

厚生労働行政推進調査事業費 補助金 (化学物質リスク研究事業)  
分担研究報告書

室内空気環境汚染化学物質の標準試験法の策定およびリスク低減化に関する研究

室内空気環境汚染化学物質の標準試験法の国内規格化

研究分担者 香川(田中) 聡子 横浜薬科大学薬学部 教授

要旨：シックハウス対策としてホルムアルデヒドやトルエンなど 13 物質に室内濃度指針値が、総揮発性有機化合物に暫定目標値が定められている。室内空気質がこれら化学物質の指針値あるいは暫定目標値を満たしているか否かを評価するためには、標準化された室内空気の測定法、すなわち採取方法ならびにその分析方法によって得られた結果に基づいて判断することが必要である。そこで、本研究では、既存の室内濃度指針値策定物質であるフタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシルについて平成 31 年 1 月に改定された新指針値に対応する標準試験法を策定し、国内規格化を目的として日本薬学会編 衛生試験法・注解 2020 および BPB Reports にて公表した。

研究協力者：

神野 透人 (名城大学薬学部)  
斎藤 育江 (東京都健康安全研究センター)  
酒井 信夫 (国立医薬品食品衛生研究所)  
遠藤 治 (麻布大学生命・環境科学部)  
杉田 和俊 (麻布大学獣医学部)  
外山 尚紀 (東京労働安全衛生センター)  
鳥羽 陽 (金沢大学医薬保健研究域薬学系)  
中島 大介 (国立環境研究所)  
星 純也 (東京都環境科学研究所)

A. 研究目的

ヒトが一日の大部分を過ごす「室内」の空気は化学物質への曝露の観点から極めて重要な曝露媒体である。室内空気中の化学物質はシックハウス症候群や喘息などの疾病の病因あるいは増悪因子となることから室内空気質に強い関心が寄せられている。また、室内環境における慢性的な化学物質曝露という点からも、室内空気質に対する注目が高まっている。現在、室内空気汚染対策

として、ホルムアルデヒドやトルエン等 13 物質に室内濃度指針値が、総揮発性有機化合物に暫定目標値が定められている。居住環境の室内空気がこれら化学物質の指針値あるいは暫定目標値を満たしているか否かを評価するためには、標準化された室内空気の測定法、すなわち採取方法ならびにその分析方法によって得られた結果に基づいて判断することが必要である。

平成 27 年度から 29 年度に実施した厚生労働行政推進調査事業補助金・化学物質リスク研究事業 (研究課題名：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気中化学物質測定方法の開発、課題番号：H27-化学-指定-002, 研究代表者：奥田晴宏)<sup>1)</sup>において、室内濃度指針値の設定されている準揮発性有機化合物、すなわちフタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシルを対象として、厚生労働省のシックハウス (室内空気汚染) 問題に関する検討会 (以下 シックハウス検討会) の中間報告書<sup>2)</sup>に記載されている従来の暫

定試験法をもとに、詳細曝露評価を可能にする試験法を確立し、その妥当性を確認した。なお、試験法は、フタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシルの改定指針値（平成 29 年 4 月 19 日に開催された第 21 回シックハウス検討会<sup>3)</sup>において提案され、平成 31 年 1 月に改定<sup>4)</sup>）に対応している。本年度は、確立した試験法を国内規格化することを目的として、日本薬学会編衛生試験法・注解 2020 および BPB Reports にて公表した。

