

PCBs 用として次の 10 種

$^{13}\text{C}_6$  -4- $\text{M}_1$  CB

$^{13}\text{C}_{12}$  -4,4'- $\text{D}_2$  CB

$^{13}\text{C}_{12}$  -2,4,4'- $\text{T}_3$  CB

$^{13}\text{C}_{12}$  -2,3,4,4'- $\text{T}_4$  CB

$^{13}\text{C}_{12}$  -2,2',4,5,5'- $\text{P}_5$  CB

$^{13}\text{C}_{12}$  -2,2',3,4,5,5'- $\text{H}_6$  CB

$^{13}\text{C}_{12}$  -2,2',3,3',5,5',6- $\text{H}_7$  CB

$^{13}\text{C}_{12}$  -2,2',3,3',4,4',5,5'- $\text{O}_8$  CB

$^{13}\text{C}_{12}$  -2,2',3,3',4,5,5',6,6'- $\text{N}_9$  CB

$^{13}\text{C}_{12}$  - $\text{D}_{10}$  CB

を各 5 ng 添加した。

(5) GC/MS 注入用最終液量は、n-ノナン溶液とし、最終濃縮液量を 100  $\mu\text{l}$  として測定した。

(6) GC/MS 分析

(a) 高分解能 GC/MS を使い、常用分解能 1 万で測定した。測定条件・モニターイオンを表-1 に示した。

(b) キャピラリーカラム

DB-5 (60m  $\times$  0.25mm I.D) を用いて測定した。

(c) 同定、定量

Co-PCBs・PCBs は分析測定用試料液から 1  $\mu\text{l}$  分取し、高分解能 GC/MS 測定を行い、各塩素化度毎に設定した 2 つのモニターイオン質量数の同位体比が、理論同位体比と一致 ( $\pm 25\%$  以内) し、かつ、混合標準物質のリテンションタイムと一致したピークを採用した。

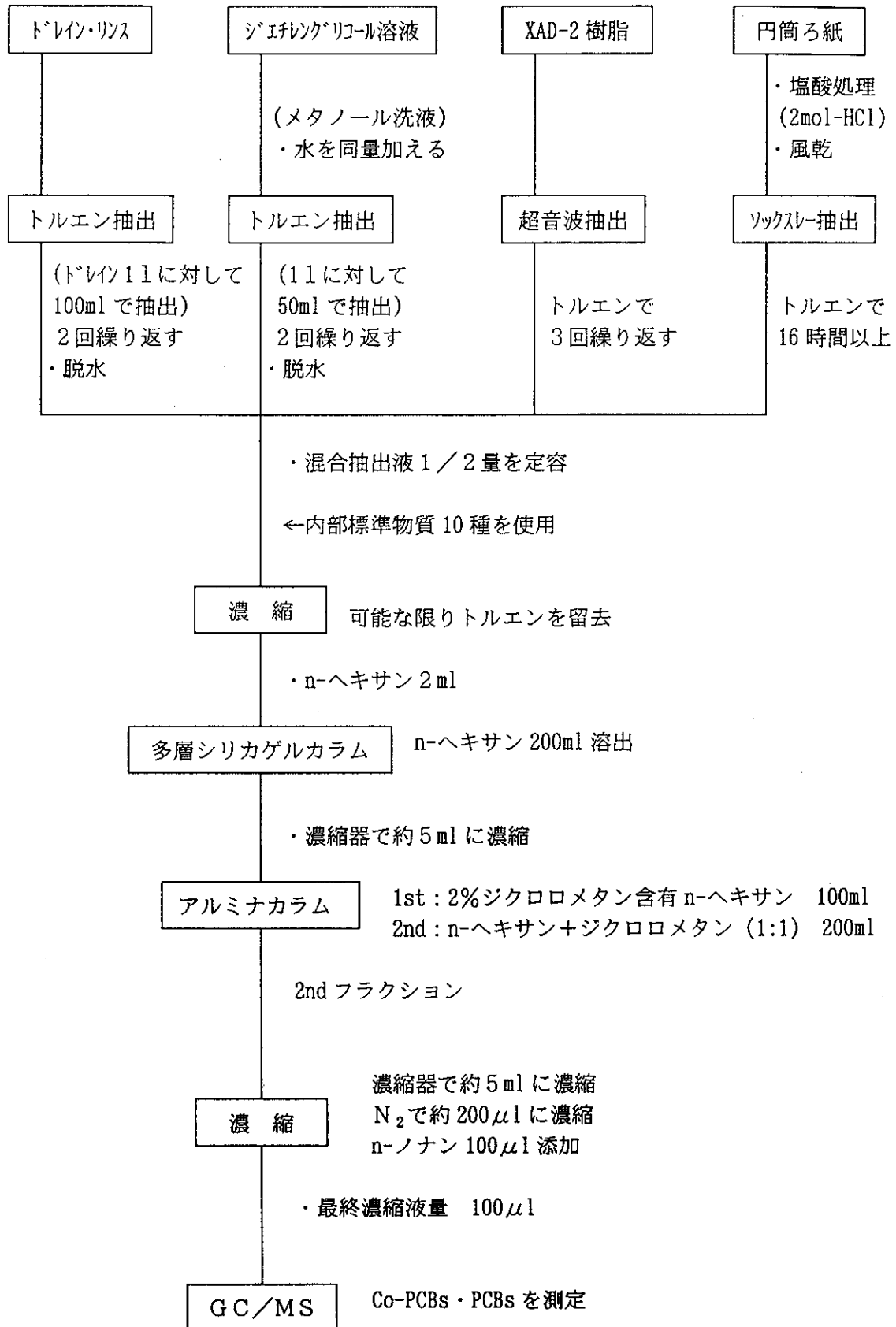
Co-PCBs・PCBs 測定クロマトグラムチャートを添付資料-IV に示した。内部標準による相対検線量により、分析に供した試料量、GC/MS 注入量、最終濃縮液量から濃度を算出した。

