

阻害作用に寄与している可能性が考えられる。しかしながら図 2 に示すように DEHP による E2 のエストロゲン様活性減少率は 29 - 7 %程度であり、I 浄水場浮上物質によるエストロゲン様活性阻害作用の大部分は DEHP 以外の E260 発現成分によるものと考えられる。

D. 結論

浄水汚泥や浮上物質中には、フタル酸ジ-2-エチルヘキシルなどの化学物質が濃縮されているが、その抽出試料からエストロゲン様活性は認められなかった。一方でエストロゲン様活性阻害作用があることが明らかとなった。浄水汚泥や浮上物質によるエストロゲン様活性阻害作用については、汚泥・スカム中に含まれるフタル酸エステル類が主たるエストロゲン様活性阻害要因物質ではなく、自然由来の E260 発現による可能性が高いと考えられる。

E 参考文献

- 1) 国包章一 (1999) 厚生科学研究費補助金「内分泌かく乱化学物質の水道水からの暴露等に関する調査研究」報告書
- 2) 国包章一 (2003) 厚生科学研究費補助金「内分泌かく乱化学物質の水道水中の挙動と対策等に関する研究」報告書
- 3) J.Nishikawa *et al.* Toxicol.Appl.Pharmacol.,154,pp76-83 (1999)

F. 健康危険情報

本研究成果は特に該当しない。

G. 研究発表

1. 論文発表

Byoung-Cheun Lee, M.Kamata, Y. Akatsuka, M. Takeda, K. Ohno, T.Kamei, Y.Magara: Effects of chlorine on the decrease of estrogenic chemicals, *Water Research* 38(2004), 733-739.

2. 学会発表

- 1) 竹田誠、宮谷伸之、亀井翼、眞柄泰基：酵母とヒメダカを用いた 2 種のバイオアッセイにおける化学物質のエストロゲン様作用の比較：第 38 回日本水環境学会年会講演集,p.664(2004)
- 2) 伊藤和徳、大野浩一、亀井翼、眞柄泰基：浄水処理におけるエストロゲン様活性制御のための塩素処理条件の検討、第 38 回日本水環境学会年会講演集,p.436(2004)

