

1. 臭素系ダイオキシン類排出実態等調査

1-1 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。

1-2 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（デカブロモジフェニルエーテル；DeBDE）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、難燃繊維加工工場においては、排水処理状況等を中心に調査した。なお、分析項目は、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、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る臭素系難燃物質についても一部併せて調査を行った。

(1) 調査対象施設

1) 臭素系難燃剤（DeBDE）取扱施設（2 施設）

臭素系難燃剤（DeBDE）を取扱っている 2 施設（DeBDE 取扱施設：A-1, A-2）を調査対象とした。

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) DeBDE 取扱施設

DeBDE 取扱施設については、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及び敷地境界付近等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。

- 排出ガス
- 排水（工程水含む）
- 建屋内空気
- 環境大気
- 降下ばいじん
- 公共用水域水質
- 公共用水域底質

2) 難燃繊維加工施設

難燃繊維加工施設については、H15 年度及び H17 年度に調査を行っており、排出源の解明のため、以下の媒体及び試料について調査した。

- 排水（排水処理工程を主に調査）
- 汚泥
- 設備洗浄液（DeBDE 等を使用している設備の洗浄液）
- 小型試験染色機による廃液（小型試験染色機を用いて、主な染料及び難燃剤による染色試験を行った廃液）
- 難燃剤及び染料等（難燃繊維加工で使用している主な難燃剤及び染料）

(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) 臭素化/塩素化ダイオキシン類 (モノ臭素ポリ塩素化ジベンゾ-パラ-ジオキシン (MoBPCDDs) モノ臭素ポリ塩素化ジベンゾフラン (MoBPCDFs) 及びジ臭素ポリ塩素化ジベンゾ-パラ-ジオキシン (DiBPCDDs) ジ臭素ポリ塩素化ジベンゾフラン (DiBPCDFs)) DeBDE 取扱施設のみ測定

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

2,3-DiB-7,8-DiCDD

同族体

MoBTrCDDs, MoBTeCDDs, MoBPeCDDs, MoBHxCDDs, MoBHpCDDs,

MoBTrCDFs, MoBTeCDFs, MoBPeCDFs, MoBHxCDFs, MoBHpCDFs

(参考)

DiBDiCDDs, DiBTrCDDs, DiBTeCDDs, DiBPeCDDs, DiBHxCDDs

DiBDiCDFs, DiBTrCDFs, DiBTeCDFs, DiBPeCDFs, DiBHxCDFs

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) 難燃繊維加工施設のみ測定

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'-HpBDE, DeBDE

PBDEs の同族体

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

1-3 試料概要

(1) DeBDE 取扱施設

1) 施設関連項目

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)	(m ³ _N /h)
A-1	乾燥バグフィルター-出口	<0.001	32	3.7	20.0	2,020	1,950
	分級バグフィルター-出口	<0.001	21	0.8	27.0	1,590	1,580
	充填バグフィルター-出口	<0.001	13	0.8	11.4	2,240	2,230
A-2	粉碎集塵機出口		47		16.5	895	884
	分級集塵機出口		21		11.5	3,490	3,450
	充填集塵機出口	<0.001	17	1.2	6.4	681	673

設備の構造上測定ができなかったことを示す。

表-2 排出ガス試料の概況(2)

施設	試料名	一酸化 炭素	二酸化 炭素	酸素	塩化 水素	臭化 水素
		(%)	(%)	(%)	(ppm)	(ppm)
A-1	乾燥バグフィルター-出口	<0.1	<0.1	20.9	<1	<0.2
	分級バグフィルター-出口	<0.1	<0.1	20.9	<1	<0.2
	充填バグフィルター-出口	<0.1	<0.1	20.9	<1	<0.2
A-2	粉碎集塵機出口					
	分級集塵機出口					
	充填集塵機出口	<0.1	<0.1	20.9	<1	<0.2

設備の構造上測定ができなかったことを示す。

排水水

表-3 排水水試料の概況(1)

施設	試料名	天候(前日)	採取 回数	水温	pH	SS
				()		(mg/L)
A-1	工程水	晴(晴)		16.6	1.9	4.2
				19.7		
				20.6		
A-1	総合排水	晴(晴)		18.2	7.9	6.0
	工業用水(貯水)			8.2	7.5	2.1
A-2	総合排水	曇(晴)		16.2	7.2	110
	工業用水(河川水)			14.0	7.5	34

表-4 排水水試料の概況(2)

施設	試料名	臭化物イオン	塩化物イオン	電気伝導度	外観
		(mg/L)	(mg/L)	(ms/m)	
A-1	工程水	120	360	340	淡黄色
	総合排水	35	17,000	4,800	微白濁
	工業用水(貯水)	<0.1	7.0	9.6	微黄色
A-2	総合排水	4.5	150	70	淡黄白濁
	工業用水(河川水)	<0.1	18	20	淡黄白濁

