

表Ⅱ-7 各調査地点におけるフェニトロチオンの気中濃度

単位：μg/m³

調査時期			散布区域内 A			北側ライン①			
						50m		100m	
			高さ 0.2m	高さ 1.5m	樹冠高 8.0m	高さ 0.2m	高さ 1.5m	高さ 0.2m	高さ 1.5m
11/7	散布前日	14時	-	nd ²	-	-	-	-	-
11/8	散布当日	散布中	-	0.278	-	nd ²	nd ²	nd ²	nd ²
		散布直後1	0.394	0.209	0.530	nd ²	nd ²	nd ²	nd ²
		散布直後2	0.327	-	1.12	-	-	-	-
		4時間後	0.161	0.086	0.314	nd ³	nd ³	nd ³	nd ⁴
		6時間後	0.187	0.102	0.424	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴
11/9	散布1日後	4時	-	0.025	-	-	-	-	nd ⁴
		14時	0.027	0.015	0.068	-	-	-	nd ⁴
11/10	散布2日後	14時	0.022	0.012	0.037	-	-	-	nd ⁴
11/11	散布3日後	14時	0.026	0.016	0.020	-	-	-	nd ⁴
11/12	散布4日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/13	散布5日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ³	-	-	-	nd ⁴
11/14	散布6日後	14時	0.010	nd ⁴	nd ³	-	-	-	nd ⁴
11/15	散布7日後	14時	nd ³	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/18	散布10日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/22	散布14日後	14時	nd ²	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/29	散布21日後	14時	nd ³	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
12/8	散布30日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴

nd¹:<0.01, nd²:<0.02, nd³:<0.008, nd⁴:<0.009

調査時期			東側ライン②				東側ライン②'	
			50m		100m		50m	
			高さ 0.2m	高さ 1.5m	高さ 0.2m	高さ 1.5m	高さ 0.2m	高さ 1.5m
11/7	散布前日	14時	-	-	-	-	-	-
11/8	散布当日	散布中	0.03	0.02	nd ²	nd ²	0.12	-
		散布直後1	nd ²	nd ²	nd ²	nd ²	nd ²	0.02
		散布直後2	-	-	-	-	-	-
		4時間後	nd ⁴	nd ⁴	nd ³	nd ⁴	0.013	nd ⁴
		6時間後	0.014	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	0.017	nd ⁴
11/9	散布1日後	4時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
		14時	nd ³	nd ³	nd ³	nd ⁴	-	nd ⁴
11/10	散布2日後	14時	nd ¹	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	nd ⁴
11/11	散布3日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
11/12	散布4日後	14時	-	-	-	0.108	-	nd ⁴
11/13	散布5日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
11/14	散布6日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ³	nd ⁴	-	nd ⁴
11/15	散布7日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
11/18	散布10日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
11/22	散布14日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
11/29	散布21日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
12/8	散布30日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴

nd¹:<0.01, nd²:<0.02, nd³:<0.008, nd⁴:<0.009

表 II-7 各調査地点におけるフェニトロチオンの気中濃度 (続き)

単位: $\mu\text{g}/\text{m}^3$

調査時期			南側ライン③				西側ライン④			
			50m		100m		50m		100m	
			高さ 0.2m	高さ 1.5m	高さ 0.2m	高さ 1.5m	高さ 0.2m	高さ 1.5m	高さ 0.2m	高さ 1.5m
11/7	散布前日	14時	-	-	-	-	-	nd ⁴	-	-
11/8	散布当日	散布中	0.10	0.10	0.03	0.02	nd ²	nd ²	nd ²	nd ²
		散布直後1	nd ²	nd ²	nd ²	nd ²	nd ²	nd ²	nd ²	nd ²
		散布直後2	-	-	-	-	-	-	-	-
		4時間後	0.015	0.015	nd ³	nd ⁴	nd ³	nd ³	nd ³	nd ⁴
		6時間後	nd ⁴	nd ⁴	nd ³	nd ⁴	nd ³	nd ³	nd ⁴	nd ⁴
11/9	散布1日後	4時	-	-	-	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
		14時	-	-	-	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/10	散布2日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/11	散布3日後	14時	nd ³	nd ²	0.015	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/12	散布4日後	14時	nd ³	nd ¹	nd ³	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/13	散布5日後	14時	nd ³	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/14	散布6日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/15	散布7日後	14時	-	-	-	nd ⁴	nd ³	nd ⁴	nd ³	nd ⁴
11/18	散布10日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/22	散布14日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/29	散布21日後	14時	nd ³	nd ³	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
12/8	散布30日後	14時	-	-	-	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴

