

厚生労働科学研究費補助金（化学物質リスク研究事業）
分担研究年度終了報告書

室内濃度指針値見直しスキーム・曝露情報の収集に資する
室内空气中化学物質測定方法の開発

室内空气中揮発性有機化合物試験法の開発：

ベンゼン、ナフタレン、2-エチルヘキサノール、テキサノール、TXIB の測定について

研究分担者 武内伸治 北海道立衛生研究所・生活科学部薬品安全グループ・主査

第 18 回シックハウス検討会において既に指針値設定に向けた議論がなされたベンゼンに加え、同じく WHO ガイドライン収載化合物であるナフタレン、並びに実態調査において高濃度/高頻度検出事例のある 2-エチルヘキサノール、テキサノール及び TXIB の合計 5 化合物を対象とし、加熱脱離-GC/MS 法(加熱脱着法)及び溶媒抽出-GC/MS 法(溶媒抽出法)による測定法の検討を行った。

加熱脱着法では 1/100 量を GC-MS に導入する条件で、30ng (ベンゼンとナフタレンは 10ng) から 1,000ng で良好な検量線が得られた。分析の際に熱脱離させた化合物のうち、分析に用いなかった 99% を捕集管に戻したものを室温で保管し、10 日後に再測定を行ったところ、1 回目の分析と同様の検量線が得られた。テナックスの代わりにカルボトラップ B を充填した二層式捕集管を用いて分析したところ、ベンゼンと 2-エチルヘキサノール以外のピーク強度が大きく低下したことから、テナックス/カルボキセン 1000 の二層式捕集管の方が対象 5 物質の測定に適していると考えられた。溶媒抽出法の検討では、抽出溶媒の検討の際に測定対象 5 物質による汚染の有無を調べたところ、二硫化炭素にベンゼンが 0.1 µg/mL 程度含まれていることが判明した。しかしながら、添加回収試験では二硫化炭素が抽出溶媒として最も優れていたため、二硫化炭素を用いることとした。添加回収では、ナフタレンの回収率が 30% 前後と低かったが、通気の有無や通気時間の長短であまり変化が見られず、2 段目への破過も認められず、原因については今後の検討課題である。全体的に、通気量が大きいチャコールチューブの方が、オルボ 91 よりも高めの回収率が得られた。

A. 研究目的

居住住宅等の建築物には、合成樹脂、難燃剤、接着剤、塗料、殺虫剤、ワックスなどが用いられ、多種多様の化学物質が室内

空气中に放出されている。これらの化学物質により健康被害が引き起こされるシックハウス症候群や化学物質過敏症が、1980 年代後半頃から大きな問題となった。これに

対し厚生労働省は、1996年から2002年にかけて、13化学物質に対して室内空气中濃度の指針値を策定した。このことは、指針値を定めた化学物質の室内空气中濃度の低下に大きく貢献した。しかしながら、指針値のない「未規制」の代替物質が建築現場で使用されるようになり、未規制物質によるシックハウス症候群発生事例が散発している^{1,2)}。

厚生労働省により、室内空气中化学物質濃度の指針値が最後に設定されてから10年以上が経過し、現状に合った指針値の改訂の必要性等を審議することとなり、2012年にシックハウス検討会が再開された。ほぼ時を同じくして全国実態調査も開始された。我々も全国調査に協力すると共に、揮発性有機化合物である可塑剤や難燃剤の室内空气中濃度に関する研究を通して、全国の居住住宅の室内空气中化学物質に関する汚染実態の解明に取り組んできた³⁾。

本研究では、第18回シックハウス検討会において既に指針値設定に向けた議論がなされたベンゼンに加え、同じくWHOガイドライン収載化合物であるナフタレン、並びに実態調査において高濃度/高頻度検出事例⁴⁾のある2-エチルヘキサノール、テキサノール及びTXIBの計5化合物(図1)を対象とし、加熱脱離-GC/MS法(加熱脱着法)及び溶媒抽出-GC/MS法(溶媒抽出法)による測定法の検討を行った。

B. 研究方法

1. 試薬類

ベンゼン(Pure)、ナフタレン標準品(環境分析用)、ベンゼン-d₆(NMR 用)、2-エチルヘキサノール(試薬特級)、テキサノール

(純度記載無)、二硫化炭素(作業環境測定用)、アセトン(残留農薬・PCB 試験用)、ジクロロメタン(残留農薬試験用)、メタノール(作業環境測定用)は和光純薬製を用いた。トルエン-d₈標準液(1,000µg/mL メタノール溶液)は関東化学製を用いた。TXIBはアルドリッチ製(>98.5%)を用いた。

2. 装置及び分析条件

四重極型質量分析装置付きガスクロマトグラフ(GC/MS)は、島津製QP-2010 Plus または Ultra を用いた。測定条件を以下に示す。

キャピラリーカラム：レステック製 Rtx-Volatile (60 m x 0.25 mm i.d. x 1.0 µm)

内部標準物質：トルエン-d₈

注入口温度:200

イオン源温度:200

インターフェース温度:250

イオン化法:EI

[加熱脱着法]

加熱脱着装置(ATD-650)

温度

チューブ: 250

トラップ低温: 20

トラップ高温: 250

トラップ昇温速度: 40 /min

トランスファー: 240

タイミング

ページ: 3min

脱着時間: 10min

ホールド: 30min

GC サイクル: 70min

再採取: 100mL/min

脱着流量: 30mL/min

インレットスプリット流量: 0mL/min
注入率: 1%
カラム流量: 1mL/min
カラム温度: 40 (0min) - 23 /min - 270
(5min)

測定対象物質の保持時間、定量イオン (参照イオン)

トルエン-d₈: 7.542、*m/z* 98 (*m/z* 70、100)
ベンゼン: 6.675、*m/z* 78 (*m/z* 51、77)
2-エチルヘキサノール: 9.608、*m/z* 57 (*m/z* 41、70)
ナフタレン: 11.551、*m/z* 128 (*m/z* 51、102)
テキサノール: 12.450、*m/z* 71 (*m/z* 56、89)
TXIB: 14.151、*m/z* 71 (*m/z* 43、111)

[溶媒抽出法]

注入量: 1 μL (スプリットレス法)
カラム温度: 40 (10min) - 10 /min - 100 - 34 /min - 270 (4min)

測定対象物質の保持時間、定量イオン (参照イオン)

