

## 13 高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計(HR-GC/MS)による

### 焼成又は溶融処理された肥料中のダイオキシン類測定法の評価

廣井利明<sup>1</sup>, 白井裕治<sup>1</sup>, 八木寿治<sup>1</sup>

キーワード ダイオキシン類, 焼成汚泥肥料, 鉍さいけい酸質肥料, 熔性りん肥, 高分解能ガスクロマトグラフ質量分析法

#### 1. はじめに

ダイオキシン類は、主に廃棄物の燃焼・焼却等の過程で非意図的に産生される残留性有機汚染物質であり、また、過去に水田除草剤として使用されたPCP及びCNP製剤中に不純物として含まれていた。生体中に摂取されたダイオキシン類は、DNAに対する種々の作用によって発ガン性、催奇形性等の毒性を極めて低用量で示すと考えられている<sup>1)</sup>。ダイオキシン類はその異性体によって毒性が異なることから世界保健機関(WHO)によって毒性等価係数(TEF)が提唱され、ダイオキシン類対策特別措置法においてポリ塩化ジベンゾフラン(以下、「PCDF」という。), ポリ塩化ジベンゾ-パラ-ジオキシン(以下、「PCDD」という。)及びコプラナーポリ塩化ビフェニル(ダイオキシン様PCBとも言い、以下、「DL-PCB」という。)をダイオキシン類と定義している<sup>2)</sup>。

このため、食品、環境試料中のダイオキシン類の測定方法のガイドライン、マニュアル等<sup>3~8)</sup>が公示され、実態調査が行われている。肥料中のダイオキシン類測定法を確立するため、既報によりたい肥及び汚泥肥料中のダイオキシン類の測定には「飼料中のダイオキシン類の定量法暫定ガイドライン」<sup>8)</sup>を適用することができることを報告した<sup>9)</sup>。魚かす粉末、植物性油かす等は飼料と同じマトリックスであり、同ガイドラインが適用できると考えられる<sup>10, 11)</sup>。また、化成品等の無機質肥料については、「ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル」<sup>7)</sup>及び「飼料中のダイオキシン類の定量法暫定ガイドライン」<sup>8)</sup>を参考とした方法が適用できることを報告した<sup>12)</sup>。

本年度は、肥料の種類のうち、まだ検討していない高温での燃焼処理などにより灰化された焼成汚泥肥料等を対象として検討を行った。燃焼灰等の試料中のダイオキシン類を測定する場合は、試料中のアルカリ分の中和と、灰の内部からもダイオキシン類を効率よく抽出する目的でソックスレー抽出等を行う前に塩酸による処理を行う必要がある<sup>13)</sup>。そのため、抽出方法は「JIS K 0311:2005 排ガス中のダイオキシン類の測定方法」<sup>3)</sup>を、抽出後の試料溶液の精製方法は「飼料中のダイオキシン類の定量法暫定ガイドライン」<sup>8)</sup>を参考として、ダイオキシン類の測定を行ったところ、満足する結果が得られたのでその概要を報告する。

#### 2. 材料及び方法

##### 1) 試料

流通している熔成りん肥(2点)、副産複合肥料(パームアッシュ)(2点)、副産石灰肥料、副産苦土肥料、軽量気泡コンクリート粉末肥料、鉍さいけい酸質肥料(2点)、焼成汚泥肥料(2点)、草木灰(2点)、骨灰(2

<sup>1</sup> 独立行政法人農林水産消費安全技術センター肥飼料安全検査部

点), 動物の排せつ物の燃焼灰(2点)及び微粉炭燃焼灰(2点)(計19点)を試験品として採取し, 常温に保管した. 試験品を目開き500 µm(熔成りん肥, 副産石灰肥料, 副産苦土肥料, 軽量気泡コンクリート粉末肥料及び鉍さいけい酸質肥料は212 µm)のふるいを全通するように粉碎して分析用試料を調製した.

## 2) 試薬

- (1) 塩酸は精密分析用試薬を用いた. ヘキサン, トルエン, アセトン, ジクロロメタン, ノナン及び硫酸ナトリウム(無水)はダイオキシン類分析用試薬を用いた.
- (2) シリカゲルはダイオキシン類分析用試薬シリカゲル(Wakogel DX, 和光純薬工業製)を用いた.
- (3) ヘキサン洗浄水: Auto Pure WQ501 及び Milli-Q II で精製した後, ヘキサンで洗浄した.
- (4) PCDD・PCDF 標準液: DFJ-CAL-A(Wellington Laboratories 製)を用いた.
- (5) DL-PCB 標準液: PCB-CVS-JQ(Wellington Laboratories 製)を用いた.
- (6) PCDD・PCDF クリーンアップスパイク用内標準液: DFL-CL-A20(Wellington Laboratories 製)を用いた.
- (7) PCDD・PCDF シリンジスパイク用内標準液: DFJ-SY-A20(Wellington Laboratories 製)を用いた.
- (8) DL-PCB クリーンアップスパイク用内標準液: PCB-LCS-A20(Wellington Laboratories 製)を用いた.
- (9) DL-PCB シリンジスパイク用内標準液: PCB-IS-A20(Wellington Laboratories 製)を用いた.
- (10) 質量校正用標準物質: ペルフルオロケロセン(Lancaster Synthesis 製, 以下「PFK」という.)を80 °Cで揮発させ GC/MS のイオン化室に直接導入した.
- (11) 窒素は高純度窒素ガス(99.999 % 以上)を用いた. ヘリウムは高純度ヘリウムガス(99.999 % 以上)を用いた.

