

残留性有機汚染物質 (POPs)

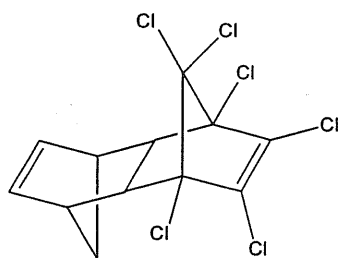
兵庫県立健康環境科学研究所

1. 対象物質

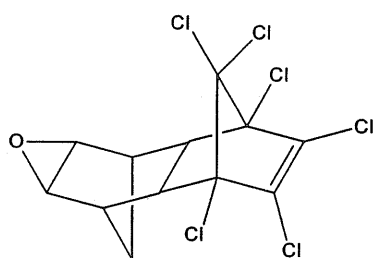
物質名	分子式	分子量	融点	Log Pow	CAS 番号
①Aldrin	$C_{12}H_8Cl_6$	364.91	104-104.5	7.4	309-00-2
②Dieldrin	$C_{12}H_8Cl_6O$	380.91	176-177	4.7~5.61	60-57-1
③Endrin	$C_{12}H_8Cl_6O$	380.91	245	4.56~5.34	72-20-8
④p,p'-DDT	$C_{14}H_9Cl_5$	354.49	108.5-109	4.89~6.91	50-29-3
⑤o,p'-DDT	$C_{14}H_9Cl_5$	354.49	74.2		
⑥p,p'-DDD	$C_{14}H_{10}Cl_4$	320.04	110-110.5	5.99	72-54-8
⑦o,p'-DDD	$C_{14}H_{10}Cl_4$	320.04	76		
⑧p,p'-DDE	$C_{14}H_8Cl_4$	318.04	88-90	5.2~6.96	72-55-9
⑨o,p'-DDE	$C_{14}H_8Cl_4$	318.04	88-90		
⑩heptachlor	$C_{10}H_5Cl_7$	373.32	95-96	3.87~5.44	76-44-8
⑪heptachlor epoxide	$C_{10}H_5Cl_7O$	389.32	157-160	4.17	1024-57-3
⑫trans-chlordane	$C_{10}H_6Cl_8$	409.78	104-105	4.79	5103-74-2
⑬cis-chlordane	$C_{10}H_6Cl_8$	409.78	106-107	5.01	5103-71-9
⑭trans-nonachlor	$C_{10}H_5Cl_9$	444.23	128-130	5.08	39765-80-5
⑮cis-nonachlor	$C_{10}H_5Cl_9$	444.23		5.21	5103-73-1
⑯hexachlorobenzene	C_6Cl_6	284.78	231	5.23~6.18	118-74-1
⑰ α -HCH	$C_6H_6Cl_6$	290.83			319-84-6
⑱ β -HCH	$C_6H_6Cl_6$	290.83		312	319-85-7
⑲ γ -HCH	$C_6H_6Cl_6$	290.83		112.9	58-89-9
⑳ δ -HCH	$C_6H_6Cl_6$	290.83			319-86-8

2. 構造式

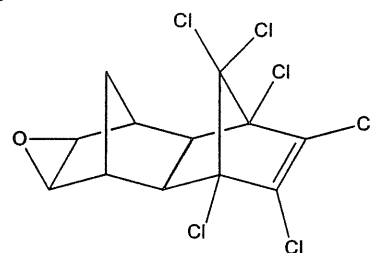
①



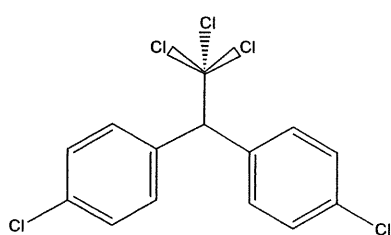
②



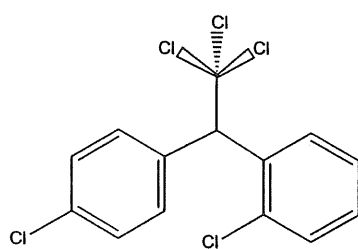
③



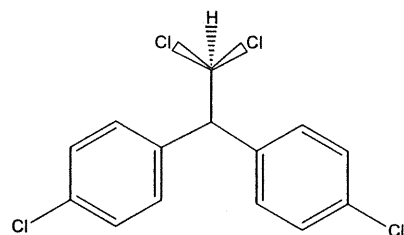
④



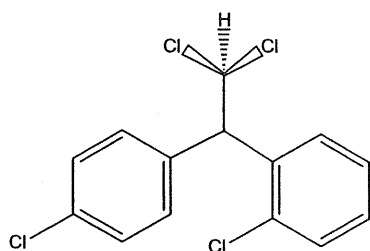
⑤



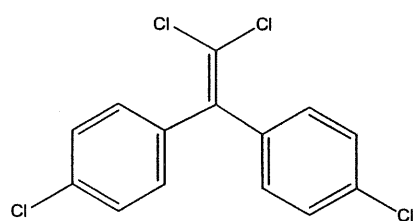
⑥



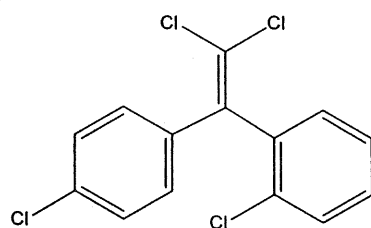
⑦



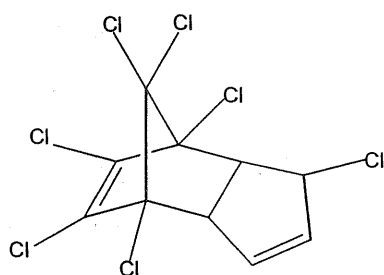
⑧



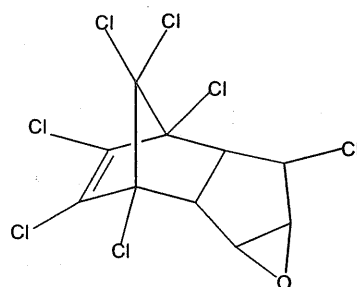
⑨



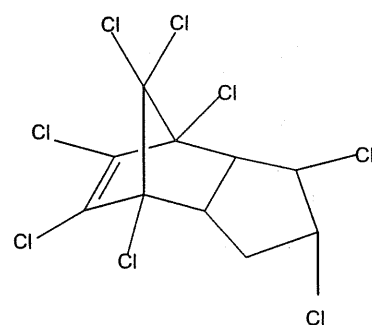
⑩



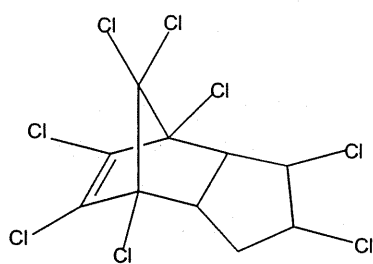
⑪



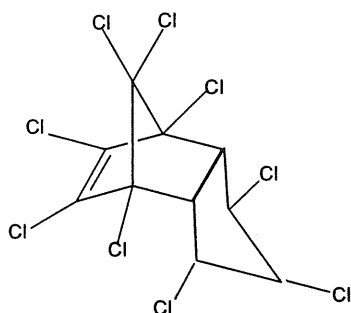
⑫



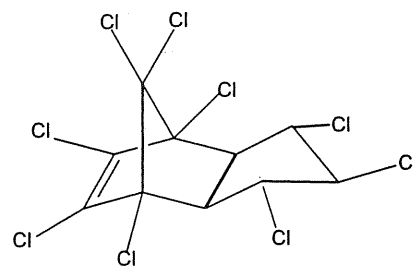
⑬



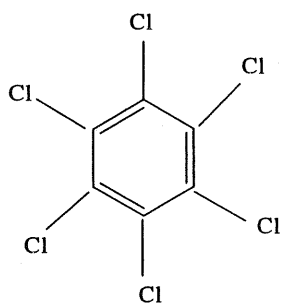
⑭



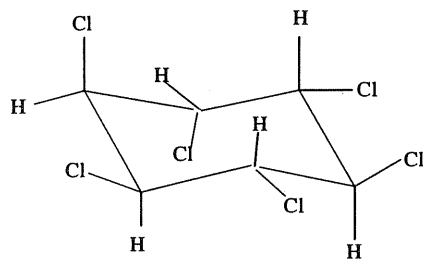
⑮



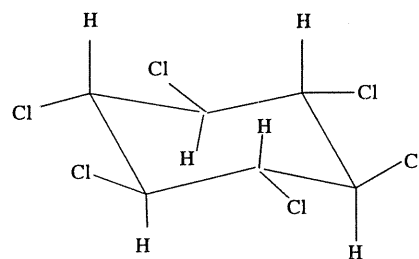
⑯



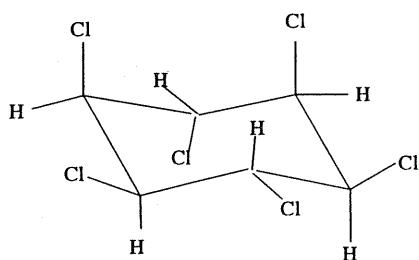
⑰



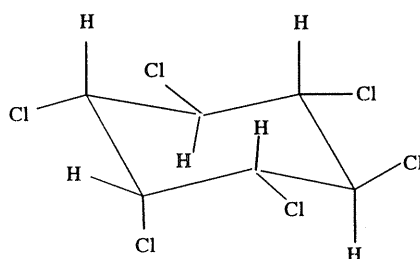
⑱



⑲



⑳



§ 1 分 析 法

石英繊維ろ紙又は活性炭繊維ろ紙及びポリウレタンフォームを用いたハイボリュームエアサンプラー（以下 **Hi-vol.** と記述）と固相吸着剤 **Ps-Air**（**W a t e r s** 社製）を用いたローボリュームエアサンプラー（以下 **Low-vol** と記述.）の 2 系列のサンプリング法を用いて大気中 **POP s** を採取する。

Hi-vol. で用いたポリウレタンフォームはアセトンでソックスレー抽出又は **ASE**（高速溶媒抽出装置）を用いて抽出後、ヘキサンと精製水を加えて液々抽出する。ヘキサン抽出液を無水硫酸ナトリウムで脱水、ろ紙でろ過後、シリカゲルカラムでクリーンアップして、濃縮する。活性炭繊維ろ紙は、トルエン／エタノール（4：1）でソックスレー抽出又は **ASE**（高速溶媒抽出装置）を用いて抽出後、同様に無水硫酸ナトリウムで脱水、ろ紙でろ過後、シリカゲルカラムでクリーンアップして、濃縮する。

