

1. 調査目的

本調査は、ダイオキシン類対策特別措置法附則第二条の「政府は、臭素系ダイオキシンにつき、人の健康に対する影響の程度、その発生過程等に関する調査研究を推進し、その結果に基づき、必要な措置を講ずるものとする」との検討規定に基づき、臭素系ダイオキシン類の排出実態等を把握することを目的とする。

2. 調査概要

IPCS 環境保健クライテリアにおいて、臭素系ダイオキシン類の生成、排出が報告されている臭素系難燃剤(2,4,6-TBP)を取扱う工場及び臭素系難燃剤を使用して難燃繊維加工を行っている工場を対象に臭素系ダイオキシン類の排出実態等を調査した。また、臭素系ダイオキシン類の排出状況について考察する上で比較する指標物質として塩素化ダイオキシン類についても同時に調査した。

なお、それ自体は臭素系ダイオキシン類ではないが、臭素系ダイオキシン類の発生に当たり、臭素の供給源となりうる物質であり、周辺環境中における施設からの排出との関連を考察する上での指標物質となる臭素系難燃物質についても併せて調査を行った。

(1) 調査対象施設

1) 臭素系有機化合物取扱施設(3施設)

臭素系難燃剤(2,4,6-TBP)を取扱って製品を製造している3施設(TBP取扱製造施設:A-1,A-2及びA-3)を調査対象とした。

対象施設では、TBBPAにエピクロロヒドリンを反応させ、TBBPA型エポキシ樹脂を製造したのち、樹脂とトリプロモフェノール(末端封止剤)を反応させて製品を製造している。

2) 難燃繊維加工施設(3施設)

臭素系難燃剤を使用して難燃繊維加工を行っている3施設(難燃繊維加工施設:B-1,B-2及びB-3)を調査対象とした。

対象施設では、染色工程でHBCDを使用して防炎加工を行っており、また、1施設では、DeBDEを使用して難燃加工を行っている。

(2) 調査媒体

1) 調査対象施設関連項目

TBP取扱製造施設については、調査対象施設からの排出の可能性が高いと考えられる大気系及び水系への排出を把握するため、以下の媒体について調査した。

排出ガス
排水(工程水含む)

難燃繊維加工施設については、以下の媒体について調査した。

排水(工程水含む)

2) 調査対象施設の周辺環境関連項目

調査対象施設の敷地境界付近での環境の状況を把握するため、以下の媒体について調査した。但し、難燃繊維加工施設では、調査を行っていない。

環境大気
降下ばいじん
公共用水域水質
公共用水域底質

(3) 分析項目

1) 臭素化ダイオキシン類 (PBDDs/DFs)

2,3,7,8-位臭素置換異性体

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, OBDD,

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, OBDF

同族体

TeBDDs, PeBDDs, HxBDDs, HpBDDs, OBDD,

TeBDFs, PeBDFs, HxBDFs, HpBDFs, OBDF

2) モノ臭素ポリ塩素化ダイオキシン類 (MoBPCDDs/DFs)

2,3,7,8-位臭素/塩素置換異性体

2-MoB-3,7,8-TrCDD, 1-MoB-2,3,7,8-TeCDD, 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

同族体

MoBTrCDDs, MoBTeCDDs, MoBPeCDDs, MoBHxCDDs, MoBHpCDDs,

MoBTrCDFs, MoBTeCDFs, MoBPeCDFs, MoBHxCDFs, MoBHpCDFs

3) 塩素化ダイオキシン類 (PCDDs/DFs 及び Co-PCB)

PCDDs/DFs の 2,3,7,8-位塩素置換異性体

2,3,7,8-TeCDD, 1,2,3,7,8-PeCDD, 1,2,3,4,7,8-HxCDD,

1,2,3,6,7,8-HxCDD, 1,2,3,7,8,9-HxCDD, 1,2,3,4,6,7,8-HpCDD, OCDD

2,3,7,8-TeCDF, 1,2,3,7,8-PeCDF, 2,3,4,7,8-PeCDF, 1,2,3,4,7,8-HxCDF,

1,2,3,6,7,8-HxCDF, 1,2,3,7,8,9-HxCDF, 2,3,4,6,7,8-HxCDF,

1,2,3,4,6,7,8-HpCDF, 1,2,3,4,7,8,9-HpCDF, OCDF

PCDDs/DFs の同族体

TeCDDs, PeCDDs, HxCDDs, HpCDDs, OCDD,

TeCDFs, PeCDFs, HxCDFs, HpCDFs, OCDF

Co-PCB

3,4,4',5-TeCB, 3,3',4,4'-TeCB, 3,3',4,4',5-PeCB, 3,3',4,4',5,5'-HxCB,

2',3,4,4',5-PeCB, 2,3',4,4',5-PeCB, 2,3,3',4,4'-PeCB, 2,3,4,4',5-PeCB,

2,3',4,4',5,5'-HxCB, 2,3,3',4,4',5-HxCB, 2,3,3',4,4',5'-HxCB,

2,3,3',4,4',5,5'-HpCB, 2,2',3,4,4',5,5'-HpCB, 2,2',3,3',4,4',5-HpCB

4) ポリブロモジフェニルエーテル(PBDEs)

PBDEs の異性体

4,4'-DiBDE, 2,4,4'-TrBDE, 2,2',4,4'-TeBDE, 2,2',4,4',5-PeBDE,

2,2',4,4',6-PeBDE, 2,2',4,4',5,5'-HxBDE, 2,2',4,4',5,6'-HxBDE

2,2',3,4,4',5,6-HpBDE, DeBDE

PBDEs の同族体

MoBDEs, DiBDEs, TrBDEs, TeBDEs, PeBDEs, HxBDEs, HpBDEs, OBDEs, NoBDEs, DeBDE

5) テトラブロモビスフェノール A (TBBPA)

6) トリブロモフェノール(TBPs)

7) ヘキサブロモシクロドデカン(HBCDs)

3. 試料概要

(1) 施設関連項目

1) 排出ガス

表-1 排出ガス試料の概況(1)

施設	試料名	ばいじん	排ガス 温度	水分	排ガス 流速	排ガス量 湿り	排ガス量 乾き
		(g/m ³ _N)	()	(%)	(m/s)	(m ³ _N /h)	
A-2	反応槽出口						
A-3	集塵ファン出口		30	4.2	19.9	7760	7430
	真空ポンプ出口						

設備の構造上測定ができなかったことを示す。

2) 排水

表-2 排水試料の概況(1)

施設	試料名	天候(前日)	水温	pH	SS
			()		(mg/L)
A-1	総合排水	晴 (雨後曇)	27.8	8.0	5.0
	工業用水		22.4	7.4	<0.5
A-2	工程排水(前工程)	晴 (晴)	48.4	13.1	7.4
	総合		26.2	7.5	2.4
	工業用水		21.0	7.1	8.0
A-3	工程排水(真空ポンプ出口)	晴 (雨)	21.0	7.4	82
	総合排水		32.5	7.0	5.8
	工業用水		27.0	7.7	3.2

