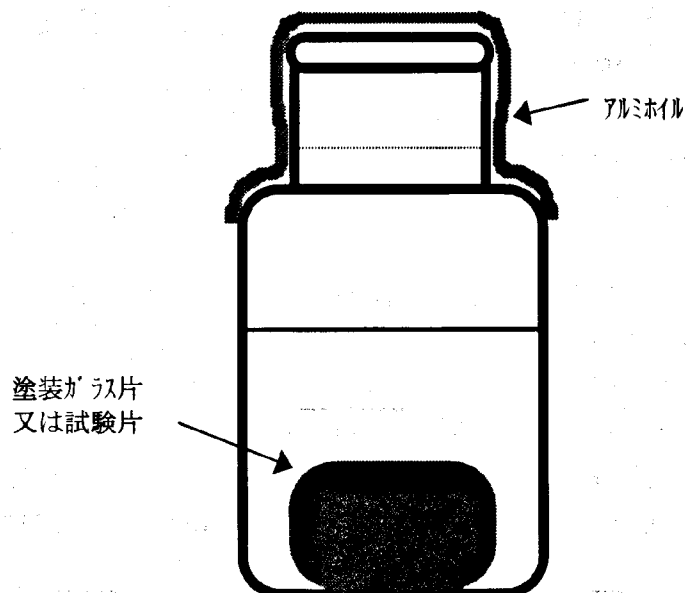


b. 浸せき法

塗装ガラス片及び試験片は、資機材を試験容器に入れ、所定量の供試水を加えたのち栓をし、さらに試験容器の上部をアルミホイルで覆った（図-4.9）。

供試水を試験容器に入れて栓をし、さらに試験容器の上部をアルミホイルで覆い対照区とした。



#### 4. 3 分析方法

分析方法の概要は表-4.5のとおりである。各分類毎のフローシートは図-4.10～13のとおりである。

表-4.5 分析方法の概要

分類	調査対象物質名	試験方法
フタル酸類及びアジピン酸類 (8物質)	フタル酸ジ-2-エチルヘキシル, フタル酸ジ-n-ブチル フタル酸-n-ブチルベンジル, フタル酸ジシクロヘキシル フタル酸ジエチル, フタル酸ジペンチル, フタル酸ジ-n-プロピル アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル	ヘキサン抽出後, 濃縮して GC/MS-SIM法で測定
アルキルフェノール類 (15物質)	ノルフェノール, 4-n-ノルフェノール, 4-オクチルフェノール 4-tert-オクチルフェノール, ヒスフェノール A, 4-ヒドロキシフェニル, 3-ヒドロキシフェニル, 2-ヒドロキシフェニル, 2-tert-ブチルフェノール, 2-sec-ブチルフェノール, 3-tert-ブチルフェノール, 4-tert-ブチルフェノール, 4-sec-ブチルフェノール, 4-エチルフェノール, フェノール	試料をpH3前後に調整 し, ジクロロメタン抽出後, 脱 水・濃縮してTMS化して GC/MS-SIS法で測定
スチレン2量体, 3量体 (6物質)	1,3-ジフェニルプロパン, cis-1,2-ジフェニルシクロブタン 2,4-ジフェニル1-ブテン, trans-1,2-ジフェニルシクロブタン 2,4,6-トリフェニル-1-ヘキセン, 1e-フェニル-4e(1'-フェニルエチル) テトラリン	ヘキサン抽出後, 濃縮して GC/MS-SIM法で測定
揮発性 炭化水素類 (3物質)	塩化ビニルモノマー, スチレンモノマー, エピクロロヒドリン	パージ・トラップ GC/MS-SIM法 で測定

GC/MS-SIM: ガスクロマトグラフ-質量分析計-イオン選択検出器

GC/MS-SIS: ガスクロマトグラフ-質量分析計-選択的イオン蓄積及びイオン放出検出器

TMS化: トリメチルシリル化

検水 700 ml

| サロゲート 5 物質各 0.7  $\mu$ g

混合

| 塩化ナトリウム 100 g , ヘキサン 20 ml

振とう抽出

ヘキサン層

100ml 遠沈管

濃縮

KD 濃縮管

窒素パージ 0.7 ml

脱水 無水硫酸ナトリウム

| 内標準物質添加 フルオランテン 1.6  $\mu$ g

測定 GC/MS

図-4.10 フタル酸類及びアジピン酸類の分析法フローシート

検水 1L

| アスコルビン酸ナトリウム 1g

| 塩化ナトリウム 50g

| 塩酸 0.5 ml

| ジクロロメタン 100 ml

振とう抽出

| 無水硫酸ナトリウム 1g

TMS化

| BSTFA 20  $\mu$ l

濃縮・乾固

定容

| 内標準物質添加 0.5ml 注1)

