

VI 室内空气中化学物質の加熱脱離法による実態に関する研究

主任研究者：	安藤 正典	国立医薬品食品衛生研究所
分担研究者：	三浦 通利	岩手県環境保健研究センター
	片平 大造	福島県衛生研究所
	酒井 洋	新潟県保健環境科学研究所
	山口 貴史	群馬県衛生環境研究所
	小川 政彦	埼玉県衛生研究所
	北爪 稔	横浜市衛生研究所
	小林 浩	山梨県衛生公害研究所
	近藤 文雄	愛知県衛生研究所
	小林 博美	滋賀県立衛生環境センター
	古市 祐子	大阪市立環境化学研究所
	八木 正博	神戸市環境保健研究所
	谷口 秀子	姫路市環境衛生研究所
	立野 幸治	山口県環境保健研究センター
	津野 正彦	高知県衛生研究所
	力 寿雄	福岡県保健環境研究所
	山崎 誠	福岡市保健環境研究所
	大和 康博	北九州市環境科学研究所
	菅本 康博	熊本市環境総合研究所
委託研究者：	皆川 直人	グリーンブルー株式会社
	長宗 寧	グリーンブルー株式会社
	牧原 大	グリーンブルー株式会社

研究要旨 室内空气中化学物質の加熱脱離法による実態に関する研究を行った。衛生研究所 18 機関及び大学の協力を得て全国の住宅において室内外中の揮発性有機化合物 (Volatile Organic Compounds:VOCs) を加熱脱離方によって、10ml/min の流量で 24 時間、室内外空気を試料採取し、分析はガスクロマトグラフ-質量分析法で行った。対象成分は ISO11 分類の他、我が国固有の成分を加え 121 成分とした。室内空气中でのべ 117 成分が検出され、トルエンと 1,4-ジクロロベンゼンはガイドライン値を超過した住宅が見られた。個別 VOCs を積算した総揮発性有機化合物 (Total Volatile Organic Compounds:TVOC) の室内濃度は中央値が $380 \mu\text{g}/\text{m}^3$ であり、ほぼ暫定目標値と同等であった。しかし暫定目標値超過住宅は約 50% に達し、この内、新築での超過率は約 75% であった。なお、TVOC 濃度に占めるガイドライン対象物質の割合は、ほとんどの住宅で 50% 以下であった。今回の結果から、今後、単一成分はもちろんのこと VOCs 総量 (TVOC) における空気質の評価、更なるデータの収集と蓄積が必要と考えられた。

A. 研究目的

化学物質による室内汚染が社会問題となっており居住環境において様々な揮発性有機化合物 (VOCs : Volatile Organic Compounds) の測定が行われている。また、居住環境中にはガイドライン等で規制されている化学物質以外にも多くの化学物質が存在していることから総揮発性有機化合物 (TVOC) を一つの指標として検討している。しかし、現状では居住環境内における VOCs 濃度の実態、測定方法、対象物質及び評価方法など不明な点が多い。そこで、居住環境における VOCs 濃度の実態把握を中心に研究を行った。

B. 研究方法

1. 研究体制

本研究は、居住環境内外の VOCs の存在状況を把握する観点から全国 19 機関及び大学の協力を得て実施した。

2. 採取方法

(1) 測定期間

平成 13 年 12 月～平成 14 年 1 月

平成 14 年 10 月～平成 15 年 2 月

(2) 対象住宅

182 住宅 (新築 66、居住 116)

なお、屋外はこの内 94 住宅を対象にした。

ここでいう新築は竣工もしくは引渡し後 3 ヶ月までの住宅を指し、それ以降を居住とした。

(3) 対象揮発性有機化合物

対象成分は、ISO13 分類を基に測定手法の異なるアルデヒド類、標準物質を混合することで安定性に影響する酸類を除いた 11 分類とした。また、国内外文献から室内中において高濃度で検出された VOCs、更に我が国固有の数成分を追加し、合計 121 成分とした。対象成分は表 1 に示した。

(4) 採取条件

試料採取には加熱脱着捕集管 (Airtoxics : パーキンエルマー製) を使用し、室内空気を 10ml/min で約 24 時間捕集した。なお、採取後の捕集管は活性炭を入れた容器の中に保管し分析に供するまで冷暗所で保管した。

(5) 試料採取場所

試料採取は対象住宅の室内外とし、室内は基本的に家族が長い時間滞在すると思われる「居間」とし、部屋の中央、高さ 1.2~1.5m の位置に捕集管を設置し空気を採取した。

屋外は室内からの影響を考え外壁から 1m 以上離し、かつ降雨、直射日光を遮蔽する等を考慮した。

3. 分析方法

(1) 標準物質

和光純薬製のメタノール混合標準物質を使用した。

(2) 分析条件

試料採取後の捕集管は、内部標準物質 (和光純薬製: トルエン d8、クロロベンゼン d5) を添加した後、加熱脱着法にてガスクロマトグラフ質量分析 (以下、GC/MS) 計で分析した。分析装置は QP5050A (島津製作所製)、導入装置は ATD400 (パーキンエルマー製)、カラムは CP-SIL 5CB (クロムパック製; 0.32mm i.d.×60m、膜厚 1.0 μm) を使用した。

昇温条件は、40℃で 10 分保持後、140℃まで 3℃/min で昇温、以後、5℃/min で 200℃まで昇温して、36 分保持した。200℃~300℃までは 10℃/min で昇温して、300℃で 5 分保持した。キャリアーガスはヘリウムを用い、1ml/min、スプリット比 1:20 の条件にて SCAN モードで定量した。

C. 研究結果及び考察

1. 検出成分数

図 1 に室内空気及び標準物質のクロマトグ

ラムを示した。室内で 117 成分が検出された。全住戸で検出された成分は表 2 に示した通り、芳香族炭化水素 10 成分、脂肪族炭化水素 3 成分、ハロゲン化炭化水素 1 成分及び我が国固有成分 1 成分の合計 15 成分であった。表 3 は室内で検出された VOCs を新築と居住に分けて集計したものである。表 3 から室内での VOCs 検出数は平均で 66 成分、居住、新築別では各々 64、71 成分であり、新築での検出成分が多いことがわかった。

2. 成分濃度

表 5 は室内で測定した 121 成分の算術平均値（平均値）、中央値、最大値、最小値を示したものである。

表 6 は測定対象の 182 住宅の最大値、中央値を表 5 より抜粋したものである。なお、最大値を検出した住宅が新築か居住かの違いを調べるために、合わせて新築、居住での最大値も示した。ただし、表中の太字は全住戸の最大値を示したものである。最大値 $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以上の 32 成分を比較するとエタノールが新築で $19.4\text{mg}/\text{m}^3$ と最大値を示したが居住でも $15.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ であった。また、最大値を示した成分は新築が 32 成分中 21 成分、居住が 11 成分と約 70%が新築で検出された。更に、住宅資材中（木質建材など）から発生する成分と加工や用材に関係する成分にこれら 32 成分を区分すると明らかに住宅資材中から発生する α -ピネン、3-カレン等のテルペン類、溶剤から発生する n-ヘキサン、トルエン、キシレン等は新築住宅で明らかに濃度が高かった。

3. ガイドラインとの比較

ガイドライン 13 物質の内、トルエン、キシレン、スチレン、エチルベンゼン、1,4-ジクロロベンゼン、テトラデカンの VOCs6 物質についてガイドライン超過の有無を表 7 に示した。この内、トルエンと 1,4-ジクロロベンゼンがガイドライン値を超過した。トルエンは新築と居

住で最大値を比較すると新築は居住の $386 \mu\text{g}/\text{m}^3$ に較べ約 3 倍強の濃度であった。一方、1,4-ジクロロベンゼンは新築、居住共に最大値は同等であった。

4. TVOC 濃度

表 8 は室内、屋外の 121 成分の合計値を TVOC 濃度として示したものである。なお、俵は、121 成分合計 (ALL)、121 成分合計からエタノールを除いたもの (ALL-EtOH)、ISO 分類のみ (ISO) に区分した。室内外共に ISO と ALL-EtOH の TVOC 濃度は同様であり、平均値では室内は $640 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、屋外は $92 \mu\text{g}/\text{m}^3$ であり室内は屋外の約 7 倍を示した。一方、エタノールを含めた ALL では室内の平均値は $1800 \mu\text{g}/\text{m}^3$ であり ISO 及び ALL-EtOH の 3 倍に達した。このことからエタノールを考慮するかしないかで TVOC 濃度が大きく変わることがわかる。今後 TVOC 濃度を評価する際にエタノールを加えるかどうかの検討が必要である。

そこで表 9 にはエタノールを除外して室内、屋外の TVOC 濃度を示した。なお、室内は新築、居住についても同様に示した。表 9 から、室内では中央値が $380 \mu\text{g}/\text{m}^3$ とほぼ暫定目標値 ($400 \mu\text{g}/\text{m}^3$) と同等であった。また、室内では約 50%が暫定目標値を超過しており新築で 75%、居住で 30%超過していた。屋外は室内と比較して顕著に濃度が低い結果であった。暫定目標値を超過したのは 2 件であったがこれは試料採取時に室内の影響を受けたものと考えられる。