H.知的財産権の出願・登録状況

1. 特許取得

該当なし

2. 実用新案登録

該当なし

3. その他
 該当なし

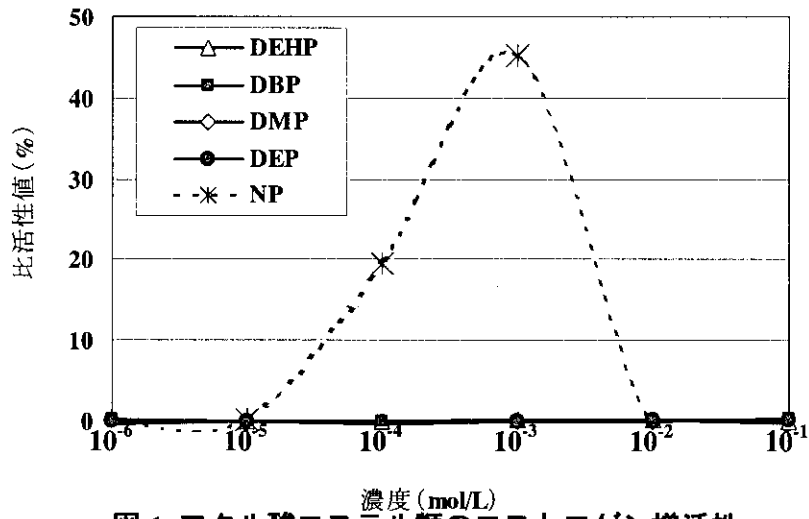


図1 フタル酸エステル類のエストロゲン様活性

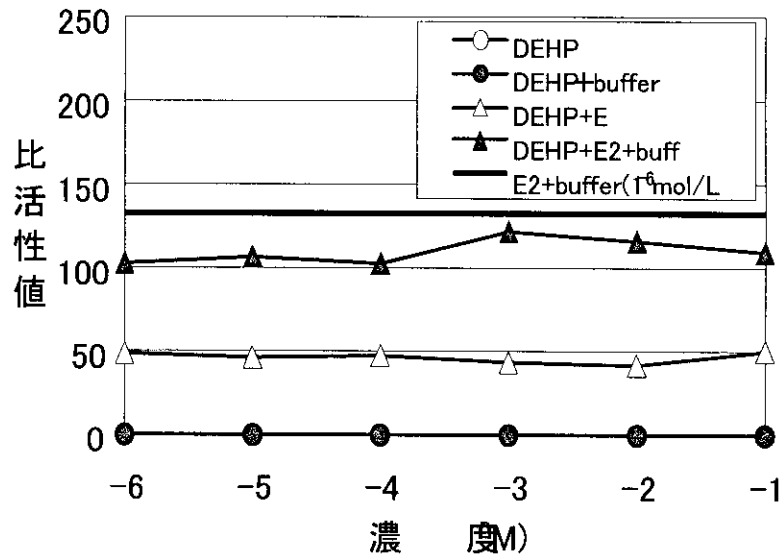


図2 DEHP のエストロゲン様活性と活性阻害作用

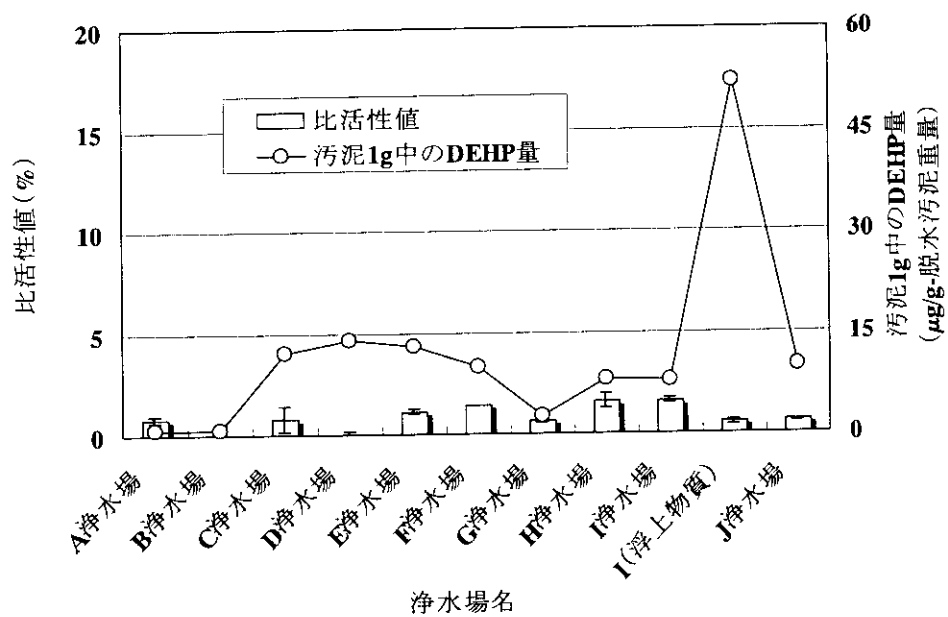


図3 浄水汚泥および浮上物質のエストロゲン様活性と DEHP 量

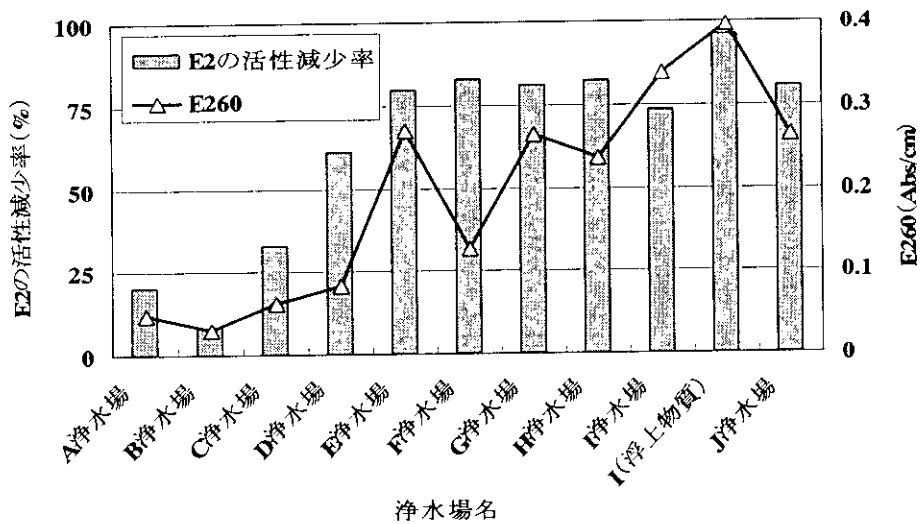


図4 エストロゲン様活性阻害作用と汚泥中 E260 値

分担研究報告書 7

水道管からのフタル酸ジ-2-エチルヘキシル等の
溶出に関する検討

分担研究者 林 秀樹

水道管からのフタル酸ジ-2-エチルヘキシル等の溶出に関する検討

分担研究者 (財) 水道技術研究センター
浄水技術部長 林 秀樹

1. 調査目的

本研究事業では、水道の浄水施設におけるフタル酸ジ-2-エチルヘキシル等の浮上濃縮機構を明らかにし、水道管からの溶出特性等を含めてフタル酸ジ-2-エチルヘキシル等による水道水の汚染機構につき総合的に評価することによって、より安全な水道水を確保するための適切な技術施策のあり方を明らかにすること、並びに、タール系樹脂塗装管からの多環芳香族化合物等の溶出特性を明らかにすることを目的とする。

2. 調査計画

・水道管からのフタル酸ジ-2-エチルヘキシル等の溶出に関する検討

(1) タール系樹脂塗装管の出荷量の調査 (平成14年度)

タール系樹脂塗装管の使用数量についての調査。

(2) タール系樹脂の規格の調査 (平成14年度)

水道用タール系樹脂塗料の規格の変遷についての調査。

(3) 水道用タールエポキシ樹脂塗装管を用いた長期通水実験 (平成14～16年度)