## 3) 装置及び器具

- (1) 高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計  
ガスクロマトグラフ: Hewlett Packard 製 HP6980 Series  
質量分析計: 日本電子製 JMS-700D, 二重収束型
- (2) ガラス繊維ろ紙: 孔径 0.5 µm
- (3) ブフナー漏斗
- (4) ソックスレー抽出装置: 千葉理化ガラス製. 円筒ろ紙に適した大きさのもので, 水分を捕集するための Dean-Stark アダプタ(捕集容量: 約 5 mL)を備えたもの. 受器容量 200 mL.
- (5) 円筒ろ紙: ADVANTEC 製 No.88R(シリカ繊維製) 外径 28 mm, 高さ 100 mm
- (6) KD 管窒素濃縮装置: MORITEX 製 EVAN-k
- (7) ロータリーエバポレーター: BÜCHI 製 Rotavapor R-114
- (8) 振とう機: タイテック製 レシプロシェーカー SR-2w
- (9) 多層シリカゲルカラム: SUPELCO 製多層シリカゲルカラム(カラム管(内径 15 mm)にシリカゲル 0.9 g, 2 % 水酸化カリウム被覆シリカゲル 3 g, シリカゲル 0.9 g, 44 % 硫酸被覆シリカゲル 4.5 g, 22 % 硫酸被覆シリカゲル 6 g, シリカゲル 0.9 g 及び 10 % 硝酸銀被覆シリカゲル 3 g を順次乾式で充てんされたもの.)にシリカゲル 2 g 及び硫酸ナトリウム(無水)6 g を順次乾式で充てんした.
- (10) 活性炭シリカゲルリバーカラム: 関東化学製活性炭分散シリカゲルリバーカラム

#### 4) 測定方法

測定方法の概要を図 1 に示した。

##### (1) 塩酸処理及びクリーンアップスパイク添加

分析試料 10.0 g を量ってトールビーカー 200 mL に入れ、マイクロシリンジを用いて PCDD・PCDF クリーンアップスパイク用内標準液 20  $\mu$ L 及び DL-PCB クリーンアップスパイク用内標準液 20  $\mu$ L を分析試料に加えた後、2 mol/L 塩酸 100 mL を加え、時々かき混ぜながら発泡を確認しつつ約 1 時間放置し、更に塩酸を加えても発泡がないことを確認した。次に孔径 0.5  $\mu$ m のガラス繊維ろ紙を用いてブフナー漏斗でろ過し、ヘキサン洗浄水で十分に洗浄後、更に少量のアセトンで洗浄して水分を除き風乾した残さを (2) 抽出 1 に供する試料とした。ろ液は (3) 抽出 2 に供した。

##### (2) 抽出 1 (ソックスレー抽出)

塩酸処理によりろ別した残さをガラス繊維ろ紙とともに円筒ろ紙に入れ、その上にガラスウールを軽く押さえるようにして入れた。これをソックスレー抽出管に入れ、トルエン約 150 mL を入れた受器に連結し、16 時間ソックスレー抽出した。

受器に得られた抽出液を 40  $^{\circ}$ C 以下の水浴上でほとんど乾固するまで濃縮した後、ヘキサン約 5 mL を加えた。

##### (3) 抽出 2 (ジクロロメタン抽出)

塩酸処理したろ液を 300 mL 分液漏斗に移し、ジクロロメタン 30 mL を加え、振とう幅約 5 cm、毎分 100 回以上で約 20 分間振り混ぜて抽出した。この抽出を 3 回行い、抽出液を合わせて硫酸ナトリウム(無水)を用いて脱水し、抽出 1 のソックスレー抽出液と合わせ、(4) 精製 1 に供する試料溶液とした。

##### (4) 精製 1 (多層シリカゲルカラムクロマトグラフィー)

ヘキサン 150 mL を多層シリカゲルカラムに加え、ヘキサンの液面が充てん剤の上面に達するまで流下させて多層シリカゲルカラムを調製した。

なす形フラスコ 300 mL を多層シリカゲルカラムの下に置き、試料溶液を多層シリカゲルカラムに加え、液面が充てん剤の上面に達するまで流下させた。容器をヘキサン 5 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を多層シリカゲルカラムに加え、液面が充てん剤の上面に達するまで流下させた。更にヘキサン約 200 mL を多層シリカゲルカラムに加え、ダイオキシン類を毎秒 1 滴程度の流速で溶出させた。溶出液を 40  $^{\circ}$ C 以下の水浴上で 0.5 mL 程度まで減圧濃縮し、(5) 精製 2 に供する試料溶液とした。

##### (5) 精製 2 (活性炭シリカゲルリバーサカラムクロマトグラフィー)

試料溶液を活性炭シリカゲルリバーサカラムに加えた。容器をヘキサン 0.5 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を同カラムに加えた。15 分間放置した後、ヘキサン 60 mL を同カラムに加え、毎秒 1 滴程度の流速で流下させた。

液面が充てん剤の上端に達した時に、なす形フラスコ 100 mL を活性炭シリカゲルリバーサカラムの下に置き、ヘキサン—ジクロロメタン (3+1) 50 mL を同カラムに加え、毎秒 1 滴程度の流速でモノオルト DL-PCBs を溶出し、溶出画分 A の試料溶液とした。

液面が充てん剤の上端に達した時に、活性炭シリカゲルリバーサカラムを反転し、新たに 100 mL のなす形フラスコを同カラムの下に置き、トルエン 50 mL を同カラムに加え、毎秒 1 滴程度の流速でノンオルト

DL-PCBs, PCDDs 及び PCDFs を溶出し、溶出画分 B の試料溶液とした。

(6) 濃縮及びシリンジスパイク添加

溶出画分 A 及び溶出画分 B の試料溶液を 1 mL 以下に減圧濃縮 (40 °C) し、それぞれのクデルナ・ダニッシュ (以下「KD」とする) 濃縮器に移し、容器をヘキサン 1~2 mL で数回洗浄し、洗液を KD 濃縮器に合わせた。更にノナン 30~50 µL を加えた後、窒素気流下で 20 µL まで濃縮した。

DL-PCB シリンジスパイク用内標準液 20 µL を溶出画分 A 及び溶出画分 B の濃縮液に、また、PCDD・PCDF シリンジスパイク用内標準液 20 µL を溶出画分 B の濃縮液にそれぞれマイクロシリンジで加えた。ヘキサン 0.2~0.3 mL でそれぞれの KD 濃縮器の壁を洗い、窒素気流下で 20 µL まで濃縮した。ノナン 80 µL を溶出画分 A の濃縮液に、また、ノナン 20 µL を溶出画分 B の濃縮液にそれぞれ加え、GC/MS に供する各試料溶液とした。