| BSTFA 10  $\mu$ l

測定 GC/MS

注1: フェナントレン-d10, ナフタレン-d8 2  $\mu$ g/ml ヘキサン溶液

図-4.11 アルキルフェノール類の分析法フローシート

検水 1L

| 塩化ナトリウム 50 g

| ヘキサン 150 ml

振とう抽出(10分)

|  
静置

|  
脱水 無水硫酸ナトリウム

| ヘキサン(洗い込み) 50 ml

ヘキサン層

|  
減圧濃縮(40°C以下)

| ヘキサン

定容(1 ml)

| 内標準物質添加 フルオランテンd-10(1 µg)

測定 GC/MS

図-4.12 スチレン2量体, 3量体の分析法フローシート

検水 40 ml

| 内標準物質添加 (p-ブロモフルオロベンゼン) 0.2 µg

オートサンプラー

|  
5 ml 分取

|  
パージ&トラップ装置

|  
測定 GC/MS

図-4.13 揮発性炭化水素類の分析法フローシート

#### 4. 4 定量下限値，検出下限値及び溶出下限値の設定

定量下限値及び検出下限値は表-4.6 のとおりで，水道水の実態調査の場合と基本的に同じ方法で設定した。

##### 4. 4. 1 定量下限値の設定

定量下限値は，各調査対象物質について次の a., b., c.により算出し設定し，a., b., c.で得られた計算値のうち，最大値と目標下限値を比較し，最大値が目標下限値より大きい場合はこの値を定量下限値とした。また，最大値が目標下限値より小さい場合は目標下限値を定量下限値とした。

- a. 目標下限値付近の標準溶液の5回繰り返し測定した測定値の標準偏差 (s) の10倍値
- b. 測定毎に測定している操作ブランク値の標準偏差 (s) の10倍値
- c. 測定毎に測定している操作ブランク値の平均値の3倍値

##### 4. 4. 2 検出下限値の設定

検出下限値は，定量下限値の3分の1とした。ただし，検出下限値が検量線濃度の最低濃度以下となる場合は，検量線の最低濃度を検出下限値とした。

定量下限値及び検出下限値は表-4.6 のとおりである。

表-4.6 定量下限値及び検出下限値

単位:  $\mu\text{g/L}$ 

調査対象物質名	目標下限値	検出下限値	定量下限値
フタル酸類及びアジピン酸類			
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.05	0.1	0.3
フタル酸ジ-n-ブチル	0.05	0.07	0.2
フタル酸-n-ブチルベンジル	0.05	0.05	0.05
フタル酸ジシクロヘキシル	0.05	0.05	0.05
フタル酸ジエチル	0.05	0.05	0.05
フタル酸ジペンチル	0.05	0.05	0.05
フタル酸ジ-n-プロピル	0.05	0.05	0.05
アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル	0.01	0.01	0.03
アルキルフェノール類			
ノニルフェノール	0.1	0.03	0.1
4-n-ノニルフェノール	0.01	0.01	0.01
4-オクチルフェノール	0.01	0.01	0.01
4-tert-オクチルフェノール	0.01	0.01	0.01
ヒスフェノール A	0.01	0.01	0.01
4-ヒドロキシフェニル	0.01	0.01	0.01
3-ヒドロキシフェニル	0.01	0.01	0.01
2-ヒドロキシフェニル	0.01	0.01	0.01
2-tert-ブチルフェノール	0.01	0.01	0.01
2-sec-ブチルフェノール	0.01	0.01	0.01
3-tert-ブチルフェノール	0.01	0.01	0.01
4-tert-ブチルフェノール	0.01	0.01	0.01
4-sec-ブチルフェノール	0.01	0.01	0.01
4-エチルフェノール	0.01	0.01	0.01
フェノール	0.01	0.01	0.02
スチレン2量体, 3量体			
1,3-ジフェニルプロパン	0.01	0.01	0.01
cis-1,2-ジフェニルシクロブタン	0.01	0.01	0.02
2,4-ジフェニル1-ブタン	0.01	0.01	0.02
trans-1,2-ジフェニルシクロブタン	0.01	0.01	0.01
2,4,6-トリフェニル-1-ヘキセン	0.01	0.01	0.01
1e-フェニル-4e(1'-フェニルエチル)テトラリン	0.01	0.01	0.01
揮発性炭化水素類			
塩化ビニルモノマー	0.1	0.03	0.1
スチレンモノマー	0.1	0.03	0.1
エピクロヒドリン	0.5	0.2	0.5

