

Ⅲ. 除草剤散布後気中濃度等調査

[調査内容]

1. 調査場所

(社) 農林水産航空協会 農林航空技術センター敷地内 (長野県小諸市)

2. 調査実施期間

平成 20 年 9 月 16 日 (散布前日) ~ 10 月 17 日 (散布 30 日後)

3. 散布概要

散布農薬 (商品名)

グリホサートアンモニウム塩液剤 (有効成分濃度 41%)

(ラウンドアップハイロード、薬量 1,000ml/10 a、希釈水量 100 ㍈/10 a)

散布諸元

ポンプ：背負い 10D 型 (株式会社丸山製作所)

使用ノズル：グラッパ-25 (少量散布除草剤噴口 (1 頭口))

噴霧形状：扇状

圧力：3kgf/cm² (0.3MPa)

散布量：9.9 ㍈/9.9a

4. 調査項目

(1) 飛散量調査

調査は、感水紙を用い、変色量を画像解析ソフト (ImageJ バイオアーツ社製) を用い被覆面積率を測定した。感水紙は WATER SENSITIVE PAPER (スプレーイングシステム株式会社製) を使用した。

1) 調査地点

散布区域内：5 地点を設定した。

散布区域外：東西南北の 4 方向の 1m、5m 及び 10m 地点を設定した。

感水紙の設置は高さ 0.5m で行った。

2) 測定期間

感水紙の設置は散布当日の農薬散布後 5 分程度とした。

(2) 気中濃度調査

調査は、「航空防除農薬環境影響評価検討会報告書 (平成 9 年 12 月、環境庁水質保全局) の測定方法に準じた手法を用いて行った。

1) 調査地点

散布区域内：1 地点に高さ 1.5m 及び高さ 0.2m を設定した。

散布区域外：東西南北の 4 方向を設け、1m、5m 及び 10m 地点の高さ 1.5m、1m 地点については高さ 0.2m を設定した。

2) 調査期間

散布前、散布当日 (散布直後)、散布 1 日後、3 日後、7 日後、14 日後及び 30 日後の所定の時間に行った。

3) 捕集時間と捕集量

捕集時間は毎分 3 ㍈の吸入速度で散布前は 1 時間とし、散布直後の調査時は 30

分間、それ以降はすべて1時間とした。

大気の捕集は、高度1.5m及び高度0.2mでミニポンプとガスメーターを組み合わせた捕集装置を使用した。

4) 捕集装置

ミニポンプ：MP-300Σ、500Σ（柴田科学株式会社）

乾式ガスメーター：DC-1A(株式会社シナガワ)

5) 捕集カラム

①捕集剤

テナックス TA (60/80 mesh) 0.5g 充填

②カラム

ミニポンプ：内径12.7mmのポリプロピレンのチューブに捕集剤を充填した。

なお、カラムは太陽光などによる影響を避けるため捕集剤を充填した部分をアルミ箔で覆った。

6) 捕集方法

捕集カラムを下向きにし、吸引口は地上0.2m及び1.5mの高さに固定し、ミニポンプで所定時間大気を採取した。吸引量は乾式ガスメーターを用いて測定した。上記装置により採取された捕集カラムは、直ちに両端を密栓し冷却されたクーラーボックスに保管し分析機関へ送付し、ガスクロマトグラフにより調査対象農薬を分析した。

(3) 土壌中濃度調査

1) 調査地点

散布区域内：1地点を設定

2) 調査期間

散布前、散布当日（散布直後）、散布1日後、3日後、7日後、14日後及び30日後の所定の時間に行った。

3) 採取方法

ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル（平成20年3月改正環境省水・大気環境局土壌環境課）に準じ、散布区域内より深さ5cmで5点混合方式にて土壌を採取し、混合したものを分析試料とした。

(4) 葉中濃度調査

1) 調査地点

散布区域を対角に2分し、北東側及び南西側の2地点を設定した。

2) 調査期間

散布前、散布当日（散布直後）、散布1日後、3日後、7日後、14日後及び30日後の所定の時間に行った。

3) 試料採取

散布した雑草を50g程度採取し、重量を測定した後、**裁断し**混合したものを分析した。

(5) 落下量調査

1) 調査地点

飛散量調査と同様にの散布区域内の5地点を設定した。

2) 調査期間

散布当日（散布中）において行った。

3) 定量調査

各調査地点に直径 9cm のろ紙（ADVANTEC FILTER PAPER No. 5A）2 枚を取り付けた調査板を設置した。調査板の高さは地上より 1.5m とし、支柱等を利用して水平に設置した。

ろ紙は各調査時間に 30 分間設置し回収した。2 枚のろ紙の表側が重なるように折りチャック付きのポリ袋に入れ回収した。試料は冷却されたクーラーボックスに保管し分析機関へ送付し、ガスクロマトグラフにより調査対象農薬を分析した。

なお、同一調査地点における、ろ紙2枚を合わせて1試料とし分析試料とした。

(6) 捕集剤等の予備調査

気中濃度調査に用いる捕集剤等の予備調査を実施した。

(7) 気象観測

調査期間中の温度、降雨量及び日照時間を調査した（1 時間間隔）。また、気中濃度測定時には温度、湿度、風向及び風速（平均及び最大）を 10 分おきに測定した。

(8) 目標とする定量下限値

気中濃度で、 $0.01 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、土壌中濃度及び葉中濃度で $0.01 \mu\text{g}/\text{g}$ を目標とした。

[調査結果]

1. 農薬分析方法の概要

(1) 分析農薬

グリホサートアンモニウム塩: ammonium *N*-(phosphonomethyl) glycinate

物理化学的性状を下表に示した。

表 物理化学的性状				
蒸気圧 (Pa) ¹⁾ (25℃)	融点 (℃) ¹⁾	溶解性 (g/100g) ¹⁾ (20℃)		
		水	アセトン	メタノール
1.31×10^{-5}	189.5 ± 0.5	10.5 ± 0.2	0.078	0.231
土壌吸着係数 ¹⁾	熱安定性 ¹⁾	半減期 ²⁾		
		水及び堆積物のテストの全システム		土壌中
		好気性条件下	嫌気性条件下	好気性条件下
大	安定 ($191 \pm 1^\circ\text{C}$ で分解)	14日以下	14～22日	2～3日

¹⁾ : 農薬ハンドブック2005年版（改定新版）社団法人日本植物防疫協会
²⁾ : 国立医薬品食品衛生研究所：環境保健クライテリア（EHC）日本語抄訳

(2) 分析法と測定条件

- 1) 気中濃度の分析方法
別添参考資料1のとおり
- 2) 土壌の分析方法
別添参考資料2のとおり
- 3) 葉の分析方法
別添参考資料3のとおり
- 4) 落下量の分析方法
別添参考資料4のとおり

2. 調査区域及び調査地点の概況

散布区域は、草地上に一边が東西に10m、南北に9.9mのほぼ正方形の面積99m²とし、東西南北側に境界からそれぞれ1m、5m及び10mの位置に調査地点を設定した(図1及び写真1)。土壌の土質は褐色森林土壌で埴壤土であった。

散布区域の主な雑草は、シロツメクサ、アカツメクサ、ヒメジョオン、ヨモギ、アキネノコログサ、エノコログサ、ヘラオオバコ、イヌタデ、エゾノギシギシ、オオアワガエリなどであった。草丈は平均20~30cm、最大でも70~80cm程度であった。

3. 薬剤散布状況

散布作業は背負い型噴霧器及びラウンドアップノズルを用い、散布区域の北西側の角から雑草上から散布を行った。散布時間は9時より9時14分までの14分間であった。ラウンドアップノズルは空気の吸入により薬液が泡状になるのでミストが少なく散布跡が白く点々と残った(写真2)。

4. 気象概況

散布区域外の北側ラインの10m地点付近において行い。その気象概況を表1に示した。また、調査期間中の日射量、日照時間及び雨量を表2に示した。

(1) 天候、温度及び湿度

9月16日(散布前日)から10月17日(散布30日後)の調査期間中の調査時間帯における天候は概ね晴れ、温度はおよそ18~28℃、湿度はおよそ50~90%であった。

(2) 風向・風速

調査期間中の風向は、北東から南西であった。

散布中(9:00~9:14)の風向は南~南南西、平均風速は0.5~1.5 m/s、瞬間最大風速は1.0~1.9 m/sであった。散布直後(9:30~10:00)の風向は東北東~東南東、平均風速は1.0~1.2 m/sであった。5時間後(13:00~14:00)の風向は北東~東南東、平均風速は0.3~4.1 m/sであった。

散布1日後から散布30日後の風向は主に東~南西であり、平均風速は0.5~5.4 m/sであった。

(3) 日射量及び雨量

調査期間中の調査時間帯の天候は概ね晴れであったため、日射量は高い状況が続いていた。散布1日後の朝から散布6日後の朝にかけて、散布9日後の朝、散布12日後の朝から散布14日後の昼にかけて、その後、散布18日後の朝から散布21日後の朝、散布27日後の昼間に降雨が断続的に見られた。(表2)。ただし、調査時間

帯においての降雨はなかった。

5. 飛散量調査

飛散量の程度は図 2 に示したとおりであり、感水紙を肉眼で観察したところ、東側の 1m 地点及び 5m 地点で確認できた。その感水紙の被覆面積率を表 3 及び図 3 に示した。

6. 気中濃度調査

(1) 大気の捕集状況

調査状況（捕集時刻と吸引量等）を表 4 に示した。

(2) 気中濃度

各調査地点における気中濃度の結果を表 5 及び図 4 に示した。

気中濃度は、散布区域内の高さ 0.2m で散布当日の 13 時調査で $0.28 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 検出された以外すべて検出されなかった。

7. 土壌中濃度調査

区域内における土壌の採取時刻を表 6、土壌中濃度の結果を表 7 及び図 5 に示した。

土壌中濃度は、散布直後では $0.15 \mu\text{g}/\text{g}$ 、散布 1 日後 $0.28 \mu\text{g}/\text{g}$ 、散布 7 日後 $0.20 \mu\text{g}/\text{g}$ 、散布 30 日後では $0.18 \mu\text{g}/\text{g}$ とほとんど減少は見られなかった。

8. 葉中濃度調査

区域内における葉の採取時刻を表 6、葉中濃度の結果を表 8 及び図 6 に示した。

葉中濃度は、散布直後に比べ、散布 1 日後に 1/3、散布 3 日後に 1/10、散布 14 日後に 1/20 に減少し、散布 30 日後では 1/60 の減少が見られた。

