

8. 分解率の算出方法

分解処理時におけるPOP s 廃農薬の分解率は、次の式により算出する。

$$A = (1 - (E \div I)) \times 100$$

A : POP s 廃農薬の分解率 (%)

分解率は、分解処理の対象とするPOP s 廃農薬毎に算出するものとする。

E : POP s 廃農薬の総排出量

- ・総排出量は、分解処理に伴い発生する排ガス、排水、残さ等の媒体毎の容量（あるいは重量）に、POP s 廃農薬濃度を乗じた量の合計値とし、農薬濃度が定量下限値未満である場合は、定量下限値を用いる（定量下限値については、資料4参照）。
- ・下表の異性体又は代謝物が存在する考慮すべきPOP s 廃農薬については、それぞれ、異性体又は代謝物の排出量の合計値により総排出量を算出する。

POP s 農薬	分解率算出に考慮する異性体又は代謝物
BHC類	α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC
DDT類	2,4'-DDT、4,4'-DDT、2,4'-DDE、4,4'-DDE、2,4'-DDD、4,4'-DDD
クロルデン類	Trans-クロルデン、cis-クロルデン、trans-ノナクロル、cis-ノナクロル、オキシクロルデン
ヘプタクロル	ヘプタクロル、ヘプタクロルエポキシサイドA、ヘプタクロルエポキシサイドB

I : POP s 廃農薬の投入量

POP s 廃農薬の投入量とは、処理しようとするPOP s 廃農薬中に含まれる農薬成分の量とする。

【分解率の算出例】

(前提条件)

- 処 理 方 式 : 焼却 (処理に伴い排ガス、飛灰、焼却残さが発生)
- 処理対象農薬 : BHC廃農薬 (BHC原体含有率 20% (但し4つの異性体合計))
- 処 理 量 : 10 t (1 t (BHC廃農薬) + 9 t (他の廃棄物))
- 媒体の排出量 : 排ガス (40,000 m³/t)、飛灰量 (150 kg/t)、焼却残さ量 (200 kg/t)
- 総 量 : BHC投入総量 (1 t × 20% = 200 kg)、排ガス量 (40,000 m³/t × 10 t = 400,000 m³、飛灰 (150 kg/t × 10 t = 1500 kg)、焼却残さ (200 kg/t × 10 t = 2000 kg)

○測定値

	排ガス (μ g/m ³ N)	飛灰 (ng/kg)	焼却残さ (ng/kg)
α -BHC	定量下限値未満 (<0.001)	0.2	0.02
β -BHC	定量下限値未満 (<0.001)	0.5	0.05
γ -BHC	定量下限値未満 (<0.001)	0.1	0.01
δ -BHC	定量下限値未満 (<0.001)	0.1	0.01

○定量下限値：排ガス（ $0.001 \mu\text{g}/\text{m}^3\text{N}$ 、飛灰及び焼却残さ（ $0.1 \mu\text{g}/\text{kg}$ ）

（計算）

$$\begin{aligned}
 A &= (1 - \text{POPs 廃農薬の総排出量} \div \text{POPs 廃農薬の投入量}) \times 100 \\
 &= (1 - ((\text{①各異性体毎の排ガス量} \times \text{排ガス中濃度の合計}) + (\text{②各異性体毎の飛灰量} \times \text{飛灰中濃度の合計}) + (\text{③各異性体毎の焼却残さ量} \times \text{焼却残さ中濃度の合計})) \div (\text{④BHC廃農薬処理量} \times \text{BHC原体含有率})) \times 100 \\
 &= (1 - ((\text{①} = 400,000 \text{ m}^3\text{N} \times 0.001 \mu\text{g}/\text{m}^3\text{N} (\alpha\text{-BHC}) + 400,000 \text{ m}^3\text{N} \times 0.001 \mu\text{g}/\text{m}^3\text{N} (\beta\text{-BHC}) + 400,000 \text{ m}^3\text{N} \times 0.001 \mu\text{g}/\text{m}^3\text{N} (\gamma\text{-BHC}) + 400,000 \text{ m}^3\text{N} \times 0.001 \mu\text{g}/\text{m}^3\text{N} (\delta\text{-BHC})) + (\text{②} = 1,500 \text{ kg} \times 0.2 \text{ ng}/\text{kg} (\alpha\text{-BHC}) + 1,500 \text{ kg} \times 0.5 \text{ ng}/\text{kg} (\beta\text{-BHC}) + 1,500 \text{ kg} \times 0.1 \text{ ng}/\text{kg} (\gamma\text{-BHC}) + 1,500 \text{ kg} \times 0.1 \text{ ng}/\text{kg} (\delta\text{-BHC})) + (\text{③} = 2,000 \text{ kg} \times 0.02 \text{ ng}/\text{kg} (\alpha\text{-BHC}) + 2,000 \text{ kg} \times 0.05 \text{ ng}/\text{kg} (\beta\text{-BHC}) + 2,000 \text{ kg} \times 0.01 \text{ ng}/\text{kg} (\gamma\text{-BHC}) + 2,000 \text{ kg} \times 0.01 \text{ ng}/\text{kg} (\delta\text{-BHC}))) \div (\text{④} 1\text{t} \times 20\%)) \times 100 \\
 &= (1 - (\text{①} 1.6\text{ng} + \text{②} 1,350\text{ng} + \text{③} 180 \text{ ng}) \div (\text{④} 200\text{kg})) \times 100 \\
 &= (1 - (1531.6\text{ng} \div 200,000,000\text{ng})) \times 100 \\
 &= 99.9992342 > 99.999
 \end{aligned}$$

以上から、分解率は 99.9992342 となり、99.999 以上であることから分解率目標を達成したと評価される。

(参考) 分解率を算出するに当たって必要となる最少のPOP s 廃農薬処理量について

分解率の算出において、排ガス等の媒体毎のPOP s 廃農薬濃度が定量下限値未満である場合やPOP s 廃農薬の処理量(投入量)が少ない場合、計算上、分解率が99.999%以下となる場合があり、目標分解率を達成出来ない場合が想定される。

そのため、確認試験において目標分解率の達成を確認するためには、分析精度の向上により定量下限値を下げたり、農薬投入量を増加する等の工夫が必要である。

参考までに、目標の分解率(99.999%)の達成を確認するために必要な最小POP s 廃農薬の処理量(投入量)(以下「必要処理量」という。)の算出方法を以下に示す。

分解率の算出式を基に、必要処理量を算出するための計算式は以下のとおりである。

$$I = E \div (1 - (A \div 100))$$

I : 必要となる最少の処理量

A : POP s 廃農薬の目標分解率(99.999%)

E : POP s 廃農薬の必要総排出量

【計算例】

(前提条件)

- 処理方式 : 焼却(処理に伴い排ガス、飛灰、焼却残さが発生)
- 処理対象農薬 : DDT廃農薬(DDT原体含有率2%(但しDDT6種類の合計))
- 処 理 量 : DDT廃農薬と他の廃棄物を混合し、併せて1 tを処理する。
- 媒体の排出量 : 排ガス(67,500 m³/t)、飛灰量(521 kg/t)
焼却残さ量(775.7 kg/t)
- 定量下限値 : 排ガス(0.001 μg/m³、飛灰及び焼却残さ(0.1 μg/kg)

(計算)

$$\begin{aligned} I &= (\text{排ガスからの排出量} + \text{飛灰からの排出量} + \text{焼却残さからの排出量}) \div (1 - (\text{分解率} \div 100)) \\ &= ((\text{排ガス量} \times \text{排ガスの定量下限値} \times \text{異性体の数}) + (\text{飛灰量} \times \text{飛灰の定量下限値} \times \text{異性体の数}) + (\text{焼却残さ量} \times \text{焼却残さの定量下限値} \times \text{異性体の数}) \div (1 - (\text{分解率} \div 100)) \\ &= ((67,500 \text{ m}^3 \times 0.001 \mu\text{g/m}^3 \times 6) + (521 \text{ kg} \times 0.1 \mu\text{g/kg} \times 6) + (775.7 \text{ kg} \times 0.1 \mu\text{g/kg} \times 6)) \div (1 - (99.999 \div 100)) \\ &= (405 \mu\text{g} + 312.6 \mu\text{g} + 465.42 \mu\text{g}) \div 0.0001 \\ &= 119\text{g} \end{aligned}$$

以上から、排ガス等のDDT測定結果が定量下限値未満であった場合でも、DDTの分解率99.999%を確認するためには、処理量1トン中にDDT原体の投入量として、119g以上を混合すればよいことになる。すなわち、処理量1トン中のDDT廃農薬濃度としては、119ng/kgとなる。

よって、総量1トンを対象として処理する場合のDDT廃農薬の必要処理量は、DDT廃農薬中のDDT原体含有率が2%である場合には、5,950g(119g x 100/2)となる。

9. POPs 廃農薬の分析方法

1. 測定対象物質 (22 物質)

(1) DDT 類

2,4'-DDT、4,4'-DDT、2,4'-DDE、4,4'-DDE、2,4'-DDD、4,4'-DDD

(2) アルドリン

(3) ディルドリン

(4) エンドリン

(5) クロルデン類

trans-クロルデン、cis-クロルデン、trans-ノナクロル、cis-ノナクロル、オキシクロルデン

(6) ヘプタクロル及びヘプタクロルエポキシサイド

ヘプタクロル、ヘプタクロルエポキシサイドA、ヘプタクロルエポキシサイドB

(7) BHC 類

α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC

2. 定量下限

定量下限は排水試料で $0.002 \mu\text{g/L}$ 、残さ及び廃棄物試料で $0.1 \mu\text{g/kg}$ 、排ガス試料で $0.001 \mu\text{g/m}^3$ である。

3. 分析法概要

排水試料はヘキサンで抽出後、脱水、濃縮する。残さ及び廃棄物試料はアセトン及びトルエンによるソックスレー抽出後、脱水、濃縮する。排ガス試料は吸収液については水試料に準じ、XAD樹脂については残さ及び廃棄物試料に準じ、合わせて濃縮液とする。濃縮液をシリカゲルカラム及びフッ化カルブレンカラムクロマトグラフィーで分画した後、高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計で測定する。

4. 試薬 (測定対象物質の分析に妨害を生じないものに限る)

(1) ヘキサン

(2) 塩化ナトリウム

(3) アセトン

(4) トルエン

(5) ジエチルエーテル

(6) 硫酸ナトリウム (無水)

