

活性炭充填捕集管—溶媒抽出法による 室内空气中のフタル酸エステル類の分析

日野 隆信, 中山 和好

Determination of Phthalates in Indoor Air by Charcoal Tube - Solvent Extraction

Takanobu HINO, Kazuyoshi NAKAYAMA

Summary

In order to measure amount of average exposure of the phthalates in indoor air, charcoal tube adsorption-solvent extraction method was studied. Air sample was passed through a charcoal tube continuously for one week with flow rate of 100 mL/min, and the phthalates were extracted with toluene. The field trial was performed in the actual house for one year. Di-n-butyl phthalate in outdoor and indoor air showed maximum concentration in the target compounds: the outdoor concentration ranges were from less than 23 to 121 ng/m³, and the indoor concentration ranges were from 92 to 308 ng/m³. It was a pity that the trap tube materials produced made large blank values of di-2-ethylhexyl phthalate, and concentrations of di-2-ethylhexyl phthalate in air samples could not be measured. A trap tube, which is packed with the adsorbent in a glass tube and melting-sealed both ends, does not receive contamination before cutting. And the trap tube can be used easily without pretreatment. If contamination can be prevented at the time of the trap tubes manufacture, it will be used widely for phthalates measurement in indoor air.

I はじめに

フタル酸エステル類は、プラスチックの可塑剤として広く利用されている。フタル酸エステル類の中でフタル酸ジ-2-エチルヘキシル、フタル酸ブチルベンジル、フタル酸-n-ブチル、フタル酸ジシクロヘキシル、フタル酸ジエチル、フタル酸ジヘキシル、フタル酸ジペンチル及びフタル酸ジプロピルは、内分泌かく乱作用の疑いのある物質として環境中の動態について調査されている¹⁾。日常生活においてヒトが有害化学物質を摂取する経路としては、経口及び呼吸器が主である。しかし、空気からの暴露量の調査は水質、底質及び生物における調査に比較して遅れている。

空气中のフタル酸エステル類のサンプリング方法としては²⁾、大容量吸引ポンプによる24時間吸引捕集による方法で行われているが、重くて大きなポンプを使い、それに加え大きな騒音のため一般家庭のサンプリング法としては問題が多い。また、24時間のサンプリングは、日常生活における平均的暴露濃度を求める方法としても適切でない。すなわち、日常生活の基本的サイクルは1日24時間ではあるが、一般の労働者にとって平日と休日では生活様式が大きく異なる。特に、近年の生活様式として、平日の日中は家族全員が学業・仕事で外出し、家の窓が閉ざされた閉鎖的室内環境になる家屋が増えている。それに対して休日は、家屋への人の出入りも多く、窓を開放する時間も増え、外気の導入も積極的に行われることが多い。言い換えれば、室内環境測定の場合は、24時間サンプリングよりも1週間連続サンプリングした方が、より生活に即した暴露量を求められることになる。著者らは、作動音の静かな小容量ポンプで一週間連続して空気を炭素系吸着剤充

填捕集管に通過させ、捕集したフタル酸エステル類を、溶媒抽出-ガスクロマトグラフ質量分析計で測定する方法を検討した。

II 実験方法

1. 装置

- (1) ガスクロマトグラフ質量分析計：ヒューレットパッカード製5890 II+5972A
- (2) 振とう機：スベルコ製サンプルアジテータ2-2951
- (3) 分注器：イワキ製PAS-PIPETTER1.5
- (4) 冷却遠心機：クボタ製5900
- (5) ガス採取装置：ガステック製GSP-250FT
- (6) ドラフトチャンバー：通常のフッ素樹脂コーティング金属板製ドラフトチャンバーの内部を清浄に保ち、室内空気専用にしたもの。

