

## ・ 臭素系ダイオキシン類に関する調査

## 目 次

1 調査の目的	1
2 調査の概要	1
3 試料の概要	6
4 分析方法	
(1) 臭素系ダイオキシン類	23
(2) 塩素化ダイオキシン類	37
(3) ポリ臭素化ジフェニルエーテル	45
5 調査結果及び考察	
(1) 大気	52
(2) 降下ばいじん	61
(3) 土壌	70
(4) 地下水	79
(5) 水質	85
(6) 底質	92
(7) 水生生物	101
(8) 野生生物	109
(9) 食事試料	117
(10) ハウスダスト	126
6 まとめ	133
参考	135

## 1 調査の目的

近年、臭素系ダイオキシン類による人の健康や生態系への影響が懸念されており、「ダイオキシン類対策特別措置法(平成11年法律第105号、平成12年1月施行)」の附則第2条においても、臭素系ダイオキシンの人への健康影響を調査することとされている。このため、臭素系ダイオキシン類の毒性やばく露実態に関する知見を収集、整理する(文献調査)とともに、わが国における臭素系ダイオキシン類等の汚染実態を調査することにより、臭素系ダイオキシン類の人の健康や生態系への影響に関する調査研究を推進するための資料を得ることを目的とする。

## 2 調査の概要

### (1) 調査媒体

大気、降下ばいじん、土壌、地下水、水質、底質、水生生物(魚介類)、野生生物(鳥類、ほ乳類)及び食事試料の9媒体について調査を実施した。また、一般家庭及び事業所においてハウスダストについての調査を実施した。

### (2) 調査項目

調査媒体毎の調査項目は表-1のとおりである。

臭素系ダイオキシン類の分析項目は、表-2に示すポリ臭素化ジベンゾ-パラ-ジオキシン(PBDDs)及びポリ臭素化ジベンゾフラン(PBDFs)の異性体及び同族体並びに表-3に示すモノ臭素ポリ塩素化ジベンゾ-パラ-ジオキシン(MoBPCDDs)及びモノ臭素ポリ塩素化ジベンゾフラン(MoBPCDFs)の異性体及び同族体とした。

また、塩素化ダイオキシン類及びポリ臭素化ジフェニルエーテル(PBDEs)の分析項目は表-4及び5に示した。

なお、臭素系ダイオキシン類及びポリ臭素化ジフェニルエーテルの分析項目は、標準物質が入手可能なものを選定した。

表-1 調査媒体毎の調査項目

調査項目	大気	降下 ばいじん	土壌	地下水	水質	底質	水生 生物	野生 生物	食事	ハウス ダスト
臭素系ダイオキシン類										
塩素化ダイオキシン類										×
ポリ臭素化ジフェニルエーテル				×	×					

表-2 ポリ臭素化ジベンゾ-パラ-ジオキシン(PBDDs)及びポリ臭素化ジベンゾフラン(PBDFs)

臭素置換体	PBDDs	PBDFs
四臭素化体	2,3,7,8-TeBDD	2,3,7,8-TeBDF
	TeBDDs総和	TeBDFs総和
五臭素化体	1,2,3,7,8-PeBDD	1,2,3,7,8-PeBDF 2,3,4,7,8-PeBDF
	PeBDDs総和	PeBDFs総和
六臭素化体	1,2,3,4,7,8-/ 1,2,3,6,7,8-HxBDD 1,2,3,7,8,9-HxBDD	1,2,3,4,7,8-HxBDF
	HxBDDs総和	HxBDFs総和
七臭素化体	-	1,2,3,4,6,7,8-HpBDF
	HpBDDs総和	HpBDFs総和
八臭素化体	OBDD	OBDF

表-3 モノ臭素ポリ塩素化ジベンゾ-パラ-ジオキシン(MoBPCDDs)及び

モノ臭素ポリ塩素化ジベンゾフラン(MoBPCDFs)

置換体	MoBPCDDs	MoBPCDFs
一臭素三塩素化体	2 MoB 3,7,8-TrCDD	3 MoB 2,7,8-TrCDF
	MoB-TrCDDs総和	MoB-TrCDFs総和
一臭素四塩素化体	1 MoB 2,3,7,8-TeCDD	1 MoB 2,3,7,8-TeCDF
	MoB-TeCDDs総和	MoB-TeCDFs総和
一臭素五塩素化体	2 MoB 3,6,7,8,9-PeCDD	-
	MoB-PeCDDs総和	MoB-PeCDFs総和
一臭素六塩素化体	1 MoB 2,3,6,7,8,9-HxCDD	-
	MoB-HxCDDs総和	MoB-HxCDFs総和
一臭素七塩素化体	1 MoB 2,3,4,6,7,8,9-HpCDD	-
	MoB-HpCDDs総和	MoB-HpCDFs総和

表-4 塩素化ダイオキシン類分析対象項目

		塩素数	分析対象項目	略号
ダイオキシン	4		2,3,7,8-テトラクロロジヘンゾ-パラジキシン	2,3,7,8-TeCDD
			1,3,6,8-テトラクロロジヘンゾ-パラジキシン	1,3,6,8-TeCDD
			1,3,7,9-テトラクロロジヘンゾ-パラジキシン	1,3,7,9-TeCDD
			テトラクロロジヘンゾ-パラジキシン総和	TeCDDs総和
	5		1,2,3,7,8-ペンタクロロジヘンゾ-パラジキシン	1,2,3,7,8-PeCDD
			ペンタクロロジヘンゾ-パラジキシン総和	PeCDDs総和
	6		1,2,3,4,7,8-ヘキサクロロジヘンゾ-パラジキシン	1,2,3,4,7,8-HxCDD
			1,2,3,6,7,8-ヘキサクロロジヘンゾ-パラジキシン	1,2,3,6,7,8-HxCDD
			1,2,3,7,8,9-ヘキサクロロジヘンゾ-パラジキシン	1,2,3,7,8,9-HxCDD
			ヘキサクロロジヘンゾ-パラジキシン総和	HxCDDs総和
	7		1,2,3,4,6,7,8-ヘプタクロロジヘンゾ-パラジキシン	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD
			ヘプタクロロジヘンゾ-パラジキシン総和	HpCDDs総和
	8		オクタクロロジヘンゾ-パラジキシン	OCDD
	ジベンゾフラン	4		2,3,7,8-テトラクロロジヘンゾフラン
			1,2,7,8-テトラクロロジヘンゾフラン	1,2,7,8-TeCDF
			テトラクロロジヘンゾフラン総和	TeCDFs総和
5			1,2,3,7,8-ペンタクロロジヘンゾフラン	1,2,3,7,8-PeCDF
			2,3,4,7,8-ペンタクロロジヘンゾフラン	2,3,4,7,8-PeCDF
			ペンタクロロジヘンゾフラン総和	PeCDFs総和
6			1,2,3,4,7,8-ヘキサクロロジヘンゾフラン	1,2,3,4,7,8-HxCDF
			1,2,3,6,7,8-ヘキサクロロジヘンゾフラン	1,2,3,6,7,8-HxCDF
			1,2,3,7,8,9-ヘキサクロロジヘンゾフラン	1,2,3,7,8,9-HxCDF
			2,3,4,6,7,8-ヘキサクロロジヘンゾフラン	2,3,4,6,7,8-HxCDF
		ヘキサクロロジヘンゾフラン総和	HxCDFs総和	
7			1,2,3,4,6,7,8-ヘプタクロロジヘンゾフラン	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF
			1,2,3,4,7,8,9-ヘプタクロロジヘンゾフラン	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF
			ヘプタクロロジヘンゾフラン総和	HpCDFs総和
8		オクタクロロジヘンゾフラン	OCDF	
コプリナーPCB	ノンオルト	4	3,4,4',5'-テトラクロロビフェニル	3,4,4',5'-TeCB(#81)
			3,3',4,4'-テトラクロロビフェニル	3,3',4,4'-TeCB(#77)
		5	3,3',4,4',5'-ペンタクロロビフェニル	3,3',4,4',5'-PeCB(#126)
	6	3,3',4,4',5,5'-ヘキサクロロビフェニル	3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	
	モノオルト	5	2',3,4,4',5'-ペンタクロロビフェニル	2',3,4,4',5'-PeCB(#123)
			2,3',4,4',5'-ペンタクロロビフェニル	2,3',4,4',5'-PeCB(#118)
			2,3,3',4,4'-ペンタクロロビフェニル	2,3,3',4,4'-PeCB(#105)
			2,3,4,4',5'-ペンタクロロビフェニル	2,3,4,4',5'-PeCB(#114)
		6	2,3',4,4',5,5'-ヘキサクロロビフェニル	2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)
			2,3,3',4,4',5'-ヘキサクロロビフェニル	2,3,3',4,4',5'-HxCB(#156)
			2,3,3',4,4',5'-ヘキサクロロビフェニル	2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)
	7	2,3,3',4,4',5,5'-ヘプタクロロビフェニル	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	

表-5 ポリ臭素化ジフェニルエーテル(PBDEs)分析対象項目

臭素数	分析対象項目	略号
一臭素化体	4-ブ <small>□</small> フェニルエーテル	4-MoBDE(#3)
	ブ <small>□</small> フェニルエーテル総和	MoBDEs 総和
二臭素化体	2,4-ジブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,4-DiBDE(#7)
	4,4'-ジブ <small>□</small> フェニルエーテル	4,4'-DiBDE(#15)
	ジブ <small>□</small> フェニルエーテル総和	DiBDEs 総和
三臭素化体	2,2',4-トリブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',4-TrBDE(#17)
	2,4,4'-トリブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,4,4'-TrBDE(#28)
	トリブ <small>□</small> フェニルエーテル総和	TrBDEs 総和
四臭素化体	2,2',4,5'-テトラブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',4,5'-TeBDE(#49)
	2,3',4',6'-テトラブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,3',4',6'-TeBDE(#71)
	2,2',4,4'-テトラブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',4,4'-TeBDE(#47)
	2,3',4,4'-テトラブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,3',4,4'-TeBDE(#66)
	3,3',4,4'-テトラブ <small>□</small> フェニルエーテル	3,3',4,4'-TeBDE(#77)
	テトラブ <small>□</small> フェニルエーテル総和	TeBDEs 総和
五臭素化体	2,2',4,4',6-ペンタブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',4,4',6-PeBDE(#100)
	2,3',4,4',6-ペンタブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,3',4,4',6-PeBDE(#119)
	2,2',4,4',5-ペンタブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',4,4',5-PeBDE(#99)
	2,2',3,4,4'-ペンタブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',3,4,4'-PeBDE(#85)
	3,3',4,4',5-ペンタブ <small>□</small> フェニルエーテル	3,3',4,4',5-PeBDE(#126)
	ペンタブ <small>□</small> フェニルエーテル総和	PeBDEs 総和
六臭素化体	2,2',4,4',5,6'-ヘキサブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',4,4',5,6'-HxBDE(#154)
	2,2',4,4',5,5'-ヘキサブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',4,4',5,5'-HxBDE(#153)
	2,2',3,4,4',5'-ヘキサブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',3,4,4',5'-HxBDE(#138)
	2,3,3',4,4',5'-ヘキサブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,3,3',4,4',5'-HxBDE(#156)
	ヘキサブ <small>□</small> フェニルエーテル総和	HxBDEs 総和
七臭素化体	2,2',3,4,4',6,6'-ヘプタブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',3,4,4',6,6'-HpBDE(#184)
	2,2',3,4,4',5',6'-ヘプタブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',3,4,4',5',6'-HpBDE(#183)
	2,3,3',4,4',5',6'-ヘプタブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,3,3',4,4',5',6'-HpBDE(#191)
	ヘプタブ <small>□</small> フェニルエーテル総和	HpBDEs 総和
八臭素化体	2,2',3,3',4,4',6,6'-オクタブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',3,3',4,4',6,6'-OcBDE(#197)
	2,2',3,4,4',5,5',6'-オクタブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',3,4,4',5,5',6'-OcBDE(#203)
	2,2',3,3',4,4',5,6'-オクタブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',3,3',4,4',5,6'-OcBDE(#196)
	2,3,3',4,4',5,5',6'-オクタブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,3,3',4,4',5,5',6'-OcBDE(#205)
	オクタブ <small>□</small> フェニルエーテル総和	OcBDEs 総和
九臭素化体	2,2',3,3',4,4',5,6,6'-ノナブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',3,3',4,4',5,6,6'-NoBDE(#207)
	2,2',3,3',4,4',5,5',6'-ノナブ <small>□</small> フェニルエーテル	2,2',3,3',4,4',5,5',6'-NoBDE(#206)
	ノナブ <small>□</small> フェニルエーテル総和	NoBDEs 総和
十臭素化体	デカブ <small>□</small> フェニルエーテル	DeBDE(#209)

(3) 調査試料

環境試料7媒体(大気、降下ばいじん、土壌、地下水、水質、底質及び水生生物)について、調査媒体ごとに全国3地域、各3地点を選定し試料の採取を行った。野生生物について地域ごとに2試料の採取を行った。また、食事試料について地域ごとに3試料、ハウスダストについて地域ごとにそれぞれ一般家庭及び事業所の2試料を採取した。調査試料一覧を表-6に示した。なお、試料は平成17年8月から平成18年1月までに採取した。

表-6 調査試料一覧

地域	地点		大気	降下ばいじん	土壌	地下水	水質	底質	水生生物	野生生物	食事	ハウスダスト
M地域	M1	市街地	1	1	1	1	1	1	1	2	3	2
	M2	市街地	1	1	1	1	1	1	1			
	M3	工業地域	1	1	1	1	1	1	1			
N地域	N1	市街地	1	1	1	1	1	1	1	2	3	2
	N2	市街地	1	1	1	1	1	1	1			
	N3	焼却施設周辺	1	1	1	1	1	1	1			
O地域	O1	市街地	1	1	1	1	1	1	1	2	3	2
	O2	市街地	1	1	1	1	1	1	1			
	O3	工業地域	1	1	1	1	1	1	1			
合計			9	9	9	9	9	9	9	6	9	6

### 3 試料の概要

#### (1) 大気

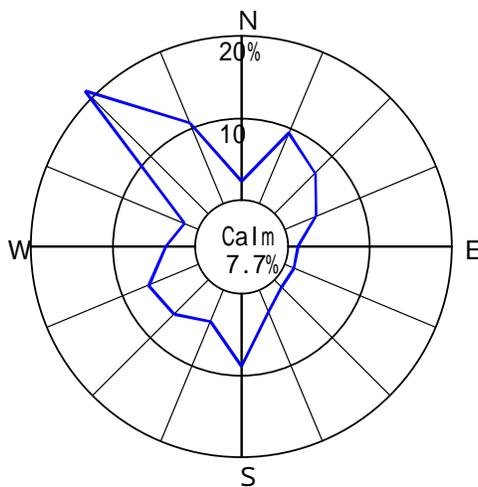
地域内のばらつきを把握するために、各地域ごとにそれぞれ3地点を選定し測定を行った。測定は24時間採取を7日間連続で行った。また、焼却施設等の影響を考慮するため、風向風速等の気象条件について測定を行った。

大気試料の概況を表-7に示した。また、風配図を図-1～9に示した。なお、0.4 m/s未満はCalmとした。

表-7 大気試料の概況

採取地点	採取期間	吸引時間 (hr)	平均気温 ( )	平均気圧 (hPa)	吸引量 (m <sup>3</sup> )	総粉じん濃度 (mg/m <sup>3</sup> )	
M地域	M1	2005.8.25～9.1	168	24.2	983	7006.0	0.028
	M2	2005.8.25～9.1	168	24.8	1010	7020.0	0.035
	M3	2005.8.25～9.1	168	24.5	1011	7002.0	0.054
N地域	N1	2005.10.24～10.31	168	16.7	1018	7013.7	0.093
	N2	2005.10.24～10.31	168	15.5	1015	7016.0	0.071
	N3	2005.10.24～10.31	168	16.2	1017	7011.4	0.067
O地域	O1	2005.9.22～9.29	168	22.7	1010	7029.0	0.045
	O2	2005.9.22～9.29	168	23.5	1014	7029.0	0.051
	O3	2005.9.22～9.29	168	23.5	1009	7009.0	0.054