## B. 背景

フタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシルの採取方法と測定法に関しては、「シックハウス検討会中間報告書—第 6 回～第 7 回のまとめ について」(平成 13 年 7 月 24 日)<sup>2)</sup>に暫定案として示されている。この暫定案に概ね則った方法を用いて、平成 26 年度に全国の 50 家屋を対象に実施した実態調査（厚生労働科学研究費補助金化学物質リスク研究事業「室内環境における準揮発性有機化合物の多経路曝露評価に関する研究」(研究代表者 神野透人))の結果では、室内空気中のフタル酸ジ-*n*-ブチルの最高濃度は 3.6  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、中央値は 0.65  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、フタル酸ジ-2-エチルヘキシルの最高濃度は 1.3  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、中央値は 0.6  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ であった<sup>5)</sup>。改訂前の室内濃度指針値、すなわち 220  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (フタル酸ジ-*n*-ブチル)、120  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (フタル酸ジ-2-エチルヘキシル)と比較すると、実際の室内空気汚染状況としては、上記実態調査結果からその最高濃度でもフタル酸ジ-*n*-ブチルは室内濃度指針値の 1/60、フタル酸ジ-2-エチルヘキシルについては 1/90 と極めて低い値であった。

このような低濃度のフタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシルを正確に測定するためには感度の高い分析法を構築する必要があるが、その場合には、前処理を含む全工程において、普遍的な汚染物質

であるフタル酸エステル類による装置・器具の汚染を低減する必要がある。また、低濃度の定量対象物質を測定するために試料採取量を増大する場合には、十分な量の空気を採取するために大型の空気吸引ポンプを用いて、長時間にわたって空気採取を行う必要がある。しかし、空気吸引ポンプが大型化するほどその可搬性は低下し、騒音・振動によって居住者の生活が妨げられ、中間報告書<sup>2)</sup>で規定されている「通常の生活を営みながら 24 時間空気を採取する」ことが困難となるおそれもある。

環境省による有害大気汚染物質測定方法マニュアル（平成 23 年 3 月改訂）<sup>6)</sup>においては、環境濃度の実態把握をより正確に行い、将来の濃度変化を見るために、定量下限値をできるだけ小さくして低濃度まで測定すべきであるとされている。また、定量下限値や操作ブランク値等の許容性を判断する基準として、「目標定量下限値」が導入されている。目標定量下限値は、測定目的等に照らして決定されるが、原則として、環境基準や指針値の設定されている物質では環境基準や指針値の 1/10、それ以外の物質では参考値（EPA 発がん性  $10^{-5}$  リスク濃度や WHO 欧州事務局ガイドライン濃度）の 1/10 の濃度とされている。しかし、分析上の感度が不十分であったり、ブランク値の低減が極めて困難なために目標定量下限値の達成が厳しい物質では、別途暫定値が設定されている。

室内環境化学物質についても、実態把握をより正確に行うための試験法とは別に、詳細曝露評価として指針値超過率を把握する試験法として、改定指針値の 1/10 の濃度のフタル酸ジ-*n*-ブチル、また改定指針値の 1/100 の濃度フタル酸ジ-2-エチルヘキシルを検出できる試験法として、定量下限値を 1  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  と設定した試験法を確立し、その妥当性評価を完了した<sup>1)</sup>。

### C. 結論

室内濃度指針値策定物質である 2 種類のフタル酸エステル可塑剤、すなわち、フタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシルについて、平成 27 年度から 29 年度に実施した厚生労働行政推進調査事業補助金・化学物質リスク研究事業（研究課題名：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，課題番号：H27-化学-指定-002，研究代表者：奥田晴宏）<sup>1)</sup>において作成が完了した固相吸着-溶媒抽出法による標準試験法の国内規格化をめざし，日本薬学会編衛生試験法・注解 2020 および BPB Reports にて公表した。なお，その内容を別添に示す。

### D. 参考文献

1. 厚生労働行政推進調査事業費補助金化学物質リスク研究事業「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（H27 - 化学 - 指定 - 002）」平成 27-29 年度 総合研究報告書 研究代表者 奥田晴宏 平成 30 年（2018）年 3 月
2. 「シックハウス（室内空気汚染）問題に関する検討会中間報告書—第 6 回～第 7 回のまとめについて」  
<http://www.mhlw.go.jp/houdou/0107/h0724-1.html>
3. 第 21 回シックハウス(室内空気汚染)問題に関する検討会，配付資料  
<http://www.mhlw.go.jp/stf/shingi2/0000164092.html>
4. シックハウス（室内空気汚染）問題に関する検討会中間報告書—第 23 回までのまとめ，平成 31 年 1 月 17 日  
<https://www.mhlw.go.jp/content/000470188.pdf>
5. 厚生労働科学研究費補助金 化学物質リスク研究事業 「室内環境における準

