

#### 4 分析方法

##### (1) 臭素系ダイオキシン類

###### 【試料の前処理】

###### [大気・降下ばいじん]

採取したろ紙及びウレタンフォームを風乾後、ろ紙はトルエン、ウレタンフォームはアセトンでそれぞれ16時間ソックスレー抽出を行った。ろ紙及びウレタンフォームの抽出液を合わせ減圧濃縮器を用いて40 以下で濃縮し、トルエンに溶解した。これを100 mlのメスフラスコに定容し前処理液とした。以下の操作は、前処理液を分取した後ヘキサン100 ml程度に転溶し、内標準物質を加えたものについて行った。なお、操作はすべて遮光した試験室で褐色ガラス器具あるいはアルミ箔で包んだガラス器具を用いて行った。

###### [土壌・底質]

風乾した試料を2 mmでふるった後、円筒ろ紙に20 g採取し、銅粉20 g及び内標準物質を加え、トルエンで16時間ソックスレー抽出を行った。抽出液を無水硫酸ナトリウム20 gを詰めた漏斗に通過させて脱水した後、ヘキサン100 ml程度に転溶し前処理液とした。なお、操作はすべて遮光した試験室で褐色ガラス器具あるいはアルミ箔で包んだガラス器具を用いて行った。

###### [地下水・水質]

固相抽出装置に試料200 Lを通水した後、採取したディスク型固相及びガラス繊維ろ紙を風乾した。ディスク型固相及びガラス繊維ろ紙をトルエンで16時間ソックスレー抽出を行った。抽出液を減圧濃縮器を用いて40 以下で濃縮した後、ヘキサンに溶解し、内標準物質を加えた。なお、操作はすべて遮光した試験室で褐色ガラス器具あるいはアルミ箔で包んだガラス器具を用いて行った。

また、B地域の地下水2試料については水中ダイオキシン採取装置を用いて分析を行った。

水中ダイオキシン採取装置に検体200 Lを通水した後、採取したろ紙及びウレタンフォームを風乾した。ろ紙はトルエン、ウレタンフォームはアセトンでそれぞれ16時間ソックスレー抽出を行った。ろ紙及びウレタンフォームの抽出液を合わせ減圧濃縮器を用いて40 以下で濃縮した後、ヘキサンに溶解し、内標準物質を加えた。なお、操作はすべて遮光した試験室で褐色ガラス器具あるいはアルミ箔で包んだガラス器具を用いて行った。

###### [水生生物・野生生物・食事試料]

均一に調製された試料を500 ml容のナスフラスコにとり（水生生物はナスフラスコ2本に採取（試料量として200 g）。食事試料はナスフラスコ5本に採取（試料量として500 g）。）、内標準物質を加え、2 mol/L水酸化カリウム溶液200 mlを加え、室温で12時間かくはんした。これを1 L容分液漏斗に移し、メタノール150 ml及びヘキサン100 mlを加え、10分間振とうした。静置後、ヘキサン層を分取し、水層にはヘキサン100 mlを加え、同じ操作を2回繰り返した。ヘキサン抽出液を合わせ、2 W/V%塩化ナトリウム溶液200 mlを加えて回転するように緩やかに揺り動かした。静置後、水層を捨て、ヘキサン層に再び2 %塩化ナトリウム溶液100 mlを加え、同じ操作を繰り返した。ヘキサン層は無水硫酸ナトリウム20 gを詰めた漏斗に通過させて、脱水した後、減圧濃縮器を用いて40 以下で約100 mlまで濃縮して前処理液とした。なお、操作はすべて遮光した試験室で褐色ガラス器具あるいはアルミ箔で包んだガ

ラス器具を用いて行った。

#### 【試料溶液の調製】

前処理液を300 ml容の分液漏斗に移し、濃硫酸10 mlを加え緩やかに混合し、静置後、硫酸層を捨てた。この操作を硫酸層の色が消えるまで繰り返した後、ヘキサン層に精製水20 mlを加え、緩やかに振とうし、静置後、水層を捨て、更に2 W/V%塩化ナトリウム溶液50 mlによる洗浄を2回繰り返した。次いで、ヘキサン層に5 W/V%炭酸水素ナトリウム溶液10 mlを加え、緩やかに振とうし、静置後、水層を捨て、ヘキサン層を無水硫酸ナトリウム10 gを詰めた漏斗に通過させて脱水した。減圧濃縮器を用いて40 以下で濃縮して約5 mlとした。

土壌及び底質試料については、更に還元銅による処理を加えた。硫酸処理したヘキサン溶液に還元銅5 gを加え10分間振とうした後、還元銅を分別除去し減圧濃縮器を用いて40 以下で濃縮して約5 mlとした。

ヘキサン濃縮液をシリカゲルカラム(2 g)に移し、ヘキサン200 mlを流した。この溶出液を300 ml容なす形フラスコにとり、減圧濃縮器を用いて40 以下で濃縮して約5 mlとした。ヘキサン濃縮液をフロリジルカラム(5 g, 1%含水)に移し、ヘキサン150 mlで洗浄後60 V/V%ジクロロメタン-ヘキサン溶液200 mlを流し、目的物質を溶出させた。この溶出液を300 ml容のなす形フラスコにとり、減圧濃縮器を用いて40 以下で濃縮して約5 mlとした。このヘキサン濃縮液を10 ml容濃縮用試験管に移し、窒素気流下で0.5mlまで濃縮した。濃縮液を活性炭分散シリカゲルカラム(0.5 g)に移し、5 V/V%ジクロロメタン-ヘキサン溶液100 mlで洗浄後、トルエン250 mlを流し、目的物質を溶出させた。この溶出液を300 ml容なす形フラスコにとり、減圧濃縮器を用いて40 以下で約5 mlに濃縮した。

得られた濃縮液を少量のヘキサンで10 ml容濃縮用試験管に移し、窒素気流下で溶媒を乾固直前まで濃縮し、シリンジスパイク50 µl(または20 µl)を加えて試料溶液とした。なお、操作は全て遮光した試験室で褐色ガラス器具あるいはアルミ箔で包んだガラス器具を用いて行った。

#### 【空試料溶液の調製】

試料を加えずに、【試料の前処理】及び【試料溶液の調製】と同様の操作をして得られたものを空試料溶液とした。

#### 【標準溶液の調製】

臭素系ダイオキシン類標準原液及び<sup>13</sup>C標識臭素系ダイオキシン類をデカンで希釈して100 ~ 0.1 ng/ml(内標準10 ng/ml)の定量用混合標準溶液を作成した。また、<sup>13</sup>C標識臭素系ダイオキシン類をデカンで希釈して10 ng/mlのクリーンアップスパイク溶液を作成した。

【ガスクロマトグラフ - 高分解能質量分析装置操作条件】

PBDDs及びPBDFsの測定

カラム：Fused Silica DB-5HT [J&W Scientific] ,

長さ 30 m , 内径 0.25 mm , 膜厚0.1 μm

導入系：スプリットレス

温度：試料注入口 260

カラム 160 (1 min保持) 10 /min昇温 300 (20 min保持)

MoBPCDDs及びMoBPCDFsの測定

カラム：Fused Silica DB-5HT [J&W Scientific] ,

長さ 30 m , 内径 0.25 mm , 膜厚0.1 μm

導入系：スプリットレス

温度：試料注入口 260

カラム 160 (1 min保持) 5 /min昇温 300 (1 min保持)

機種：Autospec ULTIMA [Micromass Ltd.]

イオン源温度 : 300

イオン化電流 : 500 μA

イオン化法 : EI

イオン化電圧 : 30 eV

分解能 : 10,000\*

設定質量数 : TeBDF	m/z 483.6955 , 485.6934
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]TeBDF	m/z 495.7357 , 497.7337
TeBDD	m/z 499.6904 , 501.6883
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]TeBDD	m/z 511.7306 , 513.7286
PeBDF	m/z 561.6060 , 563.6039
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]PeBDF	m/z 573.6462 , 575.6442
PeBDD	m/z 577.6009 , 579.5988
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]PeBDD	m/z 589.6412 , 591.6391
HxBDF	m/z 639.5165 , 641.5144
HxBDD	m/z 655.5114 , 657.5094
[ <sup>13</sup> C <sub>6</sub> ]HxBDD	m/z 663.5295 , 665.5274
MoB-TrCDF	m/z 349.8491 , 351.8461
MoB-TrCDD	m/z 365.8440 , 367.8410
MoB-TeCDF	m/z 383.8092 , 385.8071
MoB-TeCDD	m/z 399.8041 , 401.8021
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]HxCDD	m/z 401.8559
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]MoB-TeCDD	m/z 411.8444 , 413.8423
MoB-PeCDF	m/z 417.7702 , 419.7681
MoB-PeCDD	m/z 433.7651 , 435.7631
MoB-HxCDF	m/z 451.7312 , 453.7292
MoB-HxCDD	m/z 467.7262 , 469.7241
MoB-HpCDF	m/z 487.6893 , 489.6873
MoB-HpCDD	m/z 503.6851 , 505.6822

本条件では1,2,3,4,7,8-HxBDD と1,2,3,6,7,8-HxBDD はGC で分離しないため、分析値は合計値で示した。

\* : 検出感度を優先させたため、分解能を12,000ではなく10,000とした。

【定量】

定量用混合標準溶液1 μlをガスクロマトグラフ-高分解能質量分析装置に注入して、各臭素数に応じた設定質量数ごとにSIMを行った。得られたSIMチャートから各臭素化物の内標に対するピーク面積比(A)を求めた。同様に、試料液についてもピーク面積比(B)を求め、定量値を算出した。なお、内標準物質の回収率はシリンジスパイクを基準に算出し、基本的に40～120%の範囲に入ったものについて定量する。