(7) ガスクロマトグラフ質量分析

ガスクロマトグラフ質量分析の測定条件は、既報<sup>12)</sup>と同様の条件で行った。

(8) データ解析

検量線の作成、回収率の確認、定量、毒性等量への換算については、既報<sup>12)</sup>と同様に解析を行った。

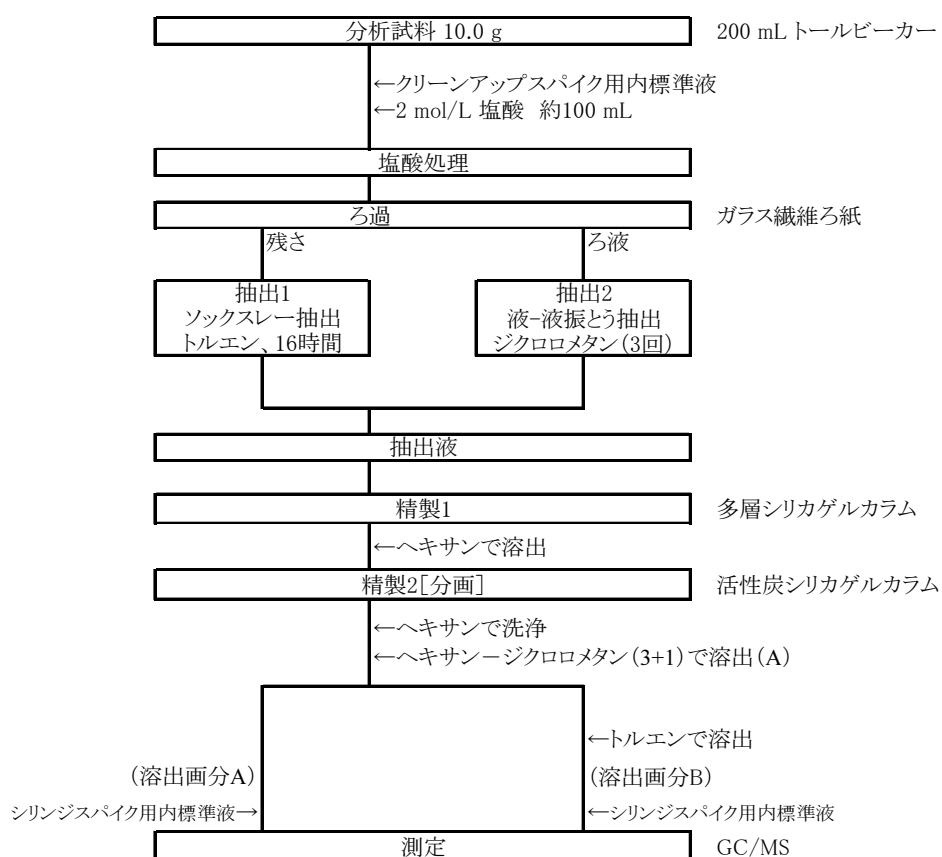


図1 焼成汚泥肥料等中のダイオキシン類測定法の手順

### 3. 結果及び考察

#### 1) クリーンアップスパイク用内標準液の添加位置の確認

「JIS K 0311:2005 排ガス中のダイオキシン類の測定方法」<sup>3)</sup>では、有機溶媒での抽出操作前にクリーンアップスパイク用内標準液を添加することとされているが、抽出前に塩酸処理を行う場合については、その前後どちらで添加するかについては明確には記載されていない。そのため、クリーンアップスパイク用内標準液をどの段階で添加すべきか確認するため、次の検討を行った。

2. 1)で調製した試料のうち、焼成汚泥肥料及び骨灰各1点を用いて、塩酸処理の前に分析試料に直接、クリーンアップスパイク用内標準液を添加した場合(添加①)、塩酸処理-ろ過後の残さ及びろ液それぞれに添加した場合(添加②)、トルエン及びジクロロメタンによる各抽出操作後に混合した試料溶液に添加した場合(添加③)について、それぞれの試料溶液についてダイオキシン類の測定を行った。また、塩酸処理後の残さ及びろ液中のダイオキシン類の挙動を確認するため、添加②については、残さ及びろ液それぞれにクリーンアップスパイク用内標準液を添加し、その後、それぞれの抽出液を2分割することで、残さのみからの抽出液(添加②-残さ)、ろ液のみからの抽出液(添加②-ろ液)及びその二つを合わせた抽出液(添加②-混合)の3種類について測定を行った(図2)。

ダイオキシン類の測定値及びPCDD+PCDF毒性等量、DL-PCB毒性等量及び総毒性等量を算出した結果を表5に、クリーンアップスパイク用内標準物質の回収率を表6に示した。

焼成汚泥肥料及び骨灰ともに、「添加②-残さ」と「添加②-ろ液」の測定値を合計すると「添加②-混合」の測定値とほぼ一致した。「添加②-ろ液」では、PCDDは検出されず、一部のDL-PCBは検出された。このことから、塩酸処理後のろ過においては、ほとんどのPCDD及びPCDFが残さ中に存在していると考えられた。

どの添加位置の試料溶液についても、ダイオキシン類の測定値はほぼ同程度であり、クリーンアップスパイク用内標準物質の回収率は、54~118%と、「ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル」<sup>7)</sup>の精度管理基準の要求(50%以上120%以下)を満たすものであった。

この結果から、クリーンアップスパイク用内標準物質は、検討を行ったどの添加位置でも測定結果には影響しないと考えられるが、前処理操作全体の結果を確認するという観点から、添加①の塩酸処理の前に試料に添加することとした。