水道用タールエポキシ樹脂塗装管は現在製造されていないため、鋼管メーカーと塗料メーカーの協力により、水道用タールエポキシ樹脂塗装管を新たに製作して2年間の通水実験を行う。

この実験管を用いて、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル等の溶出量の時間変化について調査するものであるが、供試管は、常時は一定条件の下で連続通水しておき、溶出試験時にだけ取り外して試験室において公定法に従って試験する。

実験についての概略を以下に記す。

1) 塗装管溶出試験

塗装管溶出試験の主な条件は以下のとおりである。

- ① 供試管は新管とする。管は1mに切断し、A、B各10本を使用する。
- ② 水道水を一定の流量で通水する。
- ③ 実験開始時点から一定の期間を経過した時点で供試管を取り外し、これを塗装管溶出試験に供する。
- ④ 供試管にミネラルウォーターを満たし、 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ で16時間接触させて供試水とする。

2) 通水試験

通水試験は、流入水とA、B系統の流出水を供試水とする。

3) 実験スケジュール

実験期間は平成14年度から平成16年度の3年間であるが、通水期間は約2ヵ年とする。

平成14年度は、平成15年3月上旬から調査を開始し、通水前(0ヵ月)に塗装管溶出試験と通水試験を実施した。また、同時に塗装片溶出試験を実施した。

平成15年度は、平成14年度に引続いて試験通水を続行し、1ヵ月後及び6ヵ月後に溶出試験と通水試験を実施した。

平成16年度は、平成15年度に引続き、12ヶ月後及び20ヶ月後の2回、溶出試験と通水試験を実施する。

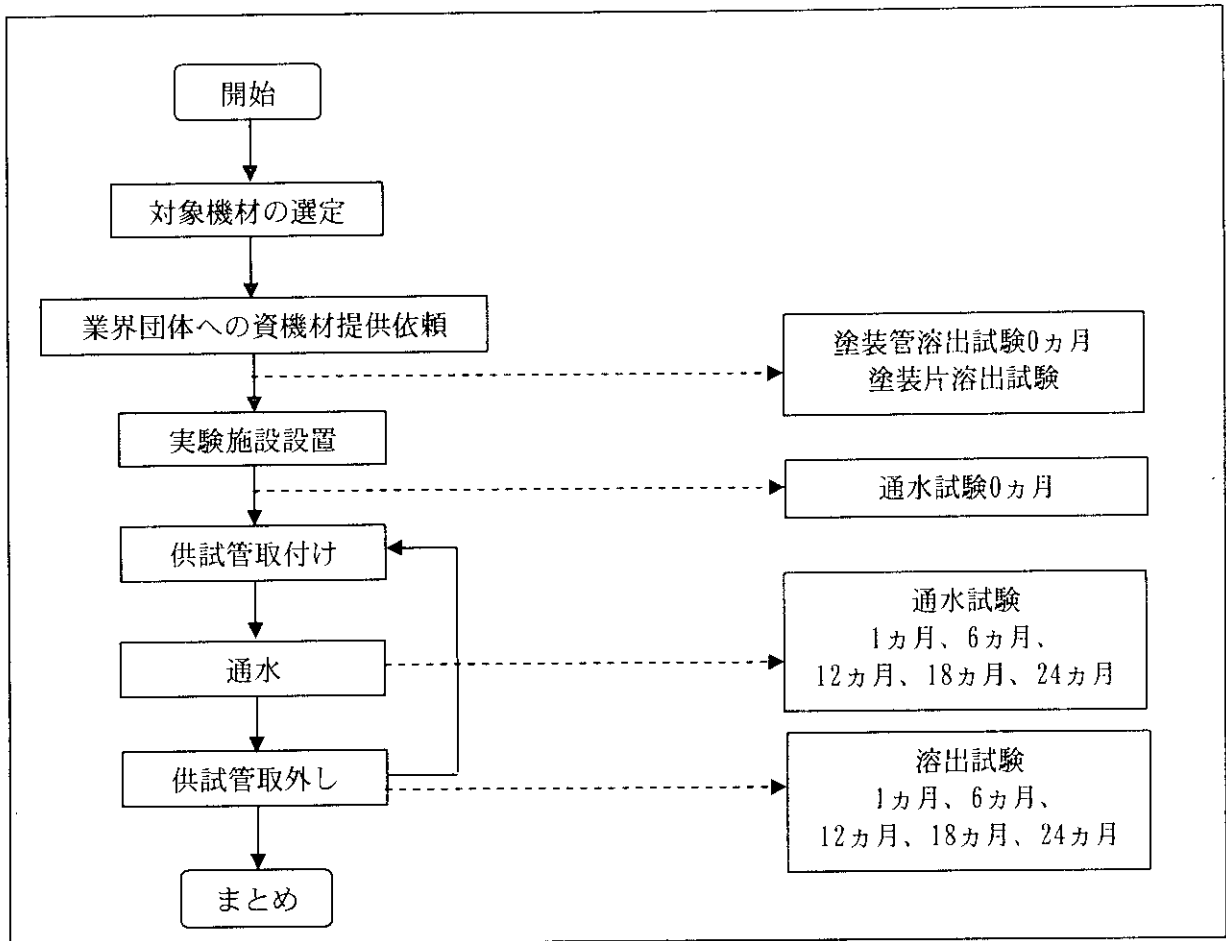


図 1-1 調査フロー

3. 調査内容

3.1 調査対象物質

表-1 に示すフタル酸エステル類 8 種、アルキルフェノール類 2 種及び多環芳香族炭化水素 13 種を対象とした。ただし、塗装管溶出試験と吐出水等水質試験はフタル酸エステル類 (I) アルキルフェノール類及び多環芳香族炭化水素 (I) について実施した。タールエポキシ塗料片溶出試験は前述に多環芳香族炭化水素 (II) を加えて実施した。なお、コールタールエナメル塗装については更にフタル酸エステル類 (II) を加えた全調査対象物質について実施した。

表-1 調査対象物質

分類	調査対象物質	摘要
フタル酸エステル類 (I)	フタル酸ジ-2-エチルヘキシル フタル酸ジ-n-ブチル	全試験
フタル酸エステル類 (II)	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	コールタールエナメル塗装片溶出試験
アルキルフェノール類	ノニルフェノール ビスフェノール A	全試験

多環芳香族炭化水素 (I)	benzo(a)pyrene indeno(1,2,3-cd)pyrene benzo(b)fluoranthene benzo(k)fluoranthene benzo(g,h,i)perylene fluoranthene	全試験