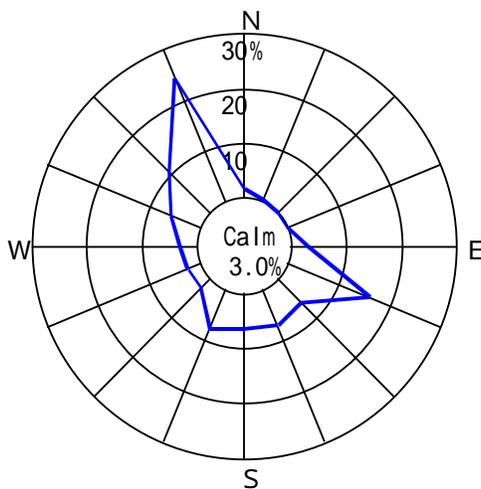
M地域の採取開始日には台風の影響で60～100 mm程度の降雨があった。



平成17年8月25日～9月1日

平均風速：1.9 m/s

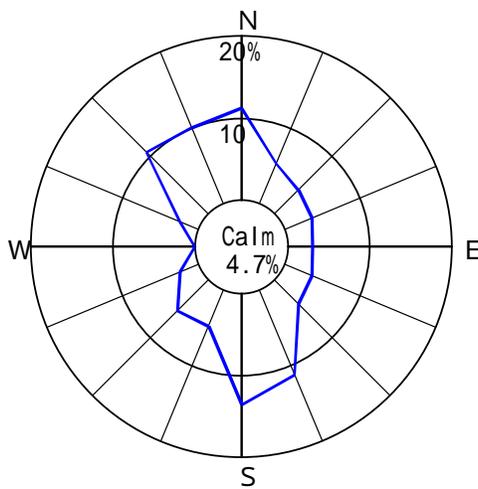
図-1 M地域M1地点の風配図



平成17年8月25日～9月1日

平均風速：1.9 m/s

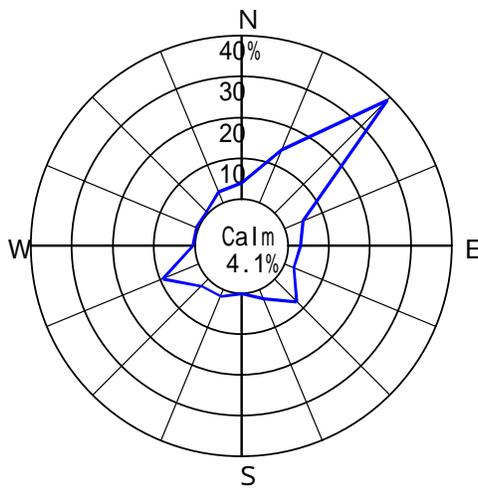
図-2 M地域M2地点の風配図



平成17年8月25日～9月1日

平均風速：2.2 m/s

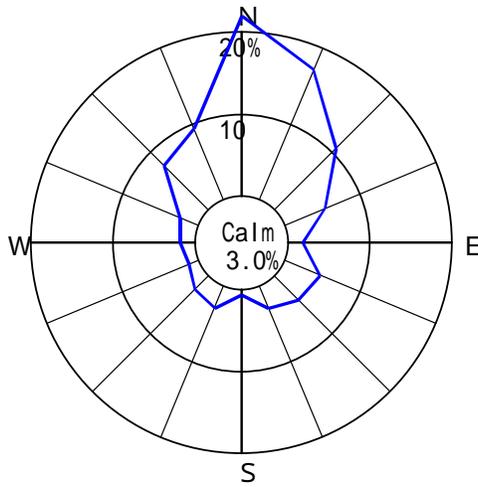
図-3 M地域M3地点の風配図



平成17年10月24日～10月31日

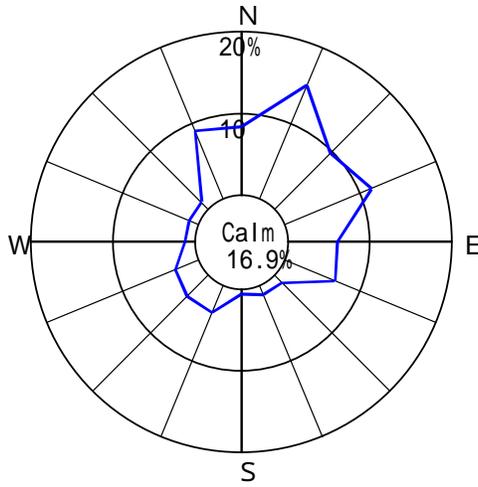
平均風速：1.8 m/s

図-4 N地域N1地点の風配図



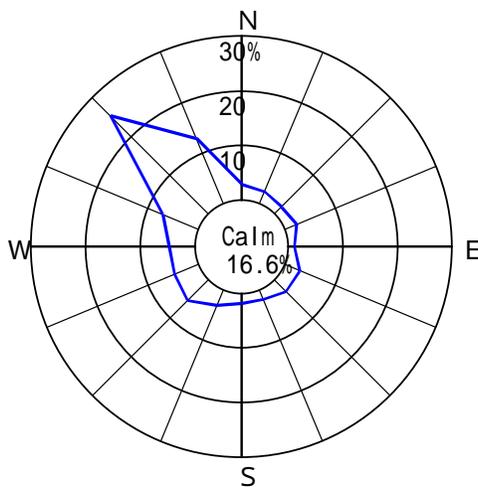
平成17年10月24日～10月31日  
 平均風速：2.3 m/s

図-5 N地域N2地点の風配図



平成17年10月24日～10月31日  
 平均風速：1.0 m/s

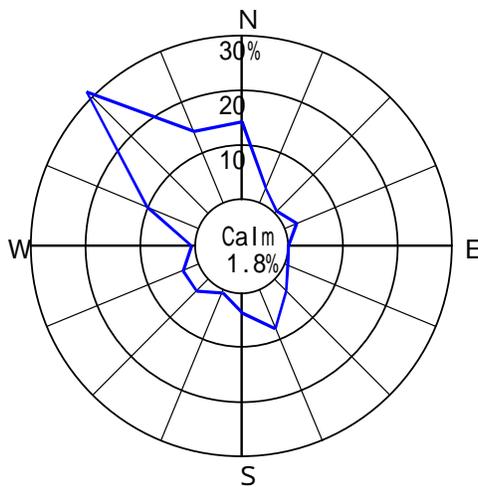
図-6 N地域N3地点の風配図



平成17年9月22日～9月29日

平均風速：1.3 m/s

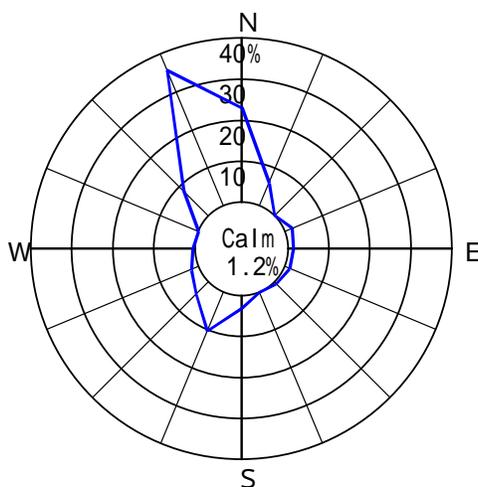
図-7 0地域01地点の風配図



平成17年9月22日～9月29日

平均風速：3.1 m/s

図-8 0地域02地点の風配図



平成17年9月22日～9月29日

平均風速：1.8 m/s

図-9 O地域03地点の風配図

(2) 降下ばいじん

大気の測定地点と同地点にて測定を行った。なお、採取期間は1箇月で行った。降下ばいじん試料の概況を表-8に示した。

表-8 降下ばいじん試料の概況

採取地点	採取期間	平均気温 ( )	降水量 (mm)	降下ばいじん量 (mg)	降下ばいじん濃度 (t/km <sup>2</sup> /30日)	
M地域	M1	2005.8.25～9.27	22.4	203	97	0.53
	M2	2005.8.25～9.27	23.0	221	94	0.51
	M3	2005.8.25～9.27	23.0	130	158	0.86
N地域	N1	2005.9.29～10.31	18.9	184	220	1.2
	N2	2005.9.29～10.31	18.9	184	142	0.80
	N3	2005.9.29～10.31	17.9	150	108	0.61
O地域	O1	2005.9.14～10.14	23.0	105	77	0.46
	O2	2005.9.14～10.14	21.9	84	117	0.70
	O3	2005.9.14～10.14	21.9	84	134	0.81

M地域の採取開始日には台風の影響で60～100 mm程度の降雨があった。

(3) 土壌

地域内のばらつきを把握するために、各地域ごとにそれぞれ3地点を選定し測定を行った。なお、各地点において表層(5 cm)土壌を5ポイント採取し、等量混合して測定を行った。土壌試料の概況を表-9に示した。

表-9 土壌試料の概況

採取地点	採取日	含水率 (%)	強熱減量 (%)	土性*	土色	被覆物等	
M 地域	M1	2005.8.24	0.4	1.9	壤土	黒褐色	無
	M2	2005.8.29	0.2	1.4	シルト質壤土	褐色	無
	M3	2005.8.31	0.6	4.4	シルト質壤土	暗オリーブ色	芝生
N 地域	N1	2005.10.28	1.9	3.4	シルト質壤土	オリーブ褐色	無
	N2	2005.10.25	3.1	6.6	壤土	黒褐色	雑草
	N3	2005.10.24	5.1	17.6	シルト質壤土	黒褐色	雑草
O 地域	O1	2005.9.26	0.9	5.5	壤土	黄褐色	無
	O2	2005.9.22	0.3	2.0	砂土	暗灰黄色	無
	O3	2005.9.23	0.7	2.6	砂土	黄褐色	無

強熱減量：水分を除いた後、600 で2時間加熱したときの重量差

\* 土性判定の目安

土性	判定法
砂土	ほとんど砂ばかり(砂85%以上)で、ねばり気を全く感じない。
砂壤土	砂の感じが強く(砂65~85%)、ねばり気はわずかしかない。
壤土	ある程度砂を感じ(砂40~65%)、ねばり気もある。砂と粘土が同じくらいに感じられる。
シルト質壤土	砂はあまり感じないが、サラサラした小麦粉のような感触(シルト質45%以上)がある。
埴壤土	わずかに砂を感じるが、かなりねばる(粘土15~25%)。
重埴土	ほとんど砂を感じないで、よくねばる(粘土45%以上)。

(参考文献)ペドロジスト懇談会編：土壌調査ハンドブック、博友社

シルト：粒径5 μm ~ 74 μmの粒子、粘土：粒径5 μm以下の粒子(日本統一土質分類)

(4) 地下水

地域内のばらつきを把握するために、各地域ごとにそれぞれ3地点を選定し測定を行った。試料の概況を表-10に示した。

表-10 地下水試料の概況

採取地点	採取日	天候	気温 ( )	水温 ( )	pH	SS (mg/L)	電気伝導度 (mS/m)	臭気	外観	
M地域	M1	2005.8.26	曇	27.5	18.1	6.8	6	25	無臭	無色
	M2	2005.9.9	曇	25.5	15.1	6.2	3	20	弱下水臭	淡黄褐色
	M3	2005.8.31	晴	27.0	16.8	7.8	<1	14	無臭	無色
N地域	N1	2005.10.27	曇	17.6	16.9	7.9	<1	28	無臭	無色
	N2	2005.10.25	晴	22.0	17.4	8.0	13	31	無臭	無色
	N3	2005.10.26	雨	16.0	19.0	8.0	<1	38	無臭	淡黄褐色
O地域	O1	2005.9.27	曇	23.0	18.7	6.8	<1	22	無臭	無色
	O2	2005.9.24	晴	28.5	21.4	6.4	<1	34	無臭	無色
	O3	2005.9.26	晴	27.0	21.1	6.6	<1	30	無臭	無色

SS : 浮遊物質量

## (5) 水質及び底質

地域内のばらつきを把握するために、各地域ごとにそれぞれ3地点を選定し測定を行った。試料の概況を表-11及び12に示した。

表-11 水質試料の概況

採取地点	採取日	天候(前日)	気温 ( )	水温 ( )	pH	SS (mg/L)	透視度	臭気	外観	
M地域	M1(河川)	2005.8.24	曇(雨時々曇)	24.0	22.8	6.7	10	70	弱下水臭	無色
	M2(河川)	2005.8.29	晴(曇)	27.5	20.6	6.5	6	>100	無臭	淡黄色
	M3(海域)	2005.8.30	晴(晴)	25.5	25.0	8.1	2	>100	無臭	無色
N地域	N1(河川)	2005.10.30	曇(曇)	17.0	18.5	7.4	2	>100	無臭	淡黄緑色
	N2(河川)	2005.11.22	晴(晴)	15.0	13.1	8.0	9	46	無臭	淡黄褐色
	N3(河川)	2005.10.29	曇(晴)	18.0	19.2	7.5	2	>100	無臭	淡緑色
O地域	O1(河川)	2005.9.23	晴(曇)	26.7	23.3	6.2	2	>100	無臭	淡黄色
	O2(河川)	2005.9.25	晴(晴)	25.8	23.3	6.5	<1	>100	無臭	無色
	O3(河川)	2005.9.21	晴(晴)	30.5	30.1	6.4	3	>100	弱塩素臭	淡黄色

SS：浮遊物質

表-12 底質試料の概況

採取地点	採取日	泥温 ( )	含水率 (%)	強熱減量 (%)	泥質	臭気	外観	混入物	
M地域	M1(河川)	2005.8.24	23.4	15.9	0.9	砂	弱魚貝臭	杓-ブ色	無
	M2(河川)	2005.8.29	21.2	21.2	1.7	砂	無臭	杓-ブ色	無
	M3(海域)	2005.8.30	25.5	55.0	12.5	泥	中魚貝臭	黒色	貝殻・ヒトデ
N地域	N1(河川)	2005.10.30	19.7	18.0	1.6	砂	強硫化水素臭	黒色	貝殻・植物片
	N2(河川)	2005.11.22	12.6	49.6	10.2	泥粘土	弱土臭	杓-ブ 黒色	植物片
	N3(河川)	2005.10.29	20.5	43.6	8.5	泥	強硫化水素臭	黒色	貝殻・貝
O地域	O1(河川)	2005.9.23	24.4	6.6	0.5	砂	弱魚貝臭	灰杓-ブ色	小石
	O2(河川)	2005.9.25	23.6	10.4	0.4	砂	無臭	にぶい黄褐色	植物片
	O3(河川)	2005.9.21	28.8	32.5	3.5	泥	中下水臭	杓-ブ 黒色	金属片 ミミズ

強熱減量：水分を除いた後、600 で2時間加熱したときの重量差

(6) 水生生物

水質及び底質を測定した水域において試料の採取を行った。採取した種及びその概況を表-13に示した。また、調製試料の脂質含量を示した。調製は、魚類は可食(筋肉)部、貝類は貝殻を除いた全体部分について行った。

