

瞬時型放散源の探索

研究分担者 河上 強志 国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部第四室長

**研究要旨**

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では室内濃度指針値の見直し作業が行われており、新たな策定候補化合物の詳細な曝露評価およびリスク評価の実施には、発生源の特定が必要である。瞬時放散源として今年度は屋内で使用される水性塗料や水性ワックスを選定し、指針値の改定および新規策定の候補物質に挙げられている化合物や、フタル酸エステル類および2-エチル-1-ヘキサノール（2E1H）を生成する可能性のある可塑剤類等23種類の化合物を測定対象として実態調査を行った。13製品について実態調査を実施した結果、2E1H、2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール モノイソブチラート（TPMI）、2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール ジイソブチラート（TPDI）、フタル酸ジブチル（DBP）およびフタル酸ジイソノニル（DINP）の5種類の化合物が検出された。フタル酸エステル類ではDBPが1製品から9000 µg/g 検出され、TPMI および TPDI は1%（10000 µg/g）を超えて含有された製品が複数確認された。2E1Hについては、11製品から検出されたが、加水分解により2E1Hを生成する可能性のある化合物が検出されていないことから、検出された2E1Hは溶剤等として使用された可能性が高いものと考えられた。本調査では、水性塗料およびワックスを対象としたが、今後は屋内で使用される可能性のある油性塗料やワックスについても同様の調査を行うことが望ましい。また、今回の調査では製品中の含有量を測定しているが、製品使用時の室内空気質への影響については、今後、放散試験等によって検討する必要がある。

研究協力者

田原 麻衣子 国立医薬品食品衛生研究所  
生活衛生化学部主任研究官

**A. 研究目的**

厚生労働省は現在、室内空気環境汚染化学物質として揮発性化合物（VOC）および準揮発性有機化合物（SVOC）の13化合物について室内濃度指針値を策定している<sup>1)</sup>。しかし、最終策定から15年以上が経過し、その間、それらの代替化合物による新たな室内空気汚染の可能性が指摘されている。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では、室内濃度指針値の見直し作業を進めているが、指針値の新規策定に際しては、

室内における汚染化学物質の主要な発生源を特定し、その発生源によってもたらされる定量的なリスクに関する情報を提供する必要がある。しかし、多様な消費者製品について、そのような情報は極めて限られているのが現状である。

本研究は、VOCおよびSVOCの放散源となり得る家庭用品として瞬時放散型製品について、その室内空気質に及ぼす影響を評価することを目的としている。今年度は屋内で使用される塗料やワックスを対象として、室内濃度指針値の新規設定および改定の候補物質<sup>2,3)</sup>に挙げられているVOCを中心に、昨年度<sup>4)</sup>にハンドポンプ式スプレー製品で測定したフタル酸エステル類等12種類を対象とした。

また、加水分解によって2-エチル-1-ヘキサノール (2E1H) を生成する可能性のあるテレフタル酸2-エチルヘキシルやアジピン酸2-エチルヘキシル等7種類および、それらに該当しない可塑剤4種類も対象とした。最終的に、23化合物を測定対象とした。それらの一覧および化学構造式を表1および図1にそれぞれ示した。

## B. 研究方法

### 1. 瞬時放散型家庭用品

水性塗料および水性ワックス等を選定し、国内のインターネットサイトより入手した。最終的に塗料10製品、水性ワックス2製品および床用洗浄剤1製品の13製品を対象とした。これらの製品の製造国、成分および用途情報などを表2に示した。なお、No.10のみエアゾール製品であり、氷冷したフラスコに噴出物を集めた後、穏やかに振り混ぜて噴射剤であるジメチルエーテルを揮発させた物を分析試料とした。

### 2. 試薬類

測定対象とした23化合物の入手先を表1に示した。2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオールモノイソブチラート (TPMI)、フタル酸ジイソノニル (DINP)、フタル酸ジイソデシル (DIDP) およびシクロヘキサン-1,2-ジカルボン酸ジイソノニル (DINCH) は異性体混合物であり、特にDINPについてはCAS番号の異なる二種類 (DINP-1: CASRN.68515-48およびDINP-2: CASRN.28553-12-0) をそれぞれ対象とした。

内部標準物質として用いたフタル酸ジエチル (DEP) およびフタル酸ジエチルヘキシル (DEHP) の重水素化体は富士フィルム和光純薬社製のフタル酸エステル試験用並びに関東化学社製の環境分析用をそれぞれ使用した

塩化ナトリウムは関東化学社製のフタル酸エステル試験用、ヘキサンおよび酢酸エチルは同社製の残留農薬試験・PCB試験用をそれぞれ用いた。無水硫酸ナトリウムはSigma-

Aldrich社製の特級試薬を用いた。試験には、ミリポア社製超純水製造装置 Milli-Q Advantage A10で製造した水を使用した。

### 3. 分析方法

試料0.1 gを50 mL容ガラス遠心管に入れ、30%塩化ナトリウム水溶液を10 mL加え攪拌した。次に、抽出溶媒として酢酸エチル/ヘキサン=1/1 (v/v) を10 mL加え、10分間270 rpmで水平振とうした (タイテック社製RECIPRO SHAKER SR-1)。振とう後、3000 rpmで10分間遠心分離した (日立ハイテクノロジーズ社製 himac CT6E)。遠心分離後、有機溶媒相を分取し、もう一度同様に抽出した。有機溶媒相を合わせ、無水硫酸ナトリウムで脱水後、40°C以下の湯浴温度でロータリーエバポレーターを用いて濃縮した。そして、10 mLに定容し試料溶液とした。この試料溶液を適宜希釈し、内部標準物質を添加後、ガスクロマトグラフタンデム質量分析計 (GC-MS/MS) を用いて測定した。

### 4. GC-MS/MS条件

試料溶液はThermoFisher Scientific製のTraceGC-Quantum XLSを用いて測定した。カラムはAgilent technologies社製のDB-5MS UI (長さ30 m、内径0.25 mm、膜厚0.25 μm) を用い、オープン温度は50°Cで1分保持後、20°C/分で200°Cまで昇温した。その後、10°C/分で270°Cまで昇温した。さらに、20°C/分で310°Cまで昇温した後、10分保持した。注入口、トランスファーラインおよびイオンソースは250°C、280°Cおよび250°Cに設定した。注入法はスプリットレス、注入量は1 μLとし、キャリアーガスにはヘリウム (1 mL/分) を用いた。イオン化法は電子イオン化 (EI) 法、イオン化電圧は70 eVとした。コリジョンガスにはアルゴン (0.13 pa) を用い、選択反応モニタリング (SRM) 法にて定量した。各測定対象化合物の定量イオン、コリジョンエネルギーおよび保持時間を表3に示した。

