

令和 5 年度 安全な農畜水産物安定供給のための
包括的レギュラトリーサイエンス研究推進委託事業
短期課題解決型研究
「臭化メチルの飼料用植物への使用に関する安全性の確保」

課題番号 (e-Rad システム課題 ID8 桁) : 22682198

試験番号 : IET 23-1002

最終報告書

2024 年 3 月

臭化メチル安全性確保共同研究コンソーシアム
一般財団法人残留農薬研究所
一般社団法人日本くん蒸技術協会

陳述書

試験名称： 臭化メチルの飼料用植物への使用に関する安全性の確保

当該試験は次に示す研究活動の不正行為への対応ガイドラインに準拠して実施された。

農林水産省所管の研究資金に係る研究活動の不正行為への対応ガイドライン（平成 18 年 12 月 15 日 農会第 1147 号農林水産技術会議事務局長，林野庁長官，水産庁長官通知）

本報告書は当該試験で使用した方法・手順が忠実に記述され，試験結果には当該試験における実施過程において得られた生データが正確に反映されている。当該試験は，試験の適正実施に関する基準（GLP）の適用対象外試験であるため，GLP 非準拠で実施した。

研究総括者

一般財団法人残留農薬研究所

試験事業部 企画担当部長

飯島 和昭

2024 年 3 月 14 日

試験委託者

名称： 農林水産省 消費・安全局
担当部署： 食品安全政策課 食品安全科学室
植物防疫課 防疫対策室
所在地： 東京都千代田区霞が関 1-2-1 (〒100-8950)

試験施設

名称： 一般財団法人残留農薬研究所
運営管理者： 原田 孝則 (コンソーシアム代表者)
担当部署： 化学部 残留第 1 研究室
所在地： 茨城県常総市内守谷町 4321 番地 (〒303-0043)

名称： 一般社団法人日本くん蒸技術協会
運営管理者： 坂野 雅敏
担当部署： 横浜研究室
所在地： 東京都台東区台東 1 丁目 26 番 6 号 (〒110-0016)

試験指針 (テストガイドライン) およびガイダンスの適用

農林水産省 (30 消安第 6278 号, 2019 年)

OECD Test No. 508 (2008 年)

ガイダンス：経済協力開発機構 (ENV/JM/MONO 17, 2007 年)

試験期間

試験開始日： 2023 年 3 月 30 日 (事業契約日)
第 1 回研究推進会議： 2023 年 6 月 2 日 (初年度計画検討)
第 2 回研究推進会議： 2024 年 1 月 31 日 (初年度成果報告)
履行期限： 2024 年 3 月 31 日

保管

当該試験の生データ、最終報告書および関連記録は、一般財団法人残留農薬研究所の資料保管施設で保管する。保管期間は、試験終了後 10 年間とする。ただし、当該関連事業を継続して実施している場合には、担当部署内の一時保管庫に保管する。

試験従事者

研究総括者： 飯島 和昭

研究実施責任者： 大村 克己

試験担当者

分析担当：若曾根 佳樹¹，矢島 智成¹，小林 修一¹，山口 優衣¹

(¹ 一般財団法人残留農薬研究所)

くん蒸担当：相馬 幸博²，高橋 正和²，町田 真生²

(² 一般社団法人日本くん蒸技術協会)

目次

	頁
表紙 -----	1
陳述書 -----	2
試験委託者 -----	3
試験施設 -----	3
試験指針およびガイダンスの適用 -----	3
試験期間 -----	3
保管 -----	3
試験従事者 -----	4
目次 -----	5
要約 -----	7
1. 目的 -----	14
2. 被験物質 -----	14
3. 分析対象物質 -----	14
4. 分析標準物質 -----	15
5. 供試作物 -----	15
6. 臭化メチルくん蒸試料の調製 -----	15
7. 試験方法 -----	16
8. 精度管理 -----	20
9. データ処理 -----	20
10. 結果および考察 -----	21
11. まとめ -----	24
12. 予見することができなかつた試験の信頼性に影響を及ぼす疑いのある事態および 試験計画書に従わなかつたこと -----	24
13. 参考資料 -----	24

[図] ----- 25

図 1. 分析法のフローシート

[表] ----- 26

表 1. 作物残留試験の概要

表 2. 検討対象農産品の情報

表 3. 試験日程の詳細

表 4. 試料重量表

表 5. 排気条件別の臭化メチル分析結果

表 6. 飼料加工における臭化メチル分析結果

表 7. 内部精度管理試料の分析結果

[付図] ----- 46

付図 1. 試料写真

付図 2. 検量線の一例

付図 3. クロマトグラムの一例

[付表] ----- 105

付表 1. GLP 適合確認書（農林水産省）

[別添]

別添 1. 試料調製報告書

要約

本年度調査では、くん蒸した飼料用植物を介した畜産物の安全性を確保するため、飼料用植物に臭化メチルが残留しにくい消毒方法の確立、および飼料の製造工程における臭化メチル残留量の減衰に関する科学的データを集積することを全体目的とした。

「安全性の高い消毒方法の確立に係る研究」(小課題-1)では、サイロくん蒸条件において、くん蒸後の排気時間とくん蒸試料中の臭化メチル残留濃度の関係を確認した。供試試料には、トウモロコシ(2産地)を用いて、くん蒸後の臭化メチルガスが管理許容濃度以下(≤ 1 ppm)まで低下できる排気時間および排気流量を確認した。その結果、臭化メチルは排気時間の経過とともに大幅に低減するが、18時間以降の排気では減衰が緩やかになる傾向が見られた。排気流量はサイロくん蒸設備における最大排気量を想定し0.8 L/minとした。これらの検討結果に基づき、排気条件は排気流量0.8 L/min、排気時間は18時間と設定した。

「飼料製造工程における残留量の減衰に係る研究(小課題-2)」では、全9品目の飼料作物について、代表的な飼料加工工程(粉碎、圧ペン、圧搾)における臭化メチルの残留量の低減効果の確認を目的として調査した。供試試料は、輸入量や消毒実績を踏まえて、トウモロコシ、コムギ、オオムギ、ライ麦、エン麦、マイロ、ダイズ、ゴマ、ナタネ(ライ麦およびエン麦は1産地、その他は各2産地)を選定した。各試料のくん蒸はサイロでのくん蒸を想定し、ガラス製くん蒸容器を用いて、収容比は 0.5 t/m^3 、くん蒸温度は 5°C 、臭化メチル投薬量は 49 g/m^3 (麦類)または 59 g/m^3 (麦類以外)の条件下で24時間実施した。また、トウモロコシでは倉庫でのくん蒸も想定し、収容比は 0.1 t/m^3 、くん蒸温度は 5°C 、臭化メチル投薬量は 28 g/m^3 での条件下においても24時間くん蒸した。トウモロコシ、オオムギ、コムギ、ライ麦、エン麦およびマイロのくん蒸試料の一部は、電動粉碎機で30秒間および60秒間粉碎してそれぞれ粉碎加工試料を作製した。マイロではくん蒸試料の一部を、オートクレーブで軟化处理した後、プレスサンドメーカーで加熱圧縮して圧ペン試料を作製した。ダイズ、ゴマおよびナタネではくん蒸試料の一部を、電動圧搾機で油分を搾り、分画した搾り粕を圧搾試料として作製した。各加工試料は、くん蒸終了後、速やかに加工処理し、加工前試料とともに、くん蒸終了当日に翌日到着指定の宅配便で分析場所に発送した。分析場所にて受領した試料は、その一部を速やかに分析した(くん蒸1日後)。分析残余試料は、保管施設(25°C 設定)で保管し、くん蒸2日~6日後にかけて、加工試料の臭化メチル濃度が定量限界未満となるまで数時点で分析した。なお、くん蒸1日後の加工試料ならびに加工前試料から得られた分析値より加工係数を算出した。

分析法は、試料を含水メタノールで抽出し、遠心分離して得られた上澄液を、HS-GC-ECDで定量する方法を用いた。分析対象物質の定量限界は 0.01 mg/kg であった。

飼料加工の影響調査における臭化メチルの分析結果を品目別に次表に示す。各残留濃度は、5連分析の平均値とした。加工前試料では、コムギの1例を除いて、全ての試料から臭化メチルは検出された。特に油糧種子類のゴマ及びナタネでは高濃度残留が確認された。