nd¹: <0.01, nd²: <0.02, nd³: <0.008, nd⁴: <0.009

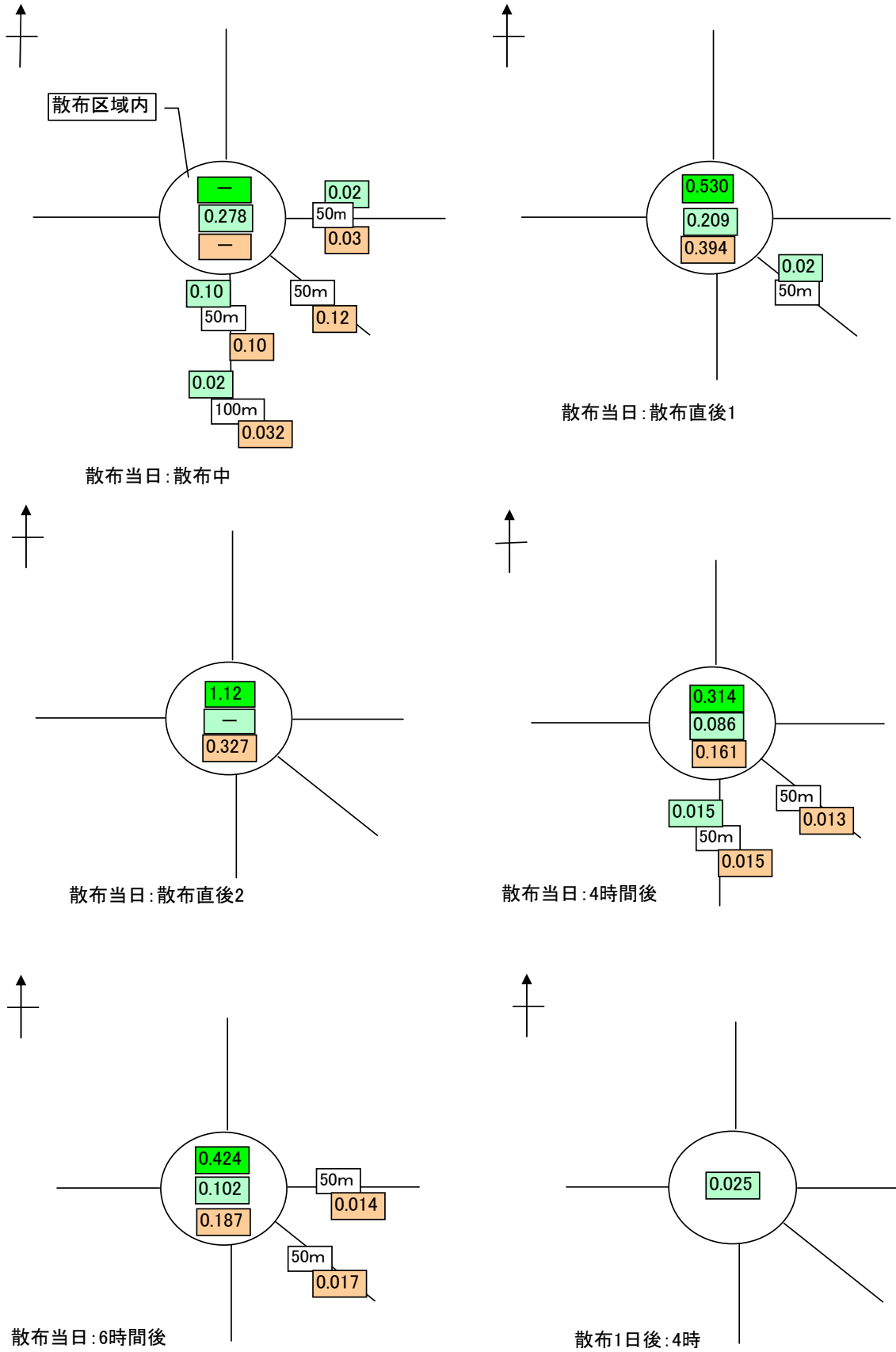


図 II-5 調査期間中の各調査地点におけるフェニトロチオンの空中濃度検出状況①

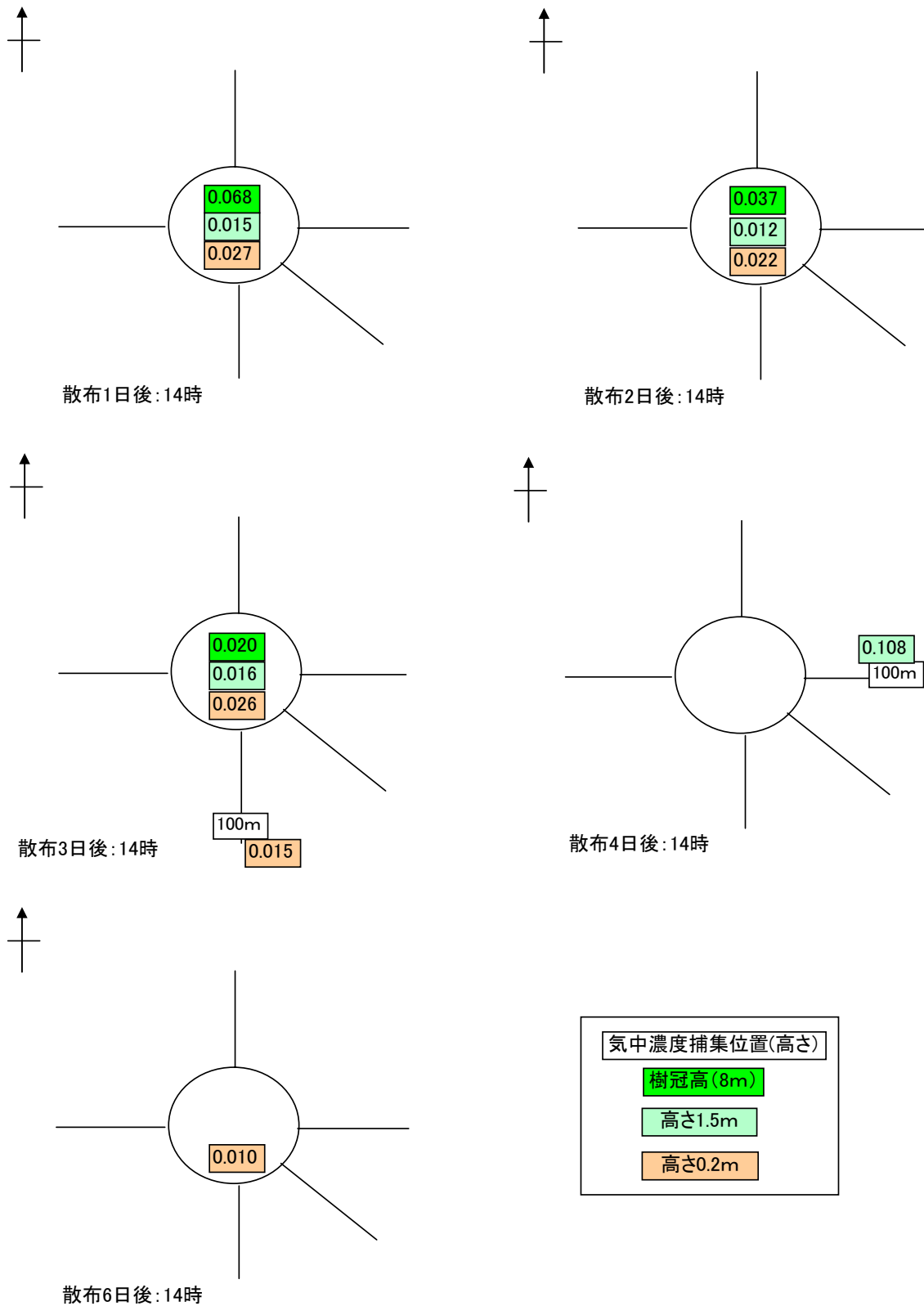


図 II-5 調査期間中の各調査地点におけるフェニトロチオンの気中濃度検出状況②

表Ⅱ-8 各調査地点におけるフェニトロチオンオキソン体の気中濃度

単位：μg/m³

調査時期			散布区域内 A			北側ライン①			
						50m		100m	
			高さ 0.2m	高さ 1.5m	樹冠高 8.0m	高さ 0.2m	高さ 1.5m	高さ 0.2m	高さ 1.5m
11/7	散布前日	14時	-	nd ⁵	-	-	-	-	-
11/8	散布当日	散布中	-	nd ⁸	nd ²	nd ⁸	nd ⁸	nd ⁷	nd ⁸
		散布直後1	nd ¹	nd ⁸	nd ⁷	nd ⁷	nd ⁷	nd ⁷	nd ⁸
		散布直後2	nd ⁴	-	-	-	-	-	-
		4時間後	nd ³	nd ⁴	nd ⁴	nd ³	nd ³	nd ³	nd ⁴
		6時間後	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴
11/9	散布1日後	4時	-	nd ⁴	-	-	-	-	nd ⁴
		14時	nd ³	nd ⁴	nd ³	-	-	-	nd ⁴
11/10	散布2日後	14時	nd ³	nd ⁴	nd ³	-	-	-	nd ⁴
11/11	散布3日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/12	散布4日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/13	散布5日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ³	-	-	-	nd ⁴
11/14	散布6日後	14時	nd ³	nd ⁴	nd ³	-	-	-	nd ⁴
11/15	散布7日後	14時	nd ³	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/18	散布10日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/22	散布14日後	14時	nd ⁷	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
11/29	散布21日後	14時	nd ³	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴
12/8	散布30日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴

nd¹:<0.1, nd²:<0.2, nd³:<0.04, nd⁴:<0.05, nd⁵:<0.06, nd⁶:<0.07, nd⁷:<0.08, nd⁸:<0.09

調査時期			東側ライン②				東側ライン②'	
			50m		100m		50m	
			高さ 0.2m	高さ 1.5m	高さ 0.2m	高さ 1.5m	高さ 0.2m	高さ 1.5m
11/7	散布前日	14時	-	-	-	-	-	-
11/8	散布当日	散布中	nd ⁸	nd ⁸	nd ⁸	nd ⁸	nd ⁸	-
		散布直後1	nd ⁸	nd ⁸	nd ⁸	nd ⁸	nd ⁷	nd ⁸
		散布直後2	-	-	-	-	-	-
		4時間後	nd ⁴	nd ⁴	nd ³	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴
		6時間後	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴
11/9	散布1日後	4時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
		14時	nd ³	nd ³	nd ³	nd ⁴	-	nd ⁴
11/10	散布2日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	nd ⁴
11/11	散布3日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
11/12	散布4日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
11/13	散布5日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
11/14	散布6日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ³	nd ⁴	-	nd ⁴
11/15	散布7日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
11/18	散布10日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
11/22	散布14日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
11/29	散布21日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴
12/8	散布30日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	nd ⁴

nd¹:<0.1, nd²:<0.2, nd³:<0.04, nd⁴:<0.05, nd⁵:<0.06, nd⁶:<0.07, nd⁷:<0.08, nd⁸:<0.09

表 II-8 各調査地点におけるフェニトロチオンオキソン体の気中濃度 (続き)

単位: $\mu\text{g}/\text{m}^3$

調査時期			南側ライン③				西側ライン④				
			50m		100m		50m		100m		
			高さ 0.2m	高さ 1.5m	高さ 0.2m	高さ 1.5m	高さ 0.2m	高さ 1.5m	高さ 0.2m	高さ 1.5m	
11/7	散布前日	14時	-	-	-	-	-	-	-	nd ⁴	
11/8	散布当日	散布中	nd ⁷	nd ⁷	nd ⁶	nd ⁷	nd ⁸	nd ⁸	nd ⁸		
		散布直後1	nd ¹	nd ¹	nd ⁶	nd ⁶	nd ⁸	nd ⁸	nd ⁸	nd ⁸	
		散布直後2	-	-	-	-	-	-	-	-	-
		4時間後	nd ³	nd ³	nd ³	nd ⁴	nd ³	nd ³	nd ³	nd ³	nd ⁴
		6時間後	nd ⁴	nd ⁴	nd ³	nd ⁴	nd ³	nd ³	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴
11/9	散布1日後	4時	-	-	-	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴	
		14時	-	-	-	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴	
11/10	散布2日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴	
11/11	散布3日後	14時	nd ³	nd ⁸	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴	
11/12	散布4日後	14時	nd ³	nd ⁴	nd ³	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴	
11/13	散布5日後	14時	nd ³	nd ⁴	nd ³	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴	
11/14	散布6日後	14時	-	-	-	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴	
11/15	散布7日後	14時	-	-	-	nd ⁴	nd ³	nd ⁴	nd ³	nd ⁴	
11/18	散布10日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴	
11/22	散布14日後	14時	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴	
11/29	散布21日後	14時	nd ³	nd ³	nd ⁴	nd ⁴	-	-	-	nd ⁴	
12/8	散布30日後	14時	-	-	-	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	nd ⁴	

nd¹: <0. 1, nd²: <0. 2, nd³: <0. 04, nd⁴: <0. 05, nd⁵: <0. 06, nd⁶: <0. 07, nd⁷: <0. 08, nd⁸: <0. 09