9. 落下量調査

散布区域内における散布中の落下量の結果を表 9 に示した。

10. 捕集剤等の予備調査

大気中の化学物質を捕集する方法は、対象物質の物理化学的性質、分析の方法、空気中の形態などを考慮して決める。捕集法としてはろ過捕集方法、液体捕集方法、固体捕集方法などが用いられる。

農薬類については、航空防除農薬に係る気中濃度評価値（平成 9 年 12 月 環境庁水質保全局）が定められており、これらの分析法ではシリカゲルを用いた固体捕集方法が採用されている。大気中のグリホサート（ほとんどがミストと想定される）の捕集に当たっても、操作性の良い固体捕集法を検討することとした。

固体捕集には、一般的にシリカゲル、活性炭、ポーラスポリマービーズ（多孔性プラスチック）の 3 種類の固相が使用される。グリホサートは他の農薬の場合と異なり、固相から溶出する際に精製水を用いるため、上記 3 種のうち吸水性が強いシリカゲルは溶出に不適であると想定された。そこで、今回は活性炭及びポーラスポリマービーズ素材を用いてその適用性について検討した。また、近年はポーラスポリマービーズに分類されないポリマー樹脂を用いた農薬類捕集法も発表されており、樹脂系の固相等についても合わせて検討することとした。

(1) 固相捕集充填剤の検討および添加回収試験

1) 捕集カラム充填剤の検討

① 供試固相一覧：下表のとおり

表 供試固相一覧

メーカー	製品名	固相の種類
G Lサイエンス	TENAX TA	ポラスポリマービーズ
G Lサイエンス	Inert Carb	活性炭
和光純薬	Presep Agri	スチレンジビニルベンゼン重合体
Waters	HLB	N-化合物含有スチレンジビニルベンゼン重合体
G Lサイエンス	RP-1 plus	スチレンジビニルベンゼン/メタクリレート配合
G Lサイエンス	InertSep C18-C	C18 シリカゲル

② 結果

捕集に用いるポリプロピレン製シリンジに各供試固相 0.5~1 g を充填し、ポリエチレン製フリットで固定した後、柴田科学製ミニポンプ (MP-500Σ) を用いて毎分 2 L 前後の速度で 30 分吸引を行った結果、下表のとおり吸引が出来たのは TENAX-TA のみであった、他の充填剤は粒子が細かい等の理由により MP-500Σでの吸引が不可能であった。

表 吸引試験結果

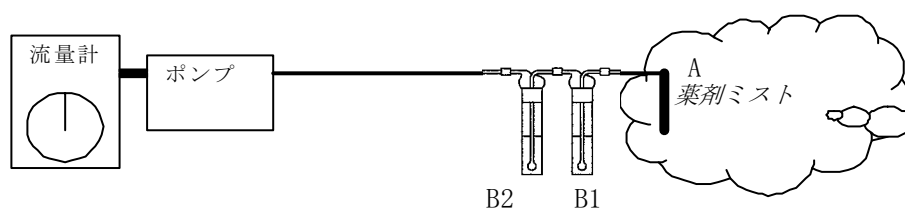
製品名	固相粒径	流速 2 L/min での吸引	判定
TENAX TA	60-80 mesh (約 0.2 mm)	設定速度で吸引可能	○
Inert Carb	120-140 mesh (約 0.1 mm)	吸引せず	×
Presep Agri	50 μm	設定速度で吸引できず、停止	×
HLB	60 μm	吸引せず	×
RP-1 plus	70 μm	設定速度で吸引できず、停止	×
InertSep C18-C	60 μm	設定速度で吸引できず、停止	×

2) TENAX-TA による添加回収試験

ポリプロピレン製シリンジに上記試験で吸引が可能であった TENAX-TA 0.5 g を充填し、ポリエチレン製フリットで固定した後、グリホサート標準溶液 (0.5 g/L) 1μL を負荷した。次に、柴田科学製ミニポンプ (MP-500Σ) を用いて毎分 2 L の速度で 30 分吸引した後、グリホサートを抽出、分析した結果 109%の回収率が得られた。

(2) TENAX-TA による圃場条件でのグリホサート捕集確認試験

1) 捕集装置



捕集カラム A : ポリプロピレン製シリンジに TENAX-TA 0.5 g を充填し、ポリプロピレン製フリットで固定したものを下向きに装着

捕集カラム B1, B2 : 精製水 10 ml を入れたガラス製インピンジャー2 本を直列に接続

2) ミスト発生条件

オリエンタルコーシン製 GT-5 型散布機に通常の 1 頭口ノズルを装着し、ラウンドアップハイロード (グリホサートアンモニア塩 41%) 100 倍液を捕集カラム付近で 1 L 散布し、ミストを発生させた。

3) 捕集

ミストの発生と同時に毎分 2 L の条件で 30 分間吸引した後、TENAX-TA およびインピンジャー内の精製水を回収してグリホサートを分析した。

4) 結果

下表に示したように、TENAX-TA からは $16.3 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 相当のグリホサートが回収されたが、水トラップからはいずれも検出されなかった。

表 グリホサート捕集量

捕集カラム	グリホサート検出量 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
TENAX-TA	16.3
インピンジャー-B1	ND
インピンジャー-B2	ND

以上の結果より、TENAX-TA は本来揮発性物質の捕集を目的に使用されているが、本条件下では、気体中のグリホサートのほとんどがミスト状と想定されるにもかかわらず捕集できることが確認された。また、TENAX-TA に吸着されたグリホサートの回収も問題ないことから本試験での捕集方法として採用した。なお、ガス化したグリホサートの捕集についての回収試験は実施していない。

[まとめ]

1. 飛散量は風下側にあたるライン東側の 1m 及び 5m 地点で散布粒子を確認でき、その被覆面積率は散布区域内に比べ極めて小さいものであった。
2. グリホサートの施用後の消失におけるプロセスは、植物体への付着、茎葉からの取り込み、土壌粒子への強い吸着、水中における Ca^{2+} 及び Mg^{2+} などのイオンとの錯体生成及び生分解などである¹⁾。土壌中濃度が散布 30 日後でも減少しなかったことは、土壌とともに採取された根などを含む試料を分析に供したことによるものと考えられるが定かではない。

3. 葉中濃度は散布1日後に大きく減少し、その後徐々に減少する傾向であった。

今回の調査での葉の分析は、採取した葉の重量を測定した後、裁断した葉を分析試料としている。葉の採取前における降雨は、葉の表面に付着している農薬量に影響があると考えられることから、散布1日後の葉中濃度の大きな減少には、この採取前に降雨により葉の表面に付着している農薬量が減少したことが要因と考えられる。また、散布2日後から3日後の採取前に降雨があったことも濃度減少の一つの要因と考えられる。なお、グリホサートは土壌表面に落下後は土壌に吸着され植物への作用活性が失われるとされているが、植物体に散布された場合は、葉面から取り込まれ（吸収され）一部は地下部まで移行し枯死させる作用特性がある。分析では茎の部分も試料としているため、散布直後には高い濃度が検出され、その後は地下部に移行しているために濃度の減少が見られたのではないかと考えられる。

