



土壤採土器(5cm用)



土壤の採取状況



葉の採取状況



散布区域の安全確保



散布ノズル



散布ノズル



ポンプ

タンク

写真3 土壤、葉採取状況及び散布ノズル等



散布区域の北側の道路からの散布



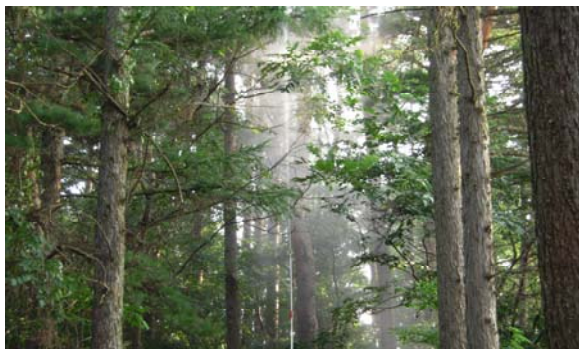
散布区域の南側の道路からの散布



散布区域の北側の道路からの散布



散布区域内での散布



散布区域内での散布



散布区域の南側からの散布



散布区域の南東側からの散布



散布区域内における薬剤の落下状況

写真4 散布状況及び落下状況

表4 気中濃度調査における大気の捕集時刻及び吸引量

調査時期			A							
			高さ0.2m				高さ1.5m			
			実施時刻	吸引時間	吸引量	毎分吸引量	実施時刻	吸引時間	吸引量	毎分吸引量
8/11	散布前	13時30分	13:30~14:30	60	218	3.63	13:30~14:30	60	183	3.05
8/12	散布当日	散布中	7:00~7:30	30	106	3.53	7:00~7:30	30	91	3.03
		散布直後	7:37~8:07	30	105	3.50	7:37~8:07	30	91	3.03
		1時間後	8:30~9:30	60	218	3.63	8:30~9:30	60	183	3.05
		3時間後	10:30~11:30	60	223	3.72	10:30~11:30	60	183	3.05
		6時間後	13:30~14:30	60	225	3.75	13:30~14:30	60	183	3.05
8/13	散布1日後	13時30分	13:30~14:30	60	222	3.70	13:30~14:30	60	183	3.05

調査時期			B							
			高さ0.2m				高さ1.5m			
			実施時刻	吸引時間	吸引量	毎分吸引量	実施時刻	吸引時間	吸引量	毎分吸引量
8/11	散布前	13時30分	13:30~14:30	60	218	3.63	13:30~14:30	60	182	3.03
8/12	散布当日	散布中	7:00~7:30	30	108	3.60	7:00~7:30	30	90	3.00
		散布直後	7:30~8:00	30	99	3.30	7:30~8:00	30	91	3.03
		1時間後	8:30~9:30	60	220	3.67	8:30~9:30	60	183	3.05
		3時間後	10:30~11:30	60	218	3.63	10:30~11:30	60	182	3.03
		6時間後	13:30~14:30	60	221	3.68	13:30~14:30	60	182	3.03
8/13	散布1日後	13時30分	13:30~14:30	60	221	3.68	13:30~14:30	60	182	3.03

調査時期			C							
			高さ0.2m				高さ1.5m			
			実施時刻	吸引時間	吸引量	毎分吸引量	実施時刻	吸引時間	吸引量	毎分吸引量
8/11	散布前	13時30分	13:31~14:31	60	215	3.58	13:31~14:31	60	183	3.05
8/12	散布当日	散布中	7:00~7:30	30	102	3.40	7:00~7:30	30	91	3.03
		散布直後	7:34~8:04	30	103	3.43	7:34~8:04	30	91	3.03
		1時間後	8:30~9:30	60	211	3.52	8:30~9:30	60	183	3.05
		3時間後	10:30~11:30	60	213	3.55	10:30~11:30	60	183	3.05
		6時間後	13:30~14:30	60	218	3.63	13:30~14:30	60	183	3.05
8/13	散布1日後	13時30分	13:30~14:30	60	213	3.55	13:30~14:30	60	184	3.07

表5 各調査農薬の気中濃度

①フェニトロチオン

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

調査時期			散布区域内					
			A		B		C	
			高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m
8/11	散布前	13時30分	<0.01	<0.02	<0.01	<0.02	<0.01	<0.02
8/12	散布当日	散布中	3.00(<0.03)	2.28(<0.03)	3.58(<0.03)	0.90(<0.03)	3.63(<0.03)	2.06(<0.03)
		散布直後	4.63(<0.03)	2.35(<0.03)	4.25(<0.03)	2.43(<0.03)	2.75(<0.03)	—
		1時間後	3.83(<0.01)	2.46(<0.01)	5.08(<0.01)	2.92(<0.01)	2.44(<0.01)	2.21(<0.01)
		3時間後	3.00(<0.01)	2.22(<0.01)	3.61(<0.01)	1.99(<0.01)	1.58(<0.01)	0.93(<0.01)
		6時間後	0.72(<0.01)	1.36(<0.01)	0.49(<0.01)	1.19(<0.01)	0.12(<0.01)	0.63(<0.01)
8/13	散布1日後	13時30分	0.28(<0.01)	0.20(<0.01)	0.23(<0.01)	0.14(<0.01)	0.16(<0.01)	0.06(<0.01)

—: 器材不具合により調査実施せず、カッコ内の数値: 各試料における検出限界値を示す

②トリクロロホン

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

調査時期			散布区域内					
			A		B		C	
			高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m
8/11	散布前	13時30分	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
8/12	散布当日	散布中	2.4(<0.3)	1.9(<0.3)	1.8(<0.3)	5.2(<0.3)	5.5(<0.3)	3.1(<0.3)
		散布直後	12(<0.3)	4.0(<0.3)	6.3(<0.3)	4.4(<0.3)	6.4(<0.3)	—
		1時間後	3.8(<0.1)	2.7(<0.1)	3.4(<0.1)	2.2(<0.1)	4.0(<0.1)	4.6(<0.1)
		3時間後	2.4(<0.1)	2.4(<0.1)	3.6(<0.1)	2.0(<0.1)	2.3(<0.1)	1.8(<0.1)
		6時間後	1.6(<0.1)	2.0(<0.1)	0.9(<0.1)	3.2(<0.1)	0.7(<0.1)	1.4(<0.1)
8/13	散布1日後	13時30分	0.2(<0.1)	0.3(<0.1)	0.3(<0.1)	0.2(<0.1)	0.1(<0.1)	<0.1

—: 器材不具合により調査実施せず、カッコ内の数値: 各試料における検出限界値を示す

③ジクロロボス

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

調査時期			散布区域内					
			A		B		C	
			高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m
8/11	散布前	13時30分	<0.01	<0.02	<0.01	<0.02	<0.01	<0.02
8/12	散布当日	散布中	3.00(<0.03)	2.26(<0.03)	4.30(<0.03)	0.71(<0.03)	3.26(<0.03)	1.51(<0.03)
		散布直後	2.59(<0.03)	1.35(<0.03)	2.85(<0.03)	1.82(<0.03)	1.67(<0.03)	—
		1時間後	0.96(<0.01)	0.68(<0.01)	1.30(<0.01)	0.84(<0.01)	0.87(<0.01)	0.61(<0.01)
		3時間後	0.51(<0.01)	0.45(<0.01)	1.02(<0.01)	0.44(<0.01)	0.43(<0.01)	0.25(<0.01)
		6時間後	0.11(<0.01)	0.21(<0.01)	0.05(<0.01)	0.21(<0.01)	0.03(<0.01)	0.11(<0.01)
8/13	散布1日後	13時30分	0.03(<0.01)	0.02(<0.01)	0.04(<0.01)	0.02(<0.01)	0.02(<0.01)	0.02(<0.01)

—: 器材不具合により調査実施せず、カッコ内の数値: 各試料における検出限界値を示す

④エトフェンプロックス

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

調査時期			散布区域内					
			A		B		C	
			高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m
8/11	散布前	13時30分	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
8/12	散布当日	散布中	0.03(<0.02)	0.06(<0.02)	0.05(<0.02)	0.13(<0.02)	0.05(<0.02)	<0.02
		散布直後	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	—
		1時間後	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
		3時間後	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
		6時間後	<0.01	<0.01	0.03(<0.01)	<0.01	<0.01	<0.01
8/13	散布1日後	13時30分	<0.01	<0.01	0.02(<0.01)	<0.01	<0.01	<0.01

—: 器材不具合により調査実施せず、カッコ内の数値: 各試料における検出限界値を示す

⑤イソキサチオン

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

調査時期			散布区域内					
			A		B		C	
			高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m
8/11	散布前	13時30分	<0.01	<0.02	<0.01	<0.02	<0.01	<0.02
8/12	散布当日	散布中	0.63(<0.03)	0.66(<0.03)	0.81(<0.03)	0.97(<0.03)	0.91(<0.03)	0.24(<0.03)
		散布直後	0.75(<0.03)	0.32(<0.03)	0.61(<0.03)	0.37(<0.03)	0.39(<0.03)	—
		1時間後	1.01(<0.01)	0.56(<0.01)	1.35(<0.01)	0.67(<0.01)	0.55(<0.01)	0.42(<0.01)
		3時間後	1.19(<0.01)	0.80(<0.01)	1.07(<0.01)	0.72(<0.01)	0.50(<0.01)	0.24(<0.01)
		6時間後	0.46(<0.01)	0.96(<0.01)	0.28(<0.01)	0.61(<0.01)	0.07(<0.01)	0.34(<0.01)
8/13	散布1日後	13時30分	0.29(<0.01)	0.19(<0.01)	0.20(<0.01)	0.19(<0.01)	0.12(<0.01)	0.05(<0.01)

