

チルヘキシルが少量含まれ、活性炭繊維フィルターにはフタル酸ジエチル、フタル酸ジブチル、フタル酸ジエチルヘキシルが少量含まれていることが分かる。特に石英フィルターは濃度レベルが高いことから注意が必要である。

洗浄時間の経過でみると 24 時間で急激に減少していることが分かる。48 時間後で異常に含有量が増加しているのは、フィルターを取り出した際に何らかの汚染を受けたと考える方が妥当である。

以上の事から、フィルターの洗浄はソックスレー抽出装置を用いて 24 時間以上行う必要がある。なお、今回はフィルターに含まれた溶媒を除去するためにアルミホイル上に並べ風乾したが、この際に汚染があったと考えられる事から、今後は洗浄したデシケーターの中に入れ真空にし乾燥、保存を行うなど保存方法について更に検討が必要である。

また活性炭フィルターのフタル酸ジエチルヘキシルについてはばらつきが大きくなっている。この原因については更に確認が必要である。

(4) 検量線

検量線を図-6. 5 に示す。フタル酸ジ (2-エチルヘキシル) については、低濃度 (0.005mg/l 以下) での値がばらついたことから強制的に原点を通す検量線を作成し、定量計算に用いた。ばらつきの大きい原因については現在検討中である。

また、低濃度の繰り返し再現性を表-6. 8 に示す。

フタル酸ジヘキシル、フタル酸ジブチルベンジル、フタル酸ジシクロヘキシル、フタル酸ジ (2-エチルヘキシル)、アジピン酸ジ (2-エチルヘキシル) は繰り返しの再現性が悪かった。これについては今後更に検討が必要である。

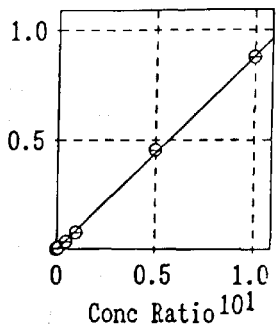
(5) 回収率

1) 回収実験の方法

今回の回収実験は以下の方法で行った。

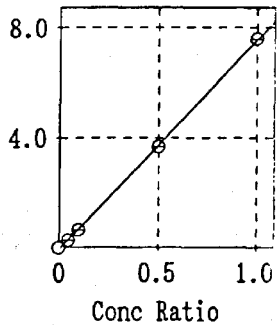
- ① 洗浄した石英繊維フィルターに、マイクロシリンジを用いて標準混合溶液 (100mg/l) を 5 μ l (絶対量 500ng) を添加する。
- ② 1~2 分程度放置する。
- ③ 大気の導入側より、標準添加した石英繊維フィルター、無添加の石英繊維フィルター、活性炭フィルターとなるようにろ紙ホルダーにセットする。
- ④ 後は 6. 1. 1 に示した採取方法と同様な手順にて横浜市神奈川区にて 24 時間大気捕集を行なう。
- ⑤ 24 時間採取後のフィルターを取り出し全てのフィルターを併せて遠沈管において、ジクロロメタンで抽出を行った。その他の手順は 6. 1. 2 に示した分析方法と

ID # 1 質量数 : 149.00 成分名 : フタル酸ジエチル
 面積比 = 8.85724 * 濃度比 + -0.28884 寄与率 = 0.999490
 Area Ratio₁₀₂



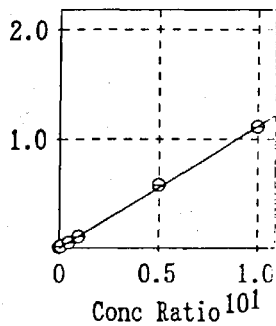
濃度比	面積比
1	0.000
2	0.010
3	0.050
4	0.100
5	0.500
6	1.000 (0.1mg/l)
7	5.000
8	10.000

ID # 2 質量数 : 149.00 成分名 : フタル酸ジプロピル
 面積比 = 7.62465 * 濃度比 + -0.0795481 寄与率 = 0.999686
 Area Ratio



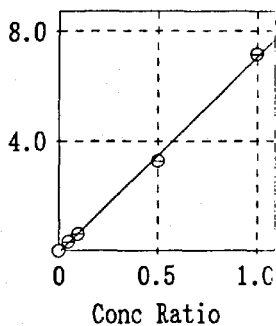
濃度比	面積比
1	0.000
3	0.050
4	0.100
5	0.500
6	1.000 (0.1mg/l)