参考文献

1) 国立医薬品食品衛生研究所：環境保健クライテリア（EHC）日本語抄訳

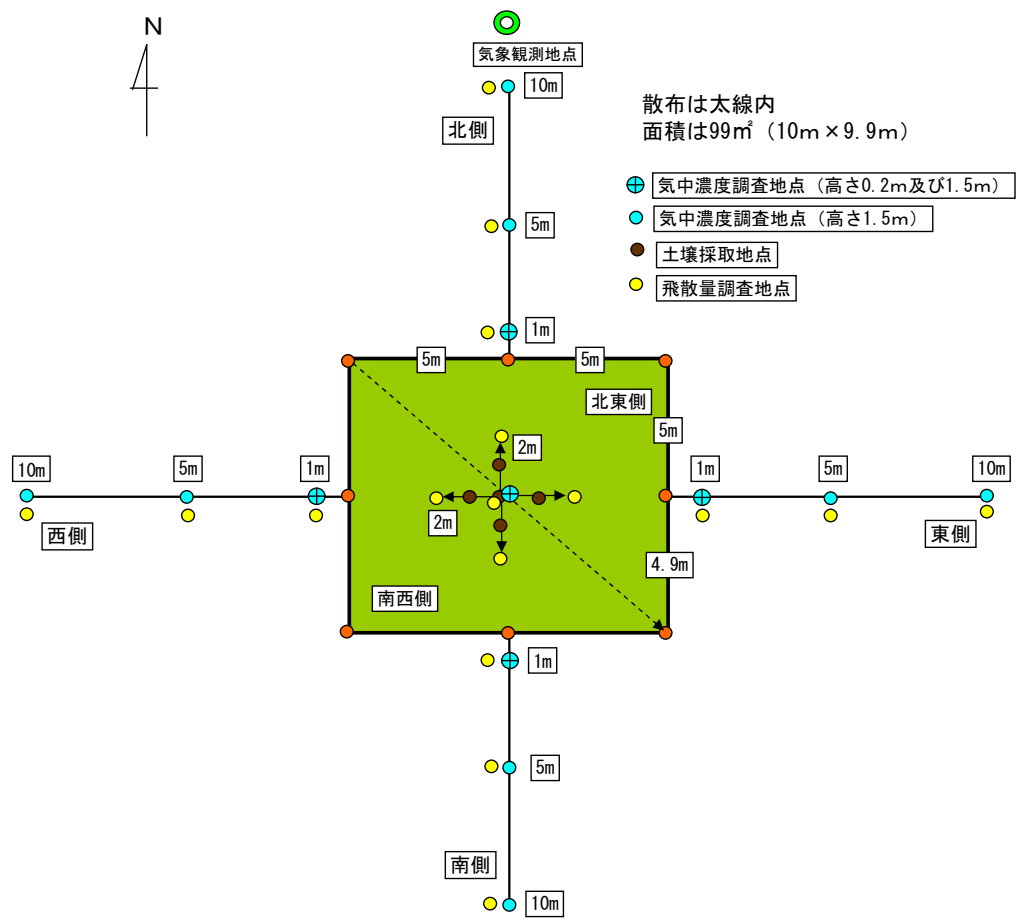


図1 散布区域及び調査地点の概略図

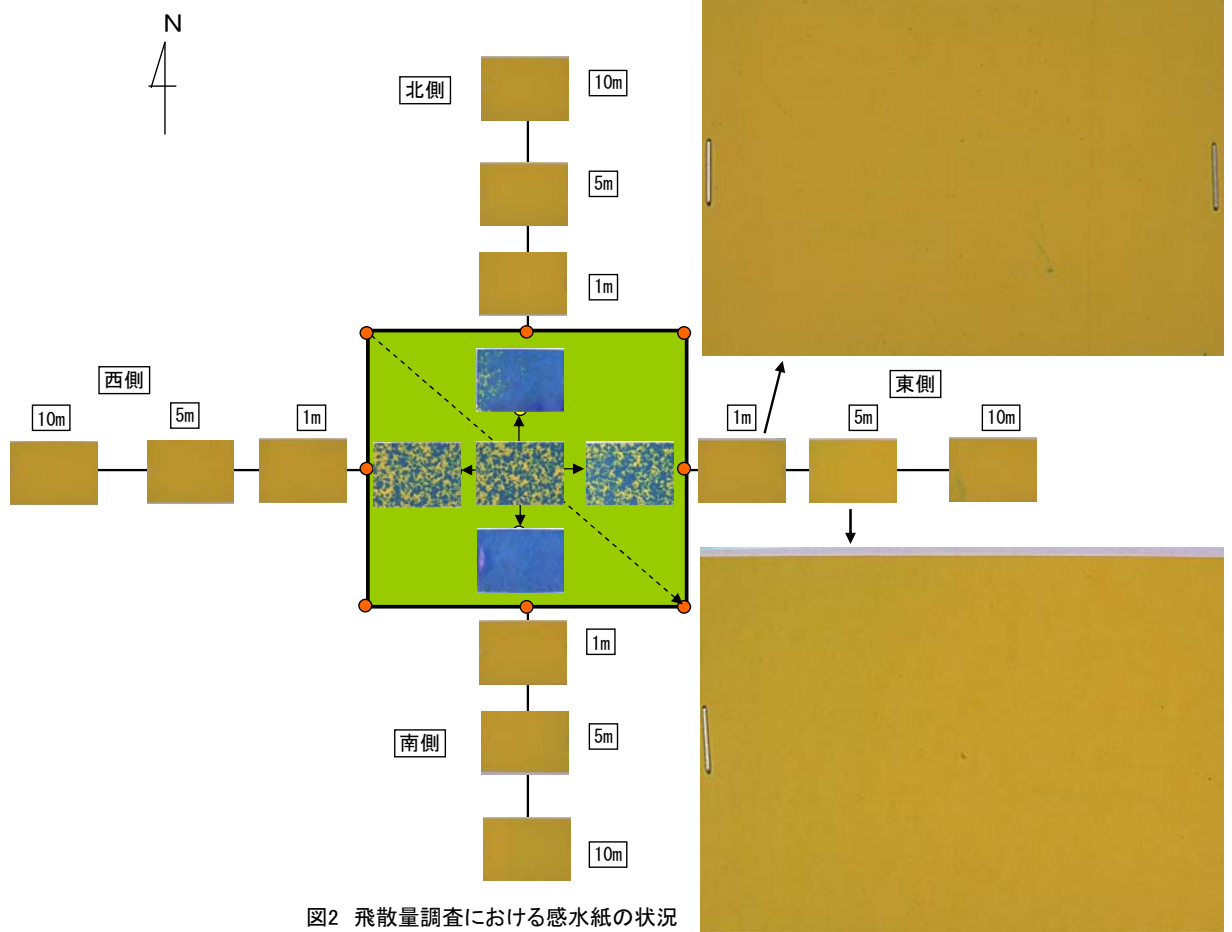


図2 飛散量調査における感水紙の状況

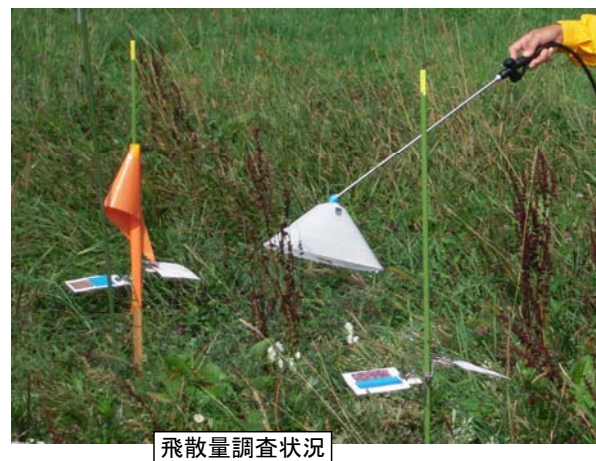
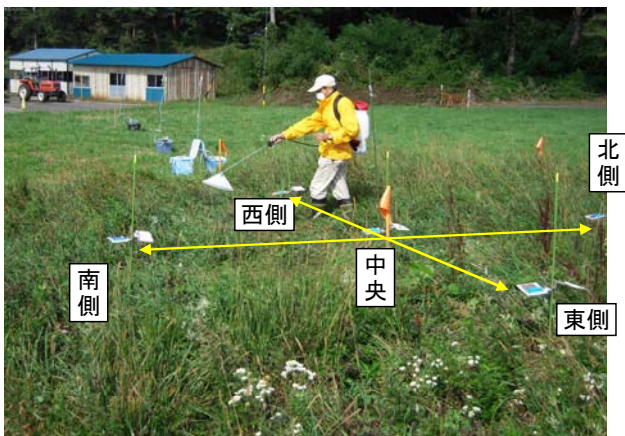
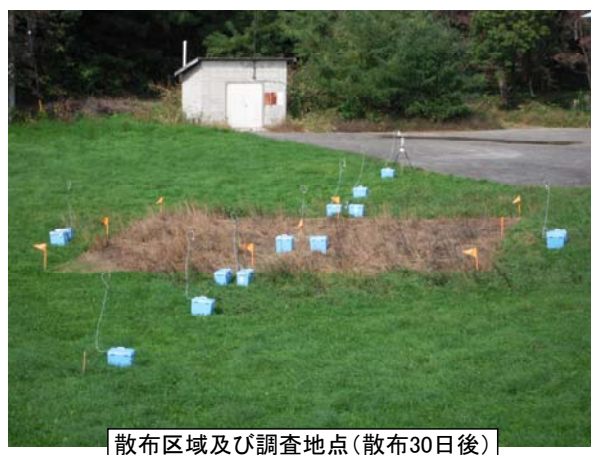
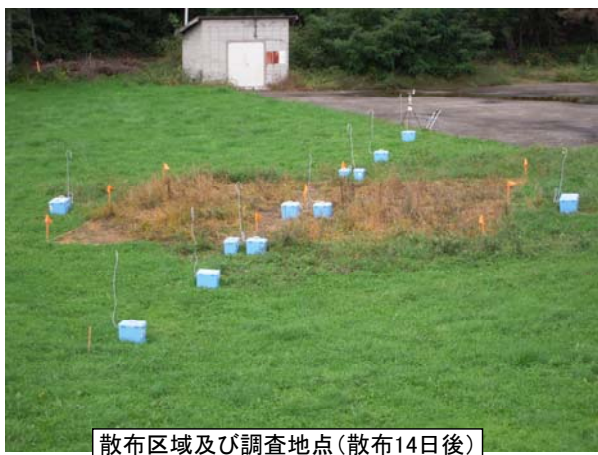
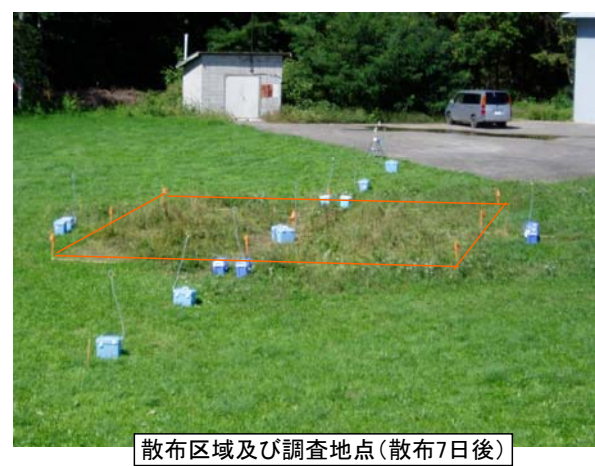
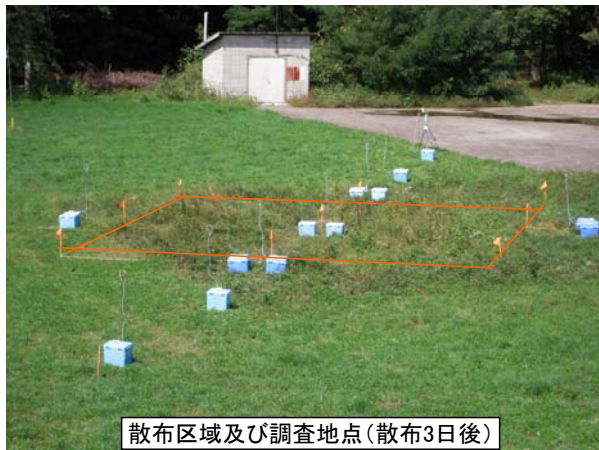
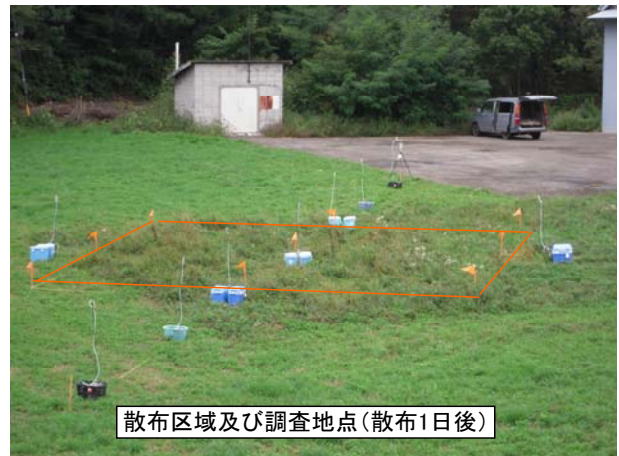
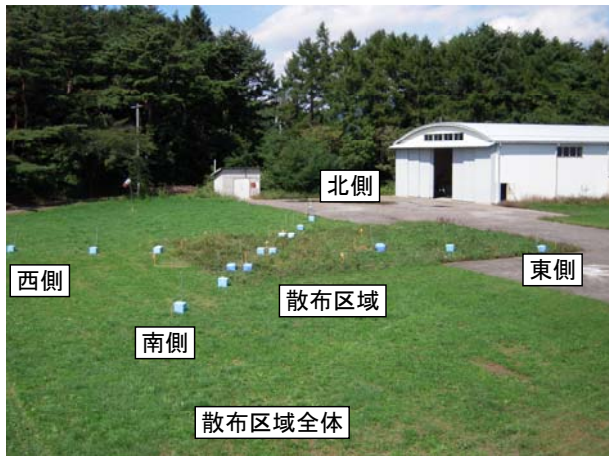