表 II-9 散布区域内におけるトリクロロホンの気中濃度

単位： $\mu\text{g}/\text{m}^3$

調査時期			散布区域内		
			A		
			高さ 0.2m	高さ 1.5m	樹冠高 8.0m
11/7	散布前日	14時	-	nd ¹	-
11/8	散布当日	散布直後1	-	nd ²	-
		散布直後2	-	nd ²	-
		4時間後	-	nd ¹	-
		6時間後	-	nd ¹	-
11/9	散布1日後	4時	-	nd ¹	-
		14時	-	nd ¹	-
11/10	散布2日後	14時	-	nd ¹	-
11/11	散布3日後	14時	-	nd ¹	-
11/12	散布4日後	14時	-	nd ¹	-
11/13	散布5日後	14時	-	nd ¹	-
11/14	散布6日後	14時	-	nd ¹	-
11/15	散布7日後	14時	-	nd ¹	-
11/18	散布10日後	14時	-	nd ¹	-
11/22	散布14日後	14時	-	nd ¹	-
11/29	散布21日後	14時	-	nd ¹	-
12/8	散布30日後	14時	-	nd ¹	-

nd¹:<0.3, nd²:<0.5

表 II-10 散布区域内におけるジクロロボスの気中濃度

単位： $\mu\text{g}/\text{m}^3$

調査時期			散布区域内		
			A		
			高さ 0.2m	高さ 1.5m	樹冠高 8.0m
11/7	散布前日	14時	-	nd ²	-
11/8	散布当日	散布直後1	-	nd ³	-
		散布直後2	-	nd ³	-
		4時間後	-	nd ¹	-
		6時間後	-	nd ¹	-
11/9	散布1日後	4時	-	nd ¹	-
		14時	-	nd ¹	-
11/10	散布2日後	14時	-	nd ¹	-
11/11	散布3日後	14時	-	nd ¹	-
11/12	散布4日後	14時	-	nd ¹	-
11/13	散布5日後	14時	-	nd ¹	-
11/14	散布6日後	14時	-	nd ¹	-
11/15	散布7日後	14時	-	nd ¹	-
11/18	散布10日後	14時	-	nd ¹	-
11/22	散布14日後	14時	-	nd ¹	-
11/29	散布21日後	14時	-	nd ¹	-
12/8	散布30日後	14時	-	nd ¹	-

nd¹:<0.05, nd²:<0.06, nd³:<0.09

表Ⅱ-11 各調査地点における飛散調査の実施時刻

調査時期		散布区域内		
		A-1	A-2	A-3
11/8 散布当日	散布中	9:15～10:05	9:19～10:08	9:29～10:10
	散布直後	10:05～10:43	10:08～10:45	10:10～10:50
	4時間後	13:30～14:00	13:30～14:00	13:30～14:00
	6時間後	15:30～16:00	15:30～16:00	15:30～16:00

調査時期		北側ライン①(北北西)		
		25m	50m	100m
11/8 散布当日	散布中	9:15～9:45	9:15～9:45	9:15～9:45
	散布直後	9:50～10:20	9:50～10:20	9:50～10:20
	4時間後	13:30～14:00	13:30～14:00	13:30～14:00
	6時間後	15:30～16:00	15:30～16:00	15:30～16:00

調査時期		東側ライン②(東北東)			
		10m	25m	50m	100m
11/8 散布当日	散布中	9:30～10:11	9:30～10:10	9:30～10:09	9:30～10:00
	散布直後	—	10:10～10:41	10:09～10:40	10:00～10:30
	4時間後	—	13:30～14:01	13:29～14:00	13:28～13:59
	6時間後	—	15:32～16:02	15:31～16:01	15:30～16:00

調査時期		東側ライン②'(南東)		
		10m	25m	50m
11/8 散布当日	散布中	9:15～9:45	9:15～9:50	9:15～9:54
	散布直後	—	9:55～10:30	9:55～10:30
	4時間後	—	13:30～14:00	13:30～14:00
	6時間後	—	15:30～16:00	15:30～16:00

調査時期		南側ライン③(南南東)			
		10m	25m	50m	100m
11/8 散布当日	散布中	9:17～9:50	9:17～9:50	9:17～9:55	9:20～9:55
	散布直後	—	10:00～10:30	10:05～10:35	10:05～10:35
	4時間後	—	13:30～14:00	13:30～14:00	13:30～14:00
	6時間後	—	15:30～16:00	15:30～16:00	15:30～16:00

調査時期		西側ライン④(西南西)			
		10m	25m	50m	100m
11/8 散布当日	散布中	9:15～9:45	9:15～9:45	9:15～9:45	9:15～9:30
	散布直後	—	9:51～10:21	9:48～10:18	9:50～10:20
	4時間後	—	13:30～14:00	13:30～14:00	13:30～14:00
	6時間後	—	15:30～16:00	15:30～16:00	15:30～16:00

表Ⅱ-12 各調査地点におけるフェニトロチオンの落下量

単位：mg/m²

調査時期		散布区域内A				北側ライン①			
		A-1	A-2	A-3	平均	25m	50m	100m	
11/7 (散布当日)	散布中	0.589	0.0033	0.0055	0.199	nd	nd	nd	
	散布直後	0.0009	0.0012	0.0008	0.001	nd	nd	nd	
	4時間後	0.0004	0.0005	0.0004	0.0004	nd	nd	nd	
	6時間後	0.0005	0.0003	0.0005	0.0004	nd	nd	nd	
nd:<0.0001									
調査時期		東側ライン②				東側ライン②'			
		10m	25m	50m	100m	10m	25m	50m	
11/7 (散布当日)	散布中	0.0042	0.0013	0.0006	0.0003	0.0920	0.0080	0.0008	
	散布直後	-	0.0002	nd	nd	-	0.0002	0.0001	
	4時間後	-	0.0001	nd	nd	-	0.0001	nd	
	6時間後	-	0.0002	nd	nd	-	nd	nd	
nd:<0.0001									
調査時期		南側ライン③				西側ライン④			
		10m	25m	50m	100m	10m	25m	50m	100m
11/7 (散布当日)	散布中	0.599*	0.0009	0.0006	0.0002	0.0003	nd	nd	nd
	散布直後	-	0.0002	0.0001	nd	-	0.0001	nd	nd
	4時間後	-	0.0003	0.0001	nd	-	nd	nd	nd
	6時間後	-	0.0001	nd	nd	-	0.0003	0.0001	nd

nd:<0.0001

(注)*：南側ライン10mは散布状況から散布エリア内となったため

表Ⅱ-13 各調査地点におけるフェニトロチオンオキソン体の落下量

単位：mg/m²

調査時期		散布区域内A			北側ライン①				
		A-1	A-2	A-3	25m	50m	100m		
11/7 (散布当日)	散布中	0.0022	nd	nd	nd	nd	nd		
	散布直後	nd	nd	nd	nd	nd	nd		
	4時間後	nd	nd	nd	nd	nd	nd		
	6時間後	nd	nd	nd	nd	nd	nd		
nd:<0.0004									
調査時期		東側ライン②				東側ライン②'			
		10m	25m	50m	100m	10m	25m	50m	
11/7 (散布当日)	散布中	nd	nd	nd	nd	0.0007	nd	nd	
	散布直後	-	nd	nd	nd	-	nd	nd	
	4時間後	-	nd	nd	nd	-	nd	nd	
	6時間後	-	nd	nd	nd	-	nd	nd	
nd:<0.0004									
調査時期		南側ライン③				西側ライン④			
		10m	25m	50m	100m	10m	25m	50m	100m
11/7 (散布当日)	散布中	0.0011	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
	散布直後	-	nd	nd	nd	-	nd	nd	nd
	4時間後	-	nd	nd	nd	-	nd	nd	nd
	6時間後	-	nd	nd	nd	-	nd	nd	nd

