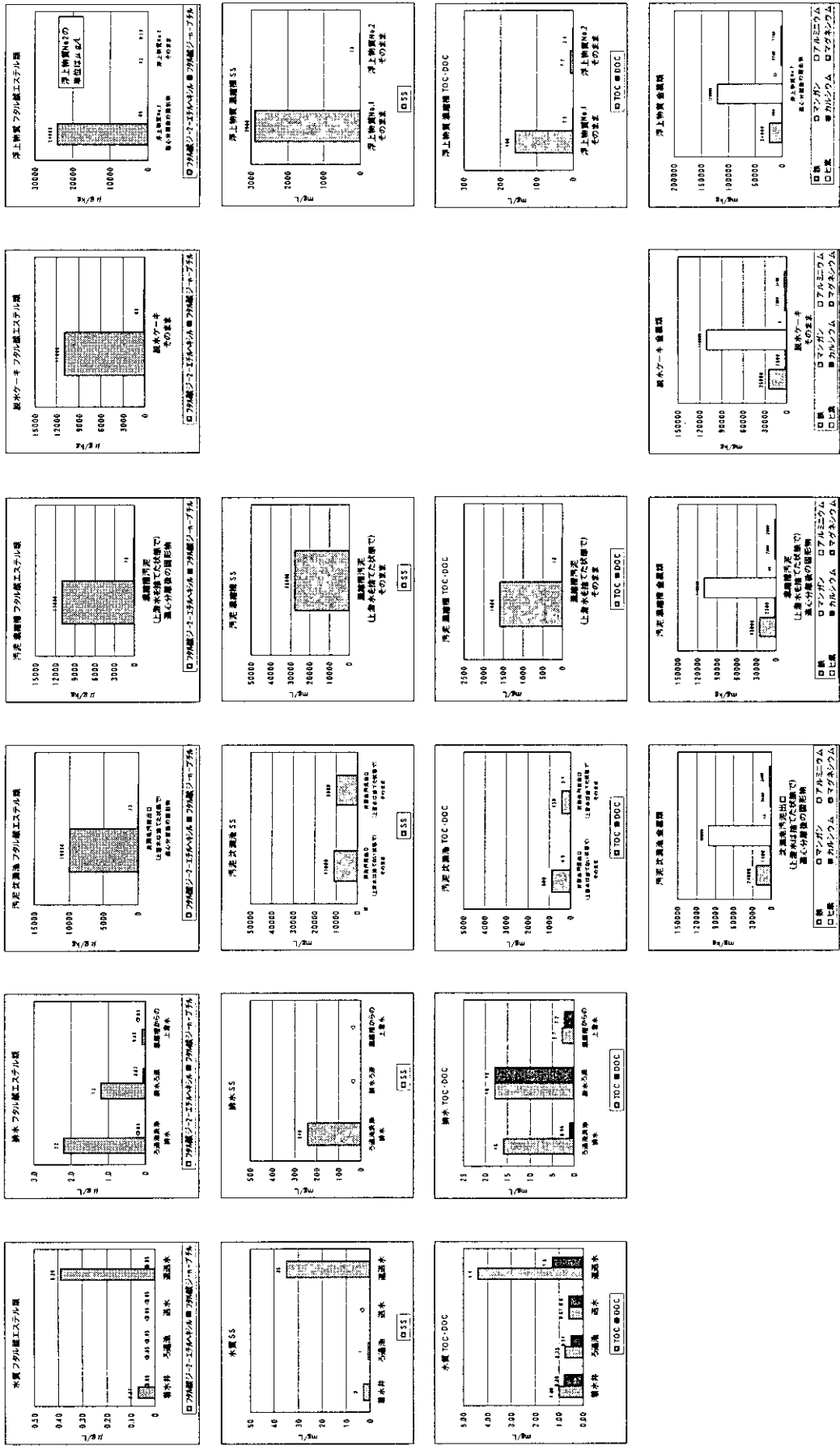


図 16 I 事業体 T 浄水場 調査結果(3 月度)



## 10.5 考察

### 10.5.1 1月度調査

#### (1) 水質

フタル酸類の浄水処理過程の挙動を表 37に示した着水井入口(返送水と混じる前)から返送水(着水井流入前)までの4地点で調査を実施した。その結果を表 38および図 14に示す。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルの検出は4地点中3地点で、検出割合は75%であり、その濃度は着水井入口(返送水と混じる前)で $0.10\mu\text{ g/L}$ 、ろ過池(ろ過池流入部)で $0.05\mu\text{ g/L}$ 、返送水(着水井流入前)で $0.40\mu\text{ g/L}$ であった。

フタル酸ジ-n-ブチルは4地点すべてで定量下限値以下( $0.05\mu\text{ g/L}$ 以下)であった。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルとフタル酸ジ-n-ブチルの両物質が検出された地点は無く、送水(配水池出口)ではいずれの物質も定量下限値以下( $0.05\mu\text{ g/L}$ 以下)であった。

水質調査においてSS分が多いとフタル酸エステル類も多くなる傾向が認められ、フタル酸類は固形物中に吸着されると思われる。

#### (2) 排水

ろ過池洗浄排水(洗浄排水出口)、脱水ろ液(排泥池流入前)および濃縮槽からの上澄水(排泥池流入前)のフタル酸エステル類の調査結果を表 38および図 14に示す。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは、ろ過池洗浄排水(洗浄排水出口)、脱水ろ液(排泥池流入前)および濃縮槽からの上澄水(排泥池流入前)3地点すべて検出しており、その濃度はそれぞれ $2.0\mu\text{ g/L}$ 、 $0.31\mu\text{ g/L}$ 、 $0.06\mu\text{ g/L}$ であった。