多環芳香族炭化水素 (II)	dibenz(a,h)anthracene anthanthrene benz(a)anthracene pyrene benzo(j)fluoranthene chrysene benzo(e)pyrene	塗装片溶出試験

3.2 調査対象資機材

調査対象資機材は、2メーカーの試作タールエポキシ塗装鋼管を供試管とした。また、塗料は当該タールエポキシ塗装鋼管に使用した塗料及び市販のコールタールエナメル塗料とした。

調査対象資機材を表-2に示す。

表-2 調査対象資機材

検体番号	調査対象資機材	試料番号	仕様
1	試作タールエポキシ塗装鋼管	1-A	φ32×5500
2	試作タールエポキシ塗装鋼管	1-B	φ40×5500
3	タールエポキシ樹脂塗料	2-A	塗装試験片
4	タールエポキシ樹脂塗料	2-B	塗装試験片
5	コールタールエナメル塗料	3	塗装試験片

3.3 調査方法

通水開始前の新しい試作タールエポキシ塗装鋼管からの調査対象物質溶出量を測定するとともに、供試管製作用のタール系樹脂塗料(タールエポキシ樹脂塗料及びコールタールエナメル塗料)をガラス片に塗付し、公定法に従って溶出試験を行い塗料からの調査対象物質溶出量を測定した。

3.4 塗装管溶出試験

以下の手順で塗装管溶出試験を行った。なお、供試水は、あらかじめ調査対象物質濃度が十分低いことを確認したガラスピン入りミネラルウォーター(富士ミネラルウォーター)を用いた。

なお、接水面積比は試料番号：1-A(φ32)は1,250 cm²/L、試料番号：1-B(φ40)は1,000 cm²/Lであった。

- ①鋼管メーカー2社が作製したタール系樹脂塗装管(1-Aはφ32、1-Bはφ40)を長さ1mに切断後フランジ加工された供試管の提供を受けた。
- ②供試管を水道水で1時間流水洗浄した。
- ③供試管を供試水で3回洗浄した。

- ④ 図-1に示すように、供試管の下端部にポリエチレンフィルムで包んだシリコン栓をした。
- ⑤ 供試管内部に供試水を満たした後、上端部をアルミホイルで覆い室温(約23℃)で16時間静置し試験区の検水とした。
- ⑥ 同時に供試水を他のガラスびんに移し換え、びんの口をアルミホイルで覆い室温(約23℃)で16時間静置したものを対照区の検水とした。

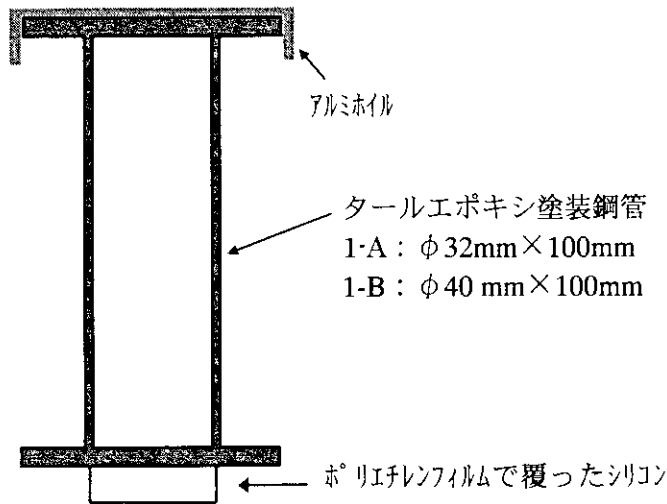


図 1-2 溶出モデル

3.5 塗装片溶出試験

溶出試験に用いる供試水は、あらかじめ調査対象物質濃度が十分低いことを確認したガラスビン入りミネラルウォーター(富士ミネラルウォーター)を用いた。

溶出操作は以下のとおりに行った。なお、溶出割合は JWWA K 135 の溶出試験の溶出割合に準じた。

- ① 試験片を水道水で1時間流水洗浄した。
- ② 塗料ガラス片を供試水で3回洗浄した。
- ③ 試験片を試験容器に入れ、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い、室温(約23℃)で16時間静置し試験区の検水とした。(図-2)
- ④ 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、室温(約23℃)で16時間静置し対照区の検水とした。