ID # 3 質量数 : 149.00 成分名 : フタル酸ジ-n-ブチル
 面積比 = 11.1507 * 濃度比 + 0.498242 寄与率 = 0.999558
 Area Ratio₁₀₂



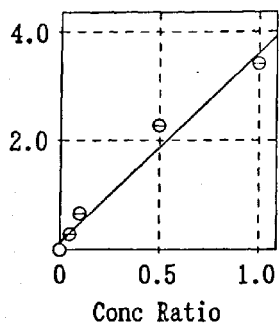
濃度比	面積比
1	0.000
2	0.010
3	0.050
4	0.100
5	0.500
6	1.000 (0.1mg/l)
7	5.000
8	10.000

ID # 4 質量数 : 149.00 成分名 : フタル酸ジ-n-ペンチル
 面積比 = 7.10985 * 濃度比 + -0.0821711 寄与率 = 0.998445
 Area Ratio



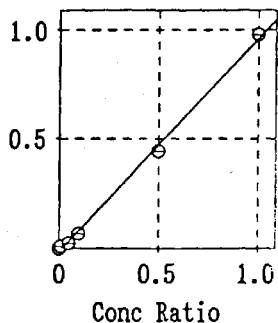
濃度比	面積比
1	0.000
3	0.050
4	0.100
5	0.500
6	1.000 (0.1mg/l)

ID # 5 質量数 : 149.00 成分名 : 7-フル酸ジヘキシル
 面積比 = 3.46293 * 濃度比 + 0.139569 寄与率 = 0.972268
 Area Ratio



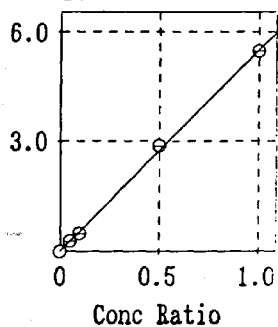
	濃度比	面積比
1	0.000	0.000
2	0.010	0.000
3	0.050	0.276
4	0.100	0.655
5	0.500	2.260
6	1.000 (0.1mg/l)	3.394

ID # 6 質量数 : 149.00 成分名 : 7-フル酸7-フルヘンシル
 面積比 = 0.977952 * 濃度比 + -0.0178465 寄与率 = 0.997454
 Area Ratio



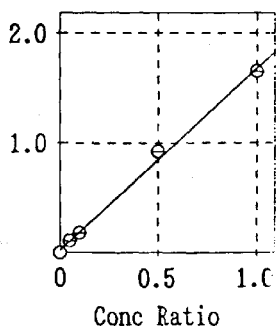
	濃度比	面積比
1	0.000	0.000
2	0.010	0.009
3	0.050	0.023
4	0.100	0.066
5	0.500	0.442
6	1.000 (0.1mg/l)	0.976

ID # 7 質量数 : 129.00 成分名 : アジピン酸ジ(2-フルヘキシル)
 面積比 = 0.549502 * 濃度比 + 0.000515845 寄与率 = 0.998988
 Area Ratio



	濃度比	面積比
1	0.000	0.000
3	0.050	0.028
4	0.100	0.049
5	0.500	0.288
6	1.000 (0.1mg/l)	0.544

ID # 8 質量数 : 149.00 成分名 : 7-フル酸ジシクヘキシル
 面積比 = 1.65128 * 濃度比 + 0.024913 寄与率 = 0.996585
 Area Ratio

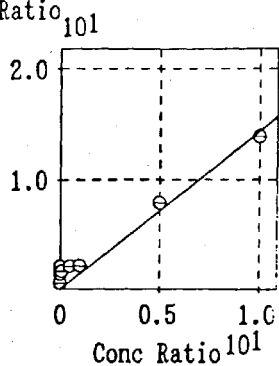


	濃度比	面積比
1	0.000	0.000
3	0.050	0.105
4	0.100	0.182
5	0.500	0.920
6	1.000 (0.1mg/l)	1.642

図-6.5 (2) 検量線その2

ID # 9 質量数 : 149.00 成分名 : 7-フル酸ジ(2-エチルヘキシル)
 面積比 = 1.43615 * 濃度比 寄与率 = 0.989073

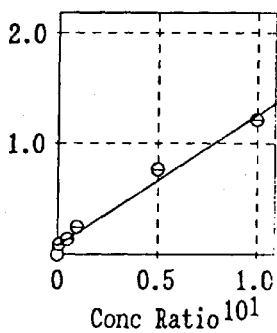
Area Ratio



濃度比	面積比
1	0.000
2	0.010
3	0.050
4	0.100
5	0.500
6	1.000 (0.1mg/l)
7	5.000
8	10.000
	2.144
	0.566
	1.403
	1.674
	2.111
	2.165
	7.907
	13.833