Ps-Air については、ジクロロメタンで溶出して濃縮する。

定量は高分解能 **GC/MS-SIM** で行う。

試 験 法

【吸着捕集材の調製】

購入直後の大気捕集用のポリウレタンフォームは多くの不純物を含んでいるため、残農用アセトン 500m l で 16～24 時間、ソックスレー抽出（予備洗浄）を行う。ポリウレタンフォームに残った溶媒を、真空乾燥器を用いて減圧乾燥して、使用に供する。

石英繊維ろ紙は電気炉で約 600℃、2～3 時間熱処理したものをを用いる。

活性炭繊維ろ紙を用いる場合は、ソックスレー抽出器によりトルエン及びアセトンでそれぞれ 8 時間以上洗浄し、減圧乾燥して溶媒を除去した後、使用に供する。

【試料の採取】

<Hi-vol.>

ハイボリュームエアサンプラーを用いて、約 700l/min の流量で 24 時間、石英繊維ろ紙又は活性炭繊維ろ紙とポリウレタンフォーム（**P U F**）2 個に吸着捕集する。

<Low-vol.>

固相抽出カートリッジ（**Ps-Air : Waters Sep-Pak Plus Short**）を 2 段連結して約 3.5～4 l/min の流量で 24 時間大気試料を捕集する。

【試料の前処理及び調製】

<Hi-vol.>

石英繊維ろ紙を用いる場合は、ポリウレタンフォームと合わせて、アセトンでソックスレー抽出又は **ASE** 抽出（高速溶媒抽出）後、ヘキサン転溶を行う。**ASE** 抽出条件は抽出溶媒以外、後に述べる条件と同じとする。**ADVANTEC 5 A** ろ紙でろ過し、無水硫酸ナトリウムで脱水後、窒素ガスを吹き付けて 1 mL まで濃縮する。濃縮液を **Supelco** 社製 **L c -Si** シリカゲルカラムを用いてヘキサン 20 m l でクリーンアップ後、溶出液を再び窒素ガスを吹き付けて 1 m l に濃縮する。

活性炭繊維ろ紙を用いる場合はトルエン／エタノール（4：1）の混合溶媒¹⁾で **ASE** 抽出²⁾を行う。

なお、**ASE** 抽出条件は、オープン温度 150 度、抽出圧力 2000psi、オープン昇温時間 7 分、設定温度保持時間 10 分、フラッシュ容量 60%、保持サイクル数 2 回、パージ時間 100 秒とする。

抽出液は無水硫酸ナトリウムで脱水、**ADVANTEC 5 A** ろ紙でろ過する。ろ液はロータリーエバポレーターで約

1 ml に濃縮した後、Supelco 社製 LC-Si シリカゲルカラム (6 ml 容、0.5 g) を用いて、ヘキサン 20 ml でクリーンアップ後、溶出液を再び窒素ガスを吹き付けて 1 ml に濃縮する。試料液に内標準溶液 (p-ターフェニル-d 14、フェナントレン-d 10、各 1 ppm) をマイクロシリンジで 10 μ l 添加し、高分解能 GC/MS を用いて定量する。

<Low-vol.>

Ps-Air の各々をジクロロメタン 20 ml で溶出し、溶出液を合わせた後、0.1 ml まで窒素ガスを吹き付けて濃縮する。内標準溶液 (p-ターフェニル-d 14、フェナントレン-d 10、各 0.1 ppm) をマイクロシリンジで 10 μ l 添加し、高分解能 GC/MS で定量する。

【空試験液の調製】

試料の前処理、試料液の調製と同様の操作を行い、得られたものを空試験液とする。

【標準液の調製】

各対象物質の 10 ppm デカン溶液を調製し、これを標準原液とする。標準原液をデカンで希釈して 0.001 ~ 0.1 ppm の標準溶液を段階的に作成する。この時、内標準液を 0.01 ppm の濃度になるように添加する。

【測定方法】

1. GC/MS 条件

使用機器：ガスクロマトグラフ ヒューレットパッカード HP-5890

質量分析計 JEOL MS-700

カラム：BPX35, 25m $\times$ 0.22mmID, 0.25 μ m

カラム温度：120 $^{\circ}$ C(2min)-20 $^{\circ}$ C/min-180 $^{\circ}$ C(0min)-2 $^{\circ}$ C/min-220 $^{\circ}$ C-10 $^{\circ}$ C/min-300 $^{\circ}$ C

キャリアス流量：He / 1.0 ml/min

チャンバー温度：250 $^{\circ}$ C

注入口温度：250 $^{\circ}$ C

イオン化エネルギー：38eV

イオン化電流 500 μ A

接続管温度：250 $^{\circ}$ C

注 入 量：1 μ l

2. 設定質量数及び同位体ピーク比

対象物質	m/z	Intensity	対象物質	M/z
ALDRIN	262.857	100	ALDRIN $^{13}\text{C}_{12}$	269.8804
	264.854	64.1138	DIELDRIN $^{13}\text{C}_{12}$	269.8804
DIELDRIN	262.857	100	ENDRIN $^{13}\text{C}_{10}$	269.8804
	264.854	64.1138	HEPTACHLOR $^{13}\text{C}_{10}$	276.8269
ENDRIN	262.857	100	HEPTACHLOR EPOXIDE $^{13}\text{C}_{10}$	362.8778
	264.854	64.1138	HCB $^{13}\text{C}_6$	289.8302
HEPTACHLOR	271.8102	100	o,p'-DDD RING-d ₈	243.0575
	273.8072	79.945	p,p'-DDT RING $^{13}\text{C}_{12}$	247.0484

HEPTACHLOR EPOXIDE	352.8442	100	p,p'-DDE RING $^{13}\text{C}_{12}$	258.0406
	354.8413	80.3939	TRANS-CHLORDANE $^{13}\text{C}_{10}$	384.8566
HCB	283.8102	100	TRANS,CIS-NONACHLOR $^{13}\text{C}_{10}$	418.8176
	285.8072	80.054		
DDD,DDT	235.0081	100		
	237.0058	64.9412		
DDE	246.0003	100		
	247.9974	65.1012		
CHLORDANE	372.826	100		
	374.8231	96.2582		
NONACHLOR	406.787	89.0936		
	408.7841	100		

各塩素数毎にそれぞれ最大強度を示すイオンを 100%とした値

質量校正用標準物質には P F P を用いた。(ロックマス 242.9856, 292.9824)

高分解能 MS 測定においては、HCH、Aldrin、Dieldrin、Endrin、Heptachlor、DDD、DDT、DDE と HCB、Heptachlor epoxide、Chlordane、Nonachlor の 2 つのグループに分けて測定を行う。前者については、ロックマスを 242.9856、後者については、292.9824 を用いる。

【検量線】

標準物質が 0.001~0.1ppm になるように希釈調製した標準溶液 1 μ l を GC に注入し、GC/MS-SIM により分析する。標準物質と内標準物質のピーク面積比から検量線を作成する。

【定量】

大気中濃度は次式により算出する。

$$RRF = \frac{A_1}{W_1} \times \frac{W_2}{A_2}$$

RRF : 相対感度係数

A_1 : 標準溶液中の標準物質ピーク面積

A_2 : 標準溶液中の内標準物質ピーク面積

W_1 : 標準溶液中の定量対象物質の濃度または GC への注入量 (pg/ μ l、pg)

W_2 : 標準溶液中の内標準物質の濃度または GC への注入量 (pg/ μ l、pg)

$$C = \frac{A_3}{A_4} \times \frac{W_3}{RRF} \times \frac{1}{V}$$

C : 大気中の対象物質の濃度 (pg/ m^3)

A_3 : 大気試料の定量対象物質のピーク面積

A_4 : 大気試料の内標準物質のピーク面積

W_3 : 大気試料への内標準物質の添加量 (pg)

V : 捕集大気量 (m^3)

【試薬・器具】

(試薬等)

n-ヘキサン 2000 残農用：和光純薬工業

アセトン 2000 残農用：和光純薬工業

デカン：和光純薬工業

無水硫酸ナトリウム（残留農薬試験用）：和光純薬工業

ポリウレタンフォーム：東洋ゴム（直径 85mm×高さ 50mm）

石英繊維ろ紙：Advantec QR100 (20.3cm×25.4cm)

活性炭繊維ろ紙：東洋紡績製活性炭繊維ろ紙KFペーパー

Sep-Pak Ps Air：Waters 製

LC-Si シリカゲルカラム：スペルコ（6 ml、0.5g）

α -HCH, β -HCH, γ -HCH, δ -HCH, α -HCH- $^{13}\text{C}_6$, β -HCH- $^{13}\text{C}_6$, γ -HCH- $^{13}\text{C}_6$

ALDRIN, ALDRIN- $^{13}\text{C}_{12}$, DIELDRIN, DIELDRIN- $^{13}\text{C}_{12}$, o,p'-DDT, p,p'-DDT, p,p'-DDT-ring- $^{13}\text{C}_{12}$,

p,p'-DDD, p,p'-DDE, o,p'-DDD, p,p'-DDD-ring-d8, o,p'-DDE, p,p'-DDE-ring- $^{13}\text{C}_{12}$

ENDRIN, ENDRIN- $^{13}\text{C}_{12}$, HEPTACHLOR, HEPTACHLOR- $^{13}\text{C}_{10}$,

HEPTACHLOR EPOXIDE, HEPTACHLOR EPOXIDE- $^{13}\text{C}_{10}$, HCB, HCB- $^{13}\text{C}_6$,

t-CHLORDANE, t-CHLORDANE- $^{13}\text{C}_{10}$, c-CHLORDANE,

t-NONACHLOR, t-NONACHLOR- $^{13}\text{C}_{10}$,

c-NONACHLOR, c-NONACHLOR- $^{13}\text{C}_{10}$

(Cambridge Isotope Laboratories, Inc)