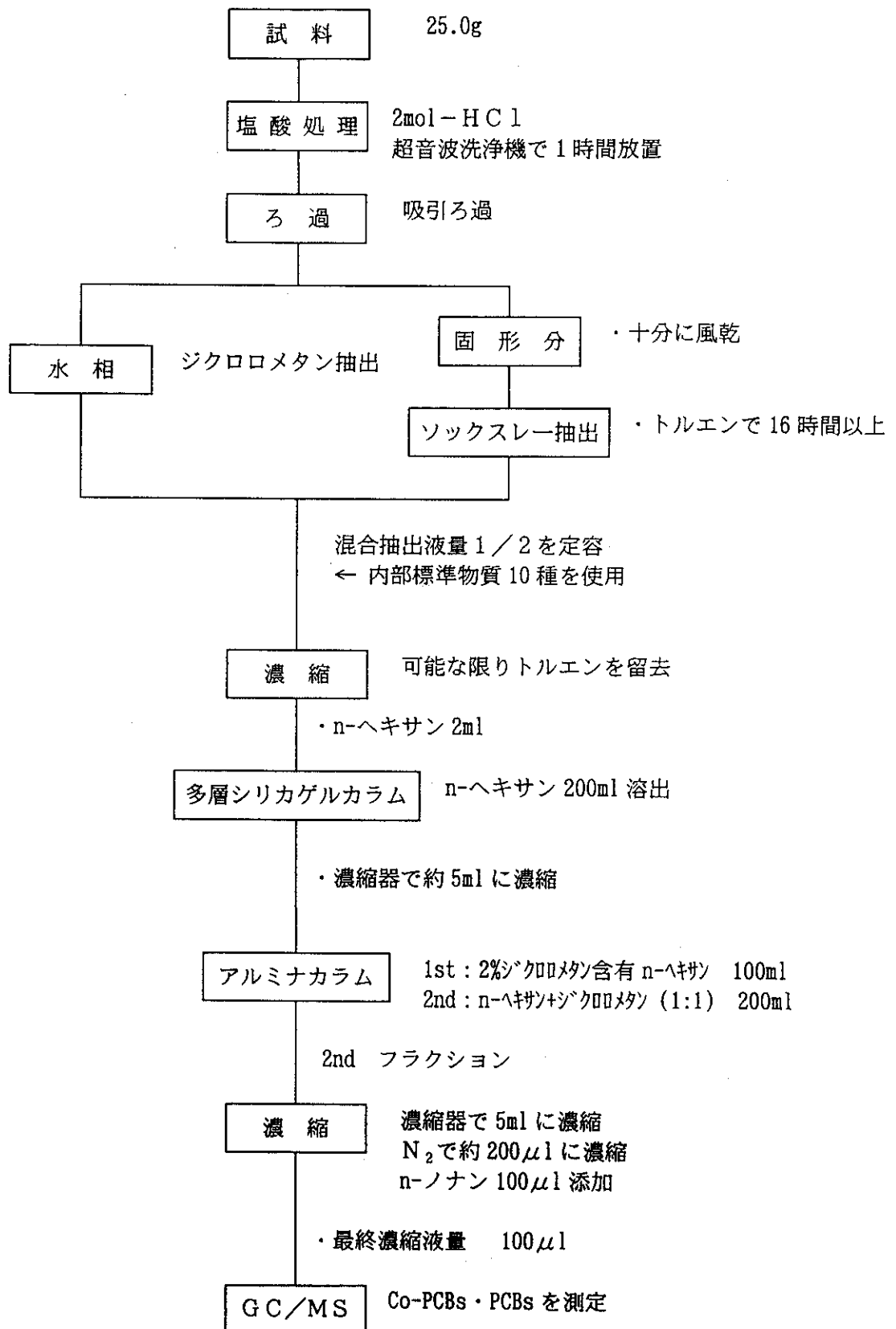
(7) 分析結果の表示

Co-PCBs は WHO/TEFs(1993) に示す 13 種と WHO/IPCS-TEFs(1997) に示す 12 種とで表示した。

図-1

排ガス試料のCo-PCBs・PCBs分析フローシート





表一1 Co-PCBs・PCBs測定条件・モニターイオン

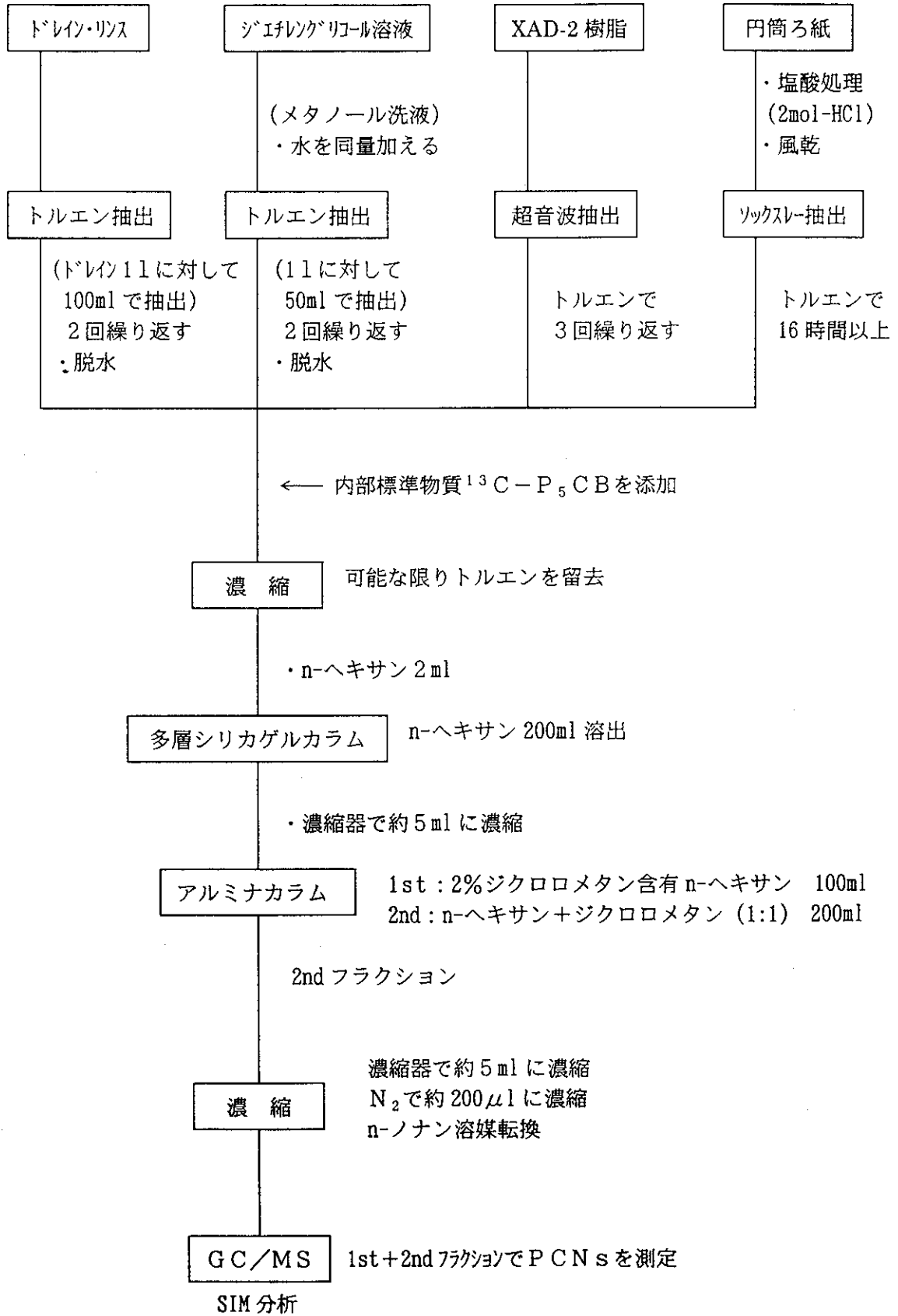
項目	<p>M<sub>1</sub>CB, D<sub>2</sub>CB, T<sub>3</sub>CB, T<sub>4</sub>CB, P<sub>5</sub>CB  H<sub>6</sub>CB, H<sub>7</sub>CB, O<sub>8</sub>CB, N<sub>9</sub>CB, D<sub>10</sub>CB</p>
測定条件	<p>カラム:DB-5 Open Tubular Column  60m × 0.25mm I.D  キャリアガス:He 1.0ml/min</p> <p>昇温条件:130°C(1min)  ↓ (30°C/min)  220°C(1min)  ↓ (20°C/min)  280°C(18min)</p> <p>注入口温度:280°C  インターフェイス温度:280°C  試料注入量:1μl  注入方式:スプリットレス(1min)</p>
モニターイオン	<p>M<sub>1</sub> CB : 188.0393 , 190.0366  D<sub>2</sub> CB : 222.0003 , 223.9975  T<sub>3</sub> CB : 255.9613 , 257.9584  T<sub>4</sub> CB : 289.9224 , 291.9194  P<sub>5</sub> CB : 323.8834 , 325.8804  H<sub>6</sub> CB : 359.8415 , 361.8387  H<sub>7</sub> CB : 393.9025 , 395.7995  O<sub>8</sub> CB : 427.7635 , 429.7606  N<sub>9</sub> CB : 461.7245 , 463.7216  D<sub>10</sub> CB : 497.6827 , 499.6798  <sup>13</sup>C<sub>6</sub> -M<sub>1</sub> CB : 194.0594 , 196.0565  <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-D<sub>2</sub> CB : 234.0406 , 236.0376  <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-T<sub>3</sub> CB : 268.0016 , 269.9986  <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-T<sub>4</sub> CB : 301.9626 , 303.9597  <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-P<sub>5</sub> CB : 335.9236 , 337.9207  <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-H<sub>6</sub> CB : 371.8817 , 373.8788  <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-H<sub>7</sub> CB : 405.8428 , 407.8398  <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-O<sub>8</sub> CB : 439.8038 , 441.8008  <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-N<sub>9</sub> CB : 473.7648 , 475.7619  <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-D<sub>10</sub> CB : 509.7229 , 511.7199</p>

## PCNs (ポリ塩化ナフタレン) の分析測定方法

- (1) PCNsについては、1塩素化～8塩素化同族体別濃度とその総和を求めた。
- (2) 試料の前処理
  - (a) ダイオキシン類測定時の、1stフラクションと2ndフラクションを合わせたものを測定試料とした。
  - (b) 内部標準物質はPCBs用として添加した。 $^{13}\text{C}$ -P<sub>5</sub>CBを代用した。
  - (c) GC/MS注入用最終溶液はn-ノナンとし、最終濃縮液量を50 $\mu\text{l}$ とした。
- (3) GC/MS分析
  - (a) GC/MS機種、測定条件  
測定は高分解能GC/MSを用い、常用分解能1万で行った。PCNs測定条件・モニターイオン質量を表-1に示した。
  - (b) キャピラリーカラム  
DB-5 (30m $\times$ 0.25mm I.D) を用いて測定した。
  - (c) 同定・同量
    - (I) 分析測定試料液から1 $\mu\text{l}$ を分取し、高分解能GC/MSに注入し、各塩素化度毎に設定した2つのモニターイオン質量数の同位対比が理論同位対比と一致(±20%以内)し、更に、標準物質として用いたハローワックスの標準ピークとのリテンションタイムが一致したものを採用した。  
PCNs測定のクロマトグラムチャートを添付資料-Vに示した。
    - (II) 添加した内部標準物質から作成した相対検量線と、PCNsの内部標準物質に対する相対強度比および、分析供試量、GC/MS注入量、最終濃縮液量から濃度を求めた。
    - (III) 定量下限  
高分解能GC/MSでの検出限界値を1.0pg/ $\mu\text{l}$ とし、GS/MS注入量、最終液量、採取量より定量下限値を求めた。
- (4) 分析結果の表示  
濃度は、有効数字1桁下の数字を四捨五入によって丸め、有効数字2桁で表示した。