(7) シリカゲル

カラムクロマト用シリカゲルを層の厚さが 10mm 以下になるようにビーカーに入れ、 130°C で約 18 時間乾燥させた後、デシケーター内で放冷したもの

(8) フロリジル

カラムクロマト用フロリジルを層の厚さが10mm以下になるようにビーカーに入れ、200℃で約18時間乾燥させた後、デシケーター内で放冷したもの

(9) ペルフルオロケロセン

質量分析用高沸点成分であるもの

(10) 農薬標準物質

2,4'-DDT、4,4'-DDT、2,4'-DDE、4,4'-DDE、2,4'-DDD、4,4'-DDD、アルドリン、ディルドリン、エンドリン、trans-クロルデン、cis-クロルデン、trans-ノナクロル、cis-ノナクロル、オキシクロルデン、ヘプタクロル、ヘプタクロルエポキシサイドA、ヘプタクロルエポキシサイドB、 α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC

(11) 内標準物質

クリーンアップスパイクは農薬標準物質の ^{13}C ラベル化物

シリンジスパイクは $^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl (IUPAC No. 153)

(12) 農薬標準溶液

農薬標準物質及び農薬内標準物質をアセトンに溶かしたもので、下記例のように農薬内標準物質の濃度が一定であり、農薬標準物質の濃度が5段階となるよう設定したものの

(農薬標準溶液の例)

ア. 農薬標準物質

各農薬標準物質 0.001 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 以上 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 以下とする

イ. クリーンアップスパイク

各農薬標準物質の ^{13}C ラベル化物 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 程度とする

ウ. シリンジスパイク

$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl (IUPAC No. 153) は、1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 程度とする

5. 器具及び装置（試薬とともに空試験を行い、測定対象物質の分析に影響を及ぼす妨害を含まないことが確認されたものに限る。）

ア 試験管

容量が1 mL及び10 mLのもの

イ ナス型フラスコ

容量が300 mLのもの

ウ 分液漏斗

容量が2 L及び300 mLのもの

エ 漏斗

オ メスフラスコ

カ ソックスレー抽出装置

キ カラムクロマトグラフ用ガラス管（以下「クロマト管」という。）

内径10 mm及び長さ300 mmのクロマト管のコック付きガラス管

ク マイクロピペット又はホールピペット

ケ 駒込ピペット

コ 濃縮器

クデルナダニッシュ濃縮器又はロータリーエバポレーター

サ 高分離能ガスクロマトグラフ

(ア) 試料導入部

スプリットレス方式で温度を 250℃以上 280℃以下にできるもの又はオンカラム方式で温度を 150℃以上 300℃以下にできるもので、インサートは不活性化したものを用いる

(イ) カラム

長さ 25m及び内径 0.32mmのキャピラリーカラムで、100%ジメチルポリシロキサンを被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの

(ウ) キャリヤーガス

純度 99.999%以上のヘリウム

(エ) カラム温度

60℃以上 300℃以下の間で温度を一定に保つことができ、1分間に 20℃以上の昇温ができるもので、対象物質の最適分離条件に設定できるもの

(例えば、60℃(1 min)→5℃/min→220℃→10℃/min→270℃)

シ 高分解能質量分析計

次の条件を満たしているもの

(ア) 二重収束型で、10,000以上の分解能で測定できるものであって、ペルフルオロケロセンを用いたロックマス方式による選択イオン検出法(以下「SIM法」という。)で測定できるもの

(イ) イオン源温度を 250℃以上に保つことができ、衝撃イオン化方式が可能で、SIM法における繰り返し時間を1ピークについて7点以上に設定できるもの

(ウ) デイルドリンの標準溶液を高分離能ガスクロマトグラフに注入し、1 pgのデイルドリンを検出できるもの

6. 測定手順

(1) 試料

水試料の場合は試料をそのまま秤量する。残さ及び廃棄物試料の場合はステンレス製の2 mmの目のふるいを通過させたものとする。

(2) 抽出

[水試料]

水試料のサンプリングはJIS K0312(2008)に準じて行う。試料水1 Lを2 L分液漏斗に入れ、塩化ナトリウム 30g及びクリーンアップスパイクとして内標準物質を一定量添加する。添加量は、通常、100ng(1 µg/mLを100 µL)とする。ヘキサン 100mLを加え10分間振とうする。この抽出を計2回行い、ヘキサン層を合わせ、無水硫酸ナトリウムで脱水後、濃縮器で約5 mLまで濃縮する。別に操作ブランク試験用も同様に操作して抽出する。

[残さ及び廃棄物試料]

残さ及び廃棄物試料のサンプリングはダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル(2008)もしくはダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル(2008)に準じて行う。試料約 10g を円筒濾紙に秤量し、ソックスレー抽出管に入れ、クリーンアップスパイクとして内標準物質を一定量添加する。添加量は、通常、100ng (1 μ g/ mL を 100 μ L) とする。150mL のアセトンで約 3 時間、トルエンで約 18 時間ソックスレー抽出を行う。アセトン抽出液をトルエン抽出液とあわせて約 5 mL まで濃縮し、これにヘキサンを約 50mL 加えて、再度約 5 mL まで濃縮し、さらにもう 1 度同じ作業を繰り返し、ヘキサンに転溶する。無水硫酸ナトリウムで脱水後、濃縮器で約 5 mL まで濃縮する。別に操作ブランク試験用も同様に操作して抽出する。

[排ガス試料]

排ガス試料のサンプリングは JIS K0311(2008)に準じて行う。採取した試料は、吸収液等液体については水試料に準じ、XAD 樹脂等固体については残さ及び廃棄物試料に準じて取り扱う。液体試料及び固体試料のそれぞれにクリーンアップスパイクとして内標準物質を一定量添加する。添加量は、通常、液体試料及び固体試料の各々に 50ng (1 μ g/ mL を 50 μ L) とする。

(3) 前処理

ア. シリカゲルカラムクリーンアップ

クロマト管の底部に石英ガラスウールを詰め、無水硫酸ナトリウム 1 g、シリカゲル 10g、無水硫酸ナトリウム 1 g をヘキサンで湿式充填する。クロマト管をヘキサンで洗浄した後、300mL のナス型フラスコをセットし、(1) の操作で得られた濃縮液をクロマト管に移し入れ、クロマト管の液面を無水硫酸ナトリウム層の上端まで下げてから、少量のヘキサンで数回濃縮容器及びカラム壁面を洗う。ヘキサン 60mL を流下させて溶出液を得る(画分 1)。ナス型フラスコを取替え、さらに 25%ジエチルエーテル含有ヘキサン 60mL を流下させて溶出液を得る(画分 2)。それぞれの溶出液を濃縮器で約 5 mL まで濃縮し、ヘキサンを加えて濃縮を繰り返してジエチルエーテルを除く。画分 1 はさらにヘキサンを用いて試験管に移し、シリンジスパイクを加えてから窒素気流により 1 mL まで濃縮する。この操作により、アルドリンは画分 1 に、残りは画分 2 に分配される。画分 2 は次項(2)イのフロリジルカラムクリーンアップを行う。

なお、これらの分配については、用いるシリカゲルの製品やロットによって分離条件が異なる場合があることに留意し、標準溶液を用いてあらかじめ確認試験を行っておくこと。

イ. フロリジルカラムクリーンアップ

クロマト管の底部に石英ガラスウールを詰め、無水硫酸ナトリウム 1 g、フロリジル 10g、無水硫酸ナトリウム 1 g を 5%ジエチルエーテル含有ヘキサンで湿式充填する。同溶液でカラムを洗浄した後、300mL のナス型フラスコをセットし、(3)アの操作で得られた画分 2 の濃縮液をクロマト管に移し入れ、クロマト管の液面を無水硫酸ナトリウム層の上端まで下げてから、少量の溶液で数回濃縮容器及びカラム壁面を洗う。5%ジエチルエーテル含有ヘキサン 100mL を流下させて溶出液を得る(画分 3)。ナス型フラスコを取り替え、さらに 20%ジエチルエーテル含有ヘキサン 100mL を流下させて溶出液を得る(画分 4)。画分 3, 4 をそれぞれ濃縮器で約 5 mL まで濃縮し、さらにヘキサンを用いて試験管に移し、シリンジスパイクを 100ng (1 μ g/ mL を 100 μ L) 加えてから窒素気流により 1 mL まで濃縮する。この操作により、ディルド

リンとエンドリンは画分4に、残りのクロルデン類、ヘプタクロル、ヘプタクロルエポキシイド、DDT類は画分3に分配される。

なお、これらの分配については、用いるフロリジルの製品やロットによって分離条件が異なる場合があることに留意し、標準溶液を用いてあらかじめ確認試験を行っておくこと。

(4) 同定及び定量

ア. 相対感度係数の算出

(ア) 農薬標準溶液を1濃度に対して3回高分離能ガスクロマトグラフ/高分解能質量分析計に注入し、選択イオン検出法(SIM)で測定を行う。測定イオンを表1に示す。

(イ) 得られたクロマトグラムから、各標準物質の対応する二つの質量数のイオンのピーク面積の強度比を求め、塩素原子の同位体存在比から推定されるイオン強度比とほぼ一致することを確認する。

(ウ) 各標準物質及び内標準物質のピーク面積を求め、各標準物質の対応するクリーンアップスパイクに対するピーク面積の比と注入した標準溶液中の標準物質と内標準物質の濃度の比を用いて検量線を作成し、相対感度(RRF)を算出する。RRFは次に掲げる式によって各濃度ごとに求めたものを平均する。

$$RRF = (Q_s / Q) \times (A_s / A)$$

この式においてRRF、 Q_s 、 Q 、 A_s 及び A はそれぞれ次の数値を示すものとする。

RRF : 測定対象物質のクリーンアップスパイク内標準物質との相対感度

Q_s : 農薬標準溶液中のクリーンアップスパイク内標準物質の量(pg)

Q : 農薬標準溶液中の測定対象物質の量(pg)

A_s : 農薬標準溶液中の測定対象物質のピーク面積

A : 農薬標準溶液中のクリーンアップスパイク内標準物質のピーク面積

表1 測定イオン

物質名	対象物質		クリーンアップ スパイクの定量イオン	シリンジ スパイクの 定量イオン
	定量イオン	確認イオン		
$\alpha, \beta, \gamma, \delta$ -BHC	218.9116	216.9145	224.9317 ($^{13}\text{C}_6$)	—
2,4'-, 4,4'-DDT	235.0081	237.0058	247.0484 ($^{13}\text{C}_{12}$)	—
2,4'-, 4,4'-DDD	235.0081	237.0058	247.0484 ($^{13}\text{C}_{12}$)	—
2,4'-, 4,4'-DDE	246.0003	247.9974	258.0406 ($^{13}\text{C}_{12}$)	—
ヘプタクロル	271.8102	273.8072	276.8269 ($^{13}\text{C}_{10}$)	—
ヘプタクロルエポキシサイド A, B	352.8442	354.8413	362.8778 ($^{13}\text{C}_{10}$)	—
trans-, cis-クロルデン	372.8260	374.8230	382.8595 ($^{13}\text{C}_{10}$)	—
trans-, cis-ノナクロル	406.7870	408.7840	416.8205 ($^{13}\text{C}_{10}$)	—
ディルドリン	262.8570	264.8540	269.8804 ($^{13}\text{C}_{12}$)	—
エンドリン	262.8570	264.8540	269.8804 ($^{13}\text{C}_{12}$)	—
オキシクロルデン	386.8052	388.8023	396.8388 ($^{13}\text{C}_{10}$)	—
アルドリン	262.8570	264.8540	269.8804 ($^{13}\text{C}_{10}$)	—
ロックマス	268.9824	—	—	—