2. 器具

- (1) ORBO-91L：多孔性炭素系吸着剤を充填したスベルコ製捕集管
 - (2) 活性炭充填捕集管：柴田製市販活性炭単層型8015-0541の両端パッキングを石英ウールで置き換えたもの(特注品)
 - (3) GC用オートサンプラーバイアル：アジレント製5182-0866 PTFE/シリコン/PTFEセプタム付き
 - (4) 250 µLバイアルインサーター：アジレント製5181-3377
 - (5) 1 mL用パスツールピペット：井内55-4032-01
 - (6) ガラス管カッター：スベルコ製ORBOチューブカッター20596
 - (7) 25 µLマイクロシリンジ：ハミルトン702
- (3)~(5)のガラス器具は、300°C12時間加熱した後、ガラス製シャーレに入れガラス製デシケーターに保管した。その他のガラス器具類は、直前にアセトンで洗浄してから使用した。

3. 試薬

(1) トルエン：和光製Pureトルエン（100mL）を使用。測定日毎に使い切る。

(2) 二硫化炭素：和光製作業環境測定用(200mL)を使用。

(3) フタル酸エステル類混合標準溶液（10mg/L）：各フタル酸エステル類標準ヘキサン溶液（1000mg/L）各1 mLを全量フラスコ100mLにとり、トルエンを標線まで加える。

(4) フタル酸エステル類サロゲート化合物混合溶液（10mg/L）：フタル酸ジエチル(d4), フタル酸ジ-n-ブチル(d4)及びフタル酸ジ-2-エチルヘキシル(d4)のヘキサン溶液（1000mg/L）各1 mLを全量フラスコ100mLにとり、トルエンを標線まで加える。

4. ガスクロマトグラフ準備操作

アセトン洗浄したスプリットレスライナ（アジレント製5181-3316）にグラファイトオリング（アジレント製5180-4173）をはめGC注入口（Merlinマイクロシールセプタム付き）に取り付ける。測定日毎にライナを取り替え、注入口側を10~15cm程度切断したGC分離カラムを接続する。カラム内ヘリウム流量1.16mL/min, カラムオープン温度100℃, 注入口温度280℃に調節して12時間以上エージングを行う。

5. 定量操作

ガス採取装置に先端を切断した捕集管を銜色ゴム管で取り付け、測定箇所を設置する。ガス採取装置の流量を100mL/minに調整し、7日間（168時間）空気を捕集する。捕集管の両端を捕集管付属のキャップで密封し、アルミホイルでくるんで遮光した後、ポリエチレン製密閉容器に入れ、保冷剤を入れた保冷箱で試験室に運搬する。試験室で捕集管をガラス製保管容器に移し替え、約5℃の冷暗所に試験まで保存する。

捕集剤を容易に取り出せるように捕集管の任意の位置で切断する。捕集剤及び上部ガラスウールをオートサンプラー用バイアルに移し入れた後、パスツールピペットでトルエン1 mLを、下部パッキングを取り除いた吸着管内に通過させてバイアル中に流下させる。発泡が治まった後（約5分後）、フタル酸エステル類サロゲート化合物混合溶液5 μLを添加し、キャップで密栓する。バイアルを振とう器ラックに載せ、1時間振とう抽出する。バイアルをFig. 1に示すホルダーに入れ、約15℃に保った遠心機内で2000rpm（76G）、20分間遠心分離する。約200 μLの抽出液をパスツールピペットでバイアルインサーターに移し入れる。