次に新築を入居後 1 ヶ月、1~2 ヶ月、2~3 ヶ月の 3 つの期間に区切った濃度及び濃度分布を図 2 に示した。図 2 より、入居後 1 ヶ月では 19 住宅の内 18 住宅で暫定目標を超過しているが、2~3 ヶ月後では約 40%の住宅で $400 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下となっており時間の経過と共に化学物質濃度が低下する傾向が見られた。

5. TVOC 濃度中に占めるガイドライン対象成分の割合

図3はTVOC中に占めるガイドライン対象6成分の割合を示した。図3は上から室内(新築+居住)、居住、新築について示したものである。濃度分布は新築と居住で若干傾向が異なるものの、ガイドライン対象成分のTVOCに占める割合が50%以下のものがほぼ90%を占めていた。これは現在のガイドライン対象物質のみでは室内空気中のVOCsを十分に把握できていないことを示唆しており、単一成分の規制に加えてTVOCとしての総量規制が必要と考える。

D. 結論

全国19機関及び大学の協力を得て182住宅の居住環境内外のVOCs濃度測定を実施した。

(1) 182住宅の室内で検出されたVOCsは117成分であった。

(2) 全ての住宅から芳香族炭化水素10成分、脂肪族炭化水素3成分、ハロゲン化炭化水素1成分及び我が国固有の成分1成分が検出された。

(3) α -ピネン(テルペン類)、1,4-ジクロロベンゼン(ハロカーボン)、n-ヘキサン、n-デカン(脂肪族炭化水素)、トルエン(芳香族炭化水素)などで高い濃度が見られた。図3はエタノールを除いたISO分類の割合を

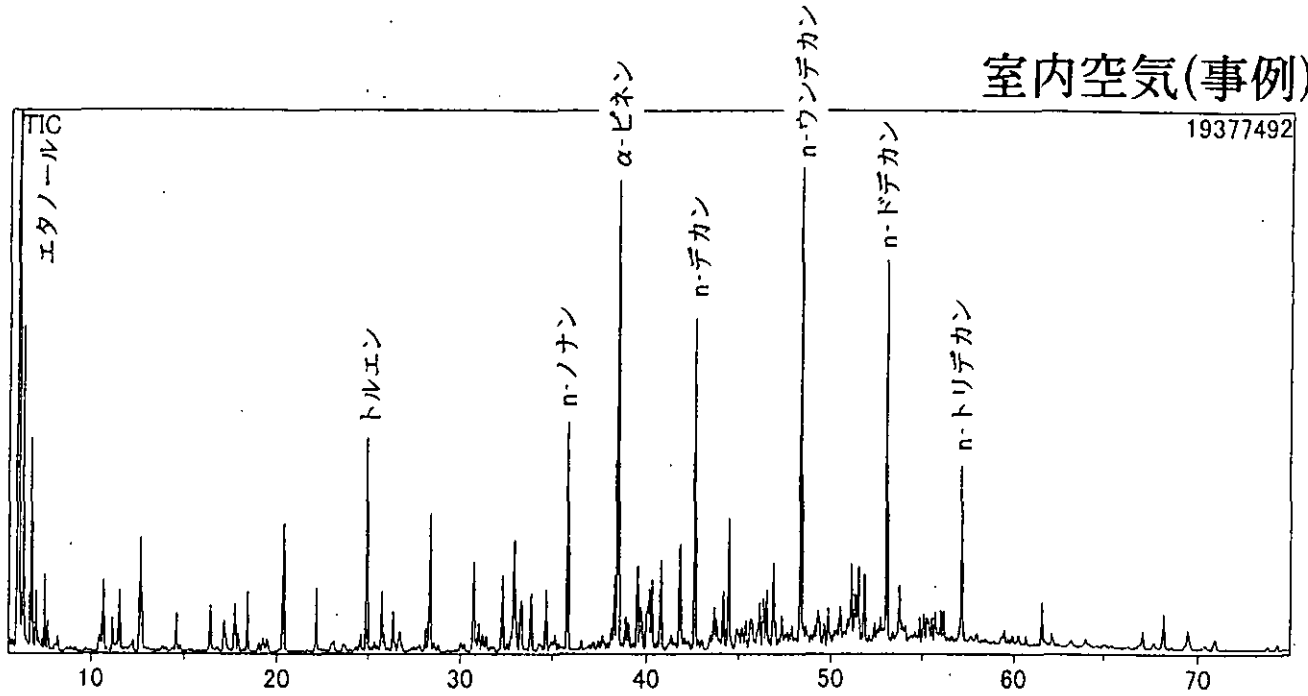
示したものであり、芳香族炭化水素(33%)、脂肪族炭化水素(26%)、テルペン類(15%)の3成分で74%を占めた。なお、エタノールは他のVOCsと比較して顕著に濃度が高く、エタノール以外のVOCs合計よりもエタノール単一濃度の方が高いこともあり、TVOCを評価する場合にはエタノールを除外する等の考慮が必要と思われる。

(4) 室内のTVOC濃度の中央値は $380\mu\text{g}/\text{m}^3$ でありほぼ暫定目標値($400\mu\text{g}/\text{m}^3$)と同程度であった。しかし、暫定目標値超過住宅は約50%に達し、新築では75%とこの差が拡大した。また、引渡しから入居までの時間が短いほど暫定目標値を超過する割合は高くなり、入居後1ヶ月後までの住宅の大半が暫定目標値を超過していた。

(5) TVOC中のガイドライン対象物質が占める割合を比較すると、新築、居住に関わらず、対象住宅の内90%の住宅が50%以下であった。このことは、現在のガイドライン対象成分の規制だけでは室内におけるVOCs汚染に対し十分でないと考えられる。

以上のことから、室内における化学物質の数や種類は多岐に渡ること、ガイドライン対象成分だけでは室内空気中のVOCsを十分に把握できていないことから、単一成分のみならずVOCs総量(TVOC)における空気質の評価も今後必要と思われる。

室内空気(事例)



標準試料

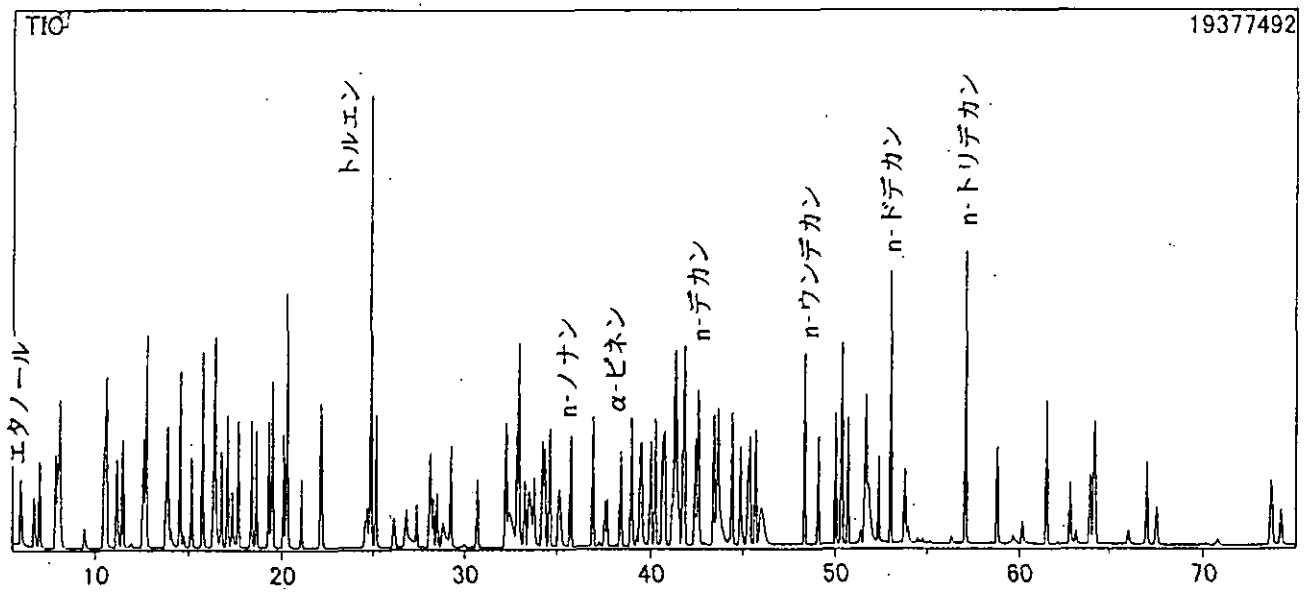


図1 標準試料及び室内空気的气相色谱グラム

表1 ISO分類における測定対象成分数

No.	分類	対象成分数
1	芳香族炭化水素	23
2	脂肪族炭化水素	23
3	環状アルカン類	6
4	テルペン類	7
5	アルコール類	13
6	グリコール/グリコールエーテル	8
8	ケトン類	5
9	ハロゲン化炭化水素	10
11	エステル類	13
12	フタル酸エステル類	2
13	その他	6
-	我が国固有の成分 (ISO以外)	5
	合計	121

