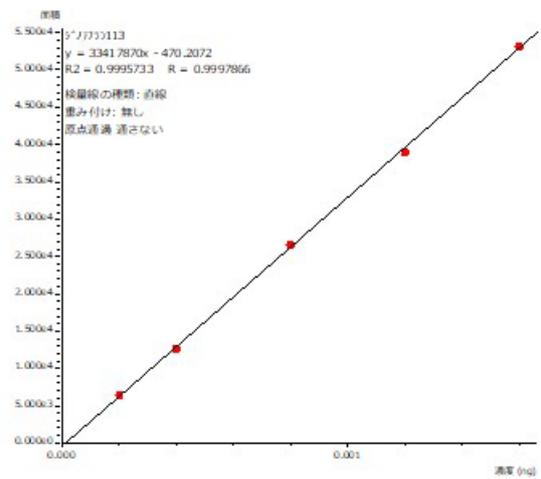
ジノテフラン標準溶液  
0.0002 mg/L

Q 203.11>113.25 (+)

6.83e2



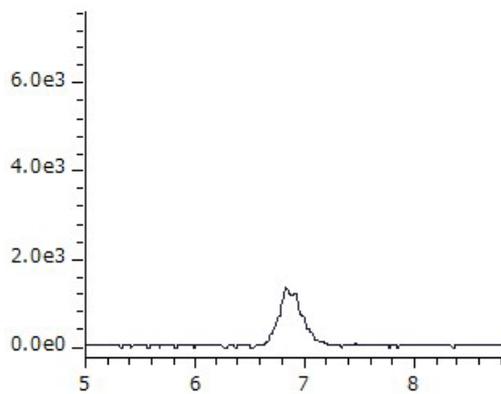
低濃度検量線



トルフェンピラド標準溶液  
0.0001 mg/L

Q 384.15>197.10 (+)

1.35e3



低濃度検量線

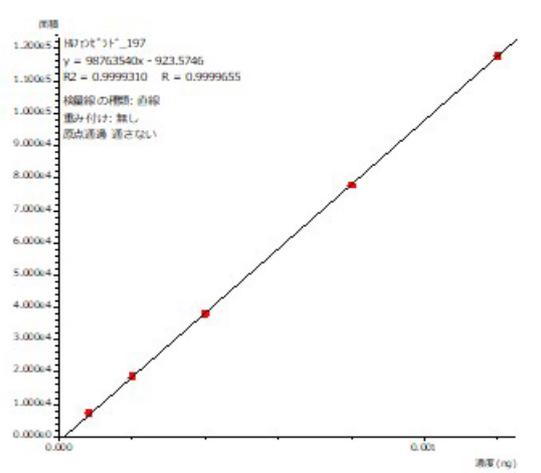


図 11-2 クロマトグラムと検量線の一例

表 5-1 米加工試験への添加回収試験における添加濃度一覧

試料名	糠	脱脂糠	米原油	脱臭油	精白米	炊飯米
スルホキサフロル	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.008
ブプロフェジン	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.008

表 5-2 スルホキサフロルの添加回収試験

試料名	糠		脱脂糠		米原油		脱臭油		精白米		炊飯米	
	測定値	回収率	測定値	回収率	測定値	回収率	測定値	回収率	測定値	回収率	測定値	回収率
無添加	< LOQ	-	< LOQ	-	< LOQ	-	< LOQ	-	< LOQ	-	< LOQ	-
添加1	0.00996	99.6	0.00965	96.5	0.0103	103.0	0.0109	109.0	0.0105	105.0	0.00914	114.3
添加2	0.00989	98.9	0.00977	97.7	0.0106	106.0	0.0105	105.0	0.0102	102.0	0.00856	107.0
添加3	0.00993	99.3	0.01000	100.0	0.0108	108.0	0.0105	105.0	0.0104	104.0	0.00830	103.8
平均	0.00993	99.3	0.00981	98.1	0.0106	105.7	0.0106	106.3	0.0104	103.7	0.00867	108.3
RSD(%)	0.4	-	1.8	-	2.4	-	2.2	-	1.5	-	5.0	-