ベンゼン-d₆: 12.400、*m/z* 84 (*m/z* 56、82)
トルエン-d₈: 16.575、*m/z* 98 (*m/z* 70、100)
ベンゼン: 12.608、*m/z* 78 (*m/z* 52、77)
2-エチルヘキサノール: 20.283、*m/z* 57 (*m/z* 70、83)
ナフタレン: 21.892、*m/z* 128 (*m/z* 51、64)
テキサノール-1^{*}: 22.550、*m/z* 71 (*m/z* 89、98)
テキサノール-2^{*}: 22.600、*m/z* 71 (*m/z* 89、173)
TXIB: 23.850、*m/z* 71 (*m/z* 43、159)

*) 溶媒抽出法で今回用いた GC/MS 分析条件では、テキサノールのピークが、分子内

のエステル結合の位置 (1 位と 3 位) により 2 本に分かれて確認された。そこで、それぞれの異性体ピークを保持時間の順にテキサノール-1、テキサノール-2 としてこれ以降は表記した。

3. 加熱脱着用捕集管の検討

加熱脱着用捕集管は、テナックス/カルボキセン 1000 及び、カルボトラップ B/カルボキセン 1000 の二層式捕集管を使用した (図 2)。加熱脱着用捕集管に 100mL/min で高純度窒素を通気し、メタノールに任意の濃度で溶解した試験物質を捕集管に 1μL 添加し、30 分間通気を継続してメタノールを除去した。内部標準物質としてトルエン-d₈ を用い、80μg/mL のメタノール溶液を 1μL 添加した。なお、加熱脱着用捕集管は、使用前に高純度窒素を通気した状態で 310 °C まで昇温してコンディショニングを行い、一カ月以内に使用した。

4. 溶媒抽出用捕集管の検討

溶媒抽出用捕集管は同じ吸着剤が二層に充填されているタイプものを用いた。ヤシがら活性炭を充填した柴田製チャコールチューブ及び、カーボン系ビーズ (図 3) を充填したスペルコ製オルボ 91 を用いた。捕集管をチューブカッターで切断し、中の吸着剤を GC/MS 測定用のバイアルに移し、抽出溶媒を 1mL 加えボルテックスを行い抽出液とした。内部標準物質として 100μg/mL トルエン-d₈ 溶液を 10μL 抽出液に添加した。

捕集管への通気の際は、使用前の捕集管は密閉状態にあるため両端をチューブカッターで切断し、ポンプ (ジーエルサイエンス製 GSP-2LFP) に捕集管を接続してポンプ

を任意の時間作動させた。チャコールチューブは 1L/min の流速で通気を行い、オルボ 91 は通気抵抗が高くポンプへの負担が大きかったため 0.6L/min の流速で通気を行った。

添加回収試験では、1,000 μ g/mL の混合標準液を 3 μ L (3 μ g) 捕集管の吸着剤に添加し、溶出溶媒で上記のとおり抽出、内部標準物質の添加を行い GC/MS で分析を行った。通気を行う条件での添加回収試験の際には、並行して標準物質の添加を行わない条件で同じ時間通気を行い、標準物質を添加した条件での測定結果から標準物質を添加していない条件での測定結果の値を差し引いて添加回収の値を算出した。

5. 倫理面への配慮

該当事項なし

C. 結果

1. 加熱脱着法の検討

加熱脱着法用テナックス/カルボキセン 1000 捕集管に測定対象物質と内部標準物質を添加し、加熱脱着 GC/MS 分析を行った。GC/MS スキャン分析でのトータルイオンクロマトグラム (TIC) を図 4 に、SIM 分析での TIC を図 5 に示した。さらに測定対象物質の添加量を変えた捕集管を用い、検量線を作成した (図 6)。今回用いた加熱脱着条件では、捕集管の化学物質を加熱脱離したガスの 1% をカラムに導入し、残り 99% を元の捕集管に再捕集を行った。この再捕集した捕集管を密閉して 10 日間室温で放置し、再度加熱脱着法で測定を行ったところ、初回の分析と同様の検量線を作成することが出来た (図 7)。

次に、加熱脱着法用カルボトラップ B/

カルボキセン 1000 捕集管について、テナックス/カルボキセン 1000 捕集管と同様に、測定対象物質と内部標準物質を添加し、加熱脱着 GC/MS 分析を行い、検量線を作成した。その結果、ベンゼンと 2-エチルヘキサノール以外のピーク強度が大きく低下した (図 8)。ただし、検量線の傾きは小さくなったものの、定量範囲については大きな影響は見られなかった。

他の加熱脱着法用捕集管の検討や、今回検討した 2 種類の捕集管についても、破過容量等の検討を行う準備を進めていたが、装置の不調で中断した。

2. 溶媒抽出法の検討

捕集管からの試験化学物質の脱離に用いる溶媒候補として、GC/MS での保持時間が測定対象物質よりも短いこと、活性炭系からの抽出のため極性が低いことなどを考慮し、二硫化炭素、ジクロロメタン、アセトンを選択し検討を行った。またメタノールについても、極性は低くはないものの添加回収時の溶媒として用いるため、合わせて検討を行った。

まず、これらの抽出溶媒に試験対象物質 (ベンゼン、ナフタレン、2-エチルヘキサノール、テキサノール、TXIB) があらかじめ混入していないかを調べたところ、二硫化炭素からベンゼンが 0.1 μ g/mL 程度検出された (表 1)。今回用いた二硫化炭素は和光純薬製の作業環境測定用であったが、他社製品の低ベンゼン含量を謳う製品でも「ベンゼン 1 μ g/mL 以下」との表示にとどまることから、二硫化炭素については引き続き当該製品を用いることとした。

また、アセトンからベンゼンが 0.03 μ g/mL、

ナフタレンが 0.0006 μ g/mL 検出された (表 1)。ジクロロメタンとメタノールからは、いずれの測定対象物質も GC/MS の SIM モードでピークは確認されなかった。

検量線作成については、メタノール溶液で標準溶液を調製し検量線を作成したところ、ベンゼンのピーク上部がつぶれて丸くなる現象が確認された。そこで、標準液の調製はジクロロメタン溶液とし、GC/MS 測定及び検量線の作成を行った (図 9)。