7.アルデヒド類は測定手法が異なること、10.酸類は標準物質を混合した際の安定性の問題から対象より除いた。

表2 全住戸で検出された成分

分類・成分	平均値	中央値	最大値	最小値
1. 芳香族炭化水素				
Benzene	3.6	2.5	62.1	0.5
Toluene	59.6	29.4	1075.5	3.6
Ethylbenzene	12.7	5.6	481.3	0.8
m,p-Xylene	18.1	8.9	570.6	1.0
o-Xylene	7.5	3.6	124.4	0.4
1,2,4-Trimethylbenzene	11.4	5.0	179.6	0.7
1,3,5-Trimethylbenzene	3.6	2.1	50.0	0.2
2-Ethyltoluene	3.8	1.9	46.4	0.2
Styrene	4.9	2.2	126.3	0.2
2. 脂肪族炭化水素				
n-Hexane	22.9	3.5	1403.7	0.4
3-Methylpentane	2.7	1.7	23.4	0.2
n-Nonane	18.9	3.7	409.1	0.2
9. ハロゲン化炭化水素				
1,4-Dichlorobenzene	55.3	5.6	1478.0	0.5
我が国固有成分(ISO以外)				
Ethanol	1143.1	272.8	19370.0	0.6

表3 VOCsの検出数

	平均	最大	最小
全住戸	66	101	35
居住	64	101	35
新築	71	96	35
2ヶ月以上～3ヶ月まで	72	95	35
1ヶ月以上～2ヶ月まで	71	91	56
1ヶ月まで	70	96	42

表4-1 VOCs測定結果

単位: $\mu\text{g}/\text{m}^3$

番号	分類及び成分名	室内(新築+居住)				新築				居住			
		平均値	中央値	最大値	最小値	平均値	中央値	最大値	最小値	平均値	中央値	最大値	最小値
1. Aromatic Hydrocarbons													
1	Benzene	3.61	2.48	62.10	0.55	3.51	2.52	19.36	0.55	3.67	2.44	62.10	0.55
2	Toluene	59.58	29.38	1075.48	3.62	104.40	32.13	1075.48	7.56	34.08	25.12	385.95	3.62
3	Ethylbenzene	12.71	5.56	481.29	0.83	22.50	8.09	481.29	1.58	7.15	4.81	69.92	0.83
4	m,p-Xylene	18.06	8.89	570.59	1.03	27.23	12.42	570.59	2.12	12.84	7.49	145.11	1.03
5	o-Xylene	7.51	3.59	124.40	0.39	9.52	5.39	112.95	0.85	6.36	2.91	124.40	0.39
6	Isopropylbenzene	0.98	0.55	8.95	ND	1.09	0.86	8.95	ND	0.91	0.32	8.30	ND
7	n-Propylbenzene	2.14	1.43	21.76	ND	2.14	1.61	8.48	ND	2.14	1.15	21.76	ND
8	1,2,4-Trimethylbenzene	11.39	5.03	179.57	0.67	12.95	7.84	109.20	1.74	10.50	3.88	179.57	0.67
9	1,3,5-Trimethylbenzene	3.59	2.06	50.03	0.20	3.78	2.57	18.28	0.40	3.47	1.79	50.03	0.20
10	1,2,3-Trimethylbenzene	3.80	2.08	54.70	ND	3.76	2.79	18.56	0.53	3.81	1.81	54.70	ND
11	1,2,4,5-Tetramethylbenzene	1.50	0.64	19.28	ND	1.62	1.09	5.43	ND	1.43	0.44	19.28	ND
12	1-Methyl-3-propylbenzene	2.15	1.14	30.33	ND	2.41	1.58	17.71	ND	2.00	0.82	30.33	ND
13	n-Butylbenzene	0.13	ND	4.53	ND	0.04	ND	1.48	ND	0.18	ND	4.53	ND
14	1,3-Diisopropylbenzene	0.02	ND	2.42	ND	0.07	ND	2.42	ND	ND	ND	ND	ND
15	1,4-Diisopropylbenzene	0.02	ND	2.19	ND	0.06	ND	2.19	ND	ND	ND	ND	ND
16	Ethynylbenzene	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
17	p-Methylstyrene	0.06	ND	1.25	ND	0.07	ND	0.54	ND	0.05	ND	1.25	ND
18	α -Methylstyrene	0.37	0.13	9.56	ND	0.62	0.19	9.56	ND	0.23	ND	2.05	ND
19	2-Ethyltoluene	3.79	1.93	46.36	0.15	3.85	2.51	17.24	0.44	3.76	1.61	46.36	0.15
20	Styrene	4.92	2.23	126.27	0.16	7.95	3.44	126.27	0.33	3.19	1.82	98.05	0.16
21	Naphthalene	4.32	2.56	146.54	ND	4.05	2.76	26.84	ND	4.48	1.98	146.54	ND
22	4-Phenylcyclohexene	0.04	ND	3.59	ND	0.10	ND	3.59	ND	0.01	ND	0.38	ND
Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$		140.69	76.47	1342.91	ND	211.70	102.69	1342.91	21.40	100.30	66.57	1190.58	11.35
2. Aliphatic Hydrocarbons													
23	n-Hexane	22.90	3.49	1403.72	0.45	47.97	4.25	1403.72	0.57	8.63	3.41	340.36	0.45
24	2-Methylpentane	3.35	2.20	30.14	ND	3.00	1.93	19.87	0.38	3.56	2.42	30.14	ND
25	3-Methylpentane	2.66	1.73	23.44	0.24	2.55	1.60	21.06	0.25	2.72	1.79	23.44	0.24
26	n-Heptane	4.73	2.08	38.14	ND	4.10	1.96	38.14	ND	5.09	2.28	35.69	ND
27	n-Octane	13.19	2.19	284.34	ND	7.64	1.83	114.67	ND	16.35	2.52	284.34	ND
28	n-Nonane	18.90	3.73	409.11	0.23	11.86	3.95	121.81	0.82	22.91	3.51	409.11	0.23
29	2-Methyloctane	4.80	0.95	87.64	ND	2.93	0.74	37.52	ND	5.86	0.96	87.64	ND
30	3-Methyloctane	4.53	0.99	69.03	ND	3.03	1.05	34.12	ND	5.38	0.98	69.03	ND
31	2-Methylnonane	4.07	1.13	83.69	ND	3.41	1.46	17.15	ND	4.45	1.08	83.69	ND
32	3,5-Dimethyloctane	1.70	0.36	22.92	ND	1.52	0.55	20.84	ND	1.80	0.31	22.92	ND
33	n-Decane	26.51	6.05	1284.04	ND	15.84	7.37	88.90	1.27	32.58	4.83	1284.04	ND
34	n-Undecane	18.14	4.77	708.16	ND	15.08	7.39	151.89	ND	19.88	3.13	708.16	ND
35	n-Dodecane	11.36	3.24	259.63	ND	13.88	4.72	259.83	0.05	9.92	2.80	252.26	ND
36	n-Tridecane	6.03	2.19	132.68	ND	6.08	3.74	39.42	ND	6.00	1.94	132.68	ND
37	n-Tetradecane	4.04	2.78	76.87	ND	3.91	3.35	13.89	ND	4.11	2.31	76.87	ND
38	n-Pentadecane	0.90	ND	8.67	ND	0.76	ND	8.76	ND	0.98	ND	8.67	ND
39	n-Hexadecane	0.57	ND	5.30	ND	0.71	0.02	3.33	ND	0.49	ND	5.30	ND
40	2-Methylhexane	1.95	1.25	13.93	ND	1.78	1.08	13.93	ND	2.05	1.28	12.44	ND
41	3-Methylhexane	3.65	2.18	26.11	ND	3.49	1.97	25.68	0.38	3.74	2.25	26.11	ND
42	1-Octene	0.18	ND	8.84	ND	0.12	ND	0.96	ND	0.21	ND	8.84	ND
43	1-Decene	0.89	ND	24.45	ND	0.61	ND	6.47	ND	1.05	ND	24.45	ND
44	2,4-Dimethylpentane	0.27	0.17	4.20	ND	0.25	0.16	3.04	ND	0.28	0.18	4.20	ND
45	2,2,4-Trimethylpentane	0.30	0.17	4.10	ND	0.32	0.13	4.10	ND	0.29	0.18	4.07	ND
Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$		155.61	61.10	3296.42	ND	150.84	82.42	1449.14	6.66	158.33	48.60	3296.42	10.64
3. Cycloalkanes													
46	Methylcyclopentane	1.83	1.01	25.43	ND	2.31	1.08	25.43	ND	1.55	0.98	16.24	0.21
47	Cyclohexane	4.65	1.63	104.35	ND	6.70	1.78	104.35	ND	3.48	1.50	86.48	ND
48	1,4-Dimethylcyclohexane (C&T)	2.08	0.39	39.51	ND	1.06	0.40	10.88	ND	2.65	0.38	39.51	ND
49	cis-1-Methyl-4-isopropyl-cyclohexane	0.22	ND	9.06	ND	0.13	ND	2.74	ND	0.26	ND	9.06	ND
50	trans-1-Methyl-4-isopropyl-cyclohexane	0.01	ND	2.15	ND	0.03	ND	2.15	ND	0.00	ND	0.12	ND
51	Methylcyclohexane	4.42	0.98	210.79	ND	6.69	1.06	210.79	ND	3.12	0.98	31.74	ND
Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$		13.19	5.58	315.65	ND	16.93	6.35	315.65	ND	11.07	5.26	106.89	0.57
4. Terpenes													
52	3-Carene	14.18	2.02	504.50	ND	24.09	6.48	504.50	ND	8.54	1.19	210.45	ND
53	α -Pinene	132.63	11.89	5009.91	ND	280.05	62.00	5009.91	0.12	48.76	4.63	949.24	ND
54	(+/-)-Camphene	10.58	1.16	213.96	ND	19.99	7.33	213.96	ND	5.23	0.09	161.23	ND
55	β -Pinene	4.09	1.46	76.32	ND	7.77	3.73	76.32	ND	1.99	0.34	24.36	ND
56	Longifolene	0.80	ND	10.06	ND	0.84	ND	5.46	ND	0.47	ND	10.06	ND
57	α -Cedrene	0.17	ND	6.00	ND	0.38	ND	6.00	ND	0.05	ND	3.04	ND
58	Limonene	24.56	12.10	280.27	ND	37.58	19.81	210.32	ND	17.15	8.11	280.27	ND
Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$		186.91	35.49	5568.72	ND	370.96	126.79	5568.72	0.35	82.19	19.68	1582.48	0.23
5. Alcohols													
59	1-Propanol	0.64	ND	11.35	ND	0.75	ND	11.35	ND	0.58	ND	5.15	ND
60	2-Propanol	12.39	2.42	892.25	ND	8.84	4.17	45.25	ND	14.41	1.61	892.25	ND
61	2-Methyl-2-propanol	0.19	ND	6.60	ND	0.32	ND	6.36	ND	0.11	ND	6.60	ND
62	2-Methyl-1-propanol	0.67	ND	43.43	ND	1.30	ND	43.43	ND	0.32	ND	5.99	ND
63	1-Butanol	3.73	1.70	107.26	ND	6.69	3.24	107.26	ND	2.05	1.14	12.90	ND
64	1-Pentanol	0.67	ND	12.37	ND	1.00	ND	11.78	ND	0.48	ND	12.37	ND
65	1-Hexanol	0.08	ND	3.30	ND	0.06	ND	1.61	ND	0.06	ND	3.30	ND
66	Cyclohexanol	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
67	1-Octanol	0.72	ND	21.70	ND	0.52	ND	7.23	ND	0.83	ND	21.70	ND
68	2-Ethyl-1-hexanol	0.64	ND	8.81	ND	0.67	ND	8.71	ND	0.62	ND	8.81	ND
69	Phenol	0.47	ND	7.18	ND	0.65	ND	5.92	ND	0.36	ND	7.18	ND
70	Texanol	0.76	ND	33.68	ND	1.72	ND	33.68	ND	0.21	ND	5.72	ND
71	2,6-Di-t-butyl-4-methylphenol	0.94	ND	16.27	ND	1.58	ND	15.68	ND	0.58	ND	16.27	ND
Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$		21.88	9.40	896.90	ND	24.11	16.37	173.31	ND	20.61	7.35	896.90	ND