ID # 10 質量数 : 293.00 成分名 : 7-フル酸イノニル
 面積比 = 0.117886 * 濃度比 + 0.0802804 寄与率 = 0.982811

Area Ratio



濃度比	面積比
1	0.000
4	0.100
5	0.500
6	1.000 (0.1mg/l)
7	5.000
8	10.000
	0.000
	0.091
	0.134
	0.243
	0.762
	1.209

表-6.8(1) 標準試料の繰り返し測定(5ng/ml)

	1	2	3	4	5	平均値	σ	相対標準偏差 (%)
フタル酸ジエチル	0.434	0.425	0.515	0.381	0.434	0.438	0.048	11
フタル酸ジプロピル	0.434	0.331	0.328	0.307	0.365	0.353	0.050	14
フタル酸ジ-n-ブチル	0.975	0.648	0.793	0.599	0.700	0.743	0.148	20
フタル酸ジ-n-ペンチル	0.237	0.200	0.185	0.144	0.169	0.187	0.035	19
フタル酸ジヘキシル								
フタル酸ジブチルベンジル		0.026		0.021	0.022	0.023	0.003	12
フタル酸ジシクロヘキシル	0.087							
フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)	0.364	0.074	0.025	0.080	0.121	0.133	0.134	101
フタル酸イソノニル								
アジピン酸ジ(2-エチルヘキシル)								

注1 応答面積(対象物質の応答面積/内標準物質の応答面積)の比で示す。

注2 空白応答ピークなしを表す。

表-6.8(2) 標準試料の繰り返し測定(10ng/ml)

	1	2	3	4	5	平均値	σ	相対標準偏差 (%)
フタル酸ジエチル	0.518	0.632	0.640	0.545	0.604	0.5878	0.054	9
フタル酸ジプロピル	0.443	0.547	0.507	0.495	0.555	0.5094	0.045	9
フタル酸ジ-n-ブチル	0.749	0.688	0.616	0.676	0.808	0.7074	0.073	10
フタル酸ジ-n-ペンチル	0.190	0.175	0.197	0.133	0.236	0.1862	0.037	20
フタル酸ジヘキシル			0.231					
フタル酸ジブチルベンジル								
フタル酸ジシクロヘキシル	0.062	0.076	0.022		0.024	0.046	0.027	59
フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)	0.070	0.081	0.044	0.054	0.077	0.065	0.016	24
フタル酸イソノニル								
アジピン酸ジ(2-エチルヘキシル)	0.024		0.006	0.020	0.027	0.019	0.009	48

注1 応答面積(対象物質の応答面積/内標準物質の応答面積)の比で示す。

注2 空白応答ピークなしを表す。

表-6.8(3) 標準試料の繰り返し測定(50ng/ml)

	1	2	3	4	5	平均値	σ	相対標準偏差 (%)
フタル酸ジエチル	3.76	4.00	4.30	3.60	3.56	3.844	0.308	8
フタル酸ジプロピル	3.67	3.90	4.29	3.38	3.51	3.75	0.359	10
フタル酸ジ-n-ブチル	3.68	3.67	4.46	3.40	3.59	3.76	0.407	11
フタル酸ジ-n-ペンチル	2.03	1.75	2.46	1.68	1.87	1.958	0.310	16
フタル酸ジヘキシル	1.31	0.925	1.70	0.874	0.967	1.1552	0.349	30
フタル酸ジブチルベンジル	0.076	0.180	0.248	0.191	0.158	0.1706	0.062	37
フタル酸ジシクロヘキシル	0.309	0.232	0.365	0.220	0.219	0.269	0.065	24
フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)	0.255	0.280	0.403	0.168	0.253	0.2718	0.085	31
フタル酸イソノニル*3)	0.057	0.054	0.070	0.055	0.066	0.0604	0.007	12
アジピン酸ジ(2-エチルヘキシル)	0.252	0.091	0.062	0.078	0.085	0.1136	0.078	69