フタル酸ジ-n-ブチルは、ろ過池洗浄排水(洗浄排水出口)、脱水ろ液(排泥池流入前)2地点で検出しており、その濃度はそれぞれ $0.06\mu\text{ g/L}$ 、 $0.14\mu\text{ g/L}$ であった。

水質と同様、SS分が多いとフタル酸エステル類も多くなる傾向が認められた。

#### (3) 汚泥

沈澱池(沈澱池汚泥出口)、濃縮槽(濃縮槽汚泥)および脱水ケーキのフタル酸エステル類及び金属類の調査結果を表 38および図 14に示す。

沈澱池(沈澱池汚泥出口)、濃縮槽(濃縮槽汚泥)の汚泥試料は遠心分離を行い、上澄水と固形物に分け、沈澱池(沈澱池汚泥出口)では上澄水と固形物、濃縮槽(濃縮槽汚泥)では固形物中のフタル酸エステル類を分析した。また、脱水ケーキ(脱水機)は汚泥試料そのもののフタル酸エステル類を分析した。分析結果は乾燥重量あたりで濃度を算出した。{沈澱池(沈澱池汚泥出口)の遠心分離後の上澄水を除く}

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは調査3地点すべてで検出しており、沈澱池(沈澱池汚泥出口)で $11000\mu\text{ g/kg}$ 、濃縮槽(濃縮槽汚泥)で $4500\mu\text{ g/kg}$ 、脱水ケーキで $1400\mu\text{ g/kg}$ であった。

フタル酸ジ-n-ブチルも調査3地点すべてで検出しており、沈澱池(沈澱池汚泥出口)で $100\mu\text{ g/kg}$ 、濃縮槽(濃縮槽汚泥)で $66\mu\text{ g/kg}$ 、脱水ケーキで $89\mu\text{ g/kg}$ であった。

沈澱池(沈澱池汚泥出口)の遠心分離後の上澄水のフタル酸エステル類の結果は、フタル酸ジ-2-エチルヘキシルが $0.20\mu\text{ g/L}$ 、フタル酸ジ-n-ブチルが $0.13\mu\text{ g/L}$ であった。同地点の遠心分離後の固形物中の濃度はフタル酸ジ-2-エチルヘキシルが $11000\mu\text{ g/kg}$ 、フタル酸ジ-n-ブチルが $100$

$\mu$  g/kg であることから、フタル酸エステル類は固形物中に大部分存在することがわかった。

金属類は調査 3 地点でほぼ同様の結果が得られた。アルミニウムが最も高く、次いで鉄が高い結果であった。

強熱減量は 3 地点でほぼ同様の結果が得られた。固形物の約 32~35%が有機物で構成されていることが考えられる。

#### (4) 浮上物質

浮上物質 No1(浮上物質(スカム)発生地点)、浮上物質 No2(配水池)のフタル酸エステル類および金属類の調査結果を表 38および図 14に示す。

浮上物質 No1(浮上物質(スカム)発生地点)、浮上物質 No2(配水池)は遠心分離を行い、上澄水と固形物に分け、固形物中のフタル酸エステル類を分析した。分析結果は乾燥重量あたりで濃度を算出した。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは調査 2 地点とも検出しており、浮上物質 No1(浮上物質(スカム)発生地点)で  $27000\mu$  g/kg、浮上物質 No2(配水池)で  $1000000\mu$  g/kg であった。

フタル酸ジ-n-ブチルも調査 2 地点とも検出しており、浮上物質 No1(浮上物質(スカム)発生地点)で  $130\mu$  g/kg、浮上物質 No2(配水池)で  $580\mu$  g/kg であった。

金属類は調査 2 地点でアルミニウムが最も高く、次いで鉄が高い傾向であったが、浮上物質 No1(浮上物質(スカム)発生地点)の方が高濃度であった。一方、強熱減量は逆に浮上物質 No2(配水池)の方が高濃度であった。

### 10.5.2 2 月度調査

#### (1) 水質

フタル酸類の浄水処理過程の挙動を表 37に示した着水井入口(返送水と混じる前)から返送水(着水井流入前)までの 4 地点で調査を実施した。その結果を表 39および図 15に示す。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルの検出は 4 地点中 1 地点で、検出割合は 25%であり、その濃度は返送水(着水井流入前)で  $0.36\mu$  g/L であった。

フタル酸ジ-n-ブチルは 4 地点すべてで定量下限値以下( $0.05\mu$  g/L 以下)であった。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルとフタル酸ジ-n-ブチルの両物質が検出された地点は無く、送水(配水池出口)ではいずれの物質も定量下限値以下( $0.05\mu$  g/L 以下)であった。