また、麦類ではエン麦で他の試料よりも高濃度で残留していた。粉碎加工後の臭化メチル残留量は大幅に低減し、オオムギ（富山県産）およびエン麦の各 1 例を除き、全てくん蒸 1 日後には定量限界未満となっていた。残留が確認された試料もその後、減衰してくん蒸 5 日後または 6 日後には定量限界未満となった。なお、エン麦においては加工前試料の残留量に対するくん蒸 1 日後の加工試料の残留濃度から算出した加工係数は、30 秒粉碎および 60 秒粉碎では、それぞれ 0.30 および 0.20 であり、粉碎時間の延長により残留濃度低減効果はより大きくなることが確認された。なお、令和 4 年度に実施したトウモロコシの手動粉碎機による粉碎加工での加工係数は 0.07 であり、本年度実施した機械式粉碎によるトウモロコシの加工係数は <0.03 であったことから、より激しく攪拌される機械式粉碎の方が臭化メチルの低減効果が大きいことが示唆された。圧ペンした試料（マイロのみ）では、全て定量限界未満となった。圧ペン工程は高熱（121℃、30 分）による軟化処理後、高温下で圧力をかけたため、臭化メチルが損失したと推察した。そのため、圧ペンでは十分な臭化メチルの低減が確認された。圧搾試料では、ダイズでは加工後に定量限界未満となったが、ゴマやナタネの油糧種子では、経時的に減衰し、くん蒸 5 日後に定量限界未満となった。圧搾工程も十分な臭化メチルの低減効果は確認できるが、臭化メチルが残留しやすいゴマやナタネでは加工前試料の残留濃度が高かったため、速やかに定量限界未満にならなかった。

本研究により、検疫くん蒸の実態に則してサイロまたは倉庫くん蒸した飼料中においても、臭化メチルの残留が認められたが、代表的な飼料加工工程である粉碎、圧ペンおよび圧搾後の飼料中の残留濃度が大きく低減することを確認した。くん蒸後の残留レベルが特異的に高いエン麦、ナタネおよびゴマについては、加工後の飼料中でも臭化メチルの残留が認められたが、これらの加工試料についても 5 日間の継続保管後には残留濃度が定量限界未満まで減衰することを確認した。また、本研究では、昨年度のダイズにおける調査結果（搾り粕中で臭化メチルが不検出）に基づき、機械的な搾油工程で得られた搾り粕を調査対象としたが、一般的には溶媒抽出法による搾油工程も行われており、搾油での加工工程による臭化メチルの低減効果はより高いことが期待される。従って、ナタネおよびゴマに関しては、溶媒抽出法での加工工程での調査が今後の課題となった。

飼料加工の影響調査における臭化メチル濃度の分析結果

試料	くん蒸条件 ^a	加工工程	くん蒸後 保管日数 (日)	臭化メチル 平均残留濃度 (mg/kg)	加工係数 ^b
トウモロコシ 小粒 インドネシア産	サイロくん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—
		加工前	1	0.48	—
		30秒粉碎	1	<0.01	<0.02
		60秒粉碎	1	<0.01	<0.02
	倉庫くん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—
		加工前	1	0.40	—
		30秒粉碎	1	<0.01	<0.03
		60秒粉碎	1	<0.01	<0.03
トウモロコシ 大粒 オーストラリア産	サイロくん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—
		加工前	1	0.51	—
		30秒粉碎	1	<0.01	<0.02
		60秒粉碎	1	<0.01	<0.02
	倉庫くん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—
		加工前	1	0.25	—
		30秒粉碎	1	<0.01	<0.04
		60秒粉碎	1	<0.01	<0.04

^a くん蒸条件：以下のくん蒸条件で実施

サイロくん蒸：くん蒸温度 5℃，くん蒸時間 24 時間，薬量 59 g/m³，収容比 0.5 t/m³，
排気流量 0.8 L/min，排気時間 18 時間

倉庫くん蒸：くん蒸温度 5℃，くん蒸時間 24 時間，薬量 28 g/m³，収容比 0.1 t/m³，
排気流量 0.8 L/min，排気時間 18 時間

^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度／加工前試料（原料）中の残留濃度

飼料加工の影響調査における臭化メチル濃度の分析結果 (続き)

試料	くん蒸条件 ^a	加工工程	くん蒸後 保管日数 (日)	臭化メチル 平均残留濃度 (mg/kg)	加工係数 ^b
オオムギ 二条大麦 栃木県産	サイロくん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—
		加工前	1	0.03	—
		30秒粉碎	1	<0.01	<0.33
		60秒粉碎	1	<0.01	<0.33
オオムギ 六条大麦 富山県産		未くん蒸	—	<0.01	—
		加工前	1 ^c	0.03	—
			6	<0.01	—
		30秒粉碎	1	0.01	0.33
6	<0.01		—		
60秒粉碎	1	<0.01	<0.33		
	コムギ ゆきちから 岩手県産	未くん蒸	—	<0.01	—
		加工前	1	0.10	—
		30秒粉碎	1	<0.01	<0.10
60秒粉碎		1 ^c	<0.01	<0.10	
コムギ シロガネコムギ 石川県産	サイロくん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—
		加工前	1	<0.01	—
		30秒粉碎	1	<0.01	<1.00
		60秒粉碎	1	<0.01	<1.00

^a くん蒸条件：以下のくん蒸条件で実施

サイロくん蒸：くん蒸温度 5°C，くん蒸時間 24 時間，薬量 49 g/m³，収容比 0.5 t/m³，
排気流量 0.8 L/min，排気時間 18 時間

^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度 / 加工前試料 (原料) 中の残留濃度

^c 分析操作の不備により n=4 で分析

飼料加工の影響調査における臭化メチル濃度の分析結果 (続き)

試料	くん蒸条件 ^a	加工工程	くん蒸後 保管日数 (日)	臭化メチル 平均残留濃度 (mg/kg)	加工係数 ^b		
ライ麦 品種不明 アメリカ産	サイロくん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—		
		加工前	1	0.17	—		
		30秒粉碎	1	<0.01	<0.06		
		60秒粉碎	1	<0.01	<0.06		
エン麦 品種不明 オーストラリア産	サイロくん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—		
		加工前	1	2.25	—		
			4	0.32	—		
			5	0.08	—		
		30秒粉碎	1	0.67	0.30		
			4	0.03	—		
			5	<0.01	—		
		60秒粉碎	1	0.44	0.20		
			4	0.02	—		
			5	<0.01	—		
		マイロ 赤マイロ オーストラリア産	サイロくん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—
				加工前	1	0.08	—
30秒粉碎	1			<0.01	<0.13		
60秒粉碎	1			<0.01	<0.13		
圧ペン	1			<0.01	<0.13		
マイロ 白マイロ インド産	サイロくん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—		
		加工前	1	0.43	—		
		30秒粉碎	1	<0.01	<0.02		
		60秒粉碎	1	<0.01	<0.02		
		圧ペン	1	<0.01	<0.02		

^a くん蒸条件：以下のくん蒸条件で実施

サイロくん蒸：くん蒸温度 5℃，くん蒸時間 24 時間，薬量 59 (マイロ)，
49g/m³(ライ麦，エン麦)，収容比 0.5 t/m³，排気流量 0.8 L/min，
排気時間 18 時間

^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度 / 加工前試料 (原料) 中の残留濃度

飼料加工の影響調査における臭化メチル濃度の分析結果 (続き)

試料	くん蒸条件 ^a	加工工程	くん蒸後 保管日数 (日)	臭化メチル 平均残留濃度 (mg/kg)	加工係数 ^b
ダイズ ミヤギシロメ 宮城県産	サイロくん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—
		加工前	1	0.05	1.000
		圧搾	1	<0.01	<0.20
ダイズ スズマル 北海道産	サイロくん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—
		加工前	1	0.36	1.000
		圧搾	1	<0.01	<0.03
ゴマ 白ごま アフリカ産	サイロくん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—
		加工前	1	4.55	1.000
			4 ^c	0.58	—
			5 ^c	0.36	—
		圧搾	1	0.02	0.004
			4	0.01	—
5 ^c	<0.01		—		
ゴマ 黒ごま ミャンマー産	サイロくん蒸	未くん蒸試料	—	<0.01	—
		加工前	1	6.16	1.000
			4 ^c	0.51	—
			5 ^c	0.28	—
		圧搾	1	0.02	0.003
			4 ^c	0.02	—
5 ^c	<0.01		—		

^a くん蒸条件：以下のくん蒸条件で実施

サイロくん蒸：くん蒸温度 5℃，くん蒸時間 24 時間，薬量 59 g/m³，収容比 0.5 t/m³，
排気流量 0.8 L/min，排気時間 18 時間

^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度／加工前試料（原料）中の残留濃度

^c 試料量の都合で n=2 で分析

飼料加工の影響調査における臭化メチル濃度の分析結果 (続き)

試料	くん蒸条件 ^a	加工工程	くん蒸後 保管日数 (日)	臭化メチル 平均残留濃度 (mg/kg)	加工係数 ^b		
ナタネ 品種不明 フランス産	サイロくん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—		
		加工前	1	3.74	1.000		
			2	2.18	—		
			5 ^c	0.16	—		
		圧搾	1	0.20	0.05		
			2	0.06	—		
			5 ^c	<0.01	—		
		ナタネ 品種不明 ポーランド産	サイロくん蒸	未くん蒸	—	<0.01	—
				加工前	1	3.08	1.000
2	1.05				—		
5 ^c	0.35				—		
圧搾	1			0.23	0.07		
	2			0.06	—		
	5 ^c			<0.01	—		