写真1 散布区域における雑草の状況及び飛散量調査状況



写真2 散布状況及び感水紙による気中濃度調査状況



土壤の採取状況



土壤の採取状況



土壤の採取状況



土壤の採取状況



土壤採取後の状況



雑草の採取状況



雑草の採取状況



捕集剤の予備調査状況

写真3 土壤、雑草の採取状況及び捕集剤の予備調査状況

表1 調査実施期間中の気象概況

調査 月日	調査 時間	温度 (°C)	湿度 (%)	風向	平均風速 (m/s)	最大瞬間風速 (m/s)	天候
9月16日 (散布前日)	13:00	24.0	60	南	1.6	2.0	曇り
	13:10	24.9	55	南南東	1.0	1.4	晴れ
	13:20	25.2	55	南東	1.1	1.5	晴れ
	13:30	26.0	48	東	0.0	0.3	晴れ
	13:40	26.0	50	南西	1.0	1.7	晴れ
	13:50	25.9	56	南南西	1.5	1.9	晴れ
	14:00	25.4	53	南南西	1.2	1.7	晴れ
9月17日 (散布当日)	9:00	21.7	76	南東	0.5	1.0	晴れ
	9:10	21.8	76	西南西	1.5	1.9	晴れ
	9:25	22.2	72	南西	1.0	1.3	晴れ
	9:30	22.3	72	東	1.2	1.5	晴れ
	9:40	22.2	69	東南東	1.3	1.8	晴れ
	9:50	23.1	70	南東	1.1	1.5	晴れ
	10:00	22.6	69	東北東	1.0	2.2	晴れ
	10:10	22.8	67	東南東	1.5	1.9	晴れ
	13:00	27.5	47	東南東	1.9	2.7	曇り
	13:10	27.0	48	東	0.3	0.6	曇り
	13:20	27.0	44	北東	0.7	1.2	曇り
	13:30	27.1	46	東	2.1	2.8	曇り
	13:40	28.1	47	東	3.1	4.3	曇り
	13:50	25.7	57	東北東	2.4	3.5	曇り
14:00	25.5	56	東南東	4.1	5.4	晴れ	
9月18日 (散布1日後)	13:00	19.8	88	東	2.8	3.8	曇り
	13:10	19.9	88	東	3.6	4.5	曇り
	13:20	19.6	89	東	2.8	3.8	曇り
	13:30	19.3	89	東北東	3.4	4.2	曇り
	13:40	19.2	89	東	3.0	3.8	曇り
	13:50	19.0	90	東	3.5	4.3	曇り
	14:00	19.0	90	東	2.8	4.5	曇り
9月20日 (散布3日後)	13:00	25.3	61	南南西	1.6	2.8	曇り
	13:10	25.8	61	南	2.1	2.7	曇り
	13:20	26.0	61	南東	1.6	2.1	曇り
	13:30	26.0	62	東	2.3	3.1	曇り
	13:40	25.3	62	南	1.5	2.7	曇り
	13:50	25.3	64	東北東	0.6	0.9	曇り
	14:00	24.7	68	南西	1.2	1.7	曇り
9月24日 (散布7日後)	13:00	21.4	50	南西	1.9	2.6	晴れ
	13:10	21.6	49	南西	2.5	4.9	晴れ
	13:20	21.6	49	西南西	3.1	5.4	晴れ
	13:30	20.8	51	西南西	3.1	4.1	晴れ
	13:40	20.7	51	南西	1.0	1.7	晴れ
	13:50	21.1	50	南西	2.5	3.6	晴れ
	14:00	21.8	52	南	1.2	1.6	晴れ
10月1日 (散布14日後)	13:00	17.7	62	東北東	1.2	1.6	曇り
	13:10	18.0	63	北西	0.5	0.9	曇り
	13:20	18.1	56	南西	1.7	2.3	曇り
	13:30	17.7	59	南西	1.2	1.6	曇り
	13:40	18.5	64	南西	1.2	1.9	曇り
	13:50	17.3	58	南西	1.2	1.9	曇り
	14:00	19.0	59	北西	1.3	1.6	曇り
10月17日 (散布30日後)	13:00	17.7	51	東北東	3.7	5.4	晴れ
	13:10	19.0	48	東	4.4	6.0	晴れ
	13:20	19.2	49	東南東	3.8	7.1	晴れ
	13:30	18.0	50	東南東	4.4	5.3	晴れ
	13:40	18.4	51	東	4.0	4.6	晴れ
	13:50	18.5	51	東	3.4	4.6	晴れ
	14:00	18.0	54	東北東	5.4	6.3	晴れ

表2 調査期間中の日射量(1時間当たりの平均)、日照時間及び雨量

(単位:日射量(w/m²)、日照時間(h)、雨量(mm))

月日	9/16 (散布前日)			9/17 (散布当日)			9/18 (散布1日後)			9/19 (散布2日後)			9/20 (散布3日後)			9/21 (散布4日後)			9/22 (散布5日後)			9/23 (散布6日後)			
	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	
0:00～1:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.6	0	0	0
1:00～2:00	0	0	0.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	4.8	0	0	0
2:00～3:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.2	0	0	0	0	1.2	0	0	2.4	0	0	0	0	
3:00～4:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.2	0	0	0.2	0	0	0.4	0	0	0	0	
4:00～5:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
5:00～6:00	2	0	0	8	0	0	1	0	0	4	0	0	2	0	0	2	0	0	0	0.4	3	0	0	0	
6:00～7:00	36	0	0	98	0.33	0	19	0	0	40	0	0	56	0	0	12	0	0	10	0	0.2	19	0	0.2	
7:00～8:00	101	0.33	0	294	1.00	0	51	0.00	0.4	119	0.42	0	236	1.00	0	81	0.08	0	28	0	0.4	79	0	0	
8:00～9:00	290	1.00	0	433	1.00	0	99	0.00	0.2	234	1.00	0	328	1.00	0	70	0	0	69	0	1.2	105	0.25	0	
9:00～10:00	616	1.00	0.2	697	1.00	0	181	1.00	0	249	1.00	0	657	1.00	0.2	115	0.42	0.2	53	0	1.0	150	0.75	0	
10:00～11:00	732	1.00	0	788	1.00	0	191	0.67	0.2	229	1.00	0	694	1.00	0	129	0.42	0.2	100	0.42	1.8	210	1.00	0	
11:00～12:00	530	1.00	0	815	1.00	0	343	1.00	0	96	0.08	1.0	794	1.00	0	161	0.75	0.2	224	1.00	0.6	251	1.00	0	
12:00～13:00	724	1.00	0	689	1.00	0	353	1.00	0	222	1.00	0.2	623	1.00	0	120	0.50	0.4	270	1.00	0	635	1.00	0	
13:00～14:00	743	1.00	0	553	1.00	0	249	1.00	0	268	1.00	0	372	1.00	0	120	0.50	1.4	231	1.00	0	470	1.00	0	
14:00～15:00	607	1.00	0	464	1.00	0	151	1.00	0	180	0.83	0	274	1.00	0	116	0.58	0	389	1.00	0	479	1.00	0	
15:00～16:00	281	1.00	0	353	1.00	0	141	0.92	0	76	0	0	150	0.50	0	82	0.25	0	220	0.75	0	331	1.00	0	
16:00～17:00	125	0.50	0	139	0.58	0	80	0.17	0	31	0	0.4	35	0	0	62	0	0	143	0.58	0	100	0.33	0	
17:00～18:00	31	0	0	25	0	0	12	0	0	7	0	0.2	6	0	0	6	0	0	17	0	0	13	0	0	
18:00～19:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.2	0	0	0	0	0	0.2	0	0	0	0	0	0	
19:00～20:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.2	0	0	0	0	0	0.4	0	0	0	0	0	0	
20:00～21:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1.0	0	0	0.2	0	0	0.4	0	0	0	0	0	0	
21:00～22:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1.6	0	0	0.8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
22:00～23:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1.2	0	0	0.8	0	0	0.6	0	0	0	0	0	0	
23:00～0:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.2	0	0	0	0	0	0.8	0	0	0	0	0	0	
合計		8.83	0.4		9.92	0.0		6.75	0.8		6.33	6.4		8.50	2.2		3.50	6.2		5.75	13.8		7.33	0.2	

日照時間:1分ごとに計測した日射量で120w/m2以上を1として60分間をカウント /60

表2 調査期間中の日射量(1時間当たりの平均)、日照時間及び雨量(続き)

(単位:日射量(w/m²)、日照時間(h)、雨量(mm))