水質調査において SS 分が多いとフタル酸エステル類も多くなる傾向が認められ、フタル酸類は固形物中に吸着されると思われる。

#### (2) 排水

ろ過池洗浄排水(洗浄排水出口)、脱水ろ液(排泥池流入前)および濃縮槽からの上澄水(排泥池流入前)のフタル酸エステル類の調査結果を表 39および図 15に示す。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは、ろ過池洗浄排水(洗浄排水出口)、脱水ろ液(排泥池流入前)および濃縮槽からの上澄水(排泥池流入前)3 地点すべてで検出しており、その濃度はそれぞれ  $1.2\mu$  g/L、 $0.25\mu$  g/L、 $0.09\mu$  g/L であった。

フタル酸ジ-n-ブチルは脱水ろ液(排泥池流入前)で検出しており、その濃度は  $0.18\mu$  g/L あつ

た。

水質と同様、SS 分が多いとフタル酸エステル類も多くなる傾向が認められた。

### (3) 汚泥

沈澱池(沈澱池汚泥出口)、濃縮槽(濃縮槽汚泥)および脱水ケーキのフタル酸エステル類および金属類の調査結果を表 39および図 15に示す。

沈澱池(沈澱池汚泥出口)、濃縮槽(濃縮槽汚泥)の汚泥試料は遠心分離を行い、上澄水と固形物に分け、固形物中のフタル酸エステル類を分析した。また、脱水ケーキ(脱水機)は汚泥試料そのもののフタル酸エステル類を分析した。分析結果は乾燥重量あたりで濃度を算出した。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは調査 3 地点すべてで検出しており、沈澱池(沈澱池汚泥出口)で  $9100\mu\text{ g/kg}$ 、濃縮槽(濃縮槽汚泥)で  $9900\mu\text{ g/kg}$ 、脱水ケーキで  $10000\mu\text{ g/kg}$  であった。

フタル酸ジ-n-ブチルも調査 3 地点すべてで検出しており、沈澱池(沈澱池汚泥出口)で  $100\mu\text{ g/kg}$ 、濃縮槽(濃縮槽汚泥)で  $120\mu\text{ g/kg}$ 、脱水ケーキで  $110\mu\text{ g/kg}$  であった。

金属類は調査 3 地点でほぼ同様の結果が得られた。アルミニウムが最も高く、次いで鉄が高い結果であった。

強熱減量は 3 地点でほぼ同様の結果が得られた。固形物の約 30%が有機物で構成されていることが考えられる。

### (4) 浮上物質

浮上物質 No1(浮上物質(スカム)発生地点)、浮上物質 No2(配水池)のフタル酸エステル類および金属類の調査結果を表 39および図 15に示す。

浮上物質 No1(浮上物質(スカム)発生地点)、浮上物質 No2(配水池)は遠心分離を行い、上澄水と固形物に分け、固形物中のフタル酸エステル類を分析した。分析結果は乾燥重量あたりで濃度を算出した。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは調査 2 地点とも検出しており、浮上物質 No1(浮上物質(スカム)発生地点)で  $18000\mu\text{ g/kg}$ 、浮上物質 No2(配水池)で  $1200000\mu\text{ g/kg}$  であった。

フタル酸ジ-n-ブチルは浮上物質 No2(配水池)で  $390\mu\text{ g/kg}$  であったが、浮上物質 No1(浮上物質(スカム)発生地点)では定量下限値以下( $25\mu\text{ g/kg}$  以下)であった。

金属類は調査 2 地点でアルミニウムが最も高く、次いで鉄が高い傾向であったが、浮上物質 No1(浮上物質(スカム)発生地点)の方が高濃度であった。一方、強熱減量は逆に浮上物質 No2(配水池)の方が高濃度であった。

## 10.5.3 3 月度調査

### (1) 水質

フタル酸類の浄水処理過程の挙動を表 37に示した着水井入口(返送水と混じる前)から返送水(着水井流入前)までの 4 地点で調査を実施した。その結果を表 40および図 16に示す。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルの検出は 4 地点中 2 地点で、検出割合は 50%であり、その濃度は着水井入口(返送水と混じる前)で  $0.07\mu\text{ g/L}$ 、返送水(着水井流入前)で  $0.39\mu\text{ g/L}$  であった。

フタル酸ジ-n-ブチルは 4 地点すべてで定量下限値以下( $0.05\mu\text{ g/L}$  以下)であった。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルとフタル酸ジ-n-ブチルの両物質が検出された地点は無く、ろ過池(ろ過池流入部)および送水(配水池出口)ではいずれの物質も定量下限値以下( $0.05\mu\text{ g/L}$ 以下)であった。

水質調査において SS 分が多いとフタル酸エステル類も多くなる傾向が認められ、フタル酸類は固形物中に吸着されると思われる。

## (2) 排水

ろ過池洗浄排水(洗浄排水出口)、脱水ろ液(排泥池流入前)および濃縮槽からの上澄水(排泥池流入前)のフタル酸エステル類の調査結果を表 40および図 16に示す。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは、ろ過池洗浄排水(洗浄排水出口)、脱水ろ液(排泥池流入前)および濃縮槽からの上澄水(排泥池流入前)3 地点すべて検出しており、その濃度はそれぞれ  $2.2\mu\text{ g/L}$ 、 $1.2\mu\text{ g/L}$ 、 $0.10\mu\text{ g/L}$ であった。

