

第1章 概論

はじめに

本調査方法は、排ガス、水質(排水・環境水)、環境大気、土壌、底質及び水生生物中のポリブロモジベンゾ-パラ-ジオキシン(以下、PBDDsという。)とポリブロモジベンゾフラン(以下、PBDFsという。)の濃度に関して調査を行う場合に、参考として活用されることを目的として、一般的な技術手法を示したものである。調査に当たっては、本調査方法に示す手法を参考に、調査対象地域及びその周辺の状況・調査対象試料の種類などに応じて計画を策定することが望ましい。なお、調査対象地域及びその周辺の状況・調査対象試料の種類などによっては、本調査方法に示す以外の適当な手法を用いることは差し支えない。

また、今後の科学的知見の集積、標準試薬類の整備などによって、本調査方法の改訂が与えられるものである。

なお、PBDDs 及び PBDFs は、塩素化ダイオキシン類に比べると入手可能な標準試薬類は少ないが、入手可能になり次第調査対象物質とする。

本調査方法で使用するガスクロマトグラフ質量分析計(以下、GC/MS という。)は、ガスクロマトグラフのカラムにキャピラリーを用い分解能が 10,000 以上の二重収束形質量分析計であり、GC/MS の検出下限は、装置及び測定条件により変動はあるが、四臭素化物で 0.1pg、五臭素化物で 0.2pg、六臭素化物で 1pg、七臭素化物で 1pg、八臭素化物で 2pg 以下である。

なお、PBDDs 及び PBDFs の調査全般の注意事項として、光分解の影響が著しいことから、十分な遮光を行うこと。

1. 調査対象物質

本調査方法では、PBDDs 及び PBDFs のうち、テトラからオクタブロモジベンゾ - パラ - ジオキシンの 2,3,7,8- 位臭素置換異性体(6 種; 2,3,7,8-TeBDD, 1,2,3,7,8-PeBDD, 1,2,3,4,7,8-HxBDD, 1,2,3,6,7,8-HxBDD, 1,2,3,7,8,9-HxBDD, 1,2,3,4,6,7,8,9-OBDD)と、テトラからオクタブロモジベンゾフランの 2,3,7,8- 位臭素置換異性体(6 種; 2,3,7,8-TeBDF, 1,2,3,7,8-PeBDF, 2,3,4,7,8-PeBDF, 1,2,3,4,7,8-HxBDF, 1,2,3,4,6,7,8-HpBDF, 1,2,3,4,6,7,8,9-OBDF)及びテトラからオクタブロモジベンゾ - パラ - ジオキシン・テトラからオクタブロモジベンゾフランの各同族体を測定対象物質とした。

2. 引用規格

次に掲げる規格は、この調査方法に引用されることによって、この調査方法の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版(追補を含む)を適用する。

JIS K 0094	工業用水・工場排水の試料採取方法
JIS K 0095	排ガス試料採取方法
JIS K 0114	ガスクロマトグラフ分析通則
JIS K 0123	ガスクロマトグラフ質量分析通則
JIS K 0211	分析化学用語(基礎編)
JIS K 0215	分析化学用語(分析機器部門)
JIS K 0557	用水・排水の試験に用いる水
JIS K 0901	気体中のダスト試料捕集用ろ過材の形状、寸法並びに性能試験方法
JIS K 1107	高純度窒素
JIS K 8040	アセトン(残留農薬・PCB 試験用)(試薬)
JIS K 8093	エタノール(99.5)(残留農薬・PCB 試験用)(試薬)
JIS K 8117	ジクロロメタン(残留農薬・PCB 試験用)(試薬)
JIS K 8180	塩酸(試薬)
JIS K 8550	硝酸銀(試薬)
JIS K 8574	水酸化カリウム(試薬)
JIS K 8680	トルエン(試薬)
JIS K 8825	ヘキサン(残留農薬・PCB 試験用)(試薬)
JIS K 8891	メタノール(試薬)
JIS K 9702	ジメチルスルホキシド(試薬)
JIS K 8951	硫酸(試薬)
JIS K 8987	硫酸ナトリウム(試薬)
JIS K 9703	2,2,4-トリメチルペンタン(試薬)
JIS R 3503	化学分析用ガラス器具
JIS R 3505	ガラス製体積計
JIS Z 8401	数値の丸め方
JIS Z 8808	排ガス中のダスト濃度の測定方法

3. 定義及び記号

この調査方法で用いる主な用語の定義及び記号は、JIS K 0094、JIS K 0095、JIS K 0123、JIS K 0211 及び JIS K 0215 によるほか、次による。

- (1) 異性体 臭素の置換数が同じで置換位置だけを異にする個々の化合物。
- (2) 同族体 臭素の置換数が同じで置換位置だけを異にする化合物の一群。
- (3) PBDDs ポリブロモジベンゾ-パラ-ジオキシン(Polybrominated dibenzo-*p*-dioxins)
- (4) PBDFs ポリブロモジベンゾフラン(Polybrominated dibenzofurans)
- (5) TeBDDs テトラブロモジベンゾ-パラ-ジオキシン(Tetrabromodibenzo-*p*-dioxins)
- (6) PeBDDs ペンタブロモジベンゾ-パラ-ジオキシン(Pentabromodibenzo-*p*-dioxins)
- (7) HxBDDs ヘキサブロモジベンゾ-パラ-ジオキシン(Hexabromodibenzo-*p*-dioxins)