—: 器材不具合により調査実施せず、カッコ内の数値: 各試料における検出限界値を示す

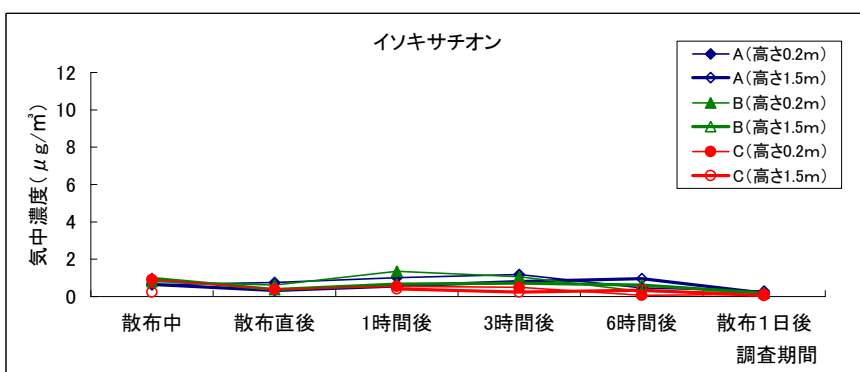
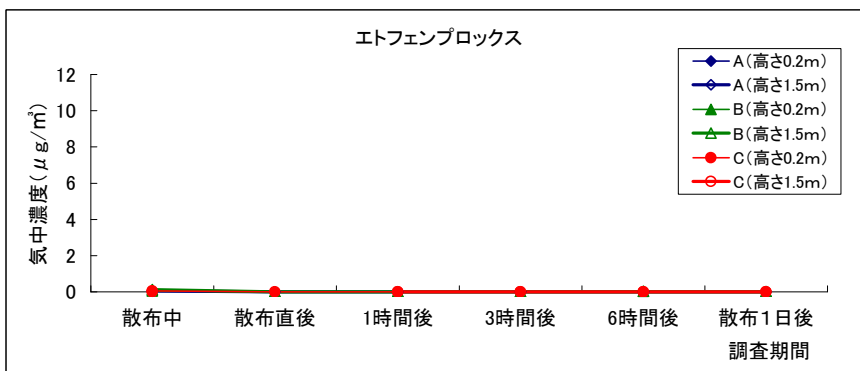
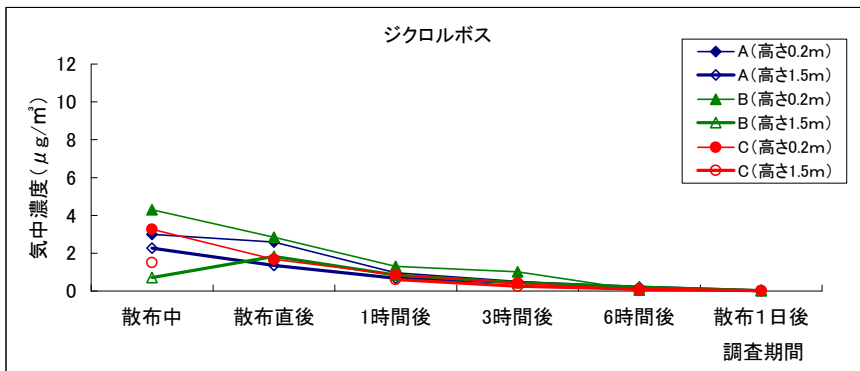
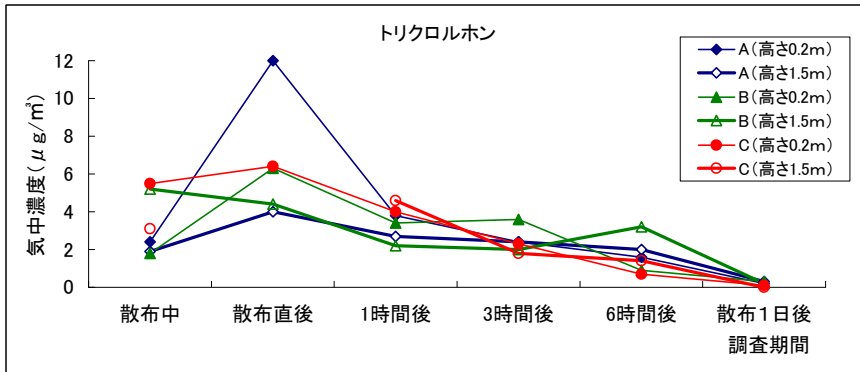
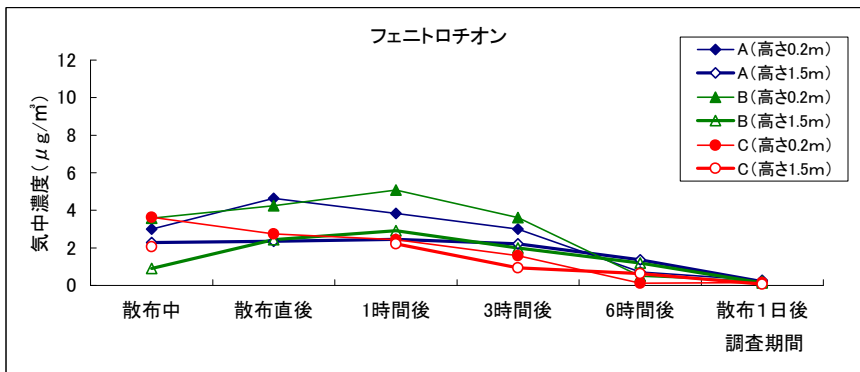


図2 各調査農薬の気中濃度

表6 各調査農薬の土壌中濃度

①濃度(湿試料残留濃度)

( $\mu\text{g/g}$ )

調査時期		フェニトロチオン濃度			トリクロルホン濃度		
		A	B	C	A	B	C
8/11	散布前日	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
8/12	散布当日						
	散布直後	0.36	0.32	0.25	<0.01	<0.01	<0.01
8/13	散布1日後	0.26	0.43	0.39	<0.01	<0.01	<0.01
8/14	散布2日後	0.40	0.26	0.11	<0.01	<0.01	<0.01
8/17	散布5日後	0.28	0.47	0.15	<0.01	<0.01	<0.01
8/19	散布7日後	0.24	0.19	0.23	<0.01	<0.01	<0.01
8/26	散布14日後	0.17	0.25	0.15	<0.01	<0.01	<0.01

調査時期		ジクロルボス濃度			エトフェンプロックス濃度		
		A	B	C	A	B	C
8/11	散布前日	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
8/12	散布当日						
	散布直後	0.27	0.26	0.15	0.06	0.06	0.04
8/13	散布1日後	0.16	0.27	0.22	0.04	0.07	0.05
8/14	散布2日後	0.30	0.16	0.09	0.06	0.05	0.02
8/17	散布5日後	0.21	0.20	0.08	0.06	0.08	0.03
8/19	散布7日後	0.14	0.11	0.09	0.04	0.04	0.04
8/26	散布14日後	0.04	<0.01	0.01	0.05	0.07	0.03

調査時期		イソキサチオン濃度		
		A	B	C
8/11	散布前日	<0.01	<0.01	<0.01
8/12	散布当日			
	散布直後	0.64	0.62	0.38
8/13	散布1日後	0.36	0.57	0.50
8/14	散布2日後	0.59	0.47	0.22
8/17	散布5日後	0.64	0.89	0.28
8/19	散布7日後	0.37	0.50	0.46
8/26	散布14日後	0.48	1.01	0.38

②土壌含水率

調査時期		土壌含水率(%)		
		A	B	C
8/11	散布前日	20.8	20.6	22.0
8/12	散布当日			
	散布直後	21.2	19.9	21.7
8/13	散布1日後	30.7	20.9	20.5
8/14	散布2日後	20.2	20.7	22.4
8/17	散布5日後	20.8	20.8	22.0
8/19	散布7日後	18.5	18.5	21.0
8/26	散布14日後	21.5	21.4	21.4

表6 各調査農薬の土壌中濃度(続き)

③濃度(乾試料換算残留濃度)

( $\mu\text{g/g}$ )

調査時期		フェニトロチオン濃度			トリクロルホン濃度		
		A	B	C	A	B	C
8/11	散布前日	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
8/12	散布当日						
	散布直後	0.46	0.40	0.32	<0.02	<0.02	<0.02
8/13	散布1日後	0.33	0.54	0.49	<0.02	<0.02	<0.02
8/14	散布2日後	0.50	0.33	0.14	<0.02	<0.02	<0.02
8/17	散布5日後	0.35	0.59	0.19	<0.02	<0.02	<0.02
8/19	散布7日後	0.29	0.23	0.29	<0.02	<0.02	<0.02
8/26	散布14日後	0.22	0.32	0.19	<0.02	<0.02	<0.02

調査時期		ジクロルボス濃度			エトフェンプロックス濃度		
		A	B	C	A	B	C
8/11	散布前日	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02
8/12	散布当日						
	散布直後	0.34	0.32	0.19	0.08	0.07	0.05
8/13	散布1日後	0.20	0.34	0.28	0.05	0.09	0.06
8/14	散布2日後	0.38	0.20	0.12	0.08	0.06	0.03
8/17	散布5日後	0.27	0.25	0.10	0.08	0.10	0.04
8/19	散布7日後	0.17	0.23	0.11	0.05	0.05	0.05
8/26	散布14日後	0.05	<0.02	0.01	0.06	0.09	0.04

