

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

R:回収率(%)

$Q_i(sr)$:抽出液全量中のカゲ'-トの回収量(ng)

$Q_{i0}(sr)$:試料へのカゲ'-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スポリジウム編)

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、当該測定の実行された日の操作ブランク測定により得られた値(Yi)の平均値(Yavg)を試料の測定値(X)から差し引き、試料中の濃度(Xtrue)を算出する。

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

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(<0.05 μg/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(0.025 μg/L)標準液を繰り返し 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(μg/L)	0.025	0.025
繰り返し-1(μg/L)	0.02680	0.02398
繰り返し-2(μg/L)	0.02595	0.02483
繰り返し-3(μg/L)	0.02930	0.02463
繰り返し-4(μg/L)	0.03125	0.02438
繰り返し-5(μg/L)	0.02385	0.02445
平均(x)	0.027430	0.024450
標準偏差(s)	0.002894	0.000317
変動係数(CV%)	10.54	1.29

定量下限値付近濃度(0.025 μg/L)での変動係数はフタル酸ジ-2-エチルヘキシルが 10.54%、フタル酸ジ-n-ブチル 1.29%であり、±20%以内であったため、良好と判断した。

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0.029 $\mu\text{g/L}$ 、フタル酸ジ-n-ブチルは0.007 $\mu\text{g/L}$ となり、目標定量下限値の0.05 $\mu\text{g/L}$ を満たしていた。

試験名		物質名		($\mu\text{g/L}$)	
		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)	0.002894	0.000317		
	10s	0.028937	0.003172		
操作ブランク試験 (繰り返し回数5回)	標準偏差(s)	0.001068	0.000228		
	10s'	0.010680	0.002284		
	平均($\bar{\chi}$)	0.008374	0.002154		
	$3\bar{\chi}$	0.025123	0.006462		

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0.60%~17.90%、フタル酸ジ-n-ブチルは0.30%~16.23%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

〇〇〇〇水道局
〇〇〇〇浄水場
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(〇年度〇回目調査)

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24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)	25
	1L 透明ガラス容器(予備 1 本)	10
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)	32
採取用具	アルミホイール、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)	67
返送用宅配便伝票	冷蔵着払い用	26
返送用段ボール	容器送付時に使用したもの(予備 2 箱)	26
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	着水井	①着水井入口（返送水と混じる前）	2L透明共栓ガラス瓶 4本 1L透明ガラス瓶 2本
	ろ過池	②ろ過池流入部	2L透明共栓ガラス瓶 3本 1L透明ガラス瓶1本
	送水	③配水池出口 ^{※1}	2L透明共栓ガラス瓶 4本(3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	④着水井流入前 ^{※2}	2L透明共栓ガラス瓶 4本(4本とも採取) 1L透明ガラス瓶1本
排 水	ろ過池洗浄排水	⑤洗浄排水出口	2L透明共栓ガラス瓶 3本 1L透明ガラス瓶1本
	脱水ろ液	⑦排泥池流入前	2L透明共栓ガラス瓶 3本 1L透明ガラス瓶 1本
	濃縮槽からの上澄水	⑥排泥池流入前	2L透明共栓ガラス瓶 3本 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。

3-2-1-1 採水方法

ガラス瓶に直接採取するか、ハイロート採水器、金属製のロート及びバケツを使用して採取してください。採取に際し、ロート及びバケツは試料水で共洗いを行ってください。但し、ガラス瓶の共洗いは行わないで下さい。

また、ガラス瓶の上部に1cm程度空げきが残るよう採取してください。

満水にした場合、輸送途中の温度変化によってガラス瓶が破損するおそれがあります。

その他採水に関する基本的事項は、「上水試験方法」に準じて行って下さい。

試料採取の際、プラスチック等フタル酸エステル類を含む可能性のある素材との接触がないよう注意して下さい。

ガラス容器はふたの部分が透明すりになっています。この部分に傷が付きますと、汚染の原因となることがありますので取り扱いにご注意願います。採取終了後、直ちにフタ付近をアルミホイルで覆って下さい。(容器送付時の状態にして下さい。)