図-1

排ガス試料のPCNs分析フローシート



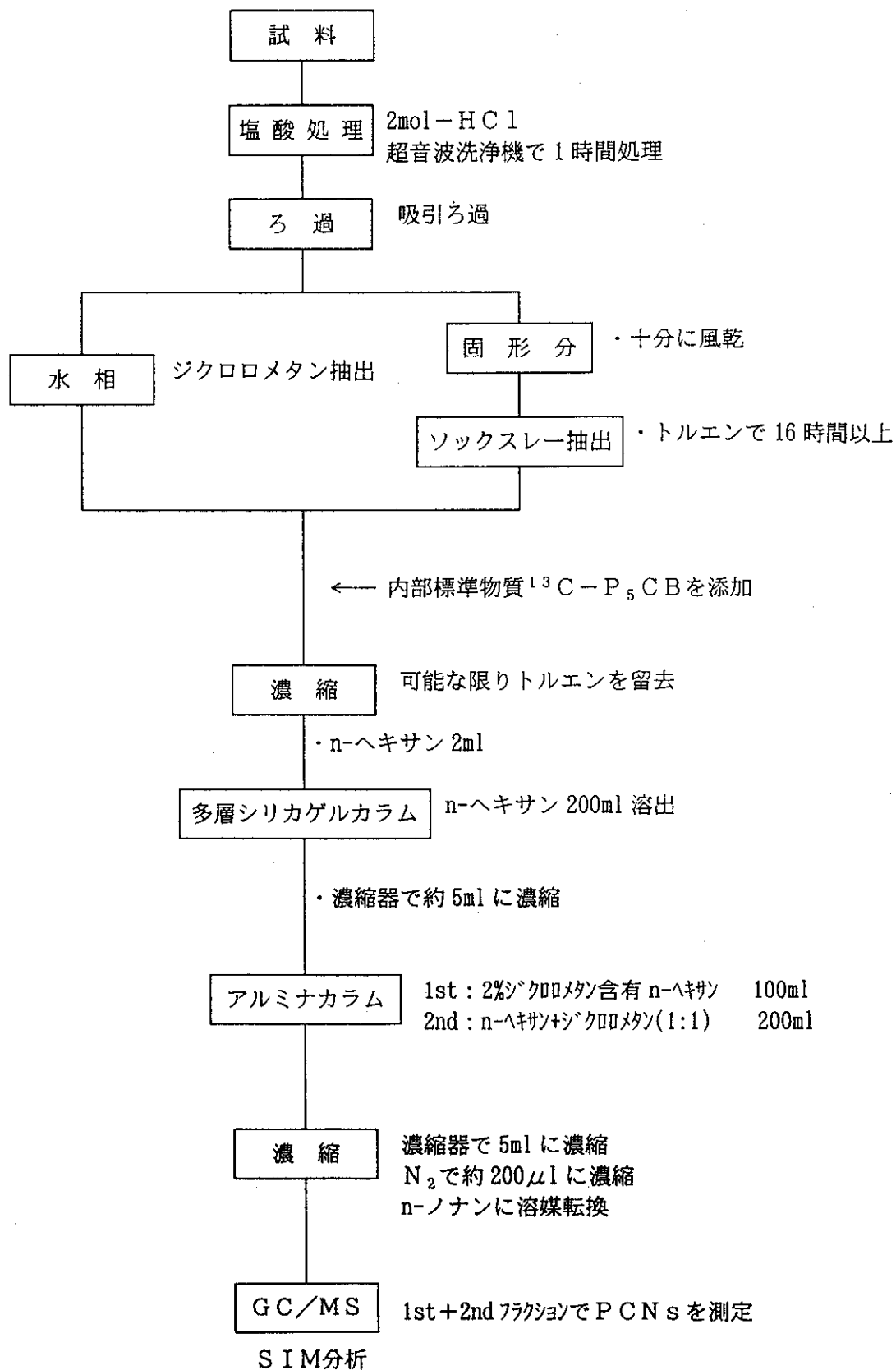


表-1

## PCNs測定条件・モニターイオン

項目	1塩化～8塩化PCNs
測定条件	カラム：DB-5 Open Tubular Column 30m×0.25mm I.D キャリアーガス：He 1.0μl/min
	昇温条件：130°C (1min)   (30°C/min) 220°C (1min)   (20°C/min) 280°C (20min) 注入口温度：250°C インターフェイス温度：250°C 試料注入量：1μl 注入方式：スプリットレス (1min)
モニターイオン	M <sub>1</sub> CN：162.0236，164.0208 D <sub>2</sub> CN：195.9847，197.9818 T <sub>3</sub> CN：229.9457，231.9428 T <sub>4</sub> CN：263.9067，265.9038 P <sub>5</sub> CN：297.8677，299.8648 H <sub>6</sub> CN：333.8258，335.8229 H <sub>7</sub> CN：367.7869，369.7840 O <sub>8</sub> CN：401.7479，403.7450 <sup>13</sup> C <sub>12</sub> -P <sub>5</sub> CB：335.9236，337.9207



## PAHs（多環芳香族炭化水素類）の分析測定方法

(1) PAHsは16種について濃度を求めた。

(2) 試料の前処理方法

ダイオキシン類分析試料として得られたトルエン抽出液の一定量にPAHs 16種全ての内部標準物質を添加し、前処理を行った。

排ガス試料及び固形試料のフローを図-1、図-2に示した。

(3) GC/MS分析

(a) GC/MS機種、測定条件

測定は高分解能GC/MSを用い、常用分解能1万で行った。PAHsの測定条件・モニターイオン質量を表-1に示した。

(b) キャピラリーカラム

DB-5 (30m×0.25mm I.D) を用いて測定した。

(c) 同定・同量

(I) 分析測定試料液を高分解能GC/MSに注入し各測定物質のクロマトグラムが標準物質のリテンションタイムと一致したものを採用した。

PAHs測定のクロマトグラムチャートを添付資料-VIに示した。

(II) PAHs濃度は添加した内部標準物質により作成した相対検量線と、別に注入した標準溶液による内部標準物質に対する相対強度比、分析に供した試料量、GC/MS注入量および最終濃縮液量より求めた。