※NDは定量下限値未満を示す。

表4-2 VOCs測定結果

単位: $\mu\text{g}/\text{m}^3$

番号 分類及び成分名	室内(新築+居住)				新築				居住			
	平均値	中央値	最大値	最小値	平均値	中央値	最大値	最小値	平均値	中央値	最大値	最小値
6. Glycols/Glycoethers												
72 Propylene glycol	1.25	ND	86.84	ND	1.57	ND	81.19	ND	1.07	ND	88.84	ND
73 Dimethoxymethane	0.12	ND	2.76	ND	0.24	ND	2.76	ND	0.05	ND	0.70	ND
74 Dimethoxyethane	0.00	ND	0.10	ND	ND	ND	ND	ND	0.00	ND	0.10	ND
75 2-Methoxyethanol	0.02	ND	3.22	ND	0.05	ND	3.22	ND	ND	ND	ND	ND
76 2-Ethoxyethanol	0.94	ND	39.94	ND	1.60	ND	39.94	ND	0.56	ND	20.17	ND
77 2-Butoxyethanol	2.40	ND	250.93	ND	5.25	0.26	250.93	ND	0.79	ND	4.78	ND
78 1-Methoxy-2-propanol	3.83	0.92	54.75	ND	4.85	1.28	54.75	ND	3.25	0.43	49.03	ND
79 2-Butoxyethoxyethanol	0.10	ND	4.88	ND	0.12	ND	2.77	ND	0.08	ND	4.88	ND
Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$	8.66	1.64	257.45	ND	13.69	4.11	257.45	ND	5.80	0.82	100.05	ND
8. Ketones												
80 Acetone	17.65	7.95	261.99	ND	30.17	18.76	261.99	ND	10.53	5.68	136.33	ND
81 3-Methyl-2-butanone	0.05	ND	0.55	ND	0.07	ND	0.55	ND	0.03	ND	0.40	ND
82 Methyl ethyl ketone	3.48	1.05	74.83	ND	7.09	2.44	74.83	ND	1.43	0.68	8.84	ND
83 Methyl isobutyl ketone	3.57	0.91	150.15	ND	7.36	1.79	150.15	ND	1.41	0.37	18.70	ND
84 Acetophenone	0.56	ND	5.49	ND	0.81	ND	5.49	ND	0.42	ND	4.91	ND
Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$	25.31	11.75	275.71	ND	45.51	27.69	275.71	1.03	13.82	8.26	137.33	0.45
9. Halocarbons												
85 Dichloromethane	10.38	2.90	404.77	ND	22.16	6.42	404.77	ND	3.68	1.92	33.50	ND
86 Carbon tetrachloride	0.43	0.46	5.23	ND	0.31	0.37	0.93	ND	0.50	0.52	5.23	ND
87 1,2-Dichloroethane	0.11	0.03	3.15	ND	0.09	0.06	0.71	ND	0.11	0.00	3.15	ND
88 Trichloroethene	1.05	0.12	22.70	ND	0.77	0.08	22.70	ND	1.22	0.23	21.55	ND
89 Tetrachloroethene	1.05	0.26	35.69	ND	0.46	0.15	4.08	ND	1.38	0.34	35.69	ND
90 1,1,1-Trichloroethane	0.81	0.25	9.12	ND	0.74	0.25	9.12	ND	0.54	0.28	4.74	ND
91 1,4-Dichlorobenzene	55.29	5.63	1477.96	0.53	84.24	8.11	1016.78	0.77	38.82	4.72	1477.96	0.53
92 1,2-Dichloropropane	0.06	ND	1.55	ND	0.03	ND	0.44	ND	0.07	ND	1.55	ND
93 Chlorodibromomethane	0.09	ND	1.91	ND	0.10	ND	1.91	ND	0.09	ND	1.73	ND
94 Chloroform	0.59	0.30	11.80	ND	0.44	0.31	2.81	ND	0.67	0.28	11.80	ND
Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$	69.66	18.01	1503.80	ND	109.34	31.15	1030.44	2.83	47.08	15.85	1503.80	2.10
11. Esters												
95 Vinylacetate	0.10	ND	3.45	ND	0.12	ND	1.96	ND	0.09	ND	3.45	ND
96 Butylformate	0.09	ND	4.88	ND	0.18	ND	4.88	ND	0.03	ND	1.20	ND
97 Isobutylacetate	0.58	0.11	20.37	ND	0.99	0.35	20.37	ND	0.35	ND	4.47	ND
98 Ethylacetate	10.02	4.17	234.49	ND	15.81	6.93	234.49	ND	6.73	2.16	89.09	ND
99 Propylacetate	0.12	ND	3.63	ND	0.11	ND	1.05	ND	0.13	ND	3.63	ND
100 Butylacetate	5.05	2.01	214.23	ND	8.44	3.09	214.23	ND	3.13	1.59	125.67	ND
101 Isopropylacetate	0.03	ND	1.99	ND	0.05	ND	1.99	ND	0.01	ND	0.54	ND
102 2-Methoxyethylacetate	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
103 2-Ethoxyethylacetate	0.25	ND	7.02	ND	0.47	ND	7.02	ND	0.12	ND	2.08	ND
104 2-Ethylhexylacetate	0.18	ND	5.27	ND	0.28	ND	5.27	ND	0.12	ND	4.10	ND
105 Linaloolacetate	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
106 Methacrylic acid methyl ester	0.23	ND	8.72	ND	0.52	ND	8.72	ND	0.07	ND	1.92	ND
107 TXIB	1.61	ND	81.25	ND	1.56	0.20	32.76	ND	1.64	ND	81.25	ND
Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$	18.26	9.28	289.03	ND	28.53	12.81	289.03	ND	12.42	5.69	128.82	ND
12. Phthalates												
108 Dimethyl phthalate	0.02	ND	1.83	ND	0.03	ND	1.83	ND	0.01	ND	0.73	ND
109 Dibutyl phthalate	1.06	ND	19.40	ND	1.64	ND	19.40	ND	0.73	ND	11.77	ND
Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$	1.08	ND	19.40	ND	1.67	ND	19.40	ND	0.74	ND	11.77	ND
13. Other												
110 Methyl-t-butylether	0.03	ND	1.54	ND	0.05	ND	1.54	ND	0.02	ND	0.47	ND
111 1,4-Dioxane	0.06	ND	5.29	ND	0.08	ND	4.54	ND	0.05	ND	5.29	ND
112 Caprolactam	0.05	ND	6.57	ND	0.05	ND	3.12	ND	0.06	ND	6.57	ND
113 Indene	0.06	ND	0.77	ND	0.07	ND	0.51	ND	0.06	ND	0.77	ND
114 2-Pentylfuran	0.89	0.25	3.65	ND	1.08	0.99	3.65	ND	0.47	0.09	2.95	ND
115 THF	0.35	ND	5.31	ND	0.62	0.19	5.31	ND	0.20	ND	4.82	ND
Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$	1.23	0.64	11.38	ND	1.90	1.69	11.38	ND	0.85	0.34	9.84	ND
我が国固有の成分(ISO以外)												
116 Menthol	0.65	ND	13.31	ND	0.88	ND	13.31	ND	0.62	ND	12.71	ND
117 Camphor	2.24	0.35	55.24	ND	2.45	0.45	35.58	ND	2.11	0.23	55.24	ND
118 Ethanol	1143.13	272.82	19369.98	0.61	1518.71	593.22	19369.98	1.90	929.44	185.84	15155.34	0.61
119 2-(2-Ethoxyethoxy)ethanol	1.59	ND	171.94	ND	3.56	ND	171.94	ND	0.47	ND	49.20	ND
120 Methyl acetate	7.05	0.96	328.57	ND	15.02	5.12	328.57	ND	2.52	0.37	67.37	ND
Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$	1154.65	276.29	19375.08	ND	1540.42	594.34	19375.08	1.90	935.16	194.36	15218.59	0.61
我が国固有の成分(ISO以外)-EtOH												
ISO Compounds Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$	642.49	372.44	6248.42	53.07	975.19	743.82	6248.42	59.77	453.20	266.51	5635.02	53.07
All Compounds Total: $\mu\text{g}/\text{m}^3$	1797.14	888.55	20762.13	53.87	2515.61	1764.11	20762.13	94.19	1388.36	637.11	16771.71	53.87
ISO	642.40	372.44	6248.42	53.07	974.97	743.82	6248.42	59.77	453.17	266.51	5635.02	53.07
ALL	1797.05	888.55	20762.13	53.87	2515.40	1764.11	20762.13	94.19	1388.34	637.11	16771.71	53.87
ALL-EtOH	653.92	380.23	6258.17	53.07	996.69	763.22	6258.17	59.77	458.90	269.94	5635.02	53.07