調査時期		イソキサチオン濃度		
		A	B	C
8/11	散布前日	<0.02	<0.02	<0.02
8/12	散布当日			
	散布直後	0.81	0.77	0.49
8/13	散布1日後	0.45	0.72	0.63
8/14	散布2日後	0.74	0.59	0.28
8/17	散布5日後	0.81	1.12	0.36
8/19	散布7日後	0.45	0.61	0.58
8/26	散布14日後	0.61	1.28	0.48

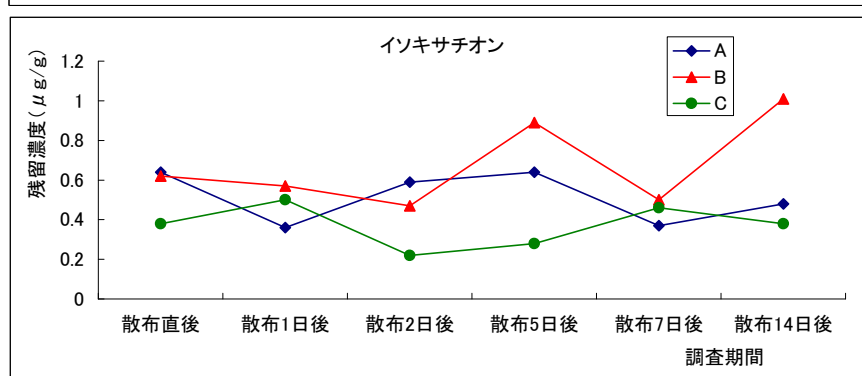
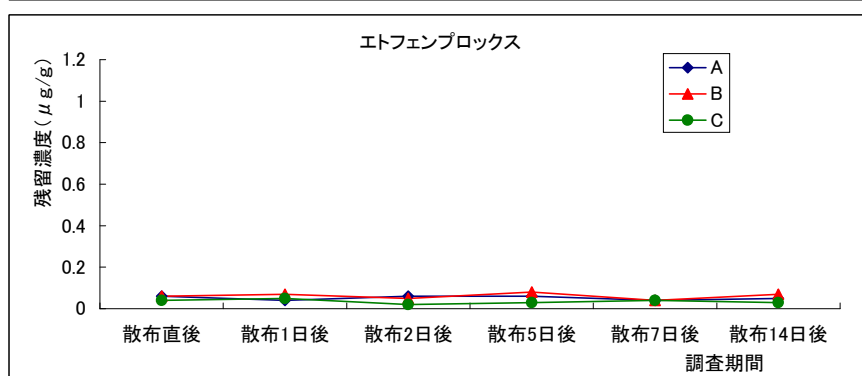
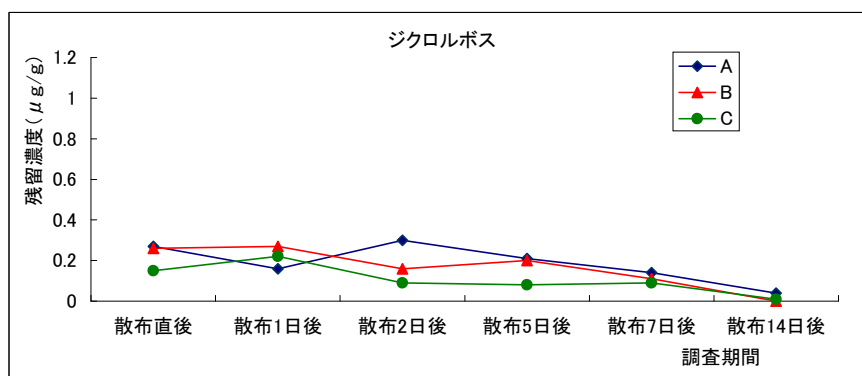
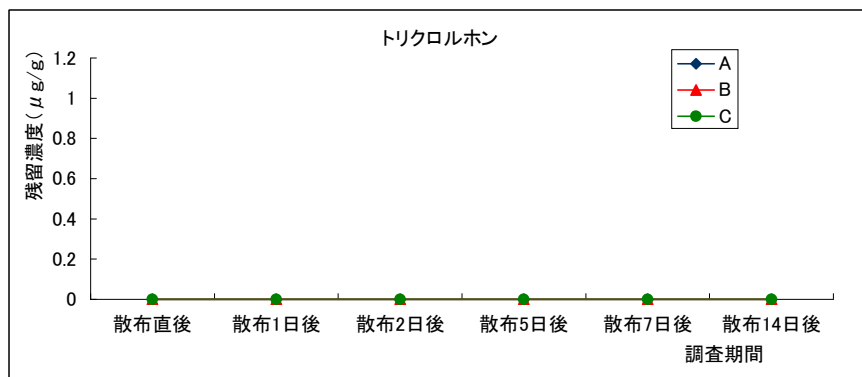
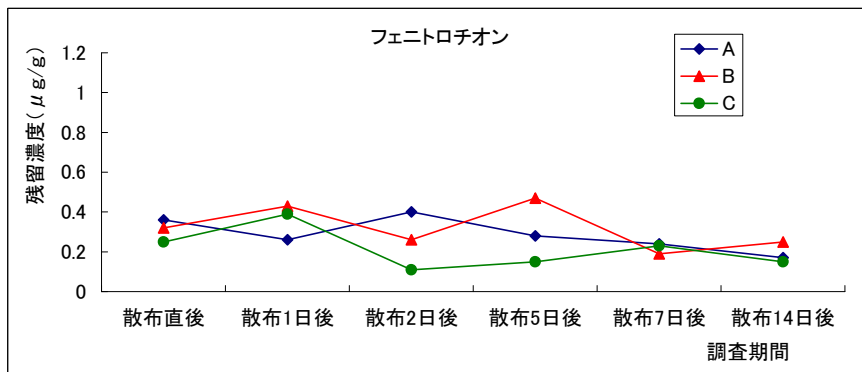


図3 各調査農薬の土壌中濃度



表7 各調査農薬の葉への付着量

①付着量 ( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ )

調査時期	フェネトロチオン濃度			トリクロルホン濃度			
	A	B	C	A	B	C	
8/11	散布前日	<0.0002	<0.0002	<0.0002	<0.0002	<0.0002	
8/12	散布当日						
	散布直後	0.847	0.731	0.814	1.02	0.529	0.618
8/13	散布1日後	0.176	0.154	0.225	0.197	0.195	
8/14	散布2日後	0.105	0.0647	0.150	0.118	0.045	0.132
8/17	散布5日後	0.0180	0.0302	0.0366	0.0385	0.0223	0.0285
8/19	散布7日後	0.0218	0.0151	0.0416	0.0403	0.0217	0.0397
8/26	散布14日後	0.0121	0.0023	0.0151	0.0383	0.0391	0.0285

( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ )

調査時期	ジクロロポス濃度			エトフェンプロックス濃度			
	A	B	C	A	B	C	
8/11	散布前日	<0.0002	<0.0002	<0.0002	<0.0002	<0.0002	
8/12	散布当日						
	散布直後	0.0126	0.0200	0.0378	0.0680	0.0558	0.0623
8/13	散布1日後	0.0032	0.0020	0.0056	0.0687	0.0387	0.0634
8/14	散布2日後	0.0010	0.0005	0.0038	0.0617	0.0385	0.0771
8/17	散布5日後	0.0004	0.0005	0.0006	0.0416	0.0355	0.0312
8/19	散布7日後	0.0008	0.0003	0.0008	0.0466	0.0256	0.0519
8/26	散布14日後	0.0006	0.0005	0.0004	0.0434	0.0365	0.0328

( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ )

調査時期	イソキサチオン濃度			
	A	B	C	
8/11	散布前日	<0.0002	<0.0002	<0.0002
8/12	散布当日			
	散布直後	1.02	0.937	1.06
8/13	散布1日後	0.566	0.557	0.800
8/14	散布2日後	0.609	0.445	0.284
8/17	散布5日後	0.521	0.383	0.358
8/19	散布7日後	0.269	0.238	0.272
8/26	散布14日後	0.407	0.313	0.250

②葉の分析重量及び表面積(片面)

調査時期	分析重量(g)			表面積( $\text{cm}^2$ )			
	A	B	C	A	B	C	
8/1	散布前日	20	20	20	1117	1186	1434
8/2	散布当日						
	散布直後	19	19	15	937	1164	1217
8/3	散布1日後	20	20	20	1251	1426	1530
8/4	散布2日後	20	20	20	962	1191	1276
8/7	散布5日後	20	20	20	1091	1290	1801
8/9	散布7日後	20	20	20	952	1393	1457
8/16	散布14日後	20	20	20	1023	772	1474