^a くん蒸条件：以下のくん蒸条件で実施

サイロくん蒸：くん蒸温度 5℃，くん蒸時間 24 時間，薬量 59 g/m³，収容比 0.5 t/m³，
排気流量 0.8 L/min，排気時間 18 時間

^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度／加工前試料（原料）中の残留濃度

^c 試料量の都合で n=2 で分析

1. 目的

くん蒸した飼料用植物を介した畜産物の安全性を確保するため、飼料用植物に臭化メチルが残留しにくい消毒方法の確立、および飼料の製造工程における臭化メチル残留量の減衰に係る科学的データを集積することを目的とする。小課題-1「安全性の高い消毒方法の確立に係る研究」では、臭化メチルの残留が生じにくい消毒方法（排気条件）の検索を目的とした。小課題-2「飼料製造工程における残留量の減衰に係る研究」では、代表的な飼料加工における臭化メチル残留量の低減効果の確認を目的とした。

2. 被験物質

剤型： 検疫用くん蒸剤
 有効成分： 臭化メチル（別名：ブロモメタン，ブロムメタン）
 ロット番号： 406093
 純度： 99.5%以上（使用時再分析 2022年10月3日，A-7 65.4g）
 供給元： 三光化学工業株式会社
 保管条件： 風通しの良い屋外ボンベ保管庫

3. 分析対象物質

分析対象物質とした臭化メチルおよび内部標準物質としたヨウ化メチルの物理的・化学的性質を以下に示す。

臭化メチル

化学名： methyl bromide (CAS 化学名, bromomethane)
 化学式： CH_3Br
 分子量： 94.94
 性状： 無色透明気体
 沸点： 4°C
 融点： -93.66°C
 蒸気圧： 1620 mmHg (25°C)
 比重： 1.730 (0°C, 4°C)
 溶解性： 水 17.5 g/kg (20°C), 各種有機溶媒に混和
 分配係数： log Pow 1.19

出典：安全データシート

ヨウ化メチル (内部標準物質)

化学名： methyl iodide (CAS 化学名, iodomethane)
 化学式： CH_3I

分子量： 141.95
性状： 無色液体
沸点： 42.5℃
融点： -66.5℃
蒸気圧： 405 mmHg (25℃)
蒸気密度： 4.9 (空気=1)
比重： 2.28 (20℃, 4℃)
溶解性： 水 14 g/L (20℃), 各種有機溶媒に可溶
分配係数： log Pow 1.5

出典：安全データシート

4. 分析標準物質

臭化メチル

被験物質と同じ

ヨウ化メチル (内部標準物質)

品名： ヨーカヒューム (農林水産省登録 第 22463 号, くり専用)
剤型： くん蒸剤
有効成分： ヨウ化メチル (別名：ヨードメタン)
ロット番号： 19X03
純度： 99.0%以上
供給元： 井筒屋化学産業株式会社 (熊本県)
保管条件： 室温

5. 供試作物

供試試料は、排気条件の影響調査 (小課題-1) では、代表的な輸入飼料であるトウモロコシ (2 産地) を選択した。飼料加工の影響調査 (小課題-2) では、輸入量および消毒実績の多い穀類、豆類、油糧種子類から 9 品目 (トウモロコシ, コムギ, オオムギ, ライ麦, エン麦, マイロ, ダイズ, ゴマ, ナタネ) を選択した。試料は各 2 産地, ライ麦およびエン麦のみ 1 産地とし、全てインターネットの通信販売で購入した。

6. 臭化メチルクん蒸試料の調製

くん蒸条件設定に関する検討, くん蒸条件ならびに飼料加工の詳細は別添の試料調製報告書に記載する。本項では排気条件の影響調査 (小課題-1) と飼料加工の影響調査 (小課題-2) での臭化メチルクん蒸の概要を記載する。

7. 試験方法

7.1 くん蒸条件

排気条件の影響調査 (小課題-1)

くん蒸容器：	ガラス製くん蒸ビン，約 5 L
収容比：	0.5 t/m ³ (サイロくん蒸を想定)
投薬量：	59 g/m ³
くん蒸温度：	5°C
くん蒸時間：	24時間
ガス濃度測定：	くん蒸15分後，1，4，24時間後
ガスの循環：	流量0.21 L/min
ガス循環時間：	2時間
ガスの排気流量：	0.8 L/min
ガス排気時間：	18，42時間排気
排気濃度の測定：	排気2，18，24時間後

飼料加工の影響調査 (小課題-2)

くん蒸容器：	ガラス製くん蒸ビン，約 5 L
収容比：	0.5 t/m ³ (サイロくん蒸を想定)， 0.1 t/m ³ (倉庫くん蒸を想定，トウモロコシのみ)
投薬量：	49 (麦類)，59 g/m ³ (麦類以外) (サイロくん蒸を想定)， 28 g/m ³ (倉庫くん蒸を想定)
くん蒸温度：	5°C
くん蒸時間：	24時間
ガス濃度測定：	くん蒸15分後，1，4，24時間後
ガスの循環：	流量 0.21 L/min
ガス循環時間：	2時間
ガスの排気流量：	0.8 L/min
ガス排気時間：	18時間排気
排気濃度の測定：	排気2，18時間後

7.2. くん蒸操作

くん蒸試料の調製は，一般社団法人日本くん蒸技術協会の横浜研究室で実施した。第 7.1 項に示した条件でくん蒸および排気をした後，くん蒸装置内の残存ガス濃度が管理基準濃度以下となったことを確認し，試料を取り出した。

くん蒸はガラス製くん蒸ビンにテフロンパイプを配置し，配管上にエアーポンプ，臭化メチル投薬用のガラス球管，流量計を接続し，くん蒸ビン内に試料を入れ，その上部に温

湿度計を配置して密閉した。投薬は、エアーポンプを稼働させてくん蒸ビン下方から空気を循環させ、配管上の投薬口から注射器で一定量の臭化メチルガスを注入した。ビン内は2時間ガスを循環して均一化し、エアーポンプを停止した。ビン内のガス濃度はガスクロマトグラフ (FID 検出器) で、温度および湿度は温湿度計で測定し記録した。くん蒸後は配管を排気用に切り替え、エアーポンプにより排気した。くん蒸ガス濃度とくん蒸時間の積である CT 値を $\text{g}\cdot\text{h}/\text{m}^3$ 単位で求めた。

使用機器

ガス循環および排気：	コンパクトエアーポンプNUP-1
投薬器：	50 mLガラス製注射器 (ガス体投薬)
投薬管：	ガラス製投薬口セプタム付き
流量計：	コンパクトフローメーターRK1710-1 (コフロック株式会社)
ガス濃度測定：	ガスクロマトグラフ (FID検出器, 株式会社島津製作所)
圧力確認：	水柱マノメータ (PW型, 株式会社岡野製作所)
粉碎器：	スイング式グラインダー (NEWTRY株式会社, 電動)
くん蒸中の温湿度測定器：	デジタル温湿度計AD-5644A (株式会社エー・アンド・デイ)
粉碎直後の温度測定器：	デジタル温度計AD-5612A (A&D)
滅菌器 (加湿)：	株式会社平山製作所 HV-50 II LB (軟化処理 121°C30分)
圧ペン器：	プレスサンドメーカー
圧搾器：	電動搾油機 TR-397EP (株式会社イリイ)

ガス濃度測定用のガスクロマトグラフの操作条件

ガスクロマトグラフ：	GC-2014 (株式会社島津製作所)
検出器：	FID
カラム (Packed Column)：	3.2 ϕ x2.1m, Silicone SE-30 10%, Chromosorb WAW, 80/100 メッシュ (ジーエルケイ株式会社)
温度：	注入口；110°C, カラム；85°C, 検出器；150°C
ガス流量：	キャリアー (N ₂); 40 mL/min, 水素；55 kPa, 空気；40 kPa
試料ガス注入量：	50 μL

7.3 試料加工

7.3.1 トウモロコシ, コムギ, オオムギ, マイロ, エン麦, ライ麦の粉碎

くん蒸した試料の 300~400 g を量り取り, NEWTRY 電動スイング式グラインダーでそれぞれ 30 秒間および 60 秒間粉碎した。粉碎後, 速やかに試料の温度を測定した。

7.3.2 マイロの圧ペン

くん蒸した試料の約 400 g を量り取り, 121°C に設定した高圧蒸気滅菌機 (HV-50IILB, 株式会社平山製作所, 埼玉県) で 30 分間軟化処理した後, 少量ずつプレスサンドメーカーにより圧ペンした。

7.3.3 ダイズ, ゴマ, ナタネの圧搾

くん蒸した試料の約 400 g を量り取り, 電動搾油機 (TR-397EP, 株式会社イリイ, 大阪府) で少量ずつ圧搾して, 圧搾粕を作製した。

7.4 試料送付

各試料の加工前のくん蒸試料約 400 g および加工試料は, それぞれ試料ごとに紙袋に入れ, 吸水シートで包み, カートンボックスに梱包し, 宅配便 (常温) で分析場所に送付した。

7.5. 残留分析

7.5.1. 試薬および機器

メタノール: 残留農薬試験用 (関東化学株式会社)
 水: PURELAB Flex System (ELGA LabWater) で精製した水
 ホモジナイザー: PT3100 (KINEMATICA AG)
 遠心分離機: 6000 (株式会社久保田製作所)
 ヘッドスペース注入口, 電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ (HS-GC-ECD): GC-ECD; 7890A (Agilent Technologies, Inc.),
 ヘッドスペース注入装置; 7697A Headspace Sampler (Agilent Technologies, Inc.)
 データ処理装置: ChemStation (Agilent Technologies, Inc.)