## C. 研究結果および考察

## 1. GC-MS/MS条件

測定対象化合物の混合標準溶液(100 ng/mL)のマスクロマトグラムを図2に示した。なお、DEHPと保持時間の近接するフタル酸ジシクロヘキシル(DCHP)およびDINP-1については、混合標準液とせずに別途測定した。2E1Hはやや幅広いピーク形状となったが、それ以外の化合物のピーク形状は良好であった。また、異性体混合物であるTPMI、DINP、DIDPおよびDINCHは、複数のピークが認められた。DCHPとDEHPは保持時間が近接し、かつSRMにおける選択イオンも同じであるため、その分離状況を確認した(図3)。その結果、少しピークの重なりが認められるものの、それぞれの化合物について十分に定性および定量が可能であった。

異性体混合物について、TPMIは2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール1-モノイソブチラートと2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール3-モノイソブチラートの、DINPおよびDIDPは複数の異性体混合物であるため、それぞれ異性体ピークを合算して作成した検量線を用いて定量した。

定量下限値については、各化合物の検量線の最下限値を実試料濃度換算した値とした。具体的には、各化合物の検量線の再下限値が2E1Hで40 ng/mL、TPMI、DINP、DIDPおよびDINCHで10 ng/mL、その他は1 ng/mLであったことから、定量下限値は2E1Hで0.80 µg/g、TPMI等で0.20 µg/g、その他は0.020 µg/gとした。ただし、DEHPについてはブランク試料から検出されたことから、既報<sup>9)</sup>に従いブランク試料の繰り返し測定値(n=4)から、定量下限値=空試験値+5×標準偏差として定量下限値を算出したところ、0.28 µg/gであった。

## 2. 分析法について

実試料を用いた添加回収試験を実施した。その際、No.13を除く全ての試料から1種類以上の測定対象化合物が検出されたことから、検出化合物の重複しない2種類の試料(No.1およびNo.11)を用いて試験を実施した。試料No.1は2E1HおよびTPMIが、No.11はTPDIが

それぞれ検出されており、それらはそれぞれの試料で回収率試験の対象から除外した。各試料に低濃度(5 µg/g)および高濃度(200 µg/g)となるように各測定化合物を添加した(n=3)。その際、DINPについては、DINP-2のみ試験を実施した。

回収率試験の結果を表4に示した。2E1H、TPMI、DBP、DEP、DBP、DEHM、DEHF、BBP、DCHP、DEHPおよびDEHAZについては、どちらの試料およびその濃度においても回収率が70~120%以内を示し、その変動係数も10%以内と良好であった。DEHAについては、No.18の低濃度のみ回収率が120%をわずかに超えたものの、変動係数も小さく良好であった。一方で、DBM、DBF、TPDI、DBIPについては120%以上の高回収率を示したものがあり、特に試料No.1の低濃度添加時のTPDIでは200%以上を示した。この要因として、試料夾雑物によるGC注入口等での分解抑制(マトリックス効果)が考えられた<sup>9)</sup>。特に、これらの化合物は全てDEP-d<sub>4</sub>を内部標準物質にしており、同じ内部標準物質を用いているフタル酸ジエステル類であるDBP、DEPおよびDBPでは良好な回収率が得られている。そのため、高回収率を示した化合物については、今後、化学構造の類似した内部標準物質を検討し、マトリックス効果の抑制を図る必要があると考えられた。また、DINCH、DINP-2、DEHP、DIDP、DEHTP、DEHSおよびDnOPについては、No.1で57~69%と回収率が低くなった。これらの化合物について、No.18では良好な回収率が得られていることから、夾雑物差異が影響していると示唆された。

今回、一部化合物で回収率が70~120%の範囲から外れることが認められたが、実試料の分析結果について補正は行っていない。

## 3 対象製品中の測定化合物濃度

実試料から検出された化合物濃度を表5に、それらの濃度範囲および検出頻度を表6にそれぞれ示した。測定対象とした23化合物のうち、2E1H、TPMI、TPDI、DBPおよびDINPの5化合物が定量下限値以上で検出された。そ

れ以外の化合物は定量下限値以上で検出されなかった。

2E1Hは検出頻度が最も高く、11試料から3.1~510 µg/gで検出された、次いで、TPDIが9試料（33~35000 µg/g）、TPMIが8試料（24~78000 µg/g）検出された。TPMIおよびTPDIは検出濃度が高く、1%（10000 µg/g）を超える試料もあった。DINPはDINP-2のみが2試料から低濃度（0.35~0.48 µg/g）で検出され、DBPは1試料（9000 µg/g）からのみ検出された。

製品タイプでは試料数の差はあるが、水性塗料の方が水性ワックスよりも高濃度でTPMIおよびTPDIが検出された。また、床用洗浄剤からは対象化合物は検出されなかった。2E1Hは、11製品から検出されたが、加水分解により2E1Hを生成する可能性のある化合物が同製品から検出されていないことから、検出された2E1Hは溶剤や可塑剤等としてそれ自体が使用された可能性が高いと考えられた。TPMIおよびTPDIは数百から数万µg/gで検出されており、可塑剤や溶剤として使用されているためと考えられた。DBPについてもエアゾール製品であるNo.10からのみ検出されたが、可塑剤として使用されているためと考えられた。

本調査では、水性塗料およびワックスを対象としたが、室内で使用される可能性のある油性塗料やワックスについても同様の調査を行うことが望ましい。また、今回の調査では製品中の含有量を測定しているが、実際に製品を使用した際の室内空気質への影響については、製品を塗布した状態での放散試験等によって検討する必要がある。

#### D. 結論

瞬時放散源として今年度は屋内で使用される水性塗料や水性ワックスを選定し、指針値の改定および新規策定の候補物質に挙げられている化合物や、フタル酸エステル類および2E1Hを生成する可能性のある可塑剤類等23種類の化合物を測定対象に実態調査を行った。13製品について実態調査を実施した結果、2E1H、TPMI、TPDI、DBPおよびDINP-2の5種

類の化合物が検出された。フタル酸エステル類ではDBPが1製品から9000 µg/g検出され、TPMIおよびTPDIは1%（10000 µg/g）を超えて含有された製品が複数確認された。2E1Hについては、11製品から検出されたが、加水分解により2E1Hを生成する可能性のある化合物が検出されていないことから、検出された2E1Hは溶剤等として使用された可能性が高いものと考えられた。本調査では、水性塗料およびワックスを対象としたが、今後は室内で使用される可能性のある油性塗料やワックスについても同様の調査を行うことが望ましい。また、今回の調査では製品中の含有量を測定しているが、製品使用時の室内空気質への影響については、今後、放散試験等によって検討する必要がある。