【計算】

$$\text{濃度 (pg/g)} = \frac{Q(\text{pg}) \times \frac{\text{試料溶液のピーク面積比 (B)}}{\text{標準溶液のピーク面積比 (A)}}}{\text{試料量 (g)}}$$

Q：内標準物質添加量

【検出下限】

臭素系ダイオキシン類の検出下限を表-18及び19に示した。

表-18 臭素系ダイオキシン類の検出下限

	大気	降下 ばいじん	土壌 底質	地下水 水質	水生生物
MoB-TrCDD	0.005pg/m <sup>3</sup>	2pg/m <sup>2</sup> /day	0.2pg/g	0.01pg/L	0.01pg/g
MoB-TeCDD					
MoB-PeCDD	0.01pg/m <sup>3</sup>	4pg/m <sup>2</sup> /day	0.5pg/g	0.02pg/L	0.02pg/g
MoB-HxCDD	0.02pg/m <sup>3</sup>	8pg/m <sup>2</sup> /day	1pg/g	0.04pg/L	0.04pg/g
MoB-HpCDD	0.05pg/m <sup>3</sup>	20pg/m <sup>2</sup> /day	2pg/g	0.1pg/L	0.1pg/g
MoB-TrCDF	0.005pg/m <sup>3</sup>	2pg/m <sup>2</sup> /day	0.2pg/g	0.01pg/L	0.01pg/g
MoB-TeCDF					
MoB-PeCDF	0.01pg/m <sup>3</sup>	4pg/m <sup>2</sup> /day	0.5pg/g	0.02pg/L	0.02pg/g
MoB-HxCDF	0.02pg/m <sup>3</sup>	8pg/m <sup>2</sup> /day	1pg/g	0.04pg/L	0.04pg/g
MoB-HpCDF	0.05pg/m <sup>3</sup>	20pg/m <sup>2</sup> /day	2pg/g	0.1pg/L	0.1pg/g
TeBDD	0.005pg/m <sup>3</sup>	2pg/m <sup>2</sup> /day	0.2pg/g	0.01pg/L	0.01pg/g
PeBDD	0.01pg/m <sup>3</sup>	4pg/m <sup>2</sup> /day	0.5pg/g	0.02pg/L	0.02pg/g
HxBDD	0.05pg/m <sup>3</sup>	20pg/m <sup>2</sup> /day	2pg/g	0.1pg/L	0.1pg/g
TeBDF	0.005pg/m <sup>3</sup>	2pg/m <sup>2</sup> /day	0.2pg/g	0.01pg/L	0.01pg/g
PeBDF	0.01pg/m <sup>3</sup>	4pg/m <sup>2</sup> /day	0.5pg/g	0.02pg/L	0.02pg/g
HxBDF	0.05pg/m <sup>3</sup>	20pg/m <sup>2</sup> /day	2pg/g	0.1pg/L	0.1pg/g

表-19 臭素系ダイオキシン類の検出下限

	野生生物					食事試料
	タヌキ(筋肉) カワウ(胸筋) カラス(筋肉)	ドバト トビ(筋肉) カラス(肝臓)	アカネズミ タヌキ(脂肪)	トビ(肝臓)	トビ(脂肪)	
MoB-TrCDD	0.01pg/g	0.02pg/g	0.04pg/g	0.2pg/g	2pg/g	0.004pg/g
MoB-TeCDD						
MoB-PeCDD	0.02pg/g	0.04pg/g	0.08pg/g	0.4pg/g	4pg/g	0.008pg/g
MoB-HxCDD	0.04pg/g	0.08pg/g	0.2pg/g	0.8pg/g	8pg/g	0.02pg/g
MoB-HpCDD	0.1pg/g	0.2pg/g	0.4pg/g	2pg/g	20pg/g	0.04pg/g
MoB-TrCDF	0.01pg/g	0.02pg/g	0.04pg/g	0.2pg/g	2pg/g	0.004pg/g
MoB-TeCDF						
MoB-PeCDF	0.02pg/g	0.04pg/g	0.08pg/g	0.4pg/g	4pg/g	0.008pg/g
MoB-HxCDF	0.04pg/g	0.08pg/g	0.2pg/g	0.8pg/g	8pg/g	0.02pg/g
MoB-HpCDF	0.1pg/g	0.2pg/g	0.4pg/g	2pg/g	20pg/g	0.04pg/g
TeBDD	0.01pg/g	0.02pg/g	0.04pg/g	0.2pg/g	2pg/g	0.004pg/g
PeBDD	0.02pg/g	0.04pg/g	0.08pg/g	0.4pg/g	4pg/g	0.008pg/g
HxBDD	0.1pg/g	0.2pg/g	0.4pg/g	2pg/g	20pg/g	0.04pg/g
TeBDF	0.01pg/g	0.02pg/g	0.04pg/g	0.2pg/g	2pg/g	0.004pg/g
PeBDF	0.02pg/g	0.04pg/g	0.08pg/g	0.4pg/g	4pg/g	0.008pg/g
HxBDF	0.1pg/g	0.2pg/g	0.4pg/g	2pg/g	20pg/g	0.04pg/g

## 【試薬】

ヘキサン	: ダイオキシン分析用[和光純薬工業株式会社]
ジクロロメタン	: ダイオキシン分析用[和光純薬工業株式会社]
トルエン	: ダイオキシン分析用[和光純薬工業株式会社]
アセトン	: ダイオキシン分析用[和光純薬工業株式会社]
メタノール	: ダイオキシン分析用[和光純薬工業株式会社]
デカン	: 特級[東京化成工業株式会社]
硫酸	: 特級[関東化学株式会社]
水酸化カリウム	: 特級[和光純薬工業株式会社]
精製水	: あらかじめヘキサンで洗浄したもの
塩化ナトリウム	: 特級[和光純薬工業株式会社]
炭酸水素ナトリウム	: 特級[関東化学株式会社]
無水硫酸ナトリウム	: PCB 分析用[関東化学株式会社]
銅粉	: 鹿1級[関東化学株式会社]、あらかじめヘキサンで洗浄したもの
還元銅(粒状)	: 元素分析用[和光純薬工業株式会社]
シリカゲル	: Wako-gel S-1[和光純薬工業株式会社]
1%含水フロリジル	: フロリジル(残留農薬試験用)[和光純薬工業株式会社]に精製水を加え、振とうし調製したもの
活性炭分散シリカゲル	: ダイオキシン分析用[関東化学株式会社]

## 【標準品】

すべて Cambridge Isotope Laboratories 社 (米国) 製

2,3,7,8-TeBDD	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ] 2,3,7,8-TeBDD*	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
1,2,3,7,8-PeBDD	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ] 1,2,3,7,8-PeBDD*	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
1,2,3,4,7,8-HxBDD	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
1,2,3,6,7,8-HxBDD	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
1,2,3,7,8,9-HxBDD	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
[ <sup>13</sup> C <sub>6</sub> ] 1,2,3,6,7,8-HxBDD*	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
2,3,7,8-TeBDF	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ] 2,3,7,8-TeBDF*	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
1,2,3,7,8-PeBDF	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
2,3,4,7,8-PeBDF	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ] 1,2,3,7,8-PeBDF*	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ] 2,3,4,7,8-PeBDF**	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
1,2,3,4,7,8-HxBDF	(5±0.5 µg/ml ノナン溶液)
3-MoB-2,7,8-TrCDF	(50±5 µg/ml ノナン溶液)
2-MoB-3,7,8-TrCDD	(50±5 µg/ml ノナン溶液)
1-MoB-2,3,7,8-TeCDF	(50±5 µg/ml ノナン溶液)
1-MoB-2,3,7,8-TeCDD	(50±5 µg/ml ノナン溶液)
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ] 1-MoB-2,3,7,8-TeCDD*	(50±5 µg/ml ノナン溶液)
2-MoB-3,6,7,8,9-PeCDD	(50±5 µg/ml ノナン溶液)
1-MoB-2,3,6,7,8,9-HxCDD	(50±5 µg/ml ノナン溶液)
1-MoB-2,3,4,6,7,8,9-HpCDD	(50±5 µg/ml ノナン溶液)
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ] 1,2,3,7,8,9-HxCDD**	(50±5 µg/ml ノナン溶液)

\* : クリーンアップスパイク用

\*\* : シリンジスパイク用

## 【装置】

ガラス器具 : 分液漏斗、トールビーカー、なす形フラスコ、クロマト管、濃縮用試験管等  
(ガラス器具は褐色を使用、またはアルミ箔によって遮光して使用した。)