表-13 水生生物試料の概況

採取地		種	採取日	個体数	体重(g)	体長(cm)	脂質(%)
M地域	M1(河川)	コイ	2005.11.9,10	3	2450~4300	55.0~59.5	3.2
	M2(河川)	アユ	2005.8.29	175	6.66~57.0	9.8~18.3	2.7
	M3(海域)	ムササビイ	2005.8.30	356	23.9(平均)	1.5~2.7	2.0
N地域	N1(河川)	コイ	2005.12.28,29	4	3300~6600	60.2~76.9	3.0
	N2(河川)	コイ	2005.12.9	3	905~1147	41.2~44.5	0.4
	N3(河川)	マガキ	2005.12.28,29	398	32.6~102	6.6~11.2	0.7
O地域	O1(河川)	コイ	2005.9.27	3	174~1143	21.2~41.5	0.5
	O2(河川)	ボラ	2005.9.30	21	33.1~56.1	15.5~18.3	3.5
	O3(河川)	ボラ	2005.9.27	44	13.4~1025	12.2~44.2	2.0

(7) 野生生物(鳥類、ほ乳類)

各地域について野生生物(鳥類、ほ乳類)を採取した。採取した生物種及びその概況を表-14に示した。また、調製試料の脂質含量を示した。調製は筋肉部について行った。

表-14 野生生物試料の概況

採取地点	種	個体数	採取日	体重(g)	翼長(cm)	尾長(cm)	脂質(%)
M地域	ニホンジカ	1(雄)	2006.1.6	70000	-	-	0.3
	ニホンザル	1(雌)	2005.9.16	5800	-	-	0.9
N地域	ハシブトガラス	5	2005.10.26	505~717	31.5~35.5	20.0~22.5	1.8
	ニホンザル	1(雄)	2005.9.24	7600	-	-	1.1
O地域	ハシブトガラス	6	2005.12.17	613~744	33.0~36.0	19.0~23.0	2.2
	イノシシ	1	2005.11.16	68000	-	-	23.0

個体数欄に雌雄の別のないものは性別不明

(8) 食事試料

調査地域に居住する住民を選定し、陰膳方式(実際に摂食した食事と同じもの、同じ量を採用し試料とする方法)で食事試料(3日分を1試料とした。)を各地域ごとにそれぞれ3試料ずつ調製した。表-15 ~ 23に食事試料の内容を示した。

表-15 食事試料(M1 試料 男性、年齢 29 歳、体重 63 kg)

1 日目(3454 g)	2 日目(3930 g)	3 日目(3420 g)
きのご飯(米、マイタケ、シイタケ) 味噌汁(豆腐、ワカ、キャベツ、ミョウガ) 佃煮(ワカサギ、エダマame) ささかま ビーマン炒め(ビーマン) 大根おろし グループフルーツ(リンゴ、バナナ、ヨーグルト) 牛乳	ご飯(米) 味噌汁(ジャガイモ、ワカ、コマツ、ダイコン、エダマame、ワカ) 煮物(ナス、ナス、ビーマン) 納豆、オクラ 漬物(キュウリ、ミョウガ、ナス、ショウガ) ラジウム卵 大根おろし グループフルーツ(トマト、バナナ、リンゴ、ヨーグルト) 牛乳	ご飯(米) 味噌汁(ジャガイモ、ワカ、ダイコン、キャベツ、油揚げ、ワカ) 炒り豆腐(豆腐、キャベツ、ニンジン、ビーマン、シイタケ、豚肉、卵) 煮豆(キヌシマ) 納豆 焼き魚(ササ) 大根おろし 漬物(キュウリ) グループフルーツ(リンゴ、ヨーグルト) 牛乳
きのご飯(米、マイタケ、シイタケ) 豚肉のピカタ(豚肉、卵) 焼き魚(ササ) ビーマン炒め(ビーマン) 煮物(エダマame、油揚げ、ニンジン) うめぼし トマト、レモン	ご飯(米、ふりかけ、うめぼし) 豚肉ステーキ(豚肉、シイタケ) 焼き魚(ササ) 煮物(ビシキ、ニンジン、油揚げ、シイタケ) 甘煮(ササ、ワカ、レーズン) レモン	サンドイッチ(パン、レタス、トマト、ハム、チーズ、ゴマ、卵) 牛乳
ご飯(米) 豚汁(ジャガイモ、ニンジン、ルウ、ゴボウ、ダイコン、キノコ、豆腐、ワカ、豚肉、油揚げ) 煮魚(加イ、ゴボウ) 煮物(ササ、ニンジン、シイタケ、エダマame、鶏肉、イグサ) おひたし(モロ、ワカ、シイタケ、ウメ) グレープフルーツ チーズ	麦ご飯(米、麦) 鶏ハブ焼き(鶏肉、レモン、甘酢、レモン) さしみ(マグロ、とろろ) 春雨サラダ(春雨、キュウリ、トマト、焼豚、ゴマ) ごま和え(ワカ、ゴマ) おひたし(ワカサギ) 漬物(キュウリ、セロリ、ナス、ウメ)	ご飯(米) ササの蒲焼き(ササ) ビシキの袋煮(油揚げ、ビシキ、ニンジン、とろろ) 揚げ(ルウ) おひたし(シイタケ、ワカサギ) サラダ(レタス、キュウリ、トマト、ビーマン、チーズ、和ら、シーチキン、レモン) 酢の物(ワカ、ササ) キュウリ、みそ 枝豆
ブリン 緑茶 お茶飲料 ジョア、果汁飲料 スポーツ飲料 水	緑茶、どくだみ茶 お茶飲料 ジョア、果汁飲料 水	緑茶 お茶飲料 果汁飲料 スポーツ飲料 水



表-18 食事試料(N1 試料 男性、年齢 28 歳、体重 64 kg)

1 日目(2223 g)	2 日目(2806 g)	3 日目(2394 g)
トースト(食パン、マーガリン、ホシジマ-マ-レード) ゆで卵(卵) ココア(牛乳、ココア)	ピザトースト(食パン、ペ-コ、チーズ、トマトチャップ) トースト(食パン、マーガリン) カフェ(インスタントコーヒー、砂糖、牛乳) ブル-ン ヨーグルト	トースト(食パン) カレー(鶏肉、ジャガイ、夕、ニンジン、ナス、 カレー粉) カフェ(インスタントコーヒー、砂糖、牛乳) ブル-ン
スパゲティ(ペ-コ、夕、オリーブオイル、チーズ) ピ-ナッツせんべい	ルバー-(パン、ルバー-、トマト、夕、 マネ-ズ) フライドポテト 和食(夕) ジンジャー	焼きそば(麺、キャベツ、ニンジン、豚肉、シジ) ジャム(ブルーベリー、ジャム) レネ-ド (バナナ、レネ)
ご飯(米) ナシ焼き(ナス、ミ、砂糖、酒) 味噌汁(カ、夕) 梅コ	カレー(米、鶏肉、ジャガイ、夕、ニンジン、 ナス、カレー粉) 牛乳	鮭ご飯(米、サ) ポト(キャベツ、ニンジン、夕、ペ-コ、 ジャガイ、ココア)
麦茶 ミネラルウ-ター お茶飲料	ココア、 まるごとパン(バナナ、ホップ、クリーム、パン) 麦茶 ミネラルウ-ター 加ビス	ココア、 麦茶 ミネラルウ-ター スポーツドリンク

表-19 食事試料(N2 試料 女性、年齢 48 歳、体重 48 kg)

1 日目(2567 g)	2 日目(2896 g)	3 日目(2526 g)
ムトースト(食パン、ム、レタス、マネ-ズ、 ブルーベリー、ジャム) ヨーグルト(ヨーグルト、バナナ) ブドウ(巨峰)	ご飯(米) 味噌汁(豆腐、夕) 魚(サ、大根おろし) キムチ(ゴボウ、ニンジン、ショウガ、白ゴマ) 漬物(キュウリ) ブドウ(巨峰)	サンドイッチ(パン、ム、レタス、トマト、マネ-ズ、 ブルーベリー、ジャム) ヨーグルト(ヨーグルト、バナナ) ブドウ(巨峰)
ご飯(米) ブリ大根(ブリ、ダイコン、ココナ) 煮豚(豚肉) 漬物(梅干し、キュウリ、ショウガ) 冷やしトマト	サンドイッチ(パン、サ、ム、レタス、マネ-ズ)	ご飯(米) 煎り ふかしいも 漬物(梅干し、キュウリ)
きのこうどん(うどん、シジ、シタケ、油揚 げ、夕、川、柚子七味) 天ぷら(アゴ) サ	ご飯(米) 焼き肉(牛肉) カ(ホウレンソウ、豆腐、ダイコン、セ、白ゴマ トマト、ニンジン) 冷やし奴(豆腐、ショウガ) 和食(夕、夕) 汁物(サ)	ご飯(米) 山か(マグロ、サ、川) 肉じゃが(牛肉、ジャガイ、ニンジン) 味噌汁(豆腐、豆腐、豆腐) 漬物(キュウリ)
せんべい チョコレート 緑茶 コーヒー 野菜ジュ-ス(バナナ、ペ-コ、リンゴ、ホウレンソウ、 ア、ペ-コ、トマト、レネ、ニンジン、ケル) 水	ういろ 緑茶 コーヒー 野菜ジュ-ス(バナナ、ペ-コ、リンゴ、ホウレンソウ、 ア、ペ-コ、トマト、レネ、ニンジン、ケル) 水	菓子パン(パン、クリーム) 緑茶 コーヒー 野菜ジュ-ス(ニンジン、ホウレンソウ、トマト、バナナ、 サ、ア、ペ-コ、ココア、プロテイン、リンゴ、 バナナ、レネ) 水

表-20 食事試料(N3 試料 女性、年齢 50 歳、体重 60 kg)

1 日目(2113 g)	2 日目(2319 g)	3 日目(2002 g)
サド イチ(パン、キャベツ、チーズ、卵、マネー、ソーセージ、ケチャップ、マスタード) リンゴ ブドウ(巨峰)	ゴツサド (パン、キャベツ、ゴツ) ナ	ピザトスト(食パン、チーズ、ピーマン、タネ) 牛乳 ナ ナ
チャーハン(米、ピーマン、ニンジン、タネ、卵) ワカスズ(ワカ、卵、長ネギ、ゴマ) ナ	ラーメン(麺、豚肉、ピーマン、ニンジン、タネ、シウ) イジク	サラダ(麺、キュウリ、アスパラ、トマト、卵、ム)
ご飯(米) 味噌汁(ダイン、マイ) フライ(豚肉、イ) ゴツ(シ、カ、イ、タネ、ニンジン) ボナサダ(シ、カ、イ、キュウリ、リンゴ、ニン、加工) キャベツ千切り ナ	ご飯(米) おでん(卵、ゴツ、さつま揚げ、ダイン、鶏肉、ナ) 焼き魚(サス、大根おろし) おひたし(ホウ、カボ)	ご飯(米) ハンジロビ(豚肉、タネ) サラダ(レタ、キュウリ、トマト、ナ、マネー)
コーヒー ライオン お茶 豆乳 ビール 水	野菜ジュース コーヒー お茶 ビール 水	みたらしたんご お茶 ウー茶 ビタム

表-21 食事試料(01 試料 男性、年齢 47 歳、体重 64 kg)

1 日目(2227 g)	2 日目(2265 g)	3 日目(2835 g)
サド イチ(食パン、マーガリン、レタ、シ、ナ) ブドウ バナナ コーヒー 牛乳	サド イチ(食パン、マーガリン、レタ、ム) ソーセージ グレープフルーツ コーヒー 牛乳	サド イチ(食パン、マーガリン、レタ、ム) ミカ コーヒー 牛乳
ご飯(米) 焼きそば(麺、キャベツ、長ネギ) ブドウ 漬物(野沢菜)	雑炊(米、卵) 味付のり	ご飯(米) 鳥唐揚げ(鳥肉) ゆで卵 漬物(たくあん)
水炊き(ハガイ、長ネギ、エダマメ、鶏肉、タ、ナ、大根おろし、ポン酢) 雑炊(米、卵) 漬物(野沢菜)	ご飯(米) 豚汁(豚肉、ハガイ、長ネギ、サス、ニンジン) 焼き魚(ブリ) 漬物(たくあん) 佃煮(アサシグレ)	海鮮丼(米、マグロ、イ、イ、ナ) 味噌汁(ハガイ、ナ、サス、豚肉) 漬物(たくあん)
ミカ ボナサダ 麦茶	ミカ チョコレート ナ菓子 麦茶	ナ菓子 麦茶 缶酎ハイ

表-22 食事試料(02 試料 女性、年齢 32 歳、体重 65 kg)

1 日目(1869 g)	2 日目(2371 g)	3 日目(1796 g)
トースト(食パン、マーガリン) 加チースプ(加チ、夕苳、牛乳) ミヨ(牛乳、ミヨ)	トースト(食パン、マーガリン) バナナヨーグルト(ヨーグルト、バナナ) ミヨ(牛乳、ミヨ)	トースト(食パン、マーガリン、ジャム) ミヨ(牛乳、ミヨ)
お好み焼き(小麦粉、卵、苳、キャベツ、豚肉、 天かす、加チシ、紅ショウガ)	とろろご飯(米、山いも) 白菜煮(ハクサイ、油揚げ、卵) おから煮(おから、苳、シイタケ、糸こんにゃく) 豆ひじき煮(大豆、ひじき) キャベツ	チーズ餅(苳、チーズ、川) いそべ餅(苳、川) おひたし(柿のうめ、加チシ)
ご飯(米) フライ(北、豚肉、苳、小麦粉、卵、パン粉、 大根おろし、ポン酢) キャベツ トマト	ご飯(米) 水炊き(ハクサイ、シイタケ、シイタケ、糸こんにゃく、鶏肉、 柿、豆腐、ポン酢) ごま和え(菜花、ごま)	豆ご飯(米、エンドウマ) 豚汁(豚肉、ダイコン、ニンジン、サトイモ、豆腐、苳) 魚塩焼き(ワサ) 煮物(サトイモ)
ヨーグルト ブルン 緑茶 麦茶	きなこもち(苳、サトイモ、材粉、アズキ) 緑茶 麦茶	緑茶 麦茶

表-23 食事試料(03 試料 男性、年齢 65 歳、体重 60 kg)

1 日目(2475 g)	2 日目(2517 g)	3 日目(2586 g)
トースト(食パン、バター) 目玉焼き(卵) ウイナーソーセージ キャベツ ヨーグルト(ハチミツ)	ご飯(米) 味噌汁(ナス、油揚げ、卵) 炒め物(ウイナーソーセージ、シイタケ) ヨーグルト(ハチミツ) バナナ	ご飯(米、卵) 炒め物(ウイナーソーセージ、シイタケ) ヨーグルト
ご飯(米) じゃこおろし(ダイコン、ジャコ) シイタケ炒め 佃煮(シイタケ昆布) トマト	ご飯(米) 味噌汁(ナス、油揚げ、チリ) 冷や奴(豆腐) さしみ	ご飯(米) 天ぷら(鶏肉、豆、ごぼう) ブロッコリー 大根おろし 川
栗ご飯(米、川) 味噌汁(ナス、油揚げ) 大学いも(サトイモ、水アメ) ゆでなす(ナス、ショウガ) カレー	ご飯(米) 味噌汁(夕苳) ピーマン炒め(ピーマン、ウイナー、ピーマン) ナス シイタケ炒め めんたいこ 魚塩焼き(サバ)	ご飯(米) フライ(イ) 味噌汁(豆腐、苳) 漬物(ダイコン) 佃煮(シイタケ昆布) カレー
黄桃 コーヒー 緑茶 アルカリイオン水(ハチミツ)	ナシ ピーナツ コーヒー 緑茶 アルカリイオン水	コーヒー 緑茶 アルカリイオン水

(9) ハウスダスト

各地域において一般家庭及び事業所をそれぞれ1地点選定し、ハウスダストを採取した。採取状況の概要を表-24～26に示した。

表-24 ハウスダストの採取状況

	M地域	
	一般家庭	事業所
採取日	2005.10.1	2005.9.8
区域	居間8帖	1区画
主な電化製品	カラーテレビ(2004年型) エアコン(1995年型)	パソコン 15台 プリンター 3台 コピー機 テレビ ビデオデッキ 扇風機
採取状況	カラーテレビ周辺	パソコン等周辺 電化製品周辺
採取量	0.74 g	2.40 g