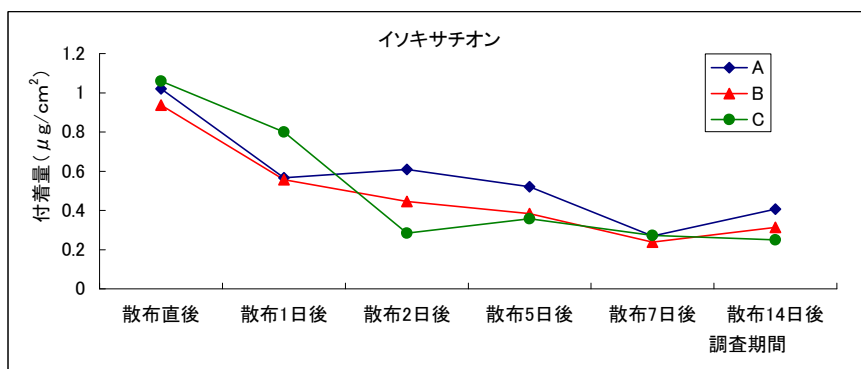
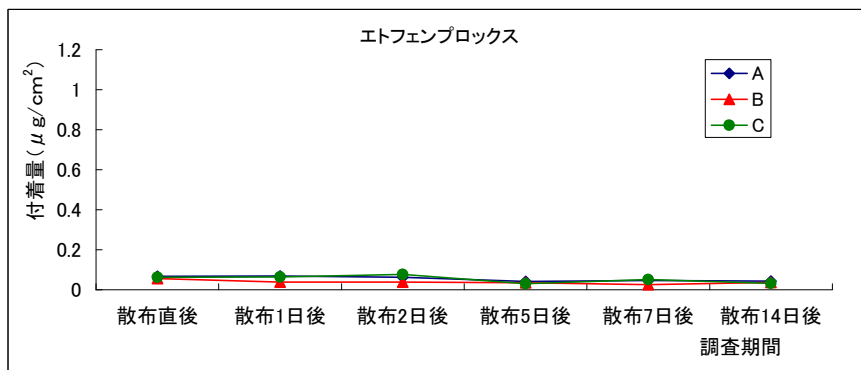
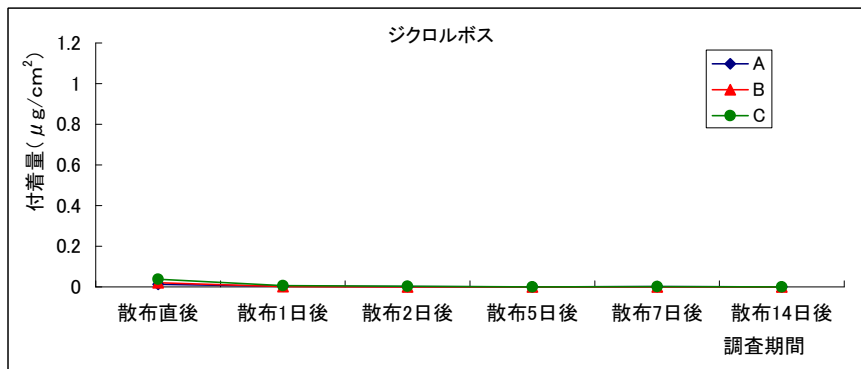
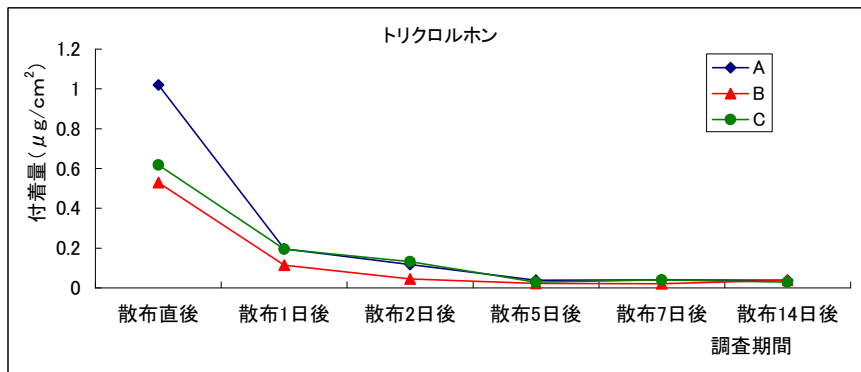
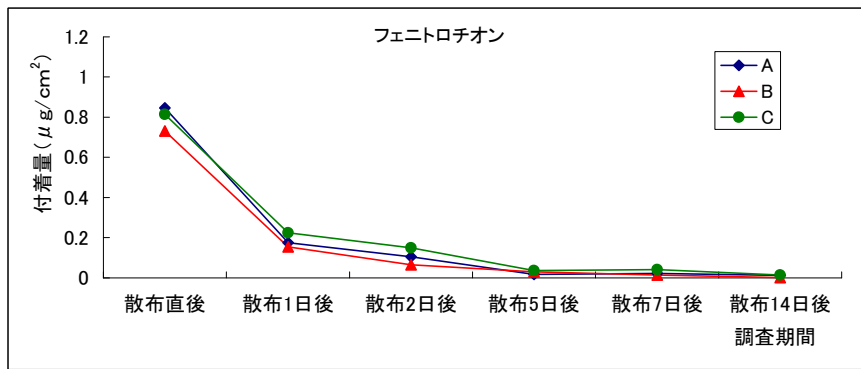


図4 各調査農薬の葉への付着量

表8 各散布農薬のろ紙への落下量

調査時期	(mg/m <sup>2</sup> ) フェニトロチオン濃度				トリクロルホン濃度			
	A	B	C	平均	A	B	C	平均
8/12 散布当日 散布中	29.9	9.78	29.0	22.9	45.4	7.93	17.8	23.7

調査時期	(mg/m <sup>2</sup> ) ジクロルボス濃度				エトフェンプロックス濃度			
	A	B	C	平均	A	B	C	平均
8/12 散布当日 散布中	5.68	2.16	4.31	4.05	3.79	0.55	1.42	1.92

調査時期	(mg/m <sup>2</sup> ) イソキサチオン濃度			
	A	B	C	平均
8/12 散布当日 散布中	45.1	17.7	45.6	36.1

表9 各調査農薬の気中濃度(平均)

調査時期	フェニトロチオン		トリクロルホン		ジクロルボス		
	高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m	
8/12 散布当日 散布中	散布中	3.40	1.75	3.23	3.40	3.52	1.49
	散布直後	3.88	1.59	8.23	2.80	2.37	1.06
	1時間後	3.78	2.53	3.73	3.17	1.04	0.71
	3時間後	2.73	1.71	2.77	2.07	0.65	0.38
	6時間後	0.44	1.06	1.07	2.20	0.06	0.18
8/13 散布1日後 13時30分	0.22	0.13	0.20	0.17	0.03	0.02	

調査時期	エトフェンプロックス		イソキサチオン		
	高さ0.2m	高さ1.5m	高さ0.2m	高さ1.5m	
8/12 散布当日 散布中	散布中	0.44	0.06	0.78	0.62
	散布直後	<0.02	<0.02	0.58	0.23
	1時間後	<0.01	<0.01	0.97	0.55
	3時間後	<0.01	<0.01	0.92	0.59
	6時間後	0.01	<0.01	0.27	0.64
8/13 散布1日後 13時30分	0.01	<0.01	0.20	0.14	

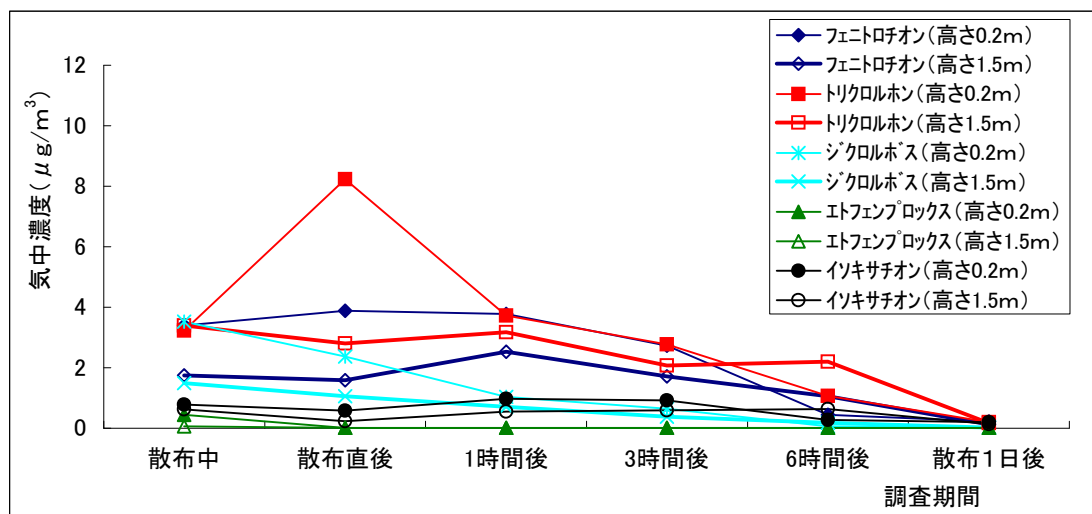


図5 各調査農薬の気中濃度

表10 各調査農薬の土壌中濃度(平均)

		(μg/g)				
		フェントロチオン	トリクロルホン	ジクロルボス	エトフェンプロックス	イソキサチオン
8/12	散布直後	0.31	<0.01	0.23	0.05	0.55
8/13	散布1日後	0.36	<0.01	0.22	0.05	0.48
8/14	散布2日後	0.26	<0.01	0.18	0.04	0.43
8/17	散布5日後	0.30	<0.01	0.16	0.06	0.60
8/19	散布7日後	0.22	<0.01	0.11	0.04	0.44
8/26	散布14日後	0.19	<0.01	0.02	0.05	0.62