可塑剤や有機リン系難燃剤の溶媒抽出法で用いた長さ 30m のキャピラリーカラム (アジレント製 DB-5MS) では、温度を 40 に固定した条件でも二硫化炭素の溶媒ピークからベンゼンのピークが分離出来なかったため、VOC (揮発性有機化合物) 測定用の上記のカラム (Rtx-Volatile) を用いたところ、良好な TIC が得られた (図 10)。なお、このカラムを使用した「方法」に記した条件であれば、VOC45 物質の標準液 (関東化学製) に含まれる化合物を全て、測定対象 5 物質と同じ分析時間内に検出することが可能であった (図 11)。

試験物質の抽出に用いる溶媒の検討を以下の様に行った。チャコールチューブ及びオルボ 91 の吸着剤を取り出し、それぞれに 1,000 μ g/mL 混合標準溶液を 3 μ L 添加し、溶媒のメタノールを揮発させた後、二硫化炭素、ジクロロメタン、メタノール、アセトンのいずれかの溶媒で抽出し、「方法」で記載したとおり内部標準物質を添加して GC/MS で測定した。標準物質を添加したものとしなかったものについて、GC/MS のピーク面積を化合物ごとに最大の面積値を 100% として表した。二硫化炭素は前述のとおりベンゼンを含むため、標準物質を添加

していない条件でも検出されたが、全体的に添加した化合物が高い割合で回収されていることが確認された (表 2)。他の 3 溶媒 (メタノール、ジクロロメタン、アセトン) ではベンゼンとナフタレンの回収率が悪く、チャコールチューブの吸着剤からはメタノールによる抽出効率が非常に悪いことが判明した (表 2)。二硫化炭素を抽出溶媒に用いた場合の添加回収率を求めたところ、ナフタレンがチャコールチューブ、オルボ 91 共に 30% 程度と低かった (表 3)。

30 分の通気条件での添加回収試験では、やはりナフタレンが両捕集管においても 30% 前後と低かった。それぞれの捕集管の 2 段目からはナフタレンは検出されなかった。他の化合物については良好な添加回収率が得られた (表 3)。

24 時間の通気条件での添加回収試験では、ナフタレンは 30 分の通気時と同様 30% 前後の回収率であった。チャコールチューブでは全体に 30 分通気時と同様の結果であったが、オルボ 91 ではベンゼン以外の回収率の低下が認められた (表 3)。ただし、2 段目への顕著な破過は認められなかった。

71 時間の通気条件での添加回収試験については、24 時間の通気条件まであまり変化の無かったチャコールチューブについてのみ行ったが、全体的に 24 時間までの通気条件と同様の結果であった (表 3)。ただし、2-エチルヘキサノールについては、通気時の室内空気由来の汚染が認められ、1 段目の回収率が 100% を超過すると共に、2 段目からも 1 段目の 5 分の 1 程度の量が検出された。

D. 考察

加熱脱着法用テナックス/カルボキセン 1000 を充填した捕集管は、今回の測定対象 5 物質の測定においては、破過条件等の検討は更に必要であるものの、有望と考えられる。

一方、カルボトラップ B/カルボキセン 1000 を充填した捕集管は、ベンゼンと 2-エチルヘキサノール以外は、加熱脱着法用テナックス/カルボキセン 1000 を充填した捕集管と比較して GC/MS の面積値が小さくなり、全体的に検量線の傾きが小さくなる傾向が認められた。この原因として、吸着や分解などの影響が考えられるものの、化合物の添加量や通気量の影響等について今後の更なる検討が必要と考える。

テナックス/カルボキセン 1000 を充填した捕集管は、白倉らにより報告され⁵⁾、小林ら¹⁾、溝内ら⁶⁾による室内環境試料の測定でも用いられ、多種類の VOC 測定への適用性が示されている。今回用いた条件は、熱脱離したガスの 1% をカラムに導入する条件であったが、溝内らは 18% を導入する条件を用いている。本法においても、導入率を上げることで測定感度を更に上げることが可能と考える。

また、今回の試験対象 5 物質については、捕集管の再分析においても良好な結果が得られており、現場での空気採取のやり直しのリスクを減らせることが期待できる。

今年度は加熱脱着装置の老朽化に伴う故障が頻発し、その対応に追われた。加熱脱着法の更なる検討については、次年度の加熱脱着装置の更新以降に、本研究全体における研究の展開方向を考慮し、必要に応じて引き続き検討を行う予定である。

溶媒抽出法に用いる抽出溶媒については、二硫化炭素がベンゼンを 0.1mg/mL 程度含むものの、測定対象 5 物質の抽出効率から抽出溶媒として適していると考えられた。検量線作成用の標準溶液には、ジクロロメタンが測定対象物質を含まず、溶媒ピークが測定対象物質の妨害にならず、GC/MS ピークの形状にも悪影響を及ぼさないため適していると考えられた。

今回の GC/MS の分析条件は、室内空気試料のスキャン分析時には、測定対象 5 物質以外に上記 VOC45 物質に含まれる化合物が検出可能な濃度で存在した場合には検出が可能であるため、実際の測定においても適用性が高いと考える。

チャコールチューブ及びオルボ 91 を比較すると、通気抵抗の低さと試験対象 5 物質の回収率の高さにおいて、チャコールチューブの方が、本研究の目的に適していると考えられる。ただし、ナフタレンの回収率が 30% 程度と低かったことは重大な検討課題である。興味深いことに、チャコールチューブでのナフタレンの回収率は、30 分通気時、24 時間通気時、71 時間通気時共に同レベルであった。このことから回収率を換算すれば実試料の測定に適用出来る可能性も考えられるが、更なる検討を行い、十分に妥当性を検討する必要があると考える。

チャコールチューブを用いた溶媒抽出法では、加熱脱着法で用いた通気速度の 10 倍、通気時間では 142 倍の条件でも、ナフタレンを除いて良好な回収率が得られたことから、本法は空気を大量に採取する条件が求められる場合には、特に有用性が高いと考えられる。

E. 結論

ベンゼン、ナフタレン、2-エチルヘキサノール、テキサノール、TXIB の合計 5 化合物を対象とし、加熱脱離-GC/MS 法(加熱脱着法)及び溶媒抽出-GC/MS 法(溶媒抽出法)による測定法の検討を行った。