施設	試料名	臭化物イオン	塩化物イオン	電気伝導度	外観
		(mg/L)	(mg/L)	(ms/m)	
A-1	総合排水	0.5	5,100	1,700	無色
	工業用水	<0.1	5.1	14	無色
A-2	工程排水(前工程)	40	90,000	19,000	無色
	総合排水	12	2,000	700	淡黄色
	工業用水	<0.1	12	29	淡黄色
A-3	工程排水(真空ポンプ出口)	8.0	6.1	8.2	淡黄色
	総合排水	0.2	5,200	1,800	白色
	工業用水	<0.1	6.9	14	淡黄色

表-3 排水水試料の概況(2)

施設	試料名	天候(前日)	採取回数	水温	pH	外観
				()		
B-1	工程排水-1 (HBCD 使用)	晴(雪)		32.3	12.2	微赤黒色
				39.3	11.9	微赤黒色
				37.1	12.3	微黒灰色
				39.6	12.0	微黒赤色
	工程排水-2			29.1	12.0	微黒灰色
				32.9	12.2	微黒紫色
				39.1	11.8	微黒緑色
	工程排水-3			32.4	12.0	微黒灰色
				34.5	12.4	微黒灰色
				33.7	12.6	微黒灰色
				36.9	12.6	微黒灰色
	処理後総合排水-1 (旧)			40.6	12.5	微黒灰色
				32.1	8.1	微灰色
				32.4	8.0	微黒色
				33.0	8.3	微灰色
	処理後総合排水-2 (新)			33.0	8.0	微黒色
				33.3	8.0	微茶色
				33.8	8.1	微茶色
33.5		8.0	微茶色			
工業用水	33.6	8.0	微茶色			
	15.8	8.4	無色			

施設	試料名	SS	臭化物 イオン	塩化物 イオン	電気伝導度
		(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(ms/m)
B-1	工程排水-1 (HBCD 使用)	50	1.0	46	270
	工程排水-2	28	0.2	25	180
	工程排水-3	250	0.2	220	290
	処理後総合排水-1 (旧)	45	1.4	45	200
	処理後総合排水-2 (新)	29	1.1	37	170
	工業用水	<0.5	<0.1	32	26

表-4 排水水試料の概況(3)

施設	試料名	天候(前日)	採取回数	水温	pH	外観
				()		
B-2	工程排水-1 (HBCD 使用)	雪(晴)		28.6	4.2	微茶色
				19.5	4.9	微茶色
				39.0	4.1	微茶色
				35.6	11.8	微茶色
	工程排水-2 (ピット)			12.4	3.4	淡赤茶色
				13.9	3.8	黒灰色
				19.5	3.2	淡乳白濁
				18.9	3.4	淡乳白濁
	工程排水-3 (パッキング)			21.3	6.1	淡乳白濁
	処理前総合排水			16.9	4.7	淡茶黒色
				16.4	3.7	淡茶黒色
				25.9	6.8	淡赤茶色
				34.6	12.0	淡赤黒色
	処理後総合排水			18.5	6.9	淡灰色
				17.2	6.7	淡黒茶色
		17.2	7.1	微灰色		
		17.2	7.7	黒茶色		
工業用水		10.8	6.1	無色		

施設	試料名	SS	臭化物 イオン	塩化物 イオン	電気伝導度
		(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(ms/m)
B-2	工程排水-1 (HBCD 使用)	37	3.0	14	55
	工程排水-2 (ピット)	60	0.5	36	29
	工程排水-3 (パッキング)	28	<0.1	9.3	9.8
	処理前総合排水	8.3	1.6	22	30
	処理後総合排水	24	0.8	23	92
	工業用水	3.2	<0.1	19	9.3

表-5 排水水試料の概況(4)

施設	試料名	天候(前日)	採取回数	水温	pH	外観
				()		
B-3	工程排水-1 (HBCD 使用)	雪(雪)		26.1	8.9	微黒灰色
				35.7	5.1	淡乳白色
				29.8	8.1	微赤黒色
				22.3	8.9	微黒灰色
	工程排水-2			29.3	9.6	微黒灰色
				33.4	9.5	微黒灰色
				23.7	9.6	微黒灰色
				22.3	9.6	微黒灰色
	処理前総合排水			31.4	7.5	微黒灰色
				29.9	9.6	微黒灰色
				30.4	9.9	微黒灰色
				29.0	9.4	微黒灰色
	処理後総合排水			24.2	7.0	微黒灰色
				24.2	9.4	微黒灰色
				24.4	7.5	微黒灰色
		25.2	7.0	微黒灰色		
工業用水		15.4	7.8	無色		

施設	試料名	SS	臭化物イオン	塩化物イオン	電気伝導度
		(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	(ms/m)
B-3	工程排水-1 (HBCD 使用)	42	6.3	14	38
	工程排水-2	290	0.2	17	100
	処理前総合排水	56	4.3	18	93
	処理後総合排水	120	1.2	59	110
	地下水	<0.5	<0.1	16	29

(2) 周辺環境

1) 環境大気

表-6 環境大気試料の概況

施設	試料名	吸引量	平均気温	平均湿度	総粉じん濃度	平均風速	主風向 16方位
		(m ³)	()	(%)	(mg/m ³)	m/s	
A-1	施設北	1008.1	20.3	65	0.157	4.0	ENE
	施設南	1008.1	20.3	65	0.137	4.0	ENE
A-2	施設西	1009.2	20.0	80	0.070	3.4	ENE
	施設東	1007.6	20.0	80	0.073	3.4	ENE
A-3	施設南西	1009.0	23.9	79	0.168	2.0	WSW

風配率及び風向別平均風速図は別図-1を参照

2) 降下ばいじん

表-7 降下ばいじん試料の概況

施設	試料名	採取期間	降下ばいじん量
		(day)	(mg)
A-1	施設南	30	334
A-2	施設東	29	187
A-3	施設南西	32	666

3) 公共用水域水質

表-8 公共用水域水質試料の概況(1)

施設	試料名	天候 (前日)	水温	pH	SS	透明度(m)
			()		(mg/L)	
A-1	海域(排水口付近)	曇	22.5	8.3	4.4	1.8
	海域	曇	22.7	8.4	3.2	1.7
A-2	海域(排水口付近)	晴	25.0	8.4	2.6	1.5
	海域	晴	25.5	8.5	3.6	1.6
A-3	海域(排水口付近)	曇	23.3	7.7	6.4	1.2
	海域	曇	23.3	7.9	5.2	1.8

表-9 公共用水域水質試料の概況(2)

施設	試料名	臭化物イオン	塩化物イオン	電気伝導度	臭気	外観
		(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)		
A-1	海域(排水口付近)	29	8100	2300	無臭	微緑青色
	海域	26	9400	2700	無臭	微緑青色
A-2	海域(排水口付近)	52	14000	4800	無臭	微緑青色
	海域	44	12000	4200	無臭	微緑青色
A-3	海域(排水口付近)	30	8700	2500	微土臭	微緑青色
	海域	44	16000	4300	無臭	微黄色