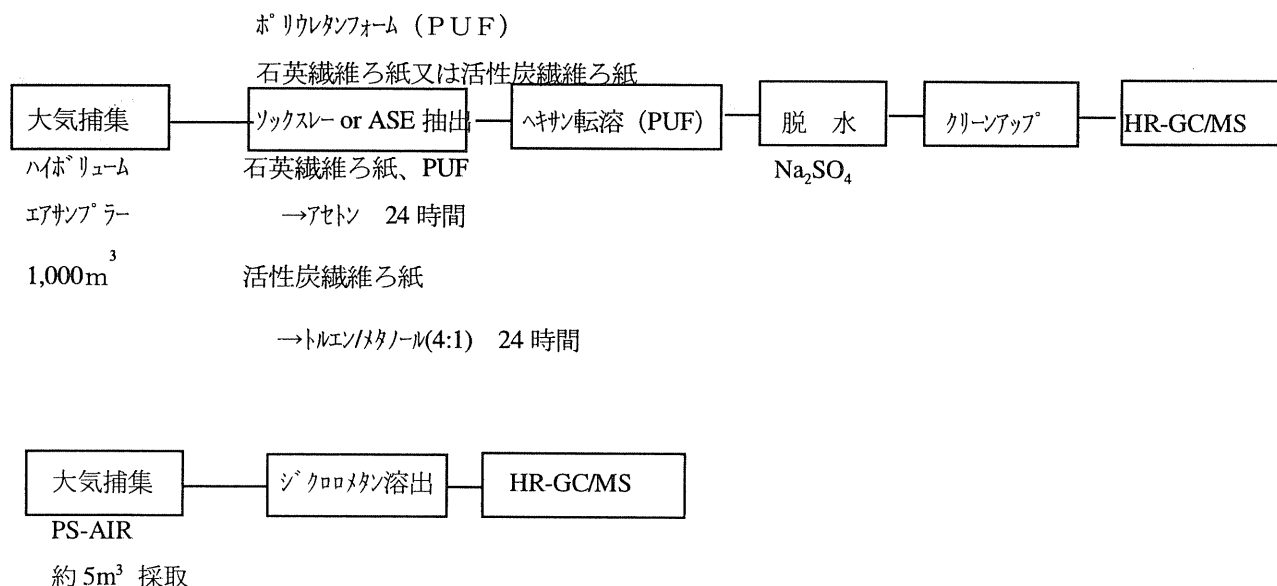
(器具)

ロータリーエバポレーター、分液ロート（300 ml）、ASE300（高速溶媒抽出装置：ダイオネクス製）

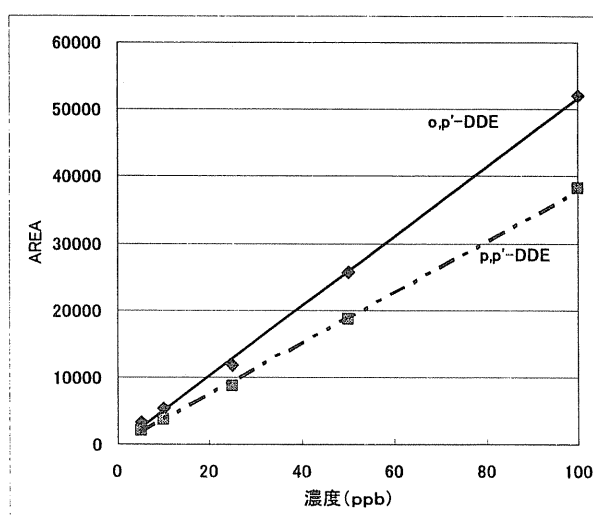
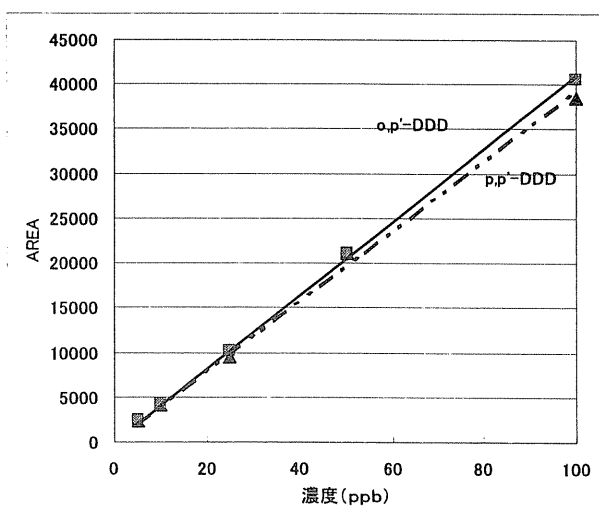
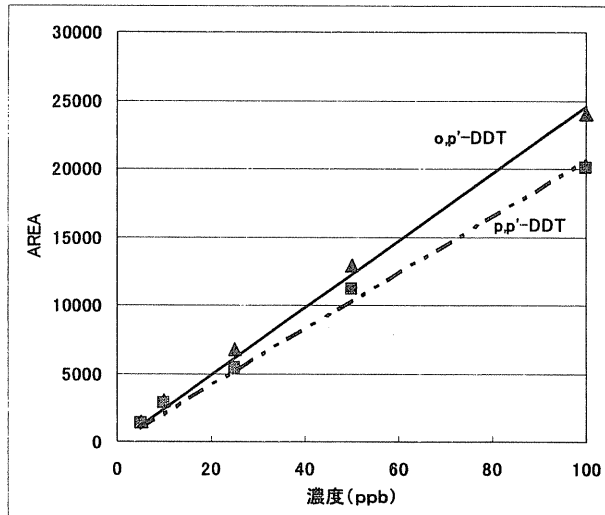
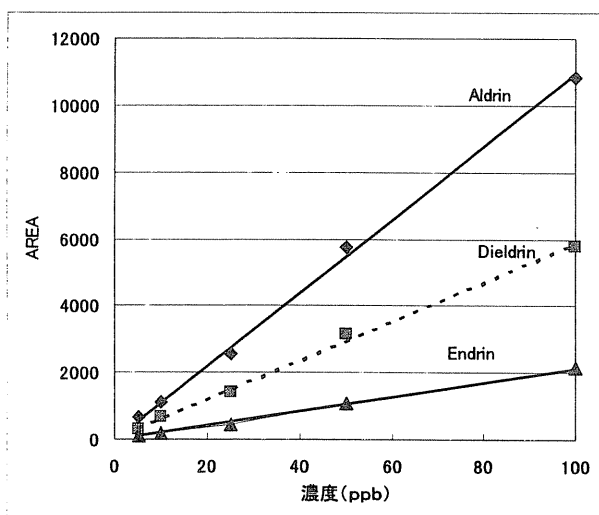
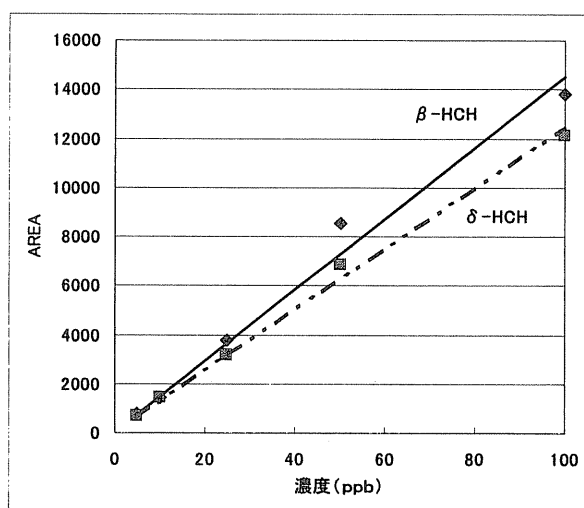
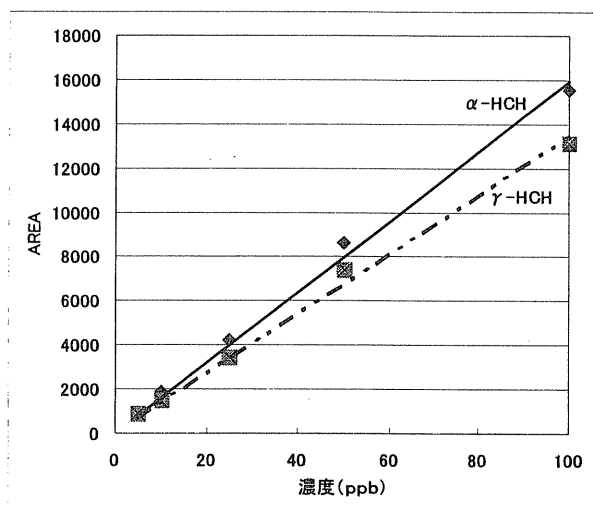
ターボバップ濃縮装置（ザイマーク製）

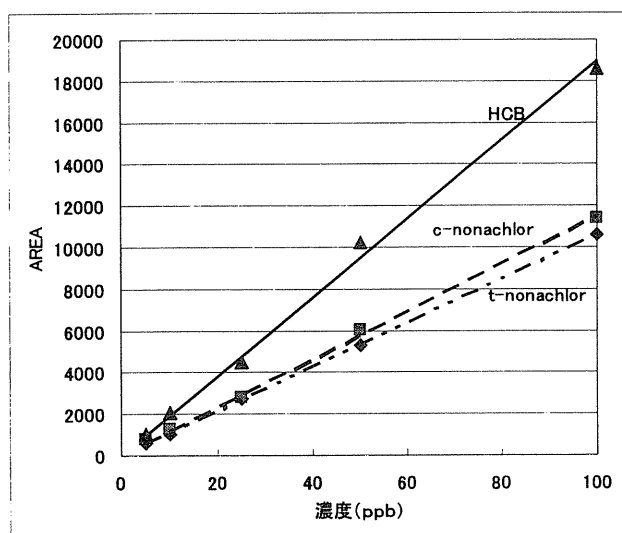
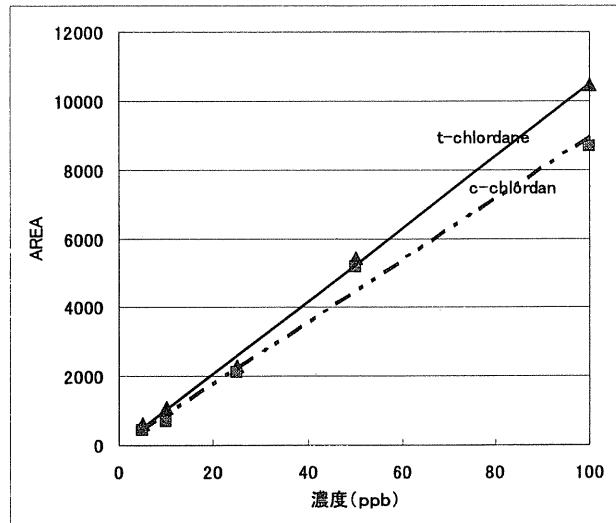
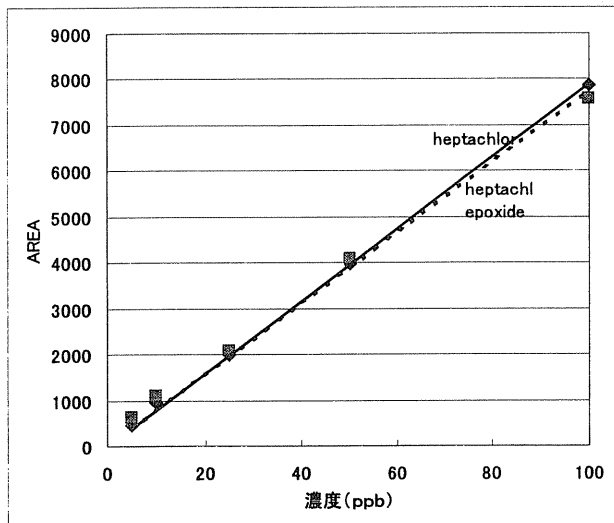
§ 2 解 説