イ. 試料の測定

6(3)で得られた測定用試料について選択イオン検出法で測定を行う。検出したピークについて、モニターした二つ以上のイオンにおけるクロマトグラム上のピーク面積の比が標準物質のものとほぼ同じであり、塩素原子の同位体存在比から推定されるイオン強度比に対して±15%以内であることを確認する。

ウ. 濃度の算出

抽出液全量中の同定された各対象物質は、それに対応するクリーンアップスパイク内標準物質の添加量を基準にして内標準法で次式によって求める。

$$Q = (A/A_{\text{csi}}) \times (Q_{\text{si}}/RR)$$

この式において Q 、 Q_{si} 、 A 及び A_{csi} はそれぞれ次の数値を示すものとする。

Q : 抽出液全量中の各測定対象物質の量(ng)

A : クロマト上の各測定対象物質のピーク面積

A_{csi} : 対応するクリーンアップスパイク内標準物質のピーク面積

Q_{si} : 対応するクリーンアップスパイク内標準物質の添加量(ng)

RR : 対応するクリーンアップスパイク内標準物質との相対感度

さらに各試料の分析量を基に以下の式で試料の濃度を求める。

[水試料]

$$C = \frac{(Q - Q_0)}{V \times 1000}$$

この式において C 、 Q 、 Q_0 及び V はそれぞれ次の数値を示すものとする。

C : 分析対象物質の濃度 ($\mu\text{g/l}$)

Q : 抽出液全量中の各測定対象物質の量 (ng)

Q_0 : 操作ブランク試験用試料液中の各測定対象物質の量 (ng)

V : 試料採取量 (l)

[残さ及び廃棄物試料]

$$C = \frac{(Q - Q_0)}{W}$$

この式において C 、 Q 、 Q_0 及び W はそれぞれ次の数値を示すものとする。

C : 分析対象物質の濃度 ($\mu\text{g/kg}$)

Q : 抽出液全量中の各測定対象物質の量 (ng)

Q_0 : 操作ブランク試験用試料液中の各測定対象物質の量 (ng)

W : 試料採取量 (乾燥重量: g)

[排ガス試料]

$$C = \frac{(Q - Q_0)}{V_{\text{sd}}}$$

この式において C 、 Q 、 Q_0 及び V_{sd} はそれぞれ次の数値を示すものとする。

C : 分析対象物質の濃度 (0°C , 101.32kPa) (ng/m^3)

Q : 抽出液全量中の各測定対象物質の量 (ng)

Q_0 : 操作ブランク試験用試料液中の各測定対象物質の量 (ng)

V_{sd} : 0°C , 101.32kPa における試料排ガスの採取量 (m^3)

なお、酸素の濃度による補正等は JIS K 0311(2008) に準じて行う。

備考 1

使用するガラス器具等は、使用直前にアセトン及びヘキサンで数回洗浄しておくこと。

備考 2

円筒濾紙等は、使用前に予めアセトンで 3 時間、トルエンで 18 時間ソックスレー抽出を、洗浄しておくこと。

備考 3

揮散しやすい項目があるので、濃縮はゆっくり行い、乾固させないようにすること。

測定条件の例を以下に示す。

[H R G C]

注入口温度	270℃
注入方法	スプリットレス
試料注入量	1.0 μ L
恒温槽温度	60℃(1 min) $\rightarrow$ 5℃/ min $\rightarrow$ 220℃ $\rightarrow$ 10℃/ min $\rightarrow$ 270℃
分離カラム	100% δ -メチルシリシキンを被覆したキャピラリーカラム 例：ULTRA 1 (J&W社製) 25m $\times$ 0.32mm $\times$ 0.17 μ m
キャリアガス	He 1.8mL/min

[H R M S]

測定方法	選択イオン検出法 (S I M)
インターフェース温度	270℃
イオン源温度	270℃
イオン化電流	600 μ A
分解能 (M Δ M)	10000 以上 (10% Valley)
加速電圧	10kV
電子加速電圧	38eV
質量数補正	ロックマス方式 (P F K使用)

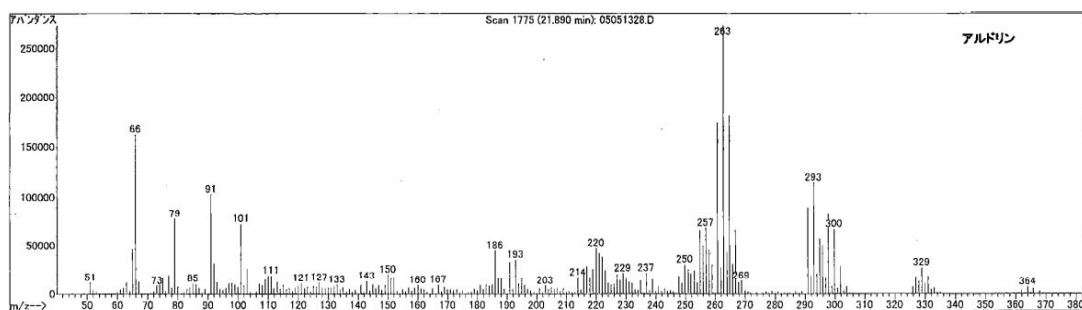
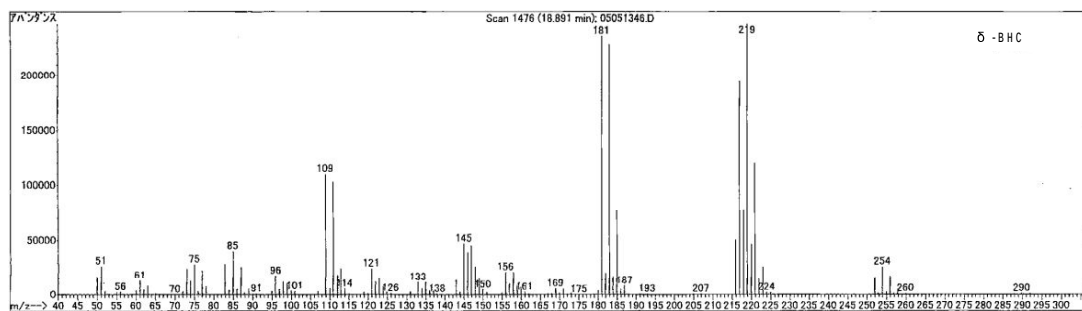
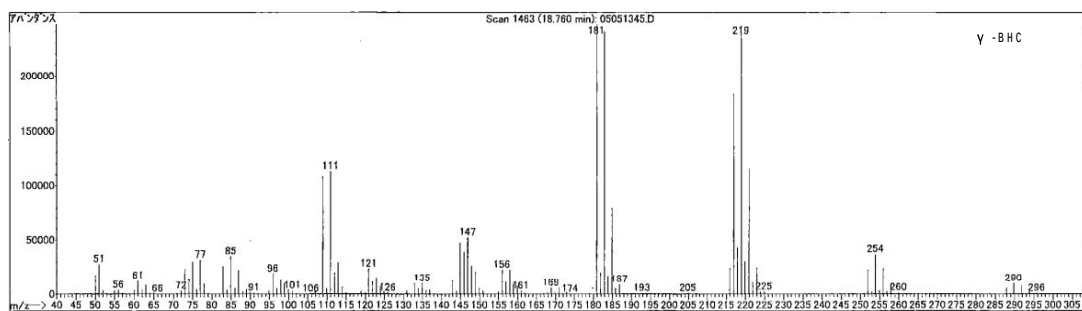
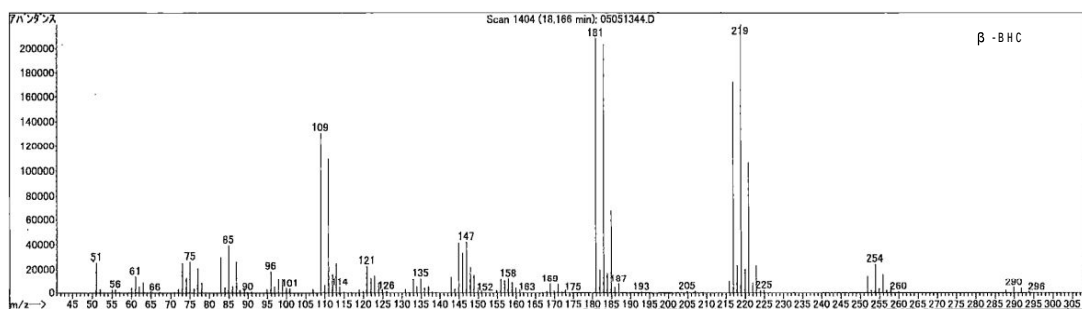
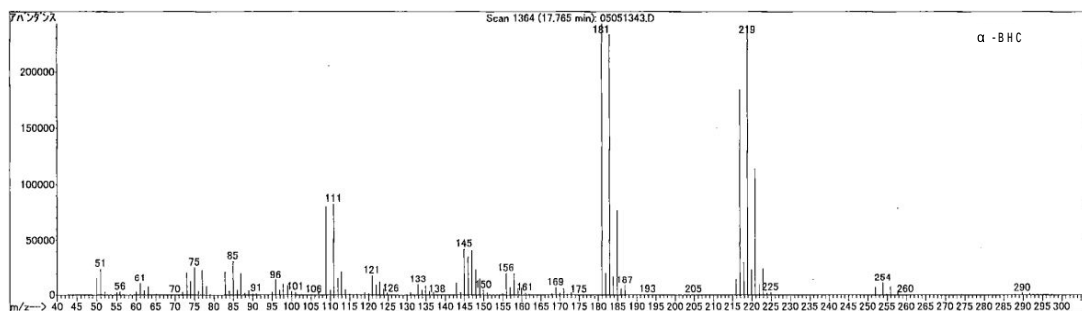
参考文献