(III) 定量下限

高分解能GC/MSでの検出下限値を1.0pg/ $\mu$ lとし、GC/MS注入量、最終液量、採取量より定量下限値を求めた。

(4) 分析結果の表示

濃度は、有効数字1桁下の数字を四捨五入により丸め、有効数字2桁で表示した。

図-1

排ガス試料のPAHs分析フローシート

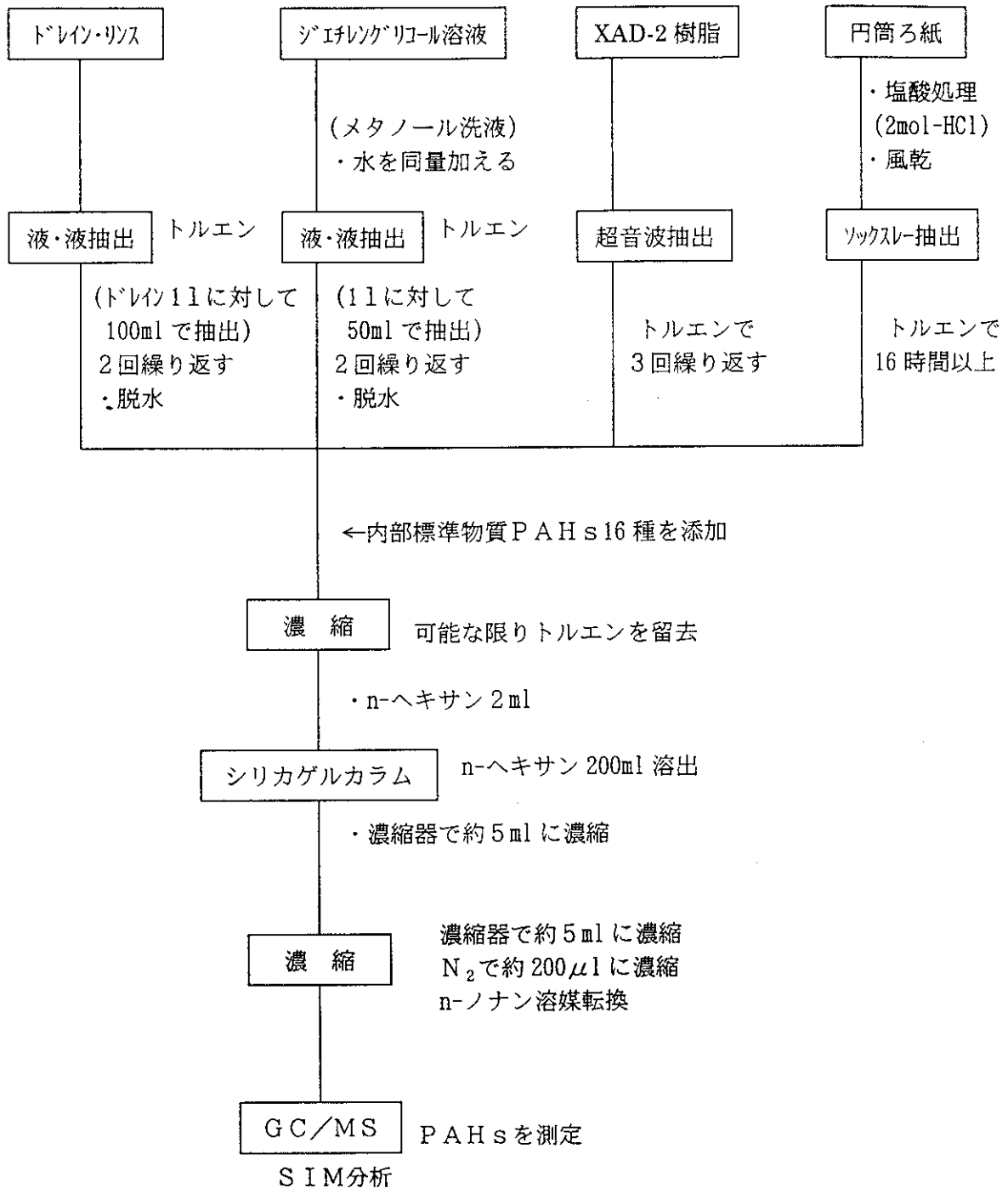


図-2

固形試料のPAHs分析フローシート

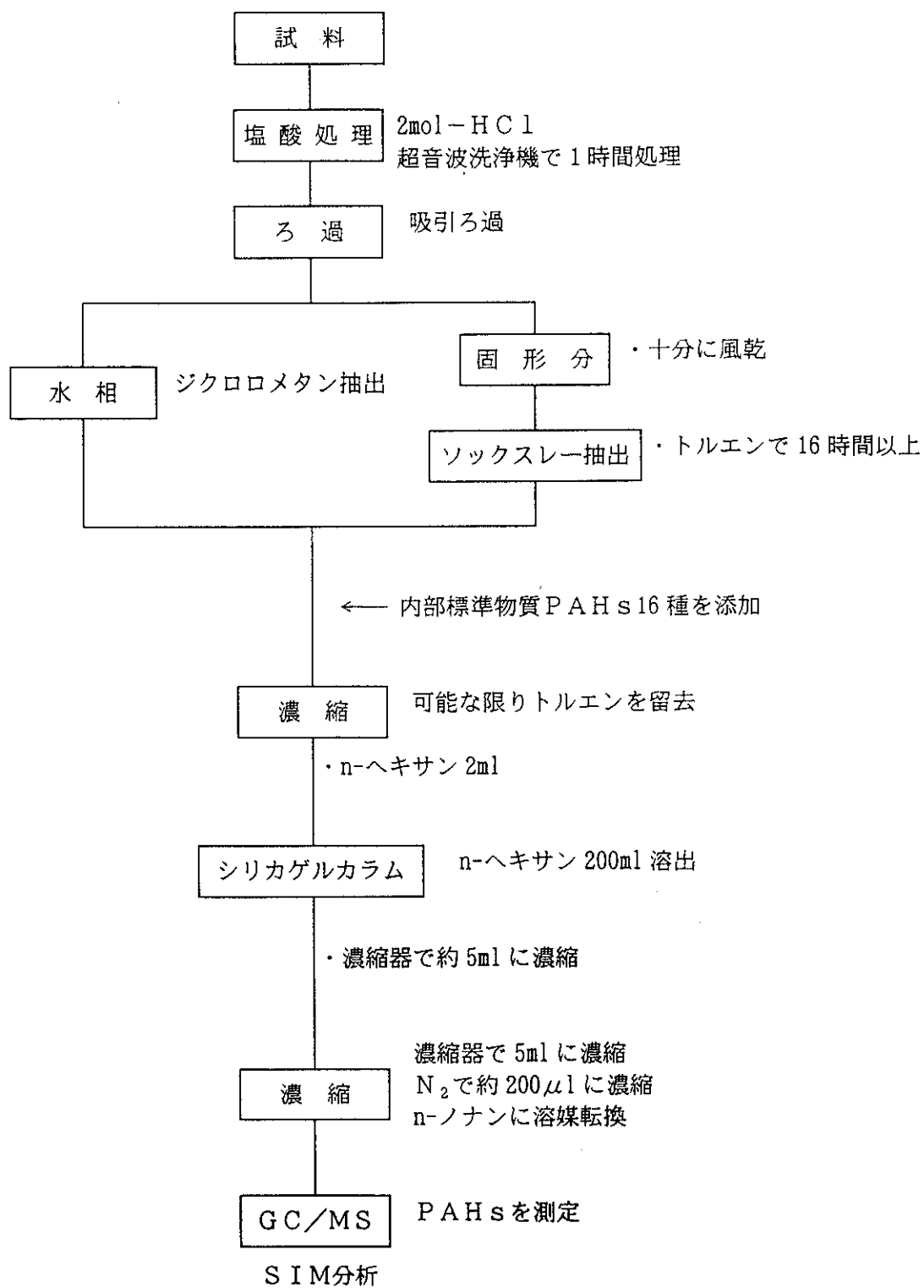


表-1

## PAHs測定条件・モニターイオン質量

測定条件	カラム: DB-5 Open Tubular Column 30m×0.25mm I.D
	キャリアガス: He 1.0ml/min
測定条件	昇温条件: 50°C(2min) ↓ (20°C/min) 190°C(1min) ↓ (10°C/min) 280°C(60min)
	注入口温度: 280°C インターフェイス温度: 280°C 試料注入量: 1μl 注入方式: スプリットレス(1min)
モニタ質量数	Naphthalene : 128.0626
	Naphthalene-d <sub>8</sub> : 136.1128
	Acenaphthylene : 152.0626
	Acenaphthylene-d <sub>8</sub> : 160.1128
	Acenaphthene : 154.0783
	Acenaphthene-d <sub>10</sub> : 164.1410
	Fluorene : 166.0783
	Fluorene-d <sub>10</sub> : 176.1410
	Phenanthrene : 178.0783
	Phenanthrene-d <sub>10</sub> : 188.1410
	Anthracene : 178.0783
	Anthracene-d <sub>10</sub> : 188.1410
	Flouranthene : 202.0783
	Flouranthene-d <sub>10</sub> : 212.1410
	Pyrene : 202.0783
	Pyrene-d <sub>10</sub> : 212.1410
	Benz[a]anthracene : 228.0939
	Benz[a]anthracene-d <sub>12</sub> : 240.1692
	Chrysene : 228.0939
	Chrysene-d <sub>12</sub> : 240.1692
	Benzo[b]flouranthene : 252.0939
	Benzo[b]flouranthene-d <sub>12</sub> : 264.1692
	Benzo[k]flouranthene : 252.0939
	Benzo[k]flouranthene-d <sub>12</sub> : 264.1692
Benzo[a]pyrene : 252.0939	
Benzo[a]pyrene-d <sub>12</sub> : 264.1692	
Indeo[1,2,3-cd]pyrene : 276.0939	
Indeo[1,2,3-cd]pyrene-d <sub>12</sub> : 288.1692	