4) 公共用水域底質

表-10 公共用水域底質試料の概況

施設	試料名	泥温	含水率	強熱減量	泥質	有機炭素量	臭気
		()	(%)	(%)		(%)	
A - 1	海域(排水口付近)	18.5	31.9	5.37	ヘドロ	1.72	腐敗臭
	海域	18.0	60.2	10.8	ヘドロ	2.99	腐敗臭
A - 2	海域(排水口付近)	22.0	64.4	11.2	ヘドロ	3.24	腐敗臭
	海域	22.5	45.1	7.26	ヘドロ	1.47	腐敗臭
A - 3	海域(排水口付近)	21.0	42.6	9.10	ヘドロ	2.62	油臭
	海域	20.0	47.6	8.07	ヘドロ	1.64	弱腐敗臭

4. 分析方法

(1) 分析方法

1) 臭素化ダイオキシン類 (PBDDs/DFs)

「ポリプロモジベンゾ-パラ-ジオキシン及びポリプロモジベンゾフランの暫定調査方法」(平成14年10月 環境省環境管理局総務課ダイオキシン対策室)

2) モノ臭素ポリ塩素化ダイオキシン類 (MoBPCDDs/DFs)

「ポリプロモジベンゾ-パラ-ジオキシン及びポリプロモジベンゾフランの暫定調査方法」(平成14年10月 環境省環境管理局総務課ダイオキシン対策室)による前処理後、高分解能 GC/MS による測定

3) 塩素化ダイオキシン類 (PCDDs/DFs 及び Co-PCB)

排出ガス

「排ガス中のダイオキシン類の測定方法」(JIS K 0311:2005)

排水

「工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法」(JIS K 0312:2005)

環境大気

「ダイオキシン類に係る大気環境調査マニュアル」(平成18年2月 環境省 水・大気環境局総務課ダイオキシン対策室、大気環境課)

降下ばいじん

「大気降下物中のダイオキシン類測定分析指針」(平成10年 環境庁)

公共用水域水質

「工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法」(JIS K 0312:2005)

公共用水域底質

「ダイオキシン類に係る底質調査マニュアル」(平成12年3月 環境庁水質保全局水質管理課)

4) ポリプロモジフェニルエーテル(PBDEs)

各媒体別の試料抽出フロー図-1~6により抽出後、各媒体共通分析フロー図-7により測定を行った。

5) テトラプロモビスフェノール A (TBBPA)

各媒体別の試料抽出フロー図-1~6により抽出後、各媒体共通分析フロー図-8により測定を行った。

6) トリプロモフェノール(TBPs)

各媒体別の試料抽出フロー図-1~6により抽出後、各媒体共通分析フロー図-8により測定を行った。

7) ヘキサプロモシクロドデカン(HBCDs)

各媒体別の試料抽出フロー図-1~6により抽出後、各媒体共通分析フロー図-8により測定を行った。

(2) 試料採取の概要

1) 排出ガス

採取管部、フィルタ捕集部、液体捕集部、吸着捕集部、吸引ポンプ及び流量測定部からなる採取装置により、試料採取をした。

2) 排水

採水場所において、ステンレス製バケツ類及び杓により水をくみ取り、褐色ガラス瓶の10%の空間が残る程度まで採取場所の水を採水した。

3) 環境大気

試料採取は、ハイボリウムエアサンプラーに石英ろ紙1枚とポリウレタンフォーム2個を装着し、毎分100L程度の一定流量で7日間連続吸引して、採取空気量として約1000m³を採取した。

4) 降下ばいじん

試料採取は、降下物採取装置にガラス繊維ろ紙(捕捉粒子:0.5 μ m、ろ紙直径:約150mm)1枚と(直径9cm、高さ5cm)2個を装着し、約1ヶ月間採取した。なお、装置には、純水約5Lを入れ、循環速度約2L/minで運転した。

5) 公共用水域水質

備船により各採水地点(海域)にて、ステンレス製バケツにより採取場所の水をくみ取り、褐色ガラス瓶の10%の空間が残る程度まで採取場所の水を採水した。

6) 公共用水域底質

備船により各採泥地点(海域)にて、エクマンバージ型採泥器により、底質表面から10cm程度の泥を採取した。採泥作業が終了後、採泥試料から小石、貝殻、動植物片などの異物を除いた後、均一に混合した。