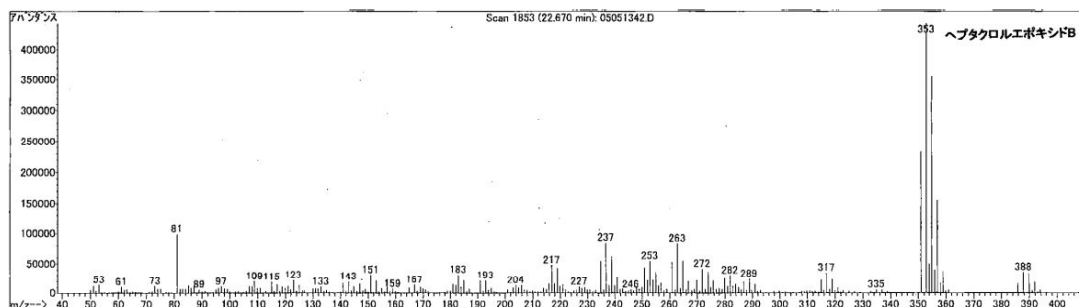
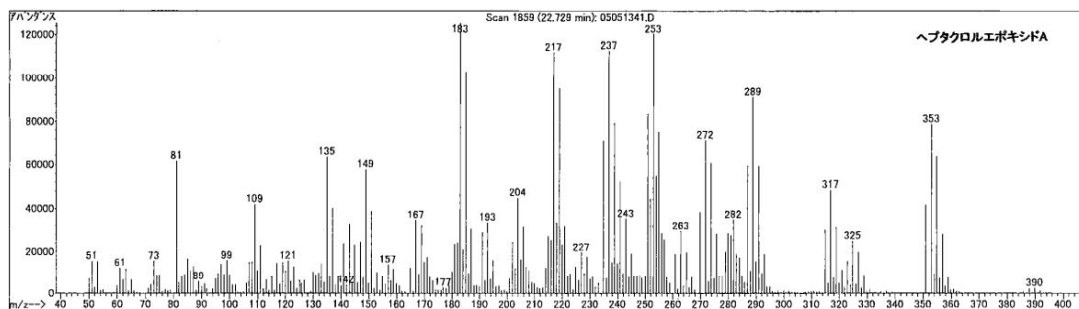
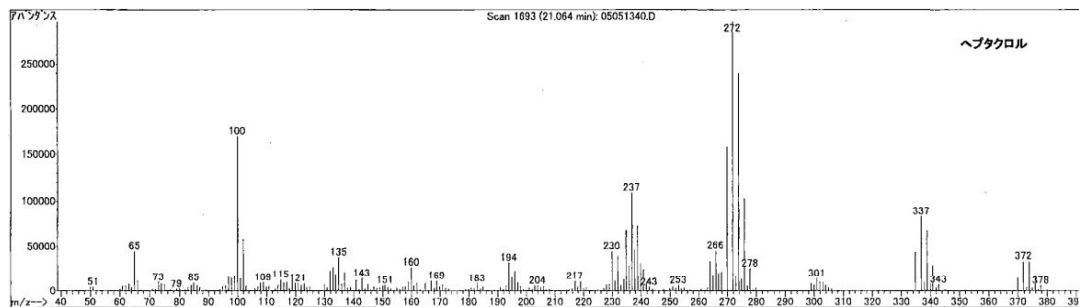
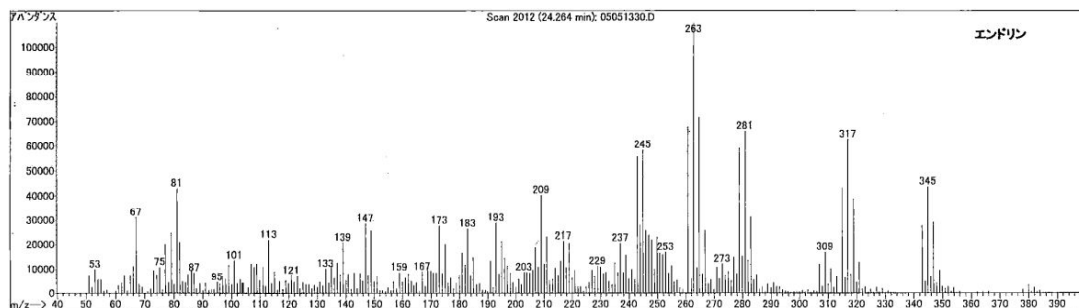
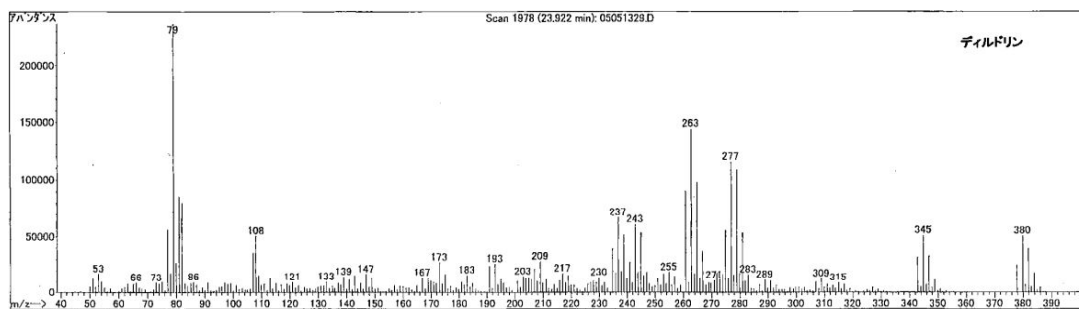
- 1) 環境省総合環境政策局環境保健部（2003）：水底質中の PCBs モニタリング調査マニュアル（改訂案）、POP s モニタリング検討会資料（2003年度第1回）
- 2) 環境庁保健調査室（1991）：水質、底質モニタリング調査マニュアル
- 3) 環境庁水質保全局水質管理課（1998）：外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル
- 4) 環境庁水質保全局（2000）：農薬等の環境残留実態調査分析法
- 5) JIS K 0312(2008)：工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法
- 6) 環境省水・大気環境局水環境課（2008）：ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル
- 7) 環境省水・大気環境局土壌環境課（2008）：ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル
- 8) JIS K 0311(2008)：排ガス中のダイオキシン類の測定方法

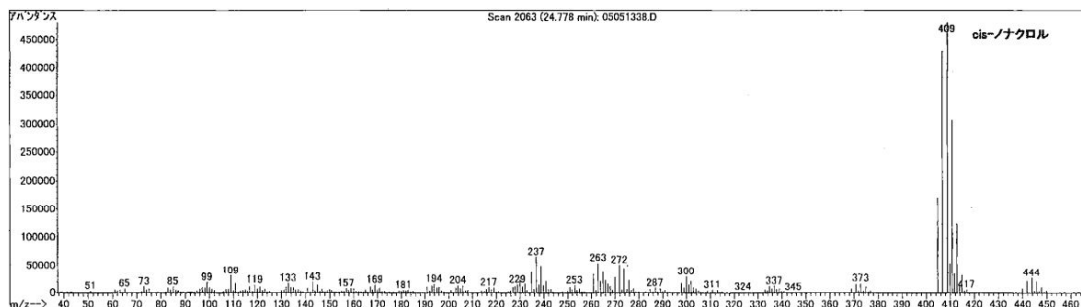
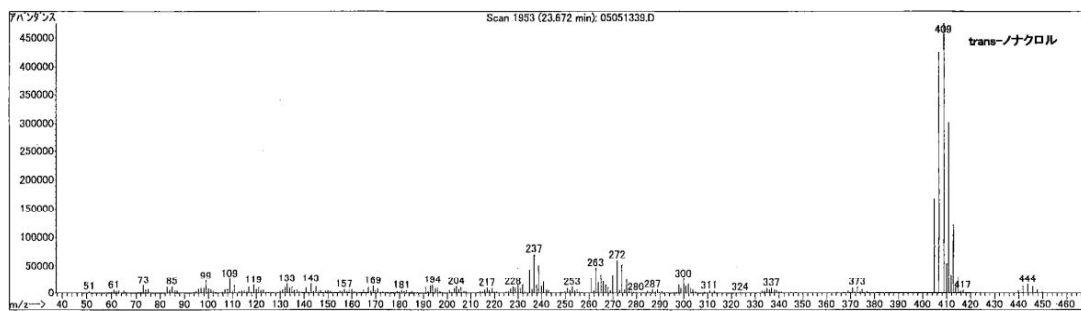
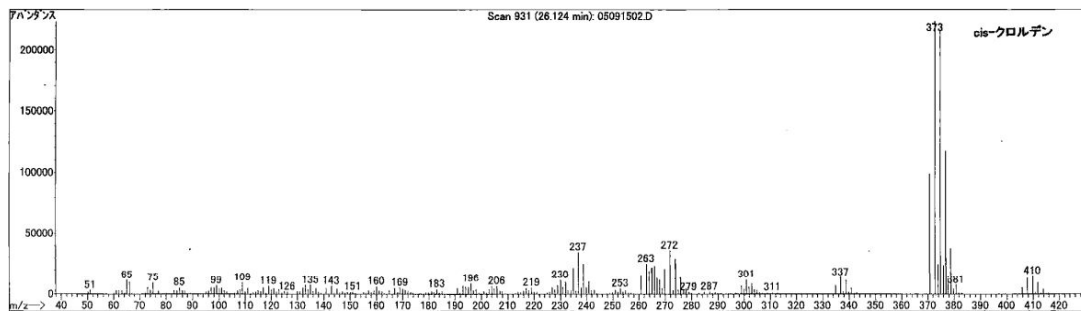
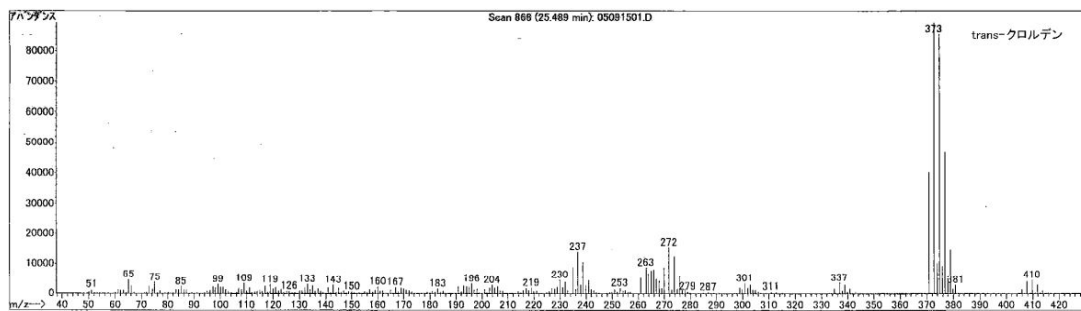
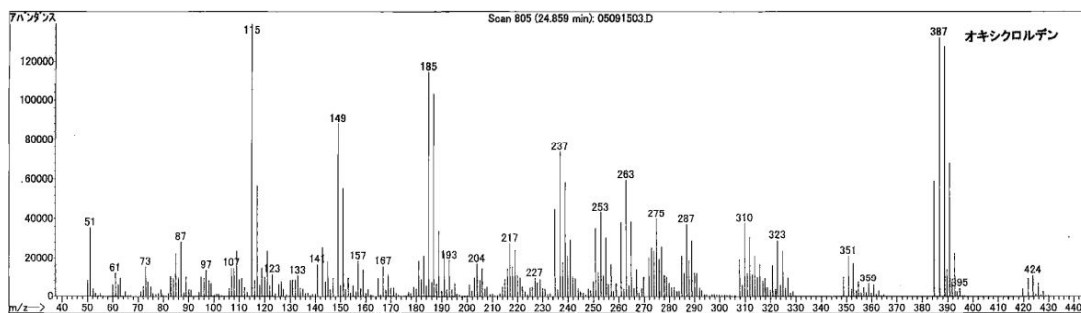
参考資料