ソックスレー抽出装置

ロータリーエバポレーター

ウォーターバス

振とう機

ガスクロマトグラフ - 高分解能質量分析装置 : 多重イオン検出器付高分解能質量分析装置

【分析法フローシート】

分析法フローシートを図-9～13に示した。

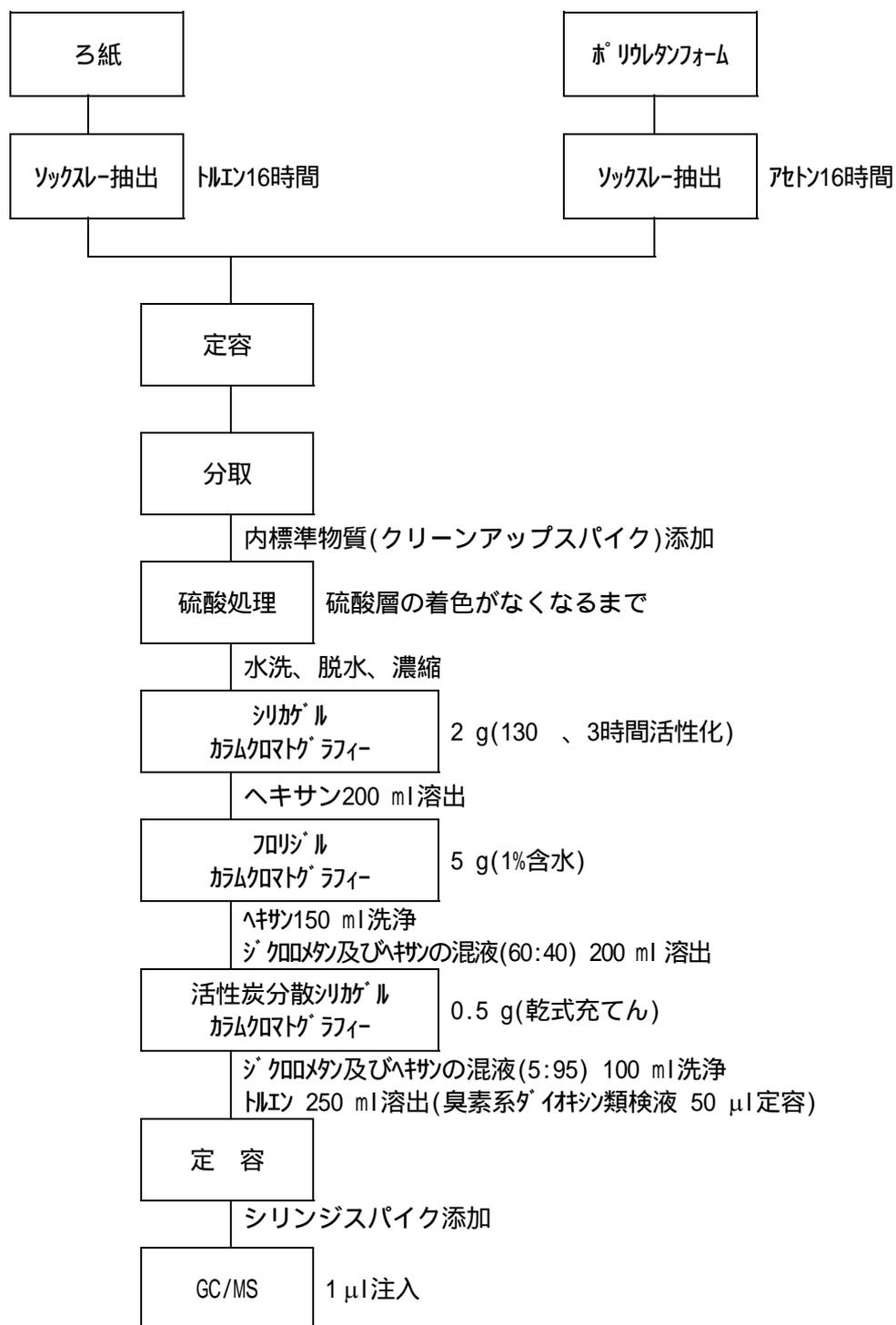


図-9 大気及び降下ばいじんの臭素系ダイオキシン類分析法フローシート

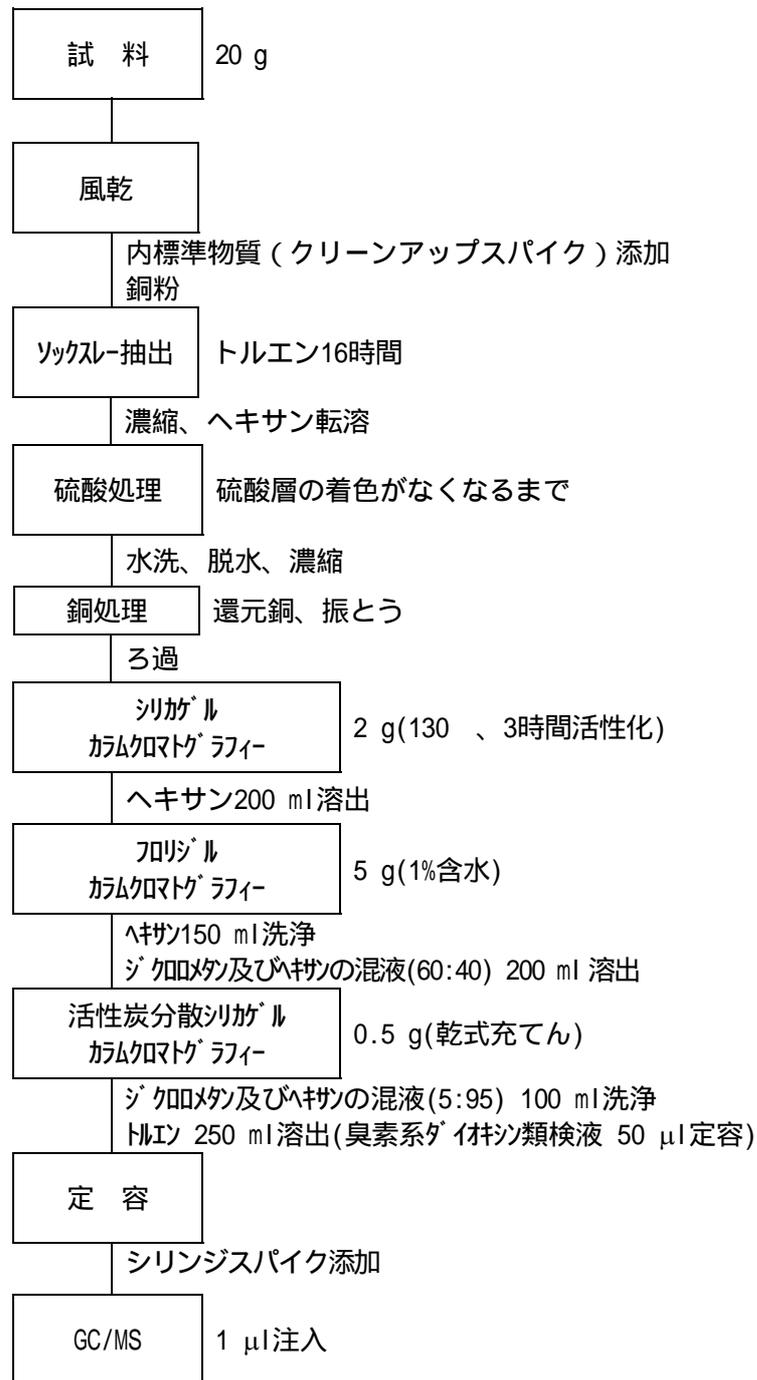


図-10 土壌及び底質の臭素系ダイオキシン類分析法フローシート

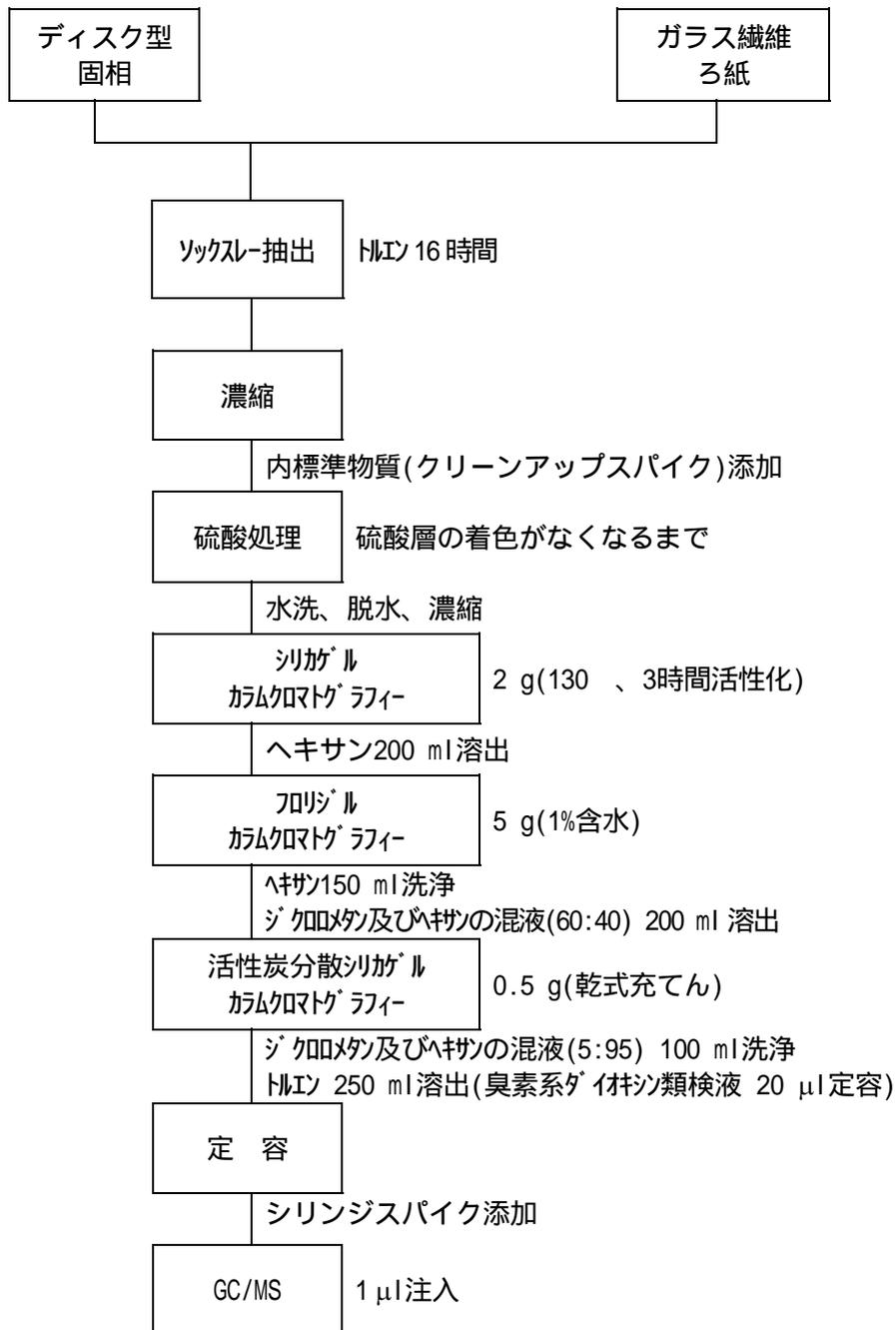


図-11 地下水及び水質の臭素系ダイオキシン類分析法フローシート  
(固相抽出)