nd:<0.0004

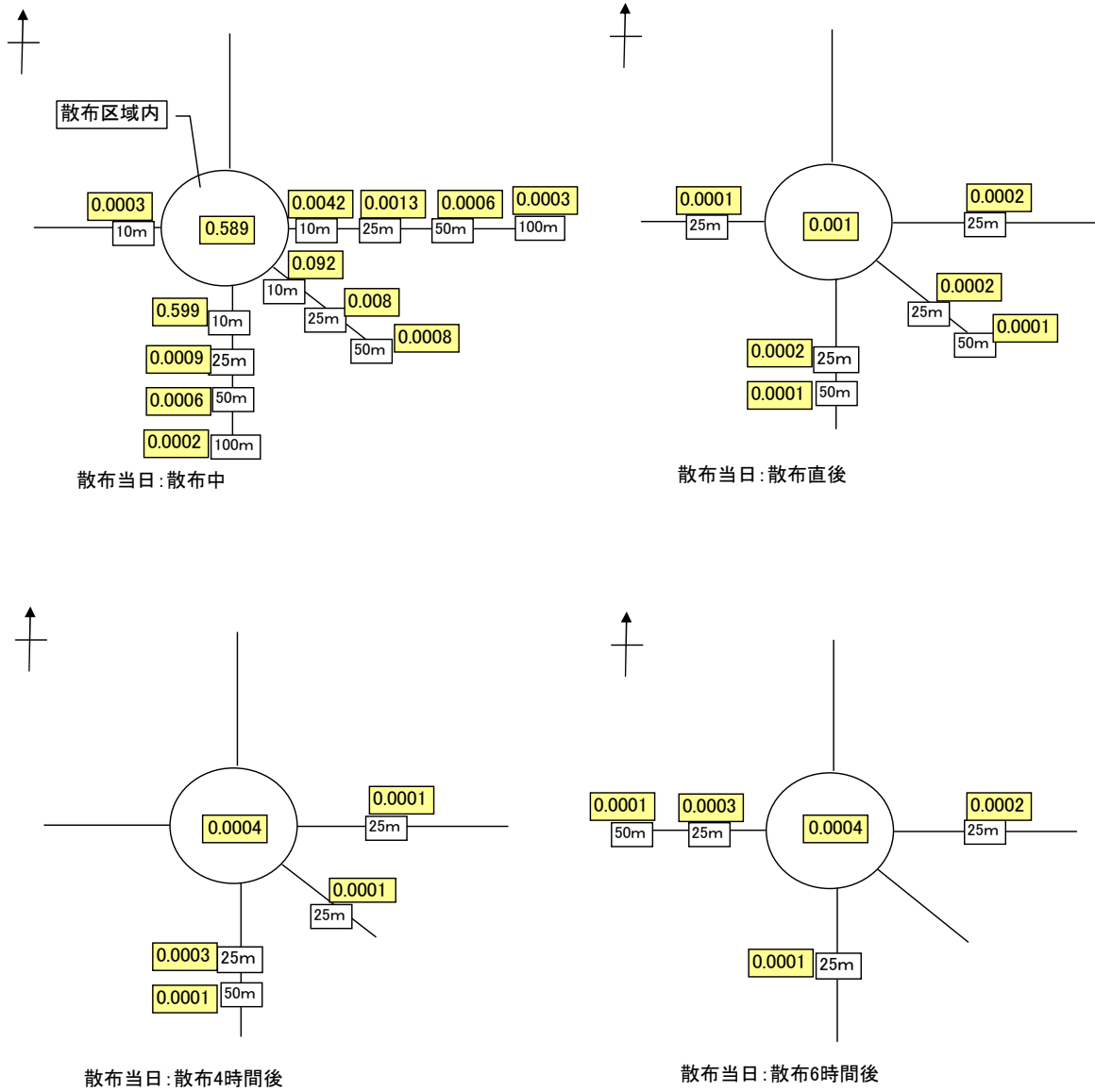


図 II-6 各調査地点におけるフェニトロチオンの落下状況

表Ⅱ-14 低木葉のフェニトロチオン濃度等

①濃度

調査時期		濃度 (μg/g)			
		A-1	A-2	A-3	平均
11/7	散布前日	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
11/8	散布当日				
	散布直後	0.113	0.115	0.006	0.078
	6時間後	0.042	0.943	0.094	0.360
11/9	散布1日後	0.004	0.019	0.030	0.018
11/10	散布2日後	0.029	0.006	0.014	0.016
11/11	散布3日後	-	-	-	-
11/12	散布4日後	0.012	0.009	0.008	0.010
11/13	散布5日後	0.005	0.026	0.028	0.020
11/14	散布6日後	0.004	0.008	0.009	0.007
11/15	散布7日後	0.004	0.012	0.006	0.007

②葉の全採取量と表面積 (片面)

調査時期		全採取量 (g)			表面積 (cm ²)		
		A-1	A-2	A-3	A-1	A-2	A-3
11/7	散布前日	12.7	18.0	19.8	556	694	640
11/8	散布当日						
	散布直後	12.2	12.9	16.7	292	508	520
	6時間後	16.0	10.9	19.6	366	293	547
11/9	散布1日後	10.0	7.5	11.4	286	334	390
11/10	散布2日後	12.0	11.2	11.8	428	441	369
11/11	散布3日後	-	-	-	-	-	-
11/12	散布4日後	11.5	7.6	12.5	405	300	424
11/13	散布5日後	10.6	10.4	13.3	341	397	418
11/14	散布6日後	10.5	10.2	12.1	354	374	363
11/15	散布7日後	12.0	11.8	12.7	397	430	397

③付着量

調査時期		付着量 (ng/cm ²)			
		A-1	A-2	A-3	平均
11/7	散布前日	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04
11/8	散布当日				
	散布直後	4.72	2.92	0.2	2.61
	6時間後	1.84	35	3.4	13.4
11/9	散布1日後	0.14	0.42	0.88	0.48
11/10	散布2日後	0.82	0.16	0.44	0.47
11/11	散布3日後	-	-	-	-
11/12	散布4日後	0.34	0.2	0.2	0.25
11/13	散布5日後	0.16	0.68	0.9	0.58
11/14	散布6日後	0.12	0.2	0.2	0.17
11/15	散布7日後	0.12	0.32	0.2	0.21

表Ⅱ-15 土壌中のフェニトロチオン濃度等

①濃度

調査時期		濃度 (μg/g)			
		A-1	A-2	A-3	平均
11/7	散布前日	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
11/8	散布当日				
	散布直後	0.252	0.392	0.002	0.22
	6時間後	1.38	0.558	0.002	0.65
11/9	散布1日後	0.118	0.046	0.002	0.06
11/10	散布2日後	0.076	0.080	0.001	0.05
11/11	散布3日後	-	-	-	-
11/12	散布4日後	0.074	0.055	0.002	0.04
11/13	散布5日後	0.044	0.074	<0.001	0.04
11/14	散布6日後	0.078	0.032	0.038	0.05
11/15	散布7日後	0.086	0.024	0.002	0.04

※湿重量としての濃度

②土壌含水率

調査時期		土壌含水率 (%)		
		A-1	A-2	A-3
11/7	散布前日	35.0	33.7	32.0
11/8	散布当日			
	散布直後	27.6	36.0	21.1
	6時間後	24.0	26.9	26.2
11/9	散布1日後	25.7	31.9	24.8
11/10	散布2日後	25.1	24.2	31.5
11/11	散布3日後	-	-	-
11/12	散布4日後	29.9	39.8	31.3
11/13	散布5日後	29.3	32.5	30.6
11/14	散布6日後	22.2	24.1	22.6
11/15	散布7日後	17.3	32.4	21.3

引用文献

- 1) 環境庁水質保全局：航空防除農薬環境評価検討会報告書、1997
- 2) 厚生労働省医薬食品局：一般用医薬品及び医薬部外品としての殺虫剤の室内気中濃度測定方法ガイドライン、2003
- 3) 環境省水・大気環境局土壌環境課：中央環境審議会土壌農薬部会土壌汚染技術基準等専門委員会報告書「油汚染対策ガイドライン」、2006

別添

資料1：フェニトロチオン及びそのオキソン体等の分析方法（気中濃度）

資料2：フェニトロチオン及びそのオキソン体の分析方法（落下量）

資料3：フェニトロチオンの分析方法（葉への付着量）

資料4：フェニトロチオンの分析方法（土壌中の濃度）

【資料1】 フェニトロチオン及びそのオキソン体等の分析方法（気中濃度）

1. 試薬及び機器

自動大気捕集装置 : メテク AS-5000
AS-5000用大気捕集管 : 10mm（内径）×140mm（長さ）
大気捕集ポンプ : 柴田科学 Σ-500
大気捕集管 : 10mm（内径）×140mm（長さ）
捕集管充填材 : GL Science Tenax TA (60/80 mesh)

フェニトロチオン標準品 : 和光純薬 残留農薬試験用
フェニトロチオンオキソン体標準品 : 和光純薬 残留農薬試験用
トリクロロホン標準品 : 和光純薬 残留農薬試験用
ジクロロボス標準品 : 和光純薬 残留農薬試験用
アセトン : 関東化学 特級
ジエチレングリコール : 和光純薬 特級
キーパー液 : 2%ジエチレングリコール/アセトン溶液
ロータリーエバポレーター : 東京理化工機 N-1

ガスクロマトグラフシステム1

ガスクロマトグラフ : HEWLETT PACKARD HP 6890(NPD)
オートインジェクター : HEWLETT PACKARD HP 6890 Series
データ処理装置 : HEWLETT PACKARD HP ChemStation

ガスクロマトグラフシステム2

ガスクロマトグラフ : 島津製作所 GC-2014(FPD)
オートインジェクター : 島津製作所 AOC20i+s
データ処理装置 : 島津製作所 GC Solution

2. ガスクロマトグラフ条件

① フェニトロチオン及びフェニトロチオンオキソン体

ガスクロマトグラフ : ガスクロマトグラフシステム1
カラム : J&W DB-5 φ0.53mmID×15m(膜厚 1.5μm)
カラム槽温度 : 120℃ → 10℃/min → 220℃ → 20℃/min → 300℃(1.0min)
注入口温度 : 250℃
検出器温度 : 320℃
キャリアーガス(He)流量 : 4.5mL/min
水素流量 : 3mL/min
空気流量 : 60mL/min
メイクアップガス(He)流量 : キャリアーガスとの含量として10mL/min