表 5-3 ブプロフェジンの添加回収試験

試料名	糠		脱脂糠		米原油		脱臭油		精白米		炊飯米	
	測定値	回収率	測定値	回収率	測定値	回収率	測定値	回収率	測定値	回収率	測定値	回収率
無添加	0.0040	-	0.0019	-	0.0046	-	< LOQ	-	< LOQ	-	< LOQ	-
添加1	0.01300	90.0	0.01000	81.0	0.0134	88.0	0.0099	99.0	0.0101	101.0	0.00719	89.9
添加2	0.01300	90.0	0.01030	84.0	0.0134	88.0	0.0100	100.0	0.0099	99.0	0.00736	92.0
添加3	0.01280	88.0	0.01080	89.0	0.0133	87.0	0.0101	101.0	0.0104	104.0	0.00695	86.9
平均	0.01293	89.3	0.01037	84.7	0.0134	87.7	0.0100	100.0	0.0101	101.3	0.00717	89.6
RSD(%)	0.9	-	3.9	-	0.4	-	1.0	-	2.5	-	2.9	-

表 6-1 茶加工試料への添加回収試験における添加濃度一覧

試料名	荒茶	飲料茶1	飲料茶2	茶殻
ジノテフラン	1.00	0.0001	0.0001	0.01
トルフェンピラド	1.00	0.0001	0.0001	0.01

表 6-2 ジノテフランの添加回収試験

試料名	荒茶		飲料茶1		飲料茶2		茶殻	
	測定値	回収率	測定値	回収率	測定値	回収率	測定値	回収率
無添加	< LOQ		< LOQ		< LOQ		< LOQ	
添加1	1.014	101	0.0000965	96.5	0.0000992	99.2	0.0100	100
添加2	1.008	101	0.0000974	97.4	0.0000982	98.2	0.00999	99.9
添加3	1.024	102	-	-	-	-	-	-
添加4	0.993	99.3	-	-	-	-	-	-
添加5	1.083	108	-	-	-	-	-	-
添加6	0.987	98.7	-	-	-	-	-	-
平均	1.018	102	0.0000970	97.0	0.0000987	98.7	0.0100	100
RSD(%)	3.4		0.7		0.7		0.1	

表 6-3 トルフェンピラドの添加回収試験

試料名	荒茶		飲料茶1		飲料茶2		茶殻	
	測定値	回収率	測定値	回収率	測定値	回収率	測定値	回収率
無添加	< LOQ		< LOQ		< LOQ		< LOQ	
添加1	1.008	101	0.0000965	96.5	0.0000992	99.2	0.0100	100
添加2	1.019	102	0.0000974	97.4	0.0000982	98.2	0.00999	99.9
添加3	1.010	101	-	-	-	-	-	-
添加4	1.035	104	-	-	-	-	-	-
添加5	0.995	99.5	-	-	-	-	-	-
添加6	1.051	105	-	-	-	-	-	-
平均	1.020	102	0.0000970	97.0	0.0000987	98.7	0.0100	100
RSD(%)	2.0		0.7		0.7		0.1	

表 7-1 米加工試験のスルホキサフロルの測定結果一覧

	玄米	糠	脱脂糠		米原油		脱臭油		精白米	炊飯米	
			試行1	試行2	試行1	試行2	試行1	試行2		試行1	試行2
①	0.402	1.24	1.56	1.51	0.0986	0.112	< LOQ	< LOQ	0.277	0.0937	0.0849
②	0.422	1.26	1.58	1.51	0.102	0.118	< LOQ	< LOQ	0.280	0.0964	0.0895
③	0.397	1.27	1.53	1.50	0.101	0.115	< LOQ	< LOQ	0.273	0.0946	0.0935
④	0.400	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
⑤	0.399	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
⑥	0.396	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
平均	0.403	1.26	1.56	1.51	0.101	0.115	-	-	0.277	0.0949	0.0893
RSD	2.4	1.2	1.6	0.4	1.7	2.6	-	-	1.3	1.4	4.8