注1 応答面積(対象物質の応答面積/内標準物質の応答面積)の比で示す。

注3 フタル酸イソノニルだけは標準試料の濃度は500ng/ml

同様である。

- ⑥ またバックグラウンドとなる大気中のフタル酸エステル類の濃度を測定するために、標準を添加していない石英繊維フィルターを用いて同時に③～⑤の操作を行った。

2) 結果及び考察

回収率確認試験の結果を表-6.9に示す。なお、表-6.9には大気濃度も併記した。

回収率については、変動も大きく、また回収率が0%～174%と物質間で著しく異なっている。物質間の傾向としては分子量が少ない比較的低沸点側の回収率が高く、高沸点側の回収率が低くなっている。従って、低回収率は気散によるものとは考えにくい。今回の結果は、回収率試験の方法そのものに原因があったのではないかと類推している。すなわち、石英繊維フィルターに標準を添加後の放置時間が短く、溶媒（ヘキサン）が残っている状態で、吸引操作をしたことによって、吸引開始時にいきなり放出してしまったのではないかということである。これについても回収実験方法からもう一度検討し、試験を繰り返し行う必要がある。

表-6.9 回収率実験結果一覧

	大気中濃度 (ng/m ³)	回収率(n=5)		
		平均 (%)	σ	相対標準偏差 (%)
フタル酸ジエチル	31	174	32	18
フタル酸ジプロピル		110	35	32
フタル酸ジ-n-ブチル	25	68	88	129
フタル酸ジ-n-ペンチル		17	14	81
フタル酸ジヘキシル		22	8.4	38
フタル酸ジブチルベンジル		10	7.4	75
フタル酸ジシクロヘキシル		16	8.3	53
フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)	41	5	47	927
フタル酸イソノニル		0	0	—
アジピン酸ジ(2-エチルヘキシル)		21	12	59

※フタル酸イソノニルはピークが同定できない程度であったことから0とした。

6. 2. 2 モニタリング調査結果

(1) 調査項目；

調査項目	示性式	分子量	m.p.(°C)	b.p.(°C)
フタル酸ジエチル	$C_6H_4(COOC_2H_5)_2$	222.3	-67~-44	295
フタル酸ジプロピル	$C_6H_4(COOC_3H_7)_2$			
フタル酸ジブチル	$C_6H_4(COOC_4H_9)_2$	278.35	-35	340(763mmHg)
フタル酸ジペンチル	$C_6H_4(COOC_5H_{11})_2$	306		
フタル酸ジヘキシル	$C_6H_4(COOC_6H_{13})_2$	334		
フタル酸ブチルベンジル	$C_6H_4(COOC_4H_9)C$ $OOCH_2(C_6H_5)$	312	-40	370
フタル酸ジシクロヘキシル	$C_6H_4(COOC_6H_{11})_2$	330.46	61	
フタル酸ジエチルヘキシル	$C_6H_4(COOC_8H_{17})_2$	391	-55	290~390
フタル酸イソノニル	$C_6H_4(COOC_9H_{19})_2$	418	-45	403
アジピン酸ジエチルヘキシル	$(C_4H_9CH(C_2H_5)CH_2$ $OOC)_2(CH_2)_4$	370.57	-65	208~335

※PRTRパイロット事業中間報告書 データシート

※化学物質データベース (Webkis-Plus)

(2) 採取地点；横須賀市、横浜市、川崎市、松戸市内 7ヶ所で計 14 検体（それぞれの地点で室内及び屋外の測定）の試料を得た。

(3) 採取方法； 6. 1. 1 に示す通りである。

(4) 採取時期； 1999 年 2 月～3 月末

(5) 分析方法； 6. 1. 2 に示す通りであり、分析機器は、島津製作所製 GC/MS- (QP5050A) を使用した。

(6) 測定結果及び考察；

測定結果を表-6. 10 に示す。また代表的な TIC を図-6. 6 に示す。

室外では地点 2 及び地点 4 が高濃度であった。また、地点 2 では石英繊維フィルターで、地点 4 では活性炭素繊維フィルターでより高濃度のフタル酸エステル類が検出された。地点 2 ではサンプリング時に付近で工事が、地点 4 ではサンプリング数日前に隣接する家で外壁の塗装塗り替え工事が行われていた。フタル酸エステル類は様々なプラスチックに可塑剤として添加され、又建材、接着剤、塗料等にも含まれていることから、この 2 地点については建設工事、塗装工事も高濃度の一因ではないかと思われる。

残る 5 地点では室内の方が室外よりも濃度が高かった。特に地点 7 の室内が高濃度であったが、この地点は測定の約 3ヶ月前に室内の改装工事を行っているため、高濃度はこの影響ではないかと推測される。これより、フタル酸エステル類は通常の生活