フタル酸ジ-n-ブチルは脱水ろ液(排泥池流入前)で検出しており、その濃度は  $0.07\mu\text{ g/L}$ であった。

水質と同様、SS 分が多いとフタル酸エステル類も多くなる傾向が認められた。

## (3) 汚泥

沈澱池(沈澱池汚泥出口)、濃縮槽(濃縮槽汚泥)および脱水ケーキのフタル酸エステル類および金属類の調査結果を表 40および図 16に示す。

沈澱池(沈澱池汚泥出口)、濃縮槽(濃縮槽汚泥)の汚泥試料は遠心分離を行い、上澄水と固形物に分け、固形物中のフタル酸エステル類を分析した。また、脱水ケーキ(脱水機)は汚泥試料そのもののフタル酸エステル類を分析した。分析結果は乾燥重量あたりで濃度を算出した。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは調査 3 地点すべてで検出しており、沈澱池(沈澱池汚泥出口)で  $10000\mu\text{ g/kg}$ 、濃縮槽(濃縮槽汚泥)で  $11000\mu\text{ g/kg}$ 、脱水ケーキで  $11000\mu\text{ g/kg}$ であった。

フタル酸ジ-n-ブチルも調査 3 地点すべてで検出しており、沈澱池(沈澱池汚泥出口)で  $73\mu\text{ g/kg}$ 、濃縮槽(濃縮槽汚泥)で  $70\mu\text{ g/kg}$ 、脱水ケーキで  $83\mu\text{ g/kg}$ であった。

金属類は調査 3 地点でほぼ同様の結果が得られた。アルミニウムが最も高く、次いで鉄が高い結果であった。

強熱減量は 3 地点でほぼ同様の結果が得られた。固形物の約 30%が有機物で構成されていることが考えられる。

## (4) 浮上物質

浮上物質 No1(浮上物質(スカム)発生地点)、浮上物質 No2(配水池)のフタル酸エステル類および金属類の調査結果を表 40および図 16に示す。

浮上物質 No1(浮上物質(スカム)発生地点)は上澄水と固形物に分け、固形物中のフタル酸エステル類を分析し、分析結果は乾燥重量あたりで濃度を算出した。一方、浮上物質 No2(配水池)は浮上物質がほとんど認められなかった為、水質試料と同様に分析した。

浮上物質 No1(浮上物質(スカム)発生地点)ではフタル酸ジ-2-エチルヘキシルは  $24000\mu\text{ g/kg}$ 、フタル酸ジ-n-ブチルは浮上物質 No2(配水池)で  $69\mu\text{ g/kg}$ であった。一方、金属類はアルミニウム

が最も高く、次いで鉄が高い傾向であり、汚泥の分析結果とほぼ同じであった。

浮上物質 No2(配水池)ではフタル酸ジ-2-エチルヘキシルは  $13\mu\text{ g/L}$ 、フタル酸ジ-n-ブチルは  $0.13\mu\text{ g/L}$  であった。

## 11. まとめ

調査 4 浄水場の分析結果(1 月～3 月)を調査箇所別に分け、それぞれの調査項目の平均濃度を算出した。

表 41 にフタル酸エステル類の調査結果を、表 42 に汚泥・浮上物質中の金属類の調査結果を示す。

### 11.1 水質調査

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは着水井(接水井)、返送水で検出地点数および平均濃度が高い傾向を示した。処理最終工程の送水で最も低値になり、送水での検出濃度は最高値で  $0.11\mu\text{ g/L}$  であった。一方、フタル酸ジ-n-ブチルは返送水で検出地点数および平均濃度が高い傾向を示したが、平均濃度で  $0.05\mu\text{ g/L}$  と定量下限値での検出にとどまった。

### 11.2 排水調査

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは調査 24 地点中 22 地点検出しており、平均濃度は返送水より若干低い  $0.44\mu\text{ g/L}$  であった。一方、フタル酸ジ-n-ブチルは調査 24 地点中 14 地点検出しており、平均濃度は返送水より若干高い  $0.09\mu\text{ g/L}$  であった。

### 11.3 汚泥調査

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは沈澱池、濃縮槽、脱水ケーキすべての地点で検出され、その平均濃度はそれぞれ  $7800\mu\text{ g/kg}$ 、 $8422\mu\text{ g/kg}$ 、 $7844\mu\text{ g/kg}$  となり、調査地点での検出濃度に顕著な差は認められなかった。一方、フタル酸ジ-n-ブチルは沈澱池の 2 地点が定量下限値以下である以外は、すべての地点で検出された。フタル酸ジ-2-エチルヘキシルと同様、検出濃度に顕著な差は認められなかった。また金属類は、すべての地点でアルミニウムの濃度が最も高く、次いで鉄の濃度が高い値を示す結果となった。またヒ素は、すべての調査地点で最も低い濃度で検出された。

### 11.4 浮上物質

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは、すべての調査地点で検出しており、その濃度範囲は  $3800\sim 1200000\mu\text{ g/kg}$  と広範囲であった。一方、フタル酸ジ-n-ブチル 11 地点中 9 地点検出しており、その平均濃度は  $243\mu\text{ g/kg}$  となり、汚泥の結果とほぼ同じであった。