1. 分析法フローチャート

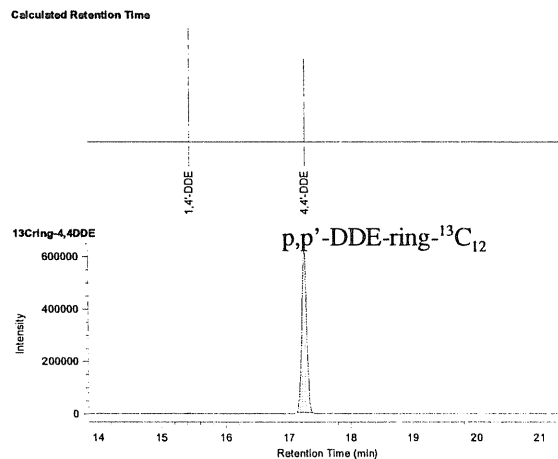
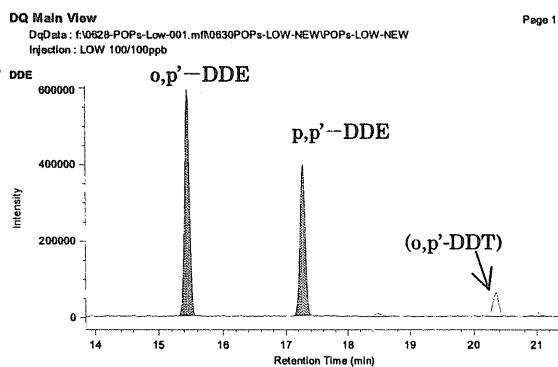
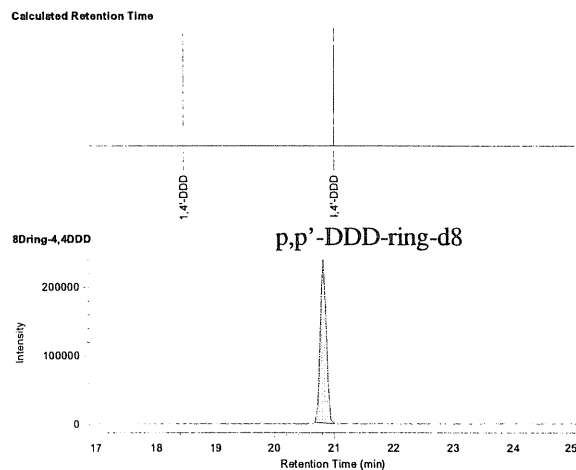
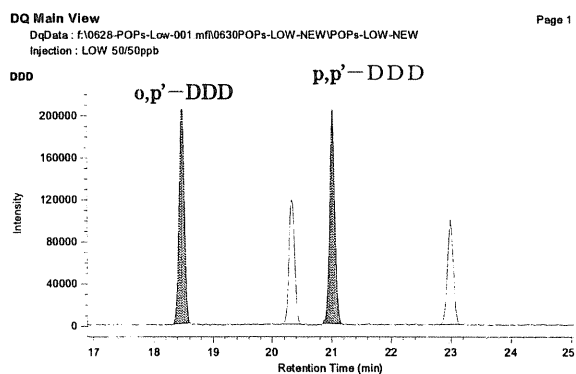
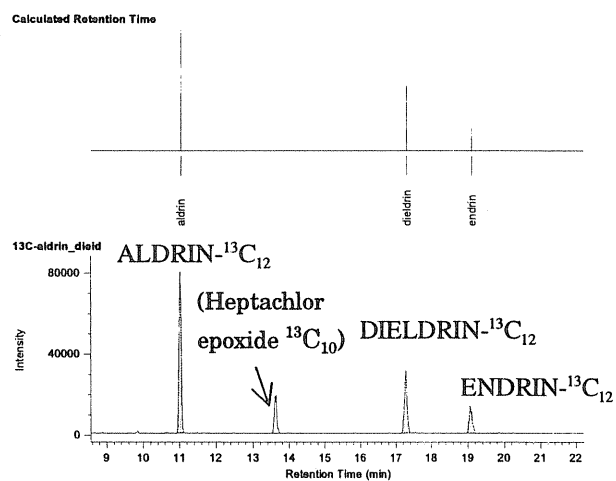
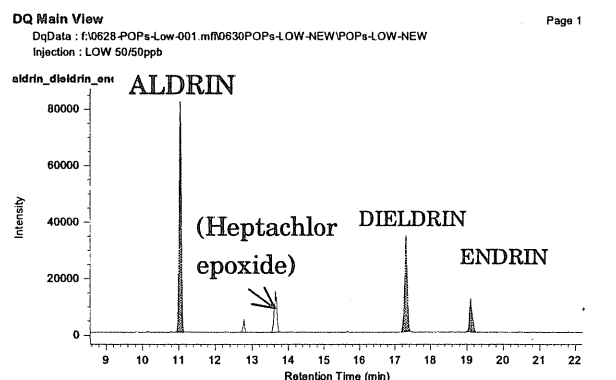
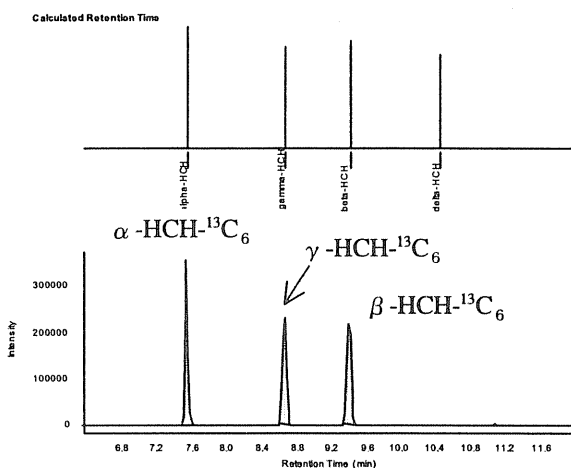
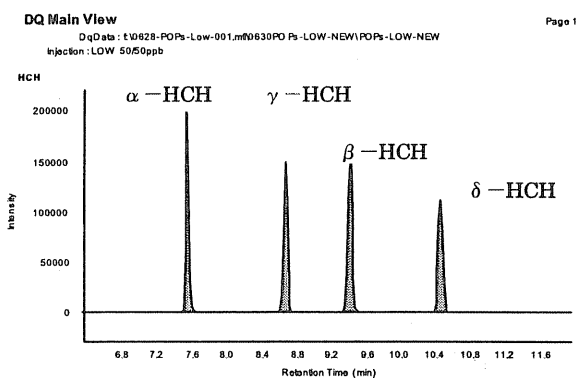


2. 検量線の例





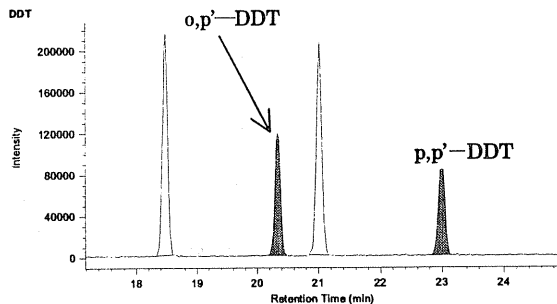
3. SIMクロマトグラム(50ppb標準液:上段:NATIVE, 下段:SURROGATE)



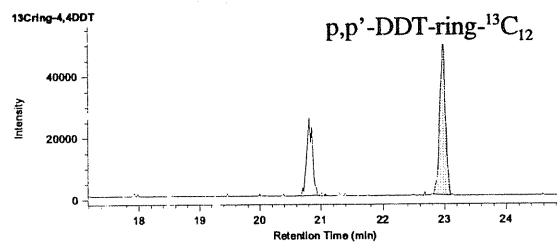
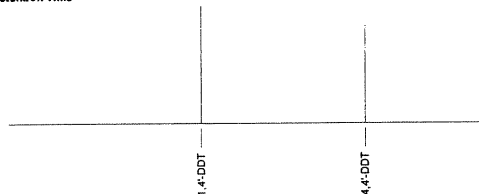
DQ Main View

DqData : f:\0628-POPs-Low-001.m\0630POPs-LOW-NEW\POPs-LOW-NEW
Injection : LOW 50/50ppb

Page 1



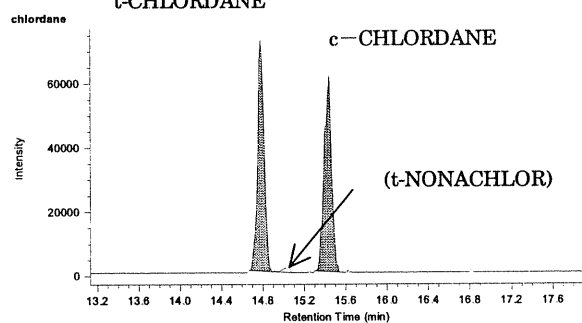
Calculated Retention Time



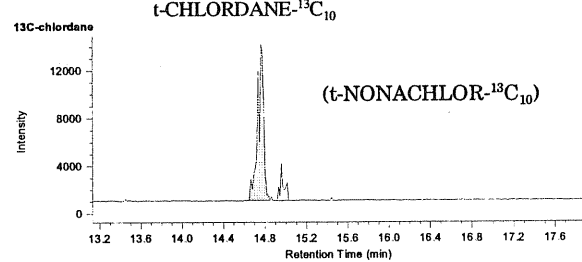
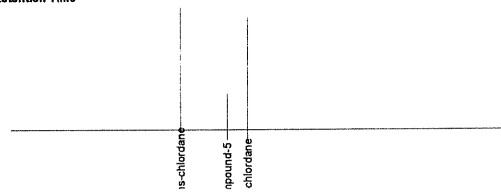
DQ Main View