揮発性有機化合物の多経路曝露評価に関する研究」平成 24-26 年度 総合研究報告書 研究代表者 神野透人 平成 27（2015）年 3 月

6. 有害大気汚染物質測定方法マニュアル（平成 23 年 3 月改訂）  
<https://www.env.go.jp/air/osen/manual.html>

### E. 健康危険情報

なし

### F. 研究発表

論文発表

- 1) Tanaka-Kagawa T, Saito I, Onuki A, Tahara M, Kawakami T, Sakai S, Ikarashi Y, Oizumi S, Chiba M, Uemura H, Miura N, Kawamura I, Hanioka N, Jinno H. Method Validation for the Determination of Phthalates in Indoor Air by GC-MS with Solid-Phase Adsorption/Solvent Extraction using Octadecyl Silica Filter and Styrene-Divinylbenzene Copolymer Cartridge. *BPB Reports*. 2, 86-90 (2019).
- 2) Takeuchi S, Tanaka-Kagawa T, Saito I, Kojima H, Jinno H. Distribution of 58 Semi-Volatile Organic Chemicals in the Gas Phase and Three Particle Sizes in Indoor Air and House Dust in Residential Buildings During the Hot Season in Japan. *BPB Reports*. 2, 91-98 (2019).

学会発表

- 1) 金澤希，大橋和幸，尾前悠斤，大河原 晋，森葉子，磯部隆史，越智定幸，埴岡伸光，神野透人，香川(田中) 聡子：ヒト気道及び肺組織における

- TRP イオンチャネルの発現個体差, 第 46 回日本毒性学会学術年会, 徳島, 2018 年 6 月
- 2) 内藤光梨, 森葉子, 青木明, 岡本誉士典, 植田康次, 埴岡伸光, 香川(田中)聡子, 田原麻衣子, 酒井信夫, 神野透人: 居住住宅の総揮発性有機化合物 (TVOC) 放散速度に関する研究, 第 65 回日本薬学会東海支部大会, 名古屋, 2019 年 7 月
  - 3) 尾前悠斤, 金澤希, 大橋和幸, 三浦伸彦, 河村伊久雄, 森葉子, 永井萌子, 大河原晋, 磯部隆史, 埴岡伸光, 神野透人, 香川(田中)聡子: ヒト気道および肺組織における TRPA1, TRPV1, TRPM8 mRNA 発現量の個体差, フォーラム 2019 衛生薬学・環境トキシコロジー, 京都, 2019 年 8 月
  - 4) 田中裕子, 長谷川達也, 武内伸治, 斎藤育江, 酒井信夫, 河上強志, 田原麻衣子, 上村仁, 大貫文, 磯部隆史, 五十嵐良明, 大河原晋, 三浦伸彦, 河村伊久雄, 埴岡伸光, 神野透人, 香川(田中)聡子: 金属類のハウスダストを媒体とした曝露, 第 5 回次世代を担う若手のためのレギュラトリーサイエンスフォーラム, 東京, 2019 年 9 月
  - 5) 大橋和幸, 尾前悠斤, 金澤希, 三浦伸彦, 河村伊久雄, 森葉子, 永井萌子, 大河原晋, 磯部隆史, 埴岡伸光, 神野透人, 香川(田中)聡子: ヒト肺および気管組織で発現する TRP チャネル, 第 63 回日本薬学会関東支部大会, 東京, 2019 年 9 月