7.5.2. HS-GC-ECD の操作条件

ヘッドスペース注入装置

バイアルサイズ: 20 mL
 バイアル平衡化: 10 min (50°C)
 注入時間: 0.2 min
 サンプルループ: 1 mL (60°C)
 トランスファライン温度: 70°C

GC-ECD

検出器：	ECD
注入モード：	スプリット (スプリット比 5:1)
カラム：	InertCap AQUATIC-2 (ジーエルサイエンス株式会社), 内径 0.53 mm, 長さ 75 m, 膜厚 3.0 μ m
温度：	カラム ; 30°C (1 min 保持)–10°C/min–120°C, 検出器 ; 240°C
ガス流量：	キャリアー (He) ; 10 mL/min, メイクアップガス (N ₂) ; 20 mL/min
保持時間：	臭化メチル ; 4.1 min, ヨウ化メチル (内部標準物質) ; 5.7 min

7.5.3. 検量線の作成

臭化メチルの分析標準物質 1 mL (1.73 g) を, 100 mL 容メスフラスコに精秤し, メタノールで定容して 17300 mg/L の標準原液を調製した。標準原液を, メタノールで希釈して 346 mg/L の標準溶液を調製し, さらにメタノール/水 (8:2, v/v) 混液で希釈して 100 mg/L の標準溶液を調製した。ヨウ化メチルの分析標準物質 1 mL を 100 mL 容メスフラスコに精秤し, メタノールで定容して 10000 μ L/L の内部標準物質の標準原液を調製した。この標準原液を, メタノールで希釈して 100 μ L/L の内部標準物質溶液を調製し, さらにメタノール/水 (8:2, v/v) 混液で段階的に希釈して 0.005 μ L/L の内部標準物質溶液を調製した。100 mg/L の臭化メチル標準溶液を 0.005 μ L/L の内部標準物質溶液で希釈して, 臭化メチル濃度が 0.0015, 0.005, 0.025, 0.1, 0.5, 2.5 および 20 mg/L, 内部標準物質濃度が 0.005 μ L/L の検量線用標準溶液を調製した。これらの検量線用標準溶液を HS-GC-ECD に注入して, データ処理装置を用いて臭化メチルならびにヨウ化メチルの各ピーク面積を測定し, 横軸に濃度比, 縦軸にピーク面積比をとって検量線を作成した。

7.5.4. 分析操作および定量

試料 20.0 g を遠心管にはかりとり, メタノール/水 (8:2, v/v) 混液 40 mL および内部標準物質 (ヨウ化メチル 0.2 μ L/L) 溶液 1 mL を加え, 3 分間摩砕抽出した。抽出物を 5,000 $\times g$ で 15 分間遠心分離し, 上澄液 5 mL を HS 用バイアルに封入した。これらの操作は全て氷冷下で操作した。また, 抽出溶媒は予めドライアイスを入れて冷却して使用した。なお, 無処理区は 2 連, くん蒸試料 (加工前および加工後) の分析は 5 連でそれぞれ分析を実施した。

HS-GC-ECD を操作して, 試験液中の臭化メチルおよびヨウ化メチルの各ピーク面積を求め, それらのピーク面積比から試料中の臭化メチル残留濃度を算出した。

7.6. 定量限界および検出限界

定量限界 (LOQ) および検出限界 (LOD) は, それぞれ 0.01 mg/kg, 0.003 mg/kg と設定した。

7.7. 保存安定性

全ての分析試料は、直ちに分析に供したため、保存安定性の確認は実施しなかった。なお、分析場所におけるくん蒸試料の保管期間は、通常の作物残留試験における圃場での最終散布から収穫までの期間に相当する。

8. 精度管理

実試料の分析に際しては、分析を行う都度、無処理区試料ならびに 0.1 mg/kg 添加回収試料（内部精度管理試料）の併行分析を 1 点ずつ行った。また、実試料における分析値（5 連分析）の変動が次表の基準を満たしていることを確認した。基準を満たさない場合は、グラブズ検定により、外れ値を判定し、外れ値は棄却してデータを整理した。また、分析場所における外部精度管理状況を確認した。

分析値の採用基準

分析値 5 連の平均値	採用基準
定量限界値の 20 倍以上	10% \geq RSD
定量限界値の 20 倍未満	定量限界値の 2 倍 \geq 分析値の幅（最大値－最小値）

9. データ処理

各試料の測定値について平均値を算出した。5 連分析した試料は、相対標準偏差（RSD）を算出した。飼料加工の影響調査（小課題-2）において、くん蒸 1 日後試料については、次式に従い加工係数を算出した。

$$\text{加工係数} = \frac{\text{加工後試料中の残留濃度}}{\text{出発原料（くん蒸試料）中の残留濃度}}$$

10. 結果

くん蒸条件設定に関する検討，くん蒸条件ならびに飼料加工に関する結果および考察は別添の試料調製報告書に記載する。

10.1. 分析法

先行研究で構築したHS-GC-ECDを用いた臭化メチル分析法の分析フローを図1に示す。当該分析法については，供試試料であるコムギ，ダイズ，トウモロコシを含む各種農産品において分析法の妥当性を確認済である。なお，当該分析法の定量限界は0.01 mg/kgであり，検出限界は0.003 mg/kgである。

当該試験では分析法の妥当性確認は実施せず，実試料分析時に併行分析した内部精度管理試料の分析結果ならびに検量線の直線性から，分析上の問題は認められないことを確認した。

10.2. 試料の調製

排気条件の影響調査（小課題-1）では，トウモロコシ（2産地）を供試試料とし，くん蒸温度5℃，投薬量59 g/m³，収容比0.5 t/m³で24時間くん蒸して，くん蒸試料を調製した。くん蒸した試料の一部を，電動粉砕機で30秒間および60秒間粉砕してそれぞれ粉砕試料を作製した。各加工試料は，くん蒸終了後，速やかに加工処理し，加工前試料とともに，当日中に翌日到着指定の宅配便で分析場所に発送した。分析場所にて受領した試料は，その一部を速やかに分析した。分析試料の一部は，分析場所の保管庫（25℃設定）で保管した。

飼料加工の影響調査（小課題-2）では，トウモロコシ，コムギ，オオムギ，ライ麦，エン麦，マイロ，ダイズ，ゴマ，ナタネ（各2産地，ライ麦およびエン麦は1産地）の全9品目を供試試料とした。各試料は，サイロくん蒸を想定し，収容比0.5 t/m³，くん蒸温度5℃，投薬量49（麦類）または59 g/m³（麦類以外）で24時間くん蒸した。さらに，トウモロコシのみ倉庫くん蒸を想定した収容比0.1 t/m³，くん蒸温度5℃，投薬量28 g/m³で24時間くん蒸も行い，くん蒸試料を調製した。トウモロコシ（倉庫条件でくん蒸した試料を含む），オオムギ，コムギ，ライ麦，エン麦，マイロのくん蒸試料の一部は，電動粉砕機で30秒および60秒間粉砕してそれぞれ粉砕試料を作製した。マイロではくん蒸試料の一部を，オートクレーブで軟化処理後，プレスサンドメーカーで加熱圧縮して圧ペン試料を作製した。ダイズ，ゴマ，ナタネではくん蒸試料の一部を，電動圧搾機で油分と分画した搾り粕を作製し，圧搾試料とした。各加工試料は，くん蒸した後，速やかに加工処理し，加工前試料とともに，くん蒸終了当日中に翌日到着指定の宅配便で分析場所に発送した。分析場所で受領した試料は，その一部を速やかに分析した（くん蒸1日後）。分析試料の残余は，分析場所の保管庫（25℃設定）で保管し，くん蒸1日後の加工試料で臭化メチルが検出された場合は，くん蒸2日～6日後時点で再分析した。

くん蒸条件を含む当該作物残留試験の概要を表 1 に、小課題-1 および小課題-2 で用いた供試試料の情報を表 2，加工試験における試験日程の詳細を表 3 に示す。また，供試試料の重量を表 4 に示す。くん蒸中の温湿度とガスの濃度測定結果，保管中の温湿度記録ならびに CT 値の算出結果を，くん蒸日順に取りまとめて別添の添付資料 1（試験 3）に示す。一般社団法人日本くん蒸技術協会でのくん蒸作業の写真記録を，くん蒸日順に別添の添付資料 4 に示す。くん蒸および保管は，試験計画書ならびに消毒基準に従い適切に実施された。