DqData : f:\0630-POPs-HI-001.m\0630POPs-HI-NEW\0630POPs-HI-NEW
Injection : HI

Page 1



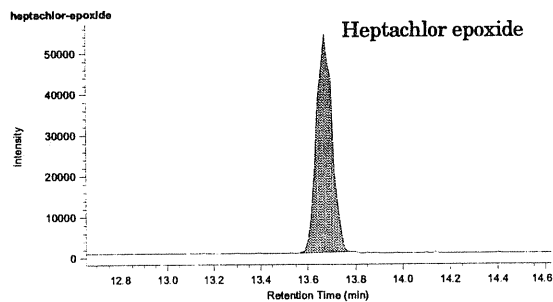
Calculated Retention Time



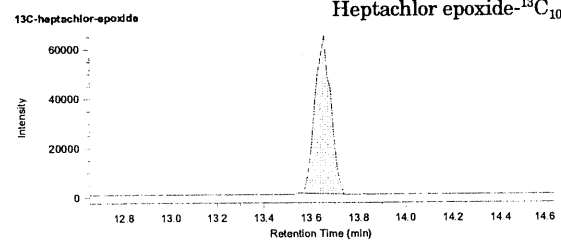
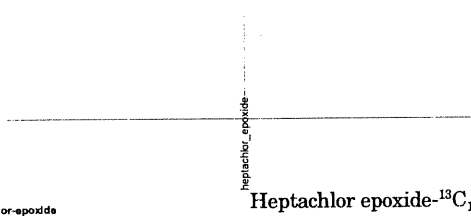
DQ Main View

DqData : f:\0630-POPs-Low-001.m\0630POPs-Low-NEW\0630POPs-Low-NEW
Injection : LOW 50/50ppb

Page 1



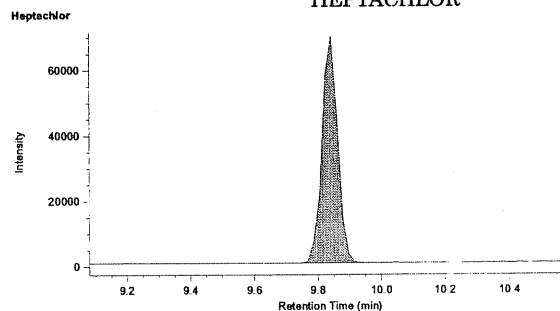
Calculated Retention Time



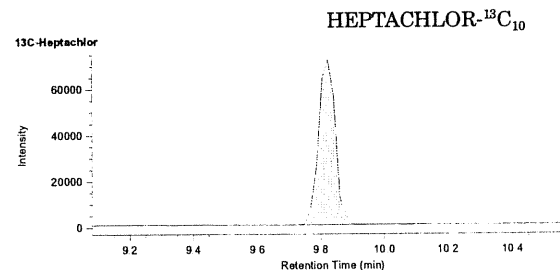
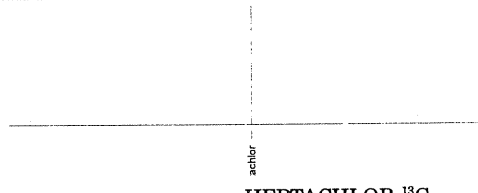
DQ Main View

DqData : f:\0628-POPs-Low-001.m\0630POPs-LOW-NEW\POPs-LOW-NEW
Injection : LOW 50/50ppb

Page 1



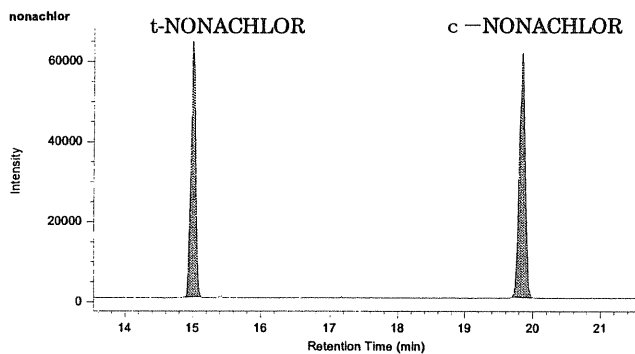
Calculated Retention Time



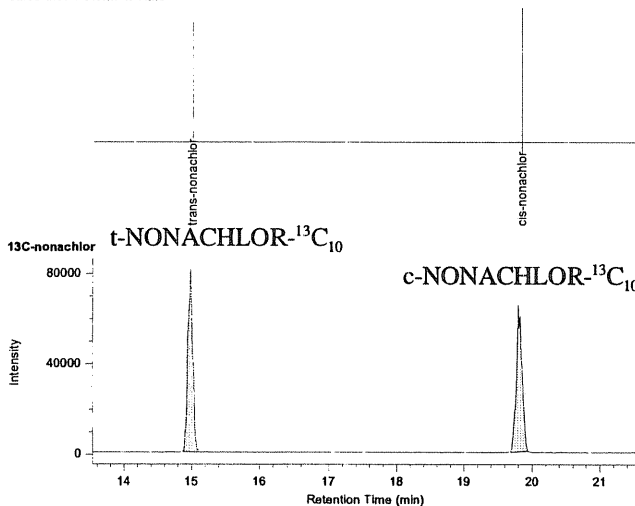
DQ Main View

DqData : f:\0630-POPs-Hi-001.mf\0630POPs-Hi-NEW\0630POPs-Hi-NEW
Injection : HI 50/50ppb

Page 1



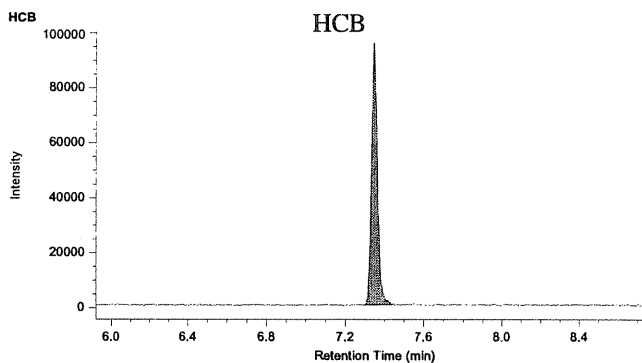
Calculated Retention Time



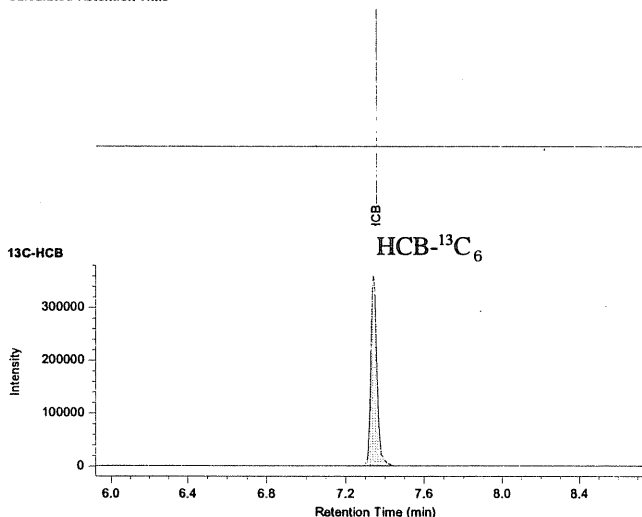
DQ Main View

DqData : f:\0630-POPs-Hi-001.mf\0630POPs-Hi-NEW\0630POPs-Hi-NEW
Injection : HI 50/50ppb

Page 1



Calculated Retention Time

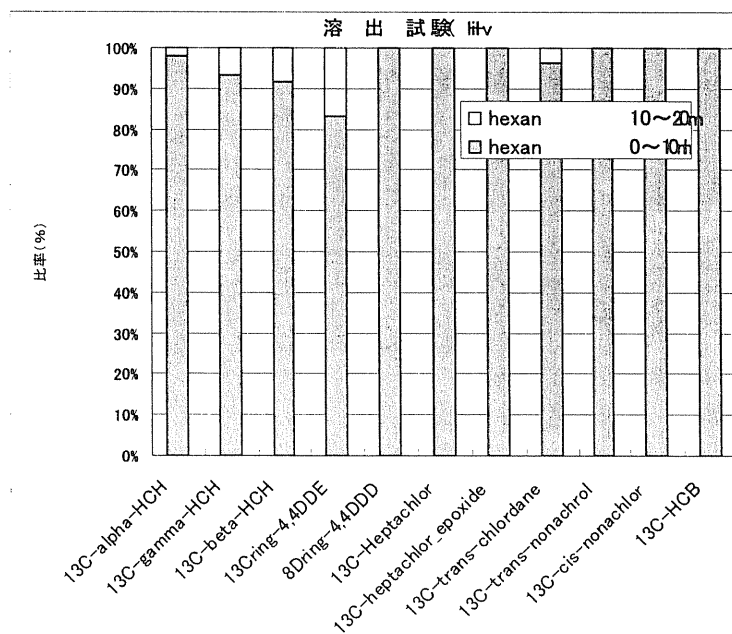


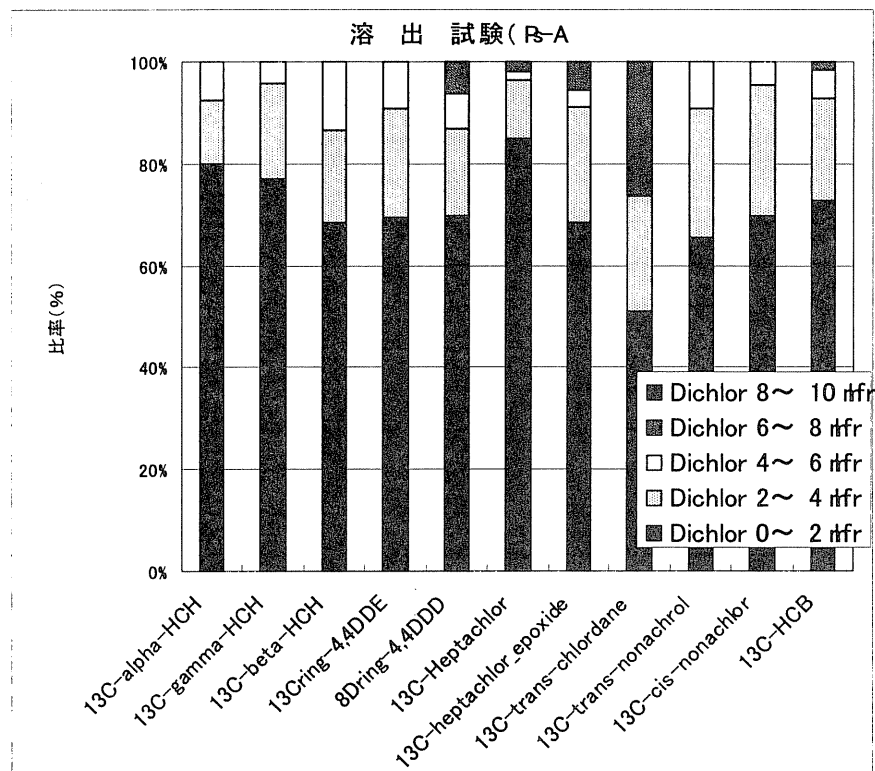
米 () 内はフラグメントを表す。

4. Lc-Si (シリカゲルカラム) 及び固相抽出カラム (Ps-Air) の溶出試験

Hi-vol抽出液については、LC-Si カラムにヘキサン 10 ml を流すことでほとんどが溶出された。

Ps-Air については、ジクロロメタン 6ml までで大部分が溶出され、10ml 以上のフラクションには、溶出が見られなかった。





5. 添加回収率

Hi-vol.で採取した試料は、ヘキサン転溶後の濃縮液 1ml を LC-Si カラムに通して、ヘキサン 20ml で溶出した。Ps-Air についてはジクロロメタン 20ml で溶出した。