  - 6) 田中裕子, 長谷川達也, 武内伸治, 斎藤育江, 酒井信夫, 河上強志, 田原麻衣子, 上村仁, 大貫文, 大河原晋, 磯部隆史, 五十嵐良明, 三浦伸彦, 河村伊久雄, 埴岡伸光, 神野透人, 香川(田中)聡子: 室内環境中における金属類の曝露, メタルバイオサイエンス研究会 2019, 東京, 2019 年 10 月
  - 7) 香川(田中)聡子, 田中裕子, 長谷川達也, 武内伸治, 斎藤育江, 酒井信夫, 河上強志, 田原麻衣子, 上村仁, 大貫文, 五十嵐良明, 三浦伸彦, 河村伊久雄, 埴岡伸光, 神野透人: 室内環境中でのハウスダストを媒体とした金属類の曝露: 2019 年室内環境学会学術大会, 那覇, 2019 年 12 月
  - 8) 斎藤育江, 大貫文, 香川(田中)聡子, 大泉詩織, 千葉真弘, 神野透人, 田原麻衣子, 酒井信夫, 小西浩之, 守安貴子: 環境試料中フタル酸ジイソノニル及びフタル酸ジイソデシルの分離定量法, 2019 年室内環境学会学術大会, 那覇, 2019 年 12 月
  - 9) 大泉詩織, 千葉真弘, 大貫文, 斎藤育江, 神野透人, 香川(田中)聡子, 田原麻衣子, 酒井信夫: 溶媒抽出法による室内空气中グリコールエーテル類及び環状シロキサン類の分析について, 第 56 回全国衛生化学協議会年会, 広島, 2019 年 12 月
  - 10) 大橋和幸, 金澤希, 尾前悠斤, 三浦伸彦, 河村伊久雄, 森葉子, 磯部隆史, 大河原晋, 埴岡伸光, 神野透人, 香川(田中)聡子: ヒト気道および肺上皮由来細胞株における TRP チャネルの発現, 日本薬学会第 140 年会, 京都, 2020 年 3 月
- 著書
1. 香川(田中)聡子, 遠藤 治, 斎藤育江, 酒井信夫, 神野透人, 杉田和俊, 鳥羽 陽, 中島大介, 星 純也: 衛生試験法・注解空気試験法 フタル酸ジ-n-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシル, 日本

薬学会編 衛生試験法・注解 2020, 金原  
出版 2020

G. 知的財産権の出願・登録状況 (予定を含む)

特許取得

なし

実用新案登録

なし

(別添)

<衛生試験法・注解 2020>

フタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシル<sup>1)</sup>

#### 【注解】

1) フタル酸ジ-*n*-ブチル (DBP) は、mp -35°C, bp 340°C, 常温では無色～微黄色の粘ちょう性の液体で、特徴的な臭気を有する。プラスチックの可塑剤として使用されるほか、塗料、顔料や接着剤に、加工性や可塑化効率向上のために使用されている。高濃度短期曝露で、目、皮膚、気道に刺激を与えることがある。室内空气中の濃度指針値(厚生労働省)は 17 µg/m<sup>3</sup> で、ラットにおける生殖発生への影響を毒性指標として設定された。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシル (DEHP) は、mp -50°C, bp 385°C, 常温では無色～淡色の粘ちょう性の液体で、特徴的な臭気を有する。プラスチックの可塑剤として、壁紙、床材、各種フィルム、電線被覆など、様々な形で使用されている。工場等における事故的な高濃度の短期間曝露で、目、皮膚、気道に刺激を与えることがある。反復または長期間の接触により皮膚炎を起こすことがある。室内空气中の濃度指針値(厚生労働省)は 100 µg/m<sup>3</sup> で、雄ラットの経口反復投与における精巣への影響を毒性指標として設定された。

DBP および DEHP の労働衛生上の許容濃度はいずれも 5 mg/m<sup>3</sup> [日本産業衛生学会勧告値 (2019), ACGIH, (2019)] である。