容器に貼付のラベルに採取日時および採取者を記入して下さい。

3-2-1-2 トラベルブランク

トラベルブランクは輸送、採取操作等で汚染の度合いを確認するものです。トラベルブランク用として1本容器を用意(2L透明共栓ガラス瓶)いたしましたが、その取扱いは次の通りお願いします。

トラベルブランク用の容器を、③配水池出口まで持参し、試料採取の際のピンの蓋を開けている時間と同じ時間、トラベルブランク用容器の蓋を開けて下さい(採水はしません)。蓋を閉めた後、試料と同様の扱いで梱包作業をお願いします。

3-2-1 1L透明ガラス瓶

1L透明ガラス瓶はSS・TOC・DOC分析用の容器です。採取までフタを開けないでください。

3-2-1-1 採水方法

採取の際、ガラス瓶内を採取する試料水で2、3回共洗いを行ってください。

ガラス瓶に直接採取するか、ハイロート採水器、金属製のロート及びバケツを使用して採取してください。使用に際し、ロート及びバケツは試料水で共洗いを行ってください。

また、ガラス瓶の上部に1cm程度空げきが残るよう採取してください。

満水にした場合、輸送途中の温度変化によってガラス瓶が破損するおそれがあります。

その他採水に関する基本的事項は、「上水試験方法」に準じて行って下さい。

容器に貼付のラベルに採取日時および採取者を記入して下さい。

3-3 梱包

中身が動かないようにすき間に新聞紙等を詰め、ダンボール箱に梱包して下さい。

運送中に試料水が漏れぬよう容器のふたは確実に締めて下さい。アルミホイルで覆うことも忘れず
をお願いいたします。

採水容器、ラベル等、梱包漏れがないかもう一度ご確認下さい。

3-4 送付

必ず、試料を採取した当日に財団法人 千葉県薬剤師会検査センターまで送付して下さい。

要冷蔵(4℃)にて送付して下さい。氷点下になるとガラス瓶が破損するおそれがあります。料金は着
払いとなります。(同封した返信用伝票をお使い下さい。)

試料送付当日、返送確認用 FAX 送信票に必要事項を記入して、財団法人 千葉県薬剤師会検査セン
ター宛に送信して下さい。

4.調査箇所、採取容器等(汚泥、浮上物質)

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。

4-1.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	
汚泥	沈殿池	⑧沈殿池汚泥出口(上澄水は捨てない状態で)	1.8L透明広口ガラス瓶1本(その他項目用 アルミ覆い無し)
		⑧沈殿池汚泥出口(上澄水は捨てた状態で)	1.8L透明広口ガラス瓶6本(フタル酸用 アルミ覆い有り) 1.8L透明広口ガラス瓶1本(その他項目用 アルミ覆い無し)
	濃縮槽	⑨濃縮槽汚泥(上澄水を捨てない状態で)	1.8L透明広口ガラス瓶1本(その他項目用 アルミ覆い無し)
		⑨濃縮槽汚泥(上澄水を捨てた状態で)	1.8L透明広口ガラス瓶4本(フタル酸用 アルミ覆い有り) 1.8L透明広口ガラス瓶1本(その他項目用 アルミ覆い無し)
	脱水ケーキ	⑩脱水ケーキ	1.8L透明広口ガラス瓶4本(フタル酸用 アルミ覆い有り) 1.8L透明広口ガラス瓶1本(その他項目用 アルミ覆い無し)
	浮上物質	浮上物質 No1	⑪浮上物質(スラム)発生地点 1.8L透明広口ガラス瓶6本(フタル酸用 アルミ覆い有り) 1.8L透明広口ガラス瓶1本(その他項目用 アルミ覆い無し)
浮上物質 No2		⑫配水池 1.8L透明広口ガラス瓶4本(フタル酸用 アルミ覆い有り) 1.8L透明広口ガラス瓶1本(その他項目用 アルミ覆い無し)	
ポンプ排水		⑫配水池 1L透明ガラス瓶1本	