#### E. 研究発表

##### 1. 論文発表

なし

##### 2. 学会発表

- 1) 河上強志・伊佐間和郎・五十嵐良明・神野透人：揮発性及び準揮発性有機化合物類の *in chemico* 試験による感作性評価，第28回環境化学討論会(2019.6)
- 2) 田原麻衣子・河上強志・五十嵐良明：スプレー製品中の揮発性有機化合物のスクリーニング調査における前処理法の比較，第32回におい・かおり環境学会 (2019.8)
- 3) 田原麻衣子・河上強志・酒井信夫・五十嵐良明：芳香・消臭・脱臭剤等中のグリコール類およびフタル酸エステル類の実態調査，第56回全国衛生化学技術協議会年会(2019.12)
- 4) 河上強志・田原麻衣子・五十嵐良明：芳香・消臭・脱臭剤中のイソチアゾリノン系防腐剤の分析法の開発及び実態調査，第56回全国衛生化学技術協議会年会(2019.12)

#### F. 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

### G. 参考文献

- 1) 厚生労働省医薬・生活衛生局医薬品審査管理課 化学物質安全対策室: 室内濃度指針値一覧,  
<http://www.nihs.go.jp/mhlw/chemical/situnai/hyou.html>
- 2) 第 20 回シックハウス（室内空気汚染）問題に関する検討会 資料 1-2, 指針値の見直し候補となる揮発性有機化合物について（案）(2016.10.26)  
<https://www.mhlw.go.jp/file/05-Shingikai-11121000-Iyakushokuhinkyoku-Soumuka/0000141174.pdf>
- 3) 第 20 回シックハウス（室内空気汚染）問題に関する検討会 資料 1-1, 室内空気環境汚染化学物質調査において検出された化学物質の初期暴露評価・初期リスク評価の結果について (2016.10.26)  
<https://www.mhlw.go.jp/file/05-Shingikai-11121000-Iyakushokuhinkyoku-Soumuka/0000141173.pdf>
- 4) 河上強志・田原麻衣子: 平成 30 年度元年度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
- 5) Kawakami T., Isama K., Tanaka- Kagawa T., Jinno H.: Analysis of glycols, glycol esters, and other volatile organic compounds present in household waterbased hand pump sprays. J Environ Sci Health, Part A, 52, 1204-1210, 2017.
- 6) 中村幸二: GC, GC/MS 分析のための留意点, 有機化学物質の機器分析法 -農薬と化学物質- 小林裕子・中村幸二 編集, pp110-114, ソフトサイエンス社, 2008.

表1. 測定対象化合物一覧

化合物	略称	CASRN.	化学式	分子量	入手先 <sup>a</sup>
Dimethyl phthalate	DMP	131-11-3	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>	194.2	W
Diethyl phthalate	DEP	84-66-2	C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	222.2	W
Dibutyl phthalate	DBP	84-74-2	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>	278.4	K
Diisobutyl phthalate	DIBP	84-69-5	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>	278.4	K
Benzylbutyl phthalate	BBP	85-68-7	C <sub>19</sub> H <sub>20</sub> O <sub>4</sub>	312.4	W
Dicyclohexyl phthalate	DCHP	84-61-7	C <sub>20</sub> H <sub>26</sub> O <sub>4</sub>	330.4	T
Di(2-ethylhexyl) phthalate	DEHP	117-81-7	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	390.6	K
Di- <i>n</i> -octyl phthalate	DnOP	117-84-0	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	390.6	F
Diisononyl phthalate	DINP-1 DINP-2	68515-48-0 28553-12-0	C <sub>26</sub> H <sub>42</sub> O <sub>4</sub>	418.6	K W
Diisodecyl phthalate	DIDP	26761-40-0	C <sub>28</sub> H <sub>46</sub> O <sub>4</sub>	446.7	E
Di(2-ethylhexyl) trephthalate	DEHTP	6422-86-2	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	390.6	SA
Di(2-ethylhexyl) isophthalate	DEHIP	137-89-3	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	390.6	T
Diisononyl cyclohexane-1,2-dicarboxylate	DINCH	166412-78-8	C <sub>26</sub> H <sub>48</sub> O <sub>4</sub>	424.7	B
2-Ethyl-1-hexanol	2E1H	104-76-7	C <sub>8</sub> H <sub>18</sub> O	130.2	T
2,2,4-Trimethyl-1,3-pentanediol monoisobutyrate	TPMI	25265-77-4	C <sub>12</sub> H <sub>24</sub> O <sub>3</sub>	216.3	A
2,2,4-Trimethyl-1,3-pentanediol diisobutyrate	TPDI	6846-50-0	C <sub>16</sub> H <sub>30</sub> O <sub>4</sub>	286.4	T
Dibutyl malate	DBM	105-76-0	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>4</sub>	228.3	T
Di(2-ethylhexyl) malate	DEHM	142-16-5	C <sub>20</sub> H <sub>36</sub> O <sub>4</sub>	340.5	T
Dibutyl fumarate	DBF	105-75-9	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>4</sub>	228.3	T
Di(2-ethylhexyl) fumarate	DEHF	141-02-6	C <sub>20</sub> H <sub>36</sub> O <sub>4</sub>	340.5	T
Di(2-ethylhexyl) adipate	DEHA	103-23-1	C <sub>22</sub> H <sub>42</sub> O <sub>4</sub>	370.6	K
Di(2-ethylhexyl) azelate	DEHAZ	103-24-2	C <sub>25</sub> H <sub>48</sub> O <sub>4</sub>	412.7	T
Di(2-ethylhexyl) sebacate	DEHS	122-62-3	C <sub>26</sub> H <sub>50</sub> O <sub>4</sub>	426.7	T

<sup>a</sup> W: 富士フイルム和光純薬, K: 関東化学, T: 東京化成工業, F: Fulka, E: Dr. Ehrenstorfer, SA: Sigma-Aldrich, B: BASF, A: Alfa aesar