建屋内空気

表-5 建屋内空気試料の概況

施設	試料名	吸引量(m ³)	総粉じん濃度(mg/m ³)
A-1	充填場周辺	179.9	0.8933
A-2	充填場周辺	179.9	0.8482

2) 周辺環境

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	施設北東	1008.5	6.2	55	0.0549	2.5	E
	施設南	1008.2	6.2	55	0.1001	2.5	E
A-2	施設北西	1007.5	14.9	74	0.1166	4.2	SSW
	施設東	1008.3	14.9	74	0.1202	4.2	SSW

風配率及び風向別平均風速図を図-1及び図-2に示す。

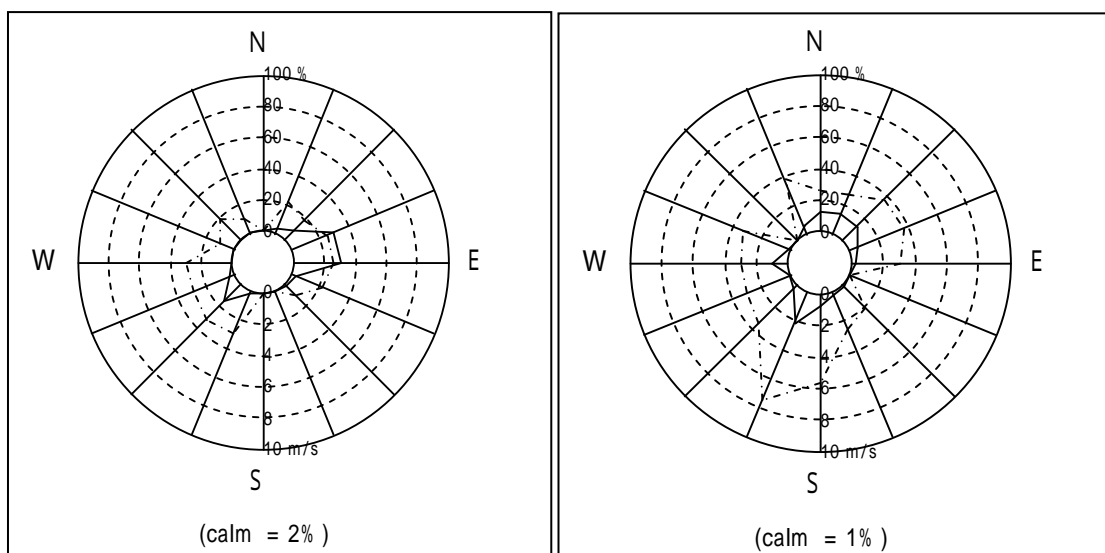


図-1 風配率及び風向別平均風速図(A-1)

図-2 風配率及び風向別平均風速図(A-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	施設北東	30	320
A-2	施設東	30	275

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	透視度 (透明度(m))
			()		(mg/L)	
A-1	海域(排水口付近)	晴(晴)	12.7	8.1	3.6	(2.8)
	海域	晴(晴)	11.5	8.1	2.4	(3.5)
A-2	河川(上流)	曇(晴)	13.7	7.7	29	17
	河川(下流)	曇(晴)	14.6	7.6	34	15

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)	47	16,000	4,800	無臭	淡緑黄色
	海域	51	16,000	4,800	無臭	淡緑色
A-2	河川(上流)	<0.1	17	20	無臭	淡黄白濁
	河川(下流)	<0.1	24	22	無臭	淡黄白濁

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)	12.0	54.0	10.0	軟泥 (ヘドロ)	1.70	弱腐敗臭
	海域	11.3	51.0	8.1	軟泥	2.47	弱腐敗臭
A-2	河川(上流)	14.0	8.5	0.8	砂	0.06	無臭
	河川(下流)	14.2	19.2	1.8	砂	0.14	無臭

(2) 難燃纖維加工施設

1) 排水処理関連項目

排水水（排水処理工程水含む）

表-11 排水水試料の概況(1)

施設	試料名	天候（前日）	採取回数	水温	pH	外観
				()		
B-1	脱硫前排水	晴（晴）		37.9	11.8	淡茶白濁
				38.1	11.9	
				38.0	11.8	
	脱硫後排水	晴（晴）		44.8	6.8	淡茶黄濁
				44.3	6.9	
				44.5	6.9	
	処理前総合排水(No.1)	晴（晴）		43.4	7.0	淡赤茶色
				44.1	7.1	
				43.7	6.9	
	曝気槽(第1槽)(No.1)	晴（晴）		37.0	7.2	淡黒茶濁
				37.0	7.0	
				36.5	7.1	
	曝気槽(最終槽)(No.1)	晴（晴）		35.2	6.8	淡茶黒濁
				35.3	6.8	
				35.3	6.7	
	処理後総合排水(No.1)	晴（晴）		34.1	6.7	淡茶黄濁
				34.3	6.8	
				34.1	6.8	
原水槽(No.2)	晴（晴）		37.0	8.0	淡茶赤色	
			38.3	7.8		
			37.6	7.8		
曝気槽(第1槽)(No.2)	晴（晴）		37.4	7.3	淡赤茶色	
			37.2	7.3		
			37.4	7.2		
曝気槽(最終槽)(No.2)	晴（晴）		37.5	7.0	淡黄茶濁	
			37.4	7.1		
			37.4	7.1		
処理後総合排水(No.2)	晴（晴）		33.7	7.4	淡黄茶濁	
			35.4	7.3		
			35.0	7.4		
B-3	処理前総合排水-1	晴（晴）		31.6	9.1	淡緑黒濁
				31.8	9.2	
				32.0	9.2	
	処理前総合排水-2	晴（晴）		33.0	9.4	淡黒赤濁
				33.0	9.4	
				33.1	9.5	
	曝気槽(第1槽)	晴（晴）		30.7	7.0	淡黒灰濁
				30.9	6.9	
				30.8	7.0	
	曝気槽(第2槽)	晴（晴）		31.0	6.8	淡黒灰濁
				30.9	6.8	
				30.9	6.9	
	曝気槽(第3槽)	晴（晴）		31.0	6.8	淡黒灰濁
				31.0	6.9	
				30.9	6.8	
	処理後総合排水-1	晴（晴）		29.8	6.9	淡黒赤濁
				29.7	6.9	
				29.8	6.8	
処理後総合排水-2	晴（晴）		30.3	7.0	淡黒赤濁	
			30.5	7.1		
			30.0	7.0		