4-2 採取容器

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、次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。

汚泥・浮上物質分析用の採取容器は1.8L透明広口ガラス瓶および1Lの透明ガラス瓶を用います。用途により以下の2種類あります。

(1)フタル酸分析用(1.8L透明広口ガラス瓶 アルミホイル覆い有り)

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。

(2)その他項目分析用(1.8L透明広口ガラス瓶 アルミホイル覆いなし)

金属の分析がありますので、アルミホイルはかぶせておりません。

(3) ポンプ排水用

1L 透明ガラス瓶 1 本に採取します。

4-3 採水方法

4-3-1 汚泥用

金属製のひしゃく等を用い、一旦金属製のバケツ等に採取して下さい。

原則として可能な限り上澄水を捨て、送付しました金属製のジョウゴを用いてガラス瓶の上部に 1cm 程度空げきが残るように採取して下さい。(その際、容器間の濃度差が生じないように採取願います。)

但し、用途により上澄水を捨てないで採取する場合がありますのでご注意ください。

使用に際し、ひしゃく、じょうご、バケツは試料水で共洗いして下さい。

4-3-2 浮上物質用

浮上物質発生地点の浮遊物を金属製のひしゃく等を用い、一旦金属製のバケツ等に採取して下さい。可能な限り浮遊物を多く採り(できるだけ水が少なくなるように)、金属製のジョウゴを用いてガラス瓶の上部に 1cm 程度空げきが残るように採取して下さい。(その際、容器間の濃度差が生じないように採取願います。)

使用に際し、ひしゃく、じょうご、バケツは試料水で共洗いして下さい。

採取後、フタをする前に送付しましたアルミホイルでビンの口を覆い、ふたをして下さい。(ふたはプラスチック製ですので必ずアルミホイルをかませて下さい。)更にふたをアルミホイルで覆って下さい。(容器送付時の状態にして下さい。ただし、その他項目分析用の容器にはアルミホイルで覆わないで下さい。)

試料採取の際、プラスチック等フタル酸エステル類を含む可能性のある素材との接触がないよう注意して下さい。

容器に貼付のラベルに採取日時および採取者を記入して下さい。

4-3-3 ポンプ排水用

採取の際、ガラス瓶内を採取する試料水で 2、3 回共洗いを行ってください。

ガラス瓶に直接採取するか、ハイロート採水器、金属製のロート及びバケツを使用して採取してください。使用に際し、ロート及びバケツは試料水で共洗いを行ってください。

また、ガラス瓶の上部に 1cm 程度空げきが残るよう採取してください。

満水にした場合、輸送途中の温度変化によってガラス瓶が破損するおそれがあります。

その他採水に関する基本的事項は、「上水試験方法」に準じて行って下さい。

容器に貼付のラベルに採取日時および採取者を記入して下さい。

4-4 梱包

中身が動かないようにすき間に新聞紙等を詰め、ダンボール箱に梱包して下さい。

運送中に試料水が漏れぬよう容器のふたは確実に締めて下さい。アルミホイルで覆うことも忘れず
をお願いいたします。ただし、その他項目分析用の容器にはアルミホイルで覆わないで下さい。

採水容器、ラベル等、梱包漏れがないかもう一度ご確認下さい。

4-5 送付

必ず、試料を採取した当日に財団法人 千葉県薬剤師会検査センターまで送付して下さい。

要冷蔵(4℃)にて送付して下さい。氷点下になるとガラス瓶が破損するおそれがあります。料金は着
払いとなります。(同封した返信用伝票をお使い下さい。)

試料送付当日、返送確認用 FAX 送信票に必要事項を記入して、財団法人 千葉県薬剤師会検査セン
ター宛に送信して下さい。

5.資料

5-1 一般試験項目の測定

採水時の水質について、可能であれば採水日の水温、pH値、色度、濁度、過マンガン酸カリウム消
費量などの水質検査結果及び天候、降水量のデータがあれば、一般試験項目測定結果FAX用紙に記入
又は添付し、財団法人 千葉県薬剤師会検査センター宛に送信していただけますようお願いいたします。