表2. 試料一覧

試料タイプ	試料番号	製造国	成分	用途	その他
	No.1	不明	合成樹脂(アクリル)・顔料・水	屋内壁用(木部・ビニルクロス・コンクリート・プラスチックボード)、屋内木部(床を除く)	
	No.2	不明	顔料・合成樹脂(アクリル)・水	屋内の木材、紙、金属など 屋内外の木部・木製製品、鉄部・鉄製製品、コンクリート・モルタル壁、サイディング(セラミック系は除く)、ブロック塀 発泡スチロール、プラスチック(硬質塩ビ、アクリル、ABS) *PE、PPなどは除く	つやあり
	No.3	不明	合成樹脂(アクリル・シリコン)、顔料、防カビ剤、水	装飾目的で木、紙、プラスチック(アクリル等)、布製の靴、Tシャツ等	低臭タイプ(ペンタイプ)
	No.4	中国	合成樹脂(アクリル)・顔料・防カビ剤・水		
	No.5	日本	合成樹脂(アクリル・ウレタン)、顔料、水	手作り家具・建具・木工品・工作品等の木部(高級家具を除く)、無垢木材床(フローリングを除く)	無鉛塗料
水性塗料	No.6	日本	合成樹脂(アクリル)・顔料・水・防カビ剤	リビング、寝室、子ども部屋などの室内壁や天井(壁紙・ビニル製壁紙・窓枠などの木部)、和室壁や天井(しつくい・京壁・土壁・砂壁・繊維壁・コンクリート・モルタル)、浴室・キッチン・洗面所・トイレなどの壁や天井	低VOC塗料(VOC0.1%以下) 無鉛塗料 シックハウス対応環境保護塗料
	No.7	不明	合成樹脂(アクリル)・顔料・水	屋内の木部や鉄部、コンクリート壁、モルタル、浴室、ビニルクロス壁紙、サイディング(セラミック系を除く)、家具、インテリア品、ワッドクラフト、ハンチ、ドア	
	No.8	不明	合成樹脂(アクリル)・顔料・水・防カビ剤	鉄部、木部、コンクリート、プラスチック(アクリル、ABS、スチレン樹脂に可)	
	No.9	不明	合成樹脂(アクリル)・顔料・防カビ剤・水	門扉・フェンス・鉄サッシ・鉄階段・鉄部・羽目板・戸板・戸袋・木製品・合板・屋外木部・屋内木部(床を除く)・トタン屋根・下見トタン・トタン・内壁・浴室・台所の壁や天井・外壁・コンクリート・モルタル・ブロック・スタッコ・かわら・スレート	
	No.10	日本	合成樹脂(アクリル)・有機溶剤・水	鉄、木工品、プラスチック(スチロール、ABS、硬質塩ビ、アクリル)、発泡スチロール、コンクリート、ガラスなど	エアゾール(DME)
水性ワックス	No.11	不明	合成樹脂(アクリル樹脂・ウレタン樹脂)・水	フローリング床(樹脂塗装された木製の床)、ビニル製の床	
	No.12	不明	合成樹脂(弾性特殊アクリル樹脂)・グリコール系溶剤・水	フローリング床・ニス塗りの合板床	天然抗菌剤(竹エキス) 除菌剤(クリシン系消毒剤)
合成洗剤	No.13	日本	界面活性剤(2%、ポリオキシエチレンアルキルエーテル)、溶剤、アルカリ剤	フローリング床(樹脂塗装された木製の床)、クッションフロア等々のビニル製のシート床やタイル床、天然石等の石質床の洗浄、ワックスの剥離	

表3. 測定対象化合物のGC-MS/MS条件

化合物	保持時間(分)	Q <sub>1</sub> [m/z]	Q <sub>3</sub> [m/z]	CE(V)	内部標準物質
2E1H	5.20	57	41	5	DEP-d <sub>4</sub>
TPMI-1	7.73	71	43	6	DEP-d <sub>4</sub>
TPMI-2	7.87	71	43	6	DEP-d <sub>4</sub>
DMP	8.35	163	135	10	DEP-d <sub>4</sub>
DBM	8.85	99	71	8	DEP-d <sub>4</sub>
DBF	9.18	155	99	6	DEP-d <sub>4</sub>
DEP	9.27	149	121	10	DEP-d <sub>4</sub>
TPDI	9.27	71	43	6	DEP-d <sub>4</sub>
DIBP	11.19	149	121	12	DEP-d <sub>4</sub>
DBP	11.92	149	121	12	DEP-d <sub>4</sub>
DEHM	13.34	117	99	7	DEHP-d <sub>4</sub>
DEHF	14.00	211	99	10	DEHP-d <sub>4</sub>
BBP	15.04	149	121	10	DEHP-d <sub>4</sub>
DEHA	15.30	147	129	5	DEHP-d <sub>4</sub>
DCHP	16.30	167	149	4	DEHP-d <sub>4</sub>
DEHP	16.34	167	149	4	DEHP-d <sub>4</sub>
DINCH	16.8-18	155	109	5	DEHP-d <sub>4</sub>
DINP-1	16.8-19	293	149	9	DEHP-d <sub>4</sub>
DINP-2	17-19	293	149	8	DEHP-d <sub>4</sub>
DEHIP	17.18	261	149	10	DEHP-d <sub>4</sub>
DEHAZ	17.28	171	97	8	DEHP-d <sub>4</sub>
DIDP	17.5-20	307	149	11	DEHP-d <sub>4</sub>
DEHTP	17.54	261	149	10	DEHP-d <sub>4</sub>
DEHS	17.83	185	139	7	DEHP-d <sub>4</sub>
DnOP	17.84	279	149	8	DEHP-d <sub>4</sub>
DEP-d <sub>4</sub> <sup>b</sup>	9.25	153	121	14	
DEHP-d <sub>4</sub> <sup>b</sup>	16.33	171	153	4	

<sup>a</sup> Q<sub>1</sub>: プリカーサーイオン, Q<sub>3</sub>: プロダクトイオン, CE: コリジョンエネルギー

<sup>b</sup> 内部標準物質



表4. 実試料(No.1及びNo.18)による各化合物の回収率<sup>a</sup>

化合物	No.1				No.11			
	Low		High		Low		High	
	Rec(%)	CV(%)	Rec(%)	CV(%)	Rec(%)	CV(%)	Rec(%)	CV(%)
2E1H	<sup>b</sup>	-	-	-	102	8.9	119	5.2
TPMI	-	-	-	-	117	9.0	104	1.0
DMP	113	9.1	108	4.3	112	9.5	97	5.8
DBM	153	21	130	12	159	0.95	104	12
DBF	140	17	139	4.6	133	2.3	103	8.3
DEP	102	9.9	99	5.2	115	2.1	95	4.7
TPDI	208	9.3	148	9.2	-	-	-	-
DIBP	128	10	113	3.0	118	1.2	98	0.14
DBP	120	10	111	0.66	114	1.8	98	2.2
DEHM	86	9.5	73	2.6	102	1.2	79	3.6
DEHF	102	4.4	87	4.9	105	0.15	85	5.9
BBP	76	1.5	71	0.89	105	0.37	82	5.3
DEHA	94	5.2	71	7.8	122	0.62	85	6.0
DCHP	85	3.8	92	5.9	93	3.6	94	4.1
DEHP	97	7.2	78	0.85	117	1.9	89	4.5
DINCH	69	0.65	69	4.8	81	2.6	86	3.4
DINP-2	67	2.2	68	1.8	81	2.7	83	4.1
DEHIP	61	0.69	67	0.21	77	0.93	87	6.3
DEHAZ	75	2.9	72	2.1	92	0.34	87	5.9
DIDP	62	6.4	67	2.2	81	1.5	82	2.5
DEHTP	57	4.7	62	5.0	70	0.94	78	4.3
DEHS	60	2.7	61	0.49	73	2.1	80	8.9
DnOP	62	0.83	67	2.3	76	2.4	81	3.0