Benzo[ghi]perylene : 276.0939	
Benzo[ghi]perylene-d <sub>12</sub> : 288.1692	
Dibenz[ah]anthracene : 278.1096	
Dibenz[ah]anthracene-d <sub>14</sub> : 292.1974	

## TBBPA・PBDEs 分析測定方法

### (1) 試料の前処理方法

TBBPA・PBDEs 共にダイオキシン類測定用として得られたトルエン抽出液の適量をそのままパージ濃縮し測定試料液とした。図-1 にフローシートを示した。

### (2) GC/MS測定

高分解能GC/MSにより、常用分解能1万で測定した。TBBPAの測定条件・モニターイオンを表-1に、PBDEsの測定条件・モニターイオンを表-2に示した。

### (3) 同定・同量

TBBPA・PBDEs いずれも理論同位体比が一致し更に標準物質とのリテンションタイムが一致したピークを採用した。添付資料-VIIに測定クロマトグラムチャートを示した。

濃度は標準物質の標準溶液から求めた絶対検量線で分析供試量、最終濃縮液量から求めた。

図-1 TBBPA・PBDEsの分析フローシート

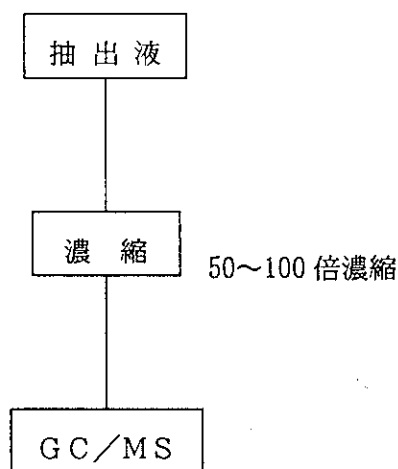


表-1

## TBBPA測定条件・モニターイオン

項目	TBBPA
測定条件	カラム: DB-5 Open Tubular Column 12m × 0.25mm I.D × 0.25 $\mu$ m キャリアーガス: 1.0ml/min
	昇温条件: 130°C(1min)   (20°C/min)   290°C(30min)
	注入口温度: 290°C インターフェイス温度: 280°C 試料注入量: 1~2 $\mu$ l 注入方式: スプリット/スプリットレス
モニターイオン	TBBPA: 526.7316 , 528.7296 ※

注) ※はフラグメントイオンでモニター

表-2

## PBDEs 測定条件・モニターイオン

項目	T <sub>4</sub> BDEs~D <sub>10</sub> BDE
測定条件	カラム : DB-5 Open Tubular Column 12m × 0.25mm I.D × 0.25μm キャリアーガス : 1.0ml/min
	昇温条件 : 130°C(1min)   20°C   290°C(30min)
	注入口温度 : 290°C インターフェイス温度 : 280°C 試料注入量 : 1~2μl 注入方式 : スプリット/スプリットス
モニターイオン	T <sub>4</sub> BDEs : 483.7132 , 485.7112 P <sub>5</sub> BDEs : 563.6217 , 565.6197 H <sub>6</sub> BDEs : 641.5322 , 643.5302 H <sub>7</sub> BDEs : 721.4407 , 723.4386 O <sub>8</sub> BDEs : 639.5165 , 641.5145 ※ N <sub>9</sub> BDEs : 719.4250 , 721.4230 ※ D <sub>10</sub> BDE : 797.3355 , 799.3335 ※