加熱脱着法では、テナックス/カルボキセン 1000 を充填した捕集管が 5 物質の測定において優れた適用性を示し、1/100 量を GC-MS に導入する条件で、30ng (ベンゼンとナフタレンは 10ng) から 100ng で良好な検量線が得られた。再捕集分析においても良好な適用性が確認された。

溶媒抽出法の検討では、抽出溶媒として二硫化炭素が優れていること、検量線作成にはジクロロメタンが適していることが示唆された。添加回収では、ナフタレンの回収率が 30%前後と低かったが、通気の有無や通気時間の長短であまり変化が見られず、破過も認められず、原因については今後の検討課題である。全体的に、通気量が大きいチャコールチューブの方が、オルボ 91 よりも高い回収率が認められた。大きな通気速度で長時間通気を行っても回収率が維持されたことから、空気を大量に採取する必要がある低濃度の分析の際にも、適用性が高いことが期待される。

文献

- 1) 小林智、武内伸治、小島弘幸、高橋哲夫、神和夫、秋津裕志、伊佐治信一、室内環境、13(1): 39-54 (2010)
 - 2) 斎藤育江、大貫 文、戸高恵美子、中岡宏子、森 千里、保坂三継、小縣昭夫、日本リスク研究学会誌、21(2): 91-100 (2011)
 - 3) Takeuchi S., Kojima H., Saito I., Jin K., Kobayashi S., Tanaka-Kagawa T., Jinno H., Sci. Total Environ., 491-492: 28-33 (2014)
 - 4) Takeuchi S., Tanaka-Kagawa T., Saito I., Kojima H., Jin K., Satoh M., Kobayashi S., Jinno H.: Differential determination of plasticizers and organophosphorus flame retardants in residential indoor air in Japan. Environ Sci. Pollut. Res., 2015, DOI 10.1007/s11356-015-4858-z
 - 5) 世古民雄, 白倉浩一, 恩田宣彦、分析化学、52(12): 1215-1220 (2003)
 - 6) 溝内重和、市場正良、宮島 徹、兒玉宏樹、室内環境、17(2): 69-79 (2014)
- ## F. 研究発表
1. 論文発表
 - 1) Takeuchi S., Tanaka-Kagawa T., Saito I., Kojima H., Jin K., Satoh M., Kobayashi S., Jinno H.: Differential determination of plasticizers and organophosphorus flame retardants in residential indoor air in Japan. Environ Sci. Pollut. Res., 2015, DOI 10.1007/s11356-015-4858-z
 2. 学会発表
 - 1) 武内 伸治、香川(田中) 聡子、斎藤 育江、小島 弘幸、佐藤 正幸、小林 智、神野 透人: 居住住宅における室内環境中の可塑剤及び有機リン系難燃剤の測定、フォーラム 2015 衛生薬学・環境トキシコロジー (2015. 9、神戸)
 - 2) 武内伸治、小島弘幸、佐藤正幸、

小林 智、香川(田中)聡子、神野透人：居住住宅における室内空気中の精油成分の測定、第 52 回 全国衛生化学技術協議会年会(2015. 12、静岡)

- 3) 武内伸治、香川(田中)聡子、斎藤育江、上村 仁、小島弘幸、佐藤正幸、小林 智、神野透人：居住住宅における室内空気中の可塑

剤及び有機リン系難燃剤の粒径別測定、平成 27 年室内環境学会学術大会(2015. 12、沖縄)

G. 知的所有権の取得状況

1. 特許取得 なし
2. 実用新案登録 なし
3. その他 なし

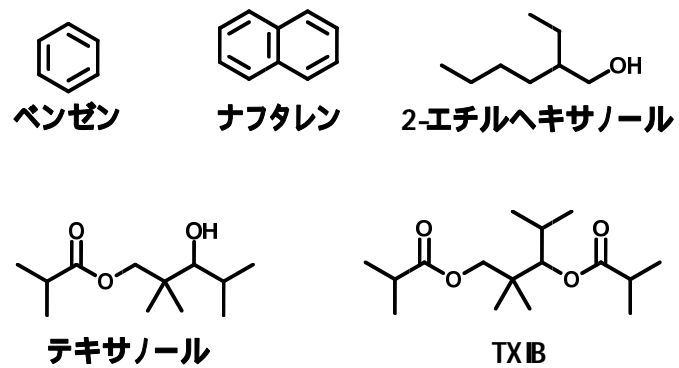
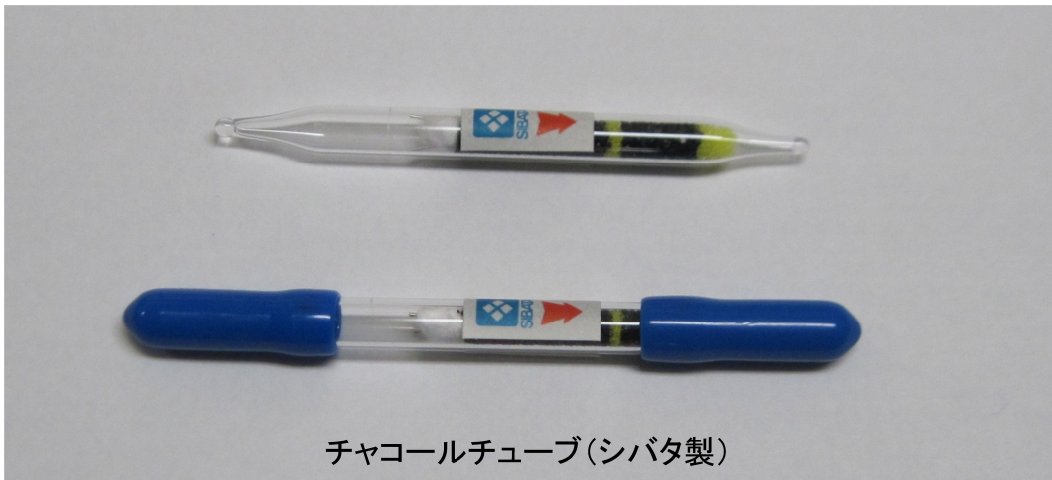