抽出液をTable 1に示すGC/MS測定条件でGCに注入し、フタル酸エステル類を定量する。Fig. 2に標準液のSIMクロマトグラムを示した。

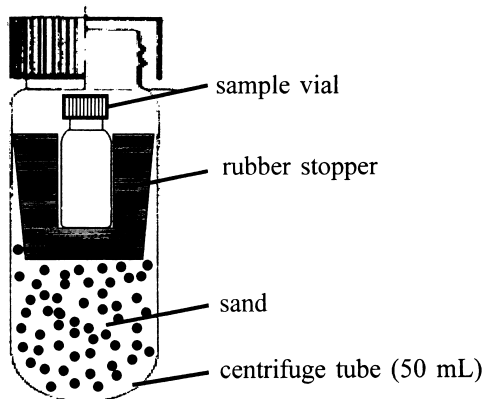


Fig.1 Centrifuge holder for a sample vial

Table 1 Operating conditions for GC/MS

GC (HP5890 II)	
Column	HP-1ms, 30 m × 0.25 mm i.d. × 0.25 μm film thickness
Column temperature	100°C (2 min) → 20°C/min → 180°C (0 min) → 8°C/min → 280°C (0 min)
Injection mode	splitless (280°C), purge off time: 1 min
Injection volume	2 μL
Carrier gas	Helium (1.16 mL/min, constant flow mode)
Interface temperature	280°C
MS (HP5972A)	
Ionization mode	EI
SIM monitoring ion (m/z)	Diethyl phthalate (149, 177), Dipropyl phthalate (149, 209), Di-iso-butyl phthalate (149, 223), Di-n-butyl phthalate (149, 223), Dipentyl phthalate (149, 237), Butylbenzyl phthalate (149, 206), Di-n-hexyl phthalate (149, 251), Dicyclohexyl phthalate (149, 249), Di-2-ethylhexyl phthalate (149, 167), Diethyl phthalate-d4 (153), Di-n-butyl phthalate-d4 (153), Di-2-ethylhexyl phthalate-d4 (153)

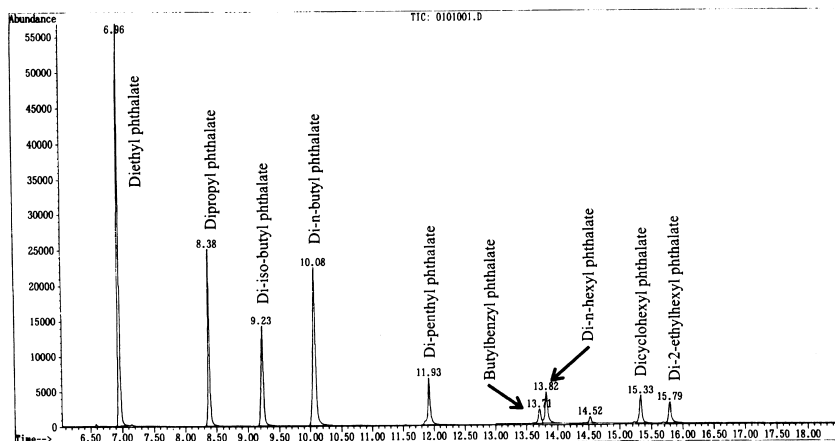


Fig.2 SIM chromatogram of phthalates
each phthalates concentration: 0.2ng/uL

III 結果及び考察

1. 各種溶媒による回収率

室内空气中揮発性有機化合物 (VOCs) の測定においては、炭素系吸着剤からの有機成分の抽出に二硫化炭素が一般に用いられている³⁾。二硫化炭素は沸点 (b.p. 16°C) が低く、無極性分離カラムにおいては通常の測定対象VOCsより早いカラム保持時間を持っているのでVOCsの測定を妨害しない。しかし、炭素系吸着剤は表面の活性水素が浸漬溶媒と発熱反応を起こすため⁴⁾、注入時に沸点の低い二硫化炭素は、一部揮発するので理想的な抽出溶媒ではない。フタル酸エステル類のみを測定対象とするならば、より沸点の高い溶媒の選択を検討すべきと考えた。炭素系捕集剤からの有機化合物の抽出溶媒としてはジクロロメタン⁵⁾、ジメチルホルムアミド⁶⁾、二硫化炭素⁷⁾、アセトン⁸⁾、トルエン⁹⁾、ヘキサン¹⁰⁾又はベンゼン¹¹⁾が使用されている。

捕集剤からフタル酸エステル類を抽出するために二硫化炭素、ジクロロメタン、ヘキサン及びトルエンを使用して回収率の比較を行った。活性炭充填捕集管及びORBO-91Lの捕集剤上部にフタル酸エステル類標準液 (50ng/μLヘキサン溶液) 2 μLを添加後、高純度窒素を約100mL/minの割合で1時間通気した。捕集剤及び上部パッキングをオートサンプラーバイアルに入れ、二硫化炭素、ジクロロメタン、ヘキサン又はトルエン 1 mLを、下部パッキングを取り除いた捕集管内に通過させ、バイアル中に流下させた。この流出液について、定量操作に準じて各フタル酸エステル類を