6.送付先及び問い合わせ先

ご不明な点がございましたら「財団法人千葉県薬剤師会検査センター」までご連絡下さい。

財団法人千葉県薬剤師会検査センター 技術検査部 山崎雅之 五味謙之 〒260-0024 千葉県千葉市中央区中央港1-12-11 TEL 043-242-5940 FAX 043-242-3850

以上

平成16年 月 日

返送連絡用FAX用紙

FAX	043-242-3850
-----	--------------

送信先	(財)千葉県薬剤師会検査センター
	技術検査部 業務情報室

「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(○年度○回目)

試 料 送 付 通 知

送信元	試料送付日	月 日		
	個 数	個口		
	事業体名	浄水場		
	担当者名			
	T E L		F A X	
連絡事項等				

一般試験項目 測定結果 FAX用紙

送信先	(財)千葉県薬剤師会検査センター	FAX 043-242-3850
	技術検査部 業務情報室	

「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(○年度○回目)

送信元	事業体名		
	浄水場名		
	担当者名	電話番号	FAX番号

	前々日	前日	当日
天候			
降水量	mm	mm	mm
気温	℃	℃	℃

以下は採取日のデータを記載して下さい。(可能な限りお願い致します。)

	着水井	ろ過池	送水	返送水
水温(℃)				
pH値				
色度(度)				
濁度(度)				
残留塩素(mg/L)				
KMnO ₄ 消費量(mg/L)				
塩素イオン(mg/L)				
TOC(mg/L)				

大気由来のフタル酸エステル類実態調査

大気由来のフタル酸エステル類実態調査

1. 業務内容

- ・ 大気中のフタル酸エステル類の調査
- ・ 大気から水面へのフタル酸エステル類のフォールアウト(乾性沈着)量調査

2. 調査事業体

I事業体 T浄水場

3. 採取期間

平成 16 年 7 月 13 日～7 月 15 日

4. 調査頻度

調査期間中の天候が安定している 3 日間

5. 調査箇所・調査項目

調査箇所・調査項目を表 1 に示す

表 1 調査箇所・調査項目

調査内容	調査地点		調査項目
	フロック形成池と沈源池の間	配水池(機械室の近傍)	
大気中のフタル酸エステル類の調査	○*	○	フタル酸ジ-2-エチルヘキシル フタル酸ジ-n-ブチル
大気から水面へのフタル酸エステル類のフォールアウト(乾性沈着)量調査	○		フタル酸ジ-2-エチルヘキシル フタル酸ジ-n-ブチル

※二重測定地点

6. 調査方法

6.1 大気中のフタル酸エステル類の調査

6.1.1 調査概要

ローボリュームエアースンプラーを用いて大気中のフタル酸エステル類を毎分 7～8L、24 時間、石英繊維濾紙及び C18 フィルターに捕集する。採取方法の概要図を図 1 に示す。

捕集部(ろ紙ホルダー)に石英繊維濾紙及び C18 フィルターを図 2 のように組み込み、試料空気を採取量 10m³ 以上を目標に 7～8L/min で 24 時間吸引採取する。採取後のろ紙ホルダーは、直ちに密栓し、アルミホイルで覆い、金属製容器に保管後、冷暗所に保存し、冷蔵宅配便により検査機関に送付する。