表 7-2 米加工試験のブプロフェジンの測定結果一覧

	玄米	糠	脱脂糠		米原油		脱臭油		精白米	炊飯米	
			試行1	試行2	試行1	試行2	試行1	試行2		試行1	試行2
①	0.201	1.43	0.163	0.151	8.59	8.31	< LOQ	< LOQ	0.052	0.00822	0.00843
②	0.217	1.55	0.155	0.150	8.73	8.85	< LOQ	< LOQ	0.049	0.0083	0.00835
③	0.211	1.55	0.155	0.131	8.66	8.92	< LOQ	< LOQ	0.049	0.00809	0.00837
④	0.216	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
⑤	0.209	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
⑥	0.206	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
平均	0.210	1.51	0.158	0.144	8.66	8.69	-	-	0.0501	0.00820	0.00838
RSD	2.9	4.6	2.9	7.8	0.8	3.8	-	-	3.1	1.3	0.5

表 8-1 米加工試験のスルホキサフロルのマスバランス

試料名	全質量 (kg)	試行1				試行2			
		質量* (kg)	測定値 (mg/kg)	マスバランス (mg)	マスバランス	質量* (kg)	測定値 (mg/kg)	マスバランス (mg)	マスバランス
玄米	51.5	23.2	0.403	9.3	1.0	23.2	0.403	9.3	1.0
糠	4.67	2.10	1.26	2.65	0.28	2.11	1.26	2.65	0.28
脱脂糠	3.35	1.66	1.56	2.59	0.28	1.69	1.51	2.55	0.27
米原油	0.758	0.380	0.101	0.0384	0.0041	0.378	0.115	0.0435	0.0046
脱臭油	0.354	0.254	< LOQ	-	-	0.249	< LOQ	-	-
精白米	46.9	23.4	0.277	6.49	0.69	23.5	0.277	6.50	0.69
炊飯米	120	59.7	0.0949	5.67	0.61	59.9	0.0949	5.68	0.61

表 8-2 米加工試験のブプロフェジンのマスバランス

試料名	全質量 (kg)	試行1				試行2			
		質量* (kg)	測定値 (mg/kg)	マスバランス (mg)	マスバランス	質量* (kg)	測定値 (mg/kg)	マスバランス (mg)	マスバランス
玄米	51.5	23.2	0.210	4.9	1.0	23.2	0.210	4.9	1.0
糠	4.67	2.10	1.51	3.18	0.65	2.11	1.51	3.18	0.65
脱脂糠	3.35	1.66	0.158	0.26	0.054	1.69	0.144	0.24	0.050
米原油	0.758	0.380	8.66	3.29	0.68	0.378	8.69	3.28	0.67
脱臭油	0.354	0.254	< LOQ	-	-	0.249	< LOQ	-	-
精白米	46.9	23.4	0.0501	1.17	0.24	23.5	0.0501	1.17	0.24
炊飯米	120	59.7	0.00820	0.49	0.10	59.9	0.00838	0.50	0.10

表 9-1 米加工試験のスルホキサフロルの加工係数

試料名	試行1		試行2	
	測定値 (mg/kg)	加工係数	測定値 (mg/kg)	加工係数
玄米	0.403		0.403	
糠	1.26	3.1	1.26	3.1
脱脂糠	1.56	3.9	1.51	3.8
米原油	0.101	0.25	0.115	0.29
脱臭油	< LOQ	-	< LOQ	-
精白米	0.277	0.69	0.277	0.69
炊飯米	0.0949	0.24	0.0893	0.22