注) ※はフラグメントイオンでモニター

含有試験の分析方法

測定項目	分析方法
水分	環整第95号
かさ密度	環整第95号
T-C	JIS M 8813リービッヒ法
Si	マイクロウェーブ分解、重量分析法
Al	マイクロウェーブ分解-剤別溶解、ICP発光分析法
Fe	マイクロウェーブ分解-剤別溶解、ICP発光分析法
Ca	マイクロウェーブ分解、ICP発光分析法
Na	マイクロウェーブ分解、原子吸光分析法
K	マイクロウェーブ分解、原子吸光分析法
SO <sub>4</sub>	JIS M 8813エシュカ法
T-Cl	JIS K 0101及びJIS M 8813
T-Br	イオンクロマトグラフ法
Zn	マイクロウェーブ分解、ICP発光分析法
Cu	マイクロウェーブ分解、ICP発光分析法
Pb	マイクロウェーブ分解、ICP発光分析法
Cd	マイクロウェーブ分解、ICP発光分析法
T-Cr	マイクロウェーブ分解-剤別溶解、ICP発光分析法
Cr <sup>6+</sup>	環水管第127号「底質調査方法」昭和63年
Sb	マイクロウェーブ分解-剤別溶解、ICP発光分析法
As	環水管第127号「底質調査方法」昭和63年
Se	環水管第127号「底質調査方法」昭和63年
T-Hg	環水管第127号「底質調査方法」昭和63年

溶出試験の分析方法

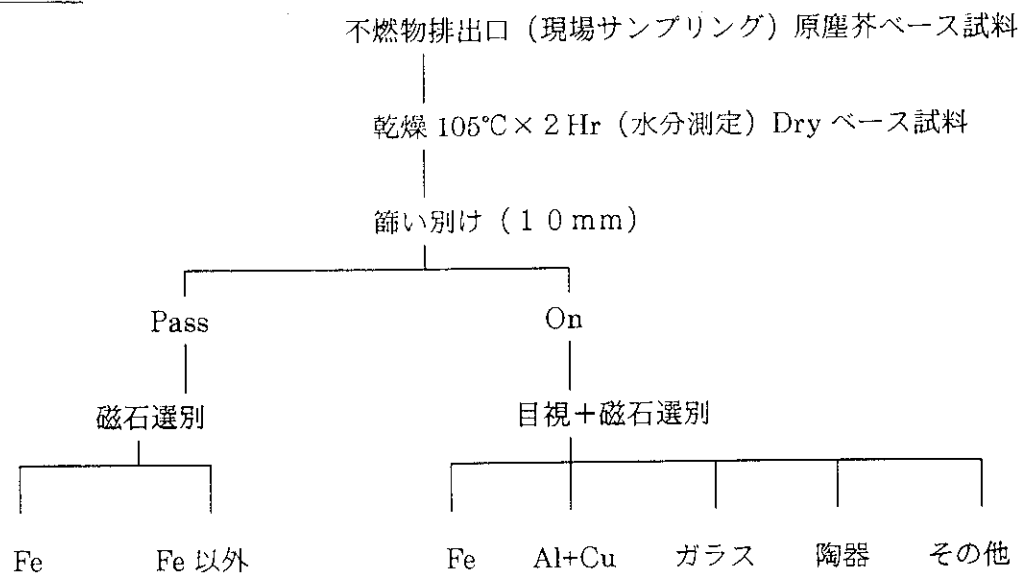
検液の調整方法：平成3年 環境庁告示第46号 土壤環境基準による

測定項目	分析方法
Pb	JIS K 0102-54.3
Cd	JIS K 0102-55.3
As	JIS K 0102-61.2
Se	JIS K 0102-67.2
T-Hg	昭和46年 環境庁告示第59号 附表1
Cr <sup>6+</sup>	JIS K 0102-65.2.4
pH	JIS K 0102-12.1



## 不燃物測定方法

### 分別方法



### 測定方法

#### 金属類の測定方法

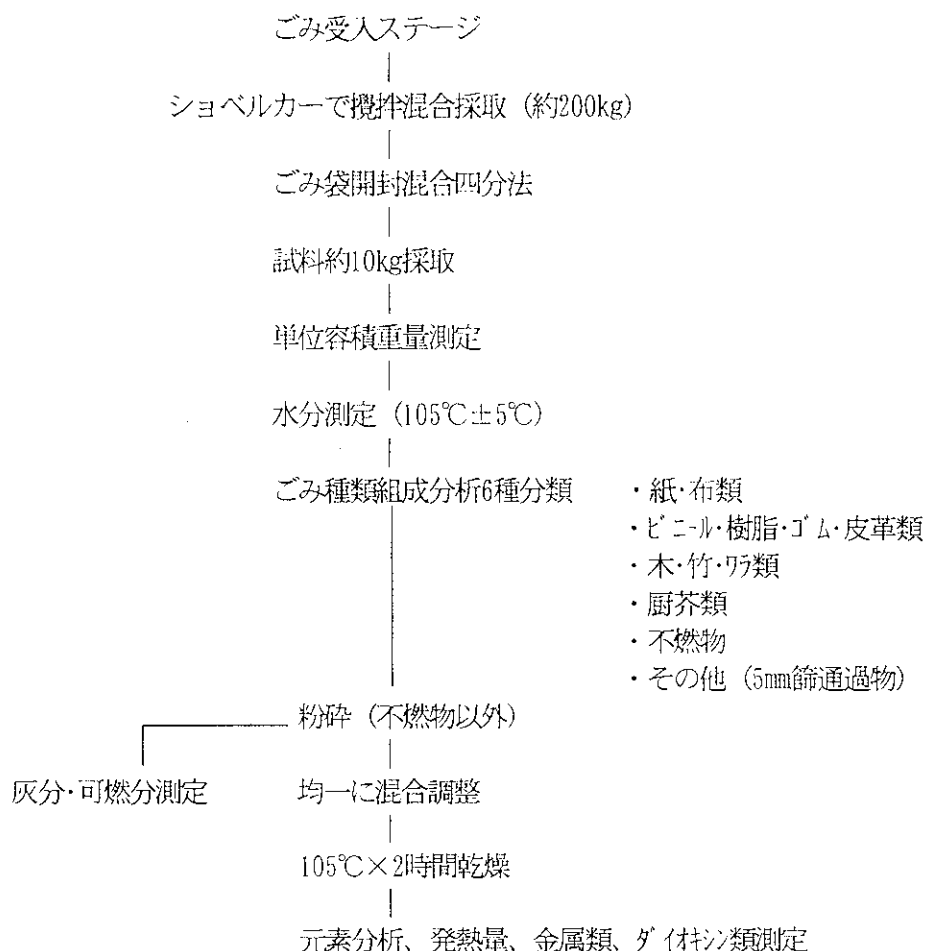
- ・ Fe に関しては粉碎不可能のため分別した Fe 分は Fe とした。
- ・ Al, Cu は少量で均一に混合すると誤差が生じると判断された為個別に粉碎し全項目を測定した。
- ・ その他は全て粉碎し均一に混合したものについて全項目測定した。