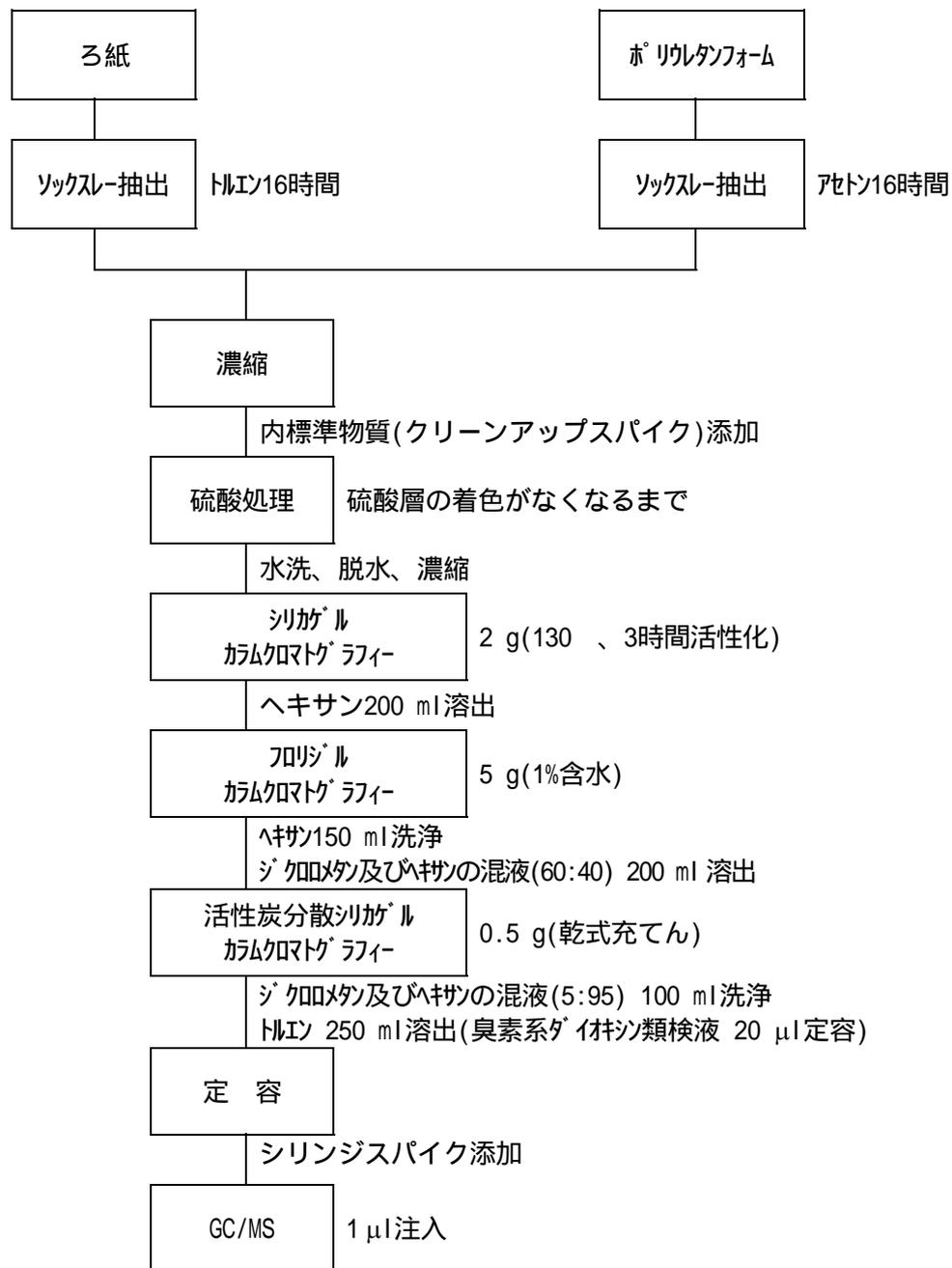


図-12 地下水及び水質の臭素系ダイオキシン類分析法フローシート  
(水中ダイオキシン採取装置)