ローボリュームエアースンプラーに設置するろ紙及びろ紙ホルダーの概要を表 2 に示す。

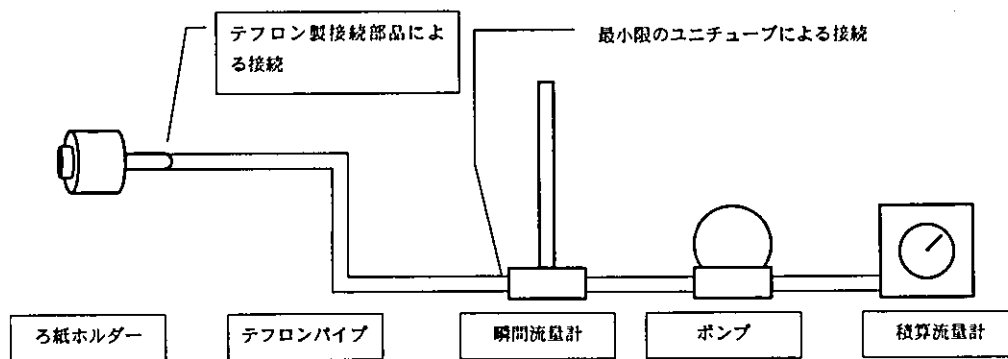


図 1 採取方法の概要図

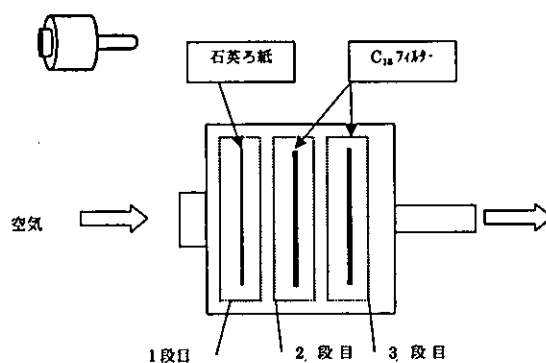


図 2 捕集部(ろ紙ホルダー)

ろ紙ホルダーの設置向きは横向き(大気汚染物質測定法指針より)とし、風雨の影響を避けるためにアルミホイル等でひさしをつける。

表 2 ろ紙及びろ紙ホルダーの概要

捕集部	概要
石英繊維ろ紙	ろ紙ホルダーの大きさ(47mm 径)に適合し、漏れのない厚さ及び強度を有し、400℃で3時間加熱処理したもの。 粒子状フタル酸エステル類を捕捉
C ₁₈ フィルター (C ₁₈ エムポアディスク)	ろ紙ホルダーの大きさ(47mm 径)に適合し、漏れのない厚さ及び強度を有し、7L/min で通気可能なものを。アセトン超音波洗浄を行い乾燥させたもの ガス状フタル酸エステル類を捕捉
ろ紙ホルダー	金属及びフッ化水素樹脂(テフロン)製。エタノールに浸せきし20分間超音波洗浄後、80℃程度の乾燥器中で乾燥させたもの