金属類はアルミニウムが最も高濃度検出しており、次いで鉄の濃度が高い値を示す結果となった。この傾向は汚泥の結果とほぼ同じであった。

表 41 フタル酸エステル類の調査結果

調査箇所		フタル酸ジ-2-エチルヘキシル		フタル酸ジ-n-ブチル	
		濃度範囲 (検出地点数/調査地点数)	平均濃度	濃度範囲 (検出地点数/調査地点数)	平均濃度
水質	着水井(接合井)	<0.05~0.35(10/12)	0.13	<0.05~0.17(1/12)	0.01
	ろ過池	<0.05~0.48(7/12)	0.11	<0.05~0.09(3/12)	0.02
	送水	<0.05~0.11(4/12)	0.03	<0.05~0.13(3/12)	0.03
	返送水	0.15~1.2(10/10)	0.61	<0.05~0.14(5/10)	0.05
排水	上澄水、脱水ろ液、ろ過池 洗浄排水等	<0.05~2.2(22/24)	0.44	<0.05~0.68(14/24)	0.09
汚泥	沈澱池	3900~13000(12/12)	7800	<25~1100(10/12)	260
	濃縮槽	4400~12000(9/9)	8422	33~890(9/9)	295
	脱水ケーキ	1400~20000(9/9)	7844	38~720(9/9)	226
浮上物質	浮上物質(スカム)発生地点	3800~1200000(11/11)	210109	<25~580(9/11)	243

平均濃度: 定量下限値(0.05 $\mu$  g/L、25 $\mu$  g/kg)以下は 0.00 $\mu$  g/L、0 $\mu$  g/kg として算出した

表 42 汚泥・浮上物質中の金属類の調査結果

調査箇所		mg/kg	鉄	マンガン	アルミニウム	ヒ素	カルシウム	マグネシウム
汚泥	沈澱池	濃度範囲	15000~28000	370~3600	90000~190000	26~100	2100~6000	1300~5600
		平均濃度	20666	1778	129333	61	3216	2716
	濃縮槽	濃度範囲	16000~34000	600~7500	81000~140000	50~95	2300~6000	1700~6000
		平均濃度	24666	3084	110777	68.8	3711	3588
	脱水ケーキ	濃度範囲	21000~32000	610~8600	99000~140000	51~86	2400~6000	1900~6100
		平均濃度	25777	4053	115444	69.7	3833	3677
浮上物質 (スカム)発生地点	濃度範囲	8400~30000	520~1800	71000~200000	23~96	1800~4700	390~4300	
	平均濃度	18040	1070	125600	55.5	2970	2136	



## 12. 添付資料

- フタル酸エステル類分析方法・精度管理
- 協力水道事業者への採取容器等送付のご案内

## 1. 添付資料

### 1.1 フタル酸エステル類 分析方法

#### 1.1.1 対象物質

フタル酸ジ-2-エチルヘキシル、フタル酸ジ-n-ブチル

#### 1.1.2 分析法概要

試料水をヘキサンで抽出後、濃縮して GC/MS-SIM で測定する。

#### 1.1.3 試薬・器具

##### (1) 試薬

- ・対象物質（フタル酸ジ-2-エチルヘキシル、フタル酸ジ-n-ブチル）：市販混合標準液（表 1参照）
- ・内部標準物質（フルオランテン-d10、クリセン-d12）：市販標準試薬（表 1参照）
- ・サロゲート物質（フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-d4、フタル酸ジ-n-ブチル-d4）：市販混合試薬（表 1参照）
- ・アセトン、ヘキサン<sup>注1</sup>：和光純薬・残留農薬分析用（Grade300）
- ・精製水：活性炭カートリッジ及び RO 膜で処理したもの

注 1:アセトン、ヘキサンは調製時に開封し、GC/MS 測定により、対象物質が検出されないことを確認する。対象物質が検出された場合は、最初から再調製する。

表 1 対象物質、サロゲート物質及び内部標準物質

化合物名	品名	規格	メ-タ	Lot	備考
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル フタル酸ジ-n-ブチル	8種フタル酸エステル混合標準液 (100 μg/mL ヘキサン溶液)	フタル酸エステル類試験用	和光純薬	MLE9455	対象物質含有量 min98%
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-d4 フタル酸ジ-n-ブチル-d4	100ppm混合溶液(メタノール)	水質試験用	林純薬	J030214034	サロゲート物質
フルオランテン-d10		環境分析用	関東化学	009G7208	内部標準物質
クリセン-d12		環境分析用	関東化学	009G7209	内部標準物質

##### (2) 器具及び装置

- ・振盪機：TAITEC・SR-2W
- ・乾燥機：Yamato・Drying Oven DV600
- ・ガスクロマトグラフ／質量分析計(GC/MS)
  - ：島津製作所・GC QP-2010
  - ：島津製作所・QP-5050 (MS 部)、GC-17A (GC 部)
- ・ガラス器具：洗浄後 250℃で 2 時間乾燥させて、使用直前にアセトン及びヘキサンで

洗浄する

#### 1.1.4 試験操作

##### (1) 前処理法

1L分液ロートに試料水 1L 及びサロゲート物質各 250ng を採り、十分混合する。この試料水にヘキサン 25mL を加え、60 分間振盪抽出<sup>注2</sup>する。ヘキサン層を 10mL 分取し、窒素ガスを吹き付けて 1mL まで濃縮して試験液とする。検量線の濃度範囲を超える試料水については、濃縮をおこなわず、ヘキサン層を 1mL 分取し、試験液をとする。

注 2:抽出操作は空気との接触を可能な限り少なくする。

##### (2) 空試験液の調製

あらかじめヘキサン 100mL で 2 回洗浄した精製水を用いて、「前処理法」に従って操作を行い、得られた試験液を空試験液とする。また、精製水を用いないで「前処理法」に従って操作を行い、得られた試験液を容器空試験液とする<sup>注3</sup>。