※NDは定量下限値未満を示す。

表5 室内濃度上位成分(最大値:100 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以上)一覽単位: $\mu\text{g}/\text{m}^3$

	室内(新築+居住)				新築	居住	新築/ 居住比
	最大値	中央値	算術平均	最小値	最大値	最大値	
1 Ethanol	19370	273	1143	0.61	19370	15155	1.3
2 alpha-Pinene	5010	11.9	133	ND	5010	949	5.3
3 1,4-Dichlorobenzene	1478	5.6	55.3	0.53	1017	1478	0.7
4 n-Hexane	1404	3.5	22.9	0.45	1404	340	4.1
5 n-Decane	1284	6.0	26.5	ND	89	1284	0.1
6 Toluene	1075	29.4	59.6	3.6	1075	386	2.8
7 2-Propanol	892	2.4	12.4	ND	45	892	0.1
8 n-Undecane	708	4.8	18.1	ND	152	708	0.2
9 m,p-Xylene	571	8.9	18.1	1.0	571	145	3.9
10 3-Carene	505	2.0	14.2	ND	505	210	2.4
11 Ethylbenzene	481	5.6	12.7	0.83	481	70	6.9
12 n-Nonane	409	3.7	18.9	0.23	122	409	0.3
13 Dichloromethane	405	2.9	10.4	ND	405	33.5	12.1
14 Methyl acetate	329	1.0	7.1	ND	329	67.4	4.9
15 n-Octane	284	2.2	13.2	ND	115	284	0.4
16 Limonene	280	12.1	24.6	ND	210	280	0.8
17 Acetone	262	7.9	17.7	ND	262	136	1.9
18 n-Dodecane	260	3.2	11.4	ND	260	252	1.0
19 2-Butoxyethanol	251	ND	2.4	ND	251	4.8	52.5
20 Ethylacetate	234	4.2	10.0	ND	234	89.1	2.6
21 Butylacetate	214	2.0	5.1	ND	214	126	1.7
22 (+/-)-Camphene	214	1.2	10.6	ND	214	161	1.3
23 Methylcyclohexane	211	1.0	4.4	ND	211	31.7	6.6
24 1,2,4-Trimethylbenzene	180	5.0	11.4	0.67	109	180	0.6
25 2-(2-Ethoxyethoxy)ethanol	172	ND	1.6	ND	172	49.2	3.5
26 Methylisobutylketone	150	0.9	3.6	ND	150	18.7	8.0
27 Naphthalene	147	2.6	4.3	ND	27	147	0.2
28 n-Tridecane	133	2.2	6.0	ND	39	133	0.3
29 Styrene	126	2.2	4.9	0.16	126	98.1	1.3
30 o-Xylene	124	3.6	7.5	0.39	113	124	0.9
31 1-Butanol	107	1.7	3.7	ND	107	12.9	8.3
32 Cyclohexane	104	1.6	4.6	ND	104	86.5	1.2

※新築、居住の太字は、全住戸の最大値と同じ場合を示す。

表6 厚労省ガイドラインとの比較

単位: $\mu\text{g}/\text{m}^3$

成分名	中央値	平均値	最大値	最小値	ガイドライン値
Toluene	59.6	29.4	1075.5	3.6	260 ×
1,4-Dichlorobenzene	55.3	5.6	1478.0	0.5	240 ×
Xylene(o,m,p)	12.8	25.5	683.5	1.4	870 ○
Ethylbenzene	12.7	5.6	481.3	0.8	3800 ○
Styrene	4.9	2.2	126.3	0.2	220 ○
n-Tetradecane	4.0	2.8	76.9	ND	330 ○

×: ガイドライン超過

表7 室内・屋外のTVOC濃度

単位: $\mu\text{g}/\text{m}^3$

室内	平均値	中央値	最大値	最小値
ISO	642	372	6248	53
ALL	1797	889	20762	54
ALL-EtOH	654	380	6258	53
屋外	平均値	中央値	最大値	最小値
ISO	92	57	1328	12
ALL	104	62	1713	12
ALL-EtOH	92	57	1331	12

※ISO: 121成分から我が国固有の成分を除いたVOCs合計

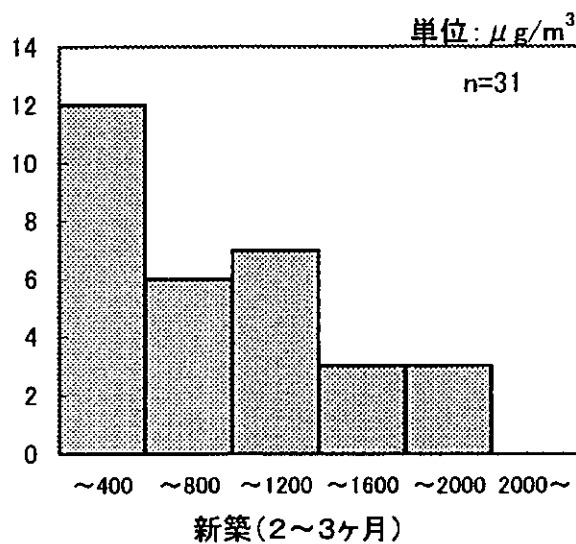
ALL: 121成分のVOCs合計

ALL-EtOH: 121成分合計からエタノールを除いたVOCs合計

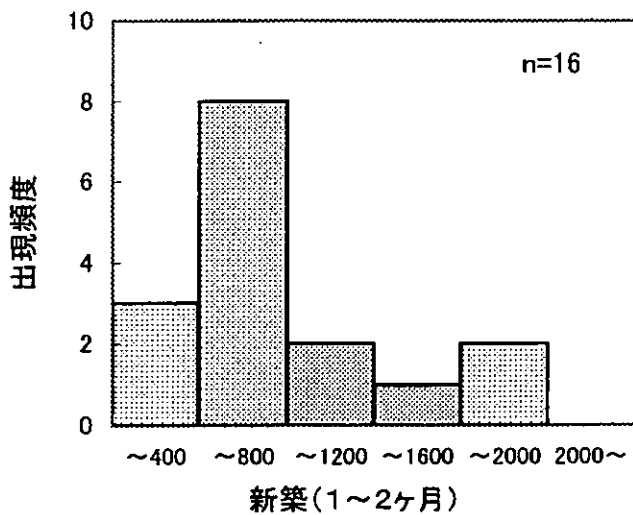
表8 室内・屋外におけるTVOC濃度(エタノール除く) 単位: $\mu\text{g}/\text{m}^3$