ディルドリン、エンドリンのサロゲートについては、質量分析計で安定した充分な感度が得られず、今後の検討課題である。

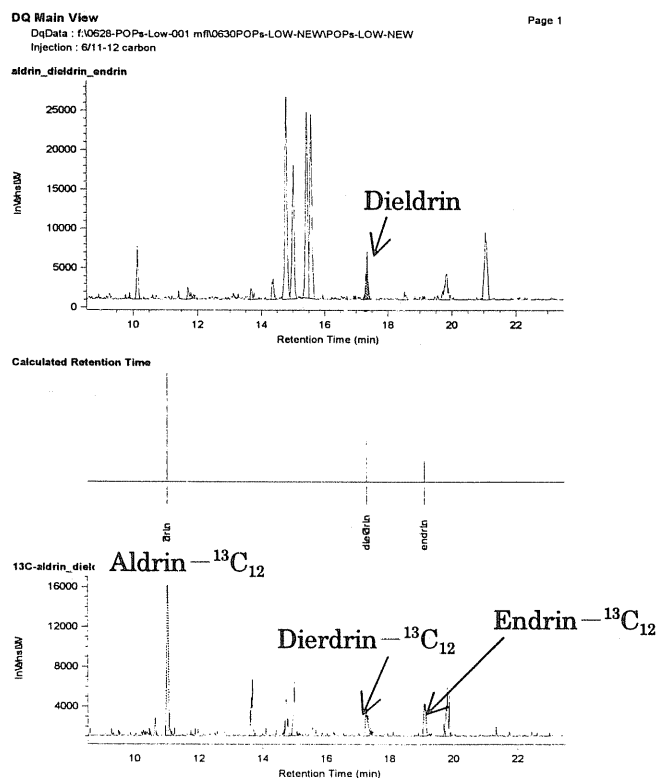
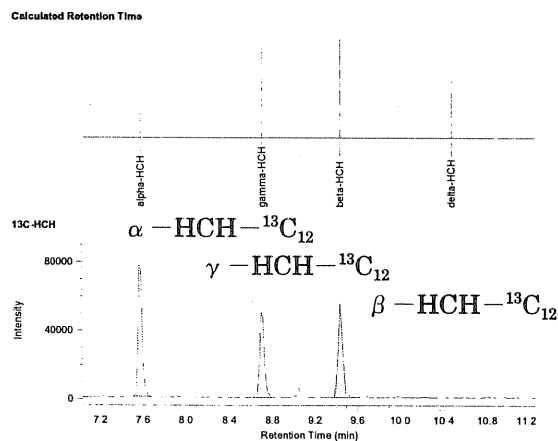
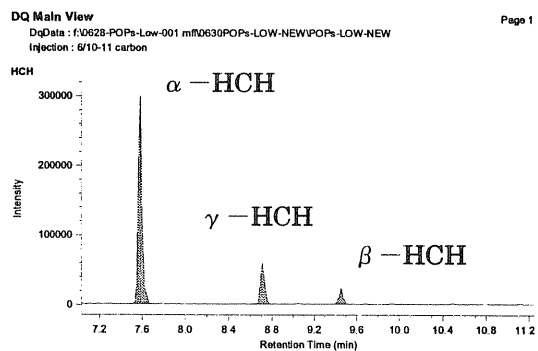
Hi-vol.法において、石英繊維ろ紙及びポリウレタンフォームを用いた場合と活性炭繊維ろ紙及びポリウレタンフォームを用いた場合の比較を行った。サロゲート物質を石英繊維ろ紙と活性炭繊維ろ紙に添加してサロゲート物質の吸着部位を比較した結果、石英繊維ろ紙の場合では、ポリウレタンフォームの方にもサロゲート物質が移行していたが、活性炭繊維ろ紙の場合は、吸着力が強いため、ポリウレタンフォームには移行していないようであった。

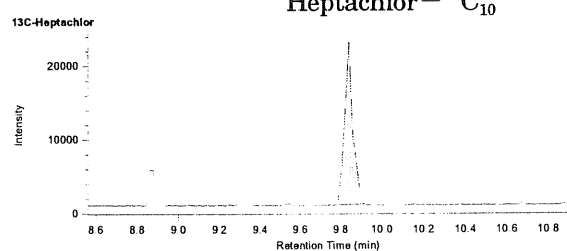
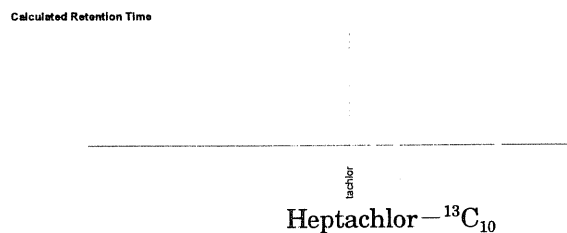
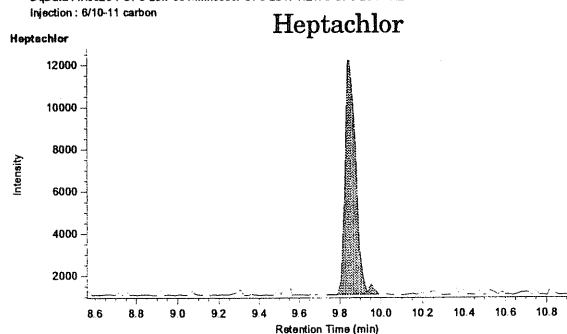
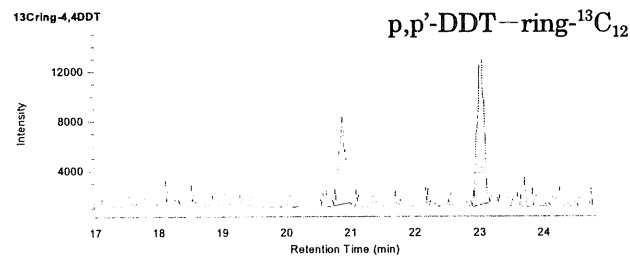
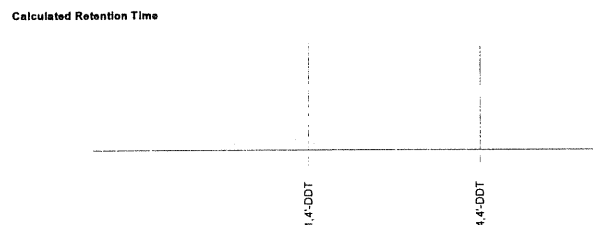
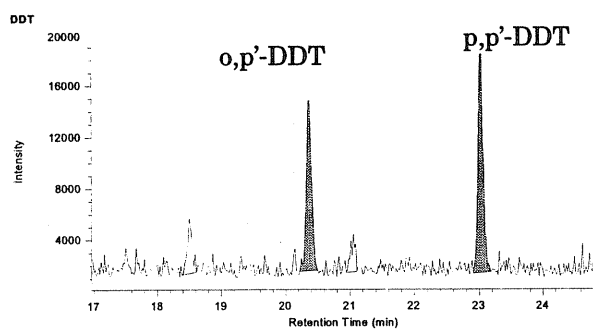
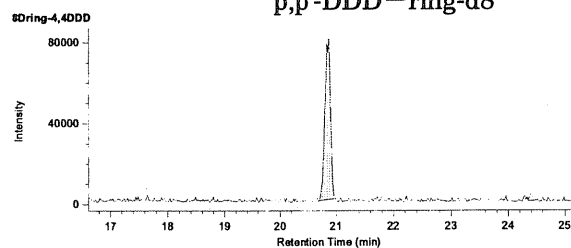
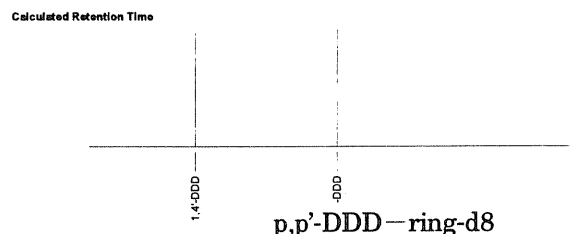
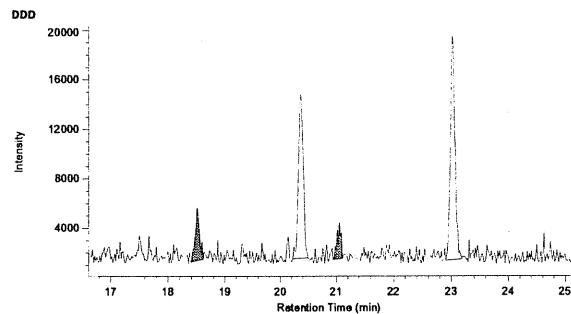
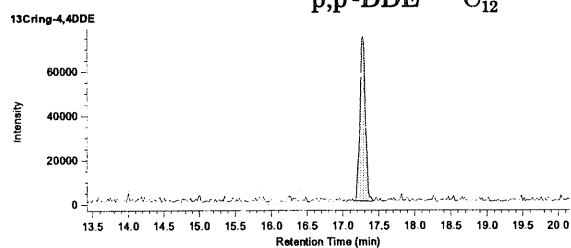
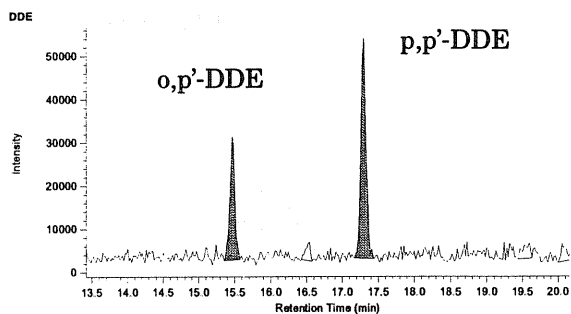
HCB については、石英繊維ろ紙を用いたハイボリュームエアサンプラーでは回収率が 10%程度と低かった。これは高速吸引のため、石英繊維ろ紙及び PUF での吸着が完全になされず、抜けているものと考えられた。活性炭繊維ろ紙では、HCB においても、80%前後の回収率が得られた。従って大気中 HCB については、小流量で充分検出可能であるため、回収率の高い Ps-Air や活性炭繊維ろ紙を用いたハイボリュームエアサンプラーが適している。