注 3:この容器空試験液から対象物質が検出された場合は、この値を差し引いて検出値とする。

##### (3) 添加回収試験液の調製

任意の水質試料 1L に対象物質とサロゲート物質を添加し、十分混合した後、「前処理法」に従って操作を行い、得られた試験液を添加回収試験液とする。

##### (4) 標準液の調製

100  $\mu$ g/L の混合標準溶液と 100  $\mu$ g/L のサロゲート混合溶液を適宜混合し、ヘキサンで希釈して所定の既知濃度の標準混合液に一定濃度のサロゲート物質が含まれるように調製する。

内部標準物質（フルオランテン-d10、クセン-d12）及び内部標準添加液（10mg/L）の調製も同様に行う。

### 1.1.5 測定

#### (1) GC/MS 測定条件

##### (a) GC

- ・カラム：GLサイエンス社製キャピラリーカラム TC-1 (30m×0.25mmI.D.、d<sub>f</sub>=0.25 μm)
- ・カラム温度：50℃ (3分) →20℃/分→200℃ (1分) →5℃/分→220℃ (1分)  
→10℃/分→280℃ (3分)
- ・注入口温度：250℃
- ・注入法：スプリットレス法
- ・キャリアガス：He

##### (b) MS

- ・イオン化法：EI
- ・イオン化電圧：70eV
- ・イオン源温度：280℃
- ・検出モード：SIM

##### (c) 定量イオン

対象物質及び内部標準物質の定量イオンと確認イオンを表 2に示す。

表 2 対象物質とサロゲート物質及び内部標準物質の測定イオン

化合物名	備考	測定イオン		
		定量用	確認用①	確認用②
フタル酸ジ・2-エチルヘキシル	対象物質	149	167	279
フタル酸ジ・n-ブチル	対象物質	149	223	283
フタル酸ジ・2-エチルヘキシル-d4	サロゲート物質	153	171	
フタル酸ジ・n-ブチル-d4	サロゲート物質	153	227	
フルオランテン-d10	内部標準物質	212		
クリセン-d12	内部標準物質	240		

(2) 検量線

検量線は一連の測定ごとに作成する。標準混合液 1mL に内部標準添加液 5 $\mu$  L を加えてよく混合し、2 $\mu$  L を GC に注入する。各対象物質とサロゲート物質とのピーク面積の比から各物質ごとの検量線を作成し、相対感度係数を用いて試料を定量する。また、各サロゲート物質と内部標準物質とのピーク面積比の平均値から各物質ごとの回収率を求める。検量線の濃度範囲は、分析法の検出下限値付近と予測される濃度レベルを含む 5 段階以上とする。

(3) 試料の測定

検量線作成後、測定用試験液、空試験液、容器空試験液及び添加回収試験液に内部標準添加液 5 $\mu$  L を加えてよく混合し、各 2 $\mu$  L を GC に注入して測定を行う。

1.1.6 同定、定量及び計算

(1) 同定

対象物質の定量イオン及び確認イオンのピークが予想保持時間と $\pm 5$  秒以内に出現し、確認イオンと定量イオンのピーク強度比が予想値と $\pm 20\%$ 以内の差で合致すれば、同一物質とみなす。

(2) 定量

得られた各対象物質と内部標準物質とのピーク面積の比から検量線により検出量を求める。次に、検出量、分析した試料量などから次式により試料中の対象物質及びサロゲート物質の濃度を計算する。

測定値の算出

定量用質量数とサロゲート(s<sub>r</sub>)の質量数比 $\times$ 面積、試料へのサロゲート $\times$ の添加量及び検量線作成時に求めたサロゲートに対する対象物質の相対感度係数(RRF<sub>s<sub>r</sub></sub>)から次式により抽出液全量中の対象物質質量(Q<sub>s</sub> : ng)を算出する。

$$Q_s = \frac{A_s}{A_i(s_r)} \times \frac{Q_{i_0}(s_r)}{RRF_{s_r}}$$

Q<sub>s</sub>:抽出液全量中の対象物質の量(ng)

A<sub>s</sub>:試験液中の対象物質のピーク面積

A<sub>i</sub>(s<sub>r</sub>):試験液中のサロゲートのピーク面積

Q<sub>i<sub>0</sub></sub>(s<sub>r</sub>):試料へのサロゲートの添加量 (ng) (一定)

RRF<sub>s<sub>r</sub></sub>:サロゲートに対する対象物質の相対感度係数

・水質試験定量計算方法(μg/L)

次に示す計算式を用いて、水質、排水中の濃度を算出する。

$$C[\mu\text{g/L}] = (Q_s - Q_t)[\text{ng}] \times \frac{1}{V}[\text{mL}]$$

C:対象物質の濃度(μg/L)

Q<sub>s</sub>:抽出液全量中の対象物質質量(ng)

Q<sub>t</sub>:空試験用抽出液全量中の対象物質質量(ng)

V:試験水量(mL)

・含有試験定量計算方法(μg/kg)

次に示す計算式を用いて、汚泥、浮上物質中の濃度を算出する。

$$C[\mu\text{g/kg}] = (Q_s - Q_t)[\text{ng}] \times \frac{1}{E[\text{g}] \times (1 - \text{含水率})/100}$$