10.3. 排気条件の影響調査（小課題-1）

排気条件別の臭化メチル残留濃度結果を表 5 に示す。各分析値は，同一試料を 5 回分析した値の平均とした。18 時間排気条件では，インドネシア産およびオーストラリア産試料は加工前試料で 0.48 mg/kg，0.35 mg/kg，30 秒粉碎および 60 秒粉碎試料は全て定量限界未満となった。42 時間排気条件では，インドネシア産およびオーストラリア産試料は加工前試料で 0.36 mg/kg，0.29 mg/kg，30 秒粉碎および 60 秒粉碎試料は全て定量限界未満となった。18 時間排気および 42 時間排気ではくん蒸 1 日後の粉碎試料は全て定量限界未満となった。この調査結果から，小課題-2 のくん蒸条件はくん蒸後の飼料中の臭化メチル残留濃度が高い排気流量 0.8 L/min，排気 18 時間に設定した。

10.4. 飼料加工の影響調査（小課題-2）

トウモロコシ，コムギ，オオムギ，ライ麦，エン麦，マイロ，ゴマ，ナタネ，ダイズでの飼料加工工程での臭化メチル濃度の分析結果を表 6 に示す。

10.4.1. 粉碎加工

トウモロコシ（サイロくん蒸）では，インドネシア産およびオーストラリア産におけるくん蒸 1 日後の加工前試料が 0.48，0.51 mg/kg，粉碎試料は全て定量限界未満だった。トウモロコシ（サイロくん蒸）の粉碎試料の加工係数は<0.02 であった。トウモロコシ（倉庫くん蒸）では，インドネシア産およびオーストラリア産におけるくん蒸 1 日後の加工前試料が 0.40，0.25 mg/kg，粉碎試料は全て定量限界未満だった。トウモロコシ（倉庫くん蒸）の粉碎試料の加工係数は<0.03 であった。オオムギでは，栃木県産および富山県産におけるくん蒸 1 日後の加工前試料が 2 例とも 0.03 mg/kg だった。栃木県産の粉碎試料は全て定量限界未満だったが，富山県産の 30 秒粉碎試料のみ定量限界相当の残留が認められ，その後，減衰してくん蒸 6 日後には定量限界未満となった。オオムギの粉碎試料の加工係数は ≤ 0.33 であった。コムギでは，くん蒸 1 日後の加工前試料は岩手県産のみ 0.10 mg/kg と検出されたが，その他の試料は粉碎試料含めて全て定量限界未満だった。コムギの粉碎試料の加工係数は<0.55 であった。ライ麦ではくん蒸 1 日後の加工前試料が 0.17 mg/kg，粉碎試料は全て定量限界未満だった。ライ麦の粉碎試料の加工係数は<0.06 であった。エ

ン麦では、くん蒸 1 日後の加工前試料が 2.25 mg/kg, 30 秒粉碎および 60 秒粉碎試料は 0.67, 0.44 mg/kg で、その後減衰して、くん蒸 5 日後には定量限界未満となった。エン麦の 30 秒粉碎および 60 秒粉碎試料における加工係数はそれぞれ 0.30, 0.20 であった。マイロでは、オーストラリア産およびインド産におけるくん蒸 1 日後の加工前試料が 0.08, 0.43 mg/kg, マイロの粉碎試料は全て定量限界未満だった。マイロの粉碎試料の加工係数は<0.07 であった。

くん蒸 1 日後に粉碎試料中で臭化メチルが検出されたのは、オオムギとエン麦の 2 品目でそれ以外は全て定量限界未満であった。オオムギでは富山県産の 30 秒粉碎試料のみ臭化メチルが検出され、定量限界相当の値であったことから、オオムギの比重 (比重: 25.4) が軽く十分に粉碎できなかったことが原因と推察された。エン麦ではオオムギ、コムギ、ライ麦と比較して加工前試料の残留濃度が 2.25 mg/kg と高いことが要因と考えられるが、高く残留した理由は不明である。

10.4.2. 圧ペン加工

マイロでは、オーストラリア産およびインド産におけるくん蒸 1 日後の加工前試料中の残留臭化メチル濃度は 0.08 および 0.43 mg/kg であったが、それらの圧ペン加工後の濃度は、いずれも定量限界未満となった。マイロの圧ペン試料の加工係数は<0.07 であった。

圧ペン工程では高熱 (121℃, 30 分) による軟化処理後、高温下で圧力をかける。そのため、臭化メチルが揮発しやすい加工工程であり、残留しなかったと考えられる。

10.4.3. 圧搾加工

ダイズでは、宮城県産および北海道産におけるくん蒸 1 日後の加工前試料が 0.05, 0.36 mg/kg, 圧搾試料は全て定量限界未満だった。ダイズの圧搾試料の加工係数は 0.11 であった。ナタネでは、フランス産およびポーランド産におけるくん蒸 1 日後の加工前試料が 3.74, 3.08 mg/kg, 圧搾試料は 0.20, 0.23 mg/kg だった。圧搾試料は、その後、減衰してくん蒸 5 日後には定量限界未満となった。ナタネの圧搾試料の加工係数は 0.06 であった。ゴマでは、アフリカ産およびミャンマー産におけるくん蒸 1 日後の加工前試料が 4.55, 6.16 mg/kg, 圧搾試料はいずれも 0.02 mg/kg であった。圧搾試料は、その後、減衰してくん蒸 5 日後には定量限界未満となった。ゴマの圧搾試料の加工係数は 0.01 であった。

圧搾した試料では、ゴマおよびナタネから臭化メチルが検出された。ゴマおよびナタネは加工前試料の残留濃度が高く、残留しやすい状態であったと思われる。

11. まとめ

小課題-1 の排気条件の影響調査により、収容比が高く、くん蒸温度が低い場合に、排気時間が長くなることを確認した。また、排気流量を上げるまたは排気時間を長くすることで、臭化メチルの残存ガス濃度を低減できることを確認した。実際のくん蒸現場では経済

的理由から収容比が高い条件でくん蒸作業が行われていること、また、くん蒸設備の都合上、過度な排気流量を増大させるのは困難であること、季節的要因からくん蒸温度条件を変更する余地がなく、季節的要因である温度条件については変更の余地はないことから、改めて臭化メチルクん蒸における現行作業管理基準（ ≤ 1 ppm）の遵守の重要性が示唆された。

小課題-2の飼料加工の影響調査における研究成果により、検疫くん蒸の実態に則したサイロでのくん蒸飼料中においても、臭化メチルの残留が認められたが、代表的な飼料加工工程である粉碎、圧ペンおよび圧搾後の飼料中の残留量は大きく低減することを確認した。くん蒸後の残留レベルが特異的に高いエン麦、ナタネおよびゴマについては、加工後の飼料中でも臭化メチルの残留が認められたが、これらの加工試料についても5日間の継続保管後には残留濃度が定量限界未満に減衰することを確認した。

本研究では、昨年度のダイズにおける調査結果（搾り粕中で臭化メチルが不検出）に基づき、機械的な搾油工程で得られた搾り粕を調査対象としたが、溶媒抽出法による搾油工程の方が一般的であり、且つ、加工工程による残留量の低減効果も高いことが期待される。従って、ナタネおよびゴマに関しては、溶媒抽出法での加工工程での調査が課題である。また、エン麦における特異的に高い臭化メチルの収着要因調査も課題である。

12. 予見することができなかった試験の信頼性に影響を及ぼす疑いのある事態および試験計画書に従わなかったこと

試験期間中に予見することができなかった試験の信頼性に影響を及ぼす疑いのある事態および試験計画書に従わなかったことは認められなかった。

13. 参考資料

- 1) 令和3年度 安全な農畜水産物安定供給のための包括的レギュラトリーサイエンス研究推進委託事業 短期課題解決型研究「臭化メチルの代替の消毒方法の確立および安全性の確保（臭化メチルの安全性の向上に係る研究）」課題番号（e-Rad システム課題 ID）：20330843, 年間事業報告書（残留農薬研究所, 試験番号：IET 21-1016)
- 2) 令和4年度 安全な農畜水産物安定供給のための包括的レギュラトリーサイエンス研究推進委託事業 短期課題解決型研究「臭化メチルの代替の消毒方法の確立および安全性の確保（臭化メチルの安全性の向上に係る研究）」課題番号（e-Rad システム課題 ID）：22682198, 年間事業報告書（残留農薬研究所, 試験番号：IET 22-1017)

試料

- ↓ 20.0 g を遠心管に採取
- ↓ +メタノール／水 (8:2, v/v) 混液 40 mL
- ↓ +内部標準物質溶液 (ヨウ化メチル 0.2 μL/L) 1 mL
- ↓ 3 分間磨砕抽出
- ↓ 遠心分離 (5000×g, -5°C, 15 分間)
- ↓ 上澄み 5 mL をヘッドスペース用バイアルに封入

定量 (HS-GC-ECD)

※ 全て氷浴中で操作し、抽出溶媒は-30°C以下に予冷して使用

図 1. 分析法のフローシート

臭化メチルの迅速分析法 (HS-GC-ECD 法)