	室内 (新築+居住)	新築	居住	屋外
対象住宅数(n)	182	66	116	94
平均値	654	997	459	92
中央値	380	763	270	57
最大値	6258	6258	5635	1331
最小値	53	60	53	12
暫定目標値超過(%)	47.8%	75.8%	31.9%	2.2%
暫定目標値未滿(%)	52.2%	24.2%	68.1%	97.8%

濃度範囲	出現頻度	出現割合
~400	12	39%
~800	6	19%
~1200	7	23%
~1600	3	10%
~2000	3	10%
2000~	0	0%



濃度範囲	出現頻度	出現割合
~400	3	19%
~800	8	50%
~1200	2	13%
~1600	1	6%
~2000	2	13%
2000~	0	0%



濃度範囲	出現頻度	出現割合
~400	1	5%
~800	4	21%
~1200	3	16%
~1600	4	21%
~2000	3	16%
2000~	4	21%

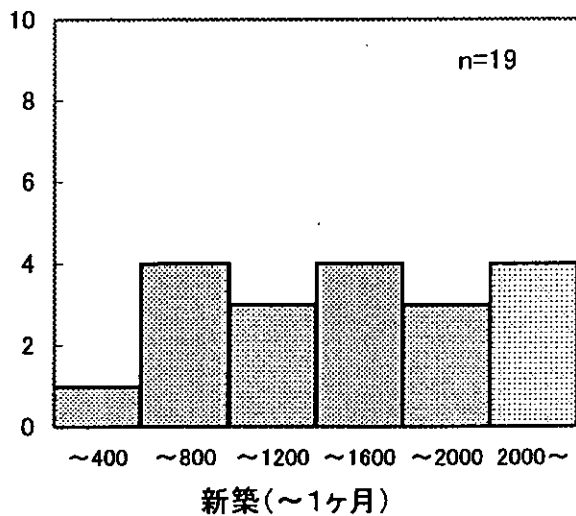
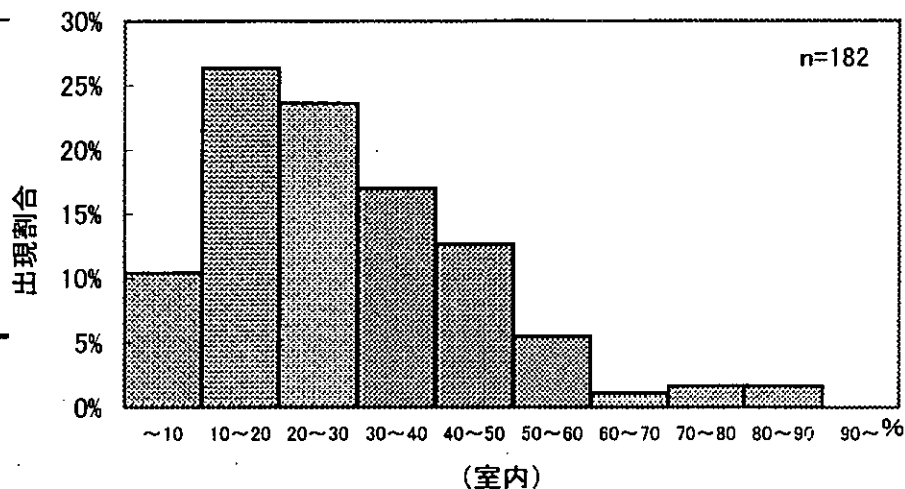
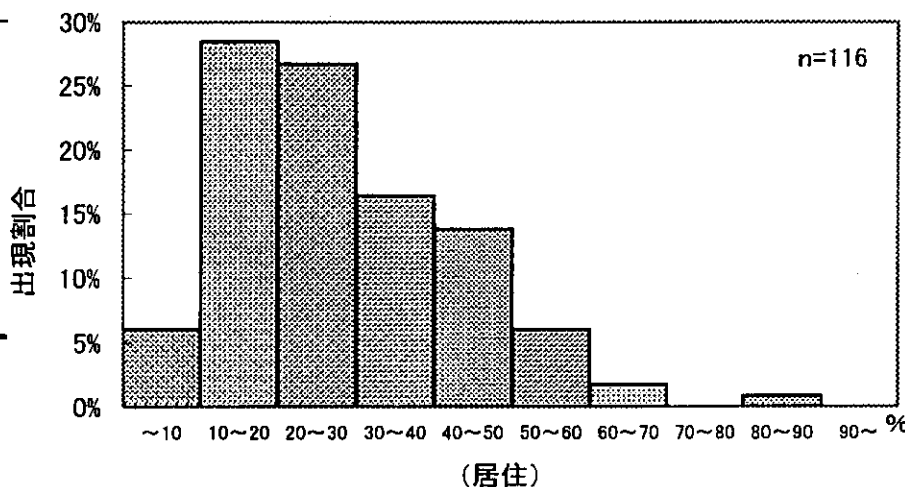


図2 室内におけるTVOC濃度

データ区間	出現頻度	出現割合
～10	19	10%
10～20	48	26%
20～30	43	24%
30～40	31	17%
40～50	23	13%
50～60	10	5%
60～70	2	1%
70～80	3	2%
80～90	3	2%
90～	0	0%



データ区間	出現頻度	出現割合
～10	7	6%
10～20	33	28%
20～30	31	27%
30～40	19	16%
40～50	16	14%
50～60	7	6%
60～70	2	2%
70～80	0	0%
80～90	1	1%
90～	0	0%



データ区間	出現頻度	出現割合
～10	12	18%
10～20	15	23%
20～30	12	18%
30～40	12	18%
40～50	7	11%
50～60	3	5%
60～70	0	0%
70～80	3	5%
80～90	2	3%
90～	0	0%

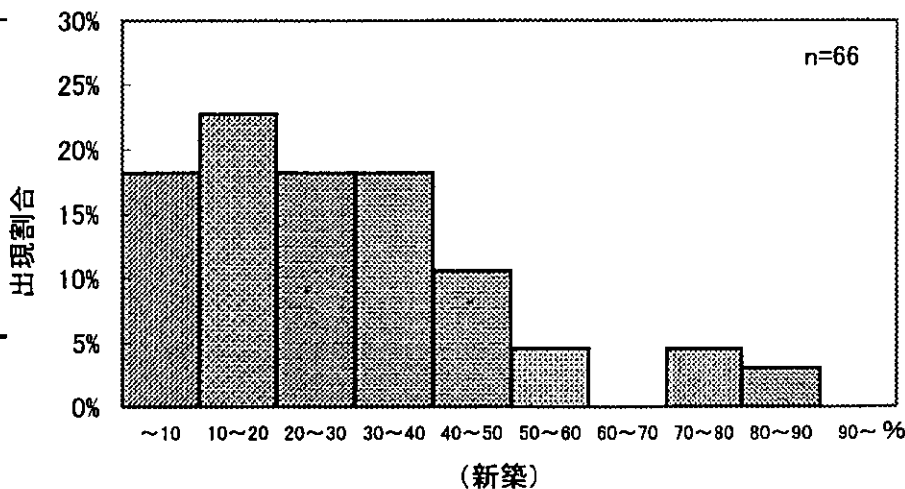


図3 ガイドライン対象物質濃度がTVOCに占める割合の頻度

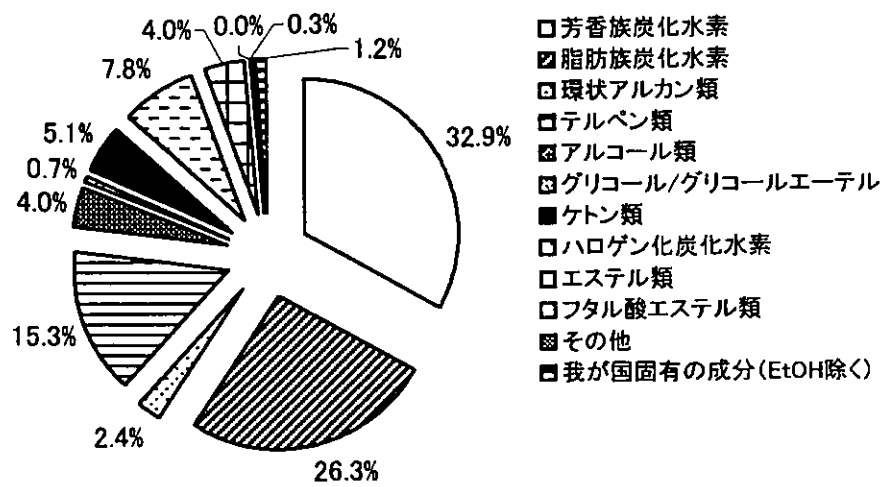


図4 VOCsに占める各成分分類の割合

**VII ORBO91L+ORBO101連結捕集管を用いた溶媒抽出法および
加熱脱離法による室内空气中化学物質の比較に関する研究**

主任研究者：安藤 正典 国立医薬品食品衛生研究所
分担研究者：三浦 通利 岩手県環境保健研究センター
片平 大造 福島県衛生研究所
酒井 洋 新潟県保健環境科学研究所
山口 貴史 群馬県衛生環境研究所
小川 政彦 埼玉県衛生研究所
北爪 稔 横浜市衛生研究所
小林 浩 山梨県衛生公害研究所
近藤 文雄 愛知県衛生研究所
小林 博美 滋賀県立衛生環境センター
古市 祐子 大阪市立環境化学研究所
八木 正博 神戸市環境保健研究所
谷口 秀子 姫路市環境衛生研究所
立野 幸治 山口県環境保健研究センター
津野 正彦 高知県衛生研究所
力 寿雄 福岡県保健環境研究所
山崎 誠 福岡市保健環境研究所
大和 康博 北九州市環境科学研究所
菅本 康博 熊本市環境総合研究所
委託研究者：皆川 直人 グリーンブルー株式会社
長宗 寧 グリーンブルー株式会社
牧原 大 グリーンブルー株式会社