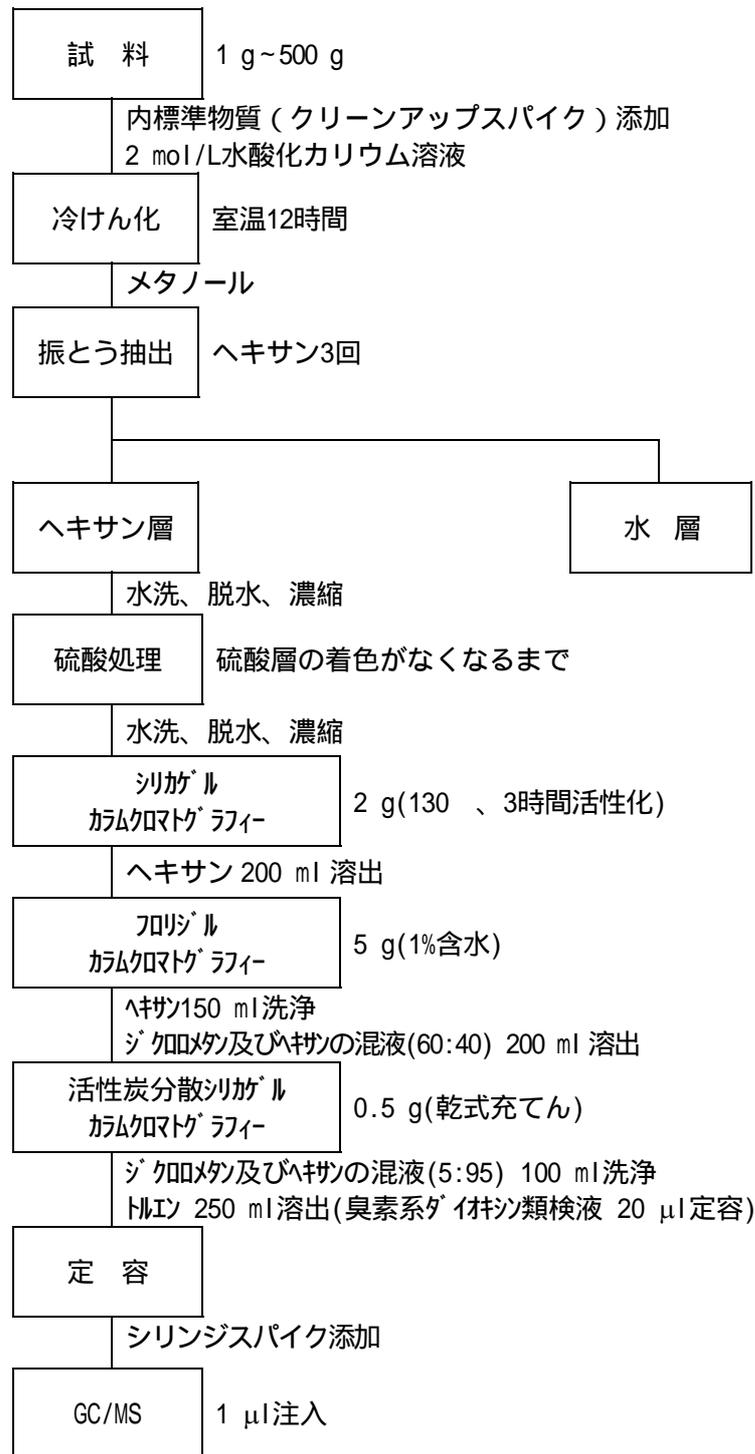


図-13 水生生物、野生生物及び食事試料の臭素系ダイオキシン類分析法フローシート

(2) (塩素化)ダイオキシン類分析方法  
 分析法フローシートを図-14~16に示した。

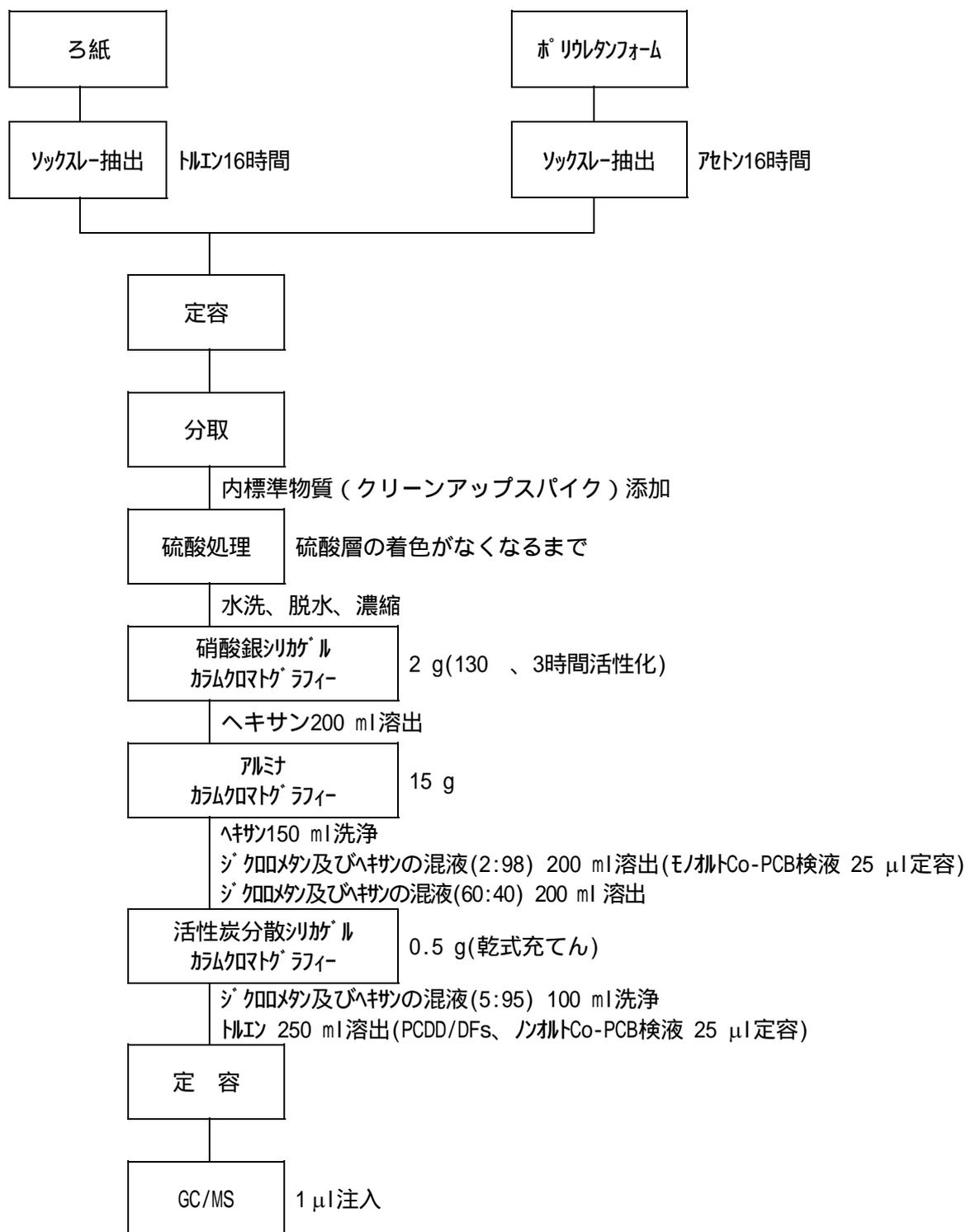


図-14 大気及び降下ばいじんの(塩素化)ダイオキシン類分析法フローシート

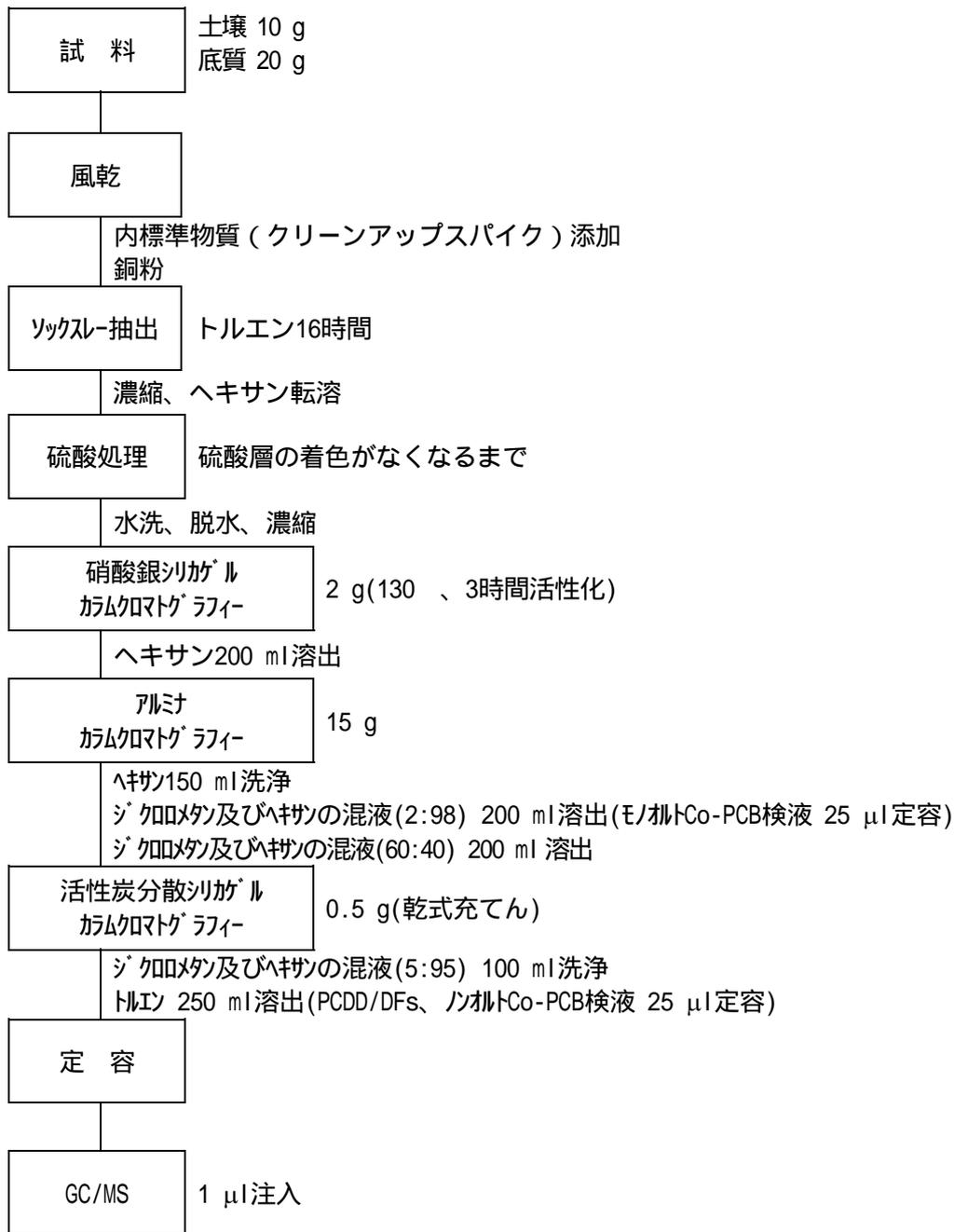


図-15 土壌及び底質の (塩素化) ダイオキシン類分析法フローシート

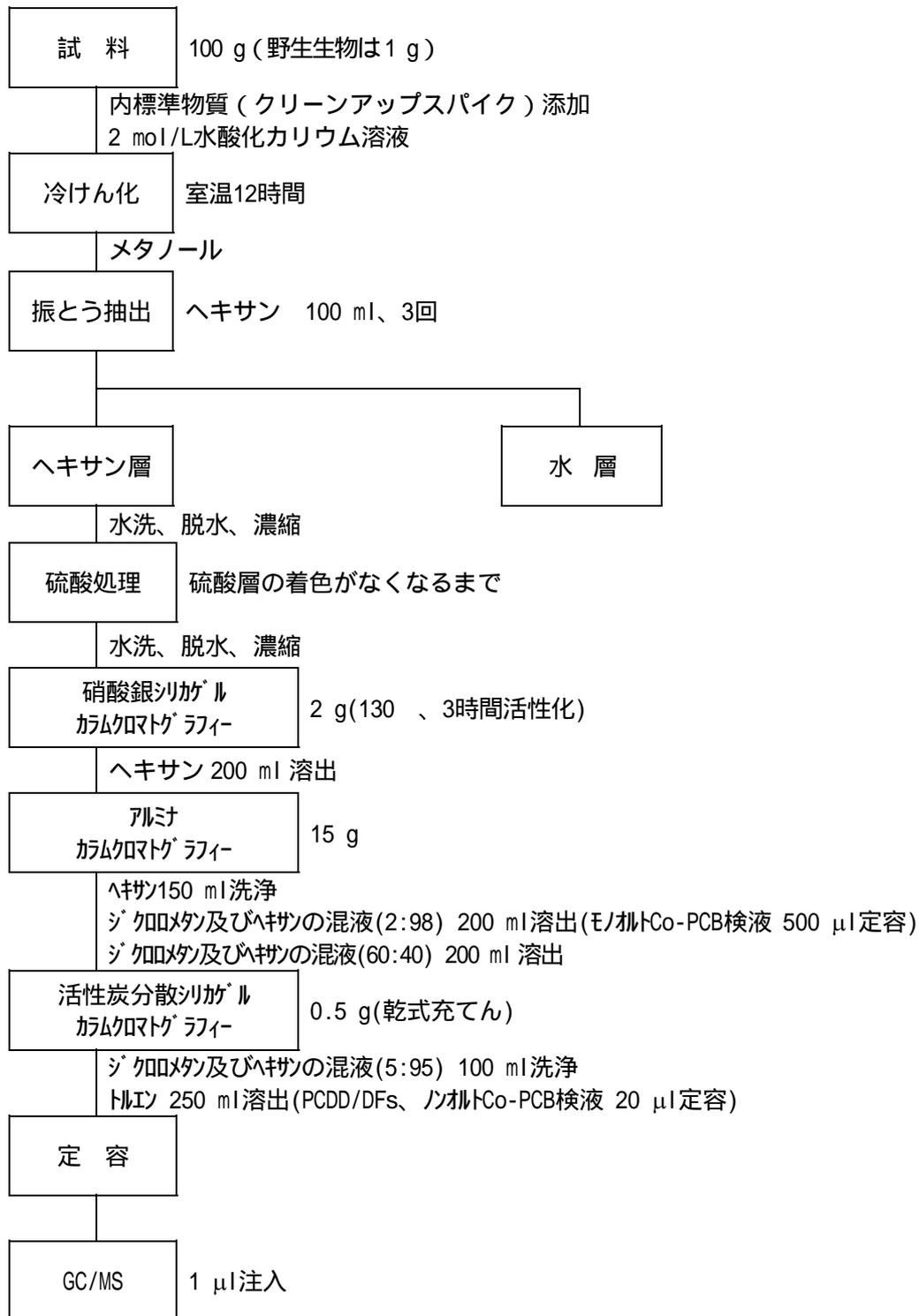


図-16 水生生物、野生生物及び食事試料の(塩素化)ダイオキシン類分析法フローシート

【ガスクロマトグラフ - 高分解能質量分析装置操作条件】

[大気・降下ばいじん・土壌・底質]

カラム： (a)Fused Silica SP-2331[SIGMA-ALDRICH]

長さ 60 m, 内径 0.32 mm, 膜厚 0.2 μm

(b)Fused Silica DB-17[J&W SCIENTIFIC]

長さ 60 m, 内径 0.32 mm, 膜厚 0.25 μm

(c)Fused Silica DB-5MS[J&W SCIENTIFIC]

長さ 60 m, 内径 0.25 mm, 膜厚 0.25 μm

試料導入系：スプリットレス

温度： 試料注入口 260

カラム

(a)150 (1 min保持) 15 /min昇温 200 (5 min保持)

2 /min昇温 250 (30 min保持)

(b)150 (1 min保持) 10 /min昇温 210

30 /min昇温 270 (34 min保持)

(c)150 (1 min保持) 15 /min昇温 200 (5 min保持)

2 /min昇温 250 (10 min保持)

20 /min昇温 270 (10 min保持)

[水生生物・野生生物・食事試料]

カラム： (a)Fused Silica SP-2331[SIGMA-ALDRICH]

長さ 60 m, 内径 0.32 mm, 膜厚 0.2 μm

(b)Fused Silica DB-17[J&W SCIENTIFIC]

長さ 60 m, 内径 0.32 mm, 膜厚 0.25 μm

(c)Fused Silica HT8[SGE]

長さ 50 m, 内径 0.22 mm, 膜厚 0.25 μm

試料導入系：スプリットレス

温度： 試料注入口 260

カラム

(a)150 (1 min保持) 15 /min昇温 200 (5 min保持)

2 /min昇温 250 (30 min保持)

(b)150 (1 min保持) 10 /min昇温 180

5 /min昇温 210 (5 min保持)

30 /min昇温 270 (33 min保持)

(c)160 (1 min保持) 15 /min昇温 220 (5 min保持)

2 /min昇温 280 20 /min昇温 300 (10 min保持)

機種： Autospec ULTIMA[Micromass Ltd.]

イオン源温度： 260

イオン化法： EI

イオン化電圧： 30 eV

イオン化電流： 500  $\mu$ A

分解能： 10,000

設定質量数： TeCDF	m/z 303.9016 , 305.8987
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]TeCDF	m/z 315.9419 , 317.9389
TeCDD	m/z 319.8965 , 321.8936
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]TeCDD	m/z 331.9368 , 333.9338
PeCDF	m/z 339.8597 , 341.8568
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]PeCDF	m/z 351.9000 , 353.8970
PeCDD	m/z 355.8546 , 357.8517
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]PeCDD	m/z 367.8949 , 369.8919
HxCDF	m/z 373.8207 , 375.8178
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]HxCDF	m/z 385.8610 , 387.8580
HxCDD	m/z 389.8156 , 391.8127
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]HxCDD	m/z 401.8559 , 403.8530
* HpCDF	m/z 407.7818 , 409.7788
* [ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]HpCDF	m/z 419.8220 , 421.8190
* HpCDD	m/z 423.7767 , 425.7737
* [ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]HpCDD	m/z 435.8169 , 437.8140
* OCDF	m/z 441.7428 , 443.7398
* [ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]OCDF	m/z 453.7830 , 455.7801
* OCDD	m/z 457.7377 , 459.7348
* [ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]OCDD	m/z 469.7779 , 471.7750
** TeCB	m/z 289.9224 , 291.9194
** [ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]TeCB	m/z 301.9626 , 303.9597
** PeCB	m/z 325.8804 , 327.8775
** [ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]PeCB	m/z 337.9207 , 339.9178
** HxCB	m/z 359.8415 , 361.8385
** [ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]HxCB	m/z 371.8817 , 373.8788
** HpCB	m/z 393.8025 , 395.7995
** [ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]HpCB	m/z 405.8428 , 407.8398

\* DB-17カラムを使用し測定した。