(2) 分析フロー

各媒体別の試料抽出フローを図-1～図-6 に示す。また、各媒体共通の分析フローを図-7～8 に示す。

1) 排出ガス

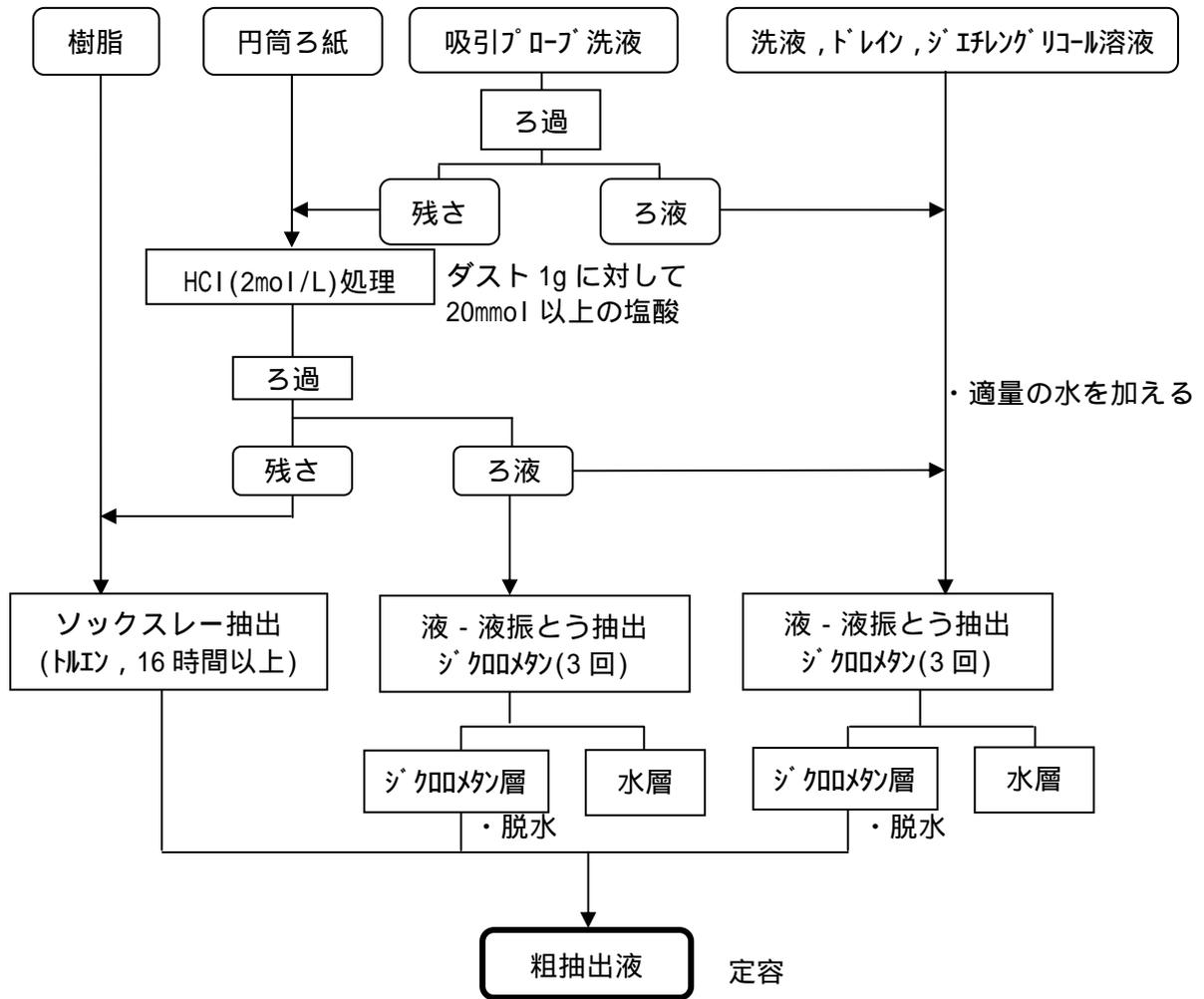


図-1 排出ガス抽出分析フロー

2) 排水水

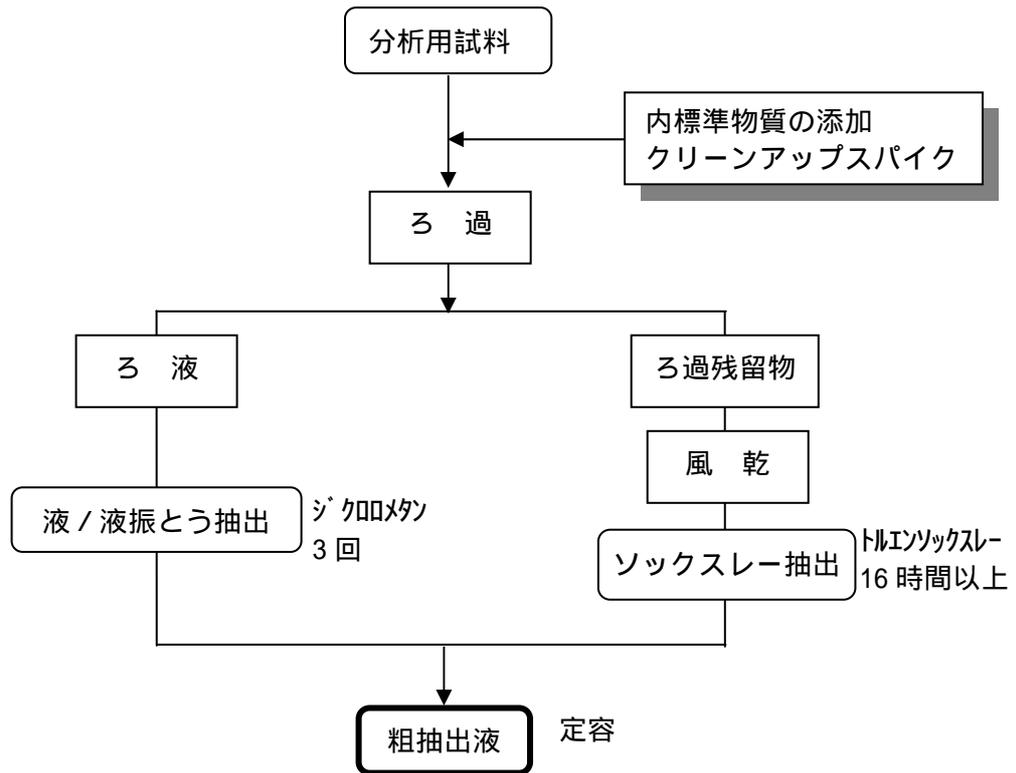


図-2 排水水抽出分析フロー

3) 環境大気

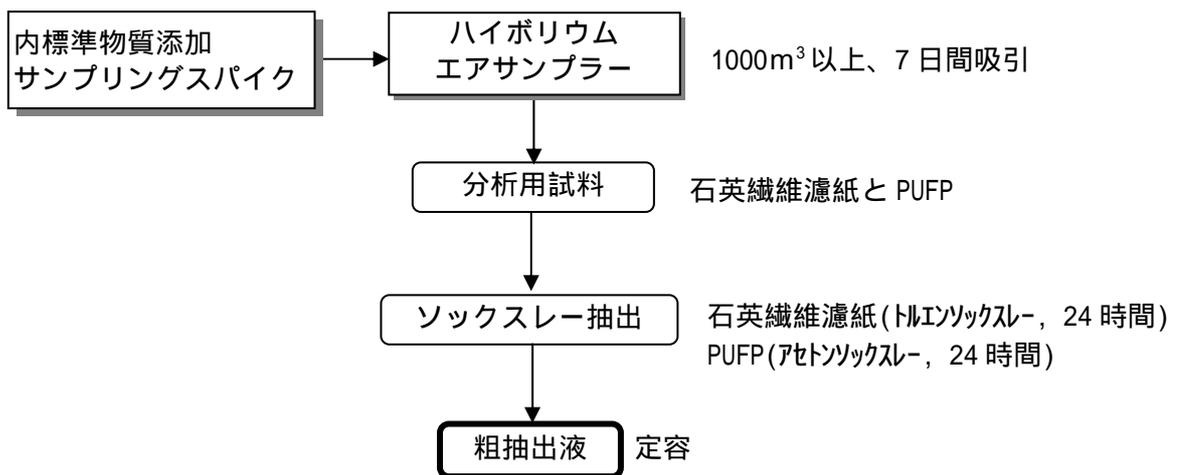