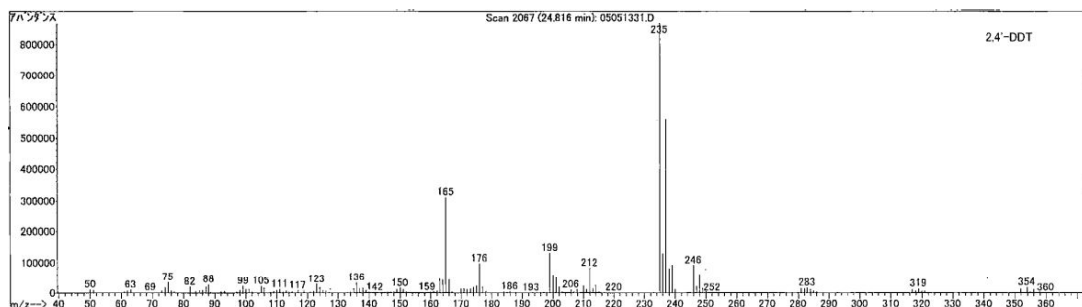
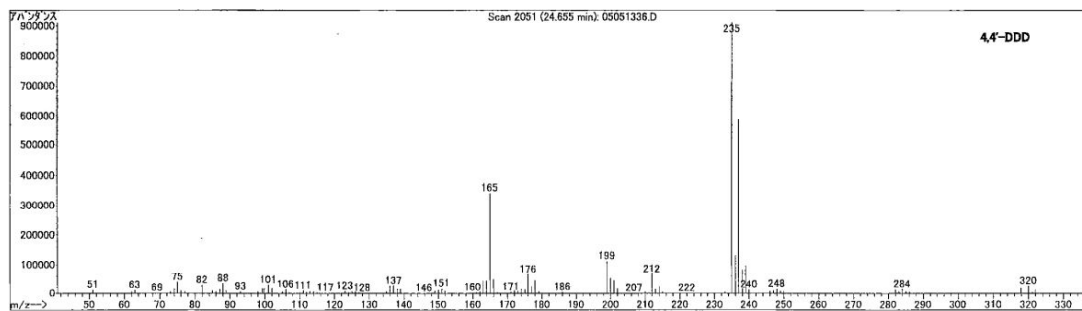
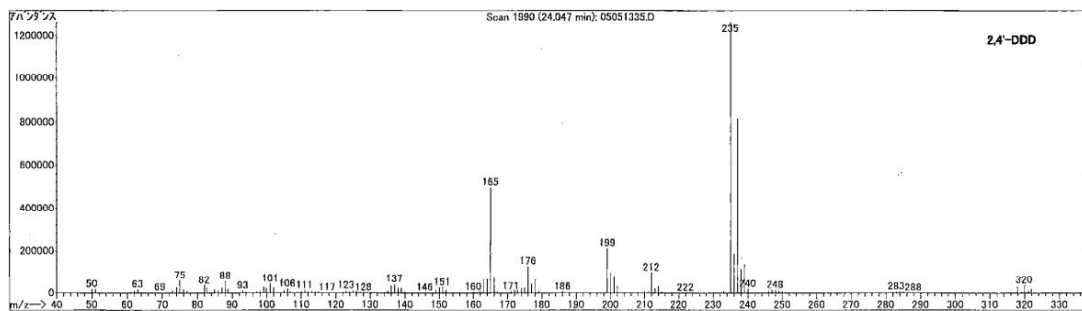
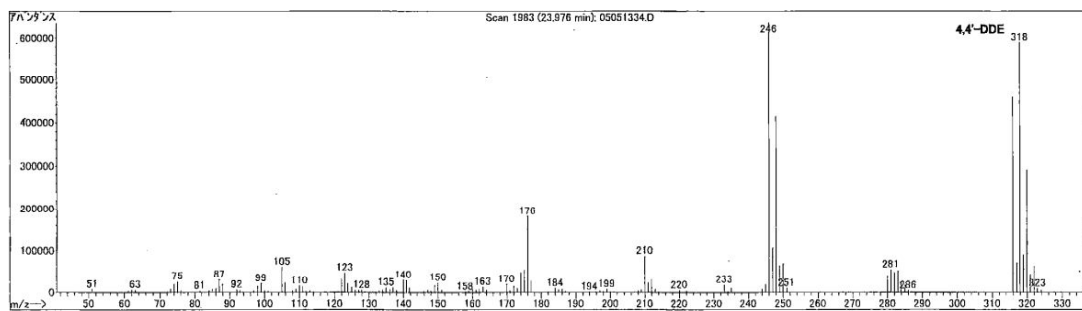
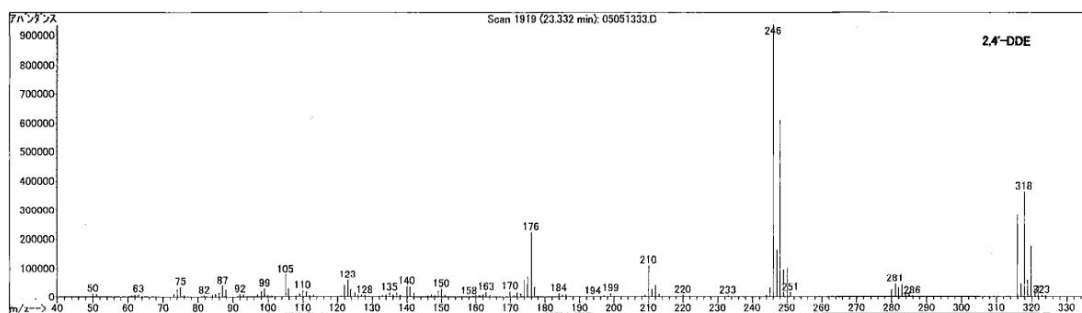
1. 標準物質のマススペクトル (Native)
2. 標準物質のマススペクトル (^{13}C 標識体)
3. GC/HRMSによる混合標準物質測定クロマトグラム

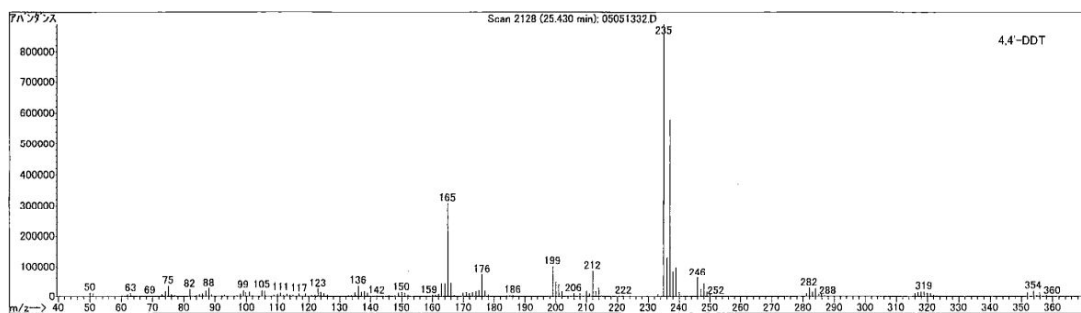
1. 標準物質のマススペクトル (Native)