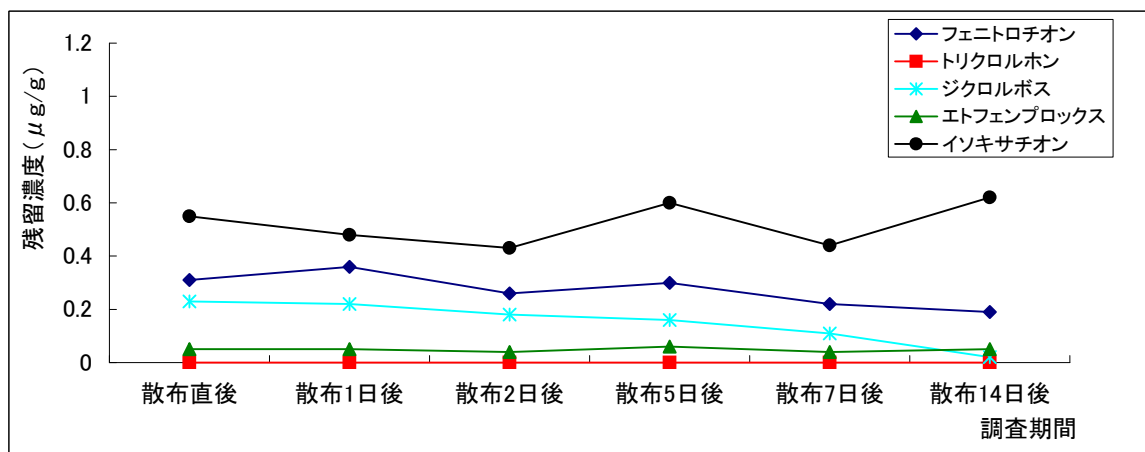


図6 各調査農薬の土壌中濃度

表11 各調査農薬の葉への付着量(平均)

		(μg/cm <sup>2</sup> )				
		フェントロチオン	トリクロルホン	ジクロルボス	エトフェンプロックス	イソキサチオン
8/12	散布直後	0.797	0.722	0.0235	0.0620	1.01
8/13	散布1日後	0.185	0.169	0.0036	0.0569	0.641
8/14	散布2日後	0.107	0.098	0.0018	0.0591	0.446
8/17	散布5日後	0.0283	0.0298	0.0005	0.0361	0.421
8/19	散布7日後	0.0262	0.0339	0.0006	0.0414	0.260
8/26	散布14日後	0.0098	0.0353	0.0005	0.0376	0.323

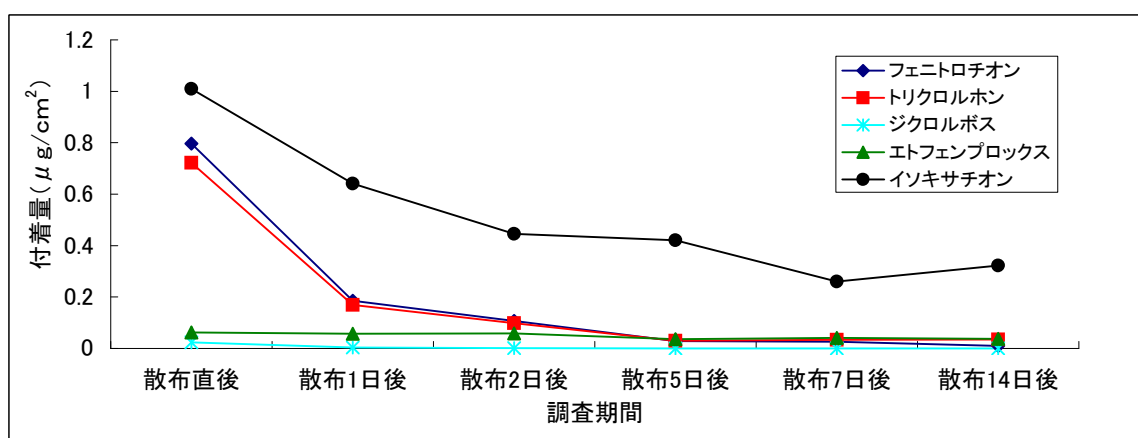


図7 各調査農薬の葉への付着量

別添

参考資料1：気中濃度の分析方法

参考資料2：落下量の分析方法

参考資料3：土壌及び葉の分析方法

## 【参考資料1】 気中濃度の分析方法

### 1. 試薬及び機器

自動大気捕集装置	: メテク AS-5000
AS-5000用大気捕集管	: 10 mm (内径) × 140 mm (長さ)
大気捕集ポンプ	: 柴田科学 Σ-500
大気捕集管	: 12.7 mm (内径)
捕集管充填材	: GL Science Tenax TA (60/80 mesh)
イソキサチオン標準品	: 和光純薬 残留農薬試験用
エトフェンプロックス	: 和光純薬 残留農薬試験用
ジクロルボス標準品	: 和光純薬 残留農薬試験用
トリクロルホン標準品	: 和光純薬 残留農薬試験用
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	: 東京理化器械 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 AOC20i+s
データ処理	: 島津製作所 GC Solution

#### ガスクロマトグラフ質量分析装置システム

ガスクロマトグラフ	: 島津製作所 GC-2010
オートインジェクター	: 島津製作所 AOC20i+s
質量分析器	: 島津製作所 QP-2010
データ処理	: 島津製作所 GCMS solution

### 2. ガスクロマトグラフ条件

- ① イソキサチオン、ジクロルボス及びフェニトロチオン  
ガスクロマトグラフ装置 : ガスクロマトグラフシステム  
カラム : J&W DB-5 φ 0.53 mmID × 30 m (膜厚 1.5 μm)  
カラム槽温度 : 100°C → 20°C/min → 300°C (5.0 min)  
注入口温度 : 250°C  
検出器温度 : 300°C  
キャリアガス (He) 流量 : 20 mL/min  
水素流量 : 95 kPa  
空気流量 : 55 kPa  
干渉フィルター : リン
- ② トリクロルホン  
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 0.53 mmID × 30 m (膜厚 1.0 μm)  
カラム槽温度 : 50°C (3.0 min) → 10°C/min → 180°C  
注入口温度 : 250°C

検出器温度 : 250℃  
 キャリアガス(He)流量 : 20 mL/min  
 水素流量 : 95 kPa  
 空気流量 : 55 kPa  
 干渉フィルター : リン

③ エトフェンプロックス

1) ガスクロマトグラフの操作条件

注入口温度 : 250℃  
 注入方法 : スプリットレス方式  
 サンプリング時間 : 1.0 min  
 カラム : Varian VF-5ms (30 m、0.25 mmID、膜厚0.25 μm)  
 カラム槽温度 : 200℃(1.0 min) → 20℃/min → 320℃(2 min)  
 キャリアガス流量 : 1.1 mL/min

2) 質量分析器の操作条件

インターフェース温度 : 250℃  
 イオン源温度 : 200℃  
 カレント電流 : 60 μA  
 検出器電圧 : 1.3 kV  
 測定方法 : SIM  
 モニターイオン :  $m/z$  163, 135, 164

3. 検量線の作成

① イソキサチン、ジクロルボス及びフェニトロチオン

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

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

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

それぞれの標準液を4 mLずつ100 mL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 (各成分として0.04 mg/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 μL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、2及び3) を作成する。

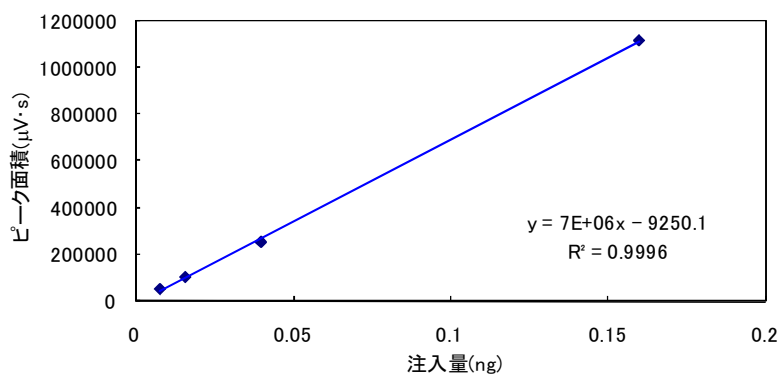


図1 イソキサチオン検量線の一例

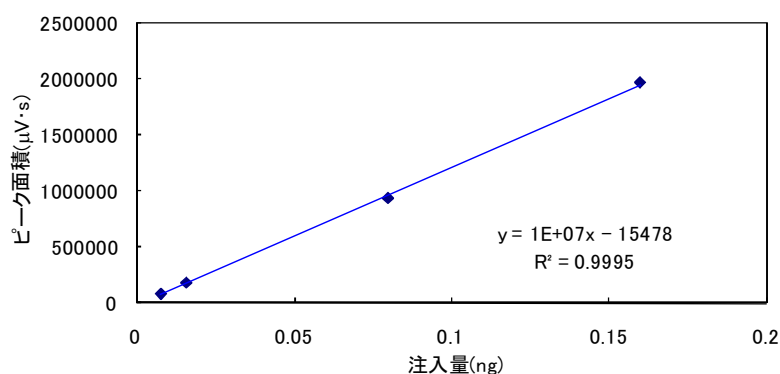


図2 ジクロールボス検量線の一例

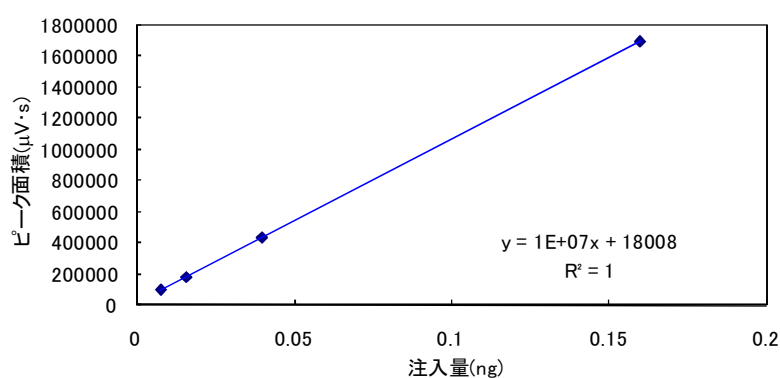


図3 フェニトロチオン検量線の一例

② トリクロロホン

トリクロロホン標準品25 mg (純度100%として)を50 mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500 mg/L溶液とする。これをアセトンで適宜希釈して検量線溶液を作成し、この4 μLを前記条件に設定したガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク面積の平方根、横軸に注入量を取り近似式(図4)を作成する。