図-3 環境大気抽出分析フロー

4) 降下ばいじん

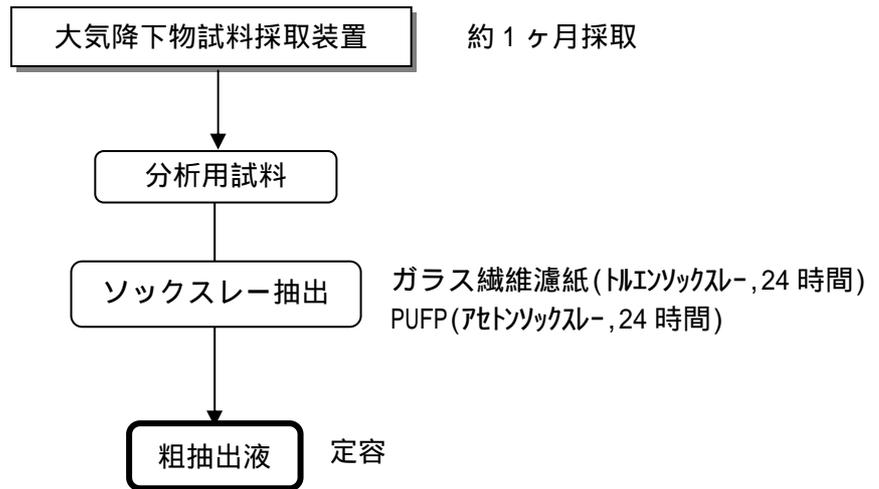


図-4 降下ばいじん抽出分析フロー

5) 公共用水域水質

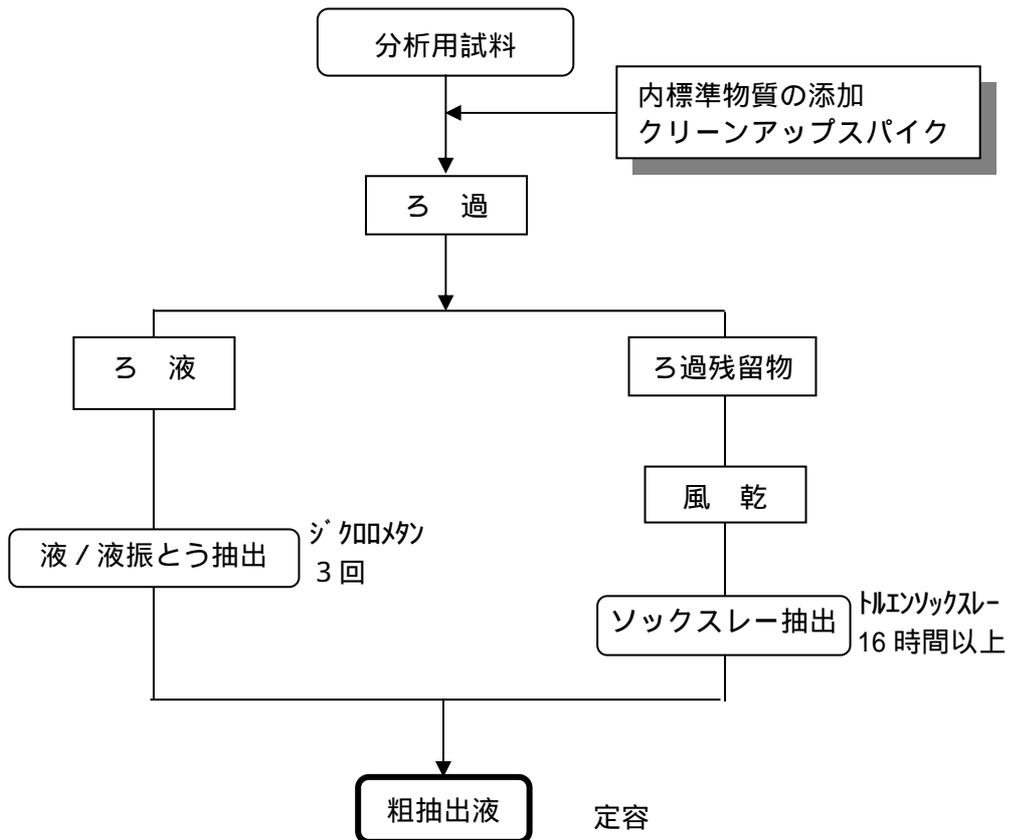


図-5 公共用水域水質抽出分析フロー

6) 公共用水域底質

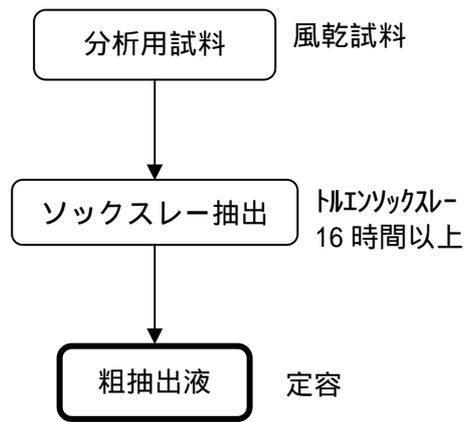
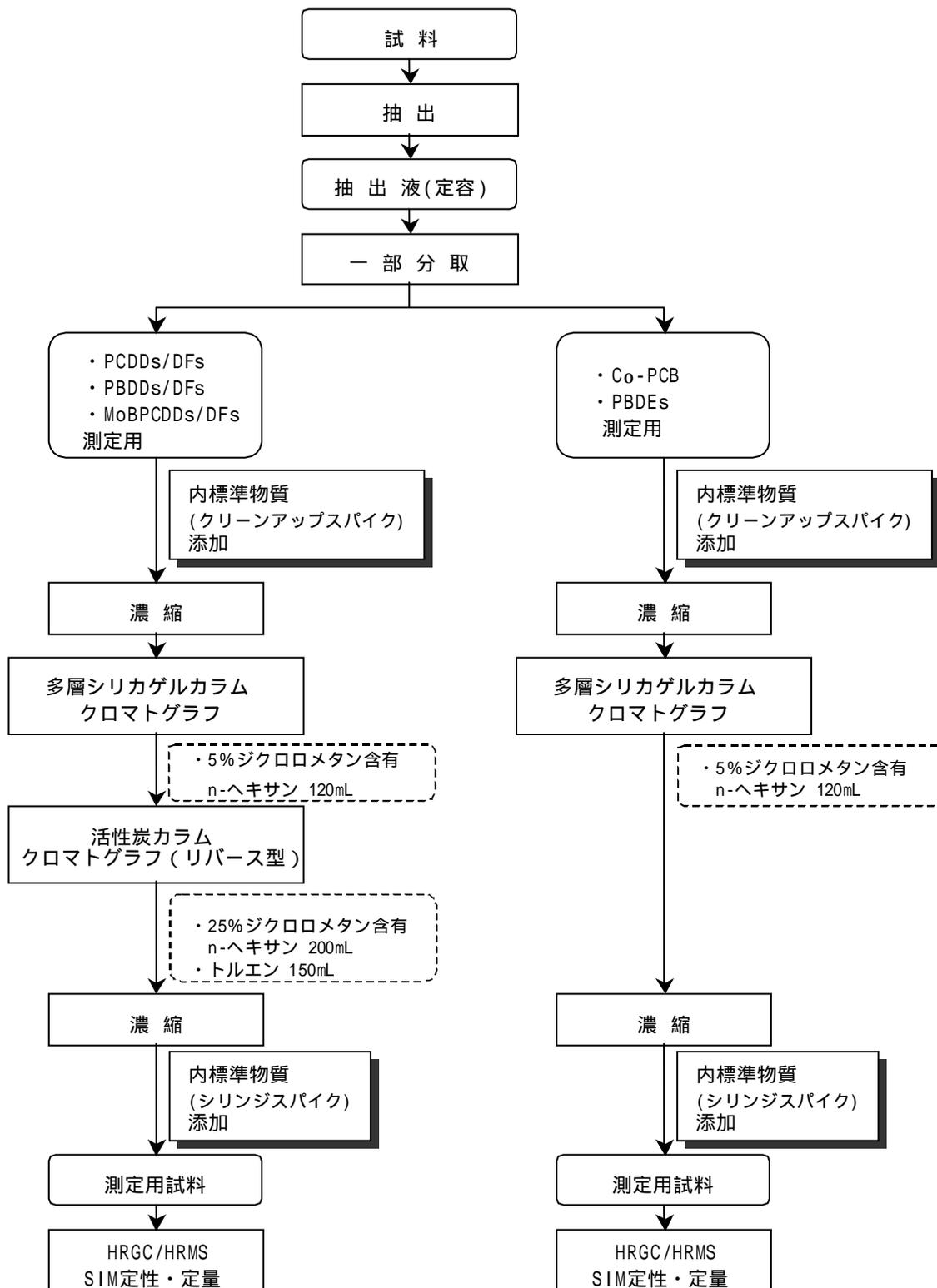