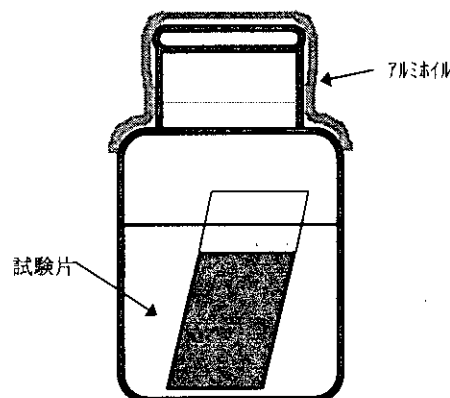


図 1-3 溶出モデル

4 吐出水等の水質試験

塗装管溶出試験後、東京都水道局玉川水処理実験場内実験装置に設置し一定の流量(1m³/日)で通水し、1-A 系統及び 1-B 系統の吐出水及び流入水道水を採水して検水とした。

5 分析方法

分析方法の概要を表-3 に示した。分析法のフローシートを別添-1 に示した。

表-3 分析方法の概要

分類	調査対象物質名	試験方法
フタル酸エステル類 (I)	フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	ヘキサン抽出、シリカゲル カラムクロマトグラフィー精製、GC/MS で測定
	フタル酸ジ-n-ブチル	
フタル酸エステル類 (II)	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	
アルキルフェノール類	ノニルフェノール	ジクロロメタン抽出、シリカゲルカラムクロマトグラフィー精製、TMS 化して GC/MS で測定
	ビスフェノール A	ジクロロメタン抽出、脱水、濃縮 LC/MS で測定
多環芳香族炭化水素 (I)	benzo (a) pyrene	ヘキサン抽出後、濃縮して GC/MS で測定
	indeno (1, 2, 3-cd) pyrene	
	benzo (b) fluoranthene	
	benzo (k) fluoranthene	
	benzo (g, h, i) perylene	
	fluoranthene	
多環芳香族炭化水素 (II)	dibenz (a, h) anthracene	
	anthanthrene	
	benz (a) anthracene	
	pyrene	
	benzo (j) fluoranthene	
	chrysene	
	benzo (e) pyrene	

6 分析結果

6.1 塗装管溶出試験

塗装管溶出試験の結果を表-4 に示した。

表-4 塗装管溶出試験結果

調査対象物質	溶出 下限値	開始時		1ヶ月後		6ヶ月後	
		1-A	1-B	1-A	1-B	1-A	1-B
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.4	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず
フタル酸ジ-n-ブチル	0.4	1.4	溶出せず	0.7	溶出せず	溶出せず	溶出せず
ノニルフェノール	0.08	0.09	0.10	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず
ビスフェノールA	0.01	0.39	0.12	0.04	溶出せず	溶出せず	溶出せず
benzo(a)pyrene	0.01	溶出せず	0.01	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず
indeno(1,2,3-cd)pyrene	0.01	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず
benzo(b)fluoranthene	0.01	0.02	0.02	0.02	0.01	溶出せず	溶出せず
benzo(k)fluoranthene	0.01	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず
benzo(g,h,i)perylene	0.01	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず
fluoranthene	0.01	1.2	0.58	0.60	0.18	0.08	0.04

単位：μg/L

6.2 吐出水等水質試験

吐出水溶出試験結果を表-5 に示した。

なお、6ヶ月後の結果はすべて「検出せず」であった。

表-5 吐出水溶出試験結果

調査対象物質	検出 下限値	開始時			1ヶ月後		
		1-A	1-B	水道水	1-A	1-B	水道水
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.07	0.11	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず
フタル酸ジ-n-ブチル	0.07	0.10	0.17	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず
ノニルフェノール	0.05	0.17	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず
ビスフェノールA	0.01	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず
benzo(a)pyrene	0.01	0.02	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず
indeno(1,2,3-cd)pyrene	0.01	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず
benzo(b)fluoranthene	0.01	0.01	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず
benzo(k)fluoranthene	0.01	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず
benzo(g,h,i)perylene	0.01	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず	検出せず
fluoranthene	0.01	0.10	0.04	検出せず	0.02	0.03	検出せず