#### 4. 4. 3 溶出下限値の設定

溶出試験結果に基づいて調査対象物質の溶出があったかどうかを判断する際の基準として、溶出下限値を溶出試験方法ごと（充填法又は浸せき法）に設定した。試験区と対照区の測定値の差が溶出下限値以上の場合は「溶出があった」と判断し、試験区と対照区の測定値の差が溶出下限値に満たない場合には「溶出があったとは言えない」と判断した。

溶出下限値は以下の方法により設定した。

a. 調査対象項目ごとに、溶出試験方法ごと（充填法又は浸せき法）の対照区的全測定値からその標準偏差（ $s$ ）を求め、その6倍の値（ $6s$ ）を溶出下限値とした。標準偏差を求める際に、対照区の測定値が検出下限値未満の場合には、（検出下限値 $\times 0.5$ ）をこれに代えて用いた。

b. 前記aにおいて、該当する対照区の測定値がすべて検出下限値未満の場合には、検出下限値と同じ数値を溶出下限値とした。この場合にも、該当する対照区の測定値としては（検出下限値 $\times 0.5$ ）を用いた。したがって、この場合「溶出があった」と判断される試験区測定値の最小値は、（検出下限値 $\times 1.5$ ）となる。

（ただし、この（検出下限値 $\times 1.5$ ）と定量下限値とを比較して定量下限値の方が大きい場合には、定量下限値から（検出下限値 $\times 0.5$ ）を差し引いた値を溶出下限値とした）。

以上のようにして求めた溶出下限値は、表-4.7に示すとおりである。

注) 上記aにおいて、対照区の標準偏差（ $s$ ）の6倍、すなわち $6s$ を溶出下限値とした根拠は以下のとおりである。

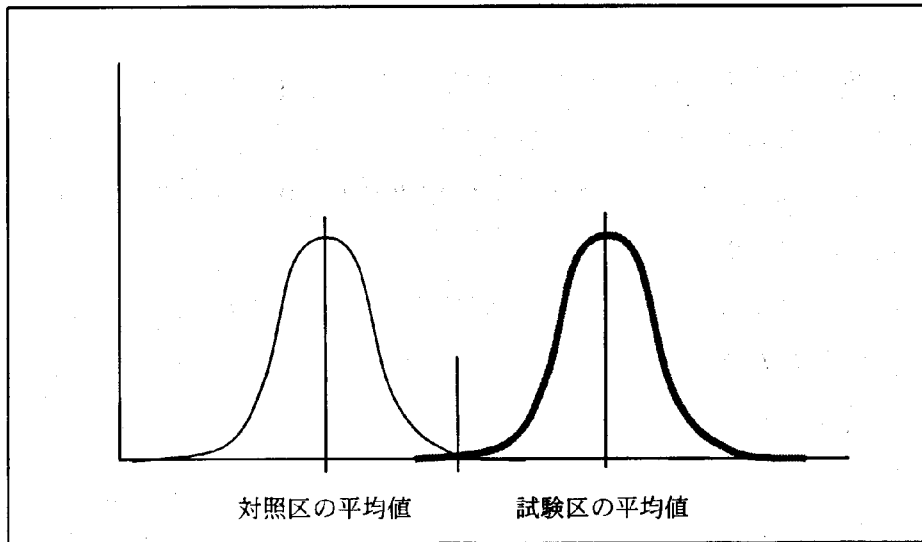
まず、対照区の試験及びある試料についての試験を繰り返し行ったとき、それぞれの測定値がいずれも正規分布するものと仮定すると、それぞれの場合につき測定値の99%までは（平均値 $\pm 3s$ ）又は（平均値 $\pm 3s'$ ）の範囲に分布する。したがって、対照区測定値と試験区測定値の間に（ $3s \pm 3s'$ ）以上の差がある場合に、明らかに「溶出があった」と判断することにした。なお、この場合、試験区測定値の標準偏差（ $s'$ ）としては、十分に溶出濃度が低い試料についての測定値の標準偏差を採用すべきであるが、この値は実際には求められないので、これを対照区測定値の標準偏差（ $s$ ）と置き換えることにより、（ $3s \pm 3s'$ ）を $6s$ と読み替えてこの値を溶出下限値とすることにした。