下表に Ps-Air と Hi-vol.(活性炭繊維ろ紙使用)で 24 時間採取した場合と、Ps-Air と Low-vol. (活性炭繊維ろ紙、約 2.3 l/min の流量で使用) で 1 週間採取した場合の回収率の例を示した。両者の採取期間において、Ps-Air では吸着能力が高く、前処理過程が濃縮のみであることもあり、サンプリング時からのサロゲート物質の損失は他の方法に比べて少なかった。しかし、大気中濃度測定においては、測定対象物質の大気中での検出量によって、Ps-Air を用いるか、Hi-vol.を用いるか考慮する必要がある。

	回収率 (%)			
	Ps-Air 24hour (N=2)	Hi-vol. carbon 24hour (N=2)	Ps-Air 1week (N=1)	Low-vol. carbon 1week (N=2)
¹³ C ₁₂ -alpha-HCH	78.6	52.3	54.7	31.9
¹³ C ₁₂ -gamma-HCH	76.6	44.2	60.5	28.4
¹³ C ₁₂ -beta-HCH	69.6	43.2	54.0	34.6
¹³ C ₁₂ -aldrin	48.7	46.4	29.9	38.7
¹³ C ₁₂ -dieldrin	92.0	38.4	67.9	45.2
¹³ C ₁₂ -endrin	79.2	65.7	87.2	85.6
¹³ C ₁₂ -ring-4,4DDE	68.2	61.3	64.0	51.4
D ₈ -ring-4,4DDD	68.7	70.4	67.2	44.4
¹³ C ₁₂ -ring-4,4DDT	52.4	52.5	58.2	35.0
¹³ C ₁₂ -Heptachlor	68.2	55.6	78.4	46.8
¹³ C ₁₂ -heptachlor_epoxide	84.2	65.4	70.4	58.8
¹³ C ₁₂ -trans-chlordane	78.1	69.9	66.9	57.8
¹³ C ₁₂ -trans-nonachlor	88.0	75.9	78.2	63.8
¹³ C ₁₂ -cis-nonachlor	96.3	77.4	81.4	57.0
¹³ C ₁₂ -HCB	159.0	83.7	131.9	88.5

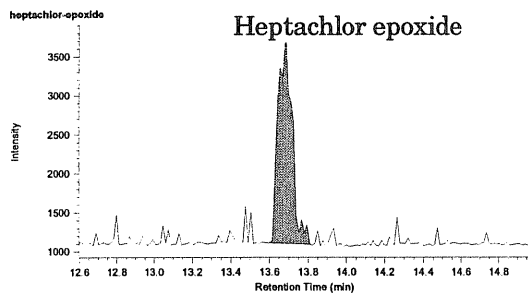
6. 大気試料の分析例（活性炭繊維ろ紙使用）



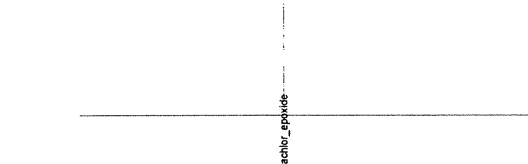


DQ Main View
DqData : f:\0630-POPs-HI-001.m\0630POPs-HI-NEW\0630POPs-HI-NEW
Injection : 6/10-12 carbon

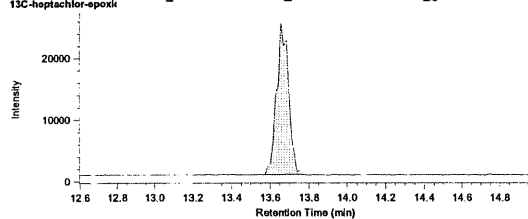
Page 1



Calculated Retention Time

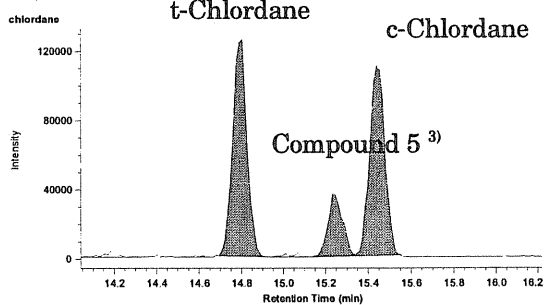


Heptachlor epoxide- $^{13}\text{C}_{10}$

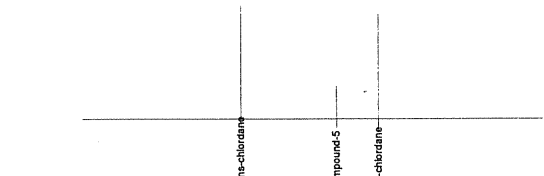


DQ Main View
DqData : f:\0630-POPs-HI-001.m\0630POPs-HI-NEW\0630POPs-HI-NEW
Injection : 6/10-11 carbon

Page 1

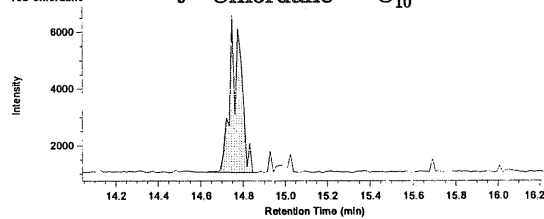


Calculated Retention Time



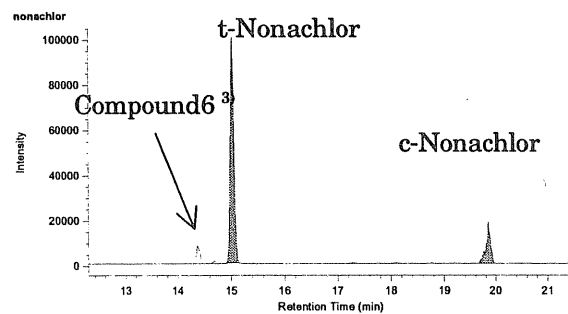
^{13}C -chlordanes

t-Chlordane- $^{13}\text{C}_{10}$

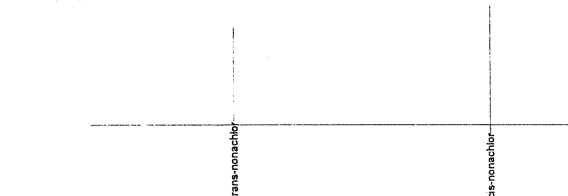


DQ Main View
DqData : f:\0630-POPs-HI-001.m\0630POPs-HI-NEW\0630POPs-HI-NEW
Injection : 6/10-11 carbon

Page 1

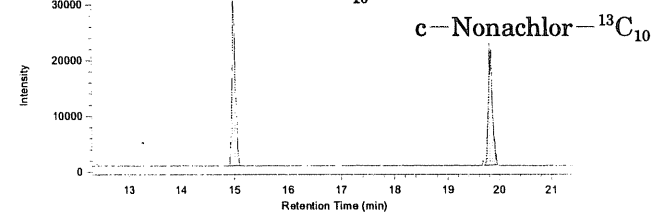


Calculated Retention Time



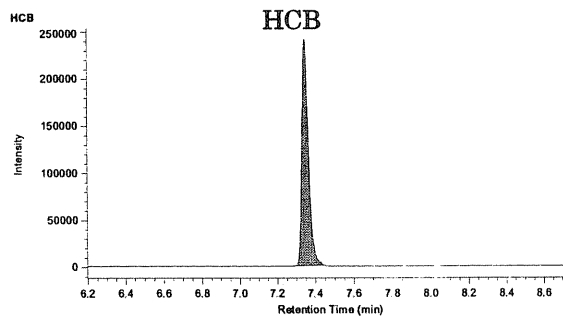
^{13}C -nonschlors

t-Nonachlor- $^{13}\text{C}_{10}$

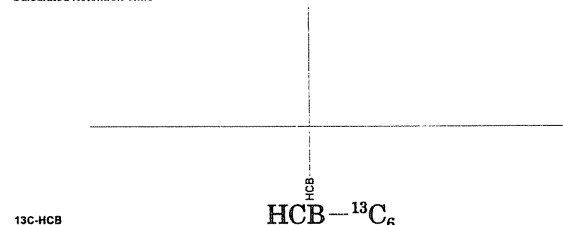


DQ Main View
DqData : f:\0630-POPs-HI-001.m\0630POPs-HI-NEW\0630POPs-HI-NEW
Injection : 6/10-11 carbon

Page 1

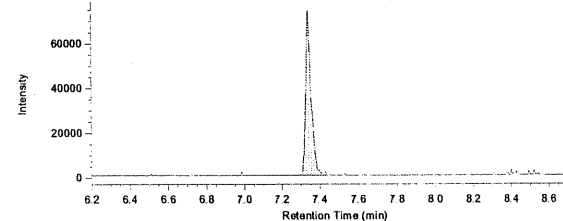


Calculated Retention Time



^{13}C -HCB

HCB- $^{13}\text{C}_6$



7. 測定対象物質の保持時間

Native	retention time	Surrogate	retention time
HCB	7.4	$^{13}\text{C}_6\text{-HCB}$	7.4
$\alpha\text{-HCH}$	7.6	$^{13}\text{C}_{12}\text{-}\alpha\text{-HCH}$	7.6
$\gamma\text{-HCH}$	8.7	$^{13}\text{C}_{12}\text{-}\gamma\text{-HCH}$	8.7
$\beta\text{-HCH}$	9.4	$^{13}\text{C}_{12}\text{-}\beta\text{-HCH}$	9.4
heptachlor	9.8	$^{13}\text{C}_{10}\text{-HEPTACHLOR}$	9.8
$\delta\text{-HCH}$	10.5	$^{13}\text{C}_{12}\text{-ALDRIN}$	11.0
Aldrin	11.0	$^{13}\text{C}_{10}\text{-HEPTACHLOR EPOXIDE}$	13.7
heptachlor epoxide	13.7	$^{13}\text{C}_{10}\text{-trans-chlordane}$	14.8
trans-chlordane	14.8	$^{13}\text{C}_{10}\text{-trans-nonachlor}$	15.0
trans-nonachlor	15.0	RING- $^{13}\text{C}_{12}\text{-p,p'-DDE}$	17.2
cis-chlordane	15.4	$^{13}\text{C}_{12}\text{-DIELDRIN}$	17.3
o,p'-DDE	15.4	$^{13}\text{C}_{12}\text{-ENDRIN}$	19.1
p,p'-DDE	17.3	$^{13}\text{C}_{10}\text{-cis-nonachlor}$	19.8
Dieldrin	17.3	ring- $\text{d}_8\text{-p,p'-DDD}$	20.8
o,p'-DDD	18.5	ring- $^{13}\text{C}_{12}\text{p,p'-DDT}$	23.0
Endrin	19.1		
cis-nonachlor	19.8		
o,p'-DDT	20.3		
p,p'-DDD	21.0		
p,p'-DDT	23.0		