図-6 公共用水域底質抽出分析フロー

7) 各媒体共通分析フロー

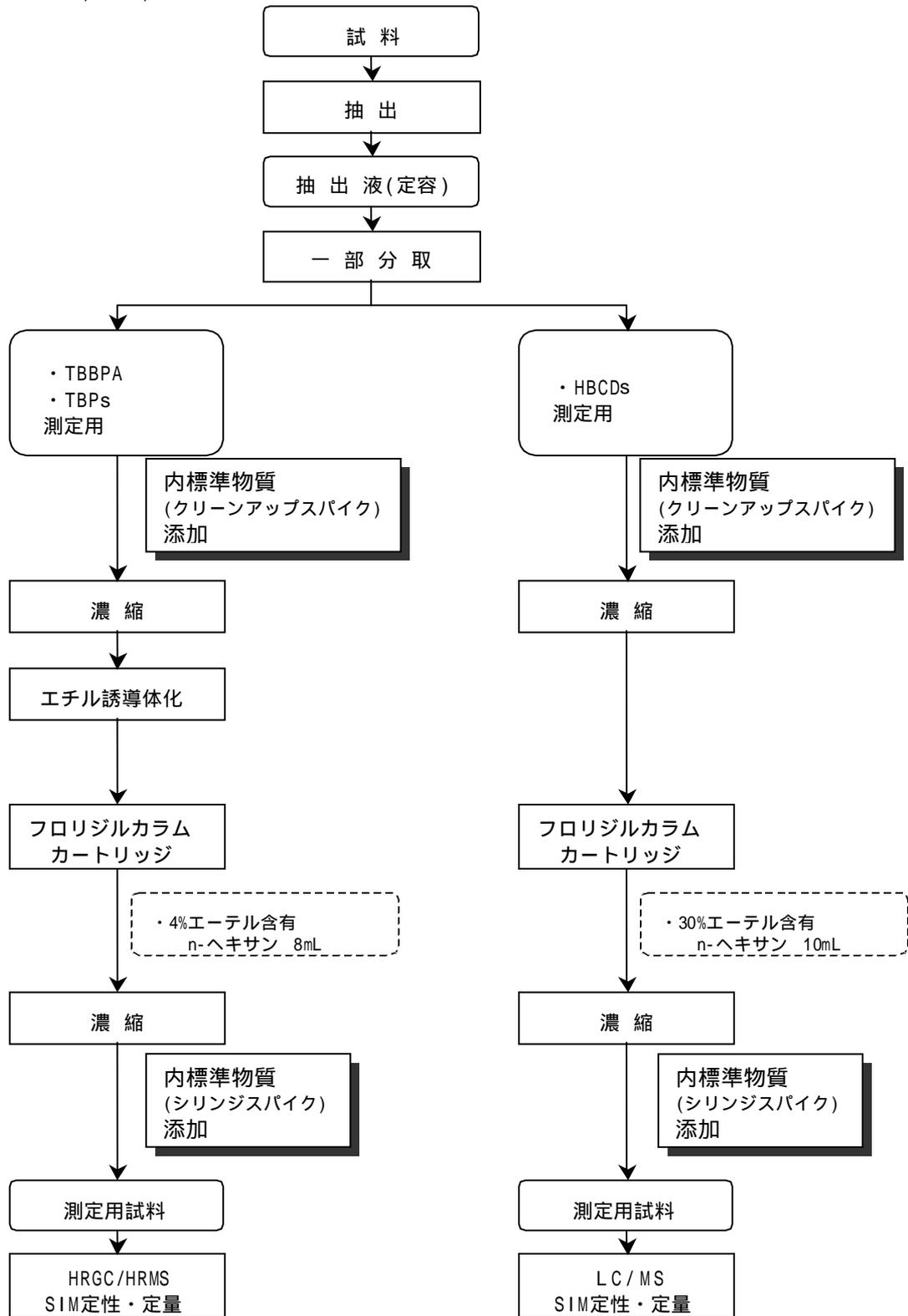
PBDDs/DFs, MoBPCDDs/DFs, PCDDs/DFs, Co-PCB, PBDEs



(注)粗抽出前に内標準物質を添加した試料(排水水、公共用水域水質)では、この図の内標準物質の添加は除く。

図-7 各媒体共通分析フロー(1)

TBBPA, TBPs, HBCDs



(注)粗抽出前に内標準物質を添加した試料(排水水、公共用水域水質)では、この図の内標準物質の添加は除く。

図-8 各媒体共通分析フロー(2)

(3) GC/MS 分析条件

1) 臭素化ダイオキシン類(PBDDs/DFs)

1)-1 分析装置

GC: HP-6890(Agilent 社製)

MS: JMS-700 MStation(日本電子社製)

1)-2 GC 部条件

4~6 臭素化体

分離カラム: DB-17HT(J&W 社製)

fused silica capillary column 30m×0.25mm(id)×0.15μm

カラム温度: 90 (2min hold) 10 /min 190 5 /min 280 (33min hold)

10 /min 310 (14min hold)

・ 注入方法 : スプリットレス法

7~8 臭素化体

分離カラム: DB-5MS(J&W 社製)

fused silica capillary column 15m×0.25mm(id)×0.10μm

カラム温度: 170 (1min hold) 15 /min 260 10 /min 310 (8min hold)

・ 注入方法 : スプリットレス法

1)-3 MS 部条件

MS 設定条件及び設定質量数を表-11~表-14 に示す。

4~6 臭素化体

・ MS 設定条件

表-11 MS 設定条件

イオン化方法	EI
イオン化電圧	38eV
イオン化電流	600 μA
加速電圧	10kV
インターフェース温度	280
イオン源温度	280
分解能	10,000 以上

7~8 臭素化体

・ MS 設定条件

表-12 MS 設定条件

イオン化方法	EI
イオン化電圧	38eV
イオン化電流	600 μA
加速電圧	9kV
インターフェース温度	280
イオン源温度	280
分解能	10,000 以上

表-13 設定質量数

	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺	(M+6) ⁺	(M+8) ⁺
TeBDDs	497.6924	499.6904		
PeBDDs		577.6009	579.5989	
HxBDDs		655.5114	657.5094	
HpBDDs			735.4199	737.4179
OBDD			813.3304	815.3284
TeBDFs	481.6975	483.6955		
PeBDFs		561.6060	563.6039	
HxBDFs		639.5165	641.5145	
HpBDFs			719.4250	721.4230
OBDF			797.3355	799.3335

表-14 設定質量数(内標準物質)

	(M+4) ⁺	(M+6) ⁺	(M+8) ⁺
¹³ C ₁₂ -TeBDDs	511.7307		
¹³ C ₁₂ -PeBDDs		589.6412	
¹³ C ₁₂ -HxBDDs	667.5517	669.5496	
¹³ C ₁₂ -OBDD		825.3706	827.3686
¹³ C ₁₂ -TeBDFs	495.7357		
¹³ C ₁₂ -PeBDFs	573.6462	575.6442	
¹³ C ₁₂ -HxBDFs		653.5547	
¹³ C ₁₂ -HpBDFs		731.4653	733.4632