表 1. 作物残留試験の概要

試験施設名	一般財団法人残留農薬研究所 化学部
試験責任者	飯島 和昭
被験物質名	臭化メチル
剤型	くん蒸剤
有効成分の化学名, 含有率	methyl bromide, 99.0%
分析対象物質	有効成分：同上
供試農作物加工工程	トウモロコシ (粉砕), コムギ (粉砕), オオムギ (粉砕), ライ麦 (粉砕), エン麦 (粉砕), マイロ (粉砕および圧ペン), ダイズ (圧搾), ナタネ (圧搾), ゴマ (圧搾)
分析法の要旨	試料を含水メタノールで抽出し, 遠心分離した後, その上澄液の一部を HS-GC-ECD で定量した。 定量限界 ; 各 0.01 mg/kg 併行分析試料の回収率 : 74~116%
試験委託者	農林水産省 消費・安全局 植物防疫課
使用目的	検疫消毒
被験物質の使用条件 ; 使用量および使用方法	サイロくん蒸条件 : 収容比 0.5 t/m ³ , くん蒸時間 24 時間, くん蒸温度 5°C, 投薬量 49 (麦類), 59 g/m ³ (麦類以外), 倉庫くん蒸条件 (トウモロコシ) : 収容比 0.1 t/m ³ , くん蒸時間 24 時間, くん蒸温度 5°C, 投薬量 28 g/m ³ 残存ガス排気 : 排気流量 0.8 L/min, 排気時間 18 時間
くん蒸施設名	一般社団法人日本くん蒸技術協会
分析施設名	一般財団法人残留農薬研究所

表 2. 検討対象農産品の情報

表 2-1. 安全性の高い消毒方法の確立

農産品	産地	品種等
トウモロコシ	インドネシア	品種不明 (小粒)
	オーストラリア	品種不明 (大粒)

表 2-2. 飼料製造工程における残留量の減衰に係る研究

農産品	産地	品種等
トウモロコシ	インドネシア	品種不明 (小粒)
	オーストラリア	品種不明 (大粒)
コムギ	岩手県	ゆきちから
	石川県	シロガネコムギ
オオムギ	栃木県	二条大麦
	富山県	六条大麦
ライ麦	アメリカ	品種不明
エン麦	オーストラリア	品種不明
マイロ	オーストラリア	赤マイロ
	インド	白マイロ
ダイズ	宮城県	ミヤギシロメ (大粒)
	北海道	スズマル (小粒)
ナタネ	フランス	品種不明
	ポーランド	品種不明
ゴマ	アフリカ	白ごま
	ミャンマー	黒ごま

表 3. 試験日程の詳細

表 3-1. トウモロコシ (サイロくん蒸)

産地 (品 種)	試料名	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
インドネシア (小粒)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/7
	加工前	7/6	1	1	7/7	7/7
	30秒粉碎	7/6	1	1	7/7	7/7
	60秒粉碎	7/6	1	1	7/7	7/7
オーストラリア (大粒)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/7
	加工前	7/6	1	1	7/7	7/7
	30秒粉碎	7/6	1	1	7/7	7/7
	60秒粉碎	7/6	1	1	7/7	7/7

表 3-2. トウモロコシ (倉庫くん蒸)

産地 (品 種)	試料名	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
インドネシア (小粒)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/7
	加工前	9/28	1	1	9/29	9/29
	30秒粉碎	9/28	1	1	9/29	9/29
	60秒粉碎	9/28	1	1	9/29	9/29
オーストラリア (大粒)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/7
	加工前	9/21	1	1	9/22	9/22
	30秒粉碎	9/21	1	1	9/22	9/22
	60秒粉碎	9/21	1	1	9/22	9/22

表 3. 試験日程の詳細 (続き)

表 3-3. オオムギ

産地 (品 種)	試料名	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
栃木県 (二条大麦)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/13
	加工前	7/12	1	1	7/13	7/13
	30 秒粉碎	7/12	1	1	7/13	7/13
	60 秒粉碎	7/12	1	1	7/13	7/13
富山県 (六条大麦)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/13
	加工前	7/12	1	1	7/13	7/13
	30 秒粉碎	7/12	1	1	7/13	7/13
	60 秒粉碎	7/12	1	1	7/13	7/13

表 3-4. コムギ

産地 (品 種)	試料名	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
岩手県 (ゆきちから)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/14
	加工前	7/13	1	1	7/14	7/14
	30 秒粉碎	7/13	1	1	7/14	7/14
	60 秒粉碎	7/13	1	1	7/14	7/14
石川県 (シロガネ コムギ)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/14
	加工前	7/13	1	1	7/14	7/14
	30 秒粉碎	7/13	1	1	7/14	7/14
	60 秒粉碎	7/13	1	1	7/14	7/14

表 3. 試験日程の詳細 (続き)

表 3-5. ライ麦

産地 (品 種)	試料名	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
アメリカ	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/21
(不明)	加工前	7/20	1	1	7/21	7/21
	30秒粉碎	7/20	1	1	7/21	7/21
	60秒粉碎	7/20	1	1	7/21	7/21

表 3-6. エン麦

産地 (品 種)	試料名	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
オーストラリア	未くん蒸	2023/7/10	0	—	2023/7/11	2023/7/21
(不明)	加工前	7/20	1	1	7/21	7/21
	30秒粉碎	7/20	1	1	7/21	7/21
	60秒粉碎	7/20	1	1	7/21	7/21

表 3-7. マイロ

産地 (品 種)	試料名	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
オーストラリア	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/27
(赤マイロ)	加工前	7/26	1	1	7/27	7/27
	30秒粉碎	7/26	1	1	7/27	7/27
	60秒粉碎	7/26	1	1	7/27	7/27
	圧ペン	7/26	1	1	7/27	7/27
インド	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/27
(白マイロ)	加工前	7/27	1	1	7/28	7/28
	30秒粉碎	7/27	1	1	7/28	7/28
	60秒粉碎	7/27	1	1	7/28	7/28
	圧ペン	7/27	1	1	7/28	7/28

表 3. 試験日程の詳細 (続き)

表 3-8. ゴマ

産地 (品 種)	試料名	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
アフリカ (白ゴマ)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/21
	加工前	8/3	1	1	8/4	8/4
	圧搾	8/3	1	1	8/4	8/4
ミャンマー (黒ゴマ)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/21
	加工前	8/3	1	1	8/4	8/4
	圧搾	8/3	1	1	8/4	8/4

表 3-9. ナタネ

産地 (品 種)	試料名	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
フランス (不明)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/21
	加工前	8/2	1	1	8/3	8/3
	圧搾	8/2	1	1	8/3	8/3
ポーランド (黒ゴマ)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/21
	加工前	8/2	1	1	8/3	8/3
	圧搾	8/2	1	1	8/3	8/3

表 3-10. ダイズ

産地 (品 種)	試料名	処理・発送 年 月 日	処理 回数	経過 日数	試料受領 年 月 日	試料分析 年 月 日
宮城県 (ミヤギシロメ)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/9/22
	加工前	9/21	1	1	9/22	9/22
	圧搾	9/21	1	1	9/22	9/22
北海道 (スズマル)	未くん蒸	2023/6/7	0	—	2023/6/8	2023/7/21
	加工前	9/28	1	1	9/29	9/29
	圧搾	9/28	1	1	9/29	9/29

表 4. 試料重量表

農産品 産地	加工 処理	処理 回数	千粒重 ^b (g/1000 粒)	送付量 (g)
トウモロコシ (サイロくん蒸)				
インドネシア	未くん蒸 ^a	—	218	501
	加工前	1	—	434
	30 秒粉碎	1	—	434
	60 秒粉碎	1	—	433
オーストラリア	未くん蒸 ^a	—	262	503
	加工前	1	—	432
	30 秒粉碎	1	—	435
	60 秒粉碎	1	—	431
トウモロコシ (倉庫くん蒸)				
インドネシア	未くん蒸 ^a	—	218	501
	加工前	1	—	231
	30 秒粉碎	1	—	428
	60 秒粉碎	1	—	328
オーストラリア	未くん蒸 ^a	—	262	503
	加工前	1	—	234
	30 秒粉碎	1	—	434
	60 秒粉碎	1	—	331

^a 未くん蒸試料はサイロくん蒸および倉庫くん蒸ともに同一試料を使用

^b 無作為に採った 20 粒の重量から算出

表 4. 試料重量表 (続き)

農産品 産地	加工 処理	処理 回数	千粒重 ^a (g/1000 粒)	送付量 (g)
オオムギ 栃木県	未くん蒸	—	48.4	507
	加工前	1	—	434
	30 秒粉碎	1	—	435
	60 秒粉碎	1	—	435
富山県	未くん蒸	—	25.4	503
	加工前	1	—	433
	30 秒粉碎	1	—	435
	60 秒粉碎	1	—	434
コムギ 岩手県	未くん蒸	—	34.1	503
	加工前	1	—	434
	30 秒粉碎	1	—	436
	60 秒粉碎	1	—	435
石川県	未くん蒸	—	37.4	505
	加工前	1	—	434
	30 秒粉碎	1	—	433
	60 秒粉碎	1	—	434
ライ麦 アメリカ	未くん蒸	—	29.5	503
	加工前	1	—	431
	30 秒粉碎	1	—	434
	60 秒粉碎	1	—	433

^a 無作為に採った 20 粒の重量から算出

表 4. 試料重量表 (続き)