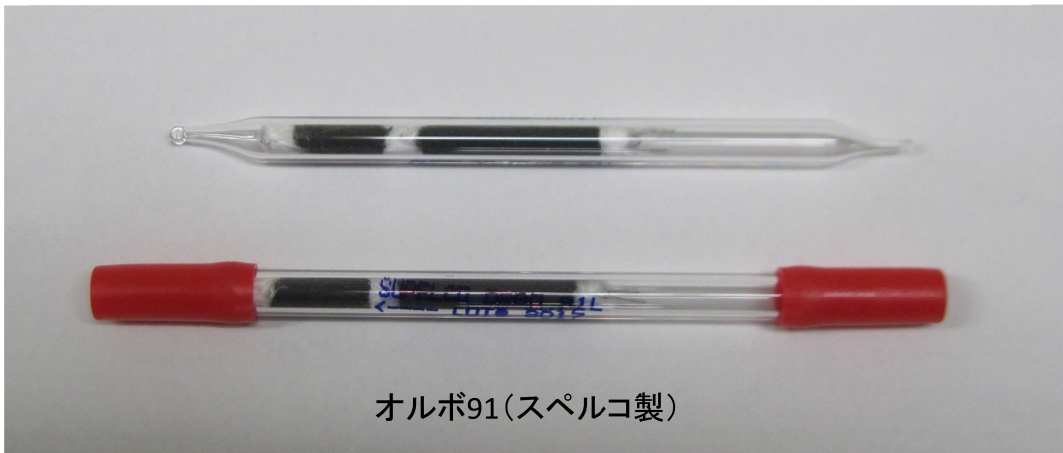
図1 測定対象5物質の化学構造



図2 加熱脱着法用捕集管



チャコールチューブ(シバタ製)



オルボ91(スペルコ製)

図3 溶媒抽出法用捕集管

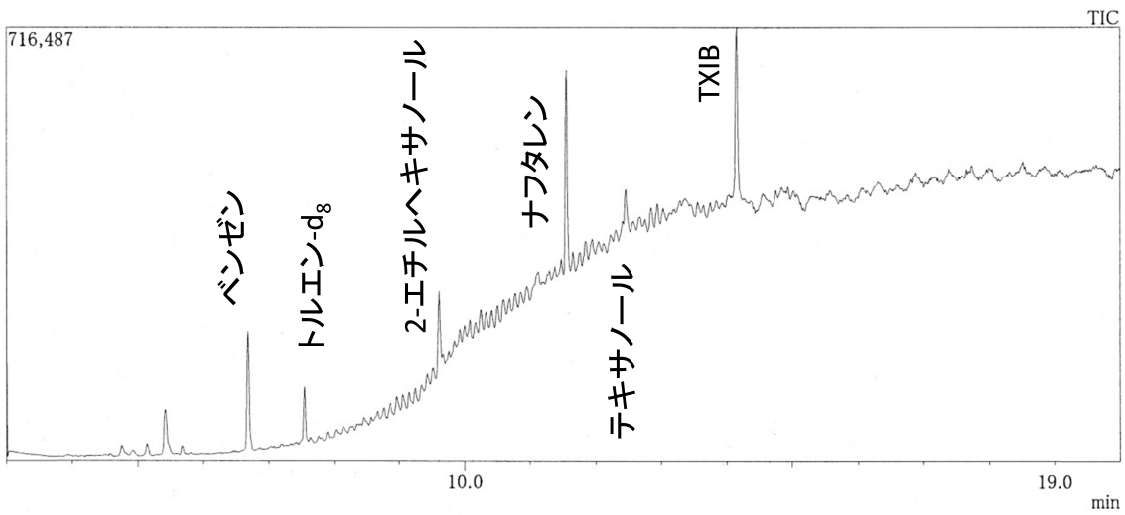


図4 試験対象5物質をテナックス/カルボキセン 1000 加熱脱着捕集管添加して加熱脱着 GC/MS SCAN 分析によるトータルイオンクロマトグラム

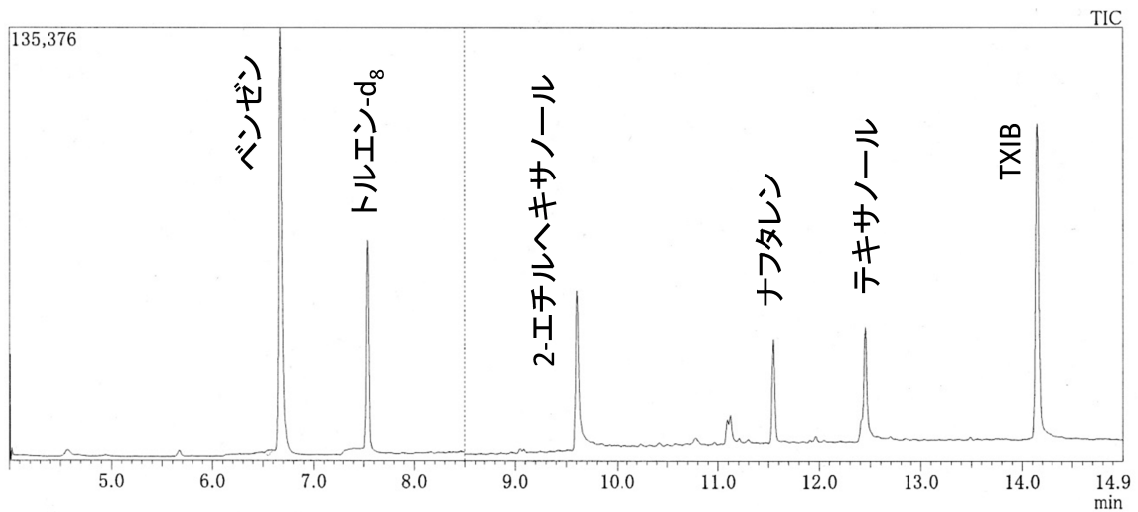
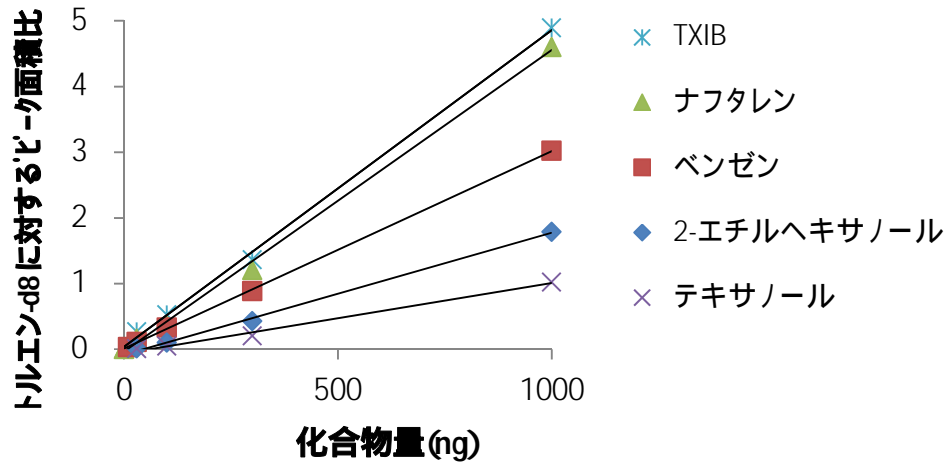