単位：μg/L

6.3 塗装片溶出試験
試験結果を表-6 に示した。

表-6 塗装片溶出試験結果

調査対象物質	溶出下限値	タールエポキシ樹脂塗料		コーラルエナメル塗料
		試料番号：2-A	試料番号：2-B	試料番号：3
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.4	溶出せず	3.2	溶出せず
フタル酸ジ-n-ブチル	0.4	溶出せず	溶出せず	溶出せず
フタル酸-n-ブチルベンジル	0.1	/		溶出せず
フタル酸ジシクロヘキシル	0.1		溶出せず	
フタル酸ジエチル	0.1		溶出せず	
フタル酸ジペンチル	0.1		溶出せず	
フタル酸ジ-n-プロピル	0.1		溶出せず	
アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル	0.1		溶出せず	
ノニルフェノール	0.08		溶出せず	溶出せず
ビスフェノールA	0.01	0.01	0.03	溶出せず
benzo(a)pyrene	0.01	0.01	0.04	1.4
indeno(1,2,3-cd)pyrene	0.01	溶出せず	溶出せず	0.77
benzo(b)fluoranthene	0.01	0.06	0.11	2.2
benzo(k)fluoranthene	0.01	0.21	0.03	0.73
benzo(g,h,i)perylene	0.01	溶出せず	0.01	0.71
fluoranthene	0.01	4.6	4.0	15
dibenz(a,h)anthracene	0.01	溶出せず	溶出せず	0.02
anthanthrene	0.01	溶出せず	溶出せず	0.02
benz(a)anthracene	0.01	0.21	0.24	0.70
pyrene	0.01	2.4	3.2	9.9
benzo(j)fluoranthene	0.01	分析不能	分析不能	分析不能
chrysene	0.01	0.39	0.42	1.1
benzo(e)pyrene	0.01	0.02	0.04	0.18

単位：μg/L

なお、benzo(b)fluoranthene と benzo(j)fluoranthene は分離しないため、benzo(j)fluoranthene を分析不能とし、benzo(b)fluoranthene と benzo(j)fluoranthene の合計値を benzo(b)fluoranthene として算出した。

7 まとめ

7.1 溶出試験結果

1) 初期の溶出については、塗装管、吐出水、塗装片からいくつかの化学物質が認められた。

- ・コーラルエナメル塗料塗装片については、調査対象とした多環芳香族炭化水素のいくつかにおいて溶出が認められたが、フタル酸類、ノニルフェノール、ビスフェノールAについては溶出は認められなかった。
- ・タールエポキシ樹脂塗料については、
 - ①塗装片で溶出した物質は、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル、ビスフェノールA、benzo(a)pyrene、benzo(b)fluoranthene、benzo(k)fluoranthene、benzo(g,h,i)perylene、fluoranthene であり、
 - ②塗装管では、フタル酸ジ-n-ブチル、ノニルフェノール、ビスフェノールA、benzo(a)pyrene、benzo(b)fluoranthene、fluoranthene の6項目であり、
 - ③吐出水で検出された物質は、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル、フタル酸ジ-n-ブチル、ノニルフェノール、benzo(a)pyrene、benzo(b)fluoranthene、fluoranthene となっている。

2) 1ヶ月後及び6ヶ月後の塗装管での溶出レベルは時間の経過につれて、図-1に示すように減少している。

1ヶ月後では、フタル酸ジ-n-ブチル、ビスフェノールA、benzo(b)fluoranthene、fluorantheneの4項目となり、6ヶ月後の溶出は、fluorantheneの1項目のみとなっている。また、そのレベルもかなり低いものとなっている。

3) 1-A及び1-Bの2種類の管の差異の評価については、管径の違いと、塗料メーカーの材料の違いの2つの要素がある。

管径の違いについては、接水面積比を考慮すればよい。

今回は 1.25:1.00 (管径に逆比例) の割合で補正すればよいので、Aの値を1.25で除した値でBと比較すればよい。(表-7 参照 ただしAの濃度の絶対値の意味が不明となる)

表-7 塗装管溶出試験結果補正

調査対象物質	溶出 下限値	開始時		1ヶ月後		6ヶ月後	
		1-A	1-B	1-A	1-B	1-A	1-B
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.4	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず
フタル酸ジ-n-ブチル	0.4	1.12	溶出せず	0.56	溶出せず	溶出せず	溶出せず
ノニルフェノール	0.08	0.07	0.10	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず
ビスフェノールA	0.01	0.31	0.12	0.03	溶出せず	溶出せず	溶出せず
benzo(a)pyrene	0.01	溶出せず	0.01	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	0.01	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず
benzo(b)fluoranthene	0.01	0.02	0.02	0.02	0.01	溶出せず	溶出せず
benzo(k)fluoranthene	0.01	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず
benzo(g,h,i)perylene	0.01	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず	溶出せず
fluoranthene	0.01	0.96	0.58	0.48	0.18	0.06	0.04