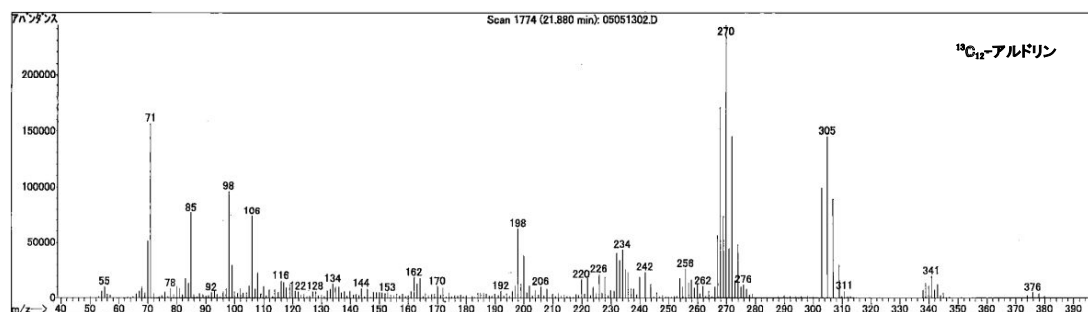
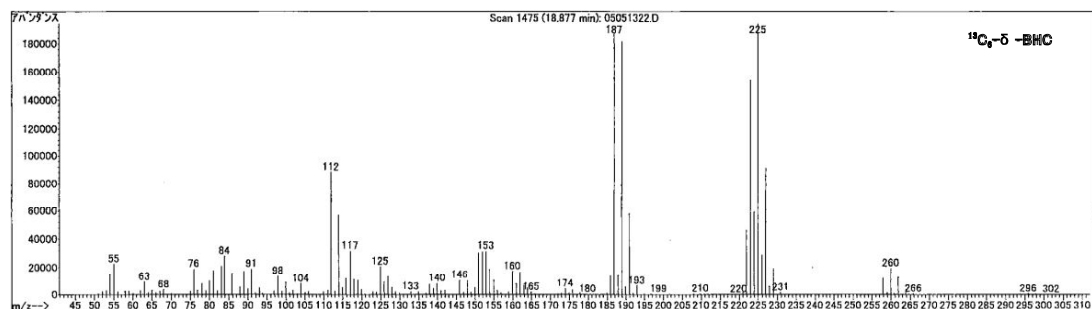
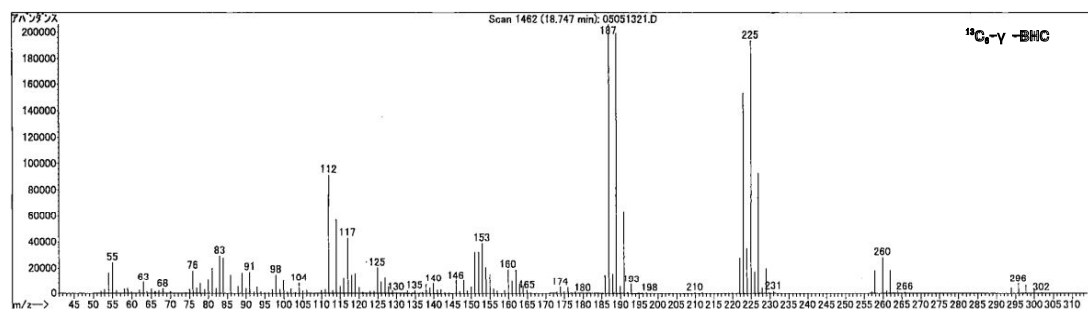
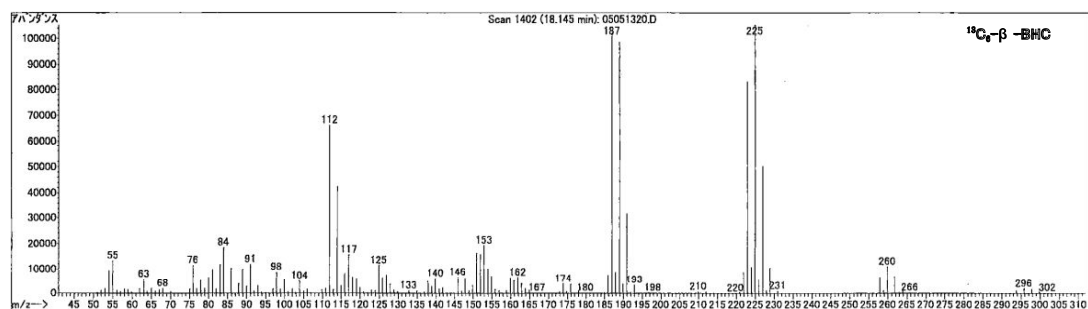
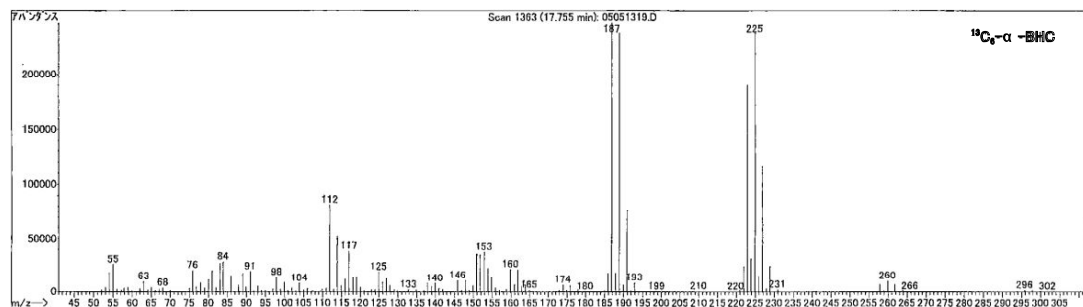


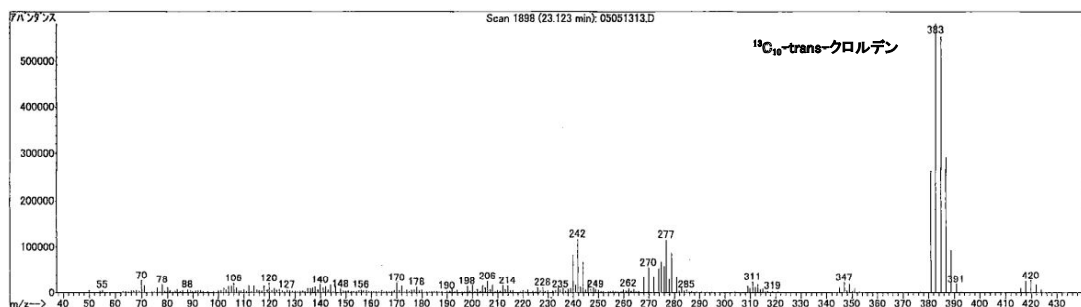
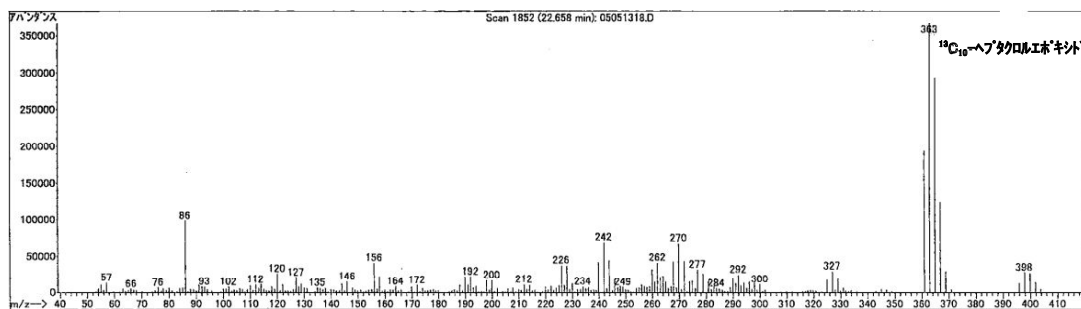
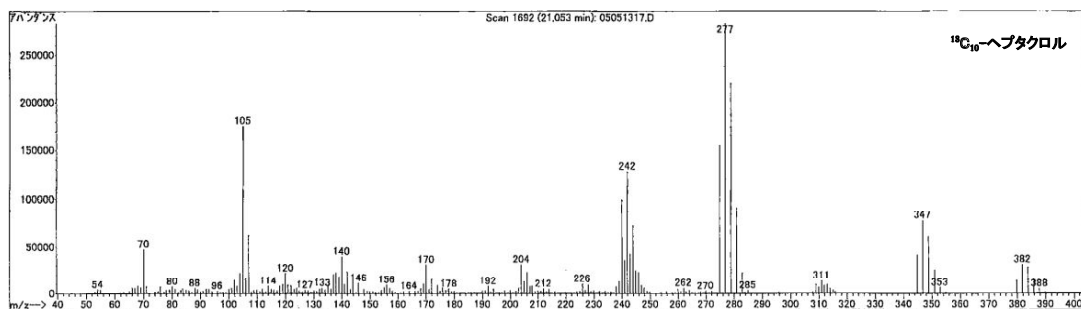
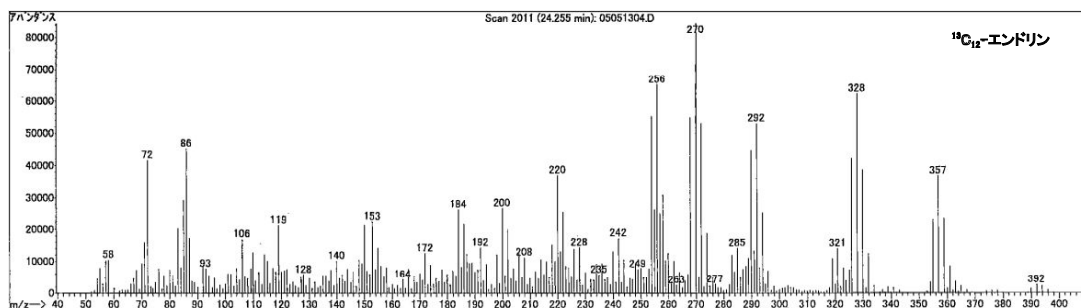
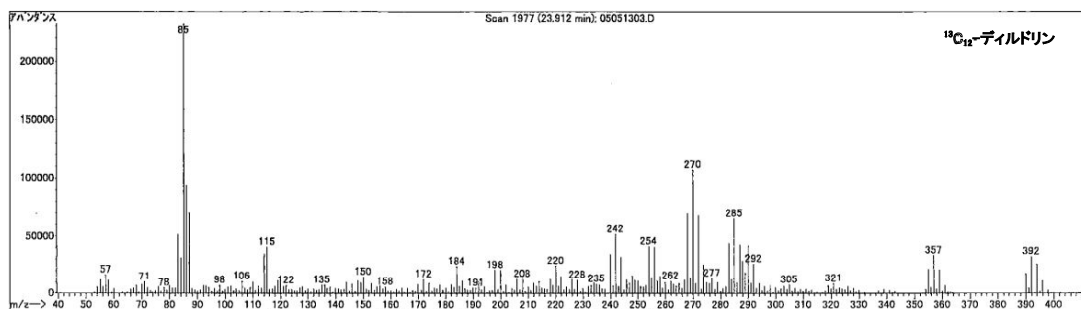