図5 試験対象5物質をテナックス/カルボキセン 1000 加熱脱着捕集管添加して加熱脱着 GC/MS SIM 分析によるトータルイオンクロマトグラム

検量線(テナックス/カルボキセン1000)

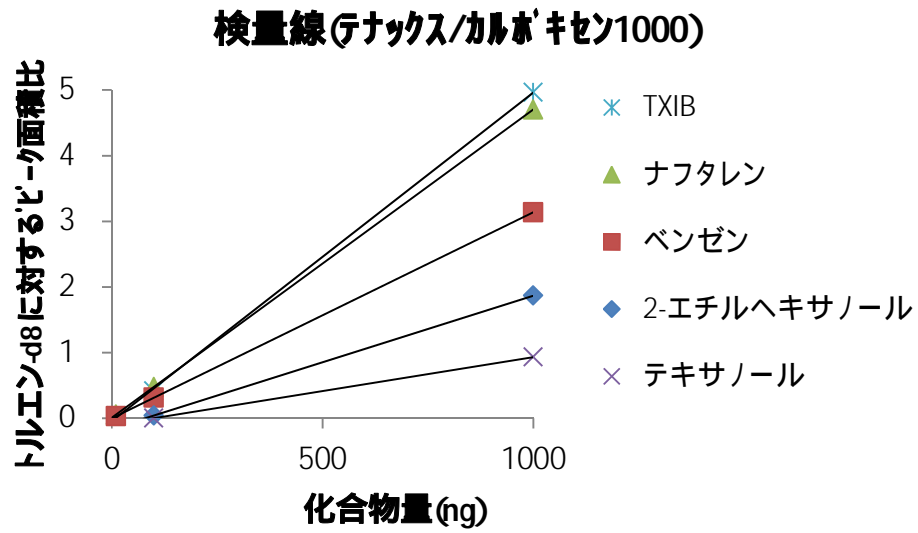


トルエン-d₈に対するピーク面積比

捕集管への添加量 (ng)	0.1	1	10	30	100	300	1000
ベンゼン			0.032	0.11	0.33	0.89	3.0
2-エチルヘキサノール				0.014	0.10	0.43	1.8
ナフタレン	0.0022	0.0075	0.050	0.16	0.37	1.2	4.6
テキサノール				0.010	0.046	0.20	1.0
TXIB				0.27	0.53	1.4	4.9

図6 試験対象5物質をテナックス/カルボキセン1000加熱脱着捕集管に添加して加熱脱着GC/MS SIM分析により作成した検量線及び、トルエン-d₈に対するピーク面積比

1)



2)

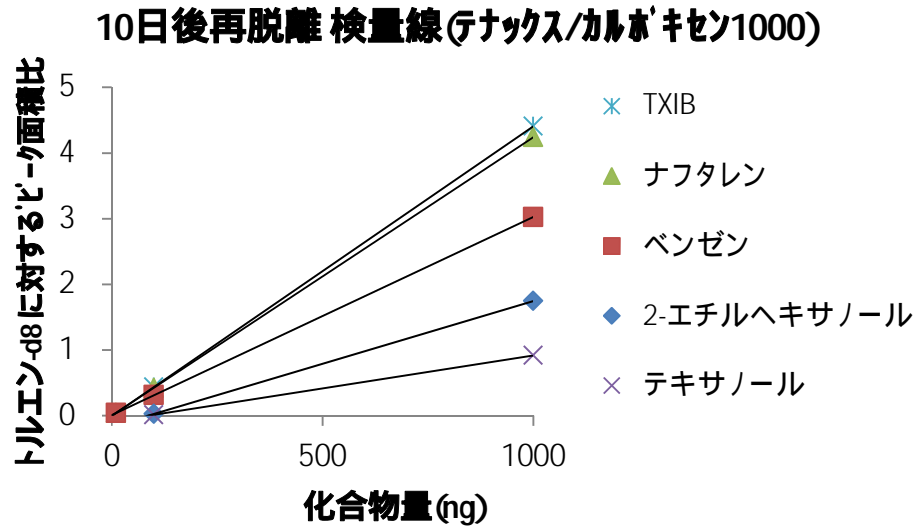
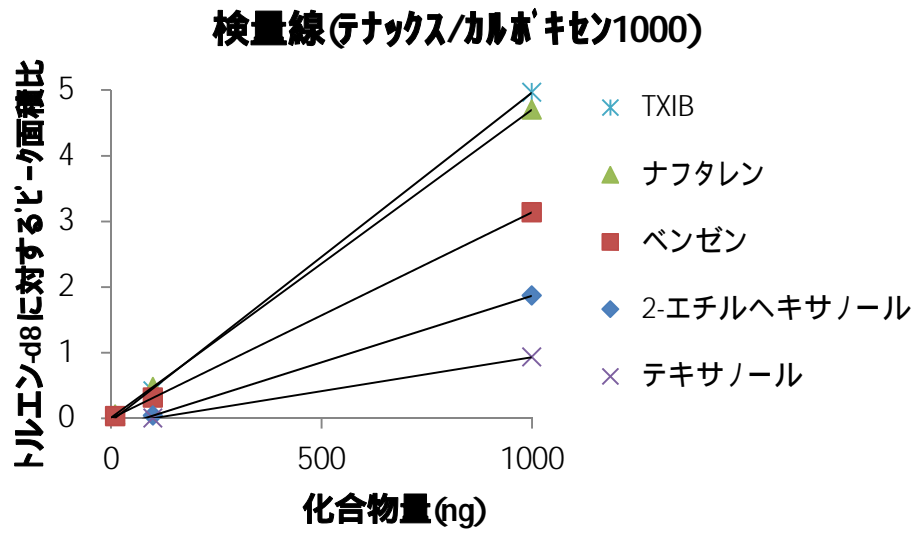