月日	9/24 (散布7日後)			9/25 (散布8日後)			9/26 (散布9日後)			9/27 (散布10日後)			9/28 (散布11日後)			9/29 (散布12日後)			9/30 (散布13日後)			10/1 (散布14日後)		
	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量
0:00～1:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.2	0	0	0
1:00～2:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2:00～3:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.6	0	0	0.2
3:00～4:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.2	0	0	0.2
4:00～5:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5:00～6:00	7	0	0	3	0	0	1	0	0	13	0	0	3	0	0	2	0	0	2	0	0	1	0	0.2
6:00～7:00	107	0.33	0	49	0	0	26	0	0.2	113	0.42	0	49	0	0	30	0	0	67	0.17	0	12	0	0
7:00～8:00	348	1.00	0	105	0.25	0	50	0	1.4	230	1.00	0	104	0.08	0	40	0	0.2	104	0.33	0	37	0	0.2
8:00～9:00	538	1.00	0	354	1.00	0	89	0.17	0.4	407	1.00	0	277	1.00	0	76	0	0.6	220	1.00	0	63	0	0
9:00～10:00	705	1.00	0	419	1.00	0	206	0.92	0.2	524	1.00	0	330	1.00	0	131	0.75	0.4	332	1.00	0	61	0	0
10:00～11:00	732	1.00	0	462	1.00	0	244	0.92	0	596	1.00	0	145	0.92	0	126	0.67	0.6	350	1.00	0	146	0.67	0
11:00～12:00	802	1.00	0	631	1.00	0	226	1.00	0	410	1.00	0	202	1.00	0	164	1.00	0.6	368	1.00	0.2	321	1.00	0
12:00～13:00	806	1.00	0	291	1.00	0	398	1.00	0	539	1.00	0	317	1.00	0	161	1.00	0.2	288	1.00	0	463	1.00	0
13:00～14:00	717	1.00	0	303	1.00	0	422	1.00	0	556	1.00	0	296	1.00	0	123	0.50	0.4	171	1.00	0	396	1.00	0.2
14:00～15:00	573	1.00	0	367	1.00	0	148	0.58	0	365	1.00	0	257	1.00	0	122	0.67	0.2	153	0.83	0	475	1.00	0
15:00～16:00	381	1.00	0	303	1.00	0	160	0.83	0	205	1.00	0	155	0.83	0	90	0.17	0	88	0.08	0	332	1.00	0
16:00～17:00	159	0.75	0	68	0.08	0	77	0	0	96	0.42	0	81	0.17	0	35	0	0	30	0	0	112	0.58	0
17:00～18:00	19	0	0	15	0	0	12	0	0	10	0	0	11	0	0	5	0	0	3	0	0	8	0	0
18:00～19:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
19:00～20:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.6	0	0	0	0	0	0
20:00～21:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.6	0	0	0	0	0	0
21:00～22:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
22:00～23:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
23:00～0:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
合計		10.08	0.0		8.33	0.0		6.42	2.2		9.83	0.0		8.00	0.0		4.75	4.4		7.42	1.2		6.25	1.0

日照時間:1分ごとに計測した日射量で120w/m2以上を1として60分間をカウント /60

表2 調査期間中の日射量(1時間当たりの平均)、日照時間及び雨量(続き)

(単位:日射量(w/m²)、日照時間(h)、雨量(mm))

月日	10/2 (散布15日後)			10/3 (散布16日後)			10/4 (散布17日後)			10/5 (散布18日後)			10/6 (散布19日後)			10/7 (散布20日後)			10/8 (散布21日後)			10/9 (散布22日後)		
	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量
0:00~1:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1:00~2:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1.8	0	0	0	0	0	0	0.2	0	0
2:00~3:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1.8	0	0	0	0	0	0	0.4	0	0
3:00~4:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1.8	0	0	0	0	0	1.0	0	0	0
4:00~5:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1.6	0	0	0	0	0	0.2	0	0	0
5:00~6:00	4	0	0	4	0	0	4	0	0	4	0	0.2	0.2	0	0.6	0	0	0	0	0	0	4	0	0
6:00~7:00	51	0.0	0	102	0.42	0	43	0.0	0	76	0.17	0	20	0	0.2	26	0	0	24	0	0	94	0.25	0
7:00~8:00	266	0.92	0	292	1.00	0	161	0.75	0	176	1.00	0	60	0	0.2	101	0.17	0	68	0	0.2	135	0.67	0
8:00~9:00	362	1.00	0	491	1.00	0	437	1.00	0	279	1.00	0	130	0.75	0	134	0.50	0	84	0	0	244	1.00	0
9:00~10:00	486	1.00	0	645	1.00	0	644	1.00	0	330	1.00	0	169	1.00	0	290	1.00	0	153	0.83	0	599	1.00	0
10:00~11:00	829	1.00	0	737	1.00	0	725	1.00	0	603	1.00	0	183	0.83	0.4	408	1.00	0	254	1.00	0	666	1.00	0
11:00~12:00	788	1.00	0	762	1.00	0	770	1.00	0	467	1.00	0	392	1.00	0	355	1.00	0	530	1.00	0	722	1.00	0
12:00~13:00	757	1.00	0	734	1.00	0	736	1.00	0	409	1.00	0	388	1.00	0	302	1.00	0	780	1.00	0	688	1.00	0
13:00~14:00	664	1.00	0	628	1.00	0	632	1.00	0	277	1.00	0	301	1.00	0	266	1.00	0	639	1.00	0	601	1.00	0
14:00~15:00	517	1.00	0	400	1.00	0	480	1.00	0	163	1.00	0	175	1.00	0	109	0.33	0	479	1.00	0	502	1.00	0
15:00~16:00	330	1.00	0	201	1.00	0	285	1.00	0	75	0.17	0	107	0.25	0	89	0	0	285	1.00	0	300	1.00	0
16:00~17:00	116	0.58	0	85	0.17	0	103	0.42	0	27	0	0.2	39	0	0	38	0	0	92	0.33	0	83	0.25	0
17:00~18:00	10	0	0	12	0	0	10	0	0	2	0	0	7	0	0	3	0	0	5	0	0	6	0	0
18:00~19:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
19:00~20:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
20:00~21:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
21:00~22:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
22:00~23:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.2	0	0	0	0	0	0	0
23:00~0:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1.4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
合計	9.50	0.0		9.58	0.0		9.17	0.0		8.33	4.0		6.83	11.0		6.00	0.2		7.17	2.2		9.17	0.0	

日照時間:1分ごとに計測した日射量で120w/m2以上を1として60分間をカウント /60

表2 調査期間中の日射量(1時間当たりの平均)、日照時間及び雨量(続き)

(単位:日射量(w/m²)、日照時間(h)、雨量(mm))

月日	10/10 (散布23日後)			10/11 (散布24日後)			10/12 (散布25日後)			10/13 (散布26日後)			10/14 (散布27日後)			10/15 (散布28日後)			10/16 (散布29日後)			10/17 (散布30日後)		
	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量	日射量	日照時間	雨量
0:00~1:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1:00~2:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2:00~3:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3:00~4:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
4:00~5:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5:00~6:00	2	0	0	1	0	0	2	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0	2	0	0
6:00~7:00	90	0.33	0	27	0	0	96	0.42	0	74	0.25	0	40	0	0	24	0	0	43	0	0	83	0.33	0
7:00~8:00	142	0.75	0	101	0.33	0	310	1.00	0	108	0.33	0	109	0.33	0	144	0.83	0	221	0.75	0	265	1.00	0
8:00~9:00	446	1.00	0	102	0.25	0	495	1.00	0	414	1.00	0	135	1.00	0	264	1.00	0	459	1.00	0	440	1.00	0
9:00~10:00	629	1.00	0	168	0.58	0	665	1.00	0	618	1.00	0	125	0.58	0	566	1.00	0	605	1.00	0	582	1.00	0
10:00~11:00	675	1.00	0	572	1.00	0	647	1.00	0	707	1.00	0	108	0.17	0	709	1.00	0	699	1.00	0	603	1.00	0
11:00~12:00	765	1.00	0	588	1.00	0	610	1.00	0	727	1.00	0	105	0.17	0.2	725	1.00	0	725	1.00	0	702	1.00	0
12:00~13:00	711	1.00	0	713	1.00	0	510	1.00	0	687	1.00	0	75	0	0.6	683	1.00	0	690	1.00	0	515	1.00	0
13:00~14:00	601	1.00	0	520	1.00	0	400	1.00	0	592	1.00	0	55	0	0.6	586	1.00	0	578	1.00	0	565	1.00	0
14:00~15:00	446	1.00	0	317	1.00	0	213	1.00	0	443	1.00	0	53	0	0.4	440	1.00	0	410	1.00	0	346	1.00	0
15:00~16:00	224	0.92	0	195	0.92	0	169	1.00	0	260	1.00	0	24	0	0.8	255	1.00	0	206	1.00	0	153	0.67	0
16:00~17:00	65	0.17	0	59	0	0	82	0.17	0	70	0.25	0	17	0	0	72	0.17	0	61	0.08	0	42	0	0
17:00~18:00	3	0	0	4	0	0	4	0	0	3	0	0	0.4	0	0	3	0	0	1	0	0	2	0	0
18:00~19:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
19:00~20:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
20:00~21:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
21:00~22:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
22:00~23:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
23:00~0:00	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
合計	9.17	0.0		7.08	0.0		9.58	0.0		8.83	0.0		2.25	2.6		9.00	0.0		8.83	0.0		9.00	0.0	

日照時間:1分ごとに計測した日射量で120w/m2以上を1として60分間をカウント /60

表3 各調査地点における感水紙の被服面積率(%)

調査地点	境界からの距離		
	1m	5m	10m
中央	65.5		
北	95.0		
区域内	東	68.1	
	南	99.8	
	西	63.3	
ライン北側	—	0	0
ライン東側	—	0.051	0.010
ライン南側	—	0	0
ライン西側	—	0	0