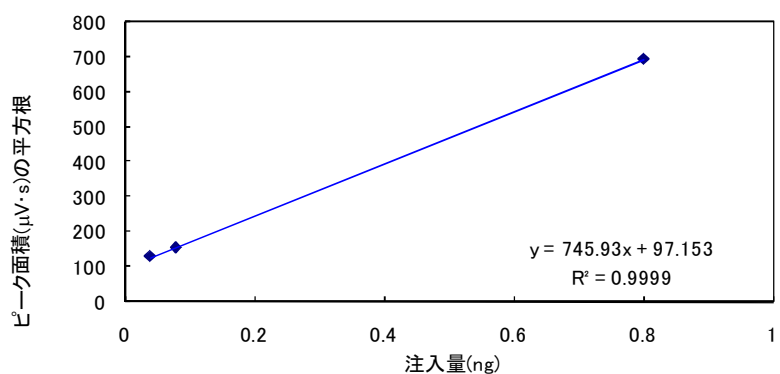


図4 トリクロロホン近似式の一例



③ エトフェンプロックス

エトフェンプロックス標準品25 mg（純度100%として）を50 mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500 mg/L溶液とする。これをアセトンで適宜希釈して検量線溶液を作成し、この2 μLを前記条件に設定したガスクロマトグラフ質量分析器に注入し、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5）を作成する。

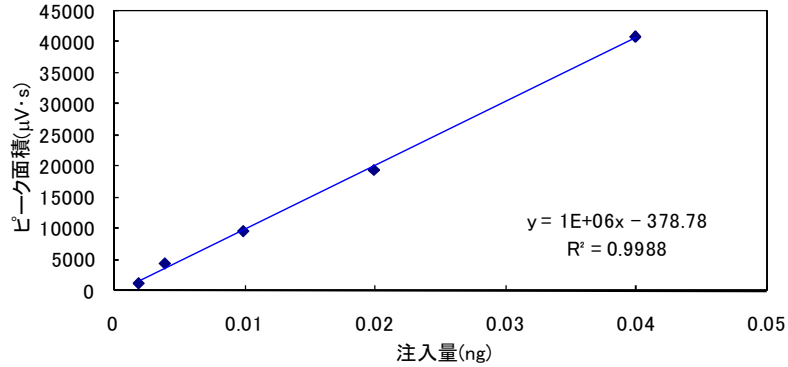


図5 エトフェンプロックス検量線の一例

4. 分析操作

捕集管の上部からアセトン20 mL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1 mL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4 μL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または近似式よりイソキサチオン、ジクロロボス、トリクロロホン及びフェニトロチオンの量を求め、それぞれの濃度を算出する。

また、この2 μLを前記条件に設定したガスクロマトグラフ質量分析装置に注入し、得られた面積から検量線よりエトフェンプロックスの量を求め、それぞれの濃度を算出する。

5. 検出限界

次の計算式をもとに検出限界値を算出した。

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

試料ごとに大気捕集量が異なるため検出限界値は各々異なるが、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。

①-1 イソキサチオン、ジクロロボス及びフェニトロチオン、大気捕集量90Lの場合

$$\frac{\frac{0.008}{1000} \mu\text{g}(\text{最小検出量}) \times 1.0 \text{ mL}(\text{最終液量})}{\frac{4}{1000} \text{ mL}(\text{注入量}) \times \frac{90}{1000} \text{ m}^3(\text{大気捕集量})} = 0.022 \mu\text{g}/\text{m}^3$$

$$\approx 0.03 \mu\text{g}/\text{m}^3$$

①-2 イソキサチオン、ジクロルボス及びフェニトロチオン、大気捕集量180Lの場合

$$\frac{\frac{0.008}{1000} \mu\text{g(最小検出量)} \times 1.0 \text{ mL(最終液量)}}{\frac{4}{1000} \text{ mL(注入量)} \times \frac{180}{1000} \text{ m}^3\text{(大気捕集量)}} = 0.011 \mu\text{g/m}^3$$
$$\approx 0.02 \mu\text{g/m}^3$$

②-1 トリクロルホン、大気捕集量90Lの場合

$$\frac{\frac{0.04}{1000} \mu\text{g(最小検出量)} \times 1.0 \text{ mL(最終液量)}}{\frac{4}{1000} \text{ mL(注入量)} \times \frac{90}{1000} \text{ m}^3\text{(大気捕集量)}} = 0.11 \mu\text{g/m}^3$$
$$\approx 0.2 \mu\text{g/m}^3$$

②-2 トリクロルホン、大気捕集量180Lの場合

$$\frac{\frac{0.04}{1000} \mu\text{g(最小検出量)} \times 1.0 \text{ mL(最終液量)}}{\frac{4}{1000} \text{ mL(注入量)} \times \frac{180}{1000} \text{ m}^3\text{(大気捕集量)}} = 0.056 \mu\text{g/m}^3$$
$$\approx 0.06 \mu\text{g/m}^3$$

③-1 エトフェンプロックス、大気捕集量90Lの場合

$$\frac{\frac{0.002}{1000} \mu\text{g(最小検出量)} \times 1.0 \text{ mL(最終液量)}}{\frac{2}{1000} \text{ mL(注入量)} \times \frac{90}{1000} \text{ m}^3\text{(大気捕集量)}} = 0.011 \mu\text{g/m}^3$$
$$\approx 0.02 \mu\text{g/m}^3$$

③-2 エトフェンプロックス、大気捕集量180Lの場合

$$\frac{\frac{0.002}{1000} \mu\text{g(最小検出量)} \times 1.0 \text{ mL(最終液量)}}{\frac{2}{1000} \text{ mL(注入量)} \times \frac{180}{1000} \text{ m}^3\text{(大気捕集量)}} = 0.006 \mu\text{g/m}^3$$
$$\approx 0.01 \mu\text{g/m}^3$$

## 【参考資料2】 土壌及び葉の分析方法

### 1. 試薬及び機器

イソキサチオン標準品	: 和光純薬	残留農薬試験用
エトフェンプロックス	: 和光純薬	残留農薬試験用
ジクロルボス標準品	: 和光純薬	残留農薬試験用
トリクロルホン標準品	: 和光純薬	残留農薬試験用
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
ジエチルエーテル、塩化ナトリウム、酢酸エチル	: 和光純薬	特級
アセトン、ヘキサン、ジエチレングリコール	: 関東化学	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 ChemElut1020	
シリカゲルミニカラム	: SPELCO Spelcrean LC-Si (1g/6mL)	
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	AOC20i+s
データ処理	: 島津製作所	GC Solution

#### ガスクロマトグラフ質量分析装置システム

ガスクロマトグラフ	: 島津製作所	GC-2010
オートインジェクター	: 島津製作所	AOC20i+s
質量分析器	: 島津製作所	QP-2010
データ処理	: 島津製作所	GCMS solution

### 2. ガスクロマトグラフ条件

#### ① イソキサチオン、ジクロルボス及びフェニトロチオン

ガスクロマトグラフ装置	: ガスクロマトグラフシステム
カラム	: J&W DB-5 $\phi$ 0.53 mmID $\times$ 30 m (膜厚 1.5 $\mu$ m)
カラム槽温度	: 100 $^{\circ}$ C $\rightarrow$ 20 $^{\circ}$ C/min $\rightarrow$ 300 $^{\circ}$ C (5.0 min)
注入口温度	: 250 $^{\circ}$ C
検出器温度	: 300 $^{\circ}$ C
キャリアガス(He)流量	: 20 mL/min
水素流量	: 95 kPa
空気流量	: 55 kPa
干渉フィルター	: リン

#### ② トリクロルホン

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 $\phi$ 0.53 mmID $\times$ 30 m (膜厚 1.0 $\mu$ m)
カラム槽温度	: 50 $^{\circ}$ C (3.0 min) $\rightarrow$ 10 $^{\circ}$ C/min $\rightarrow$ 180 $^{\circ}$ C
注入口温度	: 250 $^{\circ}$ C
検出器温度	: 250 $^{\circ}$ C
キャリアガス(He)流量	: 20 mL/min

水素流量 : 95 kPa  
空気流量 : 55 kPa  
干渉フィルター : リン

③ エトフェンプロックス

1) ガスクロマトグラフの操作条件

注入口温度 : 250°C  
注入方法 : スプリットレス方式  
サンプリング時間 : 1.0 min  
カラム : Varian VF-5ms (30 m, 0.25 mmID、膜厚0.25 μm)  
カラム槽温度 : 50°C (1.0min) → 20°C/min → 250°C → 10°C/min  
→ 300°C (4.0 min)

キャリアガス : ヘリウム  
キャリアガス流量 : 1.1 mL/min

2) 質量分析器の操作条件

インターフェース温度 : 280°C  
イオン源温度 : 200°C  
カレント電流 : 60 μA  
検出器電圧 : 1.3 kV  
測定方法 : SIM  
モニターイオン :  $m/z$  163, 135, 164

3. 検量線の作成

① イソキサチン、ジクロロボス及びフェニトロチオン

イソキサチオン標準品25 mg (純度100%として) を50 mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500 mg/L溶液とする。これをアセトンで希釈して20 mg/L溶液を調製する。