表-25 ハウスダストの採取状況

	N地域	
	一般家庭	事業所
採取日	2005.10.24	2005.10.30
区域	LDK	1区画(78 m <sup>2</sup> )
主な電化製品	カラーテレビ エアコン 冷蔵庫 電話機	パソコン 25台 プリンター 2台 ファックス 冷蔵庫 扇風機
採取状況	食器棚上	パソコン周辺 棚上部 机上部 扇風機周辺
採取量	0.82 g	4.57 g

表-26 ハウスダストの採取状況

	O地域	
	一般家庭	事業所
採取日	2005.9.19	2005.9.27
区域	家全体	1区画(24 m <sup>2</sup> )
主な電化製品	テレビ 3台 冷蔵庫 洗濯機 エレクトーン	パソコン 8台 プリンター 2台
採取状況	カラーテレビ周辺 冷蔵庫上部 エレクトーン裏 タンス上部	パソコン等周辺 本棚
採取量	2.54 g	0.87 g

4 分析方法

(1) 臭素系ダイオキシン類

【分析法フローシート】

分析法フローシートを図-10～13に示した。

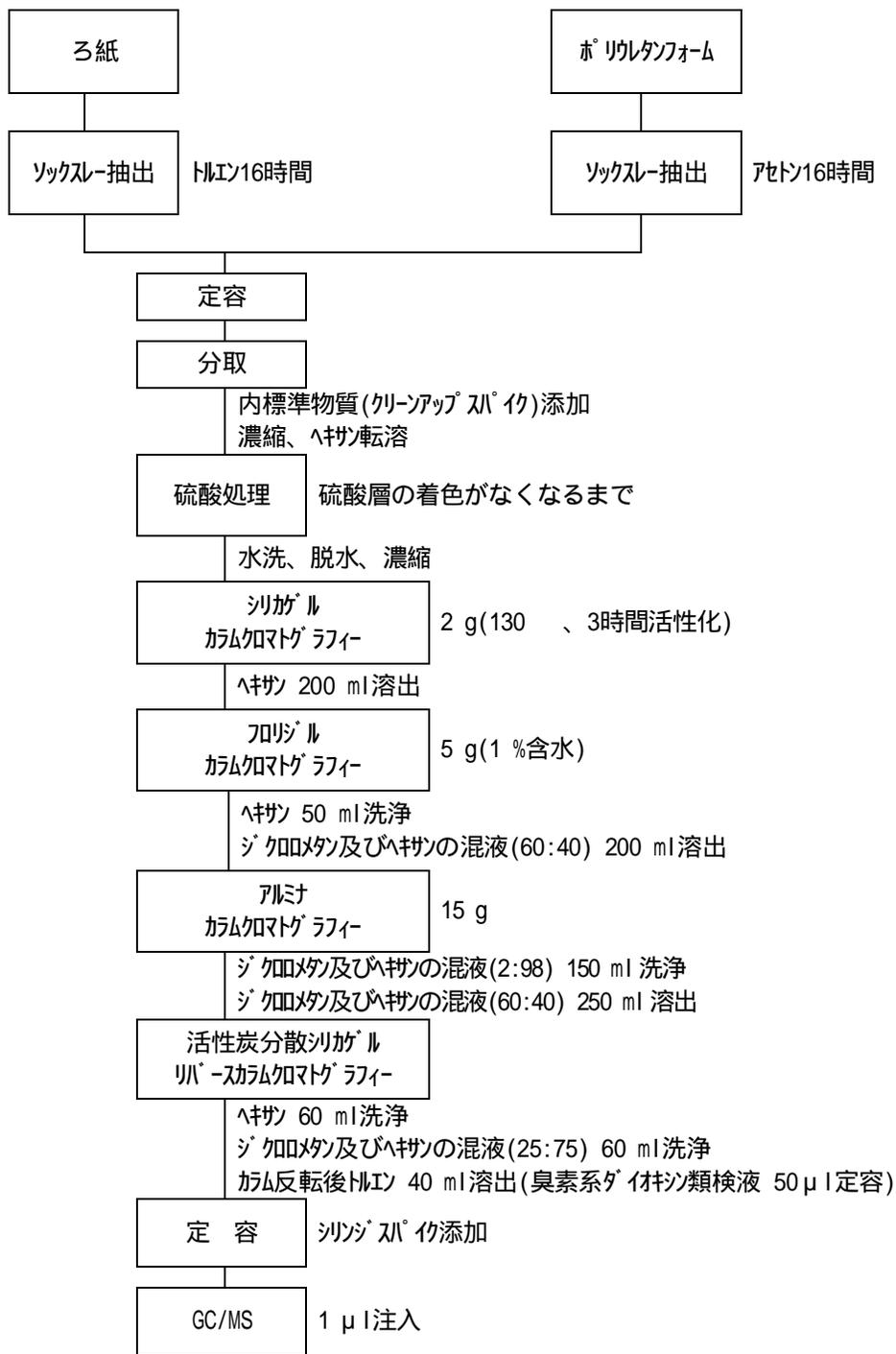


図-10 大気及び降下ばいじんの臭素系ダイオキシン類分析法フローシート

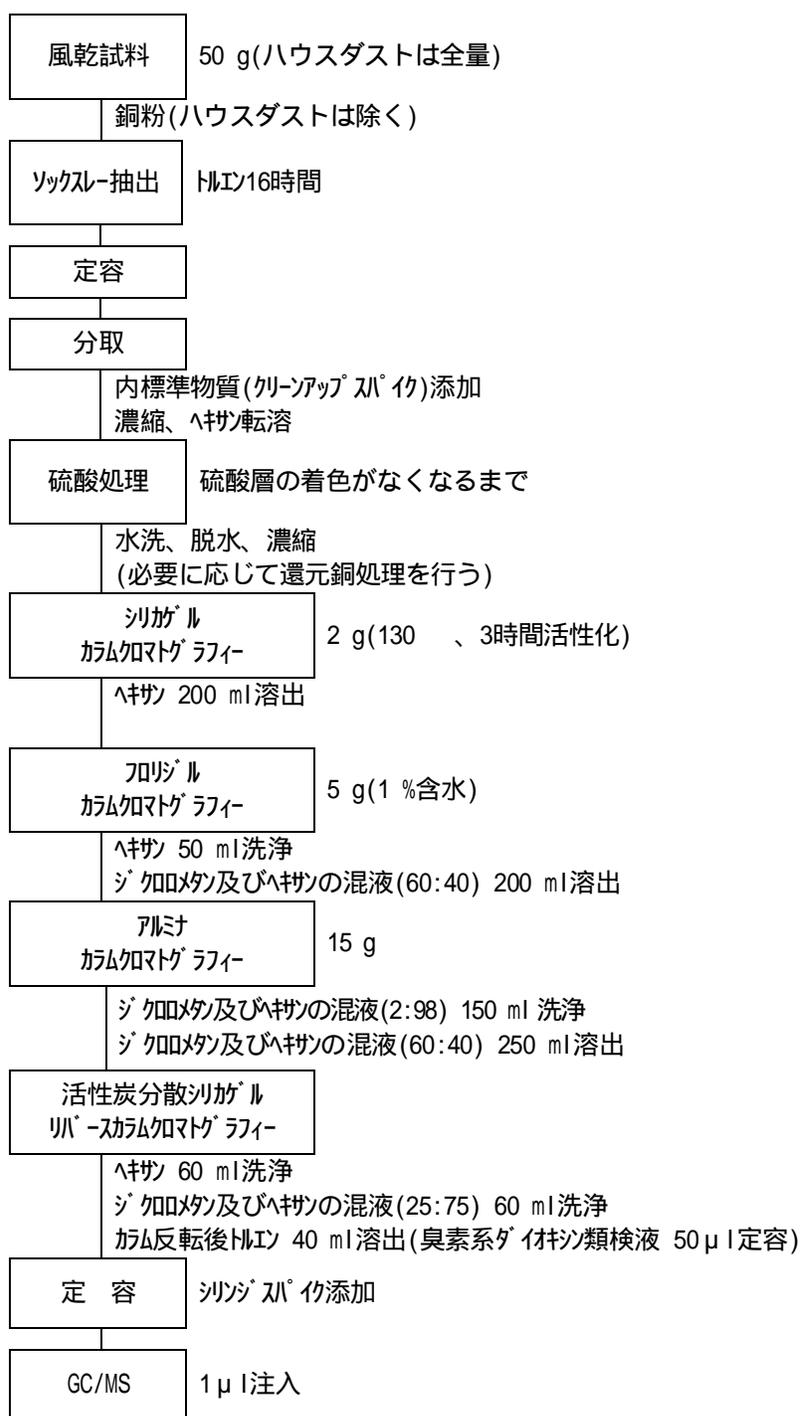


図-11 土壌、底質及びハウスダストの臭素系ダイオキシン類分析法フローシート

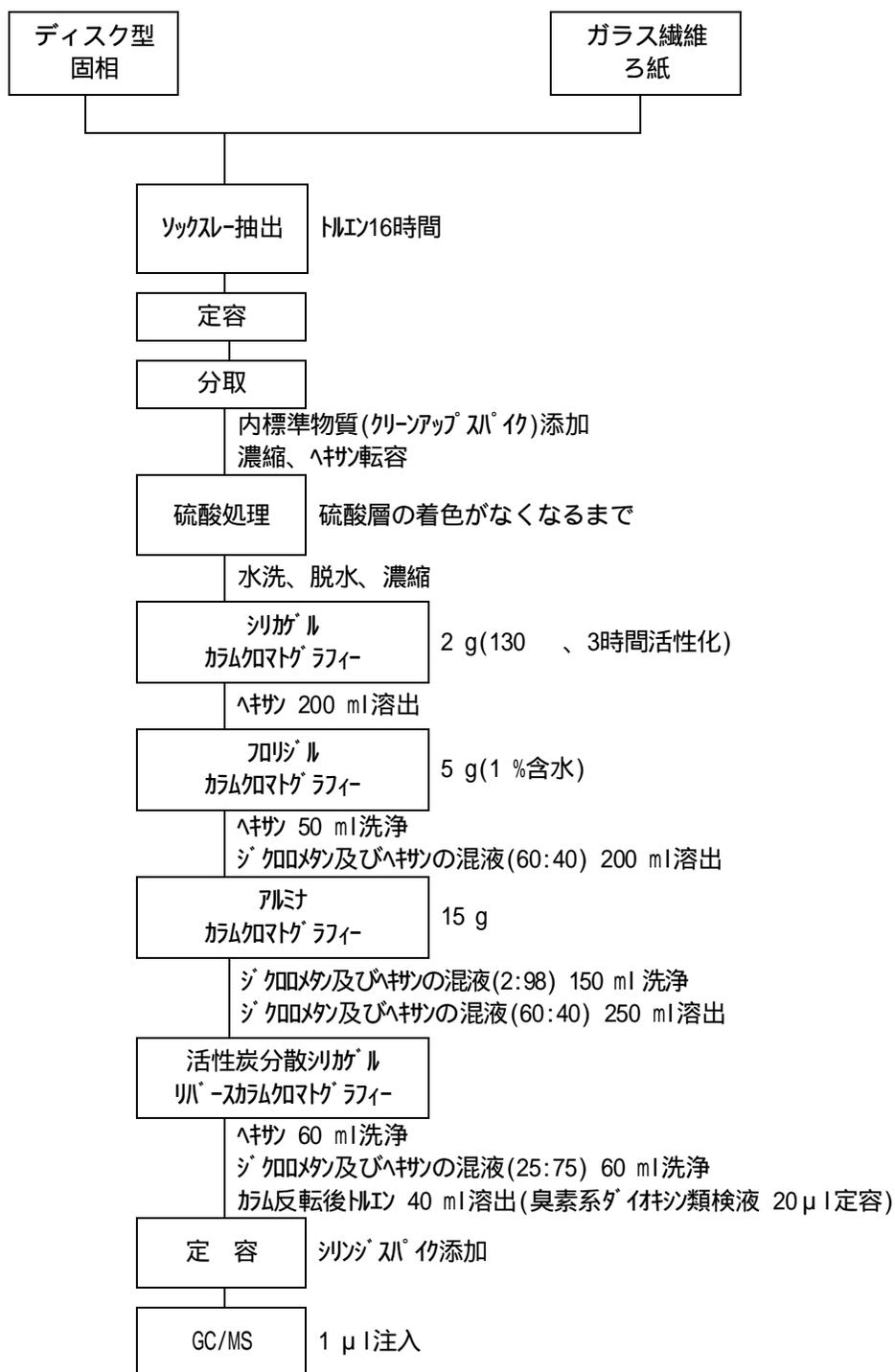


図-12 地下水及び水質の臭素系ダイオキシン類分析法フローシート

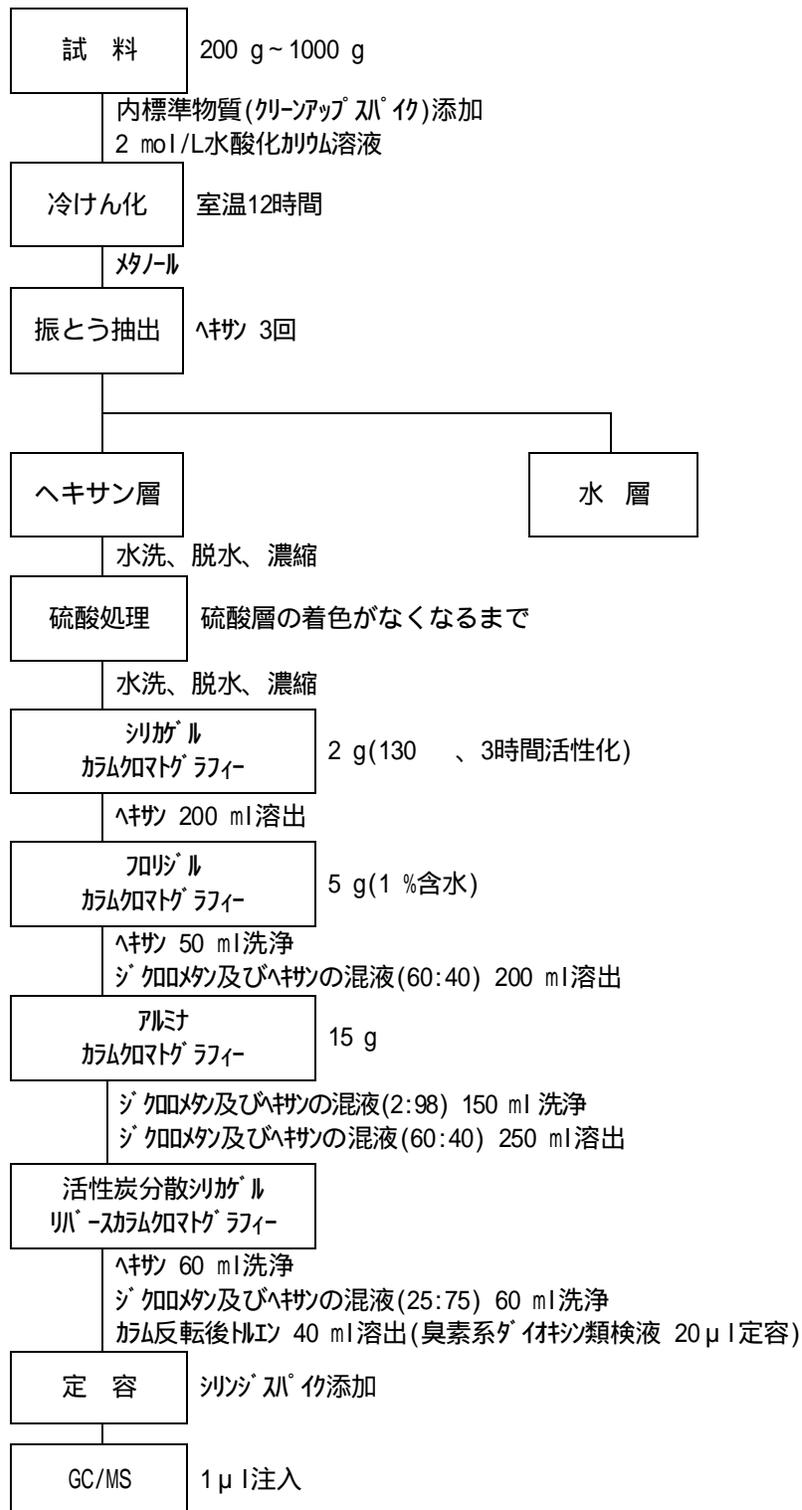


図-13 水生生物、野生生物及び食事試料の臭素系ダイオキシン類分析法フローシート

#### 【試薬】

ヘキサン、ジクロロメタン、トルエン、アセトン、メタノール	: ダイオキシン類分析用[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[関東化学株式会社]
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 DX[和光純薬工業株式会社]、あらかじめヘキサンで洗浄したもの
アルミナ	: ICN Alumina B-SuperI fur die Dioxin-Analyse[ICN Biomedicals GmbH]
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、1%となるように精製水を加え、振とうし調製したもの
活性炭分散シリカゲルリバーサラム	: ダイオキシン類分析用[関東化学株式会社]