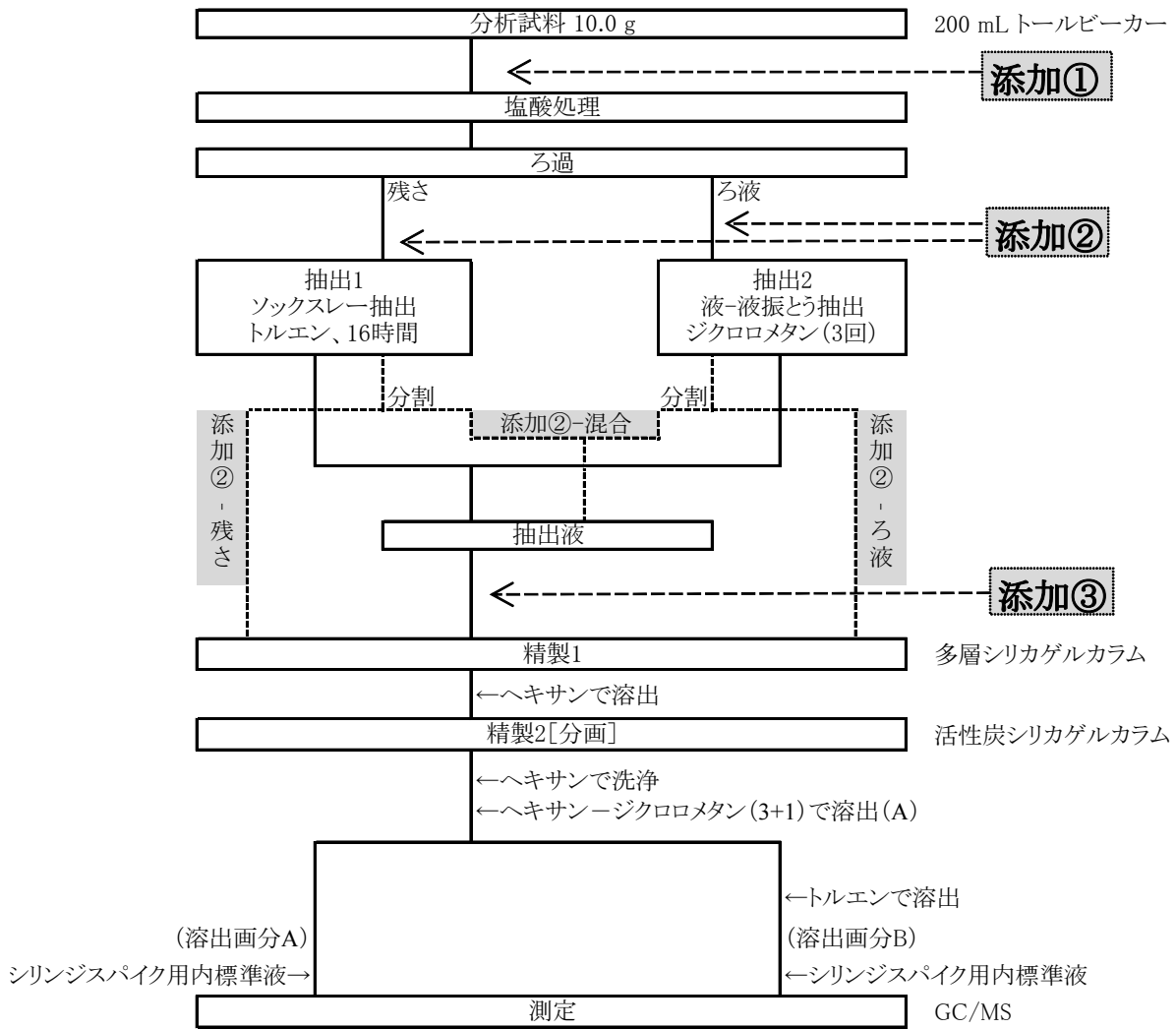


図2 クリーンアップスパイク用内標準液の添加位置

表5 クリーンアップスパイク用内標準液の各添加位置におけるダイオキシン類の測定値(pg/g)

	焼成汚泥肥料					骨灰				
	添加 ①	添加 ② -残さ	添加 ② -ろ液	添加 ② -混合	添加 ③	添加 ①	添加 ② -残さ	添加 ② -ろ液	添加 ② -混合	添加 ③
PCDDs										
2,3,7,8- TeCDD	0.4 <sup>1)</sup>	0.3 <sup>1)</sup>	N.D.	0.4 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8- PeCDD	0.9 <sup>1)</sup>	1.2	N.D.	0.9 <sup>1)</sup>	1.0	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,7,8- HxCDD	1.1 <sup>1)</sup>	0.9 <sup>1)</sup>	N.D.	1.0 <sup>1)</sup>	0.9 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,6,7,8- HxCDD	1.9 <sup>1)</sup>	2.0	N.D.	1.9 <sup>1)</sup>	1.8 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8,9- HxCDD	1.9 <sup>1)</sup>	1.8 <sup>1)</sup>	N.D.	1.8 <sup>1)</sup>	1.7 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8- HpCDD	14	12	N.D.	12	13	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8,9- OCDD	26	22	N.D.	23	22	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
TeCDDs	51	47	N.D.	45	46	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
PeCDDs	43	38	N.D.	38	40	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
HxCDDs	80	70	N.D.	64	65	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
HpCDDs	33	29	N.D.	29	30	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
PCDFs										
2,3,7,8- TeCDF	0.7 <sup>1)</sup>	0.6 <sup>1)</sup>	N.D.	0.7 <sup>1)</sup>	0.7 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8- PeCDF	0.8 <sup>1)</sup>	0.7 <sup>1)</sup>	N.D.	0.6 <sup>1)</sup>	0.7 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2,3,4,7,8- PeCDF	1.3	1.1	N.D.	1.1	1.0	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,7,8- HxCDF	1.7 <sup>1)</sup>	1.8 <sup>1)</sup>	N.D.	1.6 <sup>1)</sup>	1.7 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,6,7,8- HxCDF	1.6 <sup>1)</sup>	1.5 <sup>1)</sup>	N.D.	1.3 <sup>1)</sup>	1.5 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8,9- HxCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2,3,4,6,7,8- HxCDF	1.8 <sup>1)</sup>	1.6 <sup>1)</sup>	N.D.	1.6 <sup>1)</sup>	1.8 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8- HpCDF	7.6	7.0	N.D.	6.7	8.0	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,7,8,9- HpCDF	1.1 <sup>1)</sup>	0.8 <sup>1)</sup>	N.D.	1.0 <sup>1)</sup>	1.0 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8,9- OCDF	7.0	6.5	N.D.	6.0	7.0	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
TeCDFs	10	13	N.D.	8.6	10	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
HpCDFs	7.6	10	N.D.	6.7	8.0	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
ナンオルトDL-PCBs										
3,3',4,4'- TeCB (#77)	11	10	N.D.	10	11	100	65	14	76	82
3,4,4',5'- TeCB (#81)	1.3 <sup>1)</sup>	0.9 <sup>1)</sup>	N.D.	1.1 <sup>1)</sup>	1.2 <sup>1)</sup>	8.1	4.7	1.3 <sup>1)</sup>	6.3	6.1
3,3',4,4',5'- PeCB (#126)	1.1 <sup>1)</sup>	1.0 <sup>1)</sup>	N.D.	0.9 <sup>1)</sup>	1.0 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
3,3',4,4',5,5'- HxCB (#169)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
モノオルトDL-PCBs										
2,3,3',4,4'- PeCB (#105)	17	11	3	14	18	100	27	50	77	100
2,3,4,4',5'- PeCB (#114)	1.1 <sup>1)</sup>	0.7 <sup>1)</sup>	N.D.	1.1 <sup>1)</sup>	2.1	22	N.D.	7	8.6	13
2,3',4,4',5'- PeCB (#118)	40	24	9	33	40	250	80	120	210	260
2',3,4,4',5'- PeCB (#123)	1.4 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	0.7 <sup>1)</sup>	1.3 <sup>1)</sup>	11	N.D.	7.0	9.3	11
2,3,3',4,4',5'- HxCB (#156)	2.1	1.3 <sup>1)</sup>	N.D.	1.5	2.1	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.0
2,3,3',4,4',5'- HxCB (#157)	0.7 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D. <sup>1)</sup>	N.D. <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2,3',4,4',5,5'- HxCB (#167)	0.7 <sup>1)</sup>	0.4 <sup>1)</sup>	N.D.	0.6 <sup>1)</sup>	0.7 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.7 <sup>1)</sup>
2,3,3',4,4',5,5'- HpCB (#189)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
毒性等量 <sup>2)</sup>										
PCDDs+PCDFs (TEQ)	0.608	1.909	0.000	0.519	0.522	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
DL-PCBs (TEQ)	0.003	0.002	0.000	0.002	0.003	0.024	0.012	0.007	0.019	0.022
総計 (TEQ)	0.611	1.911	0.000	0.521	0.525	0.024	0.012	0.007	0.019	0.022