ジクロロボス標準品25 mg (純度100%として) を50 mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500 mg/L溶液とする。これをアセトンで希釈して20 mg/L溶液を調製する。

フェニトロチオン標準品25 mg (純度100%として) を50 mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500 mg/L溶液とする。これをアセトンで希釈して20 mg/L溶液を調製する。

それぞれの標準液を1 mLずつ20 mL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 (各成分として1 mg/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2 μL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、2及び3) を作成する。

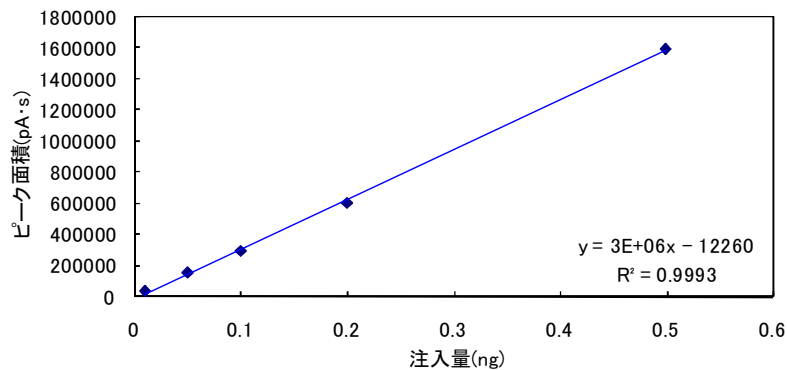


図1 イソキサチオン検量線の一例

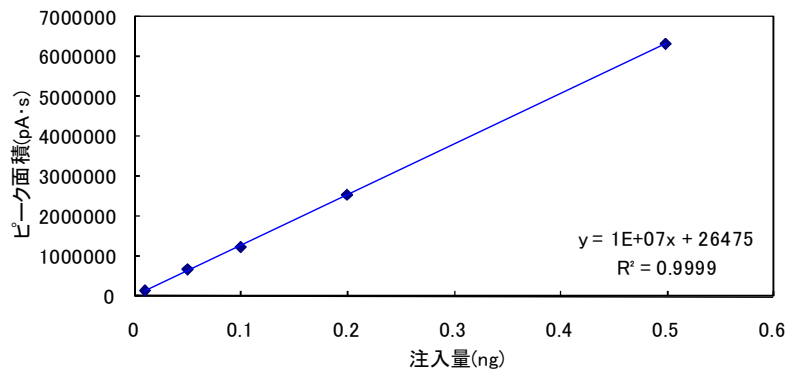


図2 ジクロールボス検量線の一例

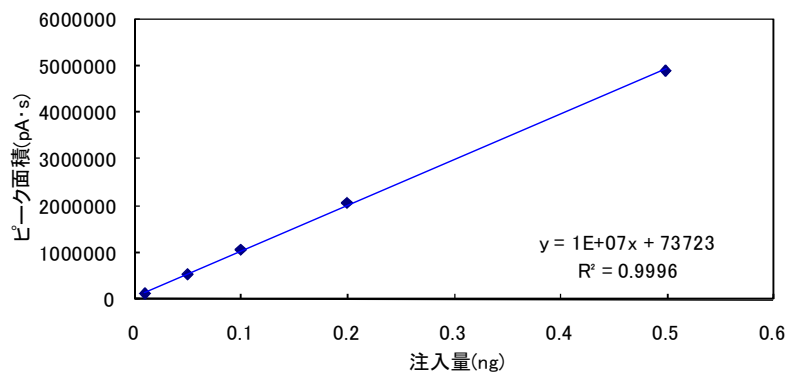


図3 フェニトロチオン検量線の一例

② トリクロロホン

トリクロロホン標準品25 mg (純度100%として) を50 mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500 mg/L溶液とする。これをアセトンで適宜希釈して検量線容液を作成し、この2 μL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検量線 (図4) を作成する。

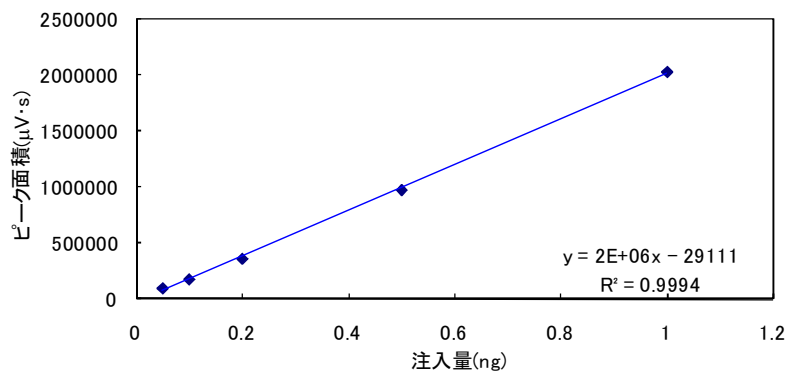


図4 トリクロロホン検量線の一例

③ エトフェンプロックス

エトフェンプロックス標準品25 mg（純度100%として）を50 mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500 mg/L溶液とする。これをアセトンで適宜希釈して検量線溶液を作成し、この2 μLを前記条件に設定したガスクロマトグラフ質量分析器に注入し、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5）を作成する。

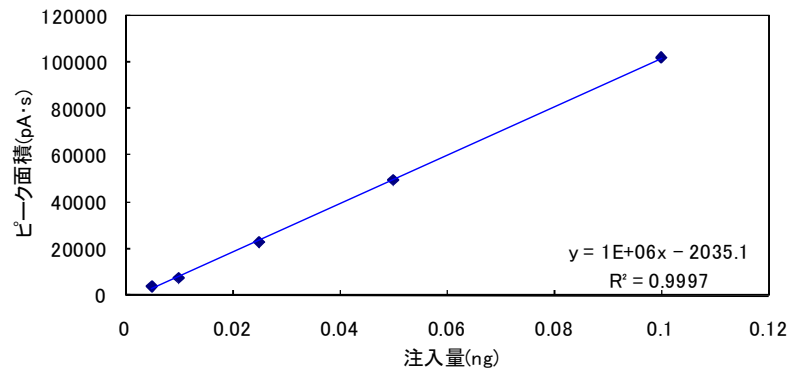


図5 エトフェンプロックス検量線の一例

4. 分析操作

①-1 土壌の前処理

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

①-2 葉の前処理

変質葉を除く。

②-1 土壌の抽出

試料20gを共栓付き三角フラスコにとり、アセトニトリル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。残渣をアセトニトリル50mLで洗浄し、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5mLになるまでアセトニトリルを留去する。

②-2 葉の抽出

試料20gをトールビーカーにいれ、アセトニトリル200mLを加えた後、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。葉を抽出容器に戻し、アセトニトリルで洗浄後、線液をろ液と合わせる。40℃以下でロータリーエバポレーターを用いてアセトニトリルを留去する。

③ 精製（土壌及び葉共通）

残渣に精製水5mL及び塩化ナトリウム2gを加え溶解する。この液を多孔性珪藻土カラムに流しいれ、10分間放置する。酢酸エチル100 mLを展開し、ナス型フラスコに溶出液を受ける。キパー液を数滴加え、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。

④ GCによる定量（土壌及び葉共通）

残留物を一定量のアセトンに溶解し、この2 μL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イソキサチン、ジクロロボス、トリクロロホン及びフェニトロチオンの量を求め、濃度を算出する。

⑤精製（土壌及び葉共通）

GC定量後の試料液を40℃以下でロータリーエバポレーターを用いて約1 mL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。残留物をヘキサン/ジエチルエーテル混液（95/5；v/v）2 mLに溶解する。

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、ナス型フラスコに溶出液を受ける。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。続いて同混液10mLを展開し、全溶出液をナス型フラスコに受ける。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し、最後に窒素を吹き付けて乾固させる。

④ GC/MSによる定量（土壌及び葉共通）

残留物を一定量のアセトンに溶解し、この2 μLを前記条件に設定したガスクロマトグラフ質量分析器に注入し、得られた面積から検量線よりエトフェンプロックスの量を求め、濃度を算出する。

土壌については湿試料としての濃度として算出した。

葉については濃度を算出後、分析試料の表面積（片面）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。

土壌及び葉共通

全農薬成分共通

$$\frac{\frac{0.05}{1000} \mu\text{g (最小検出量)} \times 8 \text{ mL (最終液量)}}{\frac{2}{1000} \text{ mL (注入量)} \times 20 \text{ g (試料重量)}} = 0.01 \mu\text{g/g}$$

### 【参考資料3】落下量の分析方法

#### 1. 試薬及び機器

イソキサチオン標準品	: 和光純薬	残留農薬試験用
エトフェンプロックス	: 和光純薬	残留農薬試験用
ジクロルボス標準品	: 和光純薬	残留農薬試験用
トリクロルホン標準品	: 和光純薬	残留農薬試験用
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	
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	: 東京理化器械	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	AOC20i+s
データ処理	: 島津製作所	GC Solution

#### ガスクロマトグラフ質量分析装置システム

ガスクロマトグラフ	: 島津製作所	GC-2010
オートインジェクター	: 島津製作所	AOC20i+s
質量分析器	: 島津製作所	QP-2010
データ処理	: 島津製作所	GCMS solution