<sup>a</sup> Low: 5 µg/g, High: 200 µg/g

<sup>b</sup> -:未計算

表5. 試料中の検出化合物濃度

Sample No.	Concentration (ug/g)				
	2E1H	TPMI	TPDI	DBP	DINP-2
NO.1	3.1	24	- <sup>a</sup>	-	-
NO.2	210	16000	99	-	-
NO.3	280	360	35000	-	-
NO.4	170	-	-	-	-
NO.5	110	78000	33	-	0.48
NO.6	290	300	11000	-	-
NO.7	250	340	32000	-	-
NO.8	250	25000	110	-	-
NO.9	270	21000	110	-	-
NO.10	510	-	-	9000	-
NO.11	-	-	34	-	-
NO.12	15	730	-	-	0.35
NO.13	-	-	-	-	-

<sup>a</sup> 定量下限値以下

(2E1H: 0.80 µg/g, DEHP: 0.28 µg/g, TPMI, DINP, DIDP, DINCH: 0.20 µg/g, その他: 0.020 µg/g)

表6. 検出化合物の濃度範囲及び検出頻度

Concentration range (ug/g)	2E1H	TPMI	TPDI	DBP	DINP-2
LOQ <sup>a</sup> -1.0<	0	0	0	0	2
1.0-10<	1	0	0	0	0
10-100<	1	1	3	0	0
100-1000<	9	3	0	0	0
1000-10000<	0	0	3	1	0
10000≥	0	4	3	0	0
Detection number	11/13	8/11	9/11	1/13	2/13
Detection frequency (%)	85	62	69	7.7	15

<sup>a</sup> 定量下限値(2E1H: 0.80 µg/g, TPMI, DINP: 0.20 µg/g, TPDI, DBP: 0.020 µg/g)

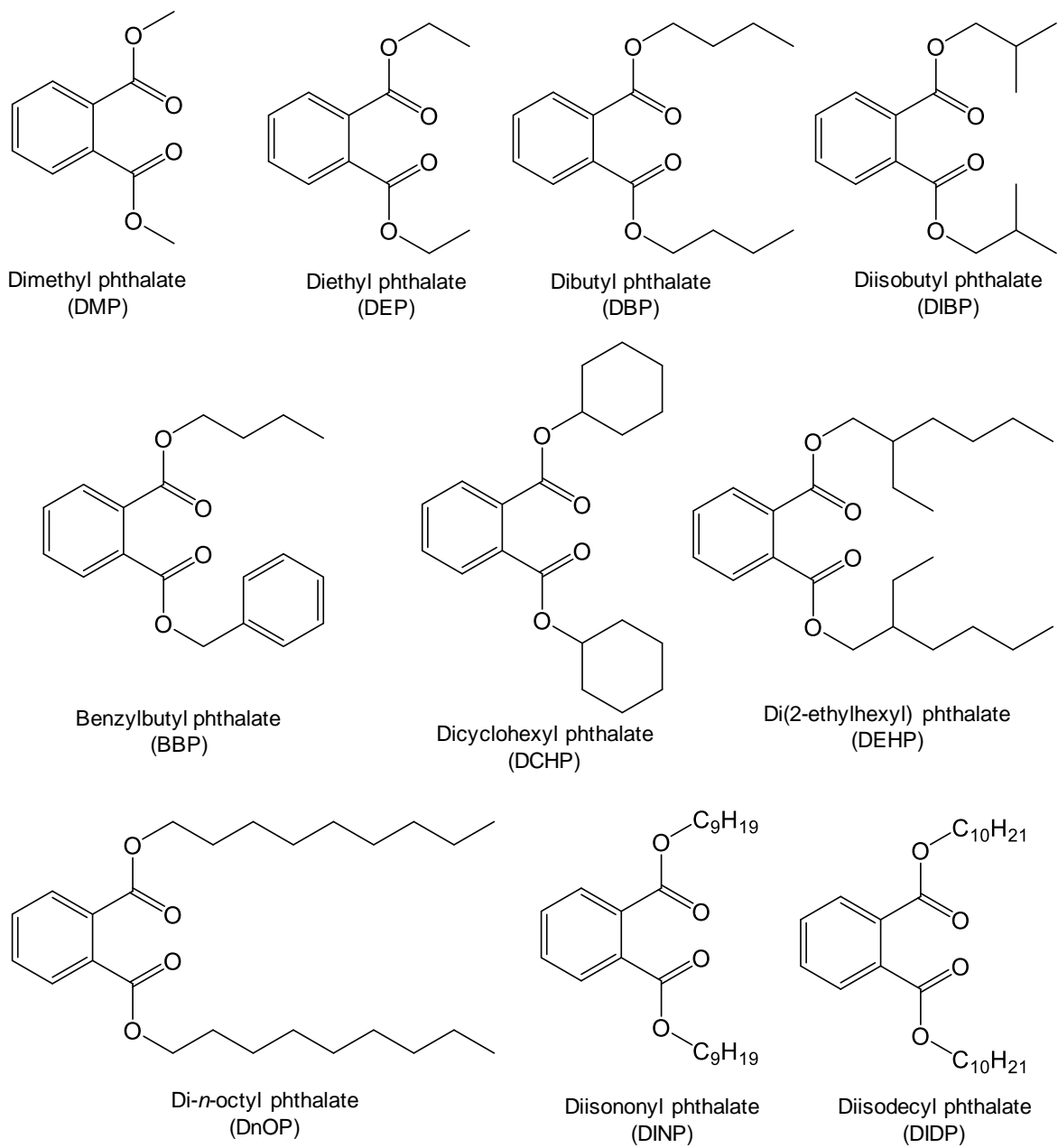
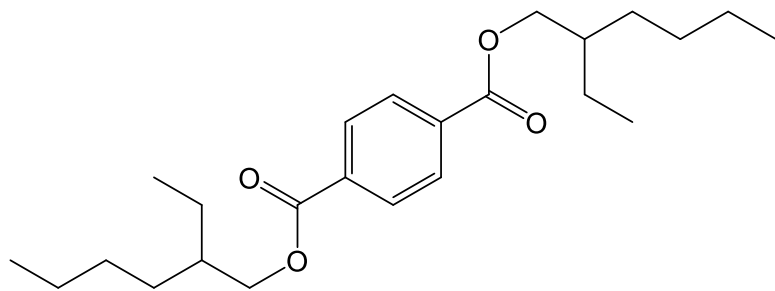
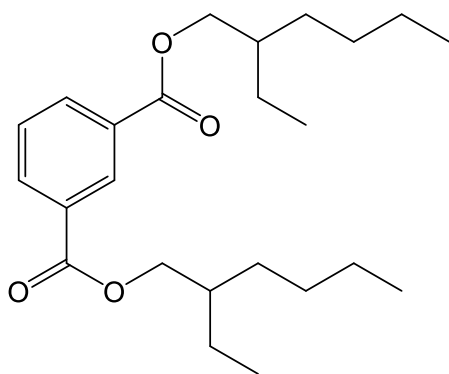