#### 【装置】

ガラス器具：分液漏斗、トールピーカー、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、又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

【標準品】

すべて Cambridge Isotope Laboratories 社(米国)製

2,3,7,8-TeBDD	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]2,3,7,8-TeBDD*
1,2,3,7,8-PeBDD	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]1,2,3,7,8-PeBDD*
1,2,3,4,7,8-HxBDD	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]1,2,3,4,7,8-HxBDD*
1,2,3,6,7,8-HxBDD	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]1,2,3,6,7,8-HxBDD*
1,2,3,7,8,9-HxBDD	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]1,2,3,7,8,9-HxBDD*
OBDD	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]OBDD*
2,3,7,8-TeBDF	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]2,3,7,8-TeBDF*
1,2,3,7,8-PeBDF	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]1,2,3,7,8-PeBDF**
2,3,4,7,8-PeBDF	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]2,3,4,7,8-PeBDF*
1,2,3,4,7,8-HxBDF	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]1,2,3,4,7,8-HxBDF*
1,2,3,4,6,7,8-HpBDF	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]1,2,3,4,6,7,8-HpBDF*
OBDF	
2-MoB-3,7,8-TrCDD	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]1-MoB-2,3,7,8-TeCDD*
1-MoB-2,3,7,8-TeCDD	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]1,2,3,4,6,8,9-HpCDF**
2-MoB-3,6,7,8,9-PeCDD	
1-MoB-2,3,6,7,8,9-HxCDD	
1-MoB-2,3,4,6,7,8,9-HpCDD	
3-MoB-2,7,8-TrCDF	
1-MoB-2,3,7,8-TeCDF	

\* : クリーンアップスパイク用

\*\* : シリンジスパイク用

## 【試料の前処理】

### [大気・降下ばいじん]

採取したろ紙及びポリウレタンフォームを風乾後、ろ紙はトルエン、ポリ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。ろ紙及びポリウレタンフォームの抽出液を合わせ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、操作はすべて紫外線カットした蛍光灯を用いた試験室で、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]

風乾した試料は2 mmの目の篩を通した後、円筒ろ紙に50 g採取し、銅粉20 g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、減圧濃縮器を用いて40 以下で濃縮し、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、操作はすべて紫外線カットした蛍光灯を用いた試験室で、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400 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、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、減圧濃縮器を用いて40 以下で濃縮し、50 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、操作はすべて操作はすべて紫外線カットした蛍光灯を用いた試験室で、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200 gを1L容のトールピーカーにとり(食事試料は1 kgをトールピーカー5本に採取)、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300 ml及びヘキサン200 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200 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 W/V%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、操作はすべて紫外線カットした蛍光灯を用いた試験室で、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。

#### [ハウスダスト]

試料を円筒ろ紙に全量採取し、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、減圧濃縮器を用いて40 以下で濃縮し、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、操作はすべて紫外線カットした蛍光灯を用いた試験室で、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。

底質試料については、必要に応じて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又はシリカゲルカラム後のヘキサン濃縮液に、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50 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。ヘキサン濃縮液をアルミナカラム(15 g)に移し、2 V/V%ジクロロメタン-ヘキサン溶液150 mlで洗浄後、60 V/V%ジクロロメタン-ヘキサン溶液250 mlを流し、目的物質を溶出させた。この溶出液を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0.5 mlまで濃縮した。濃縮液を活性炭分散シリカゲルリバースカラムに移し、ヘキサン60 ml、25 V/V%ジクロロメタン-ヘキサン溶液60 mlで洗浄後、カラムを反転しトルエン40 mlを流し、目的物質を溶出させた。この溶出液を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容の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20~50 µlを加えて試料溶液とした。なお、操作はすべて紫外線カットした蛍光灯を用いた試験室で、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標準原液をデカンで希釈して、100～0.1 ng/ml [内標準20～100 ng/ml (PBDDs及びPBDFs)及び10 ng/ml (MoBPCDDs及びMoBPCDFs)]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、20～100 ng/ml (PBDDs及びPBDFs)及び10 ng/ml (MoBPCDDs及びMoBPCDFs)のクリーンアップスパイク溶液及びシリンジスパイク溶液を作成した。

#### 【定量】

4～5段階濃度の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、各臭素化物の平均相対感度係数(RRF)を求めた。同様に、試料溶液について内標に対するピーク面積比(A)を求め、定量値を算出した。標準試料の無い物質に対しては対応するダイオキシンまたはジベンゾフランのRRFを用いた。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、40～120%の範囲に入ったものについて定量した。

#### 【計算】

$$\text{濃度 (pg/g, L, m}^3, \text{m}^2/\text{day}) = \frac{Q(\text{pg}) \times \frac{\text{試料溶液のピーク面積比 (A)}}{\text{RRF}}}{\text{試料量 (g, L, m}^3, \text{m}^2/\text{day)}}$$

Q：内標準物質添加量

【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(4~6臭素化体)

機種 : Autospec ULTIMA [micromass Ltd.]

カラム : Fused Silica DB-5HT [Agilent Technologies]

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)  
10 /min昇温 310 (1 min保持)

カラム(確認用) : Fused Silica DB-17HT [Agilent Technologies]

長さ 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.15 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)  
10 /min昇温 310 (1 min保持)

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 : 30~40 V

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

[<sup>13</sup>C<sub>12</sub>]HxBDF

m/z 651.5568 , 653.5547

HxBDD

m/z 655.5114 , 657.5094

[<sup>13</sup>C<sub>12</sub>]HxBDD

m/z 667.5517 , 669.5496

DB-5HT カラムでは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。



【定量下限及び検出下限】

臭素系ダイオキシン類の標準的な定量下限及び検出下限を表-27～29に示した。

表-27 臭素系ダイオキシン類の定量下限・検出下限

分析項目	調査媒体 (標準的試料量)		大気(1400 m <sup>3</sup> ) pg/m <sup>3</sup>		降下ばいじん(15 day) pg/m <sup>2</sup> /day		土壌・底質(20 g) 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-TeBDD	0.007	0.002	4	1	0.5	0.1		
TeBDDs	0.007	0.002	4	1	0.5	0.1		
1,2,3,7,8-PeBDD	0.007	0.002	4	1	0.5	0.2		
PeBDDs	0.007	0.002	4	1	0.5	0.2		
1,2,3,4,7,8/ 1,2,3,6,7,8-HxBDD	0.09	0.03	50	20	6	2		
1,2,3,7,8,9-HxBDD	0.06	0.02	30	10	4	1		
HxBDDs	0.09	0.03	50	20	6	2		
HpBDDs	0.07	0.02	40	10	5	1		
OBDD	0.12	0.04	70	20	9	3		
2,3,7,8-TeBDF	0.006	0.002	4	1	0.4	0.1		
TeBDFs	0.006	0.002	4	1	0.4	0.1		
1,2,3,7,8-PeBDF	0.009	0.003	5	2	0.7	0.2		
2,3,4,7,8-PeBDF	0.015	0.004	8	2	1.0	0.3		
PeBDFs	0.015	0.004	8	2	1.0	0.3		
1,2,3,4,7,8-HxBDF	0.030	0.009	17	5	2.1	0.6		
HxBDFs	0.030	0.009	17	5	2.1	0.6		
1,2,3,4,6,7,8-HpBDF	0.07	0.02	40	10	5	1		
HpBDFs	0.07	0.02	40	10	5	1		
OBDF	0.7	0.2	400	100	50	10		
MoB-TrCDDs	0.010	0.003	6	2	0.7	0.2		
MoB-TeCDDs	0.010	0.003	6	2	0.7	0.2		
MoB-PeCDDs	0.009	0.003	5	1	0.6	0.2		
MoB-HxCDDs	0.04	0.01	20	6	2.5	0.8		
MoB-HpCDDs	0.027	0.008	15	5	1.9	0.6		
MoB-TrCDFs	0.006	0.002	3	1	0.4	0.1		
MoB-TeCDFs	0.007	0.002	4	1	0.5	0.1		
MoB-PeCDFs	0.009	0.003	5	1	0.6	0.2		
MoB-HxCDFs	0.04	0.01	20	6	2.5	0.8		
MoB-HpCDFs	0.027	0.008	15	5	1.9	0.6		

表-28 臭素系ダイオキシン類の定量下限・検出下限

分析項目	調査媒体 (標準的試料量)		地下水・水質(200 L) pg/L		水生生物・野生生物 (200 g) 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-TeBDD	0.025	0.008	0.025	0.008	0.025	0.008
TeBDDs	0.025	0.008	0.025	0.008	0.025	0.008
1,2,3,7,8-PeBDD	0.023	0.007	0.023	0.007	0.023	0.007
PeBDDs	0.023	0.007	0.023	0.007	0.023	0.007
1,2,3,4,7,8/ 1,2,3,6,7,8-HxBDD	0.3	0.1	0.3	0.1	0.3	0.1
1,2,3,7,8,9-HxBDD	0.24	0.07	0.24	0.07	0.24	0.07
HxBDDs	0.3	0.1	0.3	0.1	0.3	0.1
HpBDDs	0.15	0.04	0.15	0.04	0.15	0.04
OBDD	0.26	0.08	0.26	0.08	0.26	0.08
2,3,7,8-TeBDF	0.015	0.005	0.015	0.005	0.015	0.005
TeBDFs	0.015	0.005	0.015	0.005	0.015	0.005
1,2,3,7,8-PeBDF	0.031	0.009	0.031	0.009	0.031	0.009
2,3,4,7,8-PeBDF	0.04	0.01	0.04	0.01	0.04	0.01
PeBDFs	0.04	0.01	0.04	0.01	0.04	0.01
1,2,3,4,7,8-HxBDF	0.12	0.04	0.12	0.04	0.12	0.04
HxBDFs	0.12	0.04	0.12	0.04	0.12	0.04
1,2,3,4,6,7,8-HpBDF	0.15	0.04	0.15	0.04	0.15	0.04
HpBDFs	0.15	0.04	0.15	0.04	0.15	0.04
OBDF	1.7	0.5	1.7	0.5	1.7	0.5
MoB-TrCDDs	0.024	0.007	0.024	0.007	0.024	0.007
MoB-TeCDDs	0.027	0.008	0.027	0.008	0.027	0.008
MoB-PeCDDs	0.032	0.009	0.032	0.009	0.032	0.009
MoB-HxCDDs	0.12	0.04	0.12	0.04	0.12	0.04
MoB-HpCDDs	0.14	0.04	0.14	0.04	0.14	0.04
MoB-TrCDFs	0.020	0.006	0.020	0.006	0.020	0.006
MoB-TeCDFs	0.018	0.005	0.018	0.005	0.018	0.005
MoB-PeCDFs	0.032	0.009	0.032	0.009	0.032	0.009
MoB-HxCDFs	0.12	0.04	0.12	0.04	0.12	0.04
MoB-HpCDFs	0.14	0.04	0.14	0.04	0.14	0.04

表-29 臭素系ダイオキシン類の定量下限・検出下限

分析項目	調査媒体 (標準的試料量)		食事(1000 g) pg/g		ハウスダスト(0.5 g) 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-TeBDD	0.005	0.002	18	6	18	6
TeBDDs	0.005	0.002	18	6	18	6
1,2,3,7,8-PeBDD	0.005	0.001	20	6	20	6
PeBDDs	0.005	0.001	20	6	20	6
1,2,3,4,7,8/ 1,2,3,6,7,8-HxBDD	0.07	0.02	260	80	260	80
1,2,3,7,8,9-HxBDD	0.05	0.01	160	50	160	50
HxBDDs	0.07	0.02	260	80	260	80
HpBDDs	0.030	0.009	200	60	200	60
OBDD	0.05	0.02	300	100	300	100
2,3,7,8-TeBDF	0.0031	0.0009	18	5	18	5
TeBDFs	0.0031	0.0009	18	5	18	5
1,2,3,7,8-PeBDF	0.006	0.002	26	8	26	8
2,3,4,7,8-PeBDF	0.009	0.003	40	10	40	10
PeBDFs	0.009	0.003	40	10	40	10
1,2,3,4,7,8-HxBDF	0.023	0.007	80	30	80	30
HxBDFs	0.023	0.007	80	30	80	30
1,2,3,4,6,7,8-HpBDF	0.030	0.009	200	60	200	60
HpBDFs	0.030	0.009	200	60	200	60
OBDF	0.3	0.1	1900	600	1900	600
MoB-TrCDDs	0.005	0.001	28	8	28	8
MoB-TeCDDs	0.005	0.002	28	8	28	8
MoB-PeCDDs	0.006	0.002	24	7	24	7
MoB-HxCDDs	0.024	0.007	100	30	100	30
MoB-HpCDDs	0.028	0.008	80	20	80	20
MoB-TrCDFs	0.004	0.001	17	5	17	5
MoB-TeCDFs	0.004	0.001	18	6	18	6
MoB-PeCDFs	0.006	0.002	24	7	24	7
MoB-HxCDFs	0.024	0.007	100	30	100	30
MoB-HpCDFs	0.028	0.008	80	20	80	20