- (8) HpBDDs ヘプタブロモジベンゾ-パラ-ジオキシン(Heptabromodibenzo- *p* -dioxins)
- (9) OBDD オクタブロモジベンゾ-パラ-ジオキシン(Octabromodibenzo- *p* -dioxin)
- (10) TeBDFs テトラブロモジベンゾフラン(Tetrabromodibenzofurans)
- (11) PeBDFs ペンタブロモジベンゾフラン(Pentabromodibenzofurans)
- (12) HxBDFs ヘキサブロモジベンゾフラン(Hexabromodibenzofurans)
- (13) HpBDFs ヘプタブロモジベンゾフラン(Heptabromodibenzofurans)
- (14) OBDF オクタブロモジベンゾフラン(Octabromodibenzofuran)
- (15) 2,3,7,8-位臭素置換異性体 2,3,7,8-位に置換臭素をもつテトラからオクタブロモジベンゾ - パラ - ジオキシン 6 種とテトラからオクタブロモジベンゾフラン 6 種の計 12 異性体で,次に示すものである。

1) テトラからオクタブロモジベンゾ - パラ - ジオキシン

- 2,3,7,8-テトラブロモジベンゾ - パラ - ジオキシン(2,3,7,8-TeBDD)
- 1,2,3,7,8-ペンタブロモジベンゾ - パラ - ジオキシン(1,2,3,7,8-PeBDD)
- 1,2,3,4,7,8-ヘキサブロモジベンゾ - パラ - ジオキシン(1,2,3,4,7,8-HxBDD)
- 1,2,3,6,7,8-ヘキサブロモジベンゾ - パラ - ジオキシン(1,2,3,6,7,8-HxBDD)
- 1,2,3,7,8,9-ヘキサブロモジベンゾ - パラ - ジオキシン(1,2,3,7,8,9-HxBDD)
- 1,2,3,4,6,7,8,9-オクタブロモジベンゾ - パラ - ジオキシン(1,2,3,4,6,7,8,9-OBDD)

2) テトラからオクタブロモジベンゾフラン

- 2,3,7,8-テトラブロモジベンゾフラン(2,3,7,8-TeBDF)
- 1,2,3,7,8-ペンタブロモジベンゾフラン(1,2,3,7,8-PeBDF)
- 2,3,4,7,8-ペンタブロモジベンゾフラン(2,3,4,7,8-PeBDF)
- 1,2,3,4,7,8-ヘキサブロモジベンゾフラン(1,2,3,4,7,8-HxBDF)
- 1,2,3,4,6,7,8-ヘプタブロモジベンゾ - パラ - ジオキシン(1,2,3,4,6,7,8-HpBDF)
- 1,2,3,4,6,7,8,9-オクタブロモジベンゾフラン(1,2,3,4,6,7,8,9-OBDF)

- (16) GC/MS ガスクロマトグラフ質量分析計(Gas Chromatograph Mass Spectrometer)。
- (17) RRF 相対感度係数(Relative Response Factor)。
- (18) 装置の検出下限 測定に使用する GC/MS で検出できる最小量。
- (19) 測定方法の検出下限 前処理から GC/MS による測定までの一連の操作において検出できる最小量。
- (20) 試料における検出下限 検出できる各試料中の最小濃度。
- (21) 装置の定量下限 測定に使用する GC/MS で定量が可能な最小量。
- (22) 測定方法の定量下限 前処理から GC/MS による測定までの一連の操作において定量が可能な最小量。一般には,この定量下限付近にくらべ,検出下限付近では 3 倍程度の誤差が見込まれている。
- (23) 試料における定量下限 定量が可能な試料中の最小濃度。
- (24) μg 10^{-6}g
- (25) ng 10^{-9}g
- (26) pg 10^{-12}g

4. 測定方法の概要

対象媒体ごとに試料を採取し、PBDDs 及び PBDFs を抽出後、クリーンアップしてガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)で同定、定量する。PBDDs 及び PBDFs は光分解が著しいことから、測定全般において可能な限り遮光する。この測定のフローを、図 1 に示す。

(参考) PBDDs 及び PBDFs は非常に有害性が高いので、吸入、誤飲、直接皮膚への接触などをできるだけ避け、前処理室及び分析室の換気並びに廃液や廃棄物の管理は十分に行うことが望ましい。また、その他の薬品、溶媒などでも吸入や誤飲によって測定者の健康を損なうものがあるので、取扱いはできるだけ慎重に行い、実験室の十分な換気に注意する。