② トリクロロホン及びジクロロボス

ガスクロマトグラフ	: ガスクロマトグラフシステム 2
カラム	: Restek Rtx-1701 ϕ 0.53mmID \times 30m(膜厚 1.0 μ m)
カラム槽温度	: 50°C (3.0min) \rightarrow 10°C/min \rightarrow 180°C
注入口温度	: 250°C
検出器温度	: 250°C
キャリアーガス (He) 流量	: 20mL/min
水素流量	: 95kPa
空気流量	: 55kPa
干渉フィルター	: リン

3. 検量線の作成

① フェニトロチオン及びフェニトロチオンオキソン体

フェニトロチオン標準品25mg (純度100%として) を50mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500mg/L溶液とする。これをアセトンで希釈して1mg/L溶液を調製する。

フェニトロチオンオキソン体標準品25mg (純度100%として) を50mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500mg/L溶液とする。これをアセトンで希釈して1mg/L溶液を調製する。

フェニトロチオン1mg/L溶液1mL及びフェニトロチオンオキソン体1mg/L溶液5mLを100mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して混合標準液 (フェニトロチオンとして0.01mg/L、フェニトロチオンオキソン体として0.05mg/L) を調製する。この混合標準液を適宜希釈して検量線溶液を作成し、この4 μ Lを前記条件に設定したガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク面積、横軸に注入量を取り最小自乗法により検量線 (図1及び2) を作成する。

② トリクロロホン及びジクロロボス

トリクロロホン標準品25mg (純度100%として) を50mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500mg/L溶液とする。これをアセトンで希釈して1mg/L溶液を調製する。

ジクロロボス標準品25mg (純度100%として) を50mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500mg/L溶液とする。これをアセトンで希釈して1mg/L溶液を調製する。

トリクロロホン1mg/L溶液5mL及びジクロロボス1mg/L溶液1mLを20mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して混合標準液 (トリクロロホンとして0.25mg/L、ジクロロボスとして0.05mg/L) を調製する。この混合標準液を適宜希釈して検量線溶液を作成し、この4 μ Lを前記条件に設定したガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク面積、横軸に注入量を取り最小自乗法により検量線 (図3及び4) を作成する。

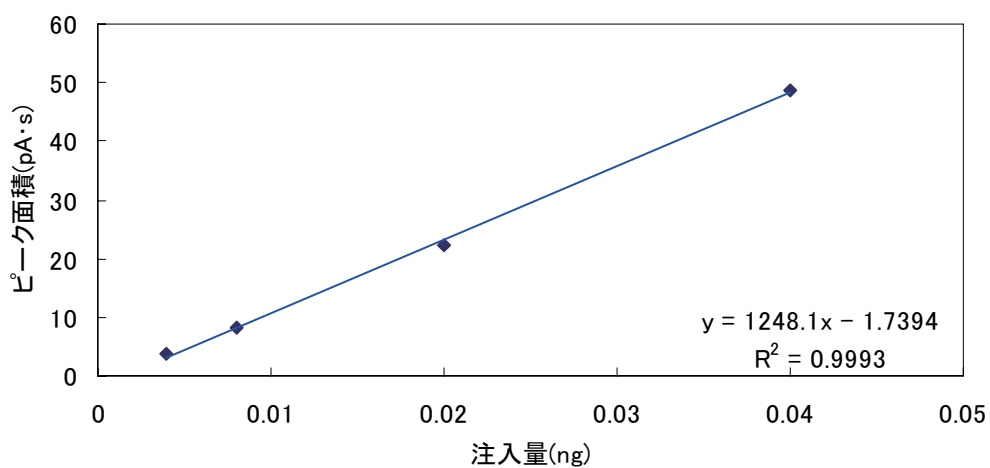


図1 フェニトロチオン検量線の一例

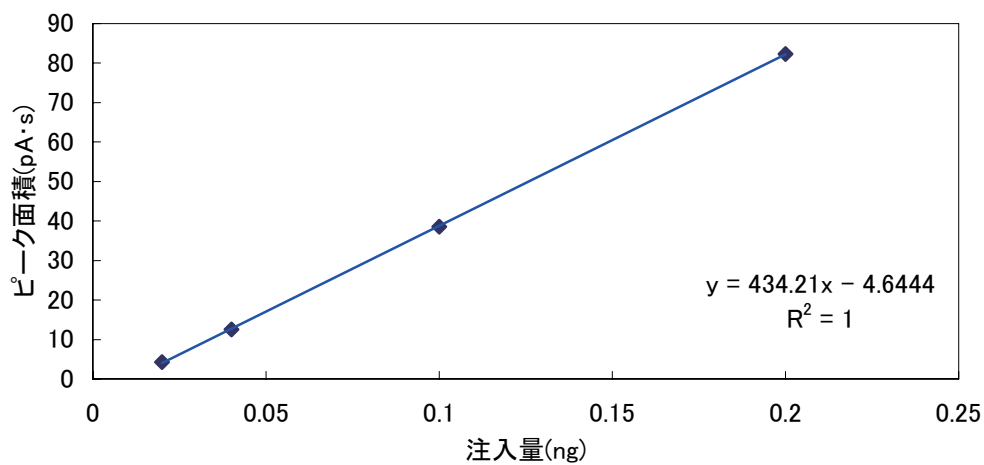


図2 フェニトロチオンオキシソ体検量線の一例

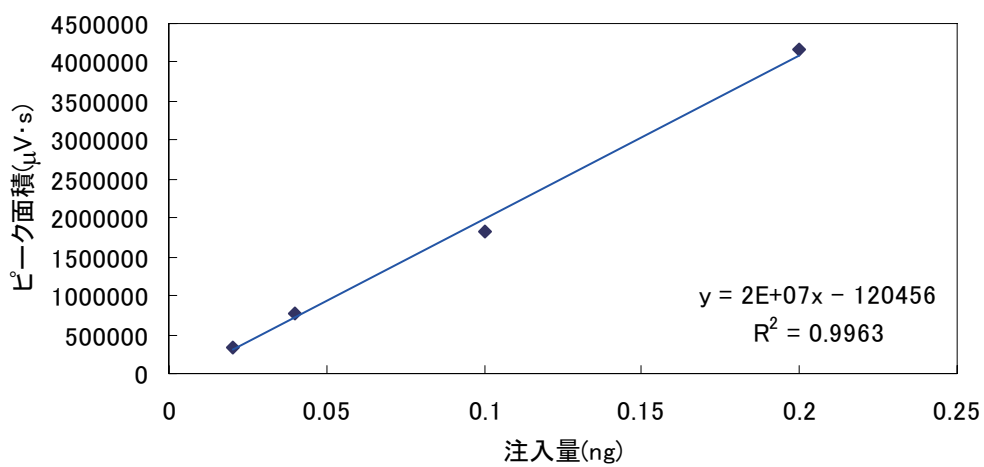


図3 トリクロロホン検量線の一例

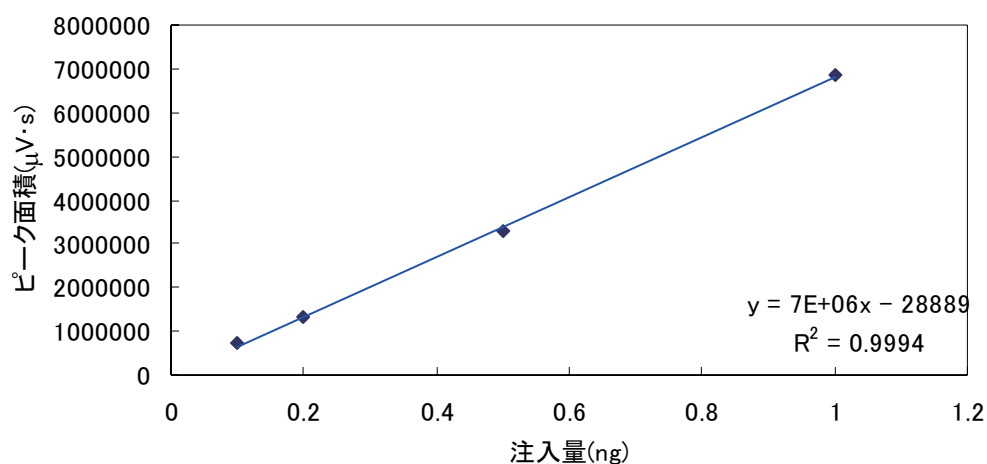


図4 ジクロロボス検量線の一例

4. 分析操作

捕集管の上部からアセトン30mLを流下させて分析成分を溶出し、ナス型フラスコに受ける。キーパー液を数滴加え、40℃以下でロータリーエバポレーターを用いて約1mLになるまでアセトンを留去し、最後に窒素を吹き付けて乾固させる。