定量した。

Table 2 及び3に示すように、二硫化炭素による抽出では、活性炭充填捕集管を使用した場合、回収率は21.9%~334.5%の範囲であった。ORBO-91Lの場合は、69.1%~243.6%であった。ジクロロメタンによる抽出では、活性炭充填捕集管を使用した場合、回収率は17.9%~130.5%の範囲であった。ORBO-91Lの場合は、31.6%~165.9%であった。ヘキサンによる抽出では、活性炭充填捕集管を使用した場合、全てのフタル酸エステル類は全く回収されなかった。ORBO-91Lの場合もフタル酸ブチルベンジルとフタル酸ジ-n-ヘキシルは回収されなかった。トルエンによる抽出では、活性炭充填捕集管を使用した場合、回収率は81.3%~266.3%の範囲であった。ORBO-91Lの場合は、53.7%~160.9%であった。フタル酸ジ-2-エチルヘキシルの回収率は、両捕集管共にヘキサンを除く溶媒で100%を大きく上回ってしまった。

抽出溶媒としては活性炭充填捕集管を使用した場合は、トルエンは回収率が良く、ORBO-91Lの場合は、二硫化炭素が良かった。スプリットレス注入では、低沸点の溶媒に比べ、高沸点の溶媒は幾つかの有利な点がある。すなわち、シリンジディスクリミネーションが少なく、試料の気化による圧力パルスも少なく、溶媒フォーカシングも容易で、初期温度も高くできる¹²⁾。フタル酸エステル類の測定は、非常に微量測定を要求されるのでクロマトグラフィーの条件は重要である。そこで、捕集管として活性炭充填捕集管を用い、抽出溶媒としてトルエンを組み合わせて用いる方法を検討した。

Table 2 Recovery rate from Sibata charcoal tube (added each 100 ng)

Compound	Solvent			
	CS ₂	CH ₂ Cl ₂	Hexane	Toluene
Diethyl phthalate	25.7	45.8	not found	81.3
Dipropyl phthalate	37.3	43.4	not found	85.4
Di-iso-butyl phthalate	51.5	43.9	not found	95.7
Di-n-butyl phthalate	52.0	53.8	not found	96.8
Dipentyl phthalate	47.9	27.3	not found	93.6
Butylbenzyl phthalate	21.9	43.5	not found	85.7
Di-n-hexyl phthalate	45.8	17.9	not found	91.3
Dicyclohexyl phthalate	69.9	40.3	not found	137.5
Di-2-ethylhexyl phthalate	334.5	130.5	not found	266.3

Table 3 Recovery rate from Supelco ORBO-91L tube (added each 100 ng)

Compound	Solvent			
	CS ₂	CH ₂ Cl ₂	Hexane	Toluene
Diethyl phthalate	79.7	42.7	1.8	56.8
Dipropyl phthalate	71.4	36.2	4.5	53.7
Di-iso-butyl phthalate	69.1	31.6	33.9	61.1
Di-n-butyl phthalate	81.1	35.3	7.8	54.7
Dipentyl phthalate	82.0	32.6	5.6	62.6
Butylbenzyl phthalate	105.6	35.3	0.0	83.7
Di-n-hexyl phthalate	86.6	34.0	0.0	67.8
Dicyclohexyl phthalate	120.1	61.6	77.7	112.4
Di-2-ethylhexyl phthalate	243.6	165.9	119.2	160.9

2 破過試験

添加回収試験と同様に調製した捕集管 (100ng/ μ L, 10 μ L添加) と無添加捕集管を直列に連結したものと及び無添加捕集管を2本直列に連結した2系列 (Run 1, Run 2) に、約200gの粒状活性炭 (4~6 mesh) を充てんしたカラムを通過させた外気を100 mL/minで168時間 (7日間) 連続通気した。しかし、粒状活性炭のみでは外気中のフタル酸エステル類を完全に除去できず、ブ