これら 2 種のフタル酸エステルは、多様なプラスチック製品に含まれていることから、周囲からの汚染を防ぐため、器具のアセトン洗浄、石けんによる手洗いを十分に行う必要がある。

(1) ガスクロマトグラフィー/質量分析法による定量<sup>1)</sup>

大気環境および室内空气中のフタル酸エステル類を測定する場合に用いる。

#### 〔試薬〕

- ① 標準品: DBP: フタル酸エステル試験用, DEHP: フタル酸エステル試験用, DBP-*d*<sub>4</sub>: 純度 98.0%以上, DEHP-*d*<sub>4</sub>: 純度 98%以上
- ② 標準溶液: 各フタル酸エステル標準品 25 mg をアセトンに溶解して 25 mL とし個々の標準原液を調製する。次にアセトンを用いて各フタル酸エステル 10 µg/mL を含む混合標準溶液を調製する<sup>2)</sup>。
- ② アセトン: 残留農薬試験用<sup>3)</sup>
- ③ 内標準溶液: DBP-*d*<sub>4</sub> および DEHP-*d*<sub>4</sub> をそれぞれ 25 mg 精秤し、アセトンに溶解して 25 mL とし内標準原液を調製する。次に内部標準原液の一定量を混合し、アセトンで 1/5 濃度に希釈して、各内標準物質を 200 µg/mL 含む混合内標準溶液を調製する。

#### 〔装置および器具〕

- ① 試料捕集装置<sup>4)</sup>
  - i) 捕集剤: 直径が 47 mm の C18 固相ディスク<sup>5)</sup>, またはガラス製のスチレンジビニルベンゼン共重合体 (SDB) カートリッジ<sup>6)</sup>を用いる。
  - ii) 捕集剤用ホルダー: 固相ディスク用ホルダー<sup>7)</sup> またはカートリッジ用ホルダー<sup>8)</sup> で、捕集剤が接触する部分はテフロン製のもの
  - iii) 吸引ポンプ、流量計および積算流量計: 固相ディスクまたはカートリッジを通して規定の吸引量が得られる電動式吸引ポンプおよび規定の流量が計測できる流量計および積算流量計
- ② ガスクロマトグラフ/質量分析計: 選択

イオン検出 (SIM) 法またはマスクロマトグラフィーができるもの

〔試料の捕集〕

捕集剤用ホルダーに固相ディスクまたはカートリッジを装着後<sup>9)</sup>、ホルダー全体をアルミホイルで包み、金属製の密閉容器に入れて測定地点に運搬する。別に同様のホルダーを2個用意し、1個は操作ブランク試験<sup>10)</sup>用として、試料採取が終了するまで試験室に保管する。また残りの1個はトラベルブランク試験<sup>11)</sup>用として、試料採取用ホルダーと同様に測定地点に運搬する。試料採取では、測定地点の地上1.2~1.5 mの位置にホルダーを設置し<sup>12)</sup>吸引ポンプに接続する。吸引ポンプを作動させ、2~10 L/minの流速で8~24時間、試料空気を捕集する<sup>13)</sup>。捕集後、ホルダーを吸引ポンプからはずし、アルミホイルで包んで、金属製の密閉容器に収納して持ち帰る。トラベルブランク試験用のホルダーは空気採取のみ行わず、あとは試料採取用ホルダーと同様に取り扱う。なお、測定時の天候、気温、湿度、気圧などの気象条件、空気捕集の開始時刻、終了時刻、空気捕集量など捕集に関する情報を記録しておく。

〔試験溶液の調製〕<sup>14)</sup>

固相ディスクはホルダーからはずし、折ってガラス遠心管に入れる。カートリッジはホルダーからはずし、内部のフィルターとSDB樹脂を取り出してガラス遠心管に移す。遠心管にアセトン5 mL、混合内標準溶液5 µLを加えて<sup>15)</sup>20分間超音波抽出後、2500 rpmで10分間遠心して、上清を試験溶液とする。