表 - 4. 7 溶出下限値

単位:  $\mu\text{g/L}$ 

調査対象物質名	浸せき法	充填法
フタル酸類及びアジピン酸類		
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.4	0.4
フタル酸ジ-n-ブチル	0.4	0.4
フタル酸-n-ブチルベンジル	0.1	0.05
フタル酸ジシクロヘキシル	0.05	0.05
フタル酸ジエチル	0.05	0.05
フタル酸ジペンチル	0.05	0.05
フタル酸ジ-n-プロピル	0.05	0.05
アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル	0.1	0.06
アルキルフェノール類		
ノニルフェノール	0.08	0.08
4-n-ノニルフェノール	0.01	0.01
4-オクチルフェノール	0.01	0.01
4-tert-オクチルフェノール	0.01	0.01
ビスフェノール A	0.01	0.01
4-ヒドロキシフェニル	0.01	0.01
3-ヒドロキシフェニル	0.01	0.01
2-ヒドロキシフェニル	0.01	0.01
2-tert-ブチルフェノール	0.01	0.01
2-sec-ブチルフェノール	0.01	0.01
3-tert-ブチルフェノール	0.01	0.01
4-tert-ブチルフェノール	0.01	0.01
4-sec-ブチルフェノール	0.01	0.01
4-エチルフェノール	0.01	0.01
フェノール	0.01	0.01
スチレン2量体, 3量体		
1,3-ジフェニルプロパン	0.01	0.01
cis-1,2-ジフェニルシクロブタン	0.01	0.01
2,4-ジフェニル1-ブタン	0.01	0.01
trans-1,2-ジフェニルシクロブタン	0.01	0.01
2,4,6-トリフェニル-1-ヘキセン	0.01	0.01
1e-フェニル-4e(1'-フェニルエチル)テトラリン	0.01	0.01
揮発性炭化水素類		
塩化ビニルモノマー	0.08	0.08
スチレンモノマー	0.08	0.08
エチクロロトリリン	0.4	0.4





図－4. 1 4 対照区と試験区測定値の分布概念図

#### 4. 5 溶出濃度の算出及び測定結果の表示

試験区と対照区の測定値の差として、溶出濃度 ( $\mu\text{g/L}$ ) を求めた。試験区の測定値には、溶出試験を複数回行った場合、その平均値を用いた。また、対照区の測定値には、試験区試験と対で行った対照区試験と全測定値を平均した値を求めた。測定値が検出下限値未満の場合には、(検出下限値 $\times 0.5$ ) をこれに代えて用いた。このようにして得られた試験区と対照区の測定値の差が溶出下限値以上の場合に限って、これを溶出濃度として表示した。

さらに、このようにして得られた溶出濃度と溶出試験における接水面積比から、資機材の単位接水面積当たりの溶出量 ( $\mu\text{g/m}^2$ ) を算出した。

#### 4. 6 調査結果

調査対象物質の中で本調査で溶出が認められたのは、フタル酸類 3物質、アルキルフェノール類13物質、揮発性炭化水素類 1物質の計17物質であった。これら以外の物質については溶出が認められなかった。

##### 4. 6. 1 調査対象物質別

調査対象物質ごとに溶出が認められた資機材をまとめて表-4.8~ 24 に示した。調査結果は溶出が認められた資機材名と溶出濃度及び単位溶出量を算出して示している。

##### (1) フタル酸類

フタル酸類では、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル、フタル酸ジ-n-ブチル、フタル酸ジシクロヘキシルの 3種類が溶出され、他のフタル酸類は溶出が認められなかった。なお、コーラールエナメル塗装は、妨害物質が多く測定はできなかった。

##### 1) フタル酸ジ-2-エチルヘキシル

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは38試料中6試料から溶出が認められ、最大は  $2.1 \mu\text{g/L}$  であった。

表-4. 8 フタル酸ジ-2-エチルヘキシルの調査結果

番号	資機材名	溶出濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	単位溶出量 ( $\mu\text{g/m}^2$ )
6	硬質塩化ビニルライニング鋼管 B	2.1	11
14	生物接触装置	1.0	20
16	液状エポキシ樹脂 A	1.3	26
17	液状エポキシ樹脂 (無溶剤型) B	0.9	18
18	コンクリート水槽用エポキシ樹脂塗装 A	0.5	10
21	タールエポキシ樹脂 B	0.6	12

溶出下限値： $0.4 \mu\text{g/L}$