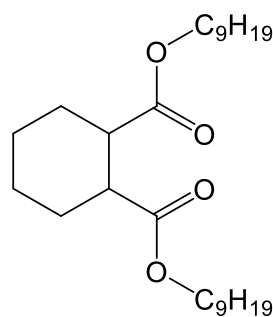
図1. 測定対象化合物の化学構造式



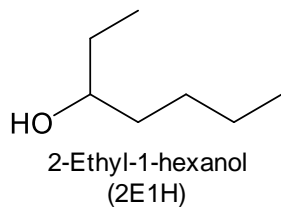
Di(2-ethylhexyl) terephthalate  
(DEHTP)



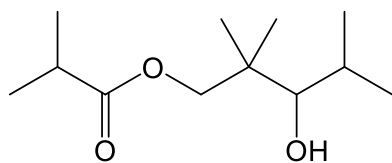
Di(2-ethylhexyl) isophthalate  
(DEHIP)



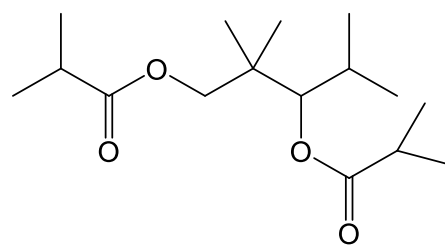
Diisononyl cyclohexane-1,2-dicarboxylate  
(DINCH)



2-Ethyl-1-hexanol  
(2E1H)



2,2,4-Trimethyl-1,3-pentane diol monoisobutyrate  
(TPMI)



2,2,4-Trimethyl-1,3-pentane diol diisobutyrate  
(TPDI)

図1. 測定対象化合物の化学構造式 (続き)

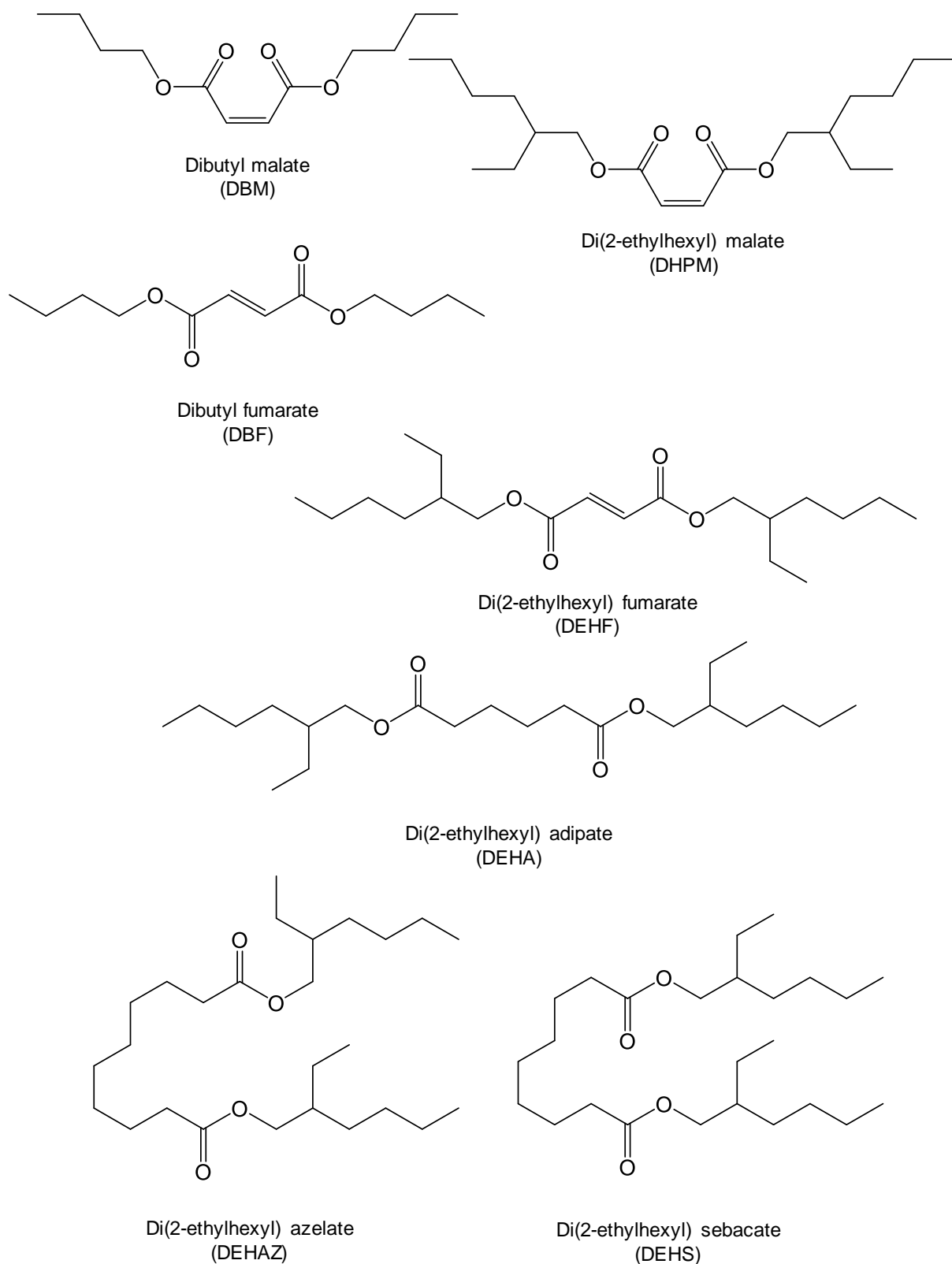


図1. 測定対象化合物の化学構造式 (続き)