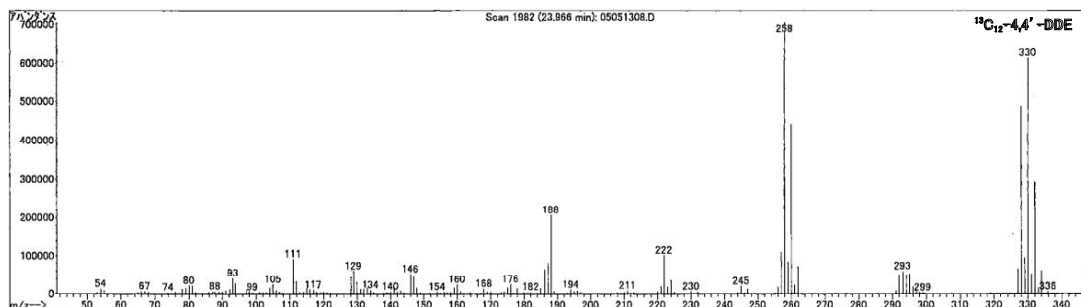
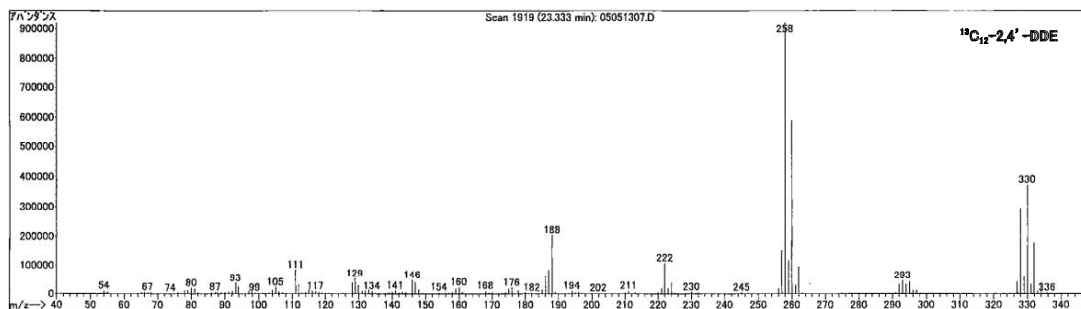
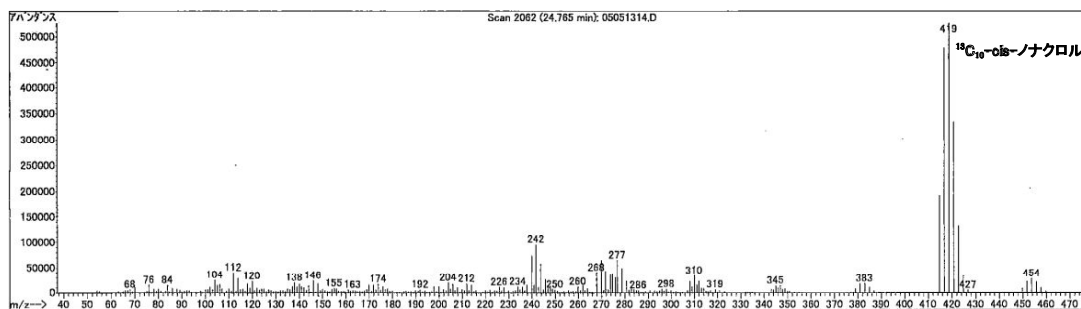
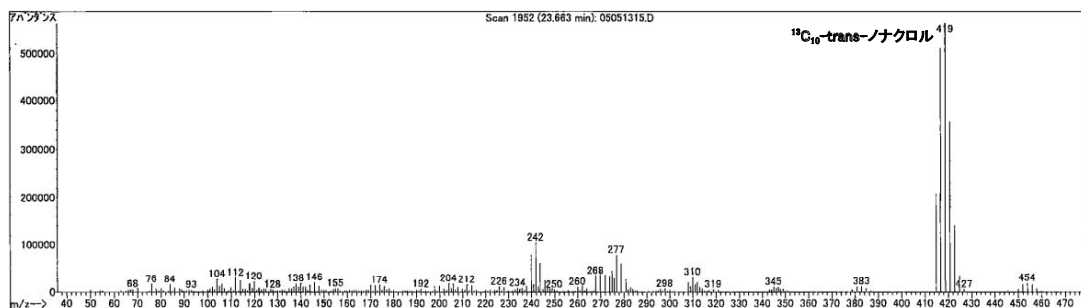
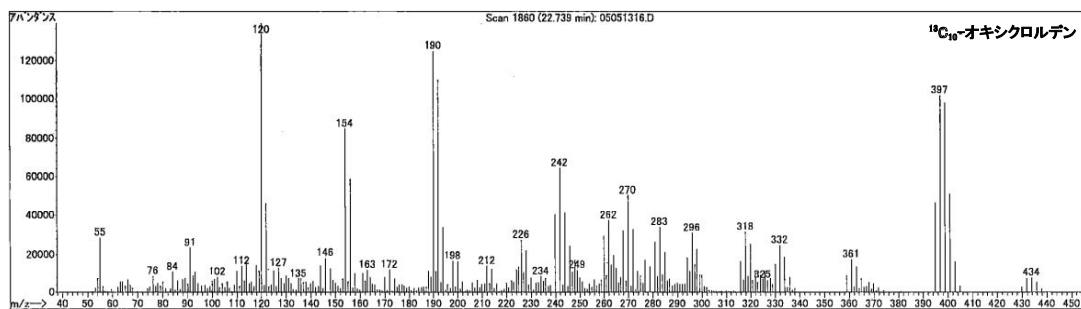


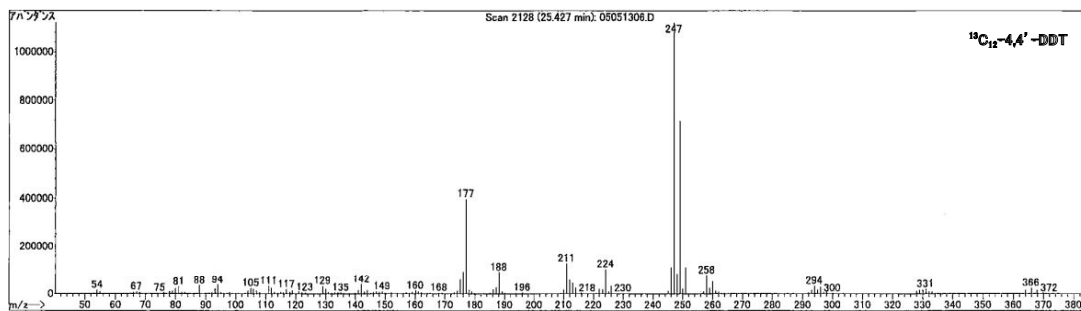
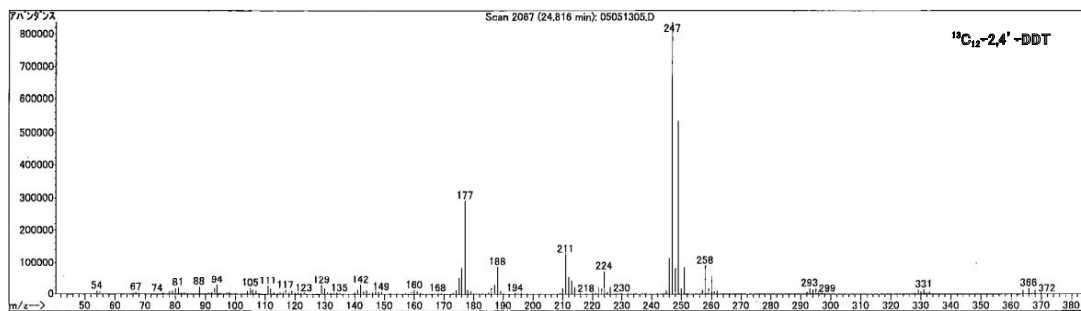
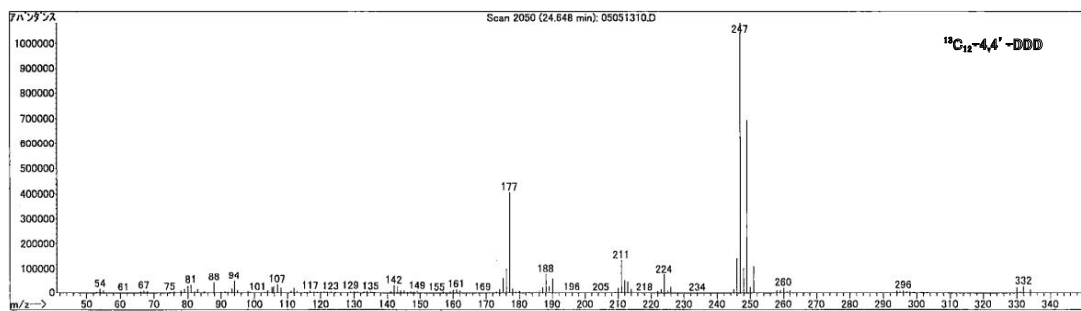
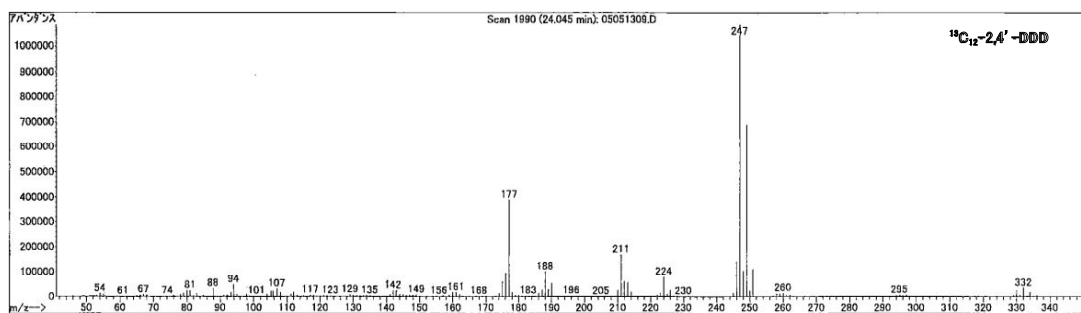


2. 標準物質のマススペクトル (^{13}C 標識体)