Aldrin、Dieldrin、Endrin と Heptachlor のモニターイオンでは 13.7 分の保持時間に heptachlor epoxide のものと思われるフラグメントイオンが観察された。また、t,c-chlordane のモニターイオンでは 15.0 分と 19.8 分の保持時間にそれぞれ t,c-nonachlor のフラグメントイオン、o,p'-DDE、p,p'-DDE のモニターイオンでは 20.3 分と 23.0 分の保持時間にそれぞれ o,p'-DDT、p,p'-DDT のフラグメントイオンと予想されるピークが観察された。

8. 大気中濃度測定例

	濃度 (ng/m3)					
	Ps-Air 24hour ①	Hi- vol.(carbon) 24hour ①	Ps-Air 24hour ②	Hi- vol.(carbon) 24hour ②	Ps-Air 1week	Low-vol.(carbon) 1week
alpha-HCH	0.17	0.090	0.13	0.092	0.19	0.14
gamma-HCH	N.D.	0.027	N.D.	0.043	0.036	0.065
beta-HCH	N.D.	0.010	N.D.	0.013	N.D.	0.011
delta-HCH	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
aldrin	N.D.	0.017	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
dieldrin	N.D.	N.D.	0.081	0.025	N.D.	0.040
endrin	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
o,o'-DDE	N.D.	0.0022	N.D.	0.0058	N.D.	N.D.
p,p'-DDE	N.D.	0.010	N.D.	0.016	0.042	0.012
o,p'-DDD	N.D.	0.0008	N.D.	0.0010	N.D.	N.D.
p,p'-DDD	N.D.	0.0005	N.D.	0.0010	N.D.	N.D.
o,p'-DDT	N.D.	0.0058	N.D.	0.028	N.D.	0.028
p,p'-DDT	N.D.	0.0082	N.D.	0.019	N.D.	0.020
Heptachlor	0.078	0.011	0.050	0.017	0.060	0.058
heptachlor_epoxide	N.D.	0.0031	N.D.	0.0026	N.D.	0.0029
trans-chlordane	0.15	0.068	0.30	0.15	0.23	0.20
cis-chlordane	0.16	0.077	0.15	0.17	0.23	0.21
trans-nonachlor	0.10	0.066	0.24	0.10	0.22	0.19
cis-nonachlor	N.D.	0.013	0.032	0.017	0.027	0.020
HCB	0.22	0.11	0.21	0.11	0.22	0.21

Ps-Airの採気量5m³程度ではα-HCH、Heptachlor、Chlordane、HCBは検出可能であったが、それ以外については、Hi-vol.を使用する必要があった。

9. 装置検出限界値 (IDL)

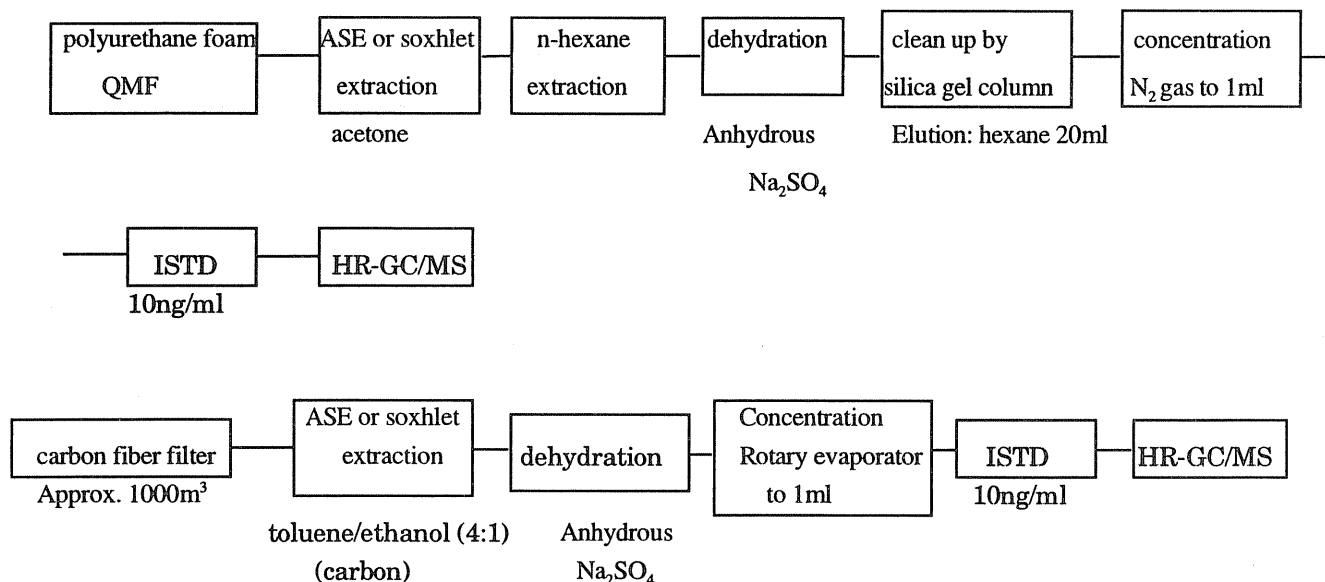
物質名	単位 (ng/ml)									装置注入量1μl, 最終液量Hi-vol1ml, Ps-Air0.1ml, 注入液濃度5ng/ml			
	第1回目	第2回目	第3回目	第4回目	第5回目	第6回目	第7回目	平均	標準偏差	IDL	Hi-vol. IDL試料換 算値 (ng/m3)	Low-vol. (Ps-Air) IDL試料換 算値	
alpha-HCH	4.2	4.1	4.2	4.3	4.8	4.6	4.4	4.4	0.25	0.48	0.00048	0.01	
gamma-HCH	4.8	4.6	5.4	4.4	4.0	5.2	4.8	4.7	0.47	0.91	0.00091	0.02	
beta-HCH	3.5	3.3	5.0	4.6	5.5	4.2	4.5	4.4	0.78	1.5	0.0015	0.03	
delta-HCH	4.5	4.8	5.0	4.8	5.0	5.0	5.0	4.9	0.17	0.33	0.00033	0.01	
aldrin	4.1	4.1	5.1	5.0	4.5	5.1	4.7	4.7	0.43	0.83	0.00083	0.02	
dieldrin	5.7	4.6	4.8	3.0	4.6	5.7	4.7	4.7	0.89	1.7	0.0017	0.03	
endrin	5.8	4.3	4.1	7.0	6.5	7.1	5.7	5.8	1.2	2.3	0.0023	0.05	
o,o'-DDE	4.6	4.3	4.6	4.9	6.3	5.2	4.9	5.0	0.63	1.2	0.0012	0.02	
p,p'-DDE	4.9	3.8	9.0	4.7	2.7	4.9	4.9	5.0	2.0	3.8	0.0038	0.08	
o,p'-DDD	4.7	4.2	5.0	5.9	5.6	5.3	4.9	5.1	0.56	1.1	0.0011	0.02	
p,p'-DDD	5.8	5.6	5.1	5.5	6.0	5.6	5.6	5.6	0.29	0.56	0.00056	0.01	
o,p'-DDT	6.1	5.8	6.0	5.8	6.6	5.7	6.3	6.1	0.33	0.65	0.00065	0.01	
p,p'-DDT	5.5	5.9	5.8	6.5	5.4	5.6	6.2	5.8	0.37	0.72	0.00072	0.01	
Heptachlor	6.5	8.0	6.1	5.7	6.1	6.9	6.6	6.5	0.73	1.4	0.0014	0.03	
heptachlor_epoxide	5.6	6.1	4.8	3.9	4.7	4.7	4.9	5.0	0.72	1.4	0.0014	0.03	
trans-chlordane	6.6	6.0	4.8	4.9	5.7	4.9	5.6	5.5	0.66	1.3	0.0013	0.03	
cis-chlordane	6.0	6.2	5.3	5.4	5.0	4.0	5.3	5.3	0.72	1.4	0.0014	0.03	
trans-nonachlor	7.0	7.3	6.0	6.2	6.0	5.7	6.5	6.4	0.59	1.1	0.0011	0.02	
cis-nonachlor	3.1	3.6	2.8	2.7	3.1	3.0	3.0	3.0	0.29	0.57	0.00057	0.01	
HCB	6.5	7.6	5.9	5.6	6.5	6.4	6.4	6.4	0.62	1.2	0.0012	0.02	

<Abstract>

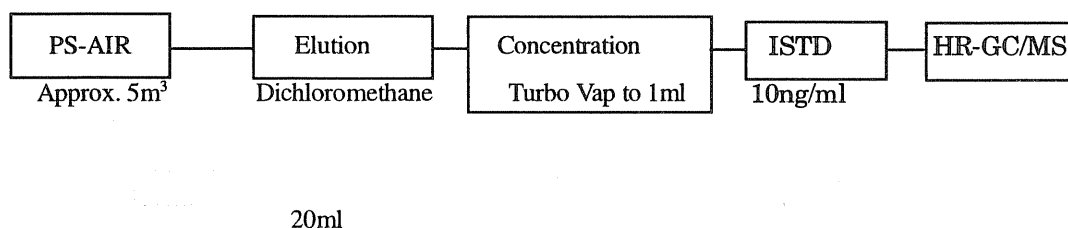
Ambient air was collected by the two sampling method. One is Hi volume air sampler (Hi-vol.) using carbon fiber filter paper and two polyurethane foam (PUF) and the other is Ps Air cartridge(Ps-Air, connected two pieces). The flow rate of Hi-vol. is approx.700L/min for 24 hours, and Ps-Air is approx. 3 to 5L/min for 24 hours.

Each pre-cleaning procedure method is as follows.

[Hi-vol.]



[Low-vol.(Ps-Air)]



参考文献

- 1)水戸部 英子,村山 等,向井 博之,森山 登：活性炭繊維ろ紙捕集－GC/MS 法による大気中の農薬の一斉分析, 環境化学,vol.11,No.3,pp477-489(2001)
- 2) 高速溶媒抽出 (ASE) 法における抽出成分の熱分解についての考察, ダイオネクス ASE レポート
- 3) Nakano,T.,Tsuji.M,and Okuno.T: Distribution of PCDDs,PCDFs and PCBs in the Atmosphere. Atmospheric Environm.,Vol.24(A),1361-1368(1990)

[担当者] 鶴川正寛、松村千里、藤森一男、中野武

〒654-0037 神戸市須磨区行平町3-1-27 兵庫県立健康環境科学研究所 安全科学部