\*\* ノンオルトCo-PCBはDB-17カラム、モノオルトCo-PCBはDB-5MSまたはHT8カラムを使用し測定した。

【検出下限及び定量下限】

(塩素化)ダイオキシン類の検出下限及び定量下限は表-20及び21に示した。

表-20 (塩素化)ダイオキシン類の定量下限・検出下限

分析項目	大気 pg/m <sup>3</sup>		降下ばいじん pg/m <sup>2</sup> /day		土壌 pg/g		底質 pg/g	
	定量下限	検出下限	定量下限	検出下限	定量下限	検出下限	定量下限	検出下限
2,3,7,8-TeCDD	0.003	0.001	7	2	0.4	0.1	0.22	0.07
1,3,6,8-TeCDD	0.003	0.001	7	2	0.8	0.2	0.4	0.1
1,3,7,9-TeCDD	0.003	0.001	7	2	0.6	0.2	0.3	0.1
TeCDDs	0.003	0.001	7	2	0.4	0.1	0.22	0.07
1,2,3,7,8-PeCDD	0.004	0.001	9	3	0.29	0.09	0.15	0.04
PeCDDs	0.004	0.001	9	3	0.29	0.09	0.15	0.04
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.009	0.003	19	6	0.6	0.2	0.30	0.09
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.007	0.002	14	4	0.30	0.09	0.15	0.05
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.007	0.002	15	4	0.5	0.1	0.24	0.07
HxCDDs	0.009	0.003	19	6	0.6	0.2	0.30	0.09
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.006	0.002	13	4	0.3	0.1	0.18	0.05
HpCDDs	0.006	0.002	13	4	0.3	0.1	0.18	0.05
OCDD	0.013	0.004	27	8	4	1	2.0	0.6
2,3,7,8-TeCDF	0.004	0.001	8	2	0.29	0.09	0.15	0.04
1,2,7,8-TeCDF	0.004	0.001	8	2	0.5	0.1	0.24	0.07
TeCDFs	0.004	0.001	8	2	0.29	0.09	0.15	0.04
1,2,3,7,8-PeCDF	0.004	0.001	7	2	0.25	0.08	0.13	0.04
2,3,4,7,8-PeCDF	0.003	0.001	7	2	0.30	0.09	0.16	0.05
PeCDFs	0.004	0.001	7	2	0.30	0.09	0.16	0.05
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.006	0.002	11	3	0.5	0.1	0.25	0.08
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.005	0.002	10	3	0.5	0.1	0.25	0.07
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.008	0.002	17	5	0.4	0.1	0.20	0.06
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.007	0.002	14	4	0.6	0.2	0.30	0.09
HxCDFs	0.008	0.002	17	5	0.6	0.2	0.30	0.09
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.007	0.002	15	4	0.4	0.1	0.19	0.06
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.008	0.002	16	5	0.4	0.1	0.19	0.06
HpCDFs	0.008	0.002	16	5	0.4	0.1	0.19	0.06
OCDF	0.010	0.003	21	6	1.7	0.5	0.9	0.3
3,4,4',5'-TeCB(#81)	0.005	0.002	11	3	0.4	0.1	0.19	0.06
3,3',4,4'-TeCB(#77)	0.006	0.002	13	4	0.5	0.1	0.25	0.08
3,3',4,4',5'-PeCB(#126)	0.003	0.001	7	2	0.3	0.1	0.18	0.05
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	0.009	0.003	18	6	0.25	0.07	0.13	0.04
2',3,4,4',5'-PeCB(#123)	0.005	0.001	10	3	0.5	0.2	0.28	0.08
2,3',4,4',5'-PeCB(#118)	0.013	0.004	27	8	2.0	0.6	1.0	0.3
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	0.007	0.002	14	4	1.3	0.4	0.7	0.2
2,3,4,4',5'-PeCB(#114)	0.003	0.001	7	2	0.6	0.2	0.29	0.09
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	0.004	0.001	9	3	0.5	0.2	0.28	0.08
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#156)	0.009	0.003	19	6	0.6	0.2	0.31	0.09
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	0.007	0.002	14	4	0.8	0.2	0.4	0.1
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	0.008	0.003	17	5	0.5	0.2	0.27	0.08