残留物を一定量のアセトンに溶解し、この4μLを前記条件に設定したガスクロマトグラフに注入し、得られた面積から検量線よりフェニトロチオン、フェニトロチオンオキソン体、トリクロロホン及びジクロロボスの量を求め、それぞれの濃度を算出する。

5. 検出限界

以下の計算式により、検出限界値を算出した。

①-1 フェニトロチオン、大気捕集量60Lの場合

$$\frac{\frac{0.004}{1000} \mu\text{g}(\text{最小検出量}) \times 1.0 \text{ mL}(\text{最終液量})}{\frac{4}{1000} \text{ mL}(\text{注入量}) \times \frac{60}{1000} \text{ m}^3(\text{大気捕集量})} = 0.017 \mu\text{g}/\text{m}^3$$

$$\approx 0.02 \mu\text{g}/\text{m}^3$$

①-2 フェニトロチオン、大気捕集量120Lの場合

$$\frac{\frac{0.004}{1000} \mu\text{g}(\text{最小検出量}) \times 1.0 \text{ mL}(\text{最終液量})}{\frac{4}{1000} \text{ mL}(\text{注入量}) \times \frac{120}{1000} \text{ m}^3(\text{大気捕集量})} = 0.0083 \mu\text{g}/\text{m}^3$$

$$\approx 0.009 \mu\text{g}/\text{m}^3$$

①-3 フェニトロチオンオキソン体、大気捕集量60Lの場合

$$\frac{\frac{0.02}{1000} \mu\text{g(最小検出量)} \times 1.0 \text{ mL(最終液量)}}{\frac{4}{1000} \text{ mL(注入量)} \times \frac{60}{1000} \text{ m}^3\text{(大気捕集量)}} = 0.083 \mu\text{g/m}^3$$
$$\approx 0.09 \mu\text{g/m}^3$$

①-4 フェニトロチオンオキソン体、大気捕集量120Lの場合

$$\frac{\frac{0.02}{1000} \mu\text{g(最小検出量)} \times 1.0 \text{ mL(最終液量)}}{\frac{4}{1000} \text{ mL(注入量)} \times \frac{120}{1000} \text{ m}^3\text{(大気捕集量)}} = 0.042 \mu\text{g/m}^3$$
$$\approx 0.05 \mu\text{g/m}^3$$

②-1 トリクロルホン、大気捕集量60Lの場合

$$\frac{\frac{0.1}{1000} \mu\text{g(最小検出量)} \times 1.0 \text{ mL(最終液量)}}{\frac{4}{1000} \text{ mL(注入量)} \times \frac{60}{1000} \text{ m}^3\text{(大気捕集量)}} = 0.41 \mu\text{g/m}^3$$
$$\approx 0.5 \mu\text{g/m}^3$$

②-2 トリクロルホン、大気捕集量120Lの場合

$$\frac{\frac{0.1}{1000} \mu\text{g(最小検出量)} \times 1.0 \text{ mL(最終液量)}}{\frac{4}{1000} \text{ mL(注入量)} \times \frac{120}{1000} \text{ m}^3\text{(大気捕集量)}} = 0.21 \mu\text{g/m}^3$$
$$\approx 0.3 \mu\text{g/m}^3$$

②-3 ジクロロボス、大気捕集量60Lの場合

$$\frac{\frac{0.02}{1000} \mu\text{g(最小検出量)} \times 1.0 \text{ mL(最終液量)}}{\frac{4}{1000} \text{ mL(注入量)} \times \frac{60}{1000} \text{ m}^3\text{(大気捕集量)}} = 0.083 \mu\text{g/m}^3$$
$$\approx 0.09 \mu\text{g/m}^3$$

②-4 ジクロロボス、大気捕集量120Lの場合

$$\frac{\frac{0.02}{1000} \mu\text{g}(\text{最小検出量}) \times 1.0 \text{ mL}(\text{最終液量})}{\frac{4}{1000} \text{ mL}(\text{注入量}) \times \frac{120}{1000} \text{ m}^3(\text{大気捕集量})} = 0.042 \mu\text{g}/\text{m}^3$$

$$\approx 0.05 \mu\text{g}/\text{m}^3$$

6. 添加回収試験

大気捕集カラムの捕集剤に1mg/Lフェニトロチオン標準液を10μL、1mg/Lフェニトロチオンオキソン体標準液50μL、1mg/Lトリクロロホン標準液を250μL、1mg/Lジクロロボス標準液50μLをスパイクして60分間大気を吸引した後、4と同様の分析操作を行い、本分析法におけるmg/m³添加試料の回収率を算出した。

フェニトロチオン10μgスパイク回収試験結果 (n=2)

	REC 1	REC 2	平均値
回収率	101%	98%	100%

フェニトロチオンオキソン体50μgスパイク回収試験結果 (n=2)

	REC 1	REC 2	平均値
回収率	114%	112%	113%

トリクロロホン250μgスパイク回収試験結果 (n=2)

	REC 1	REC 2	平均値
回収率	94%	89%	92%

ジクロロボス50μgスパイク回収試験結果 (n=2)

	REC 1	REC 2	平均値
回収率	103%	102%	102%

【資料2】 フェニトロチオン及びそのオキソン体の分析方法（落下量）

1. 試薬及び機器

フェニトロチオン標準品	: 和光純薬 残留農薬試験用
フェニトロチオンオキソン体標準品	: 和光純薬 残留農薬試験用
アセトン	: 関東化学 特級
ジエチレングリコール	: 和光純薬 特級
キパー液	: 2%ジエチレングリコール/アセトン溶液
ろ紙	: ADVANTEC FILTER PAPER No. 5 φ9cm
超音波洗浄機	: HONDA ULTRASONIC CLEANER W-222
ロータリーエバポレーター	: 東京理化工機 N-1
ガスクロマトグラフシステム	
ガスクロマトグラフ	: HEWLETT PACKARD HP 6890 (NPD)
オートインジェクター	: HEWLETT PACKARD HP 6890 Series
データ処理装置	: HEWLETT PACKARD HP ChemStation

2. ガスクロマトグラフ条件

カラム	: J&W DB-5 φ0.53mm×15m (膜厚 1.0μm)
カラム槽温度	: 120°C → 10°C/min → 220°C → 20°C/min → 300°C (1.0min)
注入口温度	: 250°C
検出器温度	: 320°C
キャリアーガス (He) 流量	: 4.5mL/min
水素流量	: 3mL/min
空気流量	: 60mL/min
メイクアップガス (He) 流量	: キャリアーガスとの合量として10mL/min

3. 検量線の作成

フェニトロチオン標準品25mg（純度100%として）を50mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500mg/L溶液とする。これをアセトンで希釈して1mg/L溶液を調製する。

フェニトロチオンオキソン体標準品25mg（純度100%として）を50mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500mg/L溶液とする。これをアセトンで希釈して1mg/L溶液を調製する。

フェニトロチオン1mg/L溶液1mL及びフェニトロチオンオキソン体1mg/L溶液5mLを100mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して混合標準液（フェニトロチオンとして0.01mg/L、フェニトロチオンオキソン体として0.05mg/L）を調製する。この混合標準液を適宜希釈して検量線溶液を作成し、この4μLを前記条件に設定したガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク面積、横軸に注入量を取り最小自乗法により検量線（図1及び2）を作成する。