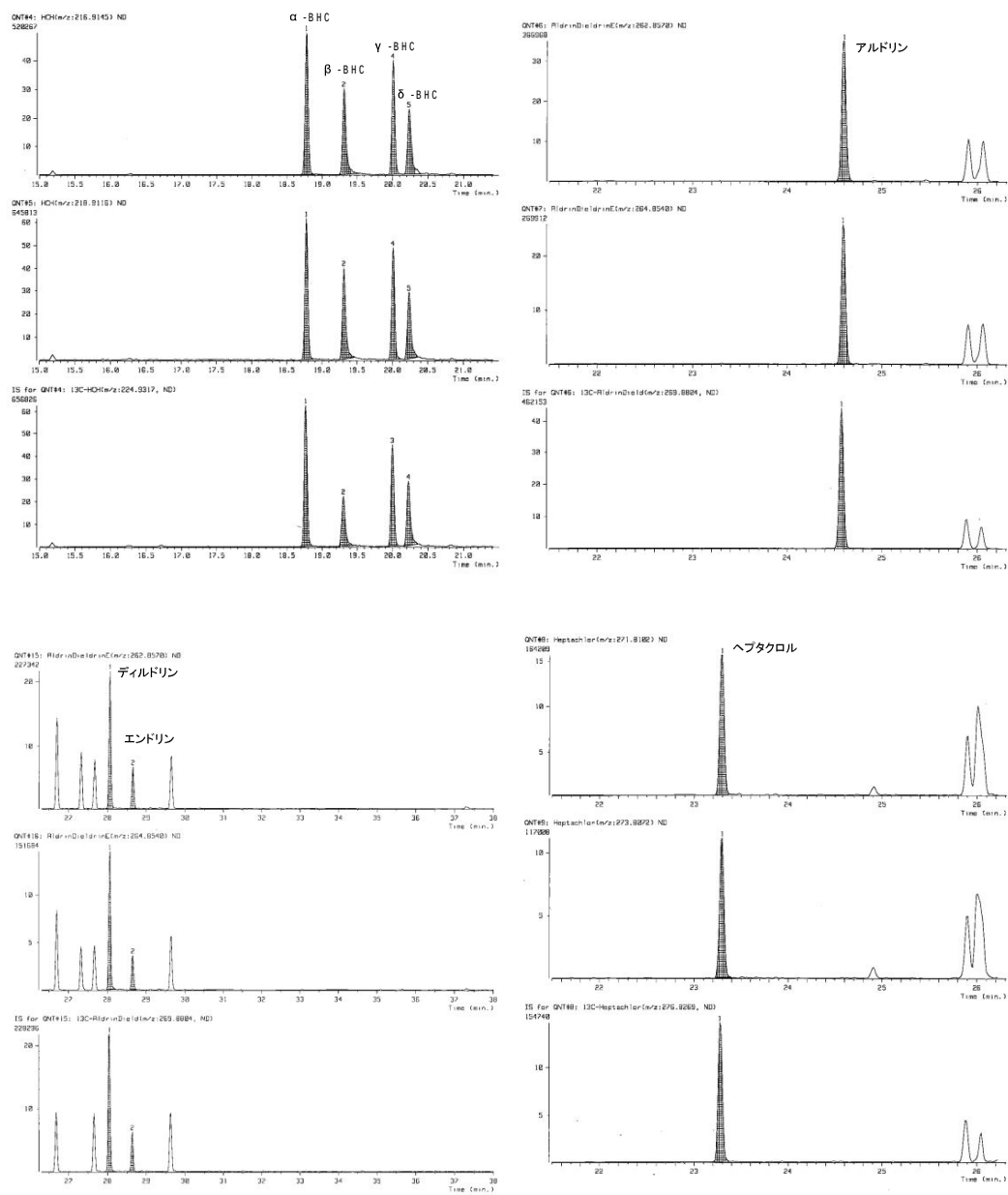




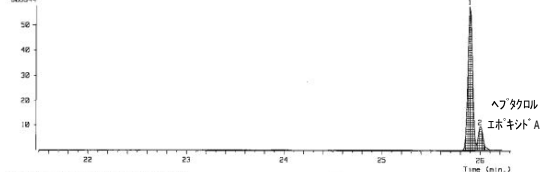




3. GC/HRMSによる混合標準物質測定クロマトグラム



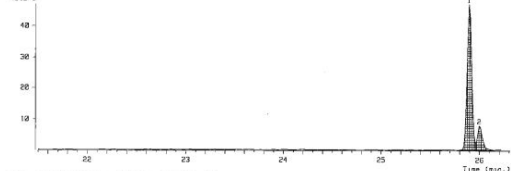
QNT#112: HeptachlorEpox (m/z:352.0442) ND
580564



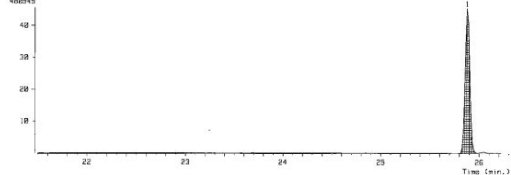
ヘブタクロルエポキシド B

ヘブタクロル
エポキシド A

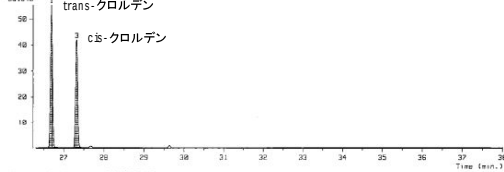
QNT#111: HeptachlorEpox (m/z:354.0413) ND
491273



15 For QNT#110: 13C-HeptachlorE (m/z:352.0778) ND
488349

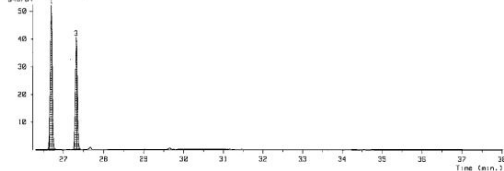


QNT#117: Chlordane (m/z:372.0508) ND
581046

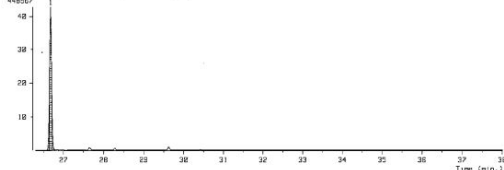


trans-クロルデン
cis-クロルデン

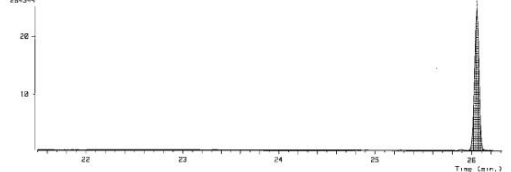
QNT#118: Chlordane (m/z:374.0528) ND
545754



15 For QNT#117: 13C-Chlordane (m/z:382.0535) ND
448507

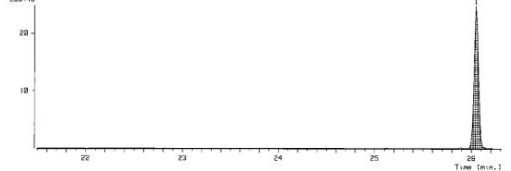


QNT#121: Deychlordan (m/z:386.0802) ND
254344

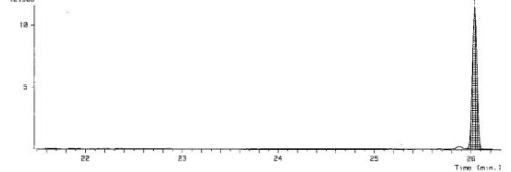


オキシクロルデン

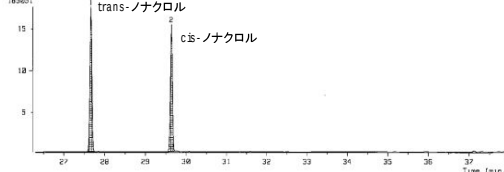
QNT#113: Deychlordan (m/z:388.0823) ND
259443



15 For QNT#112: 13C-Deychlordan (m/z:386.0388) ND
121380

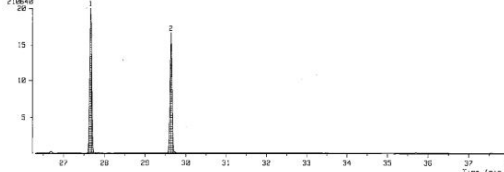


QNT#123: Nonachlor (m/z:406.0789) ND
85851

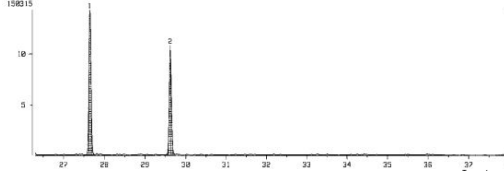


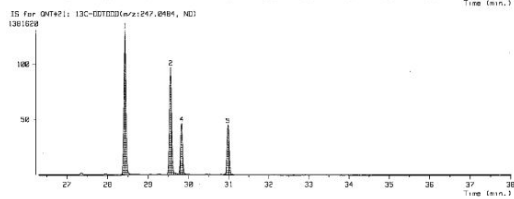
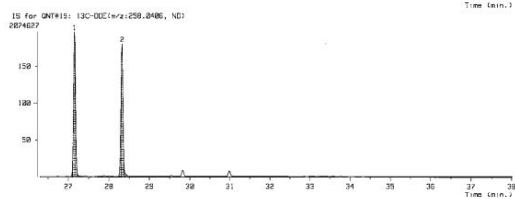
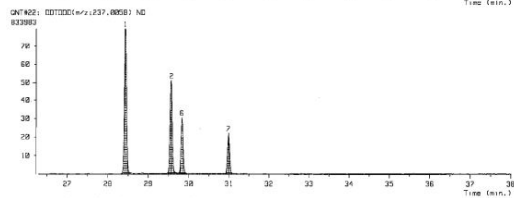
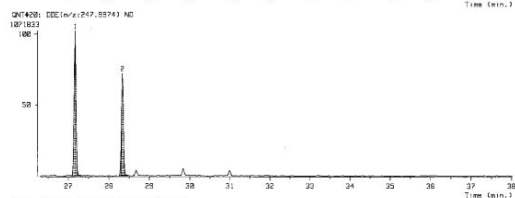
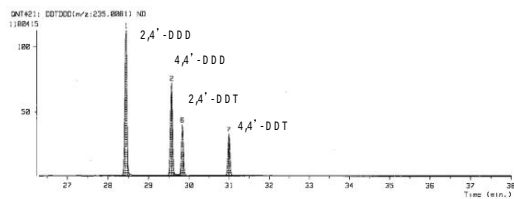
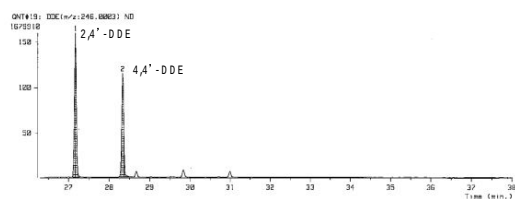
trans-ノナクロル
cis-ノナクロル

QNT#124: Nonachlor (m/z:408.0842) ND
218648



15 For QNT#123: 13C-Nonachlor (m/z:416.0205) ND
158215





10. POPs 農薬及びその混合製剤に使用されている他の成分の接触・混合反応性

区分	物質名	接触・混合反応性等
POPs 農薬	アルドリン	酸及び酸化剤と反応する 水の存在下で多くの金属を侵す
	ディルドリン	酸及び酸化剤と反応する 保管中に塩化水素の発生により金属を徐々に侵す
	エンドリン	強酸と反応する パラチオンとの混合物は、石油溶媒中で発熱し、爆発の原因となる
	クロルデン	強酸化剤及び塩基との接触を避ける 鉄、亜鉛、プラスチック、ゴム、コーティングを腐食する
	ヘプタクロル	強酸化剤、金属との接触を避ける
	DDT	強塩基、鉄、アルミニウム及びその塩との接触を避ける
	BHC	アルカリ類と接触すると分解する 塩基、鉄、アルミニウム、亜鉛との接触を避ける
混合製剤 中に含まれる成分	酢酸フェニル水銀	強酸化剤との接触を避ける
	メタンアルソン酸鉄	還元剤、強塩基との接触を避ける
	チウラム	強酸化剤、酸、酸化性物質との接触を避ける
	馬拉ソン	強酸化剤と激しく反応する 鉄及び一部の金属、プラスチック及びゴムを腐食する
	EPN	酸化剤との接触を避ける
	ジクロルボス (DDVP)	金属、プラスチック、ゴムを腐食する
	パラチオン	強酸化剤との接触を避ける 一部のプラスチック、ゴム、コーティングを腐食する
	メチルパラチオン	塩基存在下で急速に分解、酸存在下では分解は進むが遅い

出典：ICSC : <http://www.ilo.org/public/english/protection/safework/cis/products/icsc/index.htm>

NIPリスト : http://ntp-server.niehs.nih.gov/Min_Pages/ChemHS.html