〔試験操作〕

ガスクロマトグラフィー/質量分析の条件<sup>16)</sup>

カラム：キャピラリーカラム、液相100% dimethylpolysiloxane<sup>17)</sup> (0.2~0.25 mm i.d. ×12.5~15 m, 膜厚0.1~0.25 µm)<sup>18)</sup>

カラム温度：100°C (2 min), 100~200°C (20°C/min, 昇温), 200~280°C (10°C/min, 昇温), 280°C (2 min)

注入口温度：280°C

注入方法：スプリットレス (パージオンタイム1 min)

注入量：1 µL

キャリアーガスおよび流量：He, 圧力50 kPa, 全流量33 mL/min

インターフェース温度：280°C

イオン源温度：260°C

検出器：SIM またはマスクロマトグラフィーができるもの

モニターイオン (m/z) : DBP 149 (定量用), 223 (確認用), DEHP 149 (定量用), 167 (確認用), DBP-d<sub>4</sub> 153 (定量用), DEHP-d<sub>4</sub> 154 (定量用)

定量：試験溶液の一定量 (1 µL) をマイクロシリンジ<sup>15)</sup>でとり<sup>19)</sup>、ガスクロマトグラフ<sup>20)</sup>/質量分析計に注入し、SIM法またはマスクロマトグラフィーにより、各フタル酸エステルのモニターイオンを計測し、クロマトグラムを記録する。このとき内標準物質のモニターイオンも必ず一緒に計測する。得られたピークの保持時間と各フタル酸エステル標準物質の保持時間を比較し、保持時間が一致するピークの面積を求め、内標準物質のピーク面積との比から、あらかじめ作成した検量線より各フタル酸エステルの濃度 (µg/mL) を求める。

検量線の作成：フタル酸エステルの混合標準溶液をアセトンで希釈し、各物質0.2~5 µg/mL および内標準物質をそれぞれ0.2 µg/mL 含む検量線用フタル酸エステル混合標準溶液を調製する。その一定量 (1 µL) を

ガスクロマトグラフ/質量分析計に注入し、得られたクロマトグラムから、各フタル酸エステルおよび内標準物質のピーク面積を測定し、内標準物質に対する比を求める。横軸に各フタル酸エステルの濃度、縦軸にピーク面積比をとり検量線を作成する。

計 算：25℃における空気中の各物質の濃度 ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) は、次式から求められる。

各フタル酸エステル ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

$$= \frac{a \times 5.0}{V \times \frac{273 + 25}{273 + t} \times \frac{P}{1013}}$$

$a$  : 試験溶液中の各フタル酸エステル濃度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

5.0 : 試験溶液の液量 (mL)

$V$  : 採取した空気量 ( $\text{m}^3$ )

$t$  : 試料空気採取時の平均気温 (°C)

$P$  : 試料空気採取時の平均気圧 (hPa)

#### 【注解】

- 1) 本法はフタル酸ジエチル、フタル酸ジブロピル、フタル酸ジイソブチル、フタル酸ジ-*n*-ペンチル、フタル酸ブチルベンジル、フタル酸ジ-*n*-ヘキシル、フタル酸ジシクロヘキシルも同時に分析することが可能である。DBP および DEHP については、平成 31 年 1 月に改定された室内濃度指針値の 1/10 (DBP) ないし 1/100 (DEHP) の濃度で検出できる方法として作成された試験法である (文献 1)。
- 2) 市販のフタル酸エステル類混合標準液 (100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) を希釈して調製しても良い (例えば、8 種フタル酸エステル混合標準液 (富士フィルム和光純薬)、フタル酸エステル類混合標準液 (9 種) (関東化学))。また、DBP および DEHP は、多様