表-12 排水水試料の概況(2)

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	脱硫前排水	70	0.3	110	470
	脱硫後排水	26	0.3	110	300
	処理前総合排水(No.1)	43	0.6	68	300
	曝気槽(第1槽)(No.1)	6,300	1.9	58	240
	曝気槽(最終槽)(No.1)	5,300	2.0	56	220
	処理後総合排水(No.1)	20	1.9	56	220
	原水槽(No.2)	32	1.2	20	220
	曝気槽(第1槽)(No.2)	6,600	2.4	23	210
	曝気槽(最終槽)(No.2)	5,200	2.0	26	200
	処理後総合排水(No.2)	36	1.6	26	210
B-3	処理前総合排水-1	110	0.4	240	130
	処理前総合排水-2	55	0.4	28	51
	曝気槽(第1槽)	3,400	1.4	92	84
	曝気槽(第2槽)	4,000	1.4	78	77
	曝気槽(第3槽)	3,000	1.4	78	79
	処理後総合排水-1	39	0.7	61	75
	処理後総合排水-2	40	0.8	60	75

汚泥

表-13 汚泥試料

施設	試料名	水温	pH	外観
		()		
B-1	返送汚泥-1 (No.1)	34.3	6.7	淡茶黄濁
	返送汚泥-2 (No.1)	34.1	6.8	淡茶黄濁
	返送汚泥-1 (No.2)	36.9	7.1	淡茶黒濁
	返送汚泥-2 (No.2)	37.0	7.0	淡茶黄濁
B-3	返送汚泥	30.5	6.9	淡黒灰濁

2) 設備洗浄液

表-14 設備洗浄液試料

施設	試料名	試料情報
B-2	ポンプ洗浄液	自動給樹脂ポンプの洗浄液
	バックリング装置洗浄液	バックリング装置の洗浄液

3) 小型染色試験機による廃液

表-15 小型染色試験機による廃液試料

施設	試料名	試料情報
B-3	難燃加工後廃液(A)	臭素系含有アゾ系黒染料と HBCD 使用の難燃加工後廃液
	難燃加工後廃液(B)	臭素系含有キノン系青染料と HBCD 使用の難燃加工後廃液
	アルカリ性廃液(A)	臭素系含有アゾ系黒染料と缶体洗浄液との混合したアルカリ性廃液
	アルカリ性廃液(B)	臭素系含有キノン系青染料と缶体洗浄液との混合したアルカリ性廃液
	染色後廃液(A)	臭素系含有アゾ系黒染料による染色後廃液
	染色後廃液(B)	臭素系含有キノン系青染料による染色後廃液
	還元洗浄廃液(A)	臭素系含有アゾ系黒染料の染上布を還元洗浄した廃液
	還元洗浄廃液(B)	臭素系含有キノン系青染料の染上布を還元洗浄した廃液

試験液の作成方法

- ・ステンレスポットにポリエステル繊維、難燃剤、染料、助剤、水等を入れ、浴温度上げ(130 × 30分)染色したのちの廃液。
- ・還元洗浄廃液は、上記染上布、ソーダ灰、ハイドロサルファイト、洗浄剤、水により洗浄(80 × 20分)

4) 難燃剤および染料等

表-16 難燃剤および染料等の試料

施設	試料名	試料情報
B-2	難燃剤(DeBDE)	臭素系難燃剤
	バックリング剤 A	バックリング剤(アルカリ)
	バックリング剤 B	バックリング剤(界面活性剤)
	バックリング剤 C	市販バックリング剤
B-3	染料 A(黒)	臭素系含有アゾ系黒染料
	染料 B(青)	臭素系含有キノン系青染料
	難燃剤(HBCD)	臭素系難燃剤