1) 検出下限 (LOD) 以上定量下限 (LOQ) 未満の測定値

2) 定量下限未満の測定値の異性体の毒性等量は0として算出した。

表6 各添加位置におけるクリーンアップスパイク用内標準液の回収率(%)

	焼成汚泥肥料					骨灰				
	添加 ①	添加 ② -残さ	添加 ② -ろ液	添加 ② -混合	添加 ③	添加 ①	添加 ② -残さ	添加 ② -ろ液	添加 ② -混合	添加 ③
異性体										
(PCDD)										
2,3,7,8-TeCDD	73	66	70	71	77	64	70	65	75	72
1,2,3,7,8-PeCDD	94	98	91	98	96	83	92	94	94	93
1,2,3,4,7,8-HxCDD	66	77	68	77	82	68	74	75	77	81
1,2,3,6,7,8-HxCDD	85	89	83	89	92	81	89	87	88	95
1,2,3,7,8,9-HxCDD	80	85	80	88	90	78	86	85	86	90
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	82	88	85	91	91	80	94	88	93	90
1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD	77	89	82	87	88	77	84	85	91	87
(PCDF)										
2,3,7,8-TeCDF	85	71	83	83	83	71	85	76	84	80
1,2,3,7,8-PeCDF	100	98	100	105	101	87	105	92	100	96
2,3,4,7,8-PeCDF	103	97	104	103	105	88	106	99	99	97
1,2,3,4,7,8-HxCDF	70	71	68	74	75	64	73	71	76	78
1,2,3,6,7,8-HxCDF	81	80	79	82	86	72	85	76	81	87
1,2,3,7,8,9-HxCDF	78	82	81	90	88	76	84	81	82	88
2,3,4,6,7,8-HxCDF	81	88	85	84	88	76	86	86	84	88
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	89	90	90	94	92	83	96	89	93	93
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	81	87	86	88	89	80	85	88	90	89
1,2,3,4,6,7,8,9-OCDF	80	85	88	85	87	77	84	82	90	87
(ノンオルト DL-PCB)										
3,3',4,4'-TeCB(#77)	91	89	88	82	93	81	67	80	89	80
3,4,4',5'-TeCB(#81)	90	89	81	81	90	79	70	74	88	81
3,3',4,4',5'-PeCB(#126)	113	117	118	109	108	103	99	103	108	99
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	109	118	115	104	111	100	107	107	106	103
(モノオルトDL-PCB)										
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	106	82	103	116	116	70	97	76	105	93
2,3,4,4',5'-PeCB(#114)	88	71	86	103	82	58	86	72	54	57
2,3',4,4',5'-PeCB(#118)	103	74	93	111	114	60	91	76	97	76
2',3,4,4',5'-PeCB(#123)	103	72	93	107	110	58	93	74	83	56
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#156)	89	79	92	94	93	78	86	76	89	92
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	93	80	100	92	96	86	89	77	88	100
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	106	86	107	108	113	97	100	83	107	114
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	100	87	119	94	94	85	97	88	91	102

## 2) 焼成汚泥肥料等への適用性の確認

2. 1)で調製した分析用試料(焼成汚泥肥料等 19点)について、本法に従って前処理してダイオキシン類を測定し、PCDD+PCDF 毒性等量、DL-PCB 毒性等量及び総毒性等量を算出した結果を表7に示した。いずれの試料においても、ロックマスモニターの乱れ並びにネイティブのダイオキシン類及び内標準物質の測定を妨害するピークは認められなかった。ただし、熔成りん肥については、2. 4) (1)の塩酸処理を行ったところ、熔成りん肥中のけい酸と塩酸が反応しゲル化してしまい、ろ過操作ができなかった。このことから、塩酸処理による試料溶液の調製は適用できないことが判明した。

「ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル」<sup>7)</sup>の精度管理に従って、鉍さいけい酸質肥料及び焼成汚泥肥料について併行試験を実施した。その結果、同マニュアルの目標定量下限以上の測定値は、鉍さいけい酸質肥料において3異性体、焼成汚泥肥料において11異性体検出された。その個々の測定値の平均値に対する割合(%)=測定値1又は測定値2/(測定値1+測定値2)/2)×100は平均値の±0 ~25%以内であり、同マニュアルの精度管理基準の要求(±30%以内)を満たしていた。