単位：μg/L

以上の補正を行った後の差異については、メーカーの材料に起因するものと考えられる。

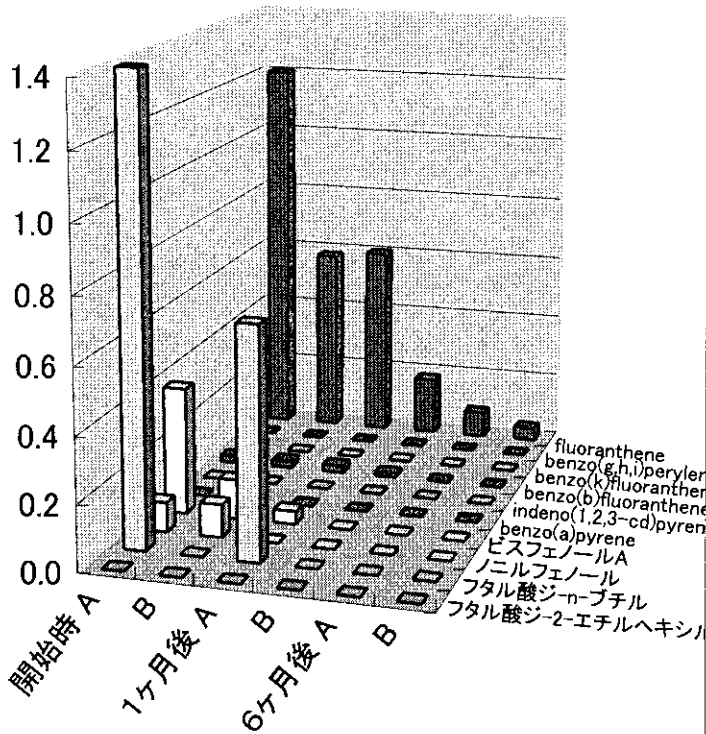
総じてAの値がBよりも高い傾向は変わらない。

7.2 今後の課題

6ヶ月を経過した時点でほとんどの物質の溶出が見られなくなっている。

今回の結果を考慮に入れながら、あと一年間の通水実験で、どの時点で溶出が見られなくなるのか見極めたい。

図-1 塗装管溶出試験結果(μg/L)



- フタル酸ジ-2-エチルヘキシル
- フタル酸ジ-n-ブチル
- ノニルフェノール
- ビスフェノールA
- benzo(a)pyrene
- indeno(1,2,3-cd)pyrene
- benzo(b)fluoranthene
- benzo(k)fluoranthene
- benzo(g,h,i)perylene
- fluoranthene

8 定量下限値、検出下限値及び溶出下限値の設定

8.1 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下記の a.、b. 及び c. により算出し設定し、a.、b. 及び 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。表-8 に定量下限値の設定結果を示した。

- 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

表-8 定量下限値の設定結果

調査対象物質	目標下限値	a.	b.	c.	定量下限値
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.05	0.022706	0.111545	0.10825	0.2
フタル酸ジ-n-ブチル	0.05	0.004259	0.131239	0.156499	0.2
フタル酸-n-ブチルベンジル	0.05	0.017887	<0.05	<0.05	0.05
フタル酸ジシロヘキシル	0.05	0.003483	<0.05	<0.05	0.05
フタル酸ジエチル	0.05	0.00488	0.007191	0.010723	0.05
フタル酸ジペンチル	0.05	0.006932	<0.05	<0.05	0.05
フタル酸ジ-n-プロピル	0.05	0.003088	<0.05	<0.05	0.05
アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル	0.01	0.013487	0.023218	0.014359	0.03
ノニルフェノール	0.1	0.098	<0.05	<0.05	0.1
ビスフェノール A	0.01	0.006646	0.006038	0.00918	0.01
benzo(a)pyrene	0.01	0.0084	<0.01	<0.01	0.01
indeno(1,2,3-cd)pyrene	0.01	0.003	<0.01	<0.01	0.01
benzo(b)fluoranthene	0.01	0.0032	<0.01	<0.01	0.01
benzo(k)fluoranthene	0.01	0.0054	<0.01	<0.01	0.01
benzo(g,h,i)perylene	0.01	0.0018	<0.01	<0.01	0.01
fluoranthene	0.01	0.0006	0.0042	0.01	0.01
dibenz(a,h)anthracene	0.01	0.0058	<0.01	<0.01	0.01
anthanthrene	0.01	0.017	<0.01	<0.01	0.02
benz(a)anthracene	0.01	0.0122	<0.01	<0.01	0.02
pyrene	0.01	0.0024	0.0018	0.01	0.01
benzo(j)fluoranthene	0.01	0.0074	<0.01	<0.01	0.01
chrysene	0.01	0.0024	<0.01	<0.01	0.01
benzo(e)pyrene	0.01	0.004	<0.01	<0.01	0.01

単位：μg/L

8.2 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。検出下限値を表-9 に示した。

表-9 検出下限値

調査対象物質	検出下限値
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.07
フタル酸ジ-n-ブチル	0.07
フタル酸-n-ブチルベンジル	0.05
フタル酸ジシクロヘキシル	0.05
フタル酸ジエチル	0.05
フタル酸ジベンチル	0.05
フタル酸ジ-n-ブチル	0.05
アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル	0.01
ノニルフェノール	0.05
ビスフェノール A	0.01
benzo(a)pyrene	0.01
indeno(1,2,3-cd)pyrene	0.01
benzo(b)fluoranthene	0.01
benzo(k)fluoranthene	0.01
benzo(g,h,i)perylene	0.01
fluoranthene	0.01
dibenz(a,h)anthracene	0.01
anthanthrene	0.01
benz(a)anthracene	0.01
pyrene	0.01
benzo(j)fluoranthene	0.01
chrysene	0.01
benzo(e)pyrene	0.01