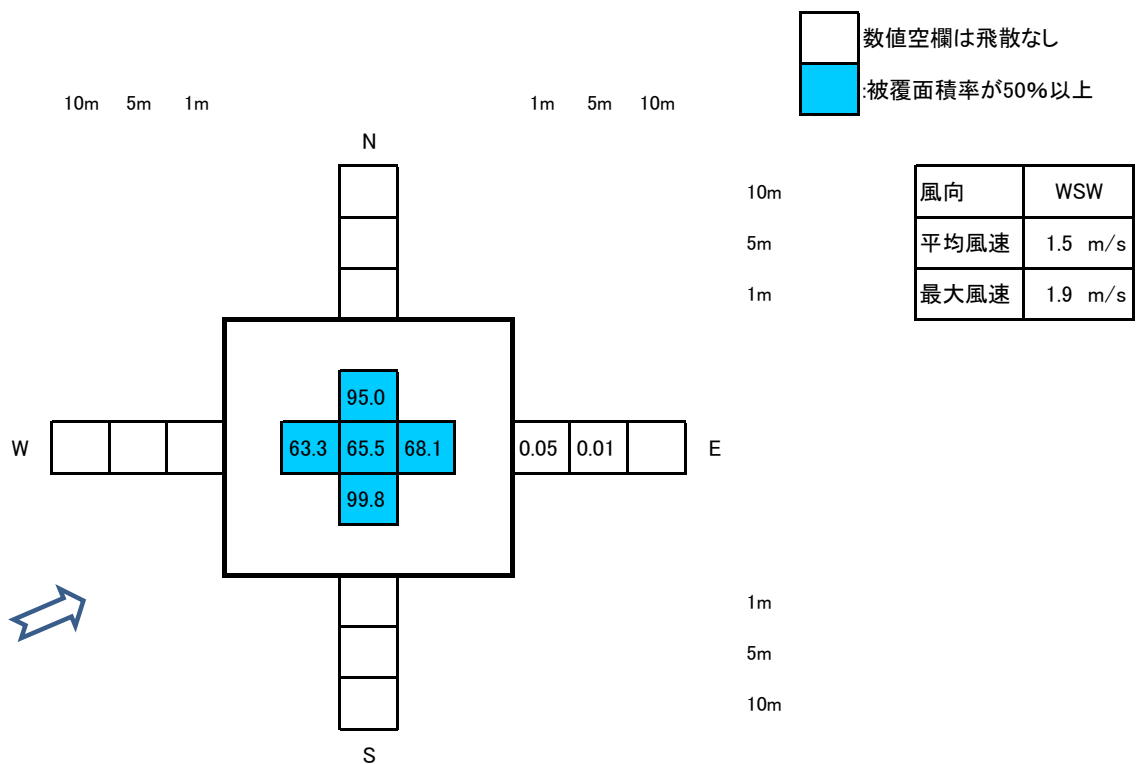


図3 各調査地点における感水紙の被服面積率(%)

表5 各調査地点における気中濃度

($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

調査時期			散布区域内	
			高さ0.2m	高さ1.5m
9/16	散布前	13時	<0.05	<0.05
9/17	散布当日	散布直後	<0.1	<0.1
		13時	0.28(<0.05)	<0.05
9/18	散布1日後	13時	<0.05	<0.05
9/20	散布3日後	13時	<0.05	<0.05
9/24	散布7日後	13時	<0.05	<0.05
10/1	散布14日後	13時	<0.05	<0.05
10/17	散布30日後	13時	<0.05	<0.05

カッコ内の数値：試料における検出限界値を示す

($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

調査時期			散布区域外 北側			
			1m		5m	10m
			高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m
9/16	散布前	13時	—	—	<0.05	—
9/17	散布当日	散布直後	<0.1	<0.09	<0.1	<0.1
		13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
9/18	散布1日後	13時	<0.05	<0.05	<0.06	<0.05
9/20	散布3日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
9/24	散布7日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
10/1	散布14日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
10/17	散布30日後	13時	<0.05	<0.05	<0.06	<0.05

—：調査実施せず

($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

調査時期			散布区域外 東側			
			1m		5m	10m
			高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m
9/16	散布前	13時	—	—	<0.05	—
9/17	散布当日	散布直後	<0.1	<0.09	<0.1	<0.1
		13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
9/18	散布1日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
9/20	散布3日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
9/24	散布7日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
10/1	散布14日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
10/17	散布30日後	13時	<0.05	<0.06	<0.05	<0.06

—：調査実施せず

($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

調査時期			散布区域外 南側			
			1m		5m	10m
			高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m
9/16	散布前	13時	—	—	<0.05	—
9/17	散布当日	散布直後	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
		13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
9/18	散布1日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
9/20	散布3日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
9/24	散布7日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
10/1	散布14日後	13時	<0.06	<0.05	<0.05	<0.05
10/17	散布30日後	13時	<0.06	<0.05	<0.05	<0.05

—：調査実施せず

($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

調査時期			散布区域外 西側			
			1m		5m	10m
			高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m
9/16	散布前	13時	—	—	<0.05	—
9/17	散布当日	散布直後	<0.1	<0.09	<0.1	<0.1
		13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
9/18	散布1日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.06
9/20	散布3日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
9/24	散布7日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
10/1	散布14日後	13時	<0.06	<0.05	<0.05	<0.05
10/17	散布30日後	13時	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05

—：調査実施せず

表6 散布区域内における土壌及び葉の採取時刻

調査時期			土壌採取実施時刻	葉採取実施時刻
9/16	散布前	13時	14:30~14:40	14:50~15:00
9/17	散布当日	散布直後	10:20~10:30	10:15~10:20
9/18	散布1日後	13時	14:30~14:40	14:25~14:30
9/20	散布3日後	13時	12:03~12:13	12:15~12:25
9/24	散布7日後	13時	12:00~12:07	12:15~12:23
10/1	散布14日後	13時	11:25~11:35	11:15~11:23
10/17	散布30日後	13時	12:03~12:15	12:20~12:29

表7 散布区域内における土壌中濃度

①濃度 (μg/g)

調査時期			湿試料残留量	乾試料換算残留量
9/16	散布前	13時	<0.01	<0.02
9/17	散布当日	散布直後	0.15	0.19
9/18	散布1日後	13時	0.28	0.36
9/20	散布3日後	13時	0.09	0.12
9/24	散布7日後	13時	0.20	0.28
10/1	散布14日後	13時	0.13	0.18
10/17	散布30日後	13時	0.18	0.20

②土壌含水率 (%)

調査時期			土壌含水率
9/16	散布前	13時	25.8
9/17	散布当日	散布直後	21.1
9/18	散布1日後	13時	21.7
9/20	散布3日後	13時	27.3
9/24	散布7日後	13時	27.8
10/1	散布14日後	13時	27.7
10/17	散布30日後	13時	11.3

表8 散布区域内における葉中濃度

(μg/g)

調査時期			北東側	南西側	平均
9/16	散布前	13時	<0.01	<0.01	<0.01
9/17	散布当日	散布直後	66.2	74.7	70.5
9/18	散布1日後	13時	29.6	9.93	19.8
9/20	散布3日後	13時	6.16	6.46	6.31
9/24	散布7日後	13時	5.37	5.60	5.49
10/1	散布14日後	13時	5.11	3.10	4.11
10/17	散布30日後	13時	2.03	0.30	1.17

表9 散布区域内における落下量

(mg/m³)