1-4 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) 臭素化/塩素化ダイオキシン類 (モノ臭素ポリ塩素化ジベンゾ-パラ-ジオキシン (MoBPCDDs)、モノ臭素ポリ塩素化ジベンゾフラン (MoBPCDFs) 及びジ臭素ポリ塩素化ジベンゾ-パラ-ジオキシン (DiBPCDDs)、ジ臭素ポリ塩素化ジベンゾフラン (DiBPCDFs))
「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)
排出水
「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)
建屋内空気
「廃棄物焼却施設内作業におけるダイオキシン類ばく露防止対策要綱」(平成 13 年 4 月 25 日 基発第 401 号の 2)
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) 排出水
採水場所において、ステンレス製バケツ類、杓及び直接採取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) 建屋内空気
試料採取は、ハイボリュー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 500L 程度の一定流量で 6 時間連続吸引して、採取空気量として約 180m³ を採取した。
- 4) 環境大気
試料採取は、ハイボリュー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。

5) 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。

6) 公共用水域水質

海域においては、傭船により各採水地点にて、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。また、河川においては、ステンレス製バケツにより海域と同様に採水した。

7) 公共用水域底質

海域においては、傭船により各採泥地点にて、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。河川においては、各採泥地点にて、エクマンバージ型採泥器または、ステンレス製スコップにより海域と同様に採取した。