4.1 排ガス

排ガス中の PBDDs 及び PBDFs を、円筒ろ紙などによる“ろ過捕集”，吸収瓶(インピンジャー)による“吸収捕集”及び吸着カラムによる“吸着捕集”で捕集し、各捕集部から抽出後、クリーンアップしてガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)で同定、定量する。

4.2 水質(排水, 環境水)

環境水(公共用水域, 地下水)及び排水(工場排水など)中の PBDDs 及び PBDFs を、抽出後、クリーンアップしてガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)で同定、定量する。

4.3 環境大気

環境大気中の PBDDs 及び PBDFs を、石英繊維ろ紙及びポリウレタンフォームに捕集し、抽出後、クリーンアップしてガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)で同定、定量する。

4.4 土壌

土壌中の PBDDs 及び PBDFs を、抽出後、クリーンアップしてガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)で同定、定量する。

4.5 底質

底質中の PBDDs 及び PBDFs を、抽出後、クリーンアップしてガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)で同定、定量する。

4.6 水生生物

水生生物中の PBDDs 及び PBDFs を、抽出後、クリーンアップしてガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)で同定、定量する。

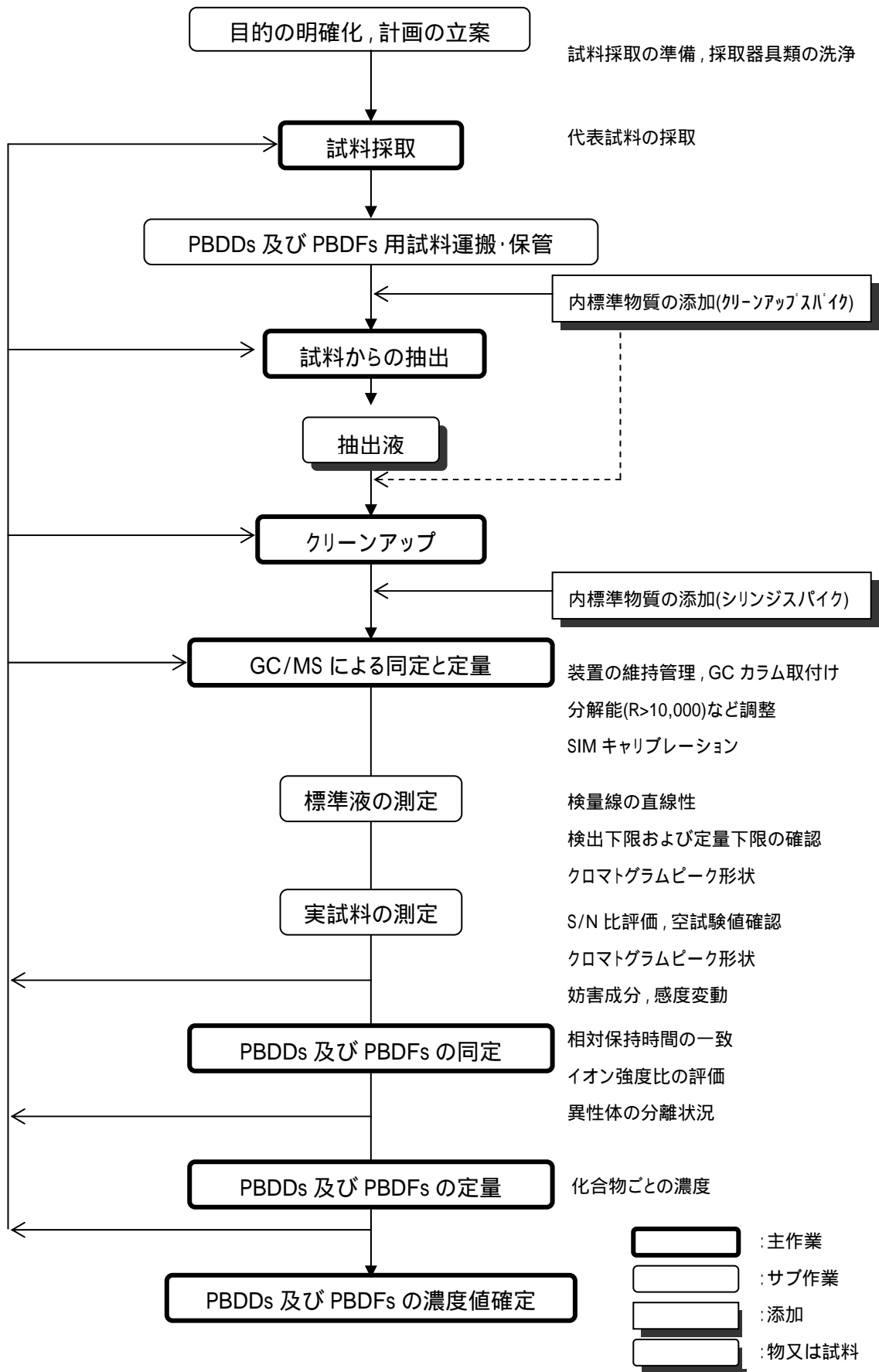


図1 PBDDs 及び PBDFs 測定のプロロー