(2) 塩素化ダイオキシン類

【分析法フローシート】

分析法フローシートを図-14～17に示した。

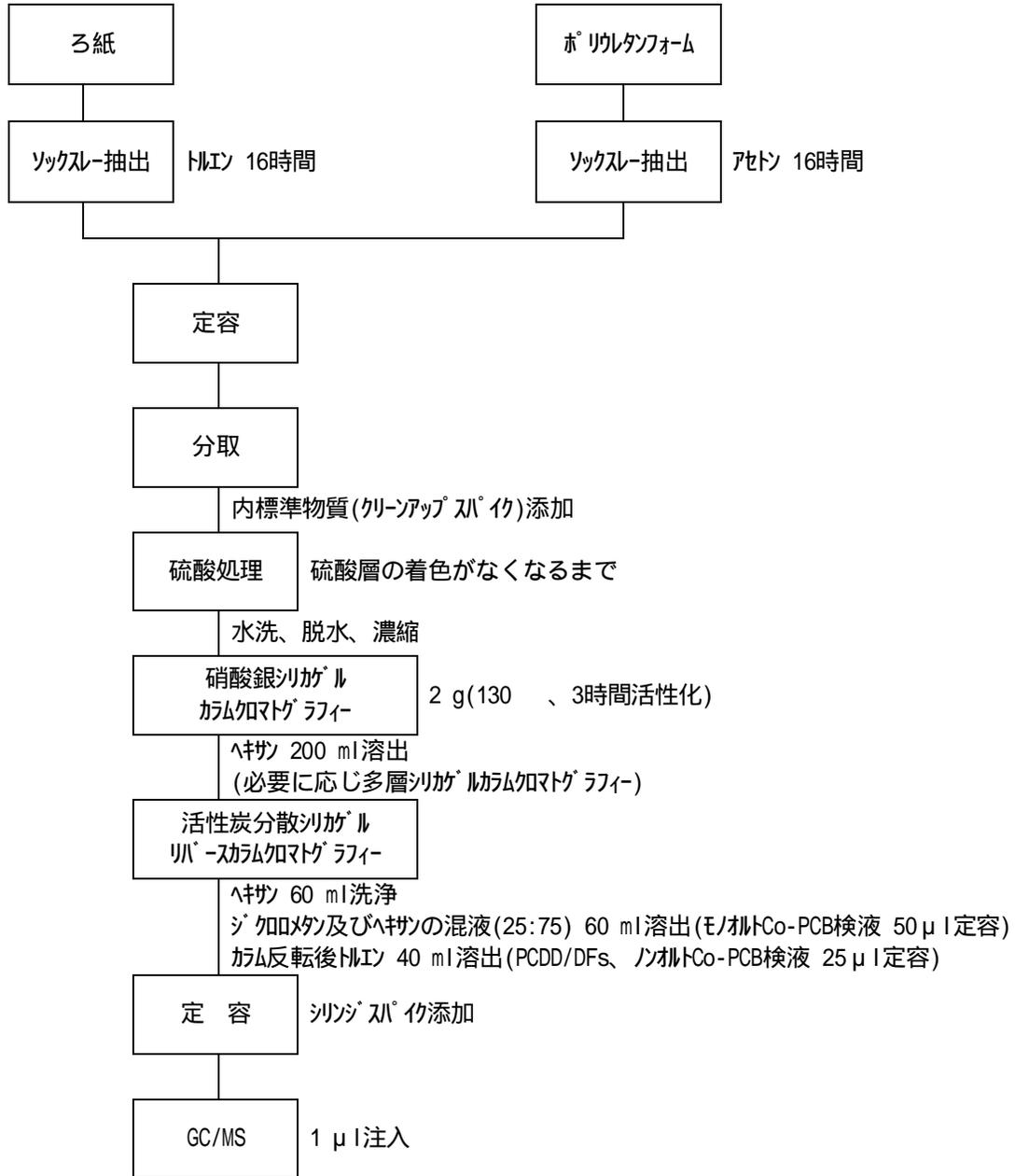


図-14 大気及び降下ばいじんの塩素化ダイオキシン類分析法フローシート

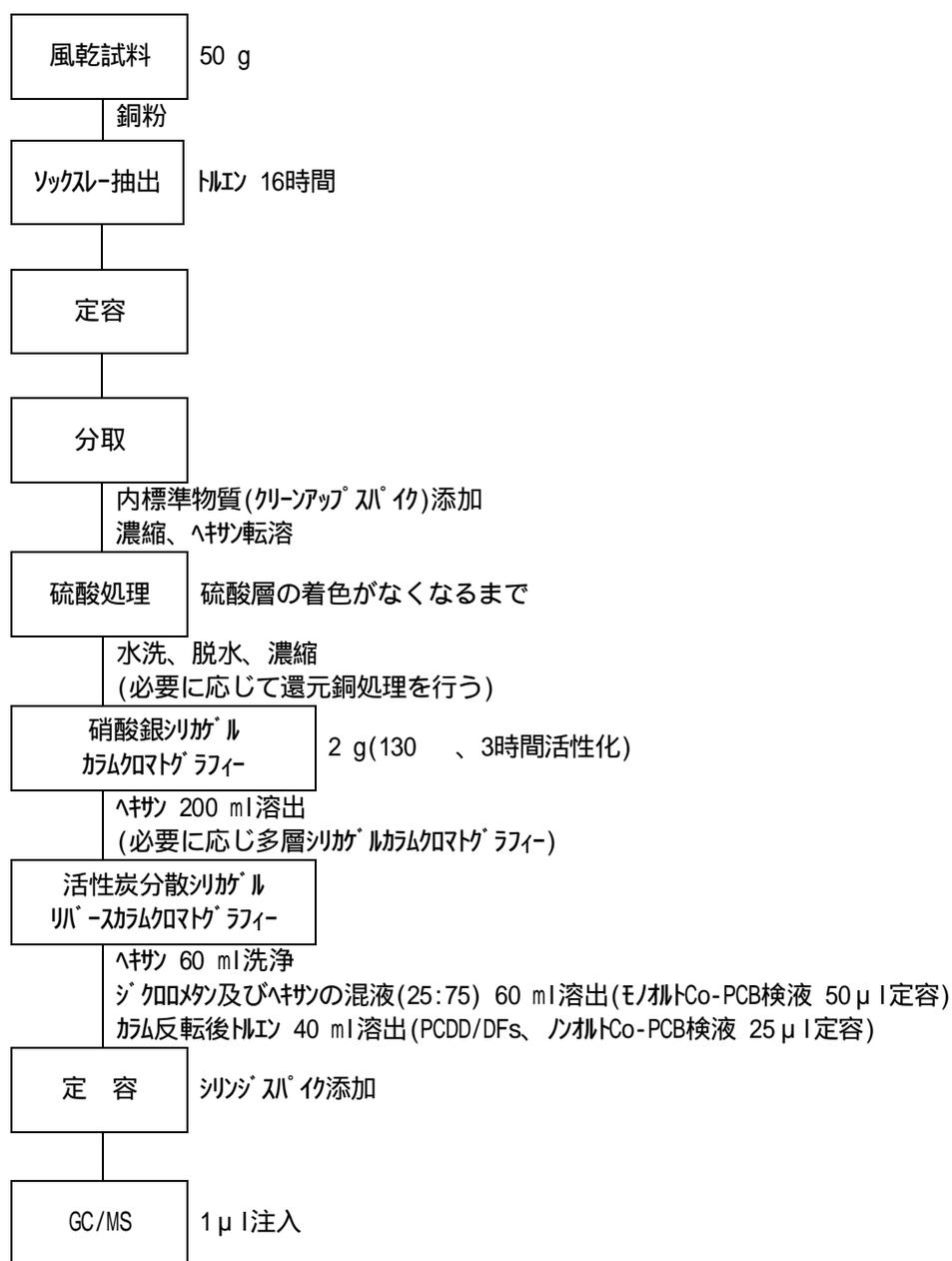


図-15 土壌及び底質の塩素化ダイオキシン類分析法フローシート

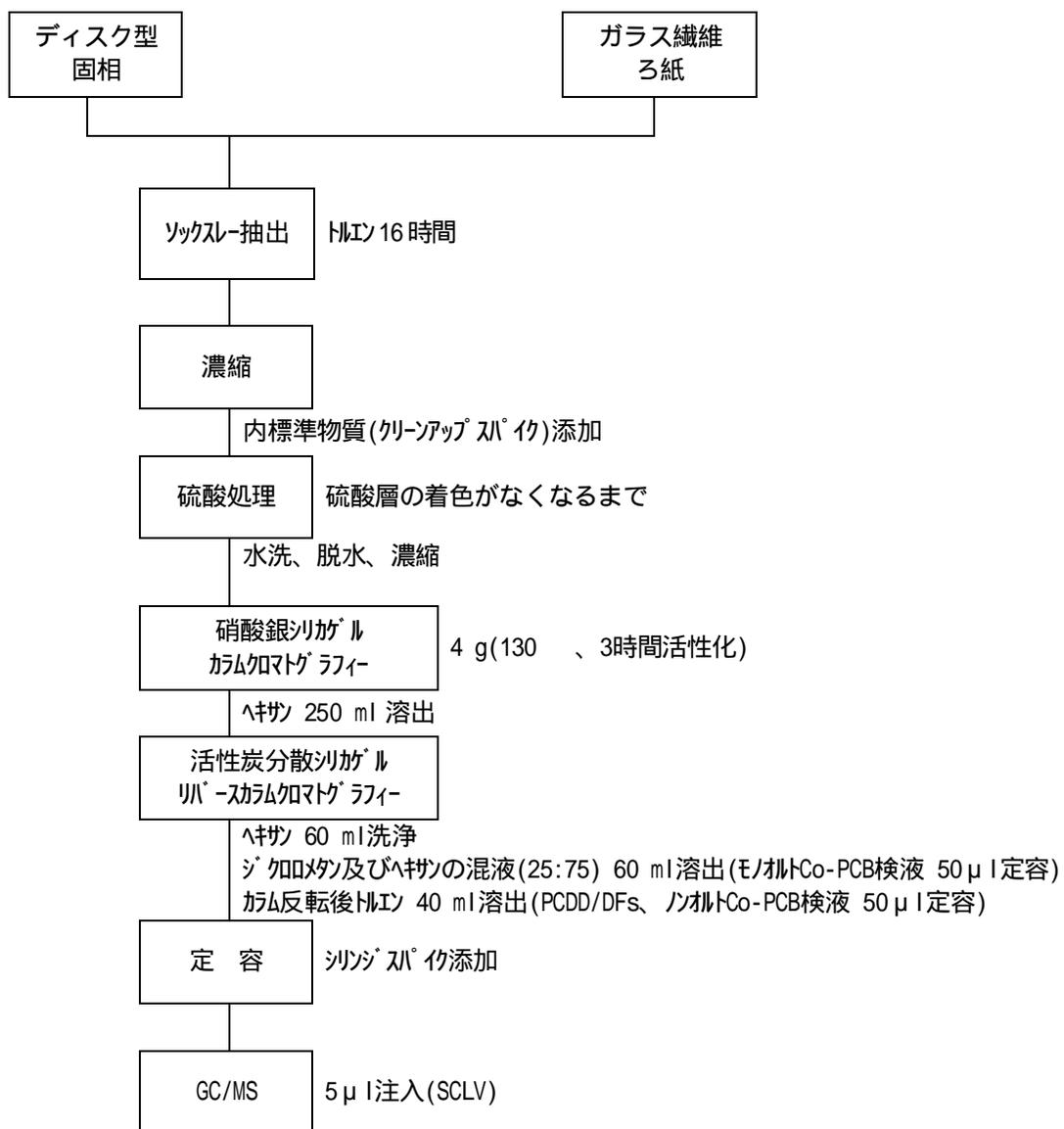


図-16 地下水及び水質の塩素化ダイオキシン類分析法フローシート

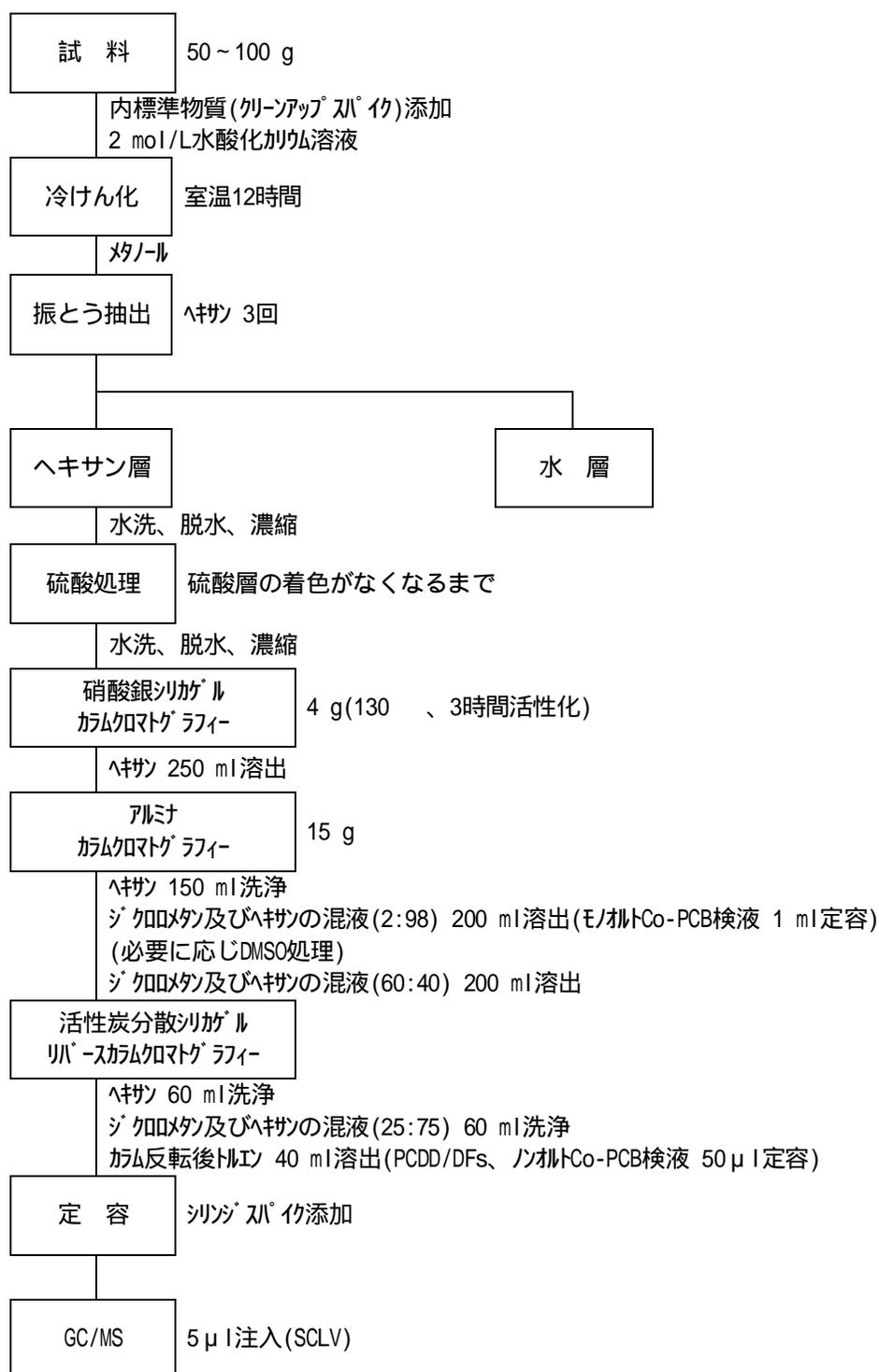


図-17 水生生物、野生生物及び食事試料の塩素化ダイオキシン類分析法フローシート

【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[Agilent Technologies]

長さ 60 m、内径 0.32 mm、膜厚 0.25 μm

(c)Fused Silica HT8-PCB[関東化学株式会社]

長さ 60 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm

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) 8 /min昇温 210 (5 min保持)

30 /min昇温 270 (40 min保持)

20 /min昇温 280 (3 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)

[地下水、水質、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[Agilent Technologies]

長さ 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm

(c)Fused Silica HT8-PCB[関東化学株式会社]

長さ 60 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm

導入系： 大量導入装置(SCLV)

温度： 試料注入口 280

カラム

(a)160 (2 min保持) (20 /min昇温) 250 (11 min保持)

(55 /min降温) 210 (2.77 min保持) (2 /min昇温)

250 (24 min保持)

(b)160 (2 min保持) (25 /min昇温) 300 (5.4 min保持)

(70 /min降温) 230 (2.5 min保持) (3 /min昇温)

300 (10 min保持)

(c)160 (2.5 min保持) (20 /min昇温) 300 (5 min保持)

(70 /min降温) 160 (1 min保持) (2 /min昇温)

280 (5 min保持)

機種： Autospec ULTIMA[Micromass Ltd.]