農産品 産地	加工 処理	処理 回数	千粒重 ^a (g/1000 粒)	送付量 ^a (g)
エン麦 オーストラリア	未くん蒸	—	39.2	504
	加工前	1	—	433
	30 秒粉碎	1	—	431
	60 秒粉碎	1	—	435
マイロ オーストラリア	未くん蒸	—	26.8	503
	加工前	1	—	433
	30 秒粉碎	1	—	433
	60 秒粉碎	1	—	434
	圧ペン	1	—	236
インド	未くん蒸	—	21.7	503
	加工前	1	—	432
	30 秒粉碎	1	—	435
	60 秒粉碎	1	—	435
	圧ペン	1	—	240
ダイズ 宮城県	未くん蒸	—	427	500
	加工前	1	—	439
	圧搾	1	—	361
北海道	未くん蒸	—	122	500
	加工前	1	—	433
	圧搾	1	—	380

^a 無作為に採った 20 粒の重量から算出

表 4. 試料重量表 (続き)

農産品 産地	加工 処理	処理 回数	千粒重 ^a (g/1000 粒)	送付量 ^a (g)
アフリカ	未くん蒸	—	2.5	505
	加工前	1	—	438
	圧搾	1	—	231
ミャンマー	未くん蒸	—	2.9	504
	加工前	1	—	440
	圧搾	1	—	247
ナタネ フランス	未くん蒸	—	4.1	502
	加工前	1	—	436
	圧搾	1	—	300
ポーランド	未くん蒸	—	4.7	500
	加工前	1	—	437
	圧搾	1	—	327

^a 無作為に採った 20 粒の重量から算出

表 5. 排気条件別の臭化メチル分析結果

試料	経過 日数	分析値 (mg/kg) ^a							SD	RSD	加工 係数 ^b
		①	②	③	④	⑤	平均値				
<u>排気流量 0.8 L/min × 18 時間排気</u>											
インドネシア											
加工前	1	0.56,	0.49,	0.48,	0.47,	0.42	0.48	0.050	10	—	
30 秒粉碎	1	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01	<0.01	—	—	<0.03	
60 秒粉碎	1	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01	<0.01	—	—	<0.03	
オーストラリア											
加工前	1	0.66,	0.54,	0.52,	0.50,	0.35	0.51	0.111	22	—	
30 秒粉碎	1	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01	<0.01	—	—	<0.02	
60 秒粉碎	1	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01	<0.01	—	—	<0.02	
<u>排気流量 0.8 L/min × 42 時間排気</u>											
インドネシア											
加工前	1	0.45,	0.36,	0.35,	0.34,	0.32	0.36	0.050	14	—	
30 秒粉碎	1	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01	<0.01	—	—	<0.03	
60 秒粉碎	1	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01	<0.01	—	—	<0.03	
オーストラリア											
加工前	1	0.46,	0.45,	0.40,	0.34,	0.29	0.39	0.073	19	—	
30 秒粉碎	1	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01	<0.01	—	—	<0.03	
60 秒粉碎	1	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01	<0.01	—	—	<0.03	

備考：1 日後試料は受領後、直ちに分析、それ以降は常温保管 (25℃設定)

^a SD：標準偏差 (mg/kg)，RSD：相対標準偏差 (%)^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度 / 加工前試料 (原料) 中の残留濃度

表 6. 飼料加工における臭化メチルの分析結果

表 6-1. トウモロコシ (サイロくん蒸および倉庫くん蒸)

試料	経過 日数	分析値 (mg/kg) ^a							加工 係数 ^b	
		①	②	③	④	⑤	平均値	SD		RSD
インドネシア (サイロくん蒸)										
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
加工前	1	0.56,	0.49,	0.48,	0.47,	0.42	0.48	0.050	10	—
30 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.02
60 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.02
オーストラリア (サイロくん蒸)										
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
加工前	1	0.66,	0.54,	0.52,	0.50,	0.35	0.51	0.111	22	—
30 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.02
60 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.02
インドネシア (倉庫くん蒸)										
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
加工前	1	0.42,	0.41,	0.40,	0.40,	0.39	0.40	0.011	3	—
30 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.03
60 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.03
オーストラリア (倉庫くん蒸)										
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
加工前	1	0.30,	0.26,	0.24,	0.23,	0.22	0.25	0.032	13	—
30 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.04
60 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.04

備考：1 日後試料は受領後，直ちに分析，それ以降は常温保管 (25℃設定)

^a SD：標準偏差 (mg/kg)，RSD：相対標準偏差 (%)^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度/加工前試料 (原料) 中の残留濃度

表 6. 飼料加工における臭化メチルの分析結果 (続き)

表 6-2. オオムギ

試料	経過 日数	分析値 (mg/kg) ^a							加工 係数 ^b	
		①	②	③	④	⑤	平均値	SD		RSD
栃木県										
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
加工前	1	0.03,	0.03,	0.03,	0.02,	0.02	0.03	0.050	18	—
30 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.33
60 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.33
富山県										
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
加工前	1	0.03,	0.03,	0.03,	0.03,	na	0.03	0.000	0	—
	6	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
30 秒粉碎	1	0.01,	0.01,	0.01,	0.01,	0.01	0.01	0.000	0	0.33
	6	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
60 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.33

備考：1 日後試料は受領後，直ちに分析，それ以降は常温保管 (25℃設定)

^a SD：標準偏差 (mg/kg)，RSD：相対標準偏差 (%)^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度／加工前試料 (原料) 中の残留濃度

表 6. 飼料加工における臭化メチルの分析結果 (続き)

表 6-3. コムギ

試料	経過 日数	分析値 (mg/kg) ^a							加工 係数 ^b	
		①	②	③	④	⑤	平均値	SD		RSD
岩手県										
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
加工前	1	0.14,	0.11,	0.11,	0.08,	0.07	0.10	0.02	28	—
30 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.10
60 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.10
石川県										
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
加工前	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
30 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<1.00
60 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<1.00

備考：1 日後試料は受領後，直ちに分析，それ以降は常温保管 (25℃設定)

^a SD：標準偏差 (mg/kg)，RSD：相対標準偏差 (%)^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度／加工前試料 (原料) 中の残留濃度

表 6-4. ライ麦

試料	経過 日数	分析値 (mg/kg) ^a							加工 係数 ^b	
		①	②	③	④	⑤	平均値	SD		RSD
アメリカ										
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
加工前	1	0.21,	0.16,	0.16,	0.15,	0.15	0.17	0.02	15	—
30 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.06
60 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.06

備考：1 日後試料は受領後，直ちに分析，それ以降は常温保管 (25℃設定)

^a SD：標準偏差 (mg/kg)，RSD：相対標準偏差 (%)^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度／加工前試料 (原料) 中の残留濃度

表 6. 飼料加工における臭化メチルの分析結果 (続き)

表 6-5. エン麦

試料	経過 日数	分析値 (mg/kg) ^a							SD	RSD	加工 係数 ^b
		①	②	③	④	⑤	平均値				
オーストラリア											
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—	
加工前	1	3.03,	3.00,	2.63,	1.51,	1.09	2.25	0.896	40	—	
	4	0.36,	0.33,	0.33,	0.32,	0.28	0.32	0.029	9	—	
	5	0.09,	0.09,	0.08,	0.07,	0.05	0.08	0.010	21	—	
30 秒粉碎	1	0.70,	0.69,	0.66,	0.65,	0.63	0.67	0.029	4	0.30	
	4	0.04,	0.04,	0.02,	0.02,	0.01	0.03	0.013	45	—	
	5	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01	<0.01	—	—	—	
60 秒粉碎	1	0.48,	0.46,	0.44,	0.43,	0.37	0.44	0.042	9	0.20	
	4	0.03,	0.02,	0.02,	0.02,	0.01	0.02	0.007	35	—	
	5	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01,	<0.01	<0.01	—	—	—	

備考：1 日後試料は受領後，直ちに分析，それ以降は常温保管 (25℃設定)

^a SD：標準偏差 (mg/kg)，RSD：相対標準偏差 (%)^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度／加工前試料 (原料) 中の残留濃度

表 6. 飼料加工における臭化メチルの分析結果 (続き)

表 6-6. マイロ加工試料の分析結果

試料	経過 日数	分析値 (mg/kg) ^a							加工 係数 ^b	
		①	②	③	④	⑤	平均値	SD		RSD
オーストラリア										
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
加工前	1	0.09,	0.09,	0.09,	0.07,	0.05	0.08	0.018	22	—
30 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.13
60 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.13
圧ペン	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.13
インド										
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
加工前	1	0.49,	0.44,	0.42,	0.40,	0.40	0.43	0.037	9	—
30 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.02
60 秒粉碎	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.02
圧ペン	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.02

備考：1 日後試料は受領後，直ちに分析，それ以降は常温保管 (25℃設定)

^a SD：標準偏差 (mg/kg)，RSD：相対標準偏差 (%)^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度／加工前試料 (原料) 中の残留濃度

表 6. 飼料加工における臭化メチルの分析結果 (続き)