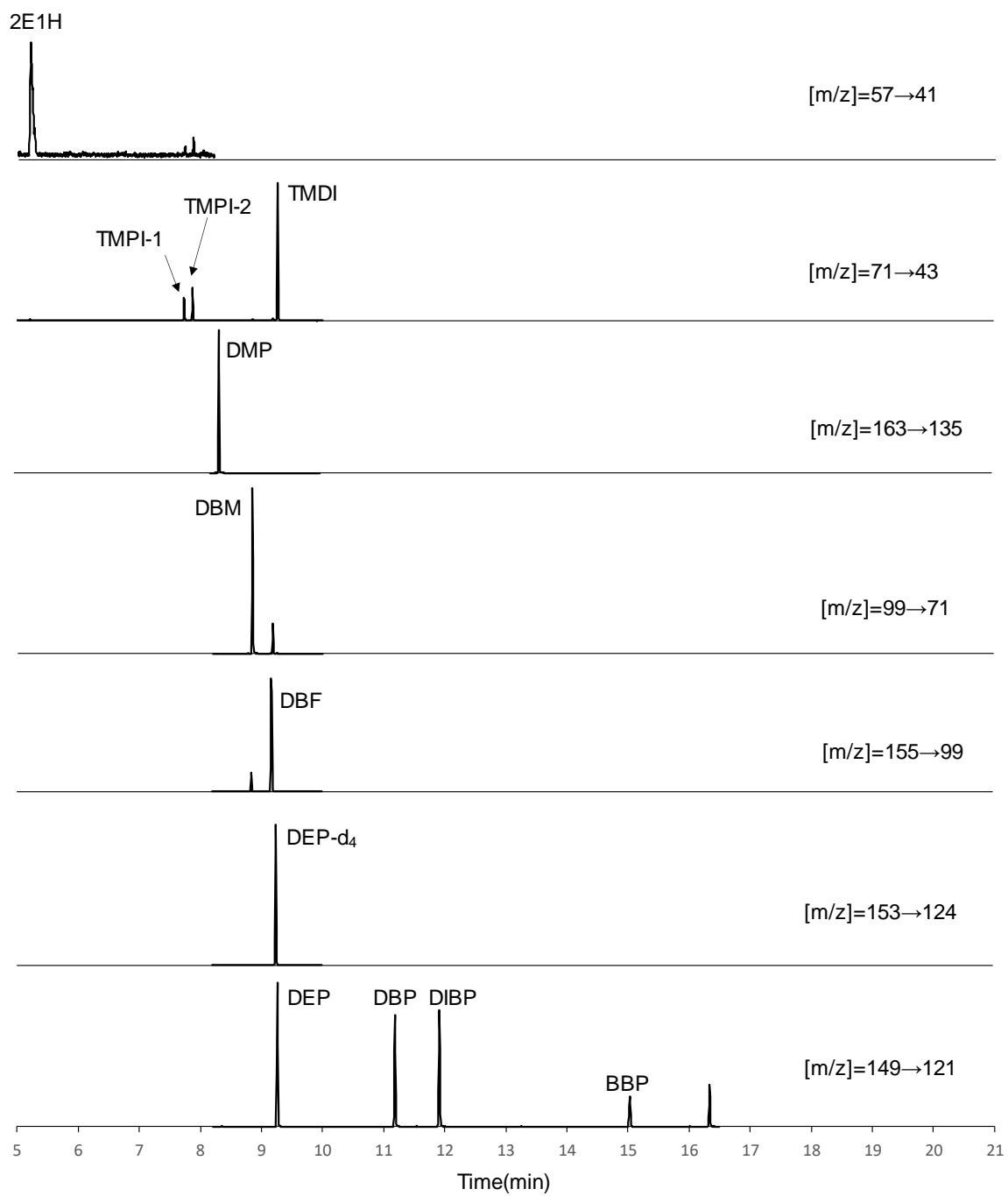


図2. 測定対象化合物のマスクロマトグラム (100 ng/mL)

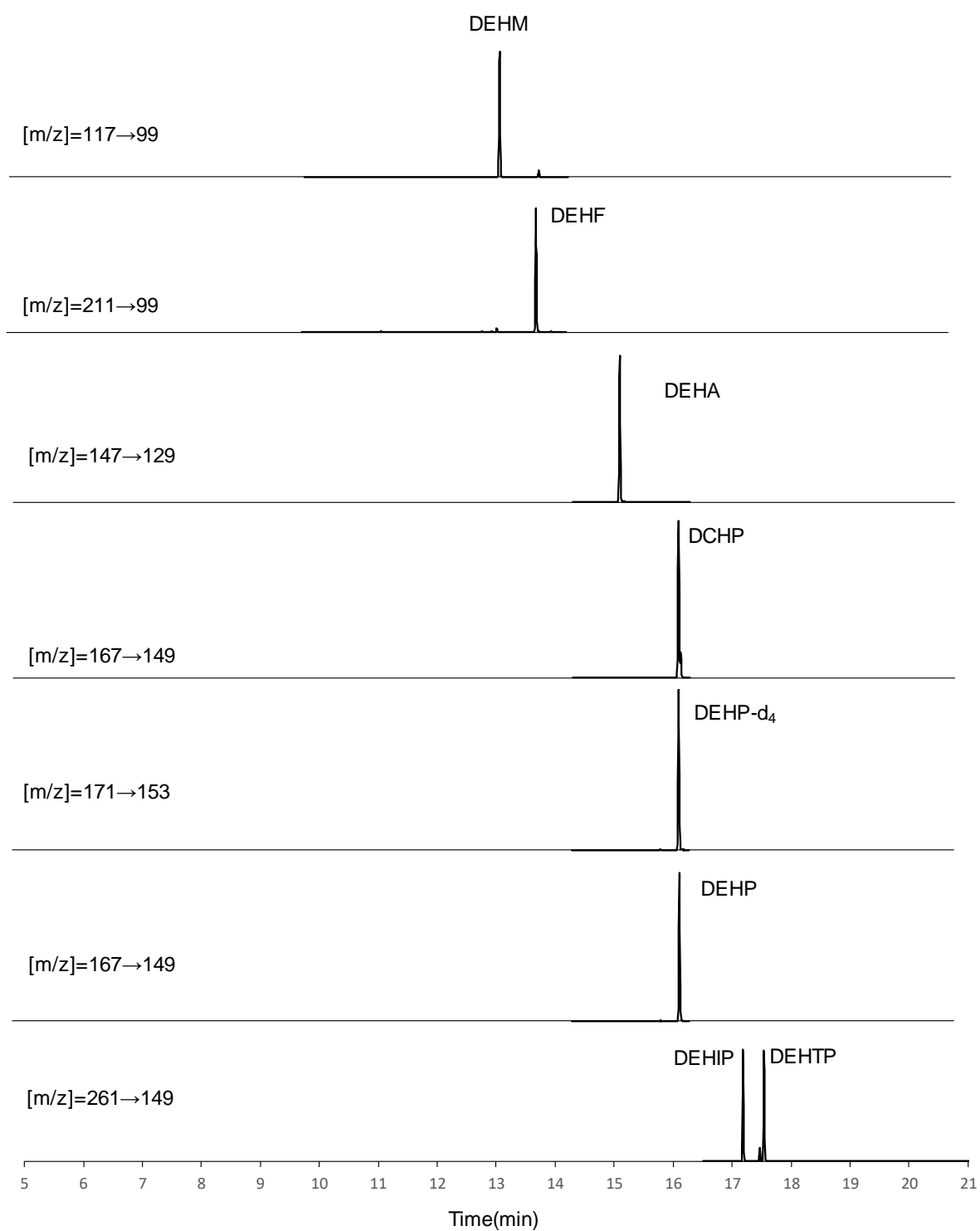


図2. 測定対象化合物のマスキロマトグラム (100 ng/mL) (続き)