また、クリーンアップスパイク用内標準物質の回収率を表8に示した。それらの回収率の範囲は熔成りん



肥を除いて 51~117 % であり、同マニュアルの精度管理基準の要求 (50 % 以上 120 % 以下) を満たすものであった。

以上のことから、高温での燃焼処理などにより灰化されている肥料については、「JIS K 0311:2005 排ガス中のダイオキシン類の測定方法」<sup>3)</sup> の抽出方法によりダイオキシン類を抽出し、抽出した試料溶液について「飼料中のダイオキシン類の定量法暫定ガイドライン」<sup>8)</sup> により多層シリカゲルカラムクロマトグラフ/活性炭シリカゲルカラムクロマトグラフにより精製及び分画する方法により、ダイオキシン類の測定を行うことが可能であると考えられる。

表7 焼成汚泥肥料等中のダイオキシン類の測定値(pg/g)

	副産 複合 肥料 a	副産 複合 肥料 b	副産 石灰 肥料	副産 苦土 肥料	軽量気 泡コンク リート粉 末肥料	鉍さい けい酸 質肥料 a-1	鉍さい けい酸 質肥料 a-2	鉍さい けい酸 質肥料 b
PCDDs								
2,3,7,8- TeCDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8- PeCDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.5 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,7,8- HxCDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,6,7,8- HxCDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8,9- HxCDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8- HpCDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1.2 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8,9- OCDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	5.0	N.D.	N.D.	3.0 <sup>1)</sup>
TeCDDs	N.D.	N.D.	N.D.	2.9	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
PeCDDs	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
HxCDDs	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
HpCDDs	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
PCDFs								
2,3,7,8- TeCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8- PeCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2,3,4,7,8- PeCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,7,8- HxCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,6,7,8- HxCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8,9- HxCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2,3,4,6,7,8- HxCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8- HpCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,7,8,9- HpCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8,9- OCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
TeCDFs	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
HpCDFs	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
ナンオルトDL-PCBs								
3,3',4,4'- TeCB (#77)	1.7 <sup>1)</sup>	1.3 <sup>1)</sup>	N.D.	1.6 <sup>1)</sup>	N.D.	2.8	3.0	11
3,4,4',5'- TeCB (#81)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.6 <sup>1)</sup>
3,3',4,4',5'- PeCB (#126)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
3,3',4,4',5,5'- HxCB (#169)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
モノオルトDL-PCBs								
2,3,3',4,4'- PeCB (#105)	3.3	1.7 <sup>1)</sup>	N.D.	1.8 <sup>1)</sup>	N.D.	10	11	27
2,3,4,4',5'- PeCB (#114)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.9 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.
2,3',4,4',5'- PeCB (#118)	7.2	4.0	2.6	4.3	1.2 <sup>1)</sup>	36	36	55
2',3,4,4',5'- PeCB (#123)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.8 <sup>1)</sup>	N.D.	1.6 <sup>1)</sup>
2,3,3',4,4',5'- HxCB (#156)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	2.2
2,3,3',4,4',5,5'- HxCB (#157)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2,3',4,4',5,5'- HxCB (#167)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.8 <sup>1)</sup>
2,3,3',4,4',5,5'- HpCB (#189)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
毒性等量 <sup>2)</sup>								
PCDDs+PCDFs (TEQ)	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
DL-PCBs (TEQ)	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.002	0.002	0.004
総計 (TEQ)	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.002	0.002	0.004

1) 検出下限 (LOD) 以上定量下限 (LOQ) 未満の測定値

2) 定量下限未満の測定値の異性体の毒性等量は0として算出した。

表7 焼成汚泥肥料等中のダイオキシン類の測定値(pg/g)

	焼成 汚泥 肥料 a-1	焼成 汚泥 肥料 a-2	焼成 汚泥 肥料 b	草木灰 a	草木灰 b	骨灰a	骨灰b
PCDDs							
2,3,7,8- TeCDD	N.D.	0.3 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8- PeCDD	0.7 <sup>1)</sup>	0.8 <sup>1)</sup>	N.D.	0.9 <sup>1)</sup>	0.7 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.
1,2,3,4,7,8- HxCDD	0.9 <sup>1)</sup>	1.0 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,6,7,8- HxCDD	2.0	2.2	N.D.	0.7 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8,9- HxCDD	1.6 <sup>1)</sup>	1.7 <sup>1)</sup>	N.D.	1.2 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8- HpCDD	13	15	2.4	2.7	1.2 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8,9- OCDD	23	25	22	24	12	N.D.	N.D.
TeCDDs	46	48	17	5.1	12	N.D.	N.D.
PeCDDs	41	48	4.7	1.9	1.0	N.D.	N.D.
HxCDDs	70	86	N.D.	2.1	N.D.	N.D.	N.D.
HpCDDs	32	37	4.5	5.9	N.D.	N.D.	N.D.
PCDFs							
2,3,7,8- TeCDF	0.7 <sup>1)</sup>	0.6 <sup>1)</sup>	0.3 <sup>1)</sup>	N.D.	8.6	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8- PeCDF	0.8 <sup>1)</sup>	0.7 <sup>1)</sup>	N.D.	1.5	2.3	N.D.	N.D.
2,3,4,7,8- PeCDF	1.2	1.2	N.D.	N.D.	2.9	N.D.	N.D.
1,2,3,4,7,8- HxCDF	1.6 <sup>1)</sup>	1.6 <sup>1)</sup>	N.D.	2.0	1.1 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.
1,2,3,6,7,8- HxCDF	1.4 <sup>1)</sup>	1.5 <sup>1)</sup>	N.D.	2.2	1.1 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8,9- HxCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2,3,4,6,7,8- HxCDF	1.7 <sup>1)</sup>	1.9 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	1.4 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8- HpCDF	7.5	7.0	0.9 <sup>1)</sup>	3.4	2.9	N.D.	N.D.
1,2,3,4,7,8,9- HpCDF	0.9 <sup>1)</sup>	0.8 <sup>1)</sup>	N.D.	1.1 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8,9- OCDF	7.0	7.0	2.0 <sup>1)</sup>	2.0 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.
TeCDFs	9.0	9.8	N.D.	N.D.	92.0	N.D.	N.D.
HpCDFs	7.5	7.0	N.D.	3.4	2.9	N.D.	N.D.
ハンオルトDL-PCBs							
3,3',4,4'- TeCB (#77)	10	12	4.5	7.1	17	15	100
3,4,4',5'- TeCB (#81)	1.4 <sup>1)</sup>	1.2 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	1.5 <sup>1)</sup>	1.1 <sup>1)</sup>	8.1
3,3',4,4',5'- PeCB (#126)	1.1 <sup>1)</sup>	1.3 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	1.3 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.
3,3',4,4',5,5'- HxCB (#169)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
モノオルトDL-PCBs							
2,3,3',4,4'- PeCB (#105)	14	18	11	11	22	15	100
2,3,4,4',5'- PeCB (#114)	2.0	1.7 <sup>1)</sup>	1.7 <sup>1)</sup>	N.D.	3.0	1.8 <sup>1)</sup>	22
2,3',4,4',5'- PeCB (#118)	33	39	30	23	63	41	250
2',3,4,4',5'- PeCB (#123)	1.4 <sup>1)</sup>	1.5 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	1.4 <sup>1)</sup>	1.6 <sup>1)</sup>	11
2,3,3',4,4',5'- HxCB (#156)	1.8 <sup>1)</sup>	2.0	8.7	2.5	1.1 <sup>1)</sup>	1.0 <sup>1)</sup>	N.D.
2,3,3',4,4',5'- HxCB (#157)	N.D.	0.7 <sup>1)</sup>	2.2	0.7 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.
2,3',4,4',5,5'- HxCB (#167)	0.7 <sup>1)</sup>	N.D.	2.5	0.9 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.
2,3,3',4,4',5,5'- HpCB (#189)	N.D.	0.7 <sup>1)</sup>	0.9 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
毒性等量 <sup>2)</sup>							
PCDDs+PCDFs (TEQ)	0.767	0.822	0.031	0.332	1.823	0.000	0.000
DL-PCBs (TEQ)	0.003	0.003	0.002	0.002	0.004	0.003	0.024
総計 (TEQ)	0.770	0.825	0.033	0.334	1.827	0.003	0.024