#### 2. ガスクロマトグラフ条件

- ① イソキサチオン、ジクロルボス及びフェニトロチオン
- |              |                                       |
|--------------|---------------------------------------|
| ガスクロマトグラフ装置  | : ガスクロマトグラフシステム                       |
| カラム          | : J&W DB-5 φ0.53 mmID×30 m(膜厚 1.5 μm) |
| カラム槽温度       | : 100°C → 20°C/min → 300°C (5.0 min)  |
| 注入口温度        | : 250°C                               |
| 検出器温度        | : 300°C                               |
| キャリアガス(He)流量 | : 20 mL/min                           |
| 水素流量         | : 95kPa                               |
| 空気流量         | : 55kPa                               |
| 干渉フィルター      | : リン                                  |
- ② トリクロルホン
- |              |  |
|--------------|--|
| 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 φ0.53 mmID×30 m(膜厚 1.0 μm) |
| カラム槽温度       | : 50°C (3.0 min) → 10°C/min → 180°C          |
| 注入口温度        | : 250°C                                      |
| 検出器温度        | : 250°C                                      |
| キャリアガス(He)流量 | : 20 mL/min                                  |
| 水素流量         | : 95 kPa                                     |
| 空気流量         | : 55 kPa                                     |
| 干渉フィルター      | : リン   |



### ③ エトフェンプロックス

#### 1) ガスクロマトグラフの操作条件

注入口温度	: 250°C
注入方法	: スプリットレス方式
サンプリング時間	: 1.0 min
カラム	: Varian VF-5ms (30 m、0.25 mmID、膜厚0.25 μm)
カラム槽温度	: 200°C (1.0 min) → 20°C/min → 320°C (2 min)
キャリアガス流量	: 1.1 mL/min

#### 2) 質量分析器の操作条件

インターフェース温度	: 250°C
イオン源温度	: 200°C
カレント電流	: 60 μA
検出器電圧	: 1.3 kV
測定方法	: SIM
モニターイオン	: $m/z$ 163, 135, 164

### 3. 検量線の作成

#### ① イソキサチン、ジクロルボス及びフェニトロチオン

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

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

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

それぞれの標準液を4 mLずつ100 mL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 (各成分として0.04 mg/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 μL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、2及び3) を作成する。

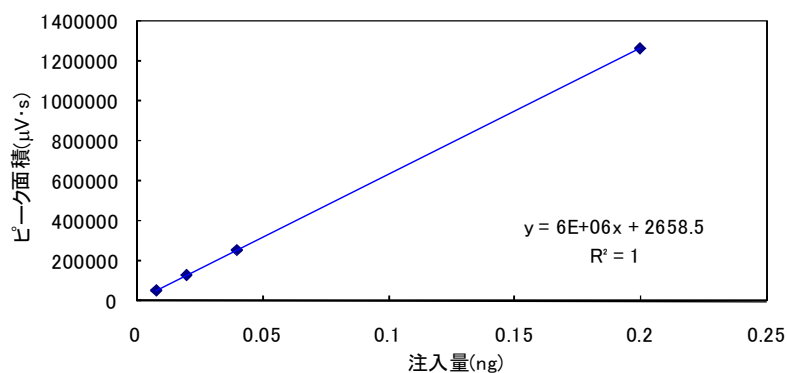


図1 イソキサチオン検量線の一例

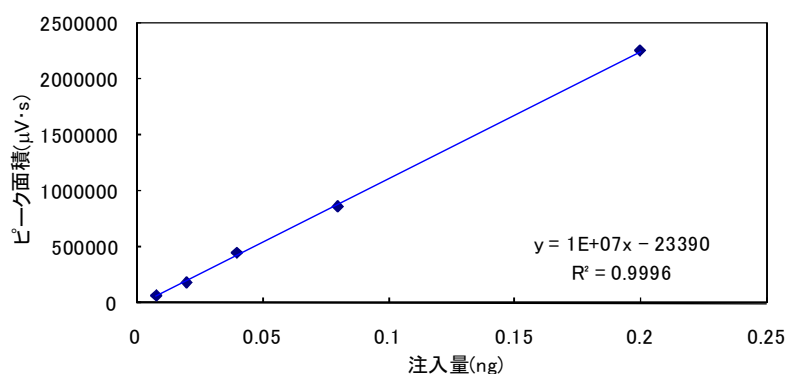


図2 ジクロールボス検量線の一例

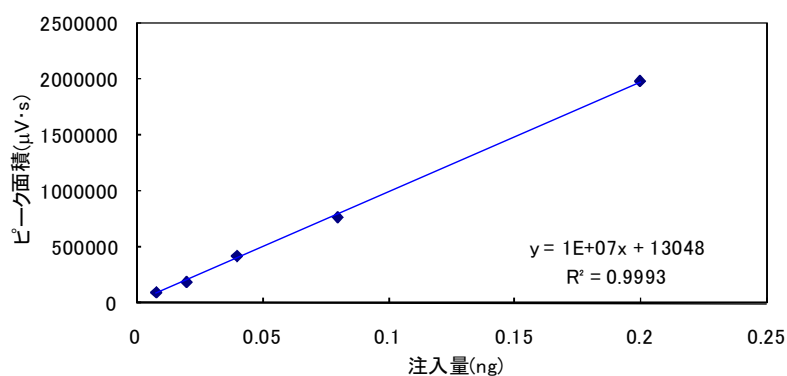


図3 フェニトロチオン検量線の一例

② トリクロロホン

トリクロロホン標準品25 mg (純度100%として)を50 mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500 mg/L溶液とする。これをアセトンで適宜希釈して検量線容液を作成し、この4 μLを前記条件に設定したガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク面積の平方根、横軸に注入量を取り近似式(図4)を作成する。

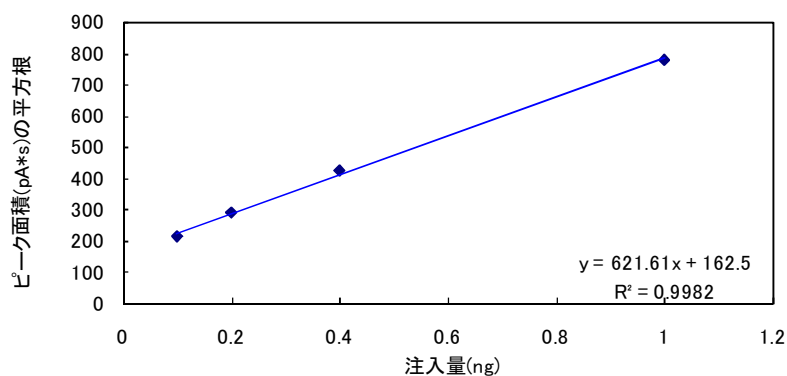


図4 トリクロロホン近似式の一例

③ エトフェンプロックス

エトフェンプロックス標準品25 mg（純度100%として）を50 mL容のメスフラスコにとり、アセトンで定容して500 mg/L溶液とする。これをアセトンで適宜希釈して検量線溶液を作成し、この2 μLを前記条件に設定したガスクロマトグラフ質量分析器に注入し、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5）を作成する。

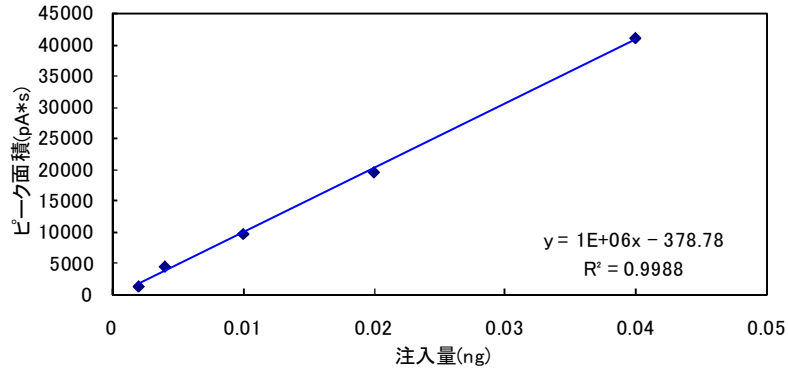


図5 エトフェンプロックス検量線の一例

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、キーパーを数滴加え、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。

この残留物を一定量のアセトンに溶解し、2 μL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または近似式よりイソキサチオン、ジクロルボス、トリクロルホン及びフェニトロチオンの量を求め、それぞれの濃度を算出する。

また、この2 μLを前記条件に設定したガスクロマトグラフ質量分析装置に注入し、得られた面積から検量線よりエトフェンプロックスの量を求め、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 イソキサチン、ジクロルボス及びフェニトロチオン

$$\frac{\frac{0.008}{1000} \mu\text{g (最小検出量)} \times 1 \text{ mL (最終液量)}}{\frac{2}{1000} \text{ mL (注入量)} \times 0.0127 \text{ m}^2 \text{ (ろ紙2枚の面積*)}} = 0.31 \mu\text{g/m}^2$$

$$\approx 0.0004 \text{ mg/m}^2$$

② トリクロルホン

$$\frac{\frac{0.1}{1000} \mu\text{g (最小検出量)} \times 1 \text{ mL (最終液量)}}{\frac{2}{1000} \text{ mL (注入量)} \times 0.0127 \text{ m}^2 \text{ (ろ紙2枚の面積*)}} = 3.9 \mu\text{g/m}^2$$

$$\approx 0.004 \text{ mg/m}^2$$

③ エトフェンプロックス

$$\frac{\frac{0.002}{1000} \mu\text{g (最小検出量)} \times 5 \text{ mL (最終液量)}}{\frac{2}{1000} \text{ mL (注入量)} \times 0.0127 \text{ m}^2 \text{ (ろ紙2枚の面積)}} = 0.39 \mu\text{g/m}^2$$

$$\div 0.0004 \text{ mg/m}^2$$

\*ろ紙面積：1枚あたり、 $0.045\text{m} \times 0.045\text{m} \times 3.14 = 0.00636\text{m}^2$