図7 試験対象5物質をテナックス/カルボキセン 1000 加熱脱着捕集管に添加して加熱脱着 GC/MS SIM 分析により作成した検量線及び再捕集後再分析した検量線の比較

1)



2)

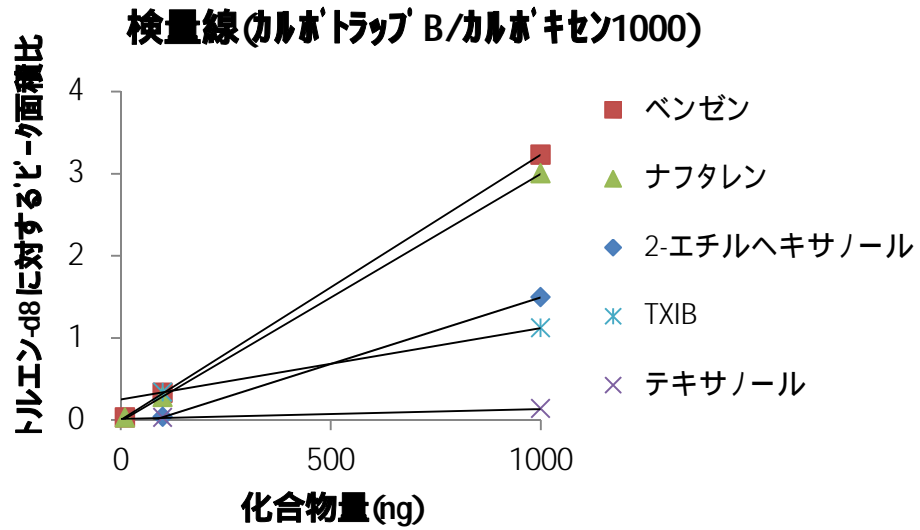
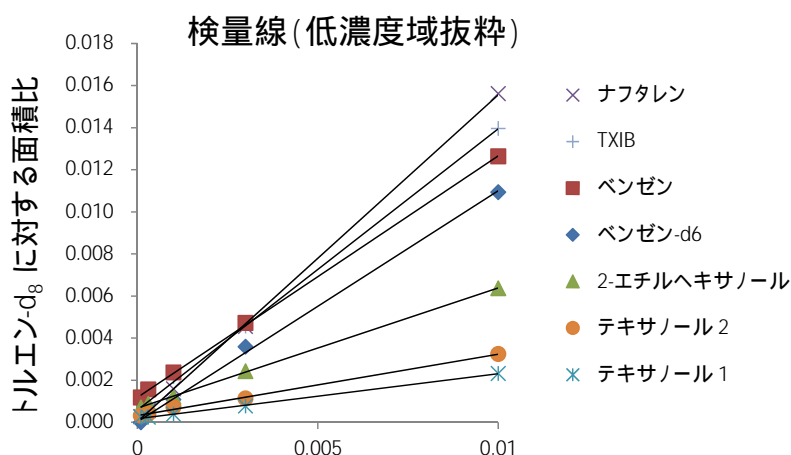
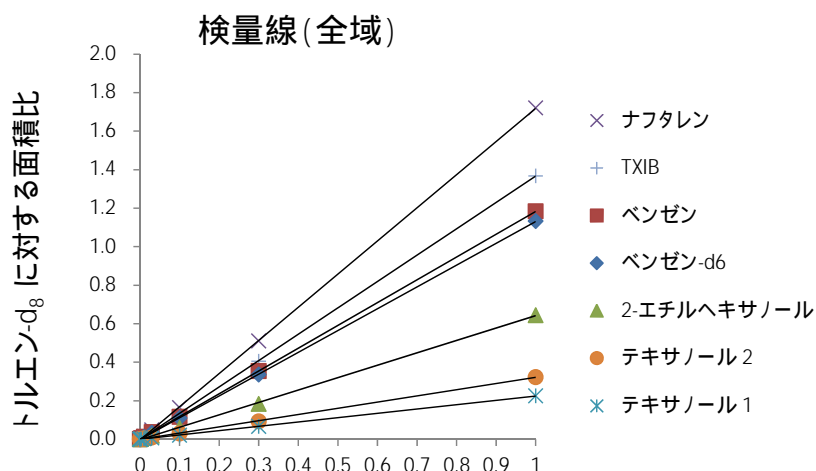


図8 試験対象5物質におけるテナックス/カルボキセン 1000 及びカルボトラップ B/カルボキセン 1000 を用いて作成した検量線の比較



トルエン-d₈ に対する面積比

カラム導入量 (μg)	0.0001	0.0003	0.001	0.003	0.01	0.03	0.1	0.3	1
ベンゼン-d6	-	0.00035	0.0011	0.0036	0.011	0.034	0.11	0.34	1.1
ベンゼン	0.0012	0.0016	0.0024	0.0047	0.013	0.037	0.12	0.35	1.2
2-エチルヘキサノール	0.00070	0.00088	0.0012	0.0024	0.0064	0.018	0.059	0.18	0.64
ナフタレン	0.00028	0.00055	0.0016	0.0046	0.016	0.049	0.16	0.51	1.7
テキサノール 1	0.00025	0.00023	0.00038	0.00077	0.0023	0.0065	0.021	0.066	0.22
テキサノール 2	0.00031	0.00041	0.00071	0.0011	0.0032	0.0094	0.030	0.093	0.32
TXIB	0.00089	0.00065	0.0022	0.0046	0.014	0.041	0.13	0.41	1.4