調査時期			中心	北側	東側	南側	西側
9/17	散布当日	散布中	24.7	37.2	17.1	20.6	12.9

各調査地点での高さは0.5m

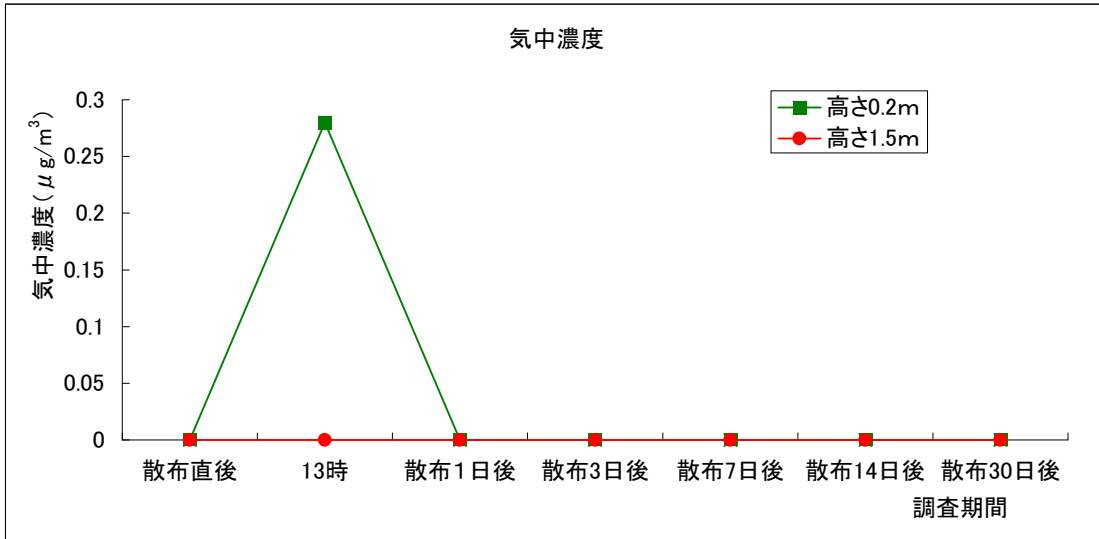


図4 散布区域内における気中濃度

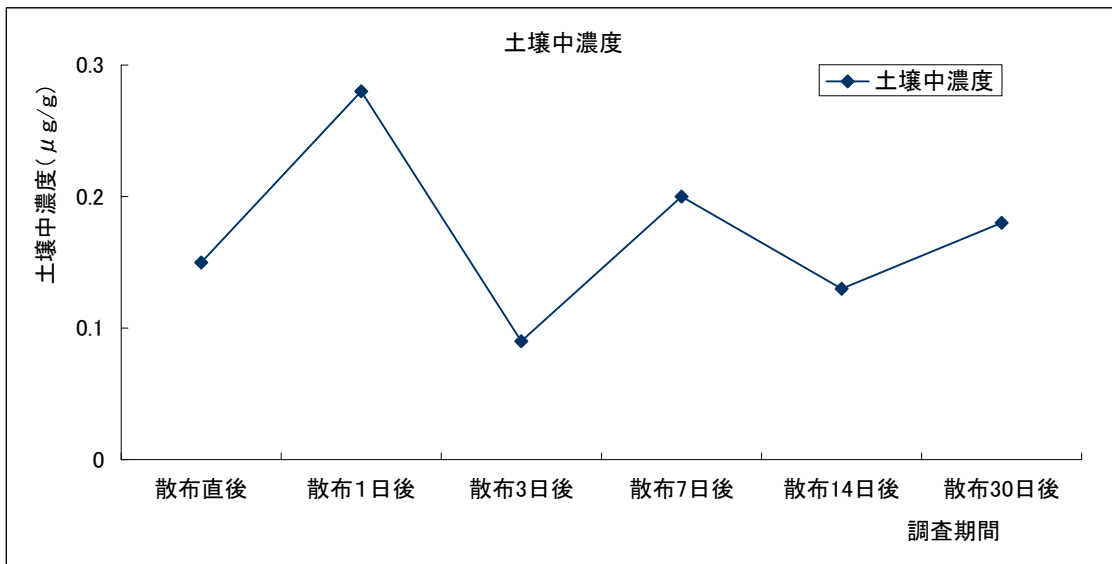


図5 散布区域内における土壌中濃度

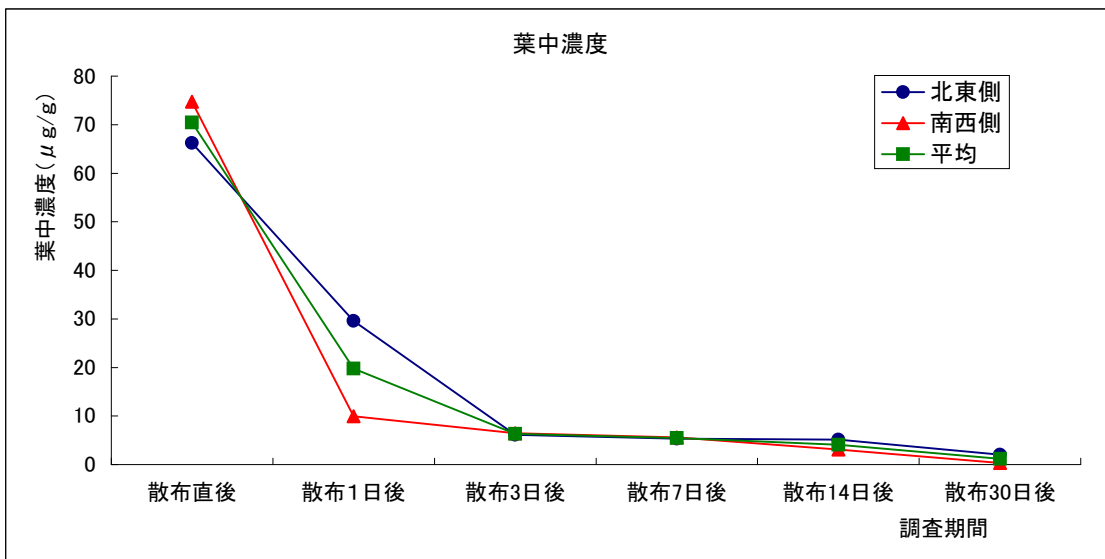


図6 散布区域内における葉中濃度

別添

参考資料1：気中濃度の分析方法

参考資料2：土壌の分析方法

参考資料3：葉の分析方法

参考資料4：落下量の分析方法

【参考資料1】 気中濃度の分析方法

1. 試薬及び機器

大気捕集ポンプ	: 柴田科学 $\Sigma-300$ 、500
大気捕集管	: 12.7 mm (内径)
捕集管充填材	: GL Science TENAX TA (60/80mesh)
グリホサート標準品	: 和光純薬 残留農薬試験用
アセトン	: 関東化学 特級
メタノール	: 和光純薬 高速液体クロマトグラフ用
酢酸エチル、四ホウ酸ナトリウム、リン酸二水素カリウム	: 和光純薬 特級
9-フルオレニルメチルクロロホルマー	: 和光純薬 ペプチド合成用
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	: 島津製作所 GC-2014 (FPD)
オートインジェクター	: 島津製作所 AOC-20i+s
データ処理装置	: 島津製作所 GC Solution

2. 高速液体クロマトグラフ条件

分離カラム	: GL-Science Pertsil-10 SAX $\phi 4.6$ mm \times 25 cm(5 μ m)
移動相組成	: メタノール/0.1 mol/Lリン酸二水素カリウム = 1/4(v/v)
注入量	: 20 μ L
移動相流速	: 1.0 mL/min
カラムオープン温度	: 40°C
励起波長	: 254 nm
測定波長	: 315 nm

3. 検量線の作成

グリホサート標準品25mg (純度100%として) を50 mL容のメスフラスコにとり、精製水で定容して500 mg/L溶液とする。これを精製水で希釈して0.002、0.005、0.01、0.02及び0.05 mg/L溶液を調製する。

それぞれを共栓付試験管に5 mLとり、0.5 mol/L 四ホウ酸ナトリウム溶液0.5 mLを加えて振り混ぜる。これに0.1% 9-フルオレニルメチルクロロホルマーアセトン溶液5 mLを加えた後振り混ぜ、栓をして室温で20分間放置する。この溶液に酢酸エチル10 mLを加え、1分間激しく振とうし、暫時放置した後、水層を分取して試験溶液とする。

この試験用液20 μ Lを前記条件に設定した高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高さ、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。

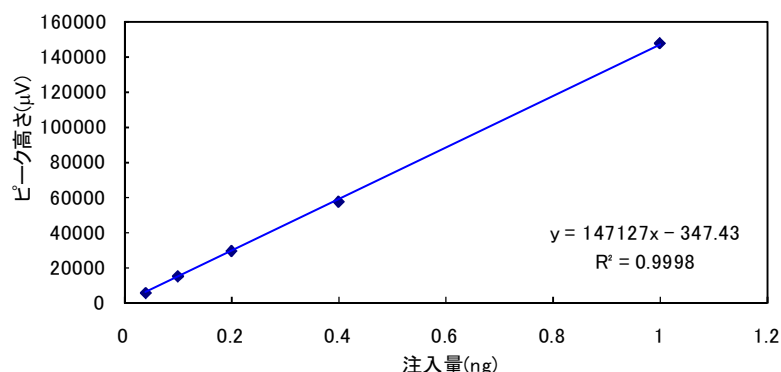


図1 グリホサート誘導体化物の検量線の一例

4. 分析操作

捕集管の上部から精製水1 mLを加え、約1分間充填材となじませる。続いて精製水4 mLを加え、気泡を抜いた後に自然落下で溶出させ、共栓付試験管にうける。精製水を加えて5 mLとした後、0.5 mol/L 四ホウ酸ナトリウム溶液0.5 mLを加えて振り混ぜる。これに0.1% 9-フルオレニルメチルククロホルマーアセトン溶液5 mLを加えた後振り混ぜ、栓をして室温で20分間放置する。この溶液に酢酸エチル10 mLを加え、1分間激しく振とうし、暫時放置した後、水層を分取して試験溶液とする。

この試験用液20 μLを前記条件に設定した高速液体クロマトグラフに注入し、得られたピーク高さから検量線よりグリホサート誘導体化物の量を求め、濃度を算出する。

5. 検出限界

次の計算式をもとに検出限界値を算出した。

$$\frac{\text{最小検出量}(\mu\text{g})}{\text{LC注入量}(\text{mL})} \times \frac{\text{試料液量}(\text{mL})}{\text{大気捕集量}(\text{m}^3)} = \text{検出限界値}(\mu\text{g}/\text{m}^3)$$

試料ごとに大気捕集量が異なるため検出限界値は試料により若干異なるが、各測定物質について90Lもしくは180L吸引した場合の例を示す。

i) 大気捕集量90Lの場合

$$\frac{\frac{0.04}{1000} \mu\text{g}(\text{最小検出量}) \times 5 \text{ mL}(\text{最終液量})}{\frac{20}{1000} \text{ mL}(\text{注入量}) \times \frac{90}{1000} \text{ m}^3(\text{大気捕集量})} = 0.11 \mu\text{g}/\text{m}^3$$

$$\approx 0.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$$

ii) 大気捕集量180Lの場合

$$\frac{\frac{0.04}{1000} \mu\text{g (最小検出量)} \times 5 \text{ mL (最終液量)}}{\frac{20}{1000} \text{ mL (注入量)} \times \frac{180}{1000} \text{ m}^3 \text{ (大気捕集量)}} = 0.056 \mu\text{g/m}^3$$
$$\doteq 0.06 \mu\text{g/m}^3$$

【参考資料2】 土壌の分析方法

1. 試薬及び機器

グリホサート標準品	: 和光純薬 残留農薬試験用
アセトン、アンモニア水	: 関東化学 特級
アセトニトリル	: 関東化学 高速液体クロマトグラフ用
酢酸エチル、四ホウ酸ナトリウム、リン酸二水素カリウム	: 和光純薬 特級
9-フルオレニルメチルクロロホルマー	: 和光純薬 ペプチド合成用
ろ紙	: ADVANTEC FILTER PAPER No. 5 φ9cm
ロータリーエバポレーター	: 東京理化工機 N-1

高速液体クロマトグラフシステム

高速液体クロマトグラフ	: 島津製作所 LC-10Aシリーズ
分光蛍光検出器	: 島津製作所 RF-10A _{XL}
データ処理装置	: 島津製作所 C-R8A

2. 高速液体クロマトグラフ条件

分離カラム	: GL-Science Pertsil-10 SAX φ4.6 mm×25 cm(5 μm)
移動相組成	: アセトニトリル/0.03 mol/Lリン酸二水素カリウム = 3/7(v/v)
注入量	: 20 μL
移動相流速	: 1.1 mL/min
カラムオープン温度	: 40°C
励起波長	: 254 nm
測定波長	: 315 nm

3. 検量線の作成

グリホサート標準品25mg(純度100%として)を50 mL容のメスフラスコにとり、精製水で定容して500 mg/L溶液とする。これを精製水で希釈して0.001、0.002、0.005、0.01、0.02及び0.05 mg/L溶液を調製する。

それぞれを共栓付試験管に5 mLとり、0.5 mol/L 四ホウ酸ナトリウム溶液0.5 mLを加えて振り混ぜる。これに0.1% 9-フルオレニルメチルクロロホルマーアセトン溶液5 mLを加えた後振り混ぜ、栓をして室温で20分間放置する。この溶液に酢酸エチル10 mLを加え、1分間激しく振とうし、暫時放置した後、水層を分取して試験溶液とする。

この試験用液20 μLを前記条件に設定した高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高さ、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。

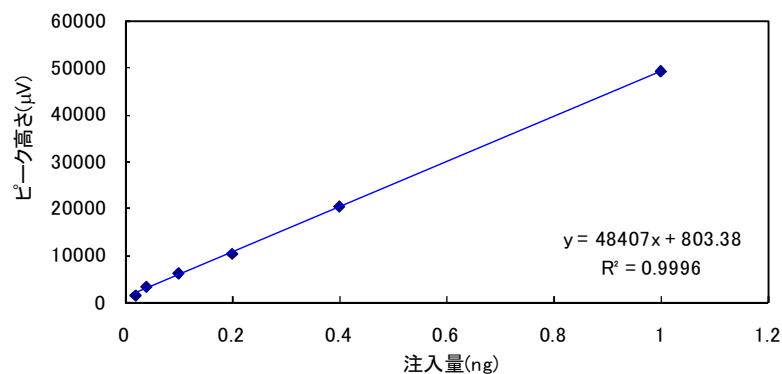


図1 グリホサート誘導体化物の検量線の一例

4. 分析操作

① 前処理

採取試料を2 mm目のふるいを通したものを試料とする。

② 抽出

試料20 g及び1%アンモニア水100 mLを溶出容器に入れ、30分間振とうする。洗液を遠心分離した後上澄み液を吸引ろ過し、ろ液をとる。土を抽出容器に戻し、1%アンモニア水80 mLを加えたのち同様の操作を繰り返し、ろ液と合わせる。これに1%アンモニア水を加えて200 mLとする。