ランク値が大きくなったために破過容量を求められなかった。次に、フタル酸エステル類サロゲート化合物混合溶液 (100ng/ μ L, 10 μ L添加) で破過試験を行った。7日間 (1021L) 及び14日間 (2215L) 連続通気したが、Table 4 に示すように後段の活性炭充填捕集管 (Backup tube) からはサロゲート化合物は検出されず、14日間の通気では破過は起こらなかった。

Table 4 Result of breakthrough test by surrogate compounds (added each 1000 ng)

	Passed air volume (L)	Compound		
		DEP-d4	DBP-d4	DEHP-d4
		Recovery rate (%)		
Added Tube (Run 1)	1 0 2 1	8 8 . 8	8 8 . 6	8 3 . 5
Added Tube (Run 2)	2 2 1 5	9 9 . 9	1 0 0 . 7	8 6 . 4
Backup Tube (Run 1)	1 0 2 1	0 . 0	0 . 0	0 . 0
Backup Tube (Run 2)	2 2 1 5	0 . 0	0 . 0	0 . 0

DEP: Diethyl phthalate, DBP: Di-n-butyl phthalate, DEHP: Di-2-ethylhexyl phthalate

3 定量下限

用いた活性炭充填捕集管には、内径4mmガラス管に20~40メッシュ200mgのピツパーグ活性炭が充填されており、活性炭ストッパーとして両端に石英ウールが使用されている。両端を溶封したガラス管内に密閉された活性炭は、開封されるまで汚染を受けることはないで、前処理無しで使用することができる。したがって、定量下限値は、未使用の活性炭充填捕集管に含まれるブランク値を求めることで得られる。活性炭充填捕集管から、空気入口側石英ウール及び活性炭をサンプルバイアルに取り出し、トルエン1mLを加えたものと及びガラス管の内壁をトルエン1mLで洗い流した溶出液について、定量操作を行いフタル酸エステル

類を定量した。結果はTable 5 に示すように、フタル酸ジ-2-エチルヘキシルがガラス管内壁に最も多く存在し、さらに石英ウール及び活性炭にも存在した。次いで、フタル酸ジ-n-ブチルが石英ウールと活性炭に存在していた。また、フタル酸ジエチル、フタル酸ジイソブチルフタレート及びフタル酸ジシクロヘキシルも活性炭に極微量存在していた。

ガラス管、石英ウール及び活性炭に含まれる各フタル酸エステル類の含量から標準偏差を求め、その10倍を定量下限値とした。また、144L (100mL/min, 24時間) 又は1008L (100mL/min, 7日間) の空気を捕集した場合の定量下限濃度の計算結果値をTable 5 に示した。

Table 5 Results of blank test of the charcoal tube and method detection limits (n=6)

Compounds	Blanks			Total of blanks (ng/tube)	s of total (ng/tube)	10s of total (MDL of mass) (ng/tube)	MDL at 144L sampling (ng/m ³)	MDL at 1008L sampling (ng/m ³)
	Glass tube	Quawts wool	Activated carbon					
	ng	ng	ng					
Diethyl phthalate	0.0	0.0	0.3	0.3	0.2	2.2	15.2	2.2
Dipropyl phthalate	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Di-iso-butyl phthalate	0.0	0.0	0.2	0.2	0.1	1.5	10.2	1.5
Di-n-butyl phthalate	0.0	1.4	3.1	4.6	2.3	22.6	157.0	22.8
Dipentyl phthalate	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Butylbenzyl phthalate	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Di-n-hexyl phthalate	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Dicyclohexyl phthalate	0.0	0.0	0.1	0.1	0.1	1.3	8.7	1.3
Di-2-ethylhexyl phthalate	57.5	13.3	14.2	84.9	78.2	781.8	5429.0	788.0

MDL: method detection limit

4 実試料の測定

実験を開始した時点では、室内空気中のフタル酸エステル類濃度の報告例はなかったので、本法の有用性を定量下限値から評価することはできなかった。そこで、本法を用いて、実試料の測定を木造築15年の一戸建住宅のリビングルームで1年間継続して行い、その結果をTable 6 に示した。定量下限値を超えて検出された測定対象化合物は、室内濃度平均値の高いものから低いもの