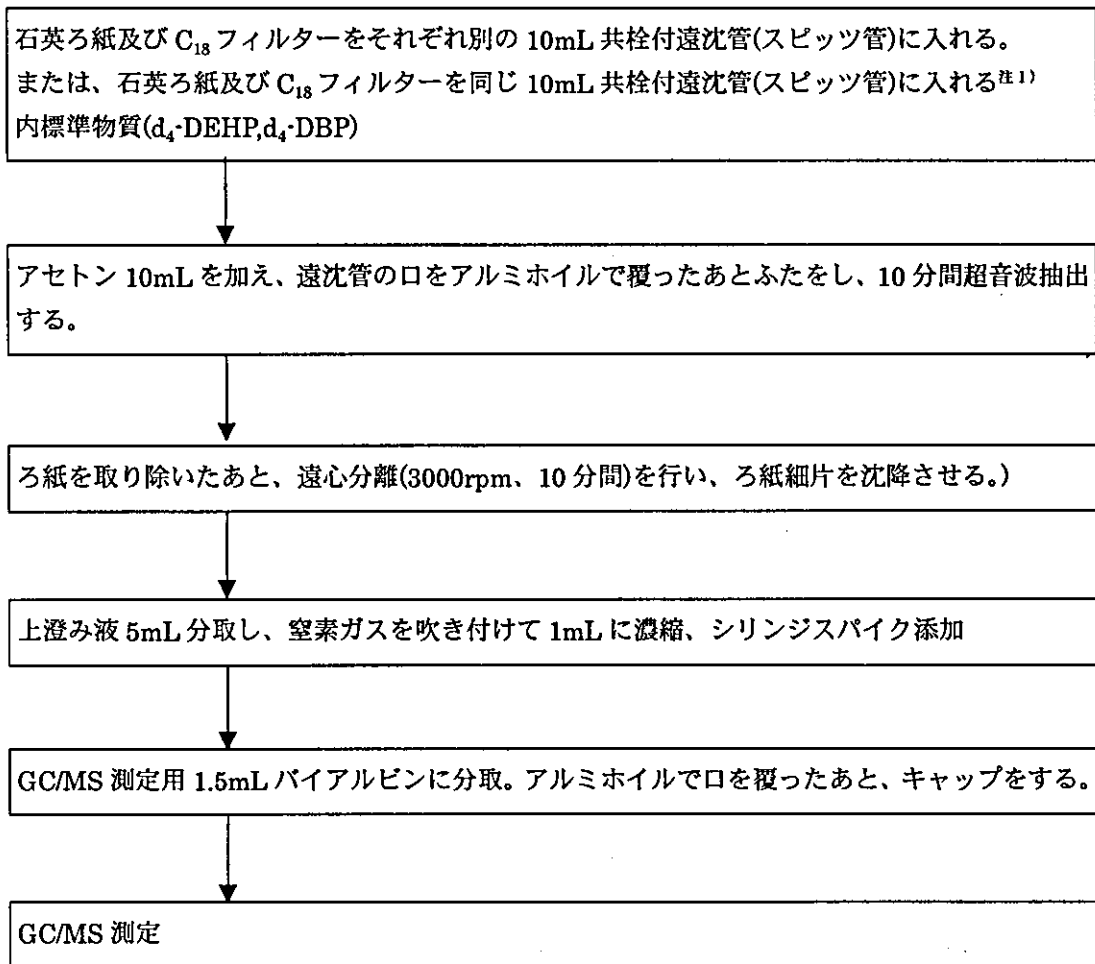
6.1.2 分析方法

分析方法の概要と定量下限値及び検出下限値を表 3に示す。

表 3 分析方法の概要

調査対象	物質名	試験方法	検出値 下限値	定量値 下限値
気相	フタル酸ジ-2-エチルヘキシル フタル酸ジ-n-ブチル	石英ろ紙及び C ₁₈ ろ紙で捕集、超音波アセトン抽出後 GC/MS-SIM 法で測定	10ng/m ³	30ng/m ³

大気中フタル酸エステル類分析フロー



注 1) 粒子状とガス状成分を分けて測定する必要がある場合は、石英ろ紙と C₁₈ フィルターを別々に抽出する。

6.1.3 調査結果

表 4に大気中のフタル酸エステルの調査結果を示す。また、表 4に現場観測データを示す。

表 4 大気中のフタル酸エステルの調査結果

測定項目	フロック形成池と沈澱池の間		フロック形成池と沈澱池の間 (二重測定)		配水池 (機器室の近傍)	
	DEHP	DBP	DEHP	DBP	DEHP	DBP
石英繊維ろ紙 (粒子状フタル酸)	<30 (10.46)	<30 (15.86)	<30 (18.16)	<30 (13.64)	<30 (28.18)	<30 (19.59)
C18 (ガス状フタル酸)	<30	<30	<30	<30	<30	<30
トラベルブランク	<30	<30	<30	<30	<30	<30

単位(ng/m^3)

()内は定量下限値未満で検出下限値以上の値。

DEHP：フタル酸ジ-2-エチルヘキシル

DBP：フタル酸-n-ブチル

表 5 現場観測データ

地点名 測定高	フロック形成池と沈澱池の間				配水池上屋(機器室近傍)			
	110 cm				105 cm			
	時間	気温 ℃	風速 m/s	風向	時間	気温 ℃	風速 m/s	風向
開始時	11:40	32.3	2.33	南南西	10:30	30.9	1.67	南南西
	14:30	32.9	0.67	西	13:30	33.3	1.16	南南西
	17:30	31.2	1.25	南南西	16:30	31.8	1.08	南南西
	20:30	30.0	0.00	—	20:30	29.2	0.00	—
	23:30	26.2	0.00	—	23:30	24.9	0.00	—
最終確認時	2:30	24.4	0.00	—	2:30	24.5	0.53	南
	5:30	23.5	0.00	—	5:30	23.3	0.00	—