イオン源温度	: 255 ~ 280	イオン化電流	: 500 $\mu$ A
イオン化法	: EI	イオン化電圧	: 30 ~ 40 V
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HT8-PCBカラムを使用し測定した。

【定量下限及び検出下限】

塩素化ダイオキシン類の標準的な検出下限及び定量下限を表-30及び31に示した。

表-30 塩素化ダイオキシン類の定量下限・検出下限

分析項目	調査媒体 (標準的試料量)		大気(700 m <sup>3</sup> ) pg/m <sup>3</sup>		降下ばいじん(3 day) pg/m <sup>2</sup> /day		土壌・底質(10 g) 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	0.007	0.002	8	2	0.4	0.1	0.4	0.1
1,3,6,8-TeCDD	0.008	0.002	7	2	0.4	0.1	0.4	0.1
1,3,7,9-TeCDD	0.008	0.002	7	2	0.4	0.1	0.4	0.1
TeCDDs	0.007	0.002	8	2	0.4	0.1	0.4	0.1
1,2,3,7,8-PeCDD	0.007	0.002	8	2	0.4	0.1	0.4	0.1
PeCDDs	0.007	0.002	8	2	0.4	0.1	0.4	0.1
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.008	0.002	8	2	0.6	0.2	0.6	0.2
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.007	0.002	9	3	0.6	0.2	0.6	0.2
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.007	0.002	12	4	0.6	0.2	0.6	0.2
HxCDDs	0.008	0.002	12	4	0.6	0.2	0.6	0.2
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.008	0.002	10	3	0.5	0.1	0.5	0.1
HpCDDs	0.008	0.002	10	3	0.5	0.1	0.5	0.1
OCDD	0.016	0.005	16	5	1.8	0.5	1.8	0.5
2,3,7,8-TeCDF	0.007	0.002	8	2	0.4	0.1	0.4	0.1
1,2,7,8-TeCDF	0.007	0.002	8	3	0.5	0.1	0.5	0.1
TeCDFs	0.007	0.002	8	2	0.4	0.1	0.4	0.1
1,2,3,7,8-PeCDF	0.007	0.002	8	2	0.4	0.1	0.4	0.1
2,3,4,7,8-PeCDF	0.007	0.002	7	2	0.4	0.1	0.4	0.1
PeCDFs	0.007	0.002	8	2	0.4	0.1	0.4	0.1
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.008	0.002	10	3	0.5	0.2	0.5	0.2
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.009	0.003	10	3	0.5	0.1	0.5	0.1
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.009	0.003	13	4	0.5	0.1	0.5	0.1
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.007	0.002	10	3	0.5	0.1	0.5	0.1
HxCDFs	0.009	0.003	13	4	0.5	0.2	0.5	0.2
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.008	0.003	9	3	0.5	0.1	0.5	0.1
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.009	0.003	8	2	0.5	0.1	0.5	0.1
HpCDFs	0.009	0.003	9	3	0.5	0.1	0.5	0.1
OCDF	0.018	0.005	16	5	0.9	0.3	0.9	0.3
3,4,4',5-TeCB(#81)	0.006	0.002	7	2	0.4	0.1	0.4	0.1
3,3',4,4'-TeCB(#77)	0.012	0.004	8	2	0.4	0.1	0.4	0.1
3,3',4,4',5-PeCB(#126)	0.006	0.002	7	2	0.5	0.1	0.5	0.1
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	0.006	0.002	6	2	0.4	0.1	0.4	0.1
2',3,4,4',5-PeCB(#123)	0.011	0.003	16	5	0.8	0.2	0.8	0.2
2,3',4,4',5-PeCB(#118)	0.06	0.02	23	7	1.0	0.3	1.0	0.3
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	0.04	0.01	10	3	0.9	0.3	0.9	0.3
2,3,4,4',5-PeCB(#114)	0.010	0.003	11	3	0.8	0.2	0.8	0.2
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	0.009	0.003	15	4	0.4	0.1	0.4	0.1
2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	0.016	0.005	8	2	0.4	0.1	0.4	0.1
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	0.007	0.002	9	3	0.4	0.1	0.4	0.1
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	0.009	0.003	16	5	0.6	0.2	0.6	0.2

表-31 塩素化ダイオキシン類の定量下限・検出下限

分析項目	調査媒体 (標準的試料量)		地下水・水質(16 L) pg/L		水生生物・野生生物 (50 g) pg/g		食事試料(100 g) 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	0.027	0.008	0.009	0.003	0.005	0.001		
1,3,6,8-TeCDD	0.020	0.006	0.009	0.003	0.005	0.001		
1,3,7,9-TeCDD	0.030	0.009	0.010	0.003	0.005	0.001		
TeCDDs	0.027	0.008	0.009	0.003	0.005	0.001		
1,2,3,7,8-PeCDD	0.027	0.008	0.010	0.003	0.005	0.001		
PeCDDs	0.027	0.008	0.010	0.003	0.005	0.001		
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.05	0.02	0.013	0.004	0.007	0.002		
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.06	0.02	0.012	0.004	0.006	0.002		
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.04	0.01	0.018	0.005	0.009	0.003		
HxCDDs	0.06	0.02	0.018	0.005	0.009	0.003		
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.04	0.01	0.015	0.005	0.008	0.002		
HpCDDs	0.04	0.01	0.015	0.005	0.008	0.002		
OCDD	0.13	0.04	0.031	0.009	0.016	0.005		
2,3,7,8-TeCDF	0.020	0.006	0.008	0.002	0.004	0.001		
1,2,7,8-TeCDF	0.022	0.007	0.008	0.002	0.004	0.001		
TeCDFs	0.020	0.006	0.008	0.002	0.004	0.001		
1,2,3,7,8-PeCDF	0.026	0.008	0.009	0.003	0.005	0.001		
2,3,4,7,8-PeCDF	0.024	0.007	0.010	0.003	0.005	0.001		
PeCDFs	0.026	0.008	0.010	0.003	0.005	0.001		
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.05	0.02	0.015	0.004	0.007	0.002		
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.06	0.02	0.018	0.005	0.009	0.003		
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.03	0.01	0.020	0.006	0.010	0.003		
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.07	0.02	0.017	0.005	0.008	0.003		
HxCDFs	0.07	0.02	0.020	0.006	0.010	0.003		
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.03	0.01	0.012	0.004	0.006	0.002		
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.03	0.01	0.016	0.005	0.008	0.002		
HpCDFs	0.03	0.01	0.016	0.005	0.008	0.002		
OCDF	0.10	0.03	0.024	0.007	0.012	0.004		
3,4,4',5-TeCB(#81)	0.05	0.02	0.015	0.004	0.007	0.002		
3,3',4,4'-TeCB(#77)	0.05	0.02	0.03	0.01	0.017	0.005		
3,3',4,4',5-PeCB(#126)	0.04	0.01	0.017	0.005	0.009	0.003		
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	0.03	0.01	0.011	0.003	0.005	0.002		
2',3,4,4',5-PeCB(#123)	0.03	0.01	0.29	0.09	0.14	0.04		
2,3',4,4',5-PeCB(#118)	0.17	0.05	0.6	0.2	0.30	0.09		
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	0.07	0.02	0.3	0.1	0.17	0.05		
2,3,4,4',5-PeCB(#114)	0.03	0.01	0.29	0.09	0.14	0.04		
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	0.04	0.01	0.26	0.08	0.13	0.04		
2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	0.04	0.01	0.26	0.08	0.13	0.04		
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	0.03	0.01	0.29	0.09	0.15	0.04		
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	0.03	0.01	0.30	0.09	0.15	0.05		