(注) HpBDDs は標準物質がないため、1,2,3,4,6,7,8-HpBDF の相対感度係数を使用した。

2) モノ臭素ポリ塩素化ダイオキシン類 (MoBPCDDs/DFs)

2)-1 分析装置

GC: HP-6890(Agilent 社製)

MS: Autospec ULTIMA(Micromass 社製)、JMS-700 MStation(日本電子社製)

2)-2 GC 部条件

1 臭素 3 塩素化体 ~ 1 臭素 5 塩素化体

分離カラム : SP-2331(SUPELCO 社製)

fused silica capillary column 60m×0.32mm(id)×0.20μm

カラム温度 : 150 (1minhold) 20 /min 200 5 /min 260 (50minhold)

・ 注入方法 : スプリットレス法

1 臭素 6 塩素化体 ~ 1 臭素 7 塩素化体

分離カラム : DB-17HT(J&W 社製)

fused silica capillary column 30m×0.25mm(id)×0.15μm

カラム温度 : 130 15 /min 280 1 /min 290 (2min hold)

・ 注入方法 : スプリットレス法

2)-3 MS 部条件

MS 設定条件及び設定質量数を表-15~表-18 に示す。

1 臭素 3 塩素化体 ~ 1 臭素 5 塩素化体

・ MS 設定条件

表-15 MS 設定条件

イオン化方法	EI
イオン化電圧	35eV, 38eV
イオン化電流	600 μA
加速電圧	8kV, 10kV
インターフェース温度	250
イオン源温度	250
分解能	10,000 以上

1 臭素 6 塩素化体 ~ 1 臭素 7 塩素化体

・ MS 設定条件

表-16 MS 設定条件

イオン化方法	EI
イオン化電圧	38eV
イオン化電流	600 μA
加速電圧	10kV
インターフェース温度	280
イオン源温度	280
分解能	10,000 以上

表-17 設定質量数

	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺	(M+6) ⁺
MoBTrCDDs	365.8435	367.8408	
MoBTeCDDs	399.8045	401.8018	
MoBPeCDDs	433.7655	435.7628	
MoBHxCDDs	467.7265	469.7237	
MoBHpCDDs		503.6847	505.6819
MoBTrCDFs	349.8486	351.8459	
MoBTeCDFs	383.8096	385.8069	
MoBPeCDFs	417.7706	419.7678	
MoBHxCDFs	451.7316	453.7288	
MoBHpCDFs		487.6898	489.6870

表-18 設定質量数(内標準物質)

	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺
¹³ C ₁₂ - MoBTeCDDs	411.8448	413.8420

(注) MoBPeCDFs, MoBHxCDFs 及び MoBHpCDFs は標準物質がないため、それぞれ MoBPeCDDs, MoBHxCDDs 及び MoBHpCDDs の相対感度係数を使用した。

3) 塩素化ダイオキシン類(PCDDs/DFs・Co-PCB)

(PCDDs/DFs)

3)-1 分析装置

GC: HP-6890(Agilent 社製)

MS: Autospec ULTIMA(Micromass 社製)、JMS-700 MStation(日本電子社製)

3)-2 GC 部条件

4~6 塩素化体

分離カラム: SP-2331(SUPELCO 社製)

fused silica capillary column 60m×0.32mm(id)×0.20μm

カラム温度: 130 (1min hold) 20 /min 190 2 /min 250 (27min hold)

・注入方法: スプリットレス法

7~8 塩素化体

分離カラム: DB-17HT(J&W 社製)

fused silica capillary column 30m×0.25mm(id)×0.15μm

カラム温度: 150 (1min hold) 25 /min 280 (8.8min hold)

・注入方法: スプリットレス法

4~8 塩素化体

分離カラム: DB-5MS(J&W 社製)

fused silica capillary column 60m×0.25mm(id)×0.10μm

カラム温度: 120 (1min hold) 20 /min 200 3 /min 300 (24min hold)

・注入方法: スプリットレス法

3)-3 MS 部条件

MS 設定条件及び設定質量数を表-19~表-23 に示す。

4~6 塩素化体

・MS 設定条件

表-19 MS 設定条件

イオン化方法	EI
イオン化電圧	35eV
イオン化電流	600 μA
加速電圧	8kV
インターフェース温度	250
イオン源温度	250
分解能	10,000 以上

7~8 塩素化体

・MS 設定条件

表-20 MS 設定条件

イオン化方法	EI
イオン化電圧	38eV
イオン化電流	600 μA
加速電圧	10kV
インターフェース温度	280
イオン源温度	280
分解能	10,000 以上

4～8 塩素化体

・MS 設定条件

表-21 MS 設定条件

イオン化方法	EI
イオン化電圧	35eV
イオン化電流	600 μA
加速電圧	9kV
インターフェース温度	260
イオン源温度	260
分解能	10,000 以上

表-22 設定質量数

	M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺
TeCDDs	319.8965	321.8936	
PeCDDs	353.8576	355.8546	
HxCDDs		389.8156	391.8127
HpCDDs		423.7767	425.7737
OCDD		457.7377	459.7348
TeCDFs	303.9016	305.8986	
PeCDFs		339.8597	341.8568
HxCDFs		373.8207	375.8178
HpCDFs		407.7818	409.7788
OCDF		441.7428	443.7398

表-23 設定質量数(内標準物質)

	M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺
¹³ C ₁₂ -TeCDDs	331.9368	333.9338	
¹³ C ₁₂ -PeCDDs	365.8978	367.8949	
¹³ C ₁₂ -HxCDDs		401.8559	403.8530
¹³ C ₁₂ -HpCDDs		435.8169	437.8140
¹³ C ₁₂ -OCDD		469.7780	471.7750
¹³ C ₁₂ -TeCDFs	315.9419	317.9389	
¹³ C ₁₂ -PeCDFs		351.9000	353.8970
¹³ C ₁₂ -HxCDFs		385.8610	387.8580
¹³ C ₁₂ -HpCDFs		419.8220	421.8191
¹³ C ₁₂ -OCDF		453.7830	455.7801

(Co-PCB)

3)-4 分析装置

GC: HP-6890(Agilent 社製)

MS: JMS-700 MStation(日本電子社製)

3)-5 GC 部条件

分離カラム: HT-8(SGE 社製)

fused silica capillary column 50m×0.22mm(id)×0.25 μm

カラム温度:130 (1min hold) 20 /min 220 (5min hold) 320 (1min hold)

・注入方法 : スプリットレス法

3)-6 MS 部条件

MS 設定条件及び設定質量数を表-24～表-26 に示す。

・MS 設定条件

表-24 MS 設定条件

イオン化方法	EI
イオン化電圧	38eV
イオン化電流	600 μ A
加速電圧	10kV
インターフェース温度	280
イオン源温度	280
分解能	10,000 以上

表-25 設定質量数

	M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺
TeCBs	289.9224	291.9194	
PeCBs		325.8804	327.8775
HxCBs		359.8415	361.8387
HpCBs		393.8025	395.7995