C:対象物質の濃度(μg/kg)

Q<sub>s</sub>:抽出液全量中の対象物質質量(ng)

Q<sub>t</sub>:空試験用抽出液全量中の対象物質質量(ng)

E:試料採取量(g)

(3) サロゲートの回収率

次式によりサンプリングスパイクの回収率を求め、70～120%の範囲内にあることを確認する。

$$Q_i[\text{sr}] = \frac{A_i(\text{sr})}{A_i(\text{ss})} \times \frac{C_{i0}(\text{ss})}{\text{RRF}_{\text{ss}}}$$

Q<sub>i</sub>(sr):抽出液全量のサロゲート回収量(ng)

A<sub>i</sub>(sr):試験液及び標準溶液中のサロゲートのピーク面積

A<sub>i</sub>(ss):試験液及び標準溶液中のシリジウムイオンのピーク面積

C<sub>i0</sub>(ss):試験液及び標準溶液中のシリジウムイオンの量(ng)

RRF<sub>ss</sub>:シリジウムイオンに対するサロゲートの相対感度係数

$$R = \frac{Q_i(\text{sr}) \times 100}{Q_{i0}(\text{sr})}$$

R:回収率(%)

$Q_i(\text{sr})$ :抽出液全量中のサロゲートの回収量(ng)

$Q_{i0}(\text{sr})$ :試料へのサロゲートの添加量 (ng) (一定)

今回の調査において、試料水のサロゲートの回収率はすべて70~120%の範囲内であった。

#### 参考文献

第24回 日本環境化学会講演会 資料集

第26回 日本環境化学会講演会 予稿集

外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル(水質、底質、水生生物)

「平成10年10月環境庁 水質保全局 水質管理課」

下水試験方法(追補暫定版)・2002年版-(内分泌攪乱化学物質編及びクリプトsporidium編)

## 1.2 フタル酸エステル類 精度管理

### 1.2.1 操作ブランク値の測定

操作ブランク試験は、分析値に対する影響を低くするため、ヘキサンを用いて精製した純水を用いる。ただし、フタル酸エステル類は、ヘキサンによっても精製できない場合があるため、精製した純水を使用しないで抽出溶媒だけで行う。

測定に当たっては、10 試料測定ごとに測定対象物質ごとの操作を行い、分析器具、分析装置、試薬及び雰囲気からの汚染量を確認する。

測定値の算出に当たっては、当該測定の行われた日の操作ブランク測定により得られた値(Y<sub>i</sub>)の平均値(Y<sub>avg</sub>)を試料の測定値(X)から差し引き、試料中の濃度(X<sub>true</sub>)を算出する。

$$X_{true} = X - Y_{avg} \quad Y_{avg} = \sum_{i=1}^n Y_i / n$$

n:ブランク測定回数(9 試料の測定を行うごとに実施)

### 1.2.2 トラベルブランク測定の実施

フタル酸エステル類の測定においては、トラベルブランク測定を送付した採水容器で実施した。運搬の方法と保存の状態は、採水した容器と同様に扱った。その結果トラベルブランクは全て定量下限値未満(<0.05μ g/L)であった。

### 1.2.3 標準繰り返し試験

定量下限値付近濃度(0.025μ g/L)標準液を添加した精製水を用い、繰り返し数 5 回で分析を行った。

	フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	フタル酸ジ-n-ブチル
添加濃度(μ g/L)	0.025	0.025
繰り返し-1(μ g/L)	0.02563	0.02556
繰り返し-2(μ g/L)	0.02483	0.02474
繰り返し-3(μ g/L)	0.02485	0.02493
繰り返し-4(μ g/L)	0.02436	0.02488
繰り返し-5(μ g/L)	0.02425	0.02485
平均(x)	0.024782	0.024991
標準偏差(s)	0.000545	0.000327
変動係数(CV%)	2.20	1.31

定量下限値付近濃度(0.025μ g/L)での変動係数はフタル酸ジ-2-エチルヘキシルが 2.20%、フタル酸ジ-n-ブチル 1.31%で、良好であった。

### 1.2.4 定量下限値の算出

通常、測定機器や分析条件により定量下限値及び検出下限値は異なるため、定量下限値付近の標準液を繰り返し 5 回以上測定機器で測定して求めた標準偏差(s)から次の式により算出する。

$$\text{定量下限値} = 10s(\mu \text{ g/L}) \cdots (1)$$



ただし、操作ブランク測定においても測定対象物質が検出されることから、定量下限値は(1)式の値、操作ブランク値の標準偏差の10倍、操作ブランク値の平均値の3倍のいずれかで最も大きい数値を定量下限値とした。

測定物質ごとの定量下限値算出のための統計量を下表に示す。算出された定量下限値はフタル酸ジ-2-エチルヘキシルは  $0.023\mu\text{ g/L}$ 、フタル酸ジ-n-ブチルは  $0.043\mu\text{ g/L}$  となり、目標定量下限値の  $0.05\mu\text{ g/L}$  を満たしていた。

( $\mu\text{ g/L}$ )

試験名		物質名	フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	フタル酸ジ-n-ブチル
		標準繰り返し試験 (繰り返し回数 5 回)		標準偏差(s)
10s	0.005450			0.003270
操作ブランク試験 (繰り返し回数 5 回)		標準偏差(s')	0.001391	0.003348
		10s'	0.013912	0.033484
		平均( $\bar{\chi}$ )	0.007870	0.014471
		$3\bar{\chi}$	0.023610	0.043413