大気 10m^3 を吸引し測定した結果いずれの地点でも粒子状フタル酸およびガス状フタル酸は定量下限値以下であった。参考値であるが、粒子状フタル酸に関してはフタル酸ジ-2-エチルヘキシルとフタル酸-n-ブチルともに検出下限値以上は検出されていた。

6.1.4 精度管理

(1) 操作ブランク値の測定

操作ブランク試験は、捕集に用いたろ紙と同様の洗浄操作を行ったろ紙を採取試料と同様に抽出測定を行い、分析器具、分析装置、試薬及び雰囲気からの汚染量を確認し、操作ブランク値とする。

操作ブランク値は石英繊維ろ紙及び C18 フィルター共に 30ng/m³ 未満であった。

(2) 二重測定の実施(フロック形成池と沈澱池の間にて実施)

試料採取、前処理操作及び機器分析における総合的な信頼性を確保するために同一条件下で採取した 2 つの試料について前処理から測定まで全ての操作を行い、定量下限値以上の対象物質について測定値 1(X₁)と測定値 2(X₂)の差が(変動率)が 30%以下であることを確認する。差が大きいときには、分析値の信頼性に問題があるため、原則として欠測扱いとする。この場合には、前処理操作等、様々な必要事項においてチェック及び改善した後、再分析を行う。

$$R(\%) = \frac{|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)/2} \times 100$$

R:変動率(%)

X₁:測定値 1(ng/m³)

X₂:測定値 2(ng/m³)

粒子状フタル酸エステル類及びガス状フタル酸エステル類共に 30ng/m³ 未満であった。

(3) トラベルブランク測定の実施

トラベルブランク試験は、汚染しやすい物質について、試料採取準備から分析時までの汚染の有無を確認するためのものである。試料採取以外は同様に持ち込んだものを分析しトラベルブランク値とする。

トラベルブランク値は粒子状フタル酸エステル類及びガス状フタル酸エステル類共に 30ng/m³ 未満であった。

6.2 大気から水面へのフタル酸エステル類のフォールアウト(乾性沈着)量調査

6.2.1 調査概要

環境大気の降下ばいじんの測定の方法を応用して大気から水面へのフタル酸エステル類のフォールアウト(乾性沈着)量を調査する。

大気中より降下してくるフタル酸エステル類を、角形石英繊維ろ紙(面積 0.0388m^2)上に捕捉し、捕捉されたフタル酸エステル類をソックスレー抽出装置で16時間ヘキサンで抽出し、溶出液を濃縮・定容後キャピラリーカラム及び選択イオン検出法(SIM)を用いるガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)で分析する。

6.2.2 採取方法の概要

- (1) 写真1に示す角形ろ紙(石英繊維ろ紙)を写真2に示す角型ろ紙ホルダーにセットする。(ろ紙をセットした状態を写真3、4に示す。)
- (2) ろ紙をセットしたろ紙ホルダーを写真5に示すステンレス製バケツに乗せる。(乗せた状態を写真6に示す)
- (3) 雨の影響を避けるために写真7、8に示す様にろ紙ホルダとバケツの隙間をアルミホイル埋め、風の影響を避けるために写真8に示す様にろ紙ホルダ上に覆いを設置する。
- (4) 写真7に示す状態で採取地点に4基設置し、3日間放置する。
- (5) 3日間経過後、ろ紙ホルダーを直ちに密栓し、アルミホイルで覆い、金属製容器に保管後、冷暗所に保存し、冷蔵宅配便により検査機関に送付する。
- (6) ろ紙ホルダよりろ紙を取り外し、ソックスレー抽出によりフタル酸エステル類を測定する。