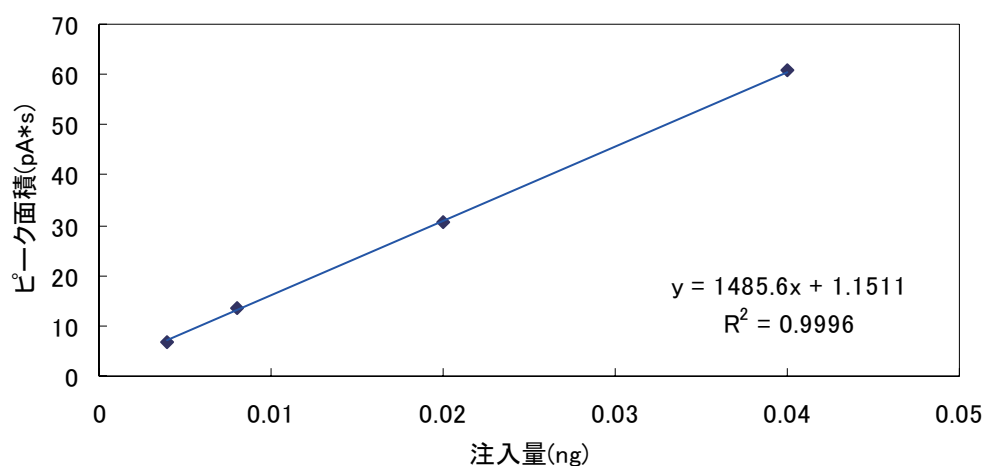


図1 フェニトロチオン検量線の一例

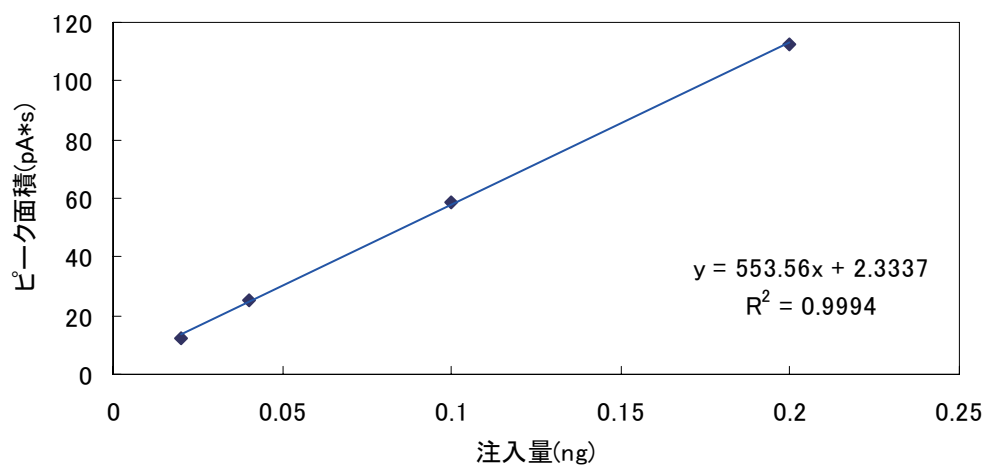


図2 フェニトロチオンオキシソ体検量線の一例

4. 分析操作

スクリーバイアル瓶にろ紙とアセトン50mLを入れ、20分間超音波抽出する。抽出液をアセトンでナス型フラスコに洗い移し、キパーを数滴加え、40℃以下でロータリーエバポレーターを用いて約1mLになるまでアセトンを留去し、最後に窒素を吹き付けて乾固させる。この残留物にアセトンを加えて溶解し、その4μLを前記条件のガスクロマトグラフに注入し、得られた面積から検量線よりフェニトロチオン及びフェニトロチオンオキシソ体の量を求め、濃度を算出する。

5. 検出限界

以下の計算式により、検出限界値を算出した。

i) フェニトロチオン

$$\frac{\frac{0.004}{1000} \text{ } \mu\text{g (最小検出量)} \times 1.0 \text{ mL (最終液量)}}{\frac{4}{1000} \text{ mL (注入量)} \times 0.0127 \text{ m}^2 \text{ (ろ紙2枚の面積*)}} \doteq 0.1 \text{ } \mu\text{g/m}^2$$

ii) フェニトロチオンオキソン体

$$\frac{\frac{0.02}{1000} \text{ } \mu\text{g (最小検出量)} \times 1.0 \text{ mL (最終液量)}}{\frac{4}{1000} \text{ mL (注入量)} \times 0.0127 \text{ m}^2 \text{ (ろ紙2枚の面積*)}} \doteq 0.4 \text{ } \mu\text{g/m}^2$$

*ろ紙面積：1枚あたり、0.045m × 0.045m × 3.14 = 0.00636m²

6. 添加回収試験

ろ紙2枚にフェニトロチオン1mg/L標準液を25μLスパイクした後、4と同様の分析操作を行い、本分析法における回収率を算出した。また同様にフェニトロチオンオキソン体1mg/L標準液を100μLスパイクし、回収率を算出した。

フェニトロチオン0.025μg添加回収試験結果 (n=2)

	REC 1	REC 2	平均値
回収率	103%	96%	100%

フェニトロチオンオキソン体0.1μg添加回収試験結果 (n=2)

	REC 1	REC 2	平均値
回収率	112%	100%	106%

【資料3】 フェニトロチオンの分析方法（葉への付着量）

1. 試薬及び機器

フェニトロチオン標準品	: 和光純薬残留農薬試験用
アセトニトリル	: 和光純薬 高速液体クロマトグラフ用
アセトン	: 関東化学 特級
ジエチルエーテル、トルエン、ヘキサン	: 和光純薬 特級
ジエチレングリコール	: 東京化成 化学用
キパー液	: 2%ジエチレングリコール/アセトン溶液
ハイフロースーパーセル	: 米山薬品
多孔性珪藻土カラム	: VARIAN ChemElut1020
シリカゲルミニカラム	: SPELCO SpelClean LC-Si (1g/6mL)
2固相カラム	: GL Science GL-Pak GC+PSA (300mg/500mg/6mL)
超音波洗浄機	: HONDA ULTRASONIC CLEANER W-222
ロータリーエバポレーター	: 東京理化工機 N-1
ガスクロマトグラフシステム	
ガスクロマトグラフ	: HEWLETT PACKARD HP 6890(NPD)
オートインジェクター	: HEWLETT PACKARD HP 6890 Series
データ処理装置	: HEWLETT PACKARD HP ChemStation

2. ガスクロマトグラフ条件

カラム	: J&W DB-5 ϕ 0.53mmID \times 15m(膜厚 1.5 μ m)
カラム槽温度	: 120 $^{\circ}$ C \rightarrow 10 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 220 $^{\circ}$ C \rightarrow 20 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 300 $^{\circ}$ C (5.0min)
注入口温度	: 250 $^{\circ}$ C
検出器温度	: 320 $^{\circ}$ C
キャリアーガス(He)流量	: 4.5mL/min
水素流量	: 3mL/min
空気流量	: 60mL/min
メイクアップガス(He)流量	: キャリアーガスとの合量として10mL/min

3. 検量線の作成

フェニトロチオン標準品12.5mg（純度100%として）を25mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500mg/L溶液とする。これをアセトンで希釈して0.005、0.001、0.025及び0.05mg/L溶液を調製し、この2 μ Lを前記条件に設定したガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク面積、横軸に注入量を取り最小自乗法により検量線（図1）を作成する。

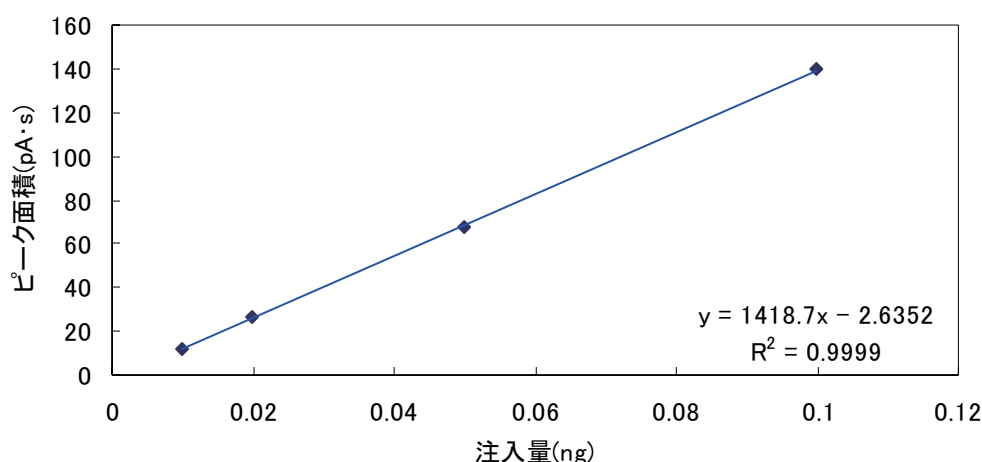


図1 検量線の一例

4. 分析操作

① 前処理法

試料を0.5cm幅程度に細断する

② 抽出

細断した試料5~10gを共栓付き三角フラスコに取り、アセトン100mLを加えた後、暗所にて1晩浸漬し、超音波洗浄機を用いて10分間超音波抽出する。ハイフロースーパーセルを用いて吸引ろ過し、ろ液をとる。残渣を抽出容器に戻し、アセトン50mLを加えた後同様の抽出・ろ過操作を行い、ろ液を合わせる。ロータリーエバポレーターを用いてアセトンを留去する。

残液に精製水5mLを加え、約1分間超音波を当てて残留物を溶解する。この溶液を多孔性珪藻土カラムに流し入れ、約10分間放置する。ヘキサン5mLで容器内を洗浄し、カラムに流し入れる。同様の操作を3回繰り返した後、ヘキサン120mLを流し入れ、全量をナス型フラスコにとる。ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で溶媒を留去し、最後は窒素気流下で乾固する。残留物をヘキサン/ジエチルエーテル(95:5, v/v) 混液2mLで溶解する。

③ 精製

あらかじめヘキサン/ジエチルエーテル混液(95/5; v/v) 10mLで洗浄したシリカゲルミニカラムに先の溶解液を展開し、溶出液を捨てる。容器内を同混液(2+1) mLで洗浄してカラムに展開し、溶出液を捨てる。続いてヘキサン/ジエチルエーテル混液(70/30; v/v) 20mLを展開し、ナス型フラスコに受ける。キーパー液を数滴加え、40℃以下でロータリーエバポレーターを用いて約1mLになるまでアセトンを留去し、最後に窒素を吹き付けて乾固させる。残留物にトルエン/アセトニトリル混液(1/3; v/v) 2mLを加え、溶解する。