なプラスチック製品に含まれているため、試験に使用する器具はガラス製、金属製または四フッ化エチレン樹脂 (テフロン) 製とし、測定に際しては、周囲からの汚染を防ぐ対策として、器具のアセトン洗浄、石けんによる手洗いを十分に行う必要がある。

- 3) 試験に使用するアセトンは容量 1 L 以下のものを用いる。開封後は、時間経過に伴ってフタル酸エステル類のブランクが増加するため、開封後の使用期間はおおむね 2 週間とする。洗浄用のアセトンは、容量 3 L のものを用いる。洗浄に使用したアセトンは回収して、繰り返し使用できる。使用開始から、おおむね約 1 か月間は使用可能である。
- 4) 試料捕集装置は、基本的にローボリウムエアサンプラーの構成例による。電動吸引ポンプ、流量計および積算流量計と、捕集剤用ホルダーで構成される。ただし、分流装置は必要としない。
- 5) オクタデシルシリル化シリカゲル (C18) の粒子をガラス繊維に固定し、直径 47 mm、厚さ 0.6 mm のディスク状にしたものが市販されている (例えば、Envi-18 DSK 47 mm (Merck 社))。使用前に、アセトンを入れた広口ガラス瓶にディスクを入れ (アセトンはディスク 1 枚当たり約 20 mL) 時々振とうして 5 分間洗浄する。アセトンを入れ替えて、同様の洗浄を 5 回繰り返す。洗浄後のディスクは、アセトン洗浄したステンレス製金網の上で風乾する。
- 6) 内径 15 mm、長さ 20 mm のガラス筒に SDB が 400 mg 充てんされており、その上にガラス繊維フィルターを配置して、O リングで押えた構造のカートリッジが市販されている (例えば、AERO LE Cartridge SDB400HF (ジーエルサイエンス))。市販品は洗浄済のため、開封後すぐに使用できる。



- 7) 固相ディスク用ホルダーの概略を図 I に示す。市販品としてはジーエルサイエンスの EMO-47 などがある。
- 8) カートリッジ用ホルダーの概略を図 II に示す。市販品としてはジーエルサイエンスの AERO ホルダー (SDB シリーズ専用) などがある。
- 9) 固相ディスク用ホルダーは、使用前に各パーツをばらばらにして金属製バケットあるいはガラスビーカーに入れ、アセトン中で 10 分間超音波洗浄して風乾したのちに、洗浄済の固相ディスクを装着する。その際、あらかじめアセトン中で 10 分間超音波洗浄したピンセットを用いる。カートリッジ用ホルダーは、使用前の洗浄は必要ない。ホルダーにカートリッジを装着する際には、手を石けんで洗ったのち、カートリッジの空気採取側には直接手で触れないように注意する。
- 10) 操作ブランク試験は、試験溶液の調製において、周囲からの汚染の程度を確認するために行う。
- 11) トラベルブランク試験は、試料採取準備から試料溶液分析時までの汚染程度を確認するために行う。トラベルブランク値が操作ブランク値と同等あるいは、操作ブランク値よりも低い場合は、移送中の汚染が無いことの確認となる。トラベルブランク値が操作ブランク値よりも大きい場合は、移送中に汚染があったと考えられるため、原因を究明し対策を行う。なお、空気中濃度計算にあたっては、測定値からトラベルブランク値を差し引いて求める。
- 12) ヒトの呼気の高さを考慮して設定されている。室内空気中化学物質の採取方法と測定方法 (シックハウス (室内空気汚染) 問題に関する検討会中間報告書—第 6 回～第 7 回のまとめ 別添 3-1) に以下のように示されている (文献 2)。試料採取は室内では居間、寝室、および外気 1 カ所の計 3 カ所で行う。室内にあっては部屋の中央付近の少なくとも壁から 1 m 以上離れた高さ 1.2~1.5 m の位置を設定する。室外にあっては外壁および空調給排気口から 2~5 m 離れた、室内の測定高さと同等の高さの所を設定する。
- 13) 捕集する空気量の目安については、操作ブランクの溶液濃度 (b) から算出することができる。b の 3 倍を計算式の a に代入し、各フタル酸エステルに指針値の 1/10 濃度 (または測定したい空気中濃度の下限值), t に 20, P に 1013 を代入した場合, V は指針値の 1/10 濃度 (または測定したい下限値) を測定するために必要な最少の空気量を表す。
- 14) ハウスダストには多量のフタル酸エステル類が吸着しているため、試験開始前に実験台の上を掃除し、アルミホイルを敷いた上で試験を行う。プラスチック製品に触れると、手がフタル酸エステル類によって汚染される可能性があるため、試験開始前には必ず石けんで手を洗い、試験操作中にプラスチック製品に触れた場合にはそのつど手を洗う。また、試験に使用する器具は、金属製またはガラス製とし、すべて使用前にアセトン中で 10 分間超音波洗浄する。
- 15) 内標準溶液の添加および試料溶液のガスクロマトグラフ/質量分析計への注入にはマイクロシリンジを使うが、マイクロシリンジは、使用前にプランジャーを抜き、ガラスバレルとプランジャーを分けて、アセトン中で 10 分間超音波洗浄する。
- 16) 図 III に本条件を用いて、ガスクロマトグラフ/質量分析計により分析した 8 種フタル酸エステル混合標準液のトータルイオンクロマトグラム (TIC) の例を示す。測定対象 2 物質以外のピークは、それぞれ 1: フタル酸ジエチル, 2: フタル酸ジブロピル, 3: フタル酸ジ-n-ペンチル, 4:

フタル酸ブチルベンジル, 5:フタル酸ジ-n-ヘキシル, 6:フタル酸ジシクロヘキシルである(文献3).

- 17) これに相当するカラムとして, Agilent Technologies 社の DB-1, HP-1, Ultra 1, Restek 社の Rtx-1, ジーエルサイエンスの InertCap 1 などがある. また, 液相が 5% phenylsilicone のカラムを用いても分析が可能であるが, 100% dimethylsiloxane のカラムに比べて DEHP のピーク高さが低くなる傾向があるため, 分析精度を確認した後に使用する.
- 18) カラム長は 12.5~15 m の短いものを用いることが望ましい. 短いカラムの方が, DEHP のピーク高さが高くなり, 短い時間で分析することができる.
- 19) オートサンプラーで試料溶液を注入する場合は, クリンパバイアルを用いる. なお, キャップのセプタムにフタル酸エステル類が含まれていることがあるため, 例えば, 薄型 PTFE セプタム (Agilent Technologies 社), アルミニウム製 (例えば, TFP キャップ (ジーエルサイエンス)), アルミニウム/シリコン製 (例えば, Barrier Septa (Merck 社)) のものを用いる. バイアル, クリンパキャップ, セプタムはいずれもアセトン中で 10 分間超音波洗浄し, 風乾したのちに試料溶液を詰める.
- 20) ガスクロマトグラフは, 注入口インサートにウールなしのものを用い, セプタムは低ブリードのセプタム (たとえばグリーンセプタムなど) を使用する. 分析を開始する前に, アセトンを 2~3 回注入し, フタル酸エステル類のブランクが十分に小さいことを確認したのちに, 分析を開始する.

## 文 献

1. 厚生労働科学研究費補助金平成 27~29 年度総合研究報告書「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 (研究代表者: 奥田晴宏)」(2018), <https://mhlw-grants.niph.go.jp/niph/search/NIDD00.do?resrchNum=201725015B>
2. 厚生労働省医薬局審査管理課化学物質安全対策室: シックハウス (室内空気汚染) 問題に関する検討会中間報告書—第 6 回~第 7 回のまとめ, 2001 年 7 月 (2001)
3. 斎藤育江: 室内環境学会誌, 5, 13 (2002)