1) 検出下限 (LOD) 以上定量下限 (LOQ) 未満の測定値

2) 定量下限未満の測定値の異性体の毒性等量は0として算出した。

表7 焼成汚泥肥料等中のダイオキシン類の測定値(pg/g)

	動物の 排せつ 物の燃 焼灰a	動物の 排せつ 物の燃 焼灰b	微粉炭 燃焼灰 a	微粉炭 燃焼灰 b
PCDDs				
2,3,7,8- TeCDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8- PeCDD	0.5 <sup>1)</sup>	3.2	N.D.	N.D.
1,2,3,4,7,8- HxCDD	1.0 <sup>1)</sup>	2.9	N.D.	N.D.
1,2,3,6,7,8- HxCDD	1.0 <sup>1)</sup>	5.4	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8,9- HxCDD	N.D.	3.8	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8- HpCDD	3.1	16	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8,9- OCDD	2.0 <sup>1)</sup>	4.0	N.D.	N.D.
TeCDDs	3.3	120	N.D.	N.D.
PeCDDs	7.8	160	N.D.	N.D.
HxCDDs	9.1	140	N.D.	N.D.
HpCDDs	6.8	33	N.D.	N.D.
PCDFs				
2,3,7,8- TeCDF	0.9 <sup>1)</sup>	1.9	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8- PeCDF	N.D.	1.5	N.D.	N.D.
2,3,4,7,8- PeCDF	0.6 <sup>1)</sup>	10	N.D.	N.D.
1,2,3,4,7,8- HxCDF	N.D.	0.8 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.
1,2,3,6,7,8- HxCDF	N.D.	1.0 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.
1,2,3,7,8,9- HxCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2,3,4,6,7,8- HxCDF	N.D.	2.6	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8- HpCDF	N.D. <sup>1)</sup>	0.8 <sup>1)</sup>	N.D.	N.D.
1,2,3,4,7,8,9- HpCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,2,3,4,6,7,8,9- OCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
TeCDFs	2.3	170	N.D.	N.D.
HpCDFs	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
ノンオルトDL-PCBs				
3,3',4,4'- TeCB (#77)	8.9	2.8	2.9	2.1
3,4,4',5'- TeCB (#81)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
3,3',4,4',5'- PeCB (#126)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
3,3',4,4',5,5'- HxCB (#169)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
モノオルトDL-PCBs				
2,3,3',4,4'- PeCB (#105)	4.6	1.8 <sup>1)</sup>	6.0	4.7
2,3,4,4',5'- PeCB (#114)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2,3',4,4',5'- PeCB (#118)	12	2.7	18	12
2',3,4,4',5'- PeCB (#123)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2,3,3',4,4',5'- HxCB (#156)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2,3,3',4,4',5'- HxCB (#157)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2,3',4,4',5,5'- HxCB (#167)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2,3,3',4,4',5,5'- HpCB (#189)	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
毒性等量 <sup>2)</sup>				
PCDDs+PCDFs (TEQ)	0.031	8.194	0.000	0.000
DL-PCBs (TEQ)	0.001	0.000	0.001	0.001
総計 (TEQ)	0.032	8.194	0.001	0.001