表 6-7. ダイズ加工試料の分析結果

試料	経過 日数	分析値 (mg/kg) ^a							加工 係数 ^b	
		①	②	③	④	⑤	平均値	SD		RSD
宮城県										
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
加工前	1	0.10,	0.06,	0.03,	0.02,	0.02	0.05	0.034	69	—
圧搾	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.20
北海道										
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—
加工前	1	0.46,	0.41,	0.37,	0.31,	0.23	0.36	0.089	25	—
圧搾	1	<0.01, <0.01, <0.01, <0.01, <0.01					<0.01	—	—	<0.03

備考：1 日後試料は受領後，直ちに分析，それ以降は常温保管 (25℃設定)

^a SD：標準偏差 (mg/kg)，RSD：相対標準偏差 (%)^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度／加工前試料 (原料) 中の残留濃度

表 6. 臭化メチルの分析結果 (続き)

表 6-8. ナタネ加工試料の分析結果

試料	経過 日数	分析値 (mg/kg) ^a							SD	RSD	加工 係数 ^b
		①	②	③	④	⑤	平均値				
フランス											
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—	
加工前	1	3.98,	3.82,	3.78,	3.64,	3.47	3.74	0.193	5	—	
	2	2.36,	2.22,	2.17,	2.13,	2.04	2.18	0.118	5	—	
	5	0.19,	0.14						0.16	0.05	—
圧搾	1	0.25,	0.24,	0.23,	0.18,	0.11	0.20	0.058	29	0.05	
	2	0.07,	0.07,	0.06,	0.06,	0.04	0.06	0.012	20	—	
	5	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—	
ポーランド											
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—	
加工前	1	3.62,	3.48,	3.46,	2.47,	2.38	3.08	0.604	20	—	
	2	1.46,	1.10,	0.99,	0.96,	0.75	1.05	0.261	25	—	
	5	0.36,	0.34						0.35	0.02	6
圧搾	1	0.27,	0.27,	0.25,	0.18,	0.16	0.23	0.052	23	0.08	
	2	0.10,	0.08,	0.05,	0.03,	0.02	0.06	0.034	56	—	
	5	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—	

備考：1 日後試料は受領後、直ちに分析、それ以降は常温保管 (25℃設定)

^a SD：標準偏差 (mg/kg), RSD：相対標準偏差 (%)^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度/加工前試料 (原料) 中の残留濃度

表 6. 臭化メチルの分析結果 (続き)

表 6-9. ゴマ加工試料の分析結果

試料	経過 日数	分析値 (mg/kg) ^a							SD	RSD	加工 係数 ^b
		①	②	③	④	⑤	平均値				
アフリカ											
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—	
加工前	1 ^c	4.75,	4.64,	4.42,	4.38	4.55	0.177	4	—		
	4	0.58,	0.58				0.58	0.00	0	—	
	5	0.37,	0.36				0.36	0.01	3	—	
圧搾	1	0.03,	0.02,	0.02,	0.02,	0.01	0.02	0.007	35	0.01	
	4	0.07,	0.07,	0.06,	0.06,	0.04	0.06	0.000	20	—	
	5	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—	
ミャンマー											
未くん蒸	—	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—	
加工前	1	6.28,	6.27,	6.24,	6.10,	5.91	6.16	0.157	3	—	
	4	0.52,	0.49,				0.51	0.03	6	—	
	5	0.31,	0.26				0.28	0.05	17	—	
圧搾	1	0.02,	0.02,	0.02,	0.02,	0.02	0.02	0.000	0	0.01	
	4	0.02,	0.01,				0.02	0.01	—	—	
	5	<0.01, <0.01					<0.01	—	—	—	

備考：1 日後試料は受領後、直ちに分析、それ以降は常温保管 (25℃設定)

^a SD：標準偏差 (mg/kg), RSD：相対標準偏差 (%)^b 加工係数= 加工後試料中の残留濃度/加工前試料 (原料) 中の残留濃度^c 外れ値 (2.85 mg/kg) を棄却して算出

表 7. 内部精度管理試料の分析結果

分析日 ^a	回収率	無添加試料 分析値	使用した無添加試料
2023/7/7	82%	<0.01 mg/kg	トウモロコシ (インドネシア)
7/13	81%	<0.01 mg/kg	オオムギ (栃木県)
7/19	83%	<0.01 mg/kg	オオムギ (富山県)
7/14	85%	<0.01 mg/kg	コムギ (岩手県)
7/21	85%	<0.01 mg/kg	ライ麦 (アメリカ)
7/24	88%	<0.01 mg/kg	エン麦 (オーストラリア)
7/25	80%	<0.01 mg/kg	エン麦 (オーストラリア)
7/27	75%	<0.01 mg/kg	マイロ (オーストラリア)
7/28	74%	<0.01 mg/kg	マイロ (インド)
8/3	93%	<0.01 mg/kg	ナタネ (フランス)
8/7	90%	<0.01 mg/kg	ナタネ (ポーランド)
8/7	90%	<0.01 mg/kg	ゴマ (アフリカ)
8/7	87%	<0.01 mg/kg	ゴマ (ミャンマー)
8/8	85%	<0.01 mg/kg	ゴマ (アフリカ)
9/22	81%	<0.01 mg/kg	トウモロコシ (オーストラリア)
9/29	116%	<0.01 mg/kg	ダイズ (北海道)

添加濃度 : 0.1 mg/kg ^a 抽出日を記載

付図 1. 試料写真

付図 1-1. トウモロコシ (小粒, インドネシア産)

1) 加工前試料



2) 30 秒間粉碎加工試料



付図 1-1. トウモロコシ (小粒, インドネシア産) (続き)

3) 60 秒間粉碎加工試料



付図 1-2. トウモロコシ (大粒, オーストラリア産)

1) 加工前試料



2) 30 秒間粉碎加工試料



付図 1-2. トウモロコシ (大粒, オーストラリア産) (続き)

3) 60 秒間粉砕加工試料



付図 1-3. コムギ (ゆきちから, 岩手県産)

1) 加工前試料

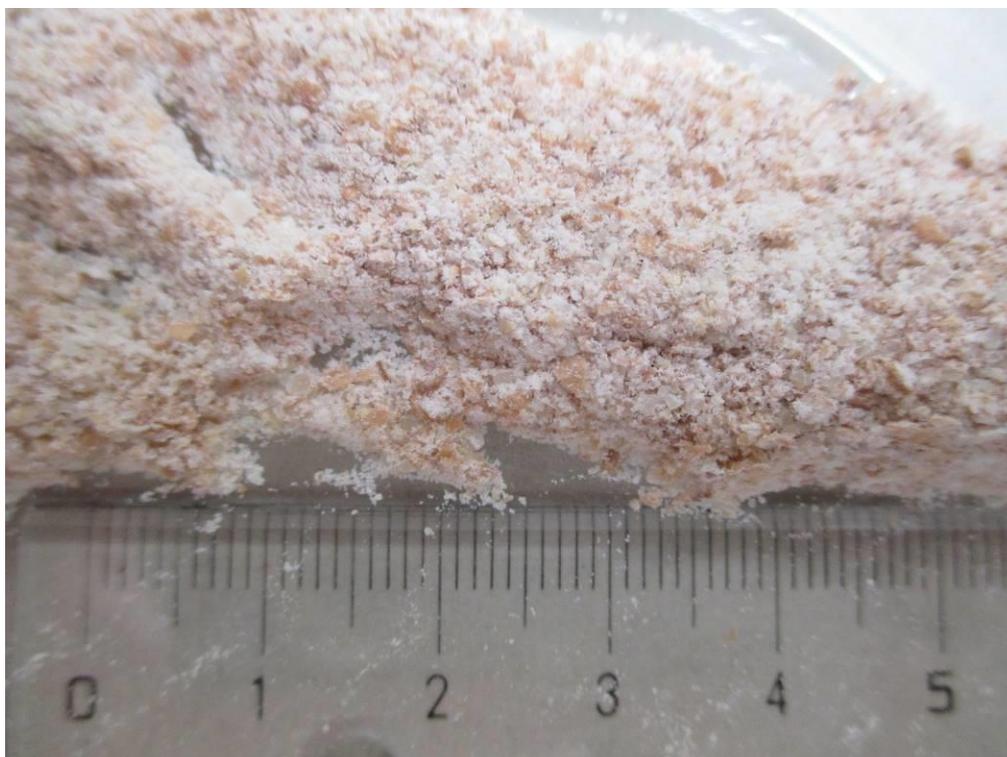


2) 30 秒間粉碎加工試料



付図 1-3. コムギ (ゆきちから, 岩手県産) (続き)

3) 60 秒間粉碎加工試料



付図 1-4. コムギ (シロガネコムギ, 石川県産)

1) 加工前試料



2) 30 秒間粉碎加工試料



付図 1-4. コムギ (シロガネコムギ, 石川県産) (続き)

3) 60 秒間粉碎加工試料



付図 1-5. オオムギ (二条大麦, 栃木県産)

1) 加工前試料



2) 30 秒間粉碎加工試料



付図 1-5. オオムギ (二条大麦, 栃木県産) (続き)

3) 60 秒間粉碎加工試料