単位：μg/L

8.3 溶出下限値の設定
 溶出下限値を表-10 に示した。

表-10 溶出下限値

調査対象物質	溶出下限値
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	0.4
フタル酸ジ-n-ブチル	0.4
フタル酸-n-ブチルベンジル	0.1
フタル酸ジシロヘキシル	0.1
フタル酸ジエチル	0.1
フタル酸ジペンチル	0.1
フタル酸ジ-n-ブチル	0.1
アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル	0.1
ノニルフェノール	0.08
ビスフェノール A	0.01
benzo(a)pyrene	0.01
indeno(1,2,3-cd)pyrene	0.01
benzo(b)fluoranthene	0.01
benzo(k)fluoranthene	0.01
benzo(g,h,i)perylene	0.01
fluoranthene	0.01
dibenz(a,h)anthracene	0.01
anthanthrene	0.01
benz(a)anthracene	0.01
pyrene	0.01
benzo(j)fluoranthene	0.01
chrysene	0.01
benzo(e)pyrene	0.01

単位：μg/L

8.4 溶出濃度(μg/L)の算出

試験区と対照区の測定値の差を溶出濃度(μg/L)とした。ただし、対照区の測定値が検出下限値未満の場合は、検出下限値×0.5の値を対照区の測定値とした。

8.5 数値の取扱い

各測定値は、JIS Z 8401「数字の丸め方」に従い丸め有効数字 2 桁とした。なお、溶出試験における溶出量の算出は、試験区と対照区の差を溶出下限値の位に丸めた。

以上

別添-1 フタル酸類分析法のフローシート
 ノニルフェノール分析法のフローシート
 ビスフェノールA分析法のフローシート
 多環芳香族炭化水素分析法のフローシート

フタル酸エステル類分析法のフローシート

<項目>

フタル酸ジ-n-ブチル、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル、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

<サロゲート>

フタル酸ジ-n-ブチル-d₄、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-d₄、フタル酸-n-ブチルベンジル-d₄、フタル酸ジシクロヘキシル-d₄、フタル酸ジエチル-d₄、フタル酸ジペンチル-d₄、フタル酸ジ-n-プロピル-d₄、アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル-d₈

<操作>

1000 ml 透明摺りメスフラスコ

- 検水約 1000 ml
- サロゲート物質各 0.0625 μg (0.125 mg/L の混合溶液を 0.5 ml)
- 塩化ナトリウム 40 g
- ヘキサン 10 ml

攪拌 20 分間

ヘキサン層 8 ml を分取

5 %含水フロリジルカラムクロマトグラフィー (2 g)

- ヘキサン 50 ml 洗浄
- ヘキサン及びアセトニトリルの混液 (995:5v/v) 100 ml 溶出

濃縮 ロータリーエバポレーター

窒素ガスで乾固

- 内標準物質混合溶液 (各 0.25 mg/L ヘキサン溶液) 1 ml に溶解

GC/MS 測定

ブランクとしてヘキサン洗浄ミネラル水 1000 ml を透明摺りメスフラスコにとり同様に試験。

備考： 使用するガラス器具、無水硫酸ナトリウム及び塩化ナトリウムは 200 °C で 2 時間以上焼いてから使用した。

<測定機器操作条件>

機 種：HP6890/5972 [Hewlett-Packard Company]
カ ラ ム：DB-5MS [J&W SCIENTIFIC]
φ 0.25 mm×30 m、膜厚 0.25 μm
導 入 系：スプリットレス
温 度：試料注入口 250 °C インターフェイス温度：280 °C

カラム 50 °C (2分保持) → 10 °C/min 昇温 → 270 °C (5分保持)
 ガス流量：ヘリウム(キャリアーガス) 1.0 ml/min
 イオン化法：EI
 注入量：1 µl

<設定質量数>

測定対象物質	分子量	定量イオン (m/z)	保持時間(分)
フタル酸ジエチル	222.2	149	15.3
フタル酸ジ-n-プロピル	250.3	149	17.3
フタル酸ジ-n-ブチル	278.4	149	19.3
フタル酸ジペンチル	306.4	149	21.1
フタル酸-n-ブチルベンジル	312.4	149	22.8
フタル酸ジシクロヘキシル	330.4	149	24.2
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	390.6	149	24.3
アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル	370.6	129	23.1
フタル酸ジエチル-d4	226.2	153	15.3
フタル酸ジ-n-プロピル-d4	254.3	153	17.3
フタル酸ジ-n-ブチル-d4	282.4	153	19.3
フタル酸ジペンチル-d4	310.4	153	21.1
フタル酸-n-ブチルベンジル-d4	316.4	153	22.8
フタル酸ジシクロヘキシル-d4	334.4	153	24.2
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-d4	394.6	153	24.3
アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル-d8	378.6	137	23.1
フェナントレン-d10	188.2	188	17.6
フルオランテン-d10	212.3	212	20.5
クリセン-d12	240.4	240	24.0