

### 3. 添加回収試験

食品衛生法において用いられている乾式灰化法と今回検討するマイクロウエーブ分解法の両者で試験溶液の調製を行い、結果を比較検討した。なお、試料 No. 3 は、充填剤として硫酸バリウムが大量に含有されていたため、Ba を除く 6 元素を測定対象とした。また、各元素の添加量は、Ba 以外の 6 元素は材質中 4  $\mu\text{g/g}$ 、Ba は 44  $\mu\text{g/g}$  とした。乾式灰化法では、Hg は揮散することが予想されたため添加しなかった。

#### 1) 乾式灰化法

材質の異なる 4 種の試料（試料 No. 3、5、6 及び 8）に標準溶液を添加し、Cd 及び Pb の公定法である乾式灰化法-1 及び Ba の公定法である乾式灰化法-2 に従って試験溶液を調製して回収試験を行った。各元素の回収率を表 6 に示した。

乾式灰化法においても、後に述べるマイクロウエーブ分解法と同様に絶対検量線法では回収率が高くなる傾向がみられ、Cr と As については CCT モードによる効果は認められなかった。そのため、より良好な STD モードの内部標準法の回収率をもとに、以下のように検討を加えた。

試料 No. 5、6 及び 8 については、Cd、Pb 及び Ba の回収率は 86~106% とそれぞれの公定法において良好な結果が得られた。

しかし、試料 No. 3 については、Cd の回収率は 73~77% とやや低く、Pb の回収率は 26~28% と非常に低かった。標準溶液の添加量を規格値である 100  $\mu\text{g/g}$  とした場合も Pb の回収率は 25% で改善はみられなかった。

試料 No. 3 には充填剤として硫酸バリウムが使用されていた。硫酸バリウムの添加量を確認するため、Ba 量を乾式灰化法-2 により定量したところ 74 mg/g (7.4%) であった。しかしながら、これは溶解している

Ba のみの濃度であり、実際には試験溶液に白色沈殿が多量に残存しており、それが不溶性の硫酸バリウムであると推測されたことから、実際のバリウム添加量ははるかに高いと考えられた。

そこで、試料 No. 3 の灰分を JIS K 7250-1 : 2006 (プラスチック-灰分の求め方-第一部：通則) に準じて測定した結果、灰分は 19% であった。さらに蛍光 X 線分析装置により灰化試料の定性分析を行ったところ、灰化前と同様のスペクトルが得られたことから、試料 No. 3 には最大 19% の硫酸バリウムが含有されていると考えられた。

乾式灰化法-1 では、試料中に Ba が存在すると、硫酸を加えることにより生成する硫酸バリウムに硫酸鉛が吸着して Pb の回収率が大幅に低下するが、灰化後に塩酸処理することによって硫酸鉛が可溶性の塩化鉛になり硫酸バリウム沈殿から遊離し、良好な回収率が得られることが報告されている<sup>7,8)</sup>。しかしながら、No. 3 の試料には硫酸バリウムが最大 19% と多量に含まれていることから、塩酸処理を行っても硫酸鉛は硫酸バリウムに吸着したまま遊離せず、回収率が低くなったと考えられた。

また、As は試料 No. 3、5 及び 8 で検出されたが、回収率は 54% 以下と低かった。昇華点 (613°C) が低いことから、灰化時に揮散したと考えられた。Ag は試料 No. 3 を除いて乾式灰化法-1 を用いて測定した場合は、回収率が 20% 未満と非常に低かった。しかし、乾式灰化法-2 を用いて測定した試料 No. 8 では 70% 程度の回収率が得られたことから、乾式灰化法-1 では塩酸処理により硝酸不溶性の塩化銀が生成されるため回収率が低下したと考えられた。試料 No. 3 は多量に含まれる硫酸バリウムによって塩化銀の生成がやや抑制され、50% 程度回収できたと推測された。

一方、Cr はどの試料でも回収率 69～100%と比較的良好であった。

以上より乾式灰化法では、Cd、Ba 及び Cr は良好な結果が得られるが、As や Ag は回収率が低く、Pb は硫酸バリウムを多く含む試料で回収率が非常に低くなることが確認された。

## 2) マイクロウェーブ分解法

多様なマトリックスを有する試料 No. 1～8 に標準溶液を添加し、回収試験を行った。試料 No. 1 からは Cr が  $3.2 \mu\text{g/g}$  検出されたため、それを差し引いて Cr の回収率を算出した。各元素の回収率を表 7 に示した。

STD モードで測定した Cd、Pb、Ba 及び Ag は、内部標準元素を用いない絶対検量線法では、回収率が 93～139% と 120% を超えるものもあり、数値が高くなる傾向がみられた。一方、内部標準元素を用いた場合にはいずれの元素も 81～113% とほぼ良好な結果が得られた。これより、内部標準元素による補正は有効であると考えられた。

検討した各元素 2 種類の測定質量数や 2 種類の内部標準元素に大きな差はなく、どちらを用いても測定可能であった。また表には記載していないが、Cd の内部標準元素を Tl または Bi としても、Pb の内部標準元素を Y または In としても、良好な回収率が得られ、Cd と Pb は同一の内部標準元素を用いて定量することも可能であった。しかし、各元素の感度は、試験溶液中のマトリックスや機器の状態（コーンやトーチの汚れなど）によって変動することから、できるだけ質量数の近い内部標準元素を用いて補正することが望ましいと考えられた<sup>1)</sup>。

Cr は、絶対検量線法においては、CCT モードは STD モードより回収率がやや低くなるものの、試料 No. 5～7 の回収率は 120% を超えて高く、これらは内部標準元素により補正をしても変わらなかった。一方、STD

モードの内部標準法は Y、In とともに 84～114% と良好な回収率が得られた。そこで、Cr は前述の元素と同様に STD モードで測定し、内部標準法により定量するほうが良いと考えられた。

一方、As は、STD モードの絶対検量線法ではやや高い値となつたが、STD モードの内部標準法や CCT モードではいずれも 70～106% と良好な結果が得られた。2 種類の内部標準元素はどちらを用いても測定可能であった。

Hg は、大部分の試料で絶対検量線法ではやや高いものの、内部標準法では 90～107% と良好な結果が得られた。しかし、試料 No. 3 のみ回収率が 20% 程度と極めて低く、ばらつきも大きかった。試験溶液中に共存する多量の Ba が Hg のイオン化を妨害した可能性が考えられたため、試料 No. 3 の試料分解溶液に Hg 標準溶液を添加し、回収率を求めた。その結果、80% 程度の回収率が得られたことから、ICP-MS におけるイオン化の妨害が主