#### ダイオキシン類の測定

- ・ Fe 以外の粉碎物について測定した。

#### 分析結果の表示

- ・ 結果は成分全て（水分以外）を含んだ Dry ベースで表示した。



#### 測定方法

##### 灰分、可燃分測定方法

- ・各組成毎に105°C×2時間乾燥後一部を採取し800°C×2時間強熱秤量し各成分の灰分を求め生ごみの灰分を算出する。尚不燃分は灰分100%とする。

$$\text{可燃分 (\%)} = 100 - \text{水分 (\%)} - \text{生ごみの灰分 (\%)}$$

##### 元素分析測定方法

- ・不燃物を除く粉碎試料を均一に混合した乾燥物について測定  
C, H, Nは元素分析装置、S, Cl, Brは燃焼管処理体クロマト法、Oは計算値による。

##### 発熱量測定方法

- ・不燃物を除く粉碎試料を均一に混合した乾燥物について測定  
JIS M8814 (ボンブ熱量計) による。

##### 金属類等含有試験

- ・不燃物を除く粉碎試料を均一に混合した乾燥物について全項目測定

##### ダイオキシン類の測定

- ・不燃物を除く粉碎試料を均一に混合した乾燥物について測定

#### 結果の表示等

単位容積重量、水分、可燃分、灰分、元素分析、発熱量（可燃物実測発熱量は除く）は生ごみベースで表示、その他は乾燥試料ベースで示す。いずれも不燃物を含めた全成分中の値である。

## 1. 6 焼却施設からのダイオキシン類縁化合物の排出実態及び周辺環境への影響把握調査

### 1. 6. 1 調査目的

ごみ焼却施設から排出されるダイオキシン類、コプラナ-PCB類及び臭素化ダイオキシン類、臭素・塩素化ダイオキシン類等のダイオキシン類縁化合物の排出量、並びにその周辺環境への影響についての知見を得ることを目的とする。あわせてごみ中のダイオキシン類縁化合物の濃度についても調査を行ない、マテリアルフロー解析に資するデータを得る。

### 1. 6. 2 調査概要

調査対象の焼却炉はダイオキシンガイドラインに準拠して計画され、平成11年3月に竣工した連続運転式ごみ焼却施設である。対象施設の概要を表1-6-1、焼却施設フローを図1-6-1、測定項目を表1-6-2に示す。

表 1-6-1 対象施設の概要

施設規模	85 t / 24 h × 3 炉 計 255 t / 24 h
炉形式	連続運転式ストーカ炉
燃焼ガス冷却設備	全ボイラ方式
排ガス処理設備	減温塔＋ろ過式集じん器＋乾式有害ガス除去装置（消石灰＋助剤＋活性炭吹き込み）
排水処理設備	有機系：生物処理後無機系処理、無機系：凝集沈殿後再利用 ごみピット汚水：炉内噴霧
余熱利用設備	蒸気タービン発電＋場内給湯、冷・暖房＋敷地内ロードヒーティング

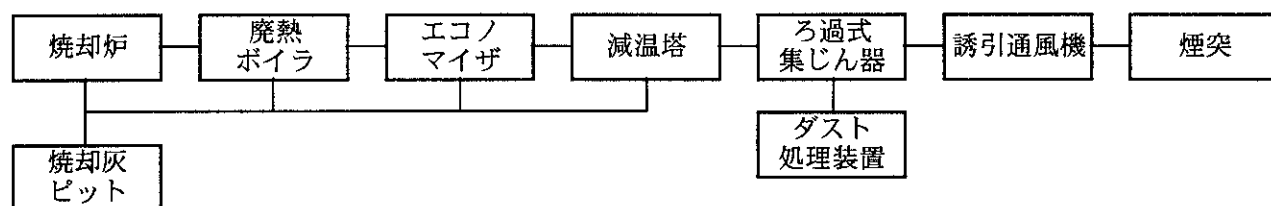


図 1-6-1 焼却施設フロー

表 1-6-2 ダイオキシン類緑化合物測定項目

場所	項目	PCDDs	PCDFs	Co-PCBs	PBDDs/DFs	PXDDs/DFs	その他	備考
焼却炉	排ガス	○	○	○	○	○	PAHs	粒子体・ガス体 各 1 検体
	焼却灰	○	○	○	○	○	PAHs	1 検体
	飛灰	○	○	○	○	○	PAHs	1 検体
	ごみ	○	○	○	○		PBDEs	3 検体
東 1, 2, 5 km 地点	大気	○	○	○	○	○		各地点 1 検体
	降下 ばいじん	○	○	○	○	○		各地点 1 検体
	土壌	○	○	○	○	○		各地点 1 検体
	松葉	○	○	○	○	○		各地点 1 検体
	施設 近傍	土壌	○	○	○			
	松葉	○	○	○				1 検体
西 1, 2, 5 10km	土壌	○	○	○				各地点 1 検体
	松葉	○	○	○				各地点 1 検体

注) PBDEs : 臭素化ジフェニルエーテル類

各サンプルの分析方法は次の通りである。

表 1-6-3 分析方法

排ガス	ダイオキシン類・Co-PCBs CO O <sub>2</sub> NO <sub>x</sub> 排ガス温度 ばいじん濃度 臭素化ダイオキシン類 臭素・塩素化ダイオキシン類	JIS K 0311 JIS K 0098 JIS K 0301 JIS K 0104 JIS Z 8808 JIS Z 8808 ガスクロマトグラフ-質量分析法 ガスクロマトグラフ-質量分析法
灰	ダイオキシン類・Co-PCBs  臭素化ダイオキシン類 臭素・塩素化ダイオキシン類 熱灼減量	ガスクロマトグラフ-質量分析法 「廃棄物処理におけるダイオキシン類標準測定分析マニュアル」 厚生省生活衛生局水道環境部環境整備課 (平成 9 年 2 月) 準拠 ガスクロマトグラフ-質量分析法 ガスクロマトグラフ-質量分析法 環整 95 号
環境大気	ダイオキシン類・Co-PCBs  臭素化ダイオキシン類 臭素・塩素化ダイオキシン類	ガスクロマトグラフ-質量分析法 「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」 環境庁大気保全局大気規制課(平成 11 年 3 月) 準拠 ガスクロマトグラフ-質量分析法 ガスクロマトグラフ-質量分析法