研究要旨 ORBO91L+ORBO101連結捕集管を用いた溶媒抽出法および加熱脱離法による室内空气中化学物質の比較に関する研究を行った。溶媒抽出法における平均値が加熱脱離法の平均値に比較して約2倍以上の差を示した化学物質は、15化学物質であった。溶媒抽出法における平均値が加熱脱離法の平均値に比較して約0.5倍以下を示した化学物質は、22化学物質であった。アルコール類、グリコール類およびエステル類であった。ORBO91LとORBO101を連結させる方法によってテルペン類の捕集効率を上昇させたことに改善している。平均値、中央値、幾何平均値、90%タイル値および最大値において、加熱脱離法と溶媒抽出法とではほぼ同様な値を示した。

両測定方法による測定値の分布は、低濃度領域に偏る非正規性の実数によるヒストグラムで正規分布は得られなかったことから、対数変換による正規性の検討を行った結果、正規性の信頼性が高いことがみられた。

脂肪族炭化水素では 27 物質中 21 物質で、芳香族炭化水素では 15 物質の中 14 物質で、塩素化化学物質では 10 物質中 8 物質において、極めて高い相関性を示すことが認められた。溶媒抽出法と加熱脱離法におけるそれぞれの化学物質の回帰直線は、 $Y = X$ に近い回帰直線が得られることが両方法で得られた。

A. はじめに

本分担研究では、室内空気中に存在する可能性のある化学物質150以上のうち、アルデヒド類および有機酸類を除く124化学物質について、全国の居住環境における化学物質の実態を調査すると共に、TVOCの定義を確定するための基礎資料を得るために溶媒抽出法と加熱脱離法との比較検討を行うこととした。

室内空気中化学物質の測定方法として既に提案されている方法には、加熱脱離法、溶媒抽出法およびキャニスター法と現在大きくは3つの方法が示されている。第1の方法としては、室内空気中化学物質を効率的に測定するために開発され、多くはヨーロッパで広く利用されている加熱脱離法が挙げられる。しかしながら、室内空気に関心もたれてきたのは最近のことであり、加熱脱離法は一部の分野での利用に限られ、しかもその操作には極めて専門性が求められる。一方、我が国では、水道水、環境水あるいは食品の分野で広く用いられている溶媒抽出方法の利用が国および地方公共団体では広く用いられている。また、環境省では、有害大気汚染化学物質のモニタリングにキャニスター法も広く利用されている。このような状況にも関わらず、

これら3種の方法の特性については、国内はもちろんのこと国際的にも評価が行われていない。また、室内空気中で対象とする化学物質の範囲についても対象とすべき化合物は示されているものの、その測定方法が明確でなく、個別測定あるいはグループ毎の測定は可能であっても、より現実的な一斉分析法についての検討はなされていない。これらのことから、室内空気中の化学物質を一度の空気採取でより広い化学物質の測定の可能性のある方法の開発とそれらの手法の整合性についての検討として、溶媒抽出法と加熱脱離法について124種の化学物質について同一室内空気を全国的に調査することによって、我が国における居住空間に存在する化学物質の状況を把握すると共に溶媒抽出法と加熱脱離法の測定方法の差異を検討した。

B. 実験方法

1. 溶媒抽出法

Ⅱ-1に示した試薬、器具、装置および操作を行った。なお、吸着剤は、表1に示すように昨年度のORBO91L単独捕集管のみではなく、テルペン類の吸着効率を高めたORBO91L+ORBO101の2段捕集とした。

表 1

	平成13年度	平成14年度
加 熱	Air Toxics	Air Toxics
溶 媒	ORBO91L単独捕集管	ORBO91L+ORBO101 連結捕集管

1. 1. 試薬および溶液

Ⅱ-1に示した試薬及び溶液に準拠した。

1. 2. 器具

- (1) 抽出瓶：Ⅱ-1に同じ
- (2) マイクロシリンジ：Ⅱ-1に同じ

- (3) ガスタイトシリンジ：Ⅱ－１に同じ
- (4) 捕集管：内径3～4mm程度のガラス管に測定対象物質を吸着・保持し、且つ加熱による脱着が十分に行うことができる粒径60～80メッシュのORBO91L吸着剤を充てんし、両端を石英ウールで押さえ両端を溶融密閉した市販されているもの、または測定対象物質に対して十分な捕集能力を有するものを用いた。
- (5) 除湿管：Ⅱ－１に同じ。なお、平成13年度には室内空気除湿管を使用しなかったが、平成14年度の調査では全家屋で除湿管を使用した。
- (6) マスフローコントローラー：Ⅱ－１に同じ
- (7) ポンプ：Ⅱ－１に同じ
- (8) ガスメータ：Ⅱ－１に同じ
- (9) 高純度窒素ガス：Ⅱ－１に同じ

1. 3. 装置

Ⅱ－１に示した装置に準拠した。

1. 4. 空気の採取

(1) 採取場所

空気試料の採取は、全国衛生研究所の協力を得て、各衛生研究所所在都市におけるボランティア家屋について室内では居間及び寝室2カ所ならびに室外1カ所について2試料づつを採取した。試料採取に際しては、トラベルブランクとしてORBO91L+ORBO101連結捕集管を密栓したまま状態で試料採取と同様に持ち運んだ。

(2) 採取方法

サンプリングは厚生労働省室内ガイドラインに準拠して実施した。室内の採取は、室内の中央の床から1.5m付近に吸引口がくるように設置し、24時間ポンプ捕集を行った。外気の場合は、軒下の室内空気の影響がなく、かつ雨等を避けた場

所に機器を設置し、24時間採取した。採取は、吸引前に両端を切り、空気を吸引する向きに従って流量0.1L/minで24時間吸引した。

1. 5. 保管

採取前のORBO91L単独捕集管は開封前はそのまま室温で保管した。採取終了後は捕集管両端に付属のふたを押し込み、密封した。汚染防止のためラミジップの中に活性炭シートを入れて保管した。

1. 6. 試験液の調製

Ⅱ－１に示した試験液の調整に準拠した。

1. 7. 測定方法

Ⅱ－１に示した測定方法に準拠した。

1. 8. 検量線の作成

Ⅱ－１に示した検量線の作成に準拠した。

1. 9. 検出下限値、定量下限値の測定

Ⅱ－１に示した検出下限値、定量下限値の測定に準拠した。

1. 10. 濃度の算出

Ⅱ－１に示した濃度の算出に準拠した。

2. ORBO91L+ORBO101連結捕集管を用いた溶媒抽出法

連結捕集管にORBO91L+ORBO101連結捕集管等を用いた以外すべての試薬および労作はⅡ－１と同様に行った。

3. 加熱脱離法

3. 1. 試薬および溶液

溶媒抽出法と同様のものを用いた。

3. 2. 標準原ガス(1 μ g/ml)

(1) 標準原ガス：市販のボンベ入りの標準

ガスを使用した。

(2) 真空瓶による方法：真空瓶(1%)を高純度窒素ガスで置換して大気圧に戻し、これに、単独または混合で標準物質の100mgを精秤して液体シリンジを用いて注入口から注入し、真空瓶を60℃以上に加熱して標準物質を気化、混合し、100µg/ml標準原ガスとした。100µg/ml標準原ガス10mlを高純度窒素で置換して大気圧に戻した別の真空瓶の注入口から注入して100倍に希釈し、1µg/ml標準原ガスを調整した。

(3) 混合標準ガス (0.1 µg/ml) : 以下に示すいずれかの方法によって調整した。

(注2)

① 標準原ガスを用いた真空瓶による方法：各標準原ガスの一定量 (100ml) を高純度窒素で置換して大気圧に戻した別の真空瓶の注入口から注入して10倍に希釈し、混合標準ガスを調整した。このガス1mlは各標準物質0.1µg/mlを含む。