の順に並べるとフタル酸ジ-n-ブチル、フタル酸ジエチル、フタル酸ジイソブチル、フタル酸ブチルベンジル、フタル酸ジ-n-ヘキシル、フタル酸ジプロピル、フタル酸ジベンチルの順であった。フタル酸ジエチル、フタル酸ジイソブチル及びフタル酸ジ-n-ブチルは、室外空気中で定量下限値を下回る測定月があった。また、フタル酸ジシクロヘキシル及びフタル酸ジ-2-エチルヘキシルは、全ての測定月で室内外共に定量下限値を下回った。フタル酸ジベ

ンチル、フタル酸ジ-n-ヘキシル及びフタル酸ジプロピルは、現在、日本で製造されていないにもかかわらず、室内空気中で検出されたことは興味深い結果であった。Fig.3に検出濃度の高いフタル酸ジ-n-ブチルとフタル酸ジエチルの経月変化を図示した。

Fig.4は、外気温及びTable 6中のNo.1~7のフタル酸エステル類合計量との関係を示した。フタル酸エステル類濃度の変化は、温度の変動と共に変化している傾向が見られる。Table 7に示したように統計的にも外気温と外気中のフタル酸エステル類濃度とは有意な関係が見られた。空气中に存在するVOCsの中でホ

ルムアルデヒドは、気温の変動と共に濃度も変化することが報告されている¹³⁾。ホルムアルデヒドがトルエン等のVOCsと異なる挙動を示す原因として、トルエン等のVOCsは溶剤として材料表面で使用されているのに対して、ホルムアルデヒドの発生源は住宅用建材に使用されているホルムアルデヒド系接着剤等に由来し、材質内部から発生するため、材質の温度と関連するものと考えられる。プラスチック可塑剤として使用されているフタル酸エステル類も同様に、材質内部が温められることで発生量が増えるものと推測できる。

Table 6 Results of indoor and outdoor measurements for one year
Fine type with underline print of concentration vales are under MDLs

No.	Compound	Place	Sampling month												
			8	9	10	11	12	1	2	3	4	5	6	7	8
			Outdoor temperature (°C)												
			28.8	22.4	16.5	12.5	6.5	8.0	7.0	10.0	16	20	23	29	29
			Concentration of phthalate (ng/m ³)												
1	Diethyl phthalate	Out	7	15	<u>2</u>	4	<u>1</u>	<u>1</u>	<u>1</u>	<u>1</u>	<u>1</u>	3	9	6	4
		In	71	83	47	43	20	19	17	27	37	31	35	21	17
2	Dipropyl phthalate	Out	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
		In	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0
3	Di-iso-butyl phthalate	Out	2	3	2	2	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	2	4	4
		In	10	9	8	10	7	7	7	24	32	21	25	11	15
4	Di-n-butyl phthalate	Out	56	67	28	33	<u>5</u>	<u>4</u>	<u>2</u>	<u>7</u>	<u>16</u>	<u>17</u>	61	102	121
		In	308	250	141	185	108	102	92	148	250	150	151	129	173
5	Dipentyl phthalate	Out	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
		In	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
6	Butylbenzyl phthalate	Out	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
		In	3	3	1	2	2	1	1	1	5	0	4	4	2
7	Di-n-hexyl phthalate	Out	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
		In	1	1	1	1	1	0	0	0	4	0	1	1	1
8	Dicyclohexyl phthalate	Out	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>
		In	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>1</u>	<u>1</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>1</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>	<u>0</u>
9	Di-2-ethylhexyl phthalate	Out	14	10	5	13	13	43	0	27	5	16	66	13	0
		In	391	208	73	144	73	105	0	65	309	261	306	461	487
Total of outdoor 1-7		Out	66	85	33	40	6	5	3	8	18	20	73	112	129
Total of indoor 1-7		In	394	346	198	242	137	129	117	201	328	202	216	168	208