表 9-2 米加工試験のブプロフェジンの加工係数

試料名	試行1		試行2	
	測定値 (mg/kg)	加工係数	測定値 (mg/kg)	加工係数
玄米	0.210		0.210	
糠	1.51	7.2	1.51	7.2
脱脂糠	0.158	0.75	0.144	0.69
米原油	8.66	41	8.69	41
脱臭油	< LOQ	-	< LOQ	-
精白米	0.0501	0.24	0.0501	0.24
炊飯米	0.00820	0.039	0.00838	0.040

表 10-1 茶加工試験のジノテフランの測定結果一覧

	荒茶	飲料茶1		飲料茶2		茶殻
		試行1	試行2	試行1	試行2	
①	22.5	0.210	0.182	0.214	0.255	1.98
②	20.8	0.209	0.183	0.220	0.256	2.05
③	21.9	0.209	0.183	0.220	0.260	1.97
④	21.8	-	-	-	-	-
⑤	22.4	-	-	-	-	-
⑥	22.6	-	-	-	-	-
平均	22.0	0.209	0.183	0.218	0.257	2.00
RSD	3.1	0.3	0.3	1.6	1.0	2.2

表 10-2 茶加工試験のトルフェンピラドの測定結果一覧

	荒茶	飲料茶1		飲料茶2		茶殻
		試行1	試行2	試行1	試行2	
①	15.5	0.00136	0.00143	0.00243	0.00198	2.84
②	16.3	0.00135	0.00143	0.00237	0.00182	2.74
③	15.5	0.00135	0.00156	0.00240	0.00202	2.83
④	15.3	-	-	-	-	-
⑤	15.5	-	-	-	-	-
⑥	15.4	-	-	-	-	-
平均	15.6	0.00135	0.00147	0.00240	0.00194	2.80
RSD	2.3	0.4	5.1	1.2	5.5	2.0

表 11-1 茶加工試験のジノテフランのマスバランス

試料名	試行1				試行2			
	収量 (g)	測定値 (mg/kg)	マスバランス (mg)	マスバランス	収量 (g)	測定値 (mg/kg)	マスバランス (mg)	マスバランス
荒茶	5.01	22.0	0.110		5.02	22.0	0.110	
飲料茶1	221.58	0.209	0.0463	0.42	224.27	0.183	0.0410	0.37
飲料茶2	97.12	0.218	0.0212	0.19	95.41	0.257	0.0245	0.22
茶殻	23.71	2.00	0.0474	0.43	-	-	-	-

表 11-2 茶加工試験のトルフェンピラドのマスバランス

試料名	試行1				試行2			
	収量 (g)	測定値 (mg/kg)	マスバランス (mg)	マスバランス	収量 (g)	測定値 (mg/kg)	マスバランス (mg)	マスバランス
荒茶	5.01	15.6	0.0782		5.02	15.6	0.0783	
飲料茶1	221.58	0.00135	0.000299	0.0038	224.27	0.00147	0.000330	0.0042
飲料茶2	97.12	0.00240	0.000233	0.0030	95.41	0.00194	0.000185	0.0024
茶殻	23.71	2.80	0.0664	0.85	-	-	-	-

表 12-1 茶加工試験のジノテフランの加工係数

試料名	試行1		試行2	
	測定値 (mg/kg)	加工係数	測定値 (mg/kg)	加工係数
荒茶	22.0		22.0	
飲料茶1	0.209	0.0095	0.183	0.0083
飲料茶2	0.218	0.010	0.257	0.012
茶殻	2.00	0.091	-	-

表 12-2 茶加工試験のトルフェンピラドの加工係数

試料名	試行1		試行2	
	測定値 (mg/kg)	加工係数	測定値 (mg/kg)	加工係数
荒茶	15.6		15.6	
飲料茶1	0.00135	0.000087	0.00147	0.000094
飲料茶2	0.00240	0.00015	0.00194	0.00012
茶殻	2.80	0.18	-	-