表-26 設定質量数(内標準物質)

	M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺
¹³ C ₁₂ - TeCBs	301.9626	303.9597	
¹³ C ₁₂ - PeCBs		337.9207	339.9177
¹³ C ₁₂ - HxCBs		371.8817	373.8788
¹³ C ₁₂ - HpCBs		405.8428	407.8398

4) ポリプロモジフェニルエーテル(PBDEs)

4)-1 分析装置

GC: HP-6890(Agilent 社製)

MS: JMS-700 MStation(日本電子社製)

4)-2 GC 部条件

1～7 臭素化体

分離カラム: HP-5MS(Agilent 社製)

fused silica capillary column 30m×0.25mm(id)×0.15 μ m

カラム温度: 90 (2min hold) 10 /min 190 5 /min 280 (33min hold)
10 /min 310 (14min hold)

・注入方法 : スプリットレス法

8～10 臭素化体

分離カラム: DB-5MS(J&W 社製)

fused silica capillary column 15m×0.25mm(id)×0.10 μ m

カラム温度: 170 (1min hold) 15 /min 260 10 /min 310 (8min hold)

・注入方法 : スプリットレス法

4)-3 MS 部条件

MS 設定条件及び設定質量数を表-27～表-30 に示す。

1～7 臭素化体

・MS 設定条件

表-27 MS 設定条件

イオン化方法	EI
イオン化電圧	38eV
イオン化電流	600 μ A
加速電圧	10kV
インターフェース温度	280
イオン源温度	280
分解能	10,000 以上

8～10 臭素化体

・MS 設定条件

表-28 MS 設定条件

イオン化方法	EI
イオン化電圧	38eV
イオン化電流	600 μ A
加速電圧	9kV
インターフェース温度	280
イオン源温度	280
分解能	10,000 以上

表-29 設定質量数

	M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺	(M+6) ⁺	(M+8) ⁺	(M+10) ⁺
MoBDEs	247.9837	249.9816				
DiBDEs	325.8942	327.8921				
TrBDEs		405.8027	407.8006			
TeBDEs		483.7132	485.7111			
PeBDEs			563.6216	565.6196		
HxBDEs			641.5321	643.5301		
HpBDEs				721.4406	723.4386	
OBDEs		[(M+6)-2Br] ⁺ 641.5145	[(M+8)-2Br] ⁺ 643.5125		801.3491	803.3471
NoBDEs		[(M+8)-2Br] ⁺ 719.4250	[(M+10)-2Br] ⁺ 721.4230		879.2596	881.2576
DeBDE		[(M+8)-2Br] ⁺ 797.3355	[(M+10)-2Br] ⁺ 799.3335		957.1701	959.1681

表-30 設定質量数(内標準物質)

	M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺	(M+6) ⁺	(M+8) ⁺	(M+10) ⁺
¹³ C ₁₂ -MoBDEs	260.0239	262.0219				
¹³ C ₁₂ -DiBDEs	337.9344	339.9324				
¹³ C ₁₂ -TrBDEs		417.8429	419.8409			
¹³ C ₁₂ -TeBDEs		495.7534	497.7514			
¹³ C ₁₂ -PeBDEs			575.6619	577.6599		
¹³ C ₁₂ -HxBDEs			653.5724	655.5704		
¹³ C ₁₂ -HpBDEs				733.4809	735.4789	
¹³ C ₁₂ -OBDEs		[(M+4)-2Br] ⁺ 651.5568	[(M+6)-2Br] ⁺ 653.5547		813.3894	815.3874
¹³ C ₁₂ -NoBDEs		[(M+8)-2Br] ⁺ 731.4652	[(M+10)-2Br] ⁺ 733.4632		891.2999	893.2979
¹³ C ₁₂ -DeBDE		[(M+8)-2Br] ⁺ 809.3757	[(M+10)-2Br] ⁺ 811.3737		969.2104	971.2084

フラグメントイオン

5) テトラプロモビスフェノール A(TBBPA)

5)-1 分析装置

GC: HP-6890(Agilent 社製)

MS: JMS-700 MStation(日本電子社製)

5)-2 GC 部条件

分離カラム : HP-5MS(HP 社製)

fused silica capillary column 30m×0.25mm(id)×0.25μm

カラム温度 : 120 (1min hold) 10 /min 200 30 /min 310 (10min hold)

・注入方法 : スプリットレス法

5)-3 MS 部条件

MS 設定条件及び設定質量数を表-31～表-33 に示す。

・MS 設定条件

表-31 MS 設定条件

イオン化方法	EI
イオン化電圧	38eV
イオン化電流	600 μA
加速電圧	10kV
インターフェース温度	280
イオン源温度	280
分解能	10,000 以上

表-32 設定質量数

	$[(M+2) - (C_4H_8)]^+$	$[(M+4) - (C_4H_8)]^+$
TBBPA	526.7316	528.7295

表-33 設定質量数(内標準物質)

	$[(M+2) - (C_4H_8)]^+$	$[(M+4) - (C_4H_8)]^+$
$^{13}C_{12}$ -TBBPA	538.7719	540.7698

フラグメントイオン

6) トリブロモフェノール(TBPs)

6)-1 分析装置

GC: HP-6890(Agilent 社製)

MS: JMS-700 MStation(日本電子社製)

6)-2 GC 部条件

分離カラム : HP-5MS(Agilent 社製)

fused silica capillary column 30m×0.25mm(id)×0.25μm

カラム温度 : 120 (1min hold) 10 /min 200 30 /min 310 (10min hold)

・注入方法 : スプリットレス法

6)-3 MS 部条件

MS 設定条件及び設定質量数を表-34～表-36 に示す。

・MS 設定条件

表-34 MS 設定条件

イオン化方法	EI
イオン化電圧	38eV
イオン化電流	600 μA
加速電圧	10kV
インターフェース温度	280
イオン源温度	280
分解能	10,000 以上

表-35 設定質量数

	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺
TBPs	329.7714	331.7693

表-36 設定質量数(内標準物質)

	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺
¹³ C ₆ -TBPs	335.7915	337.7894

7) ヘキサブロモシクロドデカン(HBCDs)

7)-1 分析装置

LC/MS: 1100 シリーズ LC/MSD システム (Agilent 製)

7)-2 LC 部条件

分離カラム : Develosil C30-UG-5 2.1mm × 150mm (野村化学製)

移動相 : 10mM 酢酸アンモニウム溶液

CH₃CN = 80 : 20 (1min) (20min) 0 : 100 (5min)

・流速 : 0.2mL/min

・カラム温度 : 40

・注入量 : 10 μL

7)-3 MS 部条件

MS 設定条件及び設定質量数を表-37～表-39 に示す。

・MS 設定条件

表-37 MS 設定条件

インターフェース	エレクトロスプレー (ESI)
モード	negative
ドライガス	N ₂ , 4L/min
ドライガス温度	350
キャピラリー電圧	3500V
フラグメンター電圧	80V

表-38 設定質量数

	[M-H]
HBCDs	641

表-39 設定質量数(内標準物質)

	[M-H]
¹³ C ₁₂ -HBCDs	653
d ₁₆ -BPA (ビスフェノール A)	241