表-21 (塩素化)ダイオキシン類の定量下限・検出下限

分析項目	水生生物 pg/g		野生生物 pg/g		食事試料 pg/g	
	定量下限	検出下限	定量下限	検出下限	定量下限	検出下限
2,3,7,8-TeCDD	0.010	0.003	1.0	0.3	0.010	0.003
1,3,6,8-TeCDD	0.012	0.004	1.0	0.3	0.010	0.003
1,3,7,9-TeCDD	0.010	0.003	1.0	0.3	0.010	0.003
TeCDDs	0.010	0.003	1.0	0.3	0.010	0.003
1,2,3,7,8-PeCDD	0.010	0.003	1.0	0.3	0.010	0.003
PeCDDs	0.010	0.003	1.0	0.3	0.010	0.003
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.020	0.006	1.7	0.5	0.018	0.005
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.021	0.006	1.9	0.6	0.020	0.006
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.018	0.006	1.6	0.5	0.017	0.005
HxCDDs	0.021	0.006	1.9	0.6	0.020	0.006
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.015	0.004	1.8	0.5	0.019	0.006
HpCDDs	0.015	0.004	1.8	0.5	0.019	0.006
OCDD	0.06	0.02	5	1	0.05	0.01
2,3,7,8-TeCDF	0.008	0.002	0.8	0.2	0.009	0.003
1,2,7,8-TeCDF	0.009	0.003	0.8	0.3	0.009	0.003
TeCDFs	0.008	0.002	0.8	0.2	0.009	0.003
1,2,3,7,8-PeCDF	0.010	0.003	0.9	0.3	0.010	0.003
2,3,4,7,8-PeCDF	0.010	0.003	0.8	0.2	0.008	0.002
PeCDFs	0.010	0.003	0.9	0.3	0.010	0.003
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.019	0.006	1.8	0.6	0.019	0.006
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.019	0.006	1.7	0.5	0.018	0.005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.018	0.005	1.9	0.6	0.020	0.006
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.021	0.006	1.9	0.6	0.020	0.006
HxCDFs	0.021	0.006	1.9	0.6	0.020	0.006
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.018	0.005	1.7	0.5	0.017	0.005
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.017	0.005	1.7	0.5	0.017	0.005
HpCDFs	0.018	0.005	1.7	0.5	0.017	0.005
OCDF	0.04	0.01	5	1	0.05	0.01
3,4,4',5-TeCB(#81)	0.019	0.006	2.2	0.7	0.023	0.007
3,3',4,4'-TeCB(#77)	0.026	0.008	2.6	0.8	0.027	0.008
3,3',4,4',5-PeCB(#126)	0.024	0.007	2.4	0.7	0.025	0.007
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	0.019	0.006	2.1	0.6	0.022	0.007
2',3,4,4',5-PeCB(#123)	0.5	0.1	60	20	0.6	0.2
2,3',4,4',5-PeCB(#118)	0.6	0.2	60	20	0.6	0.2
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	0.5	0.2	60	20	0.6	0.2
2,3,4,4',5-PeCB(#114)	0.6	0.2	60	20	0.7	0.2
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	0.5	0.2	50	10	0.5	0.1
2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	0.4	0.1	40	10	0.4	0.1
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	0.4	0.1	40	10	0.4	0.1
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	0.4	0.1	40	10	0.4	0.1