#### 1.2.5 測定結果の有効性管理

測定結果の有効性を管理するために、測定サンプルの約 10~15 サンプル毎と、サンプルの最後に濃度既知の標準液( $0.025\mu\text{ g/L}$ )を測定し、その結果が設定した標準液濃度の $\pm 20\%$ 以内であることを確認する。この値が設定値の範囲内( $\pm 20\%$ 以内)であるならば検査が正確に行われたと判断できる。

今回の調査において設定値に対しフタル酸ジ-2-エチルヘキシルは 1.23%~15.21%、フタル酸ジ-n-ブチルは 0.49%~14.76%とすべて標準液濃度の $\pm 20\%$ 以内であったので、検査が正確に行われたと判断した。

### 1.3 送付案内

平成〇年〇月〇日

〇〇水道局  
〇〇浄水場  
〇〇 〇〇様

水道におけるフタル酸ジ-2-エチルヘキシルの濃縮機構等に関する研究  
浄水場を対象としたフタル酸エステル類挙動実態調査

採取容器等送付のご案内(〇回目調査)

財団法人  
千葉県薬剤師会検査センター  
〒260-0024 千葉市中央区中央港 1-12-11  
TEL:043-242-5940 FAX:043-242-3850

拝啓 時下ますますご清栄のこととお喜び申し上げます。  
平素は格別のご高配を賜り、厚く御礼申し上げます。  
見出しの件について調査を行います。  
下記のとおり、採取容器等を送付致しますのでよろしくご査収下さい。

敬具

記

### 1.送付内容

送付物の内容は次のとおりです。ご確認ください。

採取容器、採取器具等を 14 個口で送付しております。

品名	内容	数量
採取容器等送付のご案内	採取容器、採取箇所、採取方法等の詳細(本状)	1
調査概要	資料 1(国立保健医療科学院・国包、小坂様作成資料)	1
浄水場フロー図	資料 2(サンプリング地点 国立保健医療科学院・国包、小坂様作成資料)	1
採取容器(水質・排水用)	2L 透明共栓ガラス容器(予備 1 本)	13
	1L 透明ガラス容器(予備 1 本)	8
採取容器(汚泥・浮上物質用)	1.8L 透明広口ガラス容器(予備 1 本)	19
採取用具	アルミホイル、スコップ、ジョーゴ、ステンレス製バケツ	1 式
ラベル	採取容器に貼り付けるラベル(採取場所記載済み)(予備 3 枚)	40
返送宅配便伝票	冷蔵着払い用	15
返送用段ボール	容器送付時に使用したもの(予備 1 箱)	15
返送連絡用 FAX 用紙	試料水送付時に使用	1
一般項目測定結果 FAX 用紙	一般項目測定結果連絡用	1

## 2.採取日

採取日は原則として平成○年○月○日または○日をお願いします。

## 3.調査箇所、採取容器等(水質、排水)

調査箇所毎に必要な容器を以下に示します。

尚、採取箇所の詳細は資料2の浄水場フロー図をご参考にして下さい。

### 3-1-採取箇所および必要な容器

調 査 箇 所		採 取 箇 所	必 要 な 容 器
水 質	接合井	①接合井入口（返送水と混じる前）	2L 透明共栓ガラス瓶1本 1L 透明ガラス瓶1本
	原水(多摩川系)	②原水連絡管(受水井からの水と混じる前)	2L 透明共栓ガラス瓶1本 1L 透明ガラス瓶1本
	ろ過池	③ろ過池流入口	2L 透明共栓ガラス瓶1本 1L 透明ガラス瓶1本
	送水	④配水池出口 <sup>※1</sup>	2L 透明共栓ガラス瓶3本(2本採取。1本はトラベルブランク用です。トラベルブランク用は採取しません。) 1L 透明ガラス瓶1本
	返送水	⑤受水井流入前 <sup>※2</sup>	2L 透明共栓ガラス瓶3本(3本とも採取) 1L 透明ガラス瓶1本
排 水	上澄水 1	⑥濃縮槽 1、調整槽 1 の上澄水混合後、受水井流入前	2L 透明共栓ガラス瓶1本 1L 透明ガラス瓶 1本
	上澄水 2	⑦濃縮槽 2、調整槽 2 の上澄水、脱ろ液混合後、接合井流入前	2L 透明共栓ガラス瓶2本(2本とも採取) 1L 透明ガラス瓶 1本

※1:トラベルブランク有り ※2:二重測定地点

### 3-2 採取方法

内分泌攪乱化学物質は、環境汚染物質の中でも社会的関心が高く、また、超微量測定を要求されます。このため、以下に示す採取手順に従い、慎重に採取する必要があります。

内容をよくご理解の上、検体採取をお願いいたします。

水質・排水分析用の容器は用途により以下の2種類があります。容器により採水方法が若干異なりますのでご注意ください。

#### 3-2-1 2L 透明共栓ガラス瓶

2L 透明共栓ガラス瓶は内分泌攪乱化学物質分析用の容器です。内分泌攪乱化学物質の影響がない環境でアセトン・n-ヘキサン洗浄をおこなった後、フタ付近をアルミホイルで覆い梱包してあります。採取までフタを開けないで下さい。