(3) ポリ臭素化ジフェニルエーテル

【分析法フローシート】

分析法フローシートを図-18～21に示した。

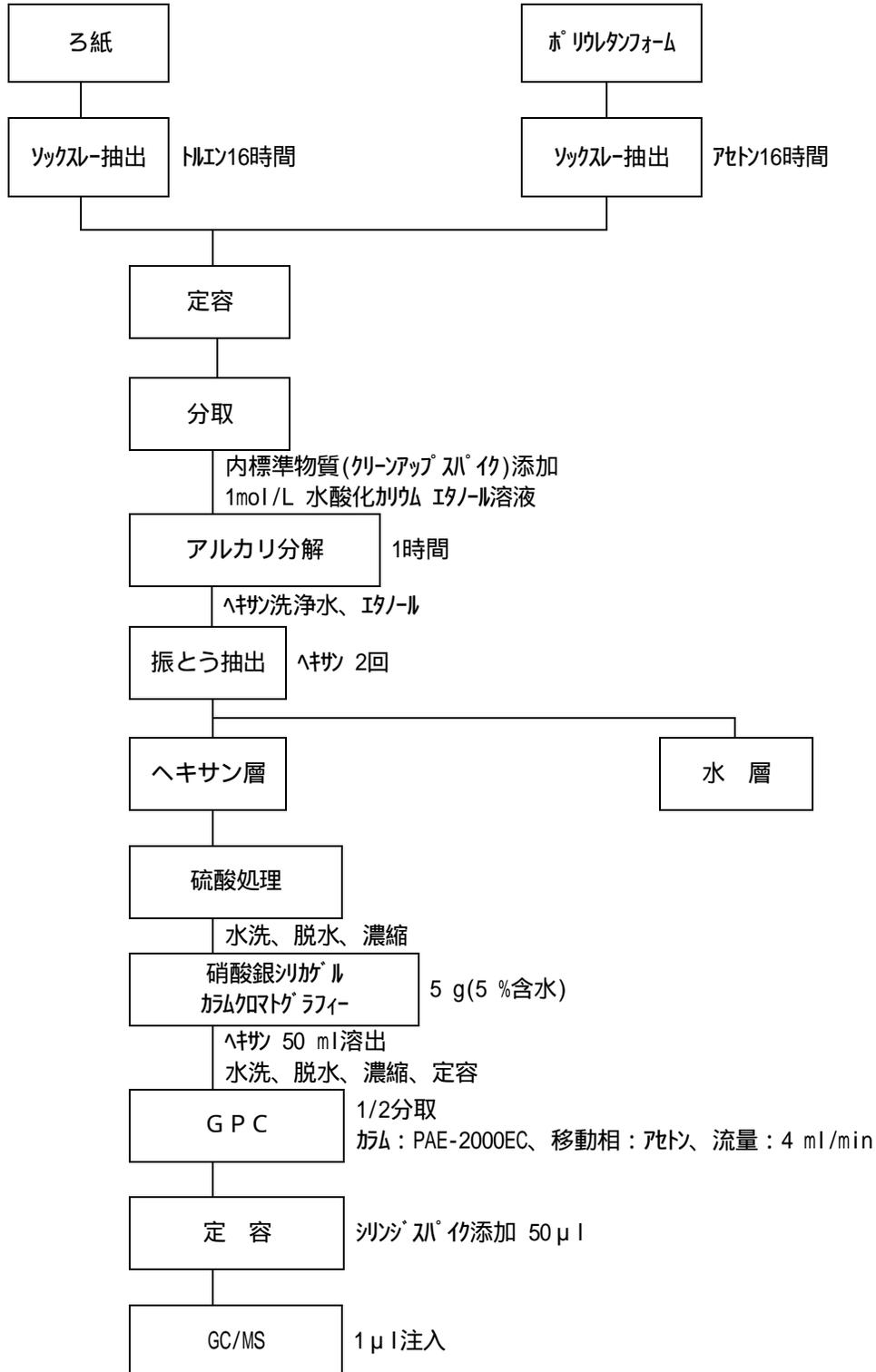


図-18 大気及び降下ばいじんのポリ臭素化ジフェニルエーテル分析法フローシート

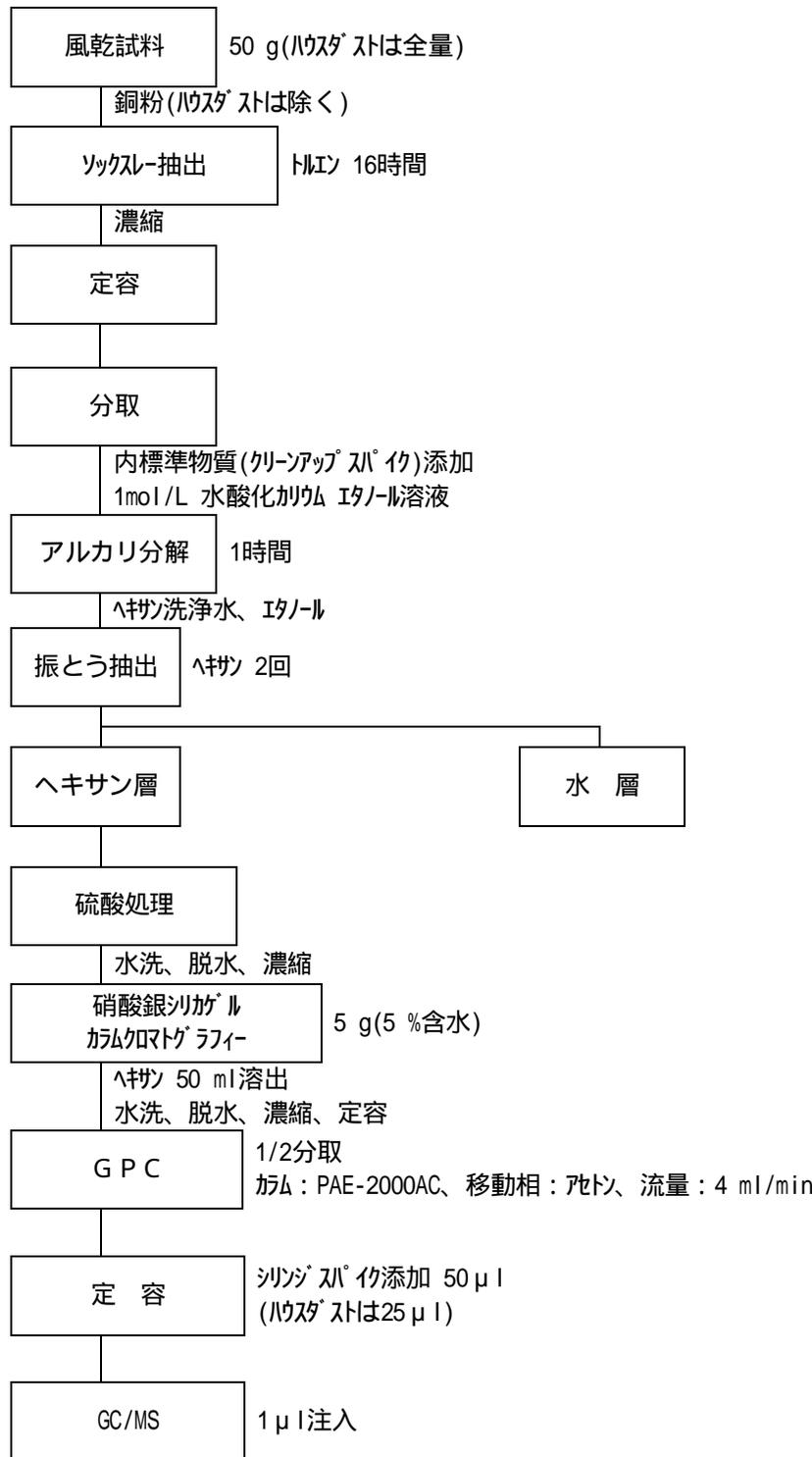


図-19 土壌、底質及びハウスダストのポリ臭素化ジフェニル分析フローシート

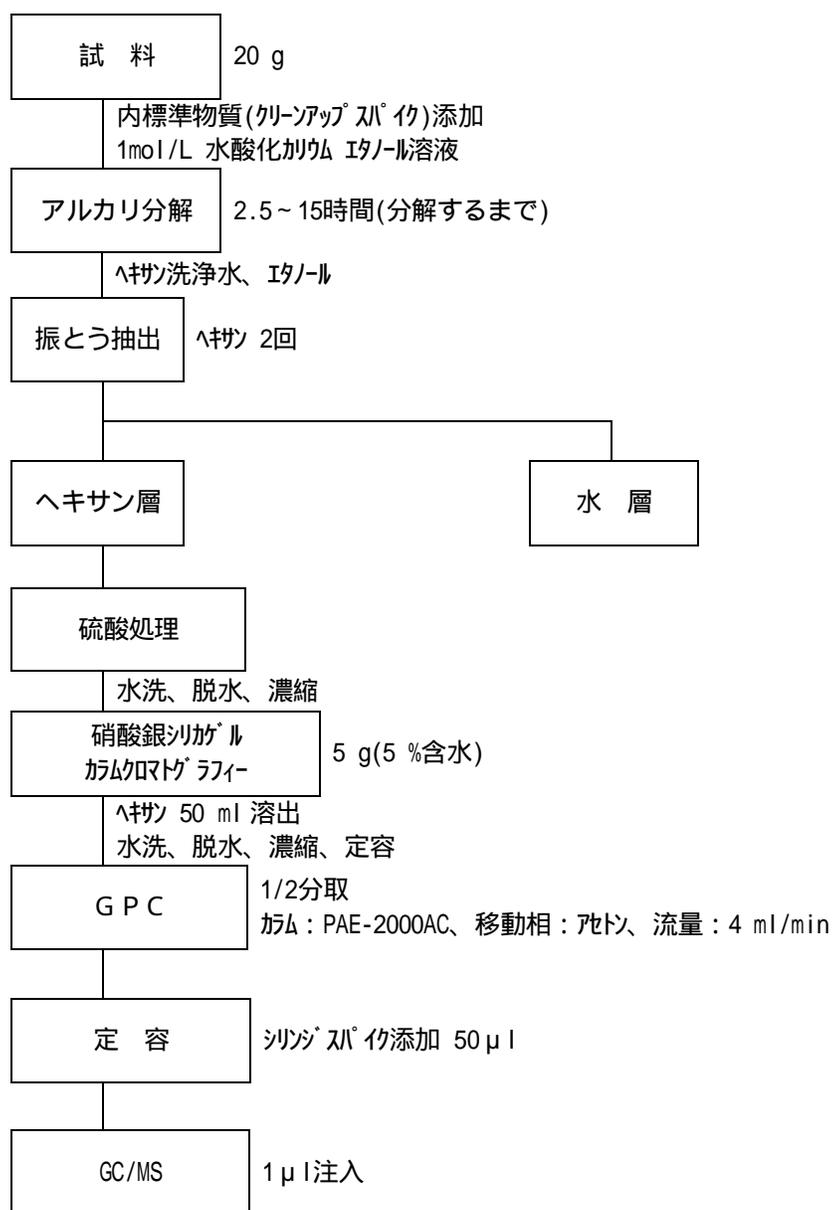


図-20 水生生物及び野生生物のポリ臭素化ジフェニル分析手法フローシート

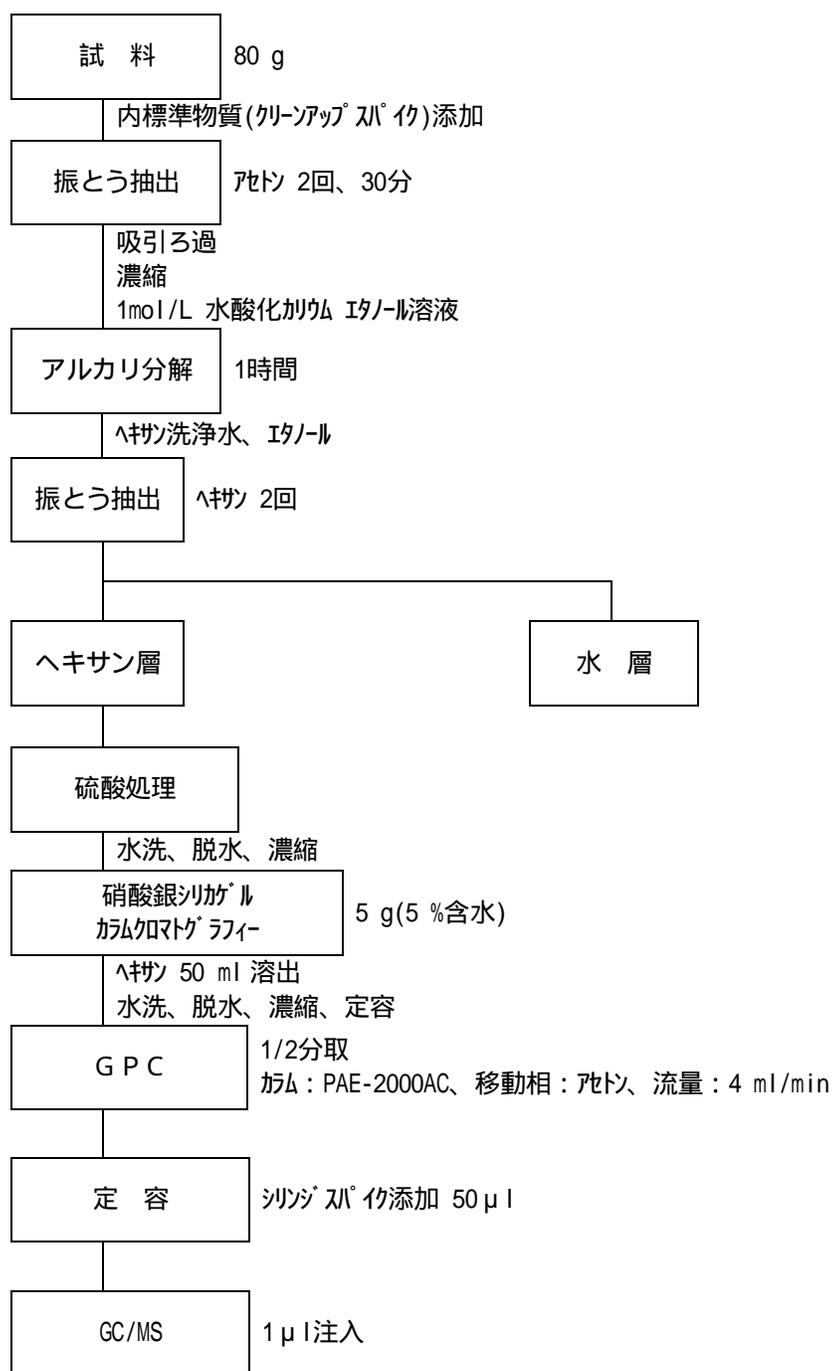


図-21 食事試料のホリ臭素化ジフェニル-リ分析法フローシート

【ガスクロマトグラフ - 高分解能質量分析装置操作条件】

機種：Autospec ULTIMA [Micromass Ltd.]

カラム：(a)Fused Silica DB-5HT [Agilent Technologies]

長さ 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm

(b)Fused Silica BP1 [SGE]

長さ 15 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

(a)120	(5 min保持)	10	/min昇温	200	3	/min昇温
260	(5 min保持)	20	/min昇温	330	(20 min保持)	[条件1]
150	(1 min保持)	5	/min昇温	300	(10 min保持)	[条件2]
(b)120	(2 min保持)	20	/min昇温	220		
5	/min昇温	270	(11 min保持)			

イオン源温度：(a)300 (b)280

イオン化法：EI

イオン化電圧：30~40 V

イオン化電流：500 μA

インターフェイス温度：(a)300 (b)280

分解能：10,000

設定質量数：	MoBDE	m/z 247.9837 , 249.9817
	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]MoBDE	m/z 260.0239 , 262.0219
	DiBDE	m/z 325.8942 , 327.8921
	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]DiBDE	m/z 337.9344 , 339.9324
	TrBDE	m/z 405.8027 , 407.8006
	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]TrBDE	m/z 417.8429 , 419.8409
	TeBDE	m/z 483.7132 , 485.7111
	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]TeBDE	m/z 495.7534 , 497.7514
*	PeBDE	m/z 403.7870 , 405.7850
*	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]PeBDE	m/z 415.8273 , 417.8252
*	HxBDE	m/z 481.6975 , 483.6955
*	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]HxBDE	m/z 493.7378 , 495.7357
*	HpBDE	m/z 561.6060 , 563.6039
*	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]HpBDE	m/z 573.6462 , 575.6442
*,**	OcBDE	m/z 639.5165 , 641.5144
*,**	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]OcBDE	m/z 651.5567 , 653.5547
*,**	NoBDE	m/z 719.4250 , 721.4429
*,**	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]NoBDE	m/z 731.4652 , 733.4632
*,**	DeBDE	m/z 797.3355 , 799.3334
*,**	[ <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ]DeBDE	m/z 809.3757 , 811.3737

\* -2Brのフラグメントイオンで測定。

\*\* BP1カラムで測定。

【定量下限及び検出下限】

ポリ臭素化ジフェニルエーテルの標準的な定量下限及び検出下限を表-32及び33に示した。

表-32 ポリ臭素化ジフェニルエーテルの定量下限・検出下限

分析項目	調査媒体 (標準的試料量)		大気(700 m <sup>3</sup> ) pg/m <sup>3</sup>		降下ばいじん(3day) pg/m <sup>2</sup> /day		土壌・底質(10 g) 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
4-MoBDE(#3)	0.20	0.07	280	90	14	5		
MoBDEs	0.20	0.07	280	90	14	5		
2,4-DiBDE(#7)	0.16	0.05	230	80	11	4		
4,4'-DiBDE(#15)	0.16	0.05	230	80	12	4		
DiBDEs	0.16	0.05	230	80	12	4		
2,2',4-TrBDE(#17)	0.20	0.07	280	90	14	5		
2,4,4'-TrBDE(#28)	0.20	0.07	280	90	14	5		
TrBDEs	0.20	0.07	280	90	14	5		
2,2',4,5'-TeBDE(#49)	0.18	0.06	260	90	13	4		
2,3',4',6-TeBDE(#71)	0.19	0.06	270	90	14	5		
2,2',4,4'-TeBDE(#47)	0.16	0.05	230	80	11	4		
2,3',4,4'-TeBDE(#66)	0.14	0.05	200	70	10	3		
3,3',4,4'-TeBDE(#77)	0.20	0.07	280	90	14	5		
TeBDEs	0.20	0.07	280	90	14	5		
2,2',4,4',6-PeBDE(#100)	0.15	0.05	210	70	10	3		
2,3',4,4',6-PeBDE(#119)	0.09	0.03	120	40	6	2		
2,2',4,4',5-PeBDE(#99)	0.14	0.05	200	70	10	3		
2,2',3,4,4'-PeBDE(#85)	0.22	0.07	300	100	16	5		
3,3',4,4',5-PeBDE(#126)	0.17	0.06	250	80	12	4		
PeBDEs	0.22	0.07	300	100	16	5		
2,2',4,4',5,6'-HxBDE(#154)	0.26	0.09	400	100	18	6		
2,2',4,4',5,5'-HxBDE(#153)	0.3	0.1	500	200	23	8		
2,2',3,4,4',5'-HxBDE(#138)	0.4	0.1	500	200	25	8		
2,3,3',4,4',5-HxBDE(#156)	0.23	0.08	300	100	16	5		
HxBDEs	0.4	0.1	500	200	25	8		
2,2',3,4,4',6,6'-HpBDE(#184)	0.19	0.06	270	90	14	5		
2,2',3,4,4',5',6-HpBDE(#183)	0.3	0.1	500	200	23	8		
2,3,3',4,4',5',6-HpBDE(#191)	0.4	0.1	500	200	25	8		
HpBDEs	0.4	0.1	500	200	25	8		
2,2',3,3',4,4',6,6'-OcBDE(#197)	0.3	0.1	400	100	22	7		
2,2',3,4,4',5,5',6-OcBDE(#203)	0.3	0.1	400	100	22	7		
2,2',3,3',4,4',5,6'-OcBDE(#196)	0.3	0.1	400	100	20	7		
2,3,3',4,4',5,5',6-OcBDE(#205)	0.3	0.1	400	100	22	7		
OcBDEs	0.3	0.1	400	100	22	7		
2,2',3,3',4,4',5,6,6'-NoBDE(#207)	0.7	0.2	1000	300	50	20		
2,2',3,3',4,4',5,5',6-NoBDE(#206)	0.7	0.2	1000	300	50	20		
NoBDEs	0.7	0.2	1000	300	50	20		
DeBDE(#209)	1.4	0.5	1900	600	100	30		

表-33 ポリ臭素化ジフェニルエーテルの定量下限・検出下限

分析項目	調査媒体 (標準的試料量)	水生生物・野生生物 (20 g) pg/g		食事(80 g) pg/g		ハウスダスト(0.02g) 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
4-MoBDE(#3)		7	2	1.7	0.6	3000	1000
MoBDEs		7	2	1.7	0.6	3000	1000
2,4-DiBDE(#7)		4	1	1.0	0.3	3000	1000
4,4'-DiBDE(#15)		4	1	1.0	0.3	3000	1000
DiBDEs		4	1	1.0	0.3	3000	1000
2,2',4-TrBDE(#17)		4	1	1.1	0.4	3000	1000
2,4,4'-TrBDE(#28)		2.6	0.9	0.6	0.2	3000	1000
TrBDEs		4	1	1.1	0.4	3000	1000
2,2',4,5'-TeBDE(#49)		3	1	0.8	0.3	3000	1000
2,3',4',6'-TeBDE(#71)		2.7	0.9	0.7	0.2	3000	1000
2,2',4,4'-TeBDE(#47)		5	2	1.2	0.4	2800	900
2,3',4,4'-TeBDE(#66)		5	2	1.2	0.4	2500	800
3,3',4,4'-TeBDE(#77)		2.7	0.9	0.7	0.2	3000	1000
TeBDEs		5	2	1.2	0.4	3000	1000
2,2',4,4',6-PeBDE(#100)		6	2	1.4	0.5	2600	900
2,3',4,4',6-PeBDE(#119)		5	2	1.1	0.4	1500	500
2,2',4,4',5-PeBDE(#99)		4	1	1.1	0.4	2500	800
2,2',3,4,4'-PeBDE(#85)		3	1	0.8	0.3	4000	1000
3,3',4,4',5-PeBDE(#126)		8	3	2.0	0.7	3000	1000
PeBDEs		8	3	2.0	0.7	4000	1000
2,2',4,4',5,6'-HxBDE(#154)		6	2	1.5	0.5	5000	2000
2,2',4,4',5,5'-HxBDE(#153)		6	2	1.5	0.5	6000	2000
2,2',3,4,4',5'-HxBDE(#138)		7	2	1.8	0.6	6000	2000
2,3,3',4,4',5-HxBDE(#156)		3	1	0.8	0.3	4000	1000
HxBDEs		7	2	1.8	0.6	6000	2000
2,2',3,4,4',6,6'-HpBDE(#184)		9	3	2.3	0.8	3000	1000
2,2',3,4,4',5',6-HpBDE(#183)		12	4	3	1	6000	2000
2,3,3',4,4',5',6-HpBDE(#191)		9	3	2.4	0.8	6000	2000
HpBDEs		12	4	3	1	6000	2000
2,2',3,3',4,4',6,6'-OcBDE(#197)		6	2	1.6	0.5	6000	2000
2,2',3,4,4',5,5',6-OcBDE(#203)		6	2	1.6	0.5	6000	2000
2,2',3,3',4,4',5,6'-OcBDE(#196)		6	2	1.6	0.5	5000	2000
2,3,3',4,4',5,5',6-OcBDE(#205)		6	2	1.6	0.5	6000	2000
OcBDEs		6	2	1.6	0.5	6000	2000
2,2',3,3',4,4',5,6,6'-NoBDE(#207)		13	4	3	1	13000	4000
2,2',3,3',4,4',5,5',6-NoBDE(#206)		13	4	3	1	13000	4000
NoBDEs		13	4	3	1	13000	4000
DeBDE(#209)		26	9	6	2	24000	8000