② 標準原液を用いた真空瓶による方法：各標準原液(10mg/ml)の一定量 (10µl) を高純度窒素で置換して大気圧に戻した別の真空瓶の注入口から注入して混合し、混合標準ガスを調整した。このガス1mlは各標準物質0.1µg/mlを含む。

③ 標準原ガスを用いた容量比混合法による方法：

(a) 流量比混合法による方法：高純度窒素ガスに加湿器を通した高純度窒素ガスと標準原ガスにマスコントローラをそれぞれに接続し、さらにこれらを混合させて、その先に真空にした採取容器または真空瓶等で混合ガスを採取できるように接続した。標準原ガス1に対して加湿高純度窒素ガスを一定の割合になるように両方のマスコントローラで流量を調節して、真空にした採取容

器または真空瓶に採取して調製した。

(b) 容量比混合法による方法：高純度窒素ガスに加湿器を通した高純度窒素ガス流路にバルブ、ガスタイトシリンジが注入できるガス希釈用T字管接続させ、その先に真空にした採取容器または真空瓶等に混合ガスが採取できるように接続した。流路内の空気を高純度窒素ガスで置換した後、窒素ガスを止め、バルブを閉じた。ついで、採取容器の栓を開け、ガス希釈用T字管からガスタイトシリンジを用いて複数の測定対象物質の標準原ガスを所定量ずつ、真空にした採取容器に注入した。さらに、高純度窒素ガスを大気圧まで加圧して混合標準ガスを調製した。

(d) 内標準ガス：内標準原液(10mg/ml)の一定量 (10µl) を高純度窒素ガスで置換して大気圧に戻した別の真空瓶の注入口から注入して混合し、内標準ガスを調整した。このガス1mlは各標準物質0.1µg/mlを含む。メタノール10mlに溶解した。

3. 3. 器具

- (1) 真空瓶：1Lのガラス製の真空瓶で内容積が正確に計算されたもので二硫化炭素で抽出できるもの。高純度窒素ガスで置換して60℃に加熱して1時間放置した後、真空にした。この操作を数回繰り返した後、高純度窒素ガスで置換して保存した。使用にあたっては、新しい高純度窒素ガスで置換した後、真空にして使用した。
- (2) マイクロシリンジ：容量1～10µlまたは10～100µlが計りとれるものを用いた。
- (3) ガスタイトシリンジ：容量1mlから100mlが計りとれるものを用いた。
- (4) 検量線作成用T字管：注入口のセプタム、捕集管及び高純度窒素ガスが接続できるもので、高純度窒素ガスを30～50ml/minの流速で3～5分間通気させることがで

きるものを用いた。

(5) 捕集管

(a) 捕集管：内径3～4mm程度のガラス管にて測定対象物質を吸着・保持し、且つ加熱による脱着が十分に行うことができる粒径60～80メッシュの吸着剤を充てんし、両端を石英ウールで押さえたもの、または測定対象物質に対して十分な捕集能力を有するものとした。

(4) 調整：300℃程度にできる加熱炉に捕集管を装着し、高純度窒素等を毎分50ml程度に流して捕集管内の空気を十分置換した後、高純度窒素等を流したまま300℃程度で2時間空焼き洗浄し冷却後、両端を密栓した。調製した捕集管は活性炭入り密閉できるガラスまたは金属管に保存した。

(6) 除湿管：捕集管と雨よけを接続できるように両端を外径4～6mmに絞ったガラス管（内径20mm程度、長さ100mm程度）に過塩素酸マグネシウムを約15g充てんし、両端を石英ウールで押さえたもの。両端を密栓し、使用時まで活性炭入りの密閉容器に保存した。

(7) マスフローコントローラー：流量を10～500ml/minの範囲で制御でき、設定流量に対して±10%以内の制御精度を有するもの。または、これと同等以上の性能を有するものとした。

(8) ポンプ：ダイヤフラム型等の密閉式のポンプで10～100mlの捕集流量が確保できるもの、またはこれと同等以上の性能を有するものを用いた。

(9) ガスメータ：湿式型のもの、またはこれと同等の能力のあるもので、積算測定が可能であり、マスフローコントローラーの流量制御範囲で精度よく作動する性能を有するものとした。

(10) 高純度窒素ガス：測定対象物質及び内標準物質のクロマトグラムに妨害を生じ

ないものを用いた。

3. 4. 装置

(1) 試料採取装置：試料採取装置は、除湿管、捕集管、マスフローコントローラー、ポンプ、ガスメータとを連結したものから成り、試料採取装置に使用する器具類は十分に洗浄して汚染を低減した。試料採取に当たって装置を組み立てた後、漏れのないことを確認し、試料空気で採取装置を洗浄・置換して汚染や吸着をできる限り低減した。

(2) ガスクロマトグラフィー質量分析計 (GC/MS)

(a) 加熱脱離装置：空気採取用捕集管が装着できるものを用いた。

(b) ガスクロマトグラフィー質量分析計：溶媒抽出法と同様とした。

3. 5. 空気採取方法

(1) 採取場所：溶媒抽出法と同様とした。

(2) 採取方法：加熱脱離法によるVOCの採取は、厚生労働省室内ガイドラインに準拠して吸引前に両端を切り、空気を吸引する向きに従って流量0.01L/minで24時間吸引した。

トラベルブランクおよび2重測定用の捕集管の操作は溶媒抽出法と同様の要領で実施した。

3. 6. 保管

ORBO91L+ORBO101 連結捕集管は開封前はそのまま室温で保管した。採取終了後は捕集管両端に付属のふたを押し込み、密封した。汚染防止のためラミジップの中に活性炭シートを入れて保管した。

3. 7. 試験液の調製

(1) 採取した捕集管は、内部標準ガス(100μg)を添加した後、加熱脱離装置に装着し、自動測定を行った。

- (2) 操作ブランク試験液の調製：試料空気用の捕集管と同一捕集管について(1)と同様の操作を一連の操作の中で一回以上行い、操作ブランク試験液を調製した。
- (3) トラベルブランク試験液の調製：トラベルブランク試験用の捕集管について(1)と同様の操作を行い、トラベルブランク試験液を調製した。
- (4) 2重測定用試験液の調製：2重測定用の捕集管について1)の操作を行い、2重測定用試験液を調製した。

3. 8. 測定

- (1) 試料空気の試験
 - (a) 測定：2. 4. 2)の操作によってGC/MSに注入した。
 - (b) 対象化学物質の確認、定量操作は溶媒抽出法と同様に操作して値を求めた。
- (2) 操作ブランク試験、トラベルブランク試験、GC/MS装置の感度試験、2重測定操作についても溶媒抽出法と同様に操作した。

3. 9. 検量線の作成

- (1) 混合標準濃度系列の調製
 - a) 混合標準ガスを用いる場合：混合標準ガスを用いる場合は厚生労働省が示した検査方法の例のように、検量線作成用T字管及び高純度窒素ガスを連結した捕集管に、毎分10～30ml程度の高純度窒素等を流して、混合標準ガス(0.1 μ g/ml)の0～10mlをガスタイトシリンジを用いて捕集管に吸着させた後、2. 8. と同様な操作を行い、溶液濃度として0～1 μ g/mlの範囲で5段階程度の混合標準濃度系列を調製した。
 - b) 混合標準溶液の場合：(1)標準溶液、または混合標準溶液を用いる場合は、厚生労働省が示した検査方法の例のように、検量線作成用T字管及び高純度窒素ガス

を連結した捕集管に標準溶液のX～Y μ lを段階的に採り、空気取り入れ側に添加した後、ゼロガスの20～50mlの流速で3分間通気して標準物質捕集管数本を調整し、2. 8. の操作を行い5段階程度の混合標準濃度系列を調製した。

(2) 検量線の作成

混合標準ガスを用いて、測定操作を行い、溶媒抽出法と同様に値を求めた。

C. 全国調査実施要領

1. 配布器具および装置

本研究では、全国の種々の居住環境における状況の室内空気を採取して把握するため、サンプラー、ポンプ及び標準溶液等を国立医薬品食品衛生研究所で装置及び器具を統一して、各衛生研究所に配布した。

1) 標準溶液および捕集管

- (1) 全国衛生研究所送付分：121化合物混合液(和光純薬製)
- (2) d8-トルエン：内部標準液(和光純薬製)
- (3) 捕集管：ORBO91LとORBO101(スペルコ製)とを連結したものおよびTO17
 - 1) ポンプ/溶媒抽出法に用いる活性炭捕集管(スペルコ製)ORBO91L+ORBO101 25本(1箱)
 - 2) ポンプ/加熱脱着法に用いる捕集管 Tenax GR混合(パーキン・エルマー製) AirToxics(パーキンエルマー製) 32本

2) ポンプ

- (1) 溶媒抽出用：100ml/minで吸引できるもの。その例として SP204-500Dual、SP204-20L (GLサイエンス製)または5ライン採取装置(東洋理工製)
- (2) 加熱脱離法用：
 - 1) SP204-500Dual (GLサイエンス製)
 - 2) SP204-20L (GLサイエンス製)
 - 3) 東洋理工製5ライン採取装置 2台

2. 結果の記録と報告