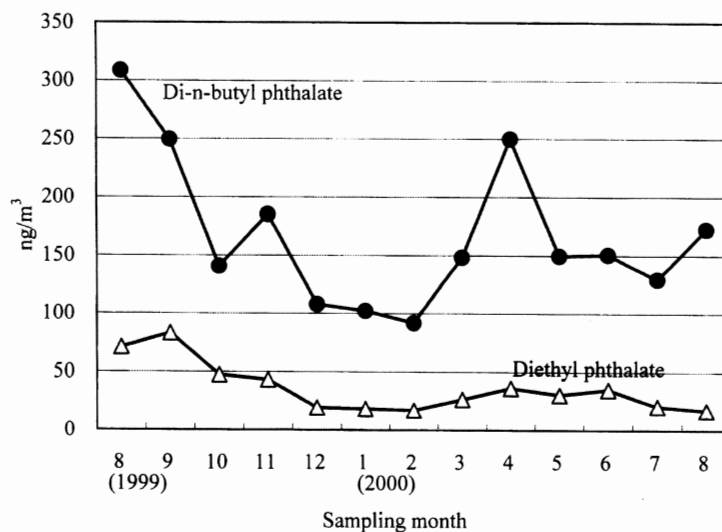


Fig.3 Results of measurement of the indoor air

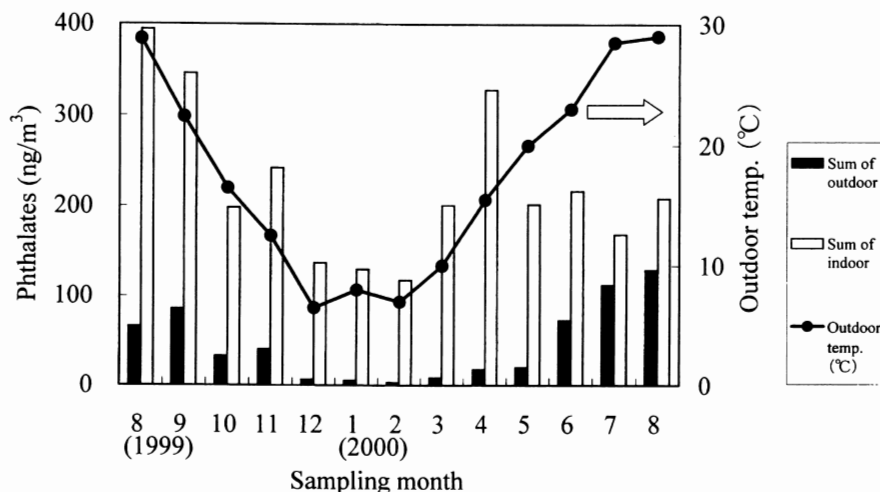


Fig.4 Changes for sum of several phthalates concentrations and outdoor temperature

Table 7 t-test results between temperatures and phthalates concentrations

	Outdoor temp. (°C)	Indoor temp. (°C)	Diethyl p. Outdoor	Di-iso-butyl p., Outdoor	Di-n-butyl p., Outdoor	Sum of outdoor[1]	Diethyl p. Indoor	Di-iso-butyl p., Indoor	Di-n-butyl p., Indoor	Sum of indoor[1]
Outdoor temp.(°C)	-	[**]	[*]	[**]	[**]	[**]	[]	[]	[]	[]
Indoor temp. (°C)	[**]	-	[*]	[**]	[**]	[**]	[]	[]	[]	[]
Diethyl p. Outdoor	[*]	[*]	-	[*]	[*]	[*]	[**]	[]	[]	[*]
Di-iso-butyl p., Outdoor	[**]	[**]	[*]	-	[**]	[**]	[]	[]	[]	[]
Di-n-butyl p., Outdoor	[**]	[**]	[*]	[**]	-	[**]	[]	[]	[]	[]
Sum of outdoor[1]	[**]	[**]	[*]	[**]	[**]	-	[]	[]	[]	[]
Diethyl p. Indoor	[]	[]	[**]	[]	[]	[]	-	[]	[**]	[**]
Di-iso-butyl p., Indoor	[]	[]	[]	[]	[]	[]	[]	-	[]	[]
Di-n-butyl p., Indoor	[]	[]	[]	[]	[]	[]	[**]	[]	-	[**]
Sum of indoor[1]	[]	[]	[*]	[]	[]	[]	[**]	[]	[**]	-

[**]: Significant at $0 \leq P \leq 0.01$, [*]: Significant at $0 \leq P \leq 0.05$, []: Significant at $P > 0.05$
 [1]: Sum of 7 phthalates same as in Table 6.