(3) 分析フロー

各媒体別の試料抽出フローを図-3～図-10に示す。また、各媒体共通の分析フローを図-11に示す。

1) 排出ガス

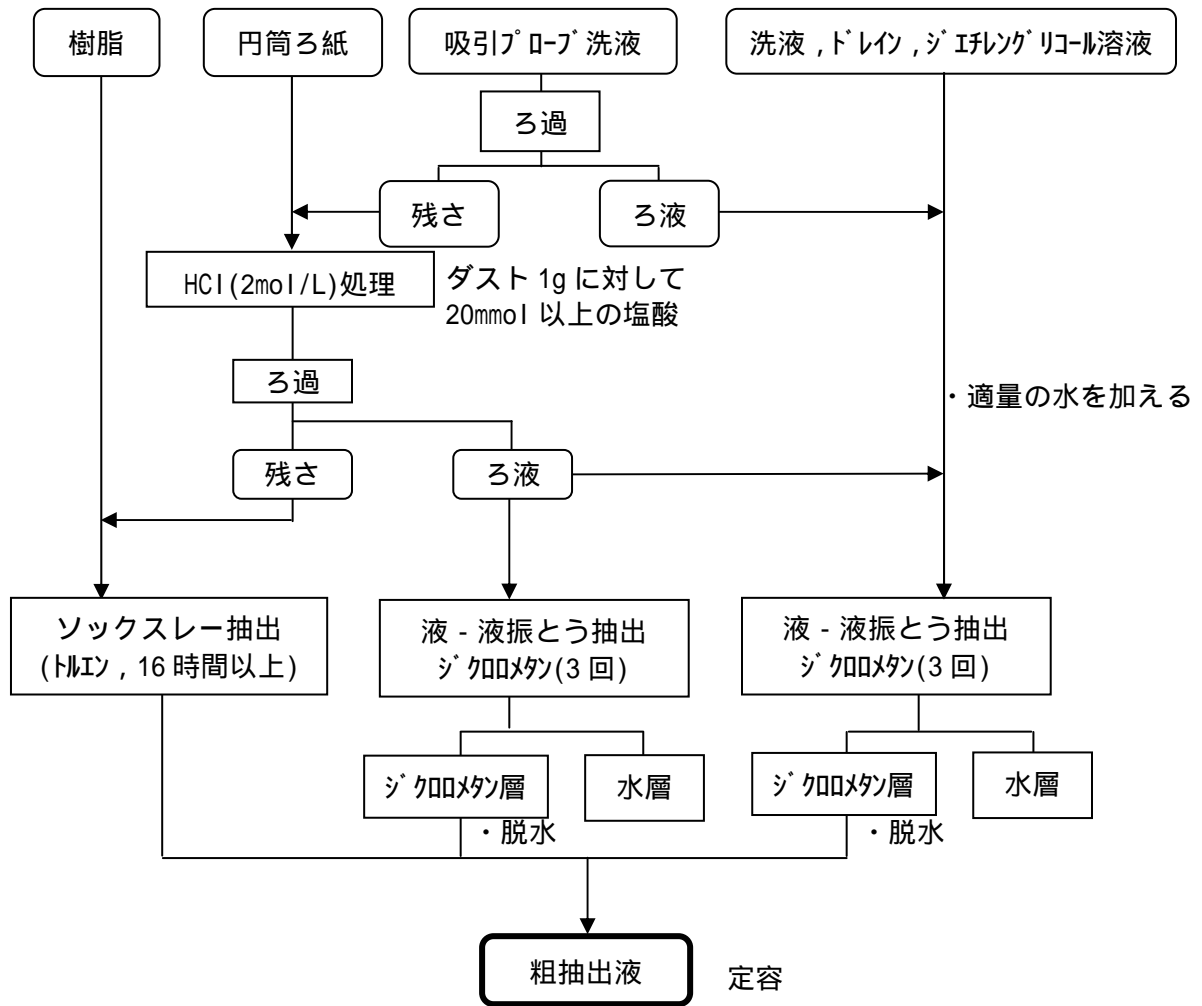


図-3 排出ガス抽出分析フロー

2) 排水水（汚泥）

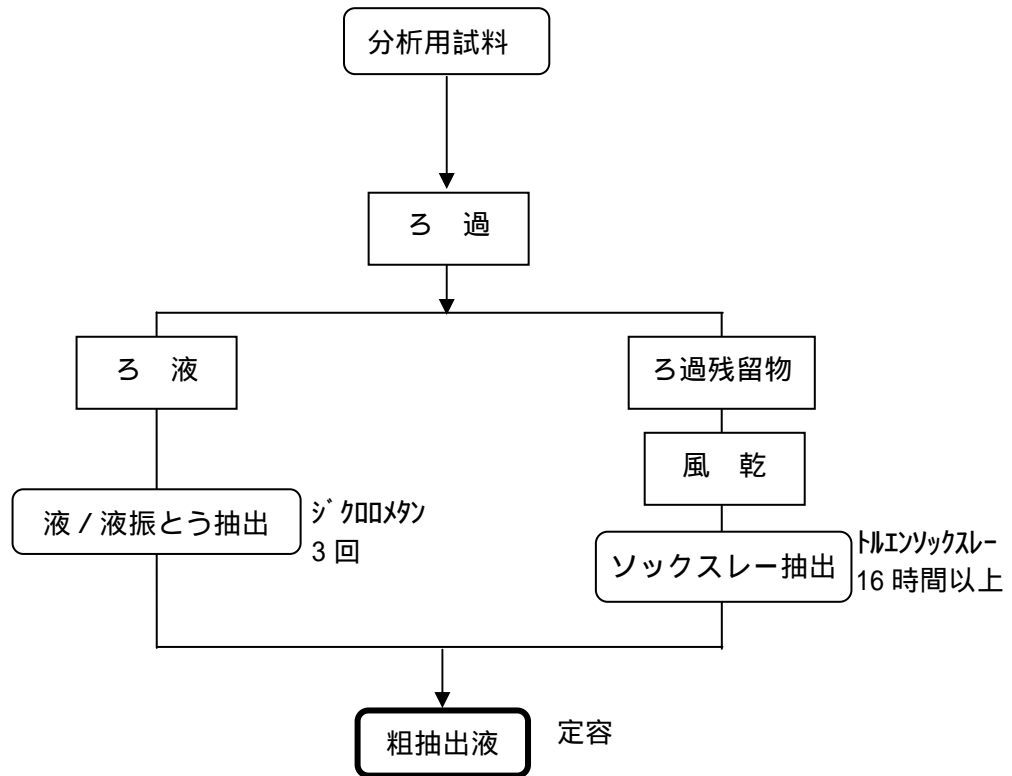


図-4 排水水抽出分析フロー

3) 建屋内空気

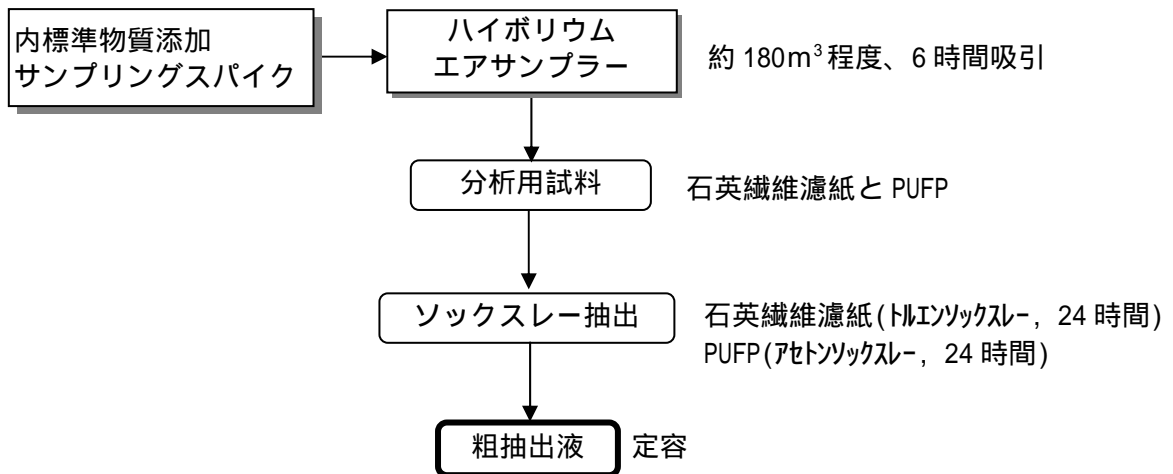


図-5 建屋内空気抽出分析フロー

4) 環境大気

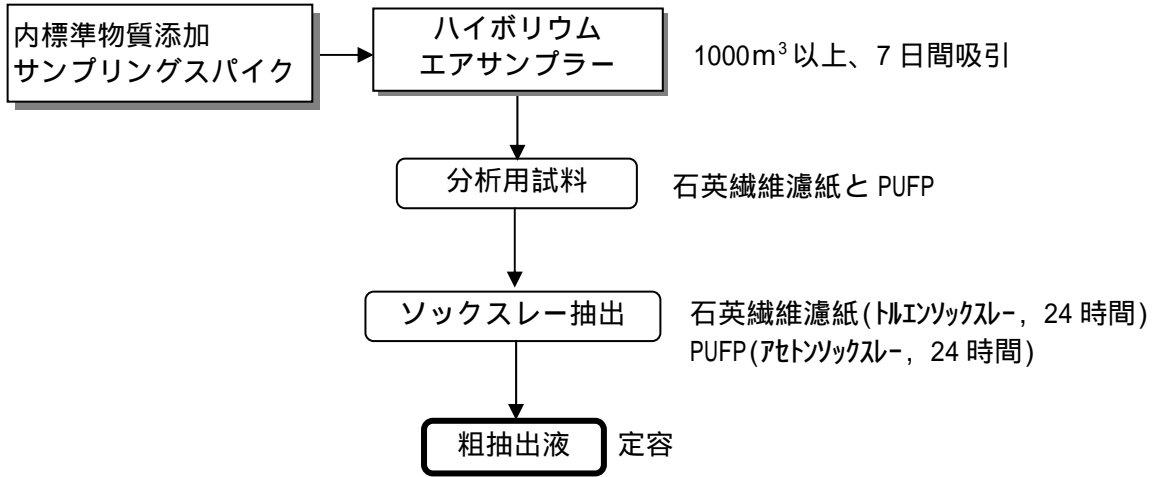


図-6 環境大気抽出分析フロー

5) 降下ばいじん

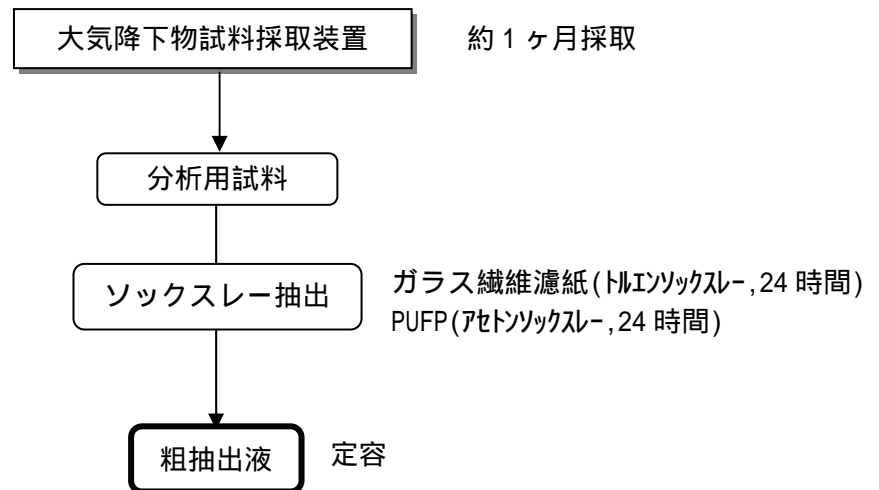


図-7 降下ばいじん抽出分析フロー

6) 公共用水域水質

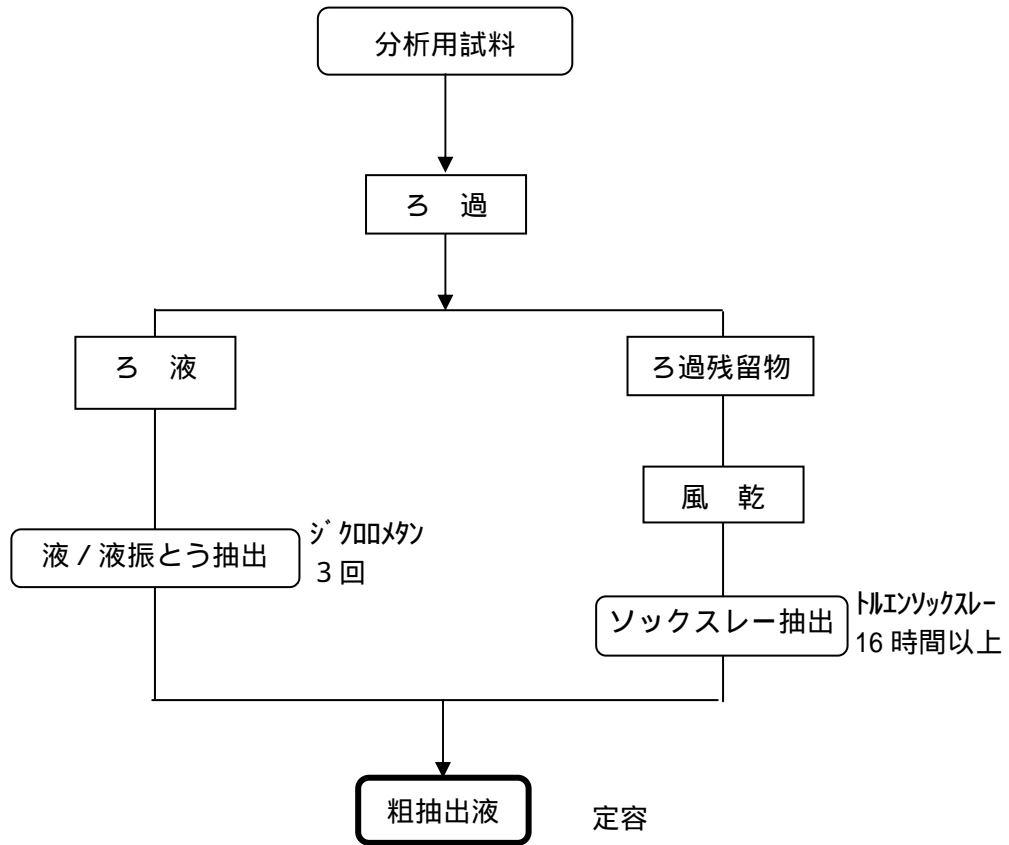


図-8 公共用水域水質抽出分析フロー

7) 公共用水域底質

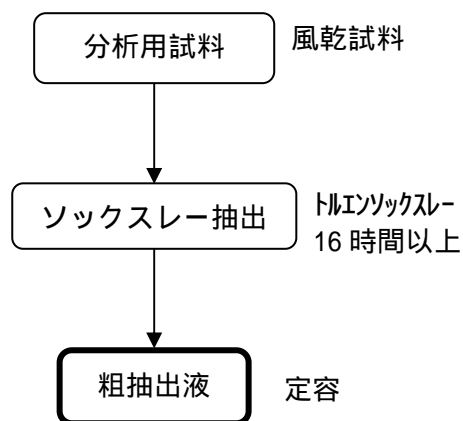


図-9 公共用水域底質抽出分析フロー

8) その他（難燃剤及び染料等）

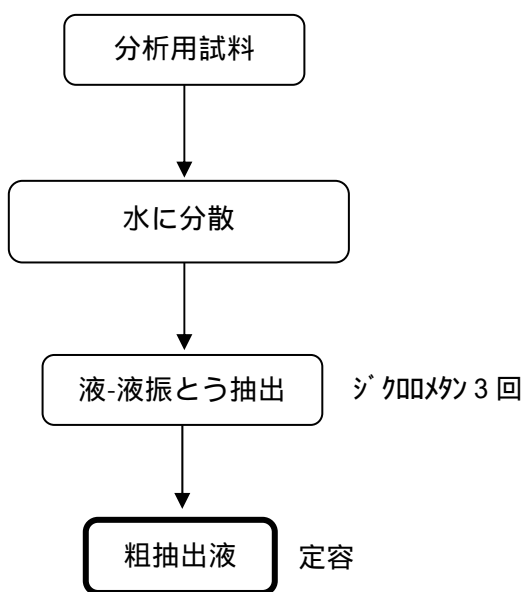


図-10 その他試料抽出分析フロー

9) 各媒体共通分析フロー

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

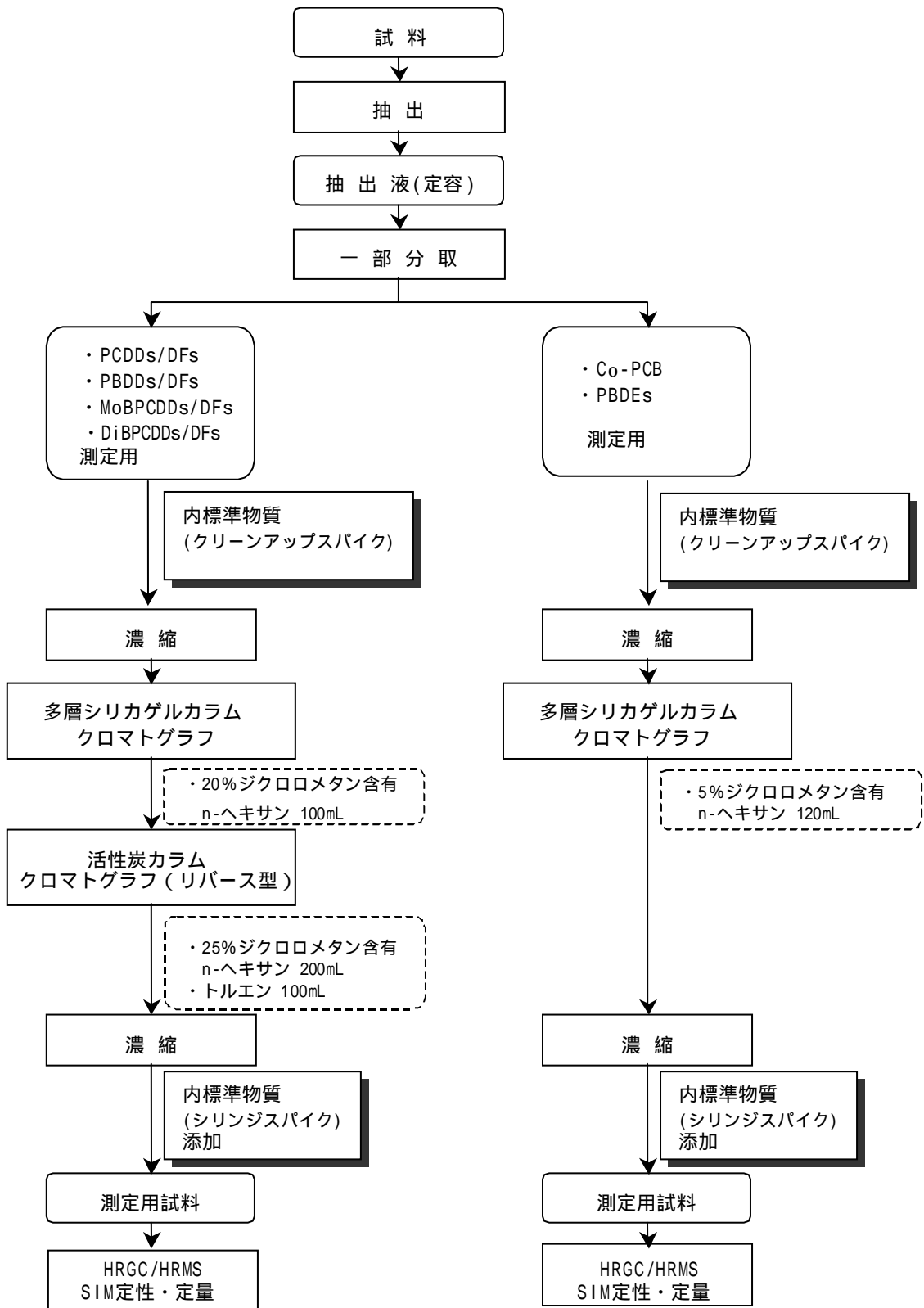


図-11 各媒体共通分析フロー

(4) 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-17~表-20 に示す。

4~6 臭素化体

・ MS 設定条件

表-17 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-18 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-19 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-20 設定質量数(内標準物質)