図 9 試験対象 5 物質の GC/MS 分析により作成した検量線及び、トルエン-d₈ に対するピーク面積比

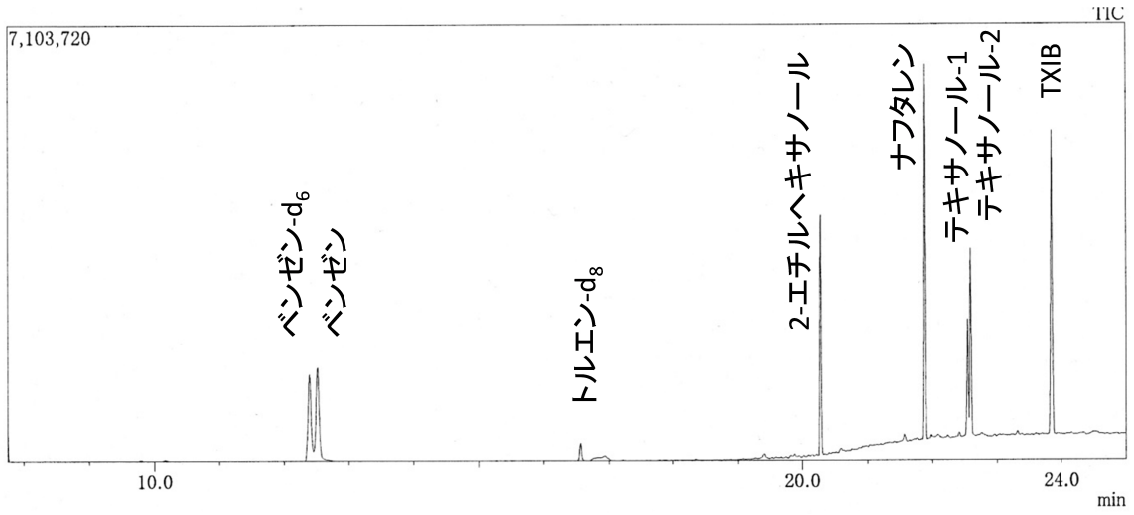


図 10 試験対象 5 物質の GC/MS SCAN 分析によるトータルイオンクロマトグラム

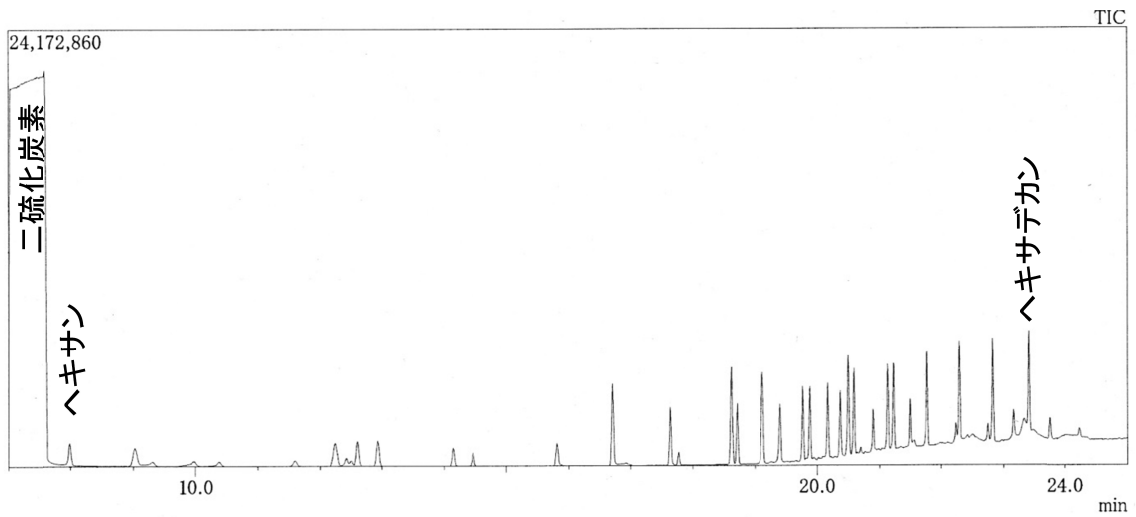


図 11 VOC45 物質混合標準液（二硫化炭素溶液、関東化学製）の GC/MS SCAN 分析によるトータルイオンクロマトグラム

表 1 各種抽出溶媒の試験対象 5 物質の含量

	(μg/mL)			
	アセトン	二硫化炭素	メタノール	ジクロロメタン
ベンゼン	0.03	0.11	-*	-
2-エチルヘキサノール	-	-	-	-
ナフタレン	0.0006	-	-	-
テキサノール	-	-	-	-
TXIB	-	-	-	-

*: 検出せず

表2 チャコールチューブ及びオルボ91へ吸着剤への添加回収
 (各化合物のGC/MS面積値を比較し、最も高いものを100%として表した)

	チャコールチューブ								オルボ91							
	無添加				標準物質添加				無添加				標準物質添加			
	CS ₂	M	D	A	CS ₂	M	D	A	CS ₂	M	D	A	CS ₂	M	D	A
ベンゼン	10%	0%	0%	1%	100%	0%	55%	21%	11%	0%	0%	1%	100%	0%	45%	13%
2-エチルヘキサノール	0%	1%	0%	0%	93%	30%	99%	75%	0%	0%	0%	0%	96%	68%	100%	90%
ナフタレン	0%	0%	0%	0%	93%	0%	2%	0%	0%	0%	0%	0%	100%	0%	2%	0%
テキサノール-1	0%	0%	0%	0%	74%	13%	76%	69%	0%	0%	0%	0%	82%	100%	79%	87%
テキサノール-2	0%	0%	0%	0%	90%	9%	100%	75%	0%	0%	0%	0%	87%	61%	94%	91%
TXIB	0%	0%	0%	0%	93%	3%	93%	65%	0%	0%	0%	0%	100%	93%	98%	100%

CS₂; 二硫化炭素、M; メタノール、D; ジクロロメタン、A; アセトン

表3 溶媒抽出捕集管への5物質の添加回収における通気の影響

通気速度(L/min) 通気時間	チャコールチューブ							オルボ91				
	通気無 1段目	1						通気無 1段目	0.6			
		30 min		24h		71h			30 min		24h	
		1段目	2段目	1段目	2段目	1段目	2段目		1段目	2段目	1段目	2段目
ベンゼン-d ₆	98%	96%	-*	95%	-	102%	-	98%	91%	-	98%	-
2-エチルヘキサノール	103%	94%	-	94%	-	114%	22%	106%	88%	-	58%	3%
ナフタレン	29%	27%	-	30%	-	29%	-	31%	32%	-	37%	-
テキサノール-1	99%	94%	-	80%	-	91%	-	111%	90%	-	31%	-
テキサノール-2	102%	92%	-	86%	-	95%	-	98%	75%	-	36%	-
TXIB	111%	101%	-	94%	-	108%	-	119%	97%	1%	64%	6%

1段目に1,000 μ g/mLの標準メタノール溶液を3 μ L (3 μ g) 添加した。

*: 検出せず