あらかじめトルエン/アセトニトリル混液(1/3; v/v) 10mLで洗浄した2固層カートリッジに先の溶解液を展開し、溶出液を受取る。容器内を同混液(2+1) mLで洗浄してカラムに展開し、溶出液を受取る。さらに同混液5mLを展開し、ナス型フラスコに受取る。キーパー液を数滴加え、40℃以下でロータリーエバポレーターを用いて約1mLになるまで溶媒を留去し、最後に窒素を吹き付けて乾固させる。

④ 定量

残留物を一定量のアセトンに溶解し、この2μLを前記条件に設定したガスクロマトグラフに注入し、得られた面積から検量線よりフェニトロチオンの量を求め、重量濃度を算出する。

ここで得られた重量濃度から採取試料全体の付着量を算出し、採取試料の全表面積から単位面積あたりの付着量に換算した。

5. 検出限界

以下の計算式により、検出限界値を算出した。

① 静岡試料

$$\frac{\frac{0.01}{1000} \mu\text{g (最小検出量)} \times 1 \text{ mL (最終液量)}}{\frac{2}{1000} \text{ mL (注入量)} \times 5 \text{ g (試料重量)}} = 0.001 \mu\text{g/g (ppm)}$$

② 千葉試料

$$\frac{\frac{0.01}{1000} \mu\text{g (最小検出量)} \times 2 \text{ mL (最終液量)}}{\frac{2}{1000} \text{ mL (注入量)} \times 10 \text{ g (試料重量)}} = 0.001 \mu\text{g/g (ppm)}$$

6. 添加回収試験

4. ①で前処理した千葉前日試料10gに0.1mg/Lに調製したフェニトロチオン標準液を2mLスパイクした後、4. ②以降と同様の分析操作を行い、本分析法における0.02μg/g添加試料の回収率を算出した。

千葉前日試料における0.02ppm添加回収試験結果 (n=2)

	REC 1	REC 2	平均値
回収率	108%	102%	105%

【資料4】 フェニトロチオンの分析方法（土壤中の濃度）

1. 試薬及び機器

フェニトロチオン標準品	: 和光純薬残留農薬試験用
アセトニトリル	: 和光純薬 高速液体クロマトグラフ用
アセトン	: 関東化学 特級
ヘキサン、ジエチルエーテル、トルエン	: 和光純薬 特級
ジエチレングリコール	: 東京化成 特級
キーパー液	: 2%ジエチレングリコール/アセトン溶液
ハイフロースーパーセル	: 米山薬品
多孔性珪藻土カラム	: Varian ChemElut 1020
シリカゲルミニカラム	: SPELCO Spelcrean LC-Si (1g/6mL)
2固層カートリッジ	: GL Science GL-Pak CARBOGRAPH/PSA (300mg/500mg/6mL)
ロータリーエバポレーター	: 東京理化工機 N-1
精製水製造装置	: TORAY TORAYPURE LV-10T
ガスクロマトグラフシステム	
ガスクロマトグラフ	: Agilent Technologies 6890N(NPD)
オートサンプラー	: Agilent Technologies 7683 Series
データ処理装置	: HEWLETT PACKARD HP ChemStation

2. ガスクロマトグラフ条件

カラム	: J&W DB-5 ϕ 0.25mmID×30m(膜厚 0.25 μ m)
カラム槽温度	: 50°C(1.0min) → 20°C/min → 300°C(5.0min)
注入方式	: スプリットレス
注入口温度	: 250°C
パージ時間	: 1.0min
キャリアーガス	: ヘリウム
キャリアーガス流量	: 3.09mL/min
検出器温度	: 320°C
水素流量	: 3mL/min
空気流量	: 60mL/min
メイクアップガス	: ヘリウム
メイクアップガス流量	: キャリアーガスとの含量として10 mL/min

3. 検量線の作成

フェニトロチオン標準品12.5mg（純度100%として）を25mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500mg/L溶液とする。これをアセトンで希釈して0.005、0.001、0.025及び0.05mg/L溶液を調製し、この2 μ Lを前記条件に設定したガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク面積、横軸に注入量を取り最小自乗法により検量線（図1）を作成する。

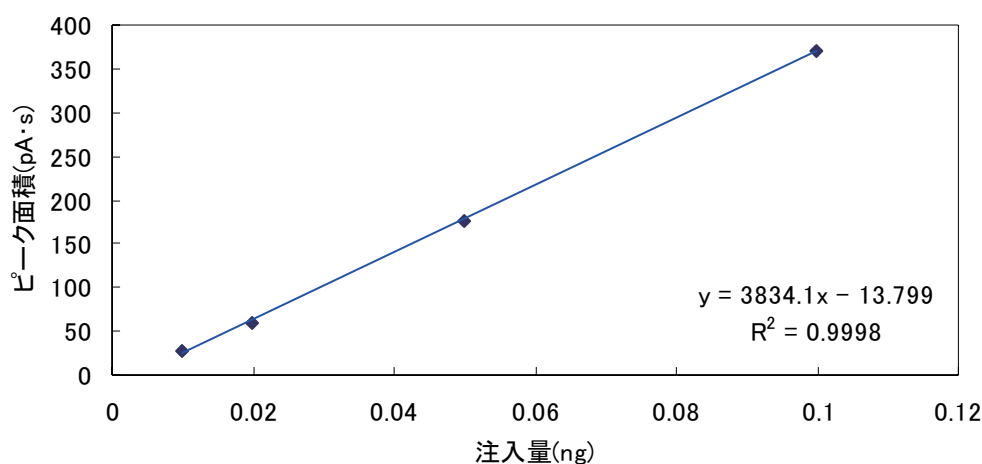


図1 検量線の一例

4. 分析操作

① 前処理

採取試料を風乾させない状態で碎き、5mm目のふるいを通したものを試料とする。

② 抽出

試料20gを共栓付き三角フラスコにとり、アセトン100mLを加えて30分間振とう抽出する。ハイフロースーパーセルを用いてろ過し、ろ液を受ける。残渣を三角フラスコに戻し、アセトン50mLを加えて降り混ぜ、同様のろ過操作を繰り返し、ろ液を合わせる。40℃以下でロータリーエバポレーターを用いて約1mLになるまでアセトンを留去する。

残液に精製水5mLを加え、約1分間超音波を当てて残留物を溶解する。この溶液を多孔性珪藻土カラムに流し入れ、約10分間放置する。ヘキサン5mLで容器内を洗浄し、カラムに流し入れる。同様の操作を3回繰り返し、ヘキサン120mLを流し入れ、全量をナス型フラスコにとる。ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で溶媒を留去し、最後は窒素気流下で乾固する。残留物をヘキサン/ジエチルエーテル(95:5, v/v) 混液2mLで溶解する。

③ 精製

あらかじめヘキサン/ジエチルエーテル混液(95/5; v/v) 10mLで洗浄したシリカゲルミニカラムに先の溶解液を展開し、溶出液を捨てる。容器内を同混液(2+1) mLで洗浄してカラムに展開し、溶出液を捨てる。続いてヘキサン/ジエチルエーテル混液(70/30; v/v) 20mLを展開し、ナス型フラスコに受ける。キーパー液を数滴加え、40℃以下でロータリーエバポレーターを用いて約1mLになるまでアセトンを留去し、最後に窒素を吹き付けて乾固させる。残留物にトルエン/アセトニトリル混液(1/3; v/v) 2mLを加え、溶解する。

あらかじめトルエン/アセトニトリル混液(1/3; v/v) 10mLで洗浄した2固層カートリッジに先の溶解液を展開し、溶出液を受ける。容器内を同混液(2+1) mLで洗浄してカラムに展開し、溶出液を受ける。さらに同混液5mLを展開し、ナス型フラスコに受ける。キーパー液を数滴加え、40℃以下でロータリーエバポレーターを用いて約1mLになるまで溶媒を留去し、最後に窒素を吹き付けて乾固させる。

④ 定量

残留物を一定量のアセトンに溶解し、この2μLを前記条件に設定したガスクロマトグラフに注入し、得られた面積から検量線よりフェニトロチオンの量を求め、濃度を算出する。

5. 検出限界

以下の計算式により、湿試料としての検出限界値を算出した。

$$\frac{\frac{0.01}{1000} \mu\text{g (最小検出量)} \times 4 \text{ mL (最終液量)}}{\frac{2}{1000} \text{ mL (注入量)} \times 20 \text{ g (試料重量)}} = 0.001 \mu\text{g/g (ppm)}$$

6. 添加回収試験

4. ①で前処理した静岡及び千葉前日試料20gに0.1mg/Lに調製したフェニトロチオン標準液を2mLスパイクした後、4. ②以降と同様の分析操作を行い、本分析法における0.01μg/g添加試料の回収率を算出した。

静岡前日試料における0.01ppm添加回収試験結果 (n=2)

	REC 1	REC 2	平均値
回収率	111%	109%	110%

千葉前日試料における0.01ppm添加回収試験結果 (n=2)

	REC 1	REC 2	平均値
回収率	110%	106%	108%