1) 検出下限 (LOD) 以上定量下限 (LOQ) 未満の測定値

2) 定量下限未満の測定値の異性体の毒性等量は0として算出した。

表8 クリーンアップスパイク用内標準液の回収率

異性体	副産肥料 <sup>1)</sup>		けい酸質肥料		焼成汚泥肥料		草木灰		骨灰		動物の排泄物の 燃焼灰		微粉炭燃焼灰	
	最大値 (%)	最小値 (%)	最大値 (%)	最小値 (%)	最大値 (%)	最小値 (%)	最大値 (%)	最小値 (%)	最大値 (%)	最小値 (%)	最大値 (%)	最小値 (%)	最大値 (%)	最小値 (%)
(PCDD)														
2,3,7,8-TeCDD	71	51	79	62	80	76	70	67	69	57	73	53	76	65
1,2,3,7,8-PeCDD	97	77	101	87	103	96	100	97	90	73	86	69	102	93
1,2,3,4,7,8-HxCDD	93	81	97	89	95	92	94	90	85	78	89	76	100	93
1,2,3,6,7,8-HxCDD	95	88	104	95	102	98	100	95	89	84	94	81	104	100
1,2,3,7,8,9-HxCDD	96	84	97	91	95	93	95	86	82	81	97	80	119	96
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	90	81	92	91	93	90	96	93	89	76	95	74	97	92
1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD	88	78	90	86	92	85	93	91	79	76	89	72	93	91
(PCDF)														
2,3,7,8-TeCDF	72	53	82	66	85	78	76	68	71	58	85	58	83	66
1,2,3,7,8-PeCDF	97	71	103	88	105	99	94	88	90	72	72	70	96	92
2,3,4,7,8-PeCDF	95	75	103	86	104	96	96	95	91	74	94	72	98	93
1,2,3,4,7,8-HxCDF	83	66	85	73	84	81	78	72	75	66	80	65	83	81
1,2,3,6,7,8-HxCDF	85	71	90	82	89	88	82	80	78	71	82	68	87	85
1,2,3,7,8,9-HxCDF	88	74	94	81	97	89	88	68	76	75	92	73	94	86
2,3,4,6,7,8-HxCDF	91	81	98	90	96	94	85	81	84	80	91	78	95	91
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	90	76	93	89	96	83	88	82	85	78	83	75	95	92
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	84	72	92	85	88	87	87	77	81	75	86	67	87	80
1,2,3,4,6,7,8,9-OCDF	83	73	88	84	88	82	86	79	78	75	94	69	91	85
(ノンオルトDL-PCB)														
3,3',4,4'-TeCB(#77)	71	57	70	57	79	71	75	64	78	72	76	58	78	63
3,4,4',5'-TeCB(#81)	67	58	67	54	78	68	61	60	76	66	59	56	78	56
3,3',4,4',5'-PeCB(#126)	93	73	92	76	102	100	102	85	107	98	111	75	96	90
3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	107	102	113	105	116	110	118	107	115	110	117	96	111	105
(モノオルトDL-PCB)														
2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	98	65	104	76	98	96	89	80	101	82	80	64	79	70
2,3,4,4',5'-PeCB(#114)	66	58	66	59	88	78	52	52	73	57	54	53	70	66
2,3',4,4',5'-PeCB(#118)	89	53	103	68	100	93	77	76	100	77	72	54	80	70
2',3,4,4',5'-PeCB(#123)	85	70	96	63	99	92	68	67	94	69	65	55	68	63
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#156)	113	75	105	67	105	102	75	64	107	66	84	62	96	86
2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	114	97	107	83	111	104	98	73	110	85	91	87	106	95
2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	109	75	104	60	108	97	72	68	101	73	75	67	101	87
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	117	105	108	98	110	101	112	81	109	94	98	94	110	100

1) 副産複合肥料、副産石灰肥料及び副産苦土肥料

#### 4 まとめ

高温での燃焼処理などにより灰化された焼成汚泥肥料等中のダイオキシン類の測定方法として、抽出方法は「JIS K 0311:2005 排ガス中のダイオキシン類の測定方法」<sup>3)</sup>を、抽出後の試料溶液の精製方法は「飼料中のダイオキシン類の定量法暫定ガイドライン」<sup>8)</sup>が適用可能であるか検討したところ、以下の結果が得られた。

- 1) クリーンアップスパイク用内標準液の添加位置を検討したところ、塩酸処理前後の添加で測定値に差は認められなかった。
- 2) 熔成りん肥を除く肥料については、十分に精製された試料溶液が得られ、ロックマスモニターの乱れ並びにネイティブのダイオキシン類及び内標準物質の測定を妨害するピークは認められなかった。
- 3) 併行試験の成績及びクリーンアップスパイク用内標準物質の回収率は、いずれも「ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル」<sup>7)</sup>の精度管理の要求事項を満たすものであった。
- 4) 以上のことから、熔成りん肥を除く焼成汚泥肥料等の試料溶液の調製においては、「JIS K 0311:2005 排ガス中のダイオキシン類の測定方法」<sup>3)</sup>の抽出方法及び「飼料中のダイオキシン類の定量法暫定ガイドライン」<sup>8)</sup>の精製、測定方法が適用可能であると考えられた。

## 文 献

- 1) 黒川雄二, 井上達: ダイオキシン類のリスクアセスメント 特に国内外の規制状況及び内分泌障害性物質としての作用, 国立衛研報告, **116**, 1~12 (1998)
- 2) ダイオキシン類対策特別措置法:改正平成 18 年 6 月 14 日, 法律第 68 号 (2006)
- 3) JIS K 0311, 排ガス中のダイオキシン類の測定方法 (2005)
- 4) JIS K 0312 工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法 (2005)
- 5) 厚生労働省生活衛生局食品保健課:食品中のダイオキシン類の測定方法暫定ガイドライン, 平成 20 年 2 月 (2008)
- 6) 厚生省:特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法, 厚生省告示第 192 号, 平成 4 年 7 月 (1992)
- 7) 環境庁水質保全局土壌農薬課:ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル, 平成 12 年 1 月 (2000)
- 8) 農林水産省生産局畜産部飼料課長通知:飼料中のダイオキシン類の定量法暫定ガイドラインの全面改定について, 平成 16 年 11 月 24 日, 16 消安第 5299 号 (2004). (一部改定), 17 消安第 12544 号, 平成 18 年 3 月 24 日 (2005)
- 9) 大木 純, 白井裕治, 相澤真理子:肥料研究報告, **1**, 90~113 (2008)
- 10) 白井裕治, 山多利秋, 森藤 香:飼料研究報告, **29**, 84~113 (2004)
- 11) 白井裕治, 森藤 香:飼料研究報告, **29**, 150~159 (2004)
- 12) 廣井利明, 白井裕治, 相澤真理子:肥料研究報告, **2**, 38~57 (2009)
- 13) 二瓶好正監修:詳解 ダイオキシン類及びコプラナーPCB の測定方法, P83, (財)日本規格協会, 東京(2001)