IV まとめ

室内空気中のフタル酸エステル類の平均的暴露量を求めるために、低流量で一週間連続して炭素吸着剤に捕集する方法を検討し、実際の家屋で一年間の測定を実施した。測定対象物質中でフタル酸ジ-n-ブチルが室内外共に最大濃度を示し、濃度範囲は室外で23未満~121ng/m³、室内で92~308ng/m³であった。しかし、フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは、捕集管素材に由来するブランク値が大きすぎて測定できなかった。両端を溶封したガラス管内に捕集剤をパッキングした捕集管は、開封前に汚染を受けることがなく、簡易に使用できるので、捕集管製造時に汚染を防ぐことができればフタル酸エステル類測定用として実用できるものと考えられる。

謝辞

活性炭充填捕集管の特注製造に多大な協力を頂いた、柴田科学器械工業(株)鈴木義浩氏に感謝いたします。

文献

- 1) 「水環境中の内分泌攪乱化学物質 (いわゆる環境ホルモン) 実態調査」: 環境庁水質保全課, 平成11年10月。
- 2) 「平成11年度 暴露評価研究測定マニュアル」: 国立医薬品食品衛生研究所, 平成12年10月24日。
- 3) 「室内空気中化学物質の室内濃度指針値及び標準的測定方法等について」: 厚生労働省医薬局長, 医薬発第828号, 平成13年7月25日。

- 4) 炭素材料学会編：「活性炭-基礎と応用」, p.14, 講談社 (1981).
- 5) D' Agostino P A, Provost L R, Anacleto J F : Capillary column gas chromatography - mass spectrometry and gas chromatography-tandem mass spectrometry detection of chemical warfare agents in a complex airborne, J. Chromatogr., 504, 259-268 (1990).
- 6) Frimmel F H Millington D S, Christman R F: Quantifizierung organischer Substanzen in Aktivkohleextrakten mit Hilfe der Gas-Chromatographie / Massenspektrometrie, Fresenius Z. Anal. Chem., 327, 149-153 (1987).
- 7) Harrold D E, Young J C : Extraction of priority pollutants from solids, Proc. Am. Soc. Civ. Eng. J. Environ. Eng. Div., 108, 1211-1227 (1982).
- 8) Tyras H, Stufka-olczyk J: Gas chromatographic determination of acrylonitrile, benzene, butadiene, ethylbenzene, methanol, toluene and o-xylene in air, Chem. Anal. (Warsaw), 29, 281-287 (1984).
- 9) 泉川碩雄, 星純也 : 吸着捕集 - 溶媒抽出 - GC/MS法による揮発性有機化合物の測定方法の検討, 全国公害研会誌, 23, 66-75 (1998).
- 10) Sun F: Preconcentration and Determination of Naphthalene in Air and Water Using Activated Carbon Adsorption, Carbon Disulfide Extraction and Gas Chromatography, Mikrochim Acta., 113, 91-99 (1994).
- 11) Thomason M M, Bertsch W: Evaluation of sampling methods for the determination of trace organics in water, J. Chromatogr., 279, 383-393 (1983).
- 12) Matthew S. Klee (細川秀治 訳) : 「ガスクロマトグラフの注入口と試料の導入」, p.57, 横河電機 (1990).
- 13) 中山和好, 日野隆信, 今関久和, 中橋ひろみ : 事務所ビルにおけるVOCs濃度の経時変化について, 第38回全国衛生化学技術協議会年会講演集, p.104~105, (2001).