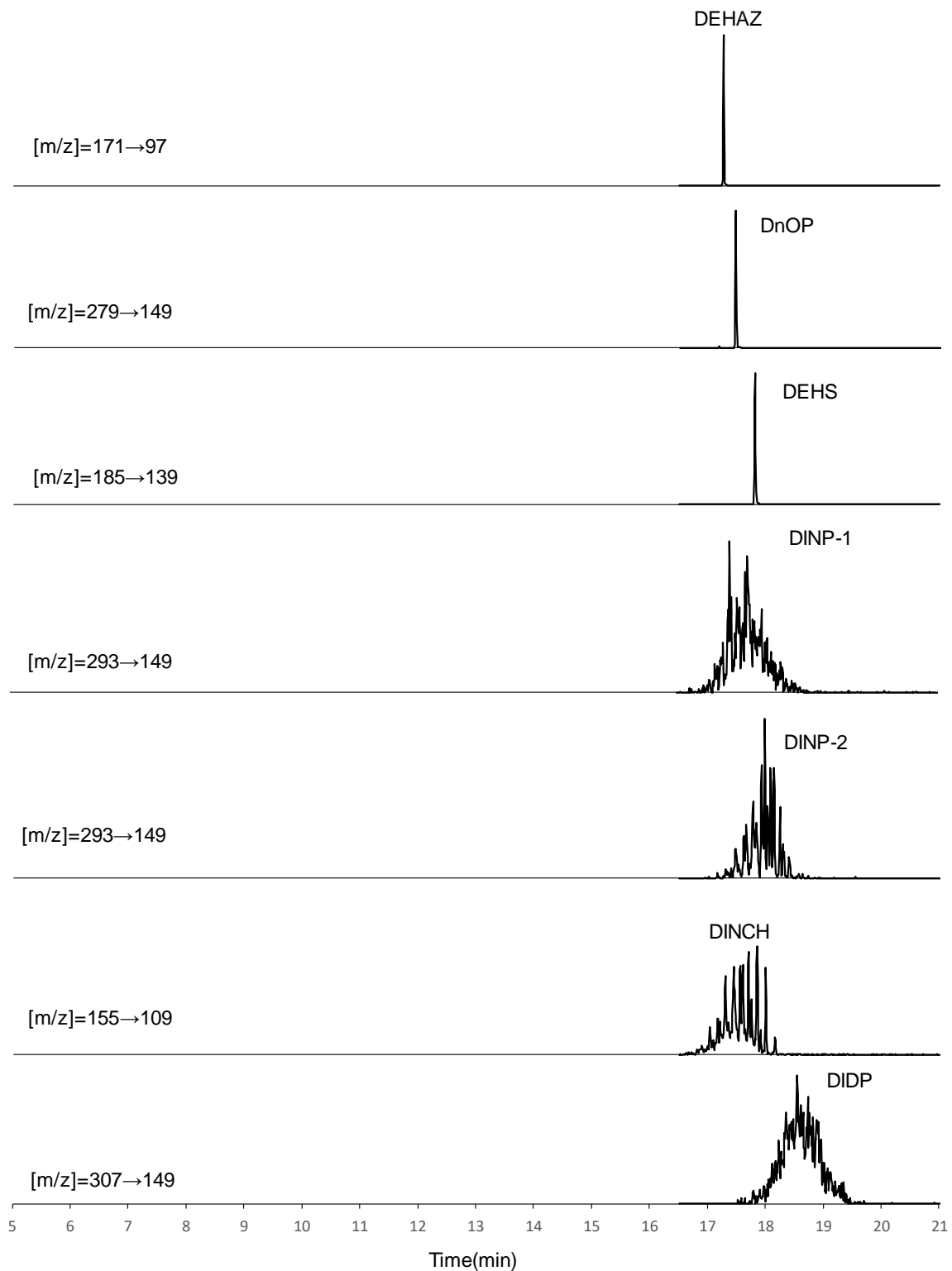


図2. 測定対象化合物のマスキロマトグラム (100 ng/mL) (続き)



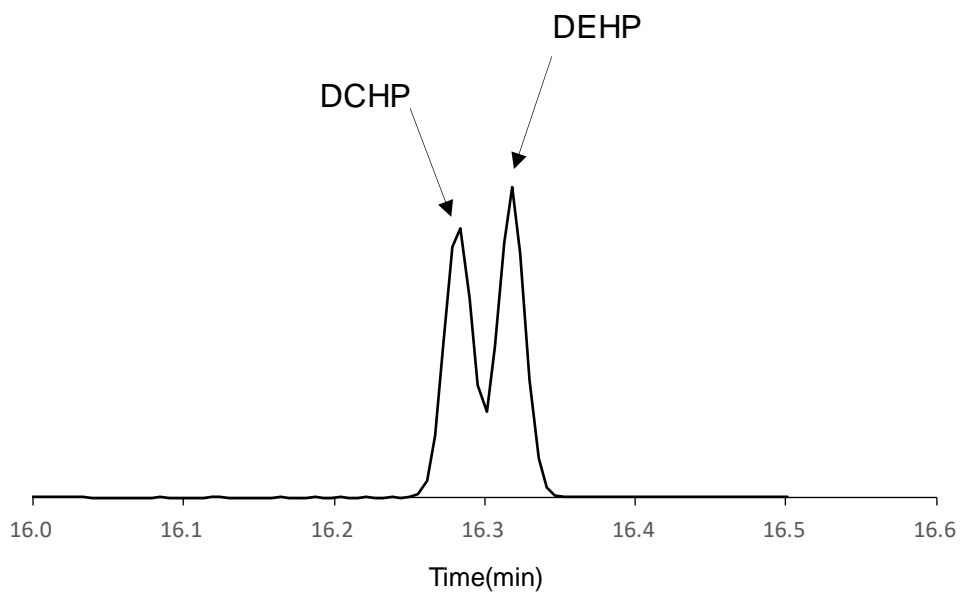


図3. DCHPおよびDEHPの分離状況 (100 ng/mL)