(3) ポリ臭素化ジフェニルエーテル分析方法  
 分析法フローシートは図-17～20に示した。

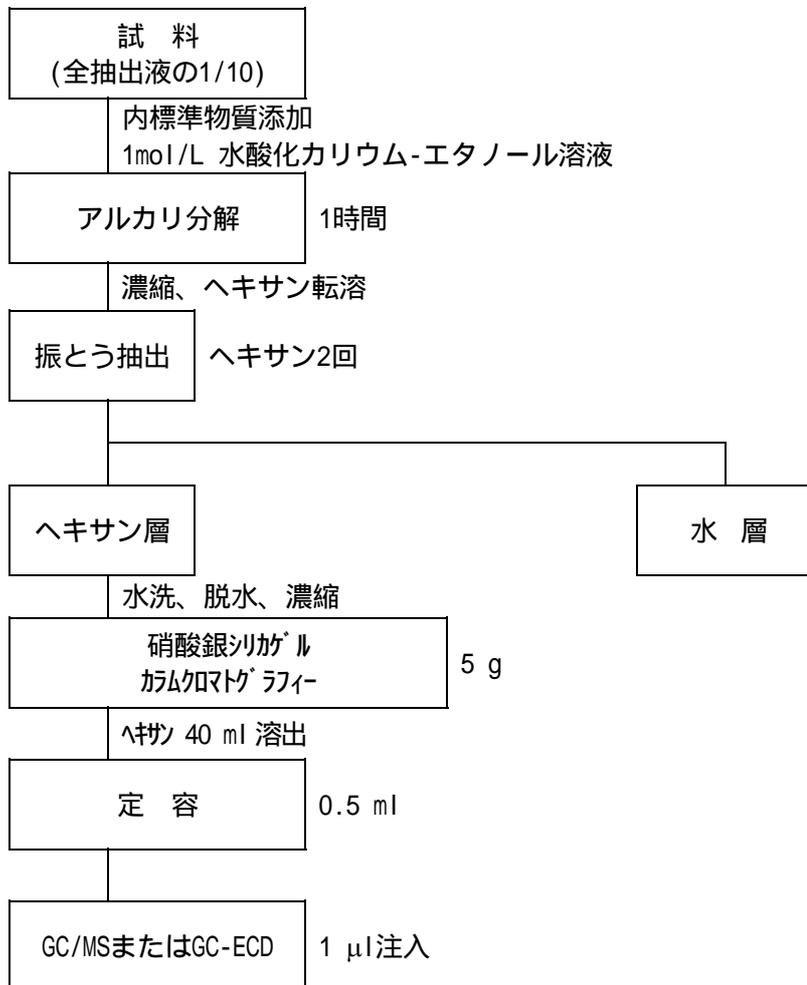


図-17 大気及び降下ばいじんのポリ臭素化ジフェニルエーテル分析法フローシート

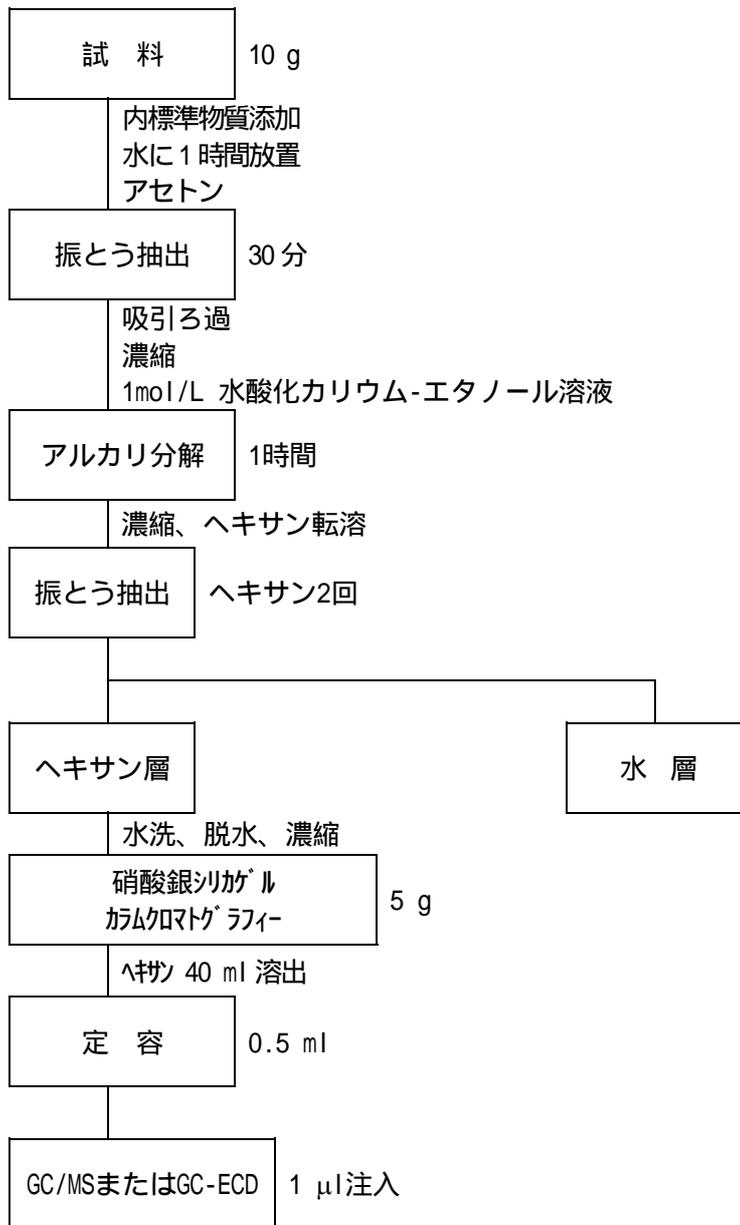


図-18 土壌のポリ臭素化ジフェニルエーテル分析法フローシート

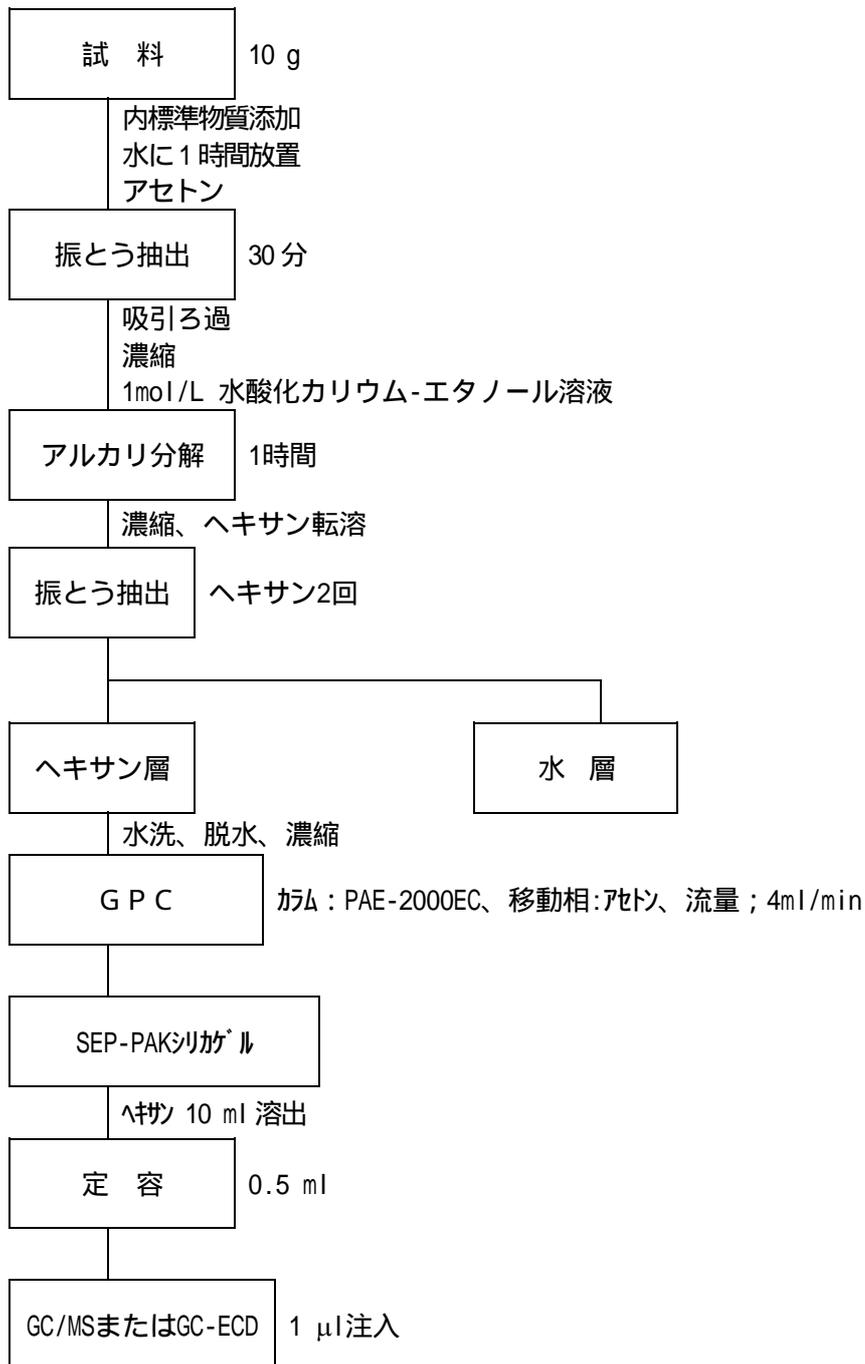


図-19 底質のポリ臭素化ジフェニルエーテル分析法フローシート

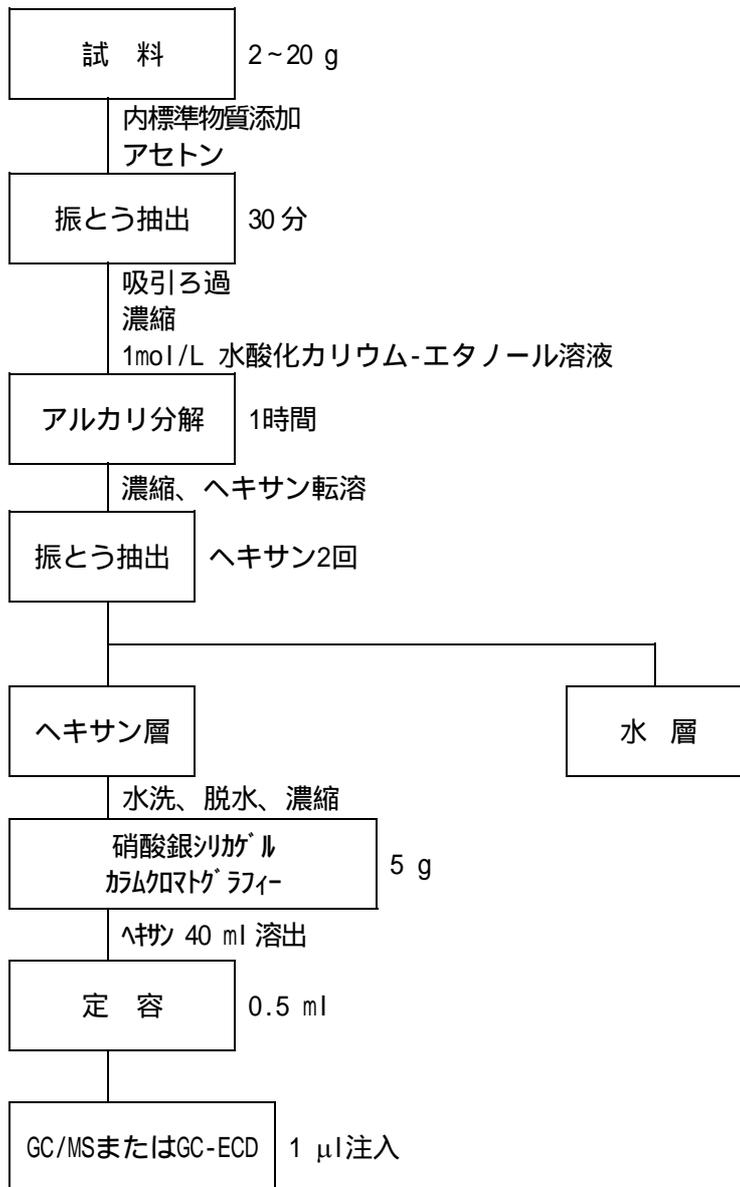


図-20 水生生物，野生生物及び食事試料のポリ臭素化ジフェニルエーテル分析法フローシート

## 【ガスクロマトグラフ - 質量分析装置操作条件】

### [ポリ臭素化ジフェニルエーテル]

機 種 : Agilent 5973 [ Agilent Technologies ]

カラム : Fused Silica TC-1 , 長さ 30 m , 内径 0.25 mm , 膜厚 0.25  $\mu$ m

導入系 : スプリットレス

温 度 : 試料注入口 280

カラム 120 (2 min保持) 10 /min昇温 320 (6 min保持)

イオン源温度 : 230

EM電圧 : +1000 V

設定質量数 : TrBDE	m/z 405.8 , 407.8
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]TrBDE	m/z 417.8
TeBDE	m/z 485.7 , 487.7
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]TeBDE	m/z 497.8
PeBDE	m/z 563.6 , 565.6
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]PeBDE	m/z 575.7
HxBDE	m/z 643.6 , 645.6
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]HxBDE	m/z 655.6
HpBDE	m/z 721.5 , 723.5
[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]HpBDE	m/z 735.6

## 【ガスクロマトグラフ操作条件】

### [デカプロモジフェニルエーテル]

機 種 : HP 5890 [ HEWLETT-PACKARD company ]

カラム : Fused Silica Rtx-5 , 長さ 15 m , 内径 0.53 mm , 膜厚 0.1  $\mu$ m

温 度 : 試料注入口 280

カラム 150 (1 min保持) 10 /min昇温 300 (10 min保持)

検出器 : ECD

検出器温度 : 300

キャリアーガス流量 : 20 ml/min

メイクアップガス流量 : 40 ml/min

【検出下限】

ポリ臭素化ジフェニルエーテルの検出下限は表-22に示した。

表 - 22 ポリ臭素化ジフェニルエーテルの検出下限

	大気 ng/m <sup>3</sup>	降下 ばいじん ng/m <sup>2</sup> /day	土壌 ng/g	底質 ng/g	水生生物 ng/g	野生生物 ng/g	食事試料 ng/g
2,4,4'-TrBDE	0.0005	0.8	0.02	0.04	0.04	0.04	0.01
2,2',4,4'-TeBDE	0.0005	0.8	0.02	0.04	0.04	0.04	0.01
2,2',4,4',6-PeBDE	0.001	2	0.05	0.1	0.1	0.1	0.025
2,2',4,4',5-PeBDE	0.001	2	0.05	0.1	0.1	0.1	0.025
2,2',4,4',5,6'-HxBDE	0.0025	4	0.1	0.2	0.2	0.2	0.05
2,2',4,4',5,5'-HxBDE	0.0025	4	0.1	0.2	0.2	0.2	0.05
2,2',3,4,4',5,6'-HpBDE	0.006	10	0.25	0.5	0.5	0.5	0.1
DeBDE	0.006	10	0.25	0.5	0.5	0.5	0.1