③ 誘導体化

抽出液5 mLをとり、50℃以下でロータリーエバポレーターを用いてアンモニア水を留去する。残液を共栓付試験管に洗い移し、精製水を加えて5 mLとする。0.5 mol/L 四ホウ酸ナトリウム溶液0.5 mLを加えて振り混ぜる。これに0.1% 9-フルオレニルメチルクロロホルマーアセトン溶液5 mLを加えた後振り混ぜ、栓をして室温で20分間放置する。この溶液に酢酸エチル10 mLを加え、1分間激しく振とうし、暫時放置した後、水層を分取して試験溶液とする。

④ 定量

この試験用液20 µLを前記条件に設定した高速液体クロマトグラフに注入し、得られたピーク高さから検量線よりグリホサート誘導体化物の量を求め、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。

$$\frac{\frac{0.02}{1000} \text{ µg(最小検出量)} \times 5 \text{ mL(最終液量)}}{\frac{20}{1000} \text{ mL(注入量)} \times 0.5 \text{ g(採取試料)}} = 0.01 \text{ µg/g}$$

【参考資料3】 葉（雑草）の分析方法

1. 試薬及び機器

グリホサート標準品	: 和光純薬 残留農薬試験用
アセトン、アンモニア水	: 関東化学 特級
アセトニトリル	: 関東化学 高速液体クロマトグラフ用
酢酸エチル、四ホウ酸ナトリウム、リン酸二水素カリウム	: 和光純薬 特級
9-フルオレニルメチルクロロホルマー	: 和光純薬 ペプチド合成用
ろ紙	: ADVANTEC FILTER PAPER No. 5 φ9cm
ロータリーエバポレーター	: 東京理化工機 N-1

高速液体クロマトグラフシステム

高速液体クロマトグラフ	: 島津製作所 LC-10Aシリーズ
分光蛍光検出器	: 島津製作所 RF-10A _{XL}
データ処理装置	: 島津製作所 C-R8A

2. 高速液体クロマトグラフ条件

分離カラム	: GL-Science Pertsil-10 SAX φ4.6 mm×25 cm(5 μm)
移動相組成	: アセトニトリル/0.03 mol/Lリン酸二水素カリウム = 3/7(v/v)
注入量	: 20 μL
移動相流速	: 1.1 mL/min
カラムオープン温度	: 40°C
励起波長	: 254 nm
測定波長	: 315 nm

3. 検量線の作成

グリホサート標準品25mg（純度100%として）を50 mL容のメスフラスコにとり、精製水で定容して500 mg/L溶液とする。これを精製水で希釈して0.001、0.002、0.005、0.01、0.02及び0.05 mg/L溶液を調製する。

それぞれを共栓付試験管に5 mLとり、0.5 mol/L 四ホウ酸ナトリウム溶液0.5 mLを加えて振り混ぜる。これに0.1% 9-フルオレニルメチルクロロホルマーアセトン溶液5 mLを加えた後振り混ぜ、栓をして室温で20分間放置する。この溶液に酢酸エチル10 mLを加え、1分間激しく振とうし、暫時放置した後、水層を分取して試験溶液とする。

この試験用液20 μLを前記条件に設定した高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高さ、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。

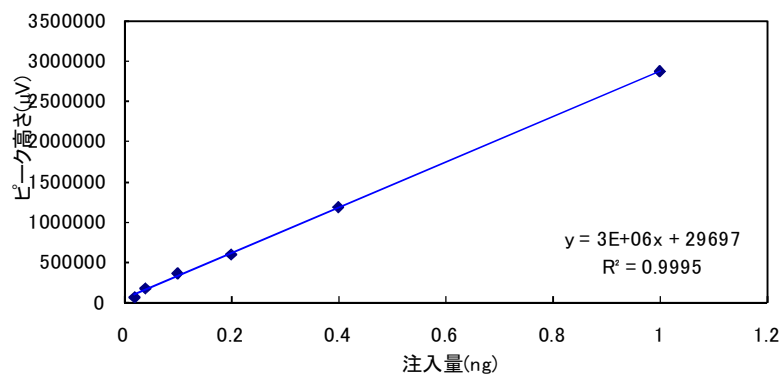


図1 グリホサート誘導体化物の検量線の一例

4. 分析操作

① 前処理

採取試料を1~2 cm程度の大きさに裁断したものを試料とする。

② 抽出

試料20 g及び1%アンモニア水100 mLを溶出容器に入れ、30分間振とうする。洗液を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。葉を抽出容器に戻し、1%アンモニア水80 mLを加えたのち同様の操作を繰り返し、ろ液と合わせる。これに1%アンモニア水を加えて200 mLとする。

③ 誘導体化

抽出液5 mLをとり、50℃以下でロータリーエバポレーターを用いてアンモニア水を留去する。残液を共栓付試験管に洗い移し、精製水を加えて5 mLとする。0.5 mol/L 四ホウ酸ナトリウム溶液0.5 mLを加えて振り混ぜる。これに0.1% 9-フルオレニルメチルクロロホルマーアセトン溶液5 mLを加えた後振り混ぜ、栓をして室温で20分間放置する。この溶液に酢酸エチル10 mLを加え、1分間激しく振とうし、暫時放置した後、水層を分取して試験溶液とする。

④ 定量

この試験用液20 µLを前記条件に設定した高速液体クロマトグラフに注入し、得られたピーク高さから検量線よりグリホサート誘導体化物の量を求め、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。

$$\frac{\frac{0.02}{1000} \text{ µg (最小検出量)} \times 5 \text{ mL (最終液量)}}{\frac{20}{1000} \text{ mL (注入量)} \times 0.5 \text{ g (採取試料)}} = 0.01 \text{ µg/g}$$

【参考資料4】落下量の分析方法

1. 試薬及び機器

グリホサート標準品	: 和光純薬 残留農薬試験用
アセトン	: 関東化学 特級
メタノール	: 和光純薬 高速液体クロマトグラフ用
酢酸エチル、四ホウ酸ナトリウム、リン酸二水素カリウム	: 和光純薬 特級
9-フルオレニルメチルクロロホルマー	: 和光純薬 ペプチド合成用
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

高速液体クロマトグラフシステム

高速液体クロマトグラフ	: 島津製作所 LC-10Aシリーズ
分光蛍光検出器	: 島津製作所 RF-10A _{XL}
データ処理装置	: 島津製作所 C-R8A

2. 高速液体クロマトグラフ条件

分離カラム	: GL-Science Pertsil-10 SAX φ4.6 mm×25 cm(5 μm)
移動相組成	: メタノール/0.1 mol/Lリン酸二水素カリウム = 1/4(v/v)
注入量	: 20 μL
移動相流速	: 1.0 mL/min
カラムオープン温度	: 40°C
励起波長	: 254 nm
測定波長	: 315 nm

3. 検量線の作成

グリホサート標準品25mg（純度100%として）を50 mL容のメスフラスコにとり、精製水で定容して500 mg/L溶液とする。これを精製水で希釈して0.002、0.005、0.01、0.02及び0.05 mg/L溶液を調製する。

それぞれを共栓付試験管に5 mLとり、0.5 mol/L 四ホウ酸ナトリウム溶液0.5 mLを加えて振り混ぜる。これに0.1% 9-フルオレニルメチルクロロホルマーアセトン溶液5 mLを加えた後振り混ぜ、栓をして室温で20分間放置する。この溶液に酢酸エチル10 mLを加え、1分間激しく振とうし、暫時放置した後、水層を分取して試験溶液とする。

この試験用液20 μLを前記条件に設定した高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高さ、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。

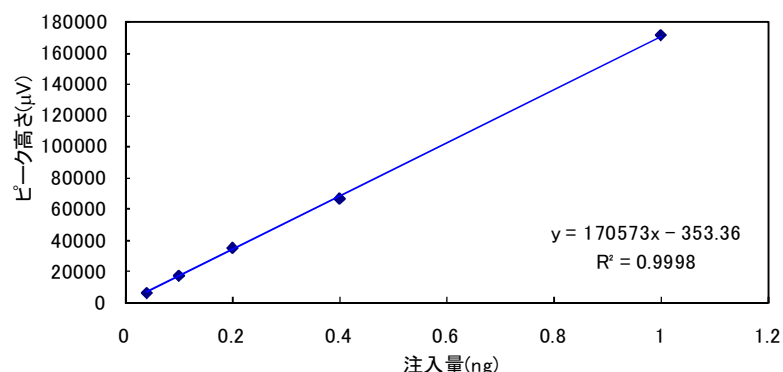


図1 グリホサート誘導体化物の検量線の一例

4. 分析操作

スクリーバイアル瓶にろ紙と精製水50mLを入れ、20分間超音波抽出する。抽出液を精製水でナス型フラスコに洗い移し、再び5分間超音波抽出する。50℃以下でロータリーエバポレーターを用いて約1mLになるまで水を留去する。

残液を共栓付試験管に洗い移し5 mLとする。0.5 mol/L 四ホウ酸ナトリウム溶液0.5 mLを加えて振り混ぜる。これに0.1% 9-フルオレニルメチルクロロホルムアセトン溶液5 mLを加えた後振り混ぜ、栓をして室温で20分間放置する。この溶液に酢酸エチル10 mLを加え、1分間激しく振とうし、暫時放置した後、水層を分取して試験溶液とする。

この試験用液20 μLを前記条件に設定した高速液体クロマトグラフに注入し、得られたピーク高さから検量線よりグリホサート誘導体化物の量を求め、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。

$$\frac{\frac{0.04}{1000} \mu\text{g}(\text{最小検出量}) \times 5.0 \text{ mL}(\text{最終液量})}{\frac{20}{1000} \text{ mL}(\text{注入量}) \times 0.0127 \text{ m}^2(\text{ろ紙2枚の面積}^*)} \doteq 0.8 \text{ mg/m}^2$$

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