	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺	(M+6) ⁺	(M+8) ⁺
¹³ C ₁₂ -TeBDDs	509.7327	511.7307		
¹³ C ₁₂ -PeBDDs		589.6412	591.6391	
¹³ C ₁₂ -HxBDDs		667.5517	669.5496	
¹³ C ₁₂ -OBDD			825.3706	827.3686
¹³ C ₁₂ -TeBDFs	493.7378	495.7357		
¹³ C ₁₂ -PeBDFs		573.6462	575.6442	
¹³ C ₁₂ -HxBDFs		651.5568	653.5547	
¹³ C ₁₂ -HpBDFs			731.4653	733.4632

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-21 ~ 表-24 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-21 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-22 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-23 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-24 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) ジ臭素ポリ塩素化ダイオキシン類 (DiBPCDDs/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

2 臭素 2 塩素化体 ~ 2 臭素 6 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 (1minhold) 20 /min 200 5 /min 250 (10minhold)
5 /min 310 (13.5min 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-25 ~ 表-27 に示す。

2 臭素 2 塩素化体 ~ 2 臭素 6 塩素化体

・MS 設定条件

表-25 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	280
分解能	10,000 以上

表-26 設定質量数

	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺	(M+6) ⁺
DiBDiCDDs	409.7933	411.7910	
DiBTrCDDs	443.7542	445.7518	
DiBTeCDDs	477.7152	479.7127	
DiBPeCDDs		513.6736	515.6711
DiBHxCDDs		547.6346	549.6320
DiBDiCDFs	393.7984	395.7960	
DiBTrCDFs	427.7593	429.7569	
DiBTeCDFs	461.7203	463.7178	
DiBPeCDFs		497.6787	499.6761
DiBHxCDFs		531.6396	533.6370

表-27 設定質量数(内標準物質)

	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺
¹³ C ₁₂ - DiBDiCDDs	421.8334	423.8311

(注) DiBTrCDDs ~ DiBHxCDDs, DiBDiCDFs ~ DiBHxCDFs は標準物質がないため、DiBDiCDDs の相対感度係数を使用した。

4) 塩素化ダイオキシン類(PCDDs/DFs・Co-PCB)
(PCDDs/DFs)

4)-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)

4)-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

4)-3 MS 部条件

MS 設定条件及び設定質量数を表-28~表-32 に示す。

4~6 塩素化体

・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	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-29 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-30 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-31 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-32 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)

4)-4 分析装置

GC: HP-6890(Agilent 社製)

MS: JMS-700 MStation(日本電子社製)

4)-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

4) -6 MS 部条件

MS 設定条件及び設定質量数を表-33～表-35 に示す。

・ MS 設定条件

表-33 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-34 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-35 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

5) ポリブロモジフェニルエーテル(PBDEs)

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

1~7 臭素化体

分離カラム: HP-5MS(Agilent 社製)

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

カラム温度: 90 (2min hold) 10 /min 190 5 /min 280 (13min hold)

15 /min 310 (20min 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)×0.10μm

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

5)-3 MS 部条件

MS 設定条件及び設定質量数を表-36~表-39 に示す。

1~7 臭素化体

・MS 設定条件

表-36 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

8~10 臭素化体

・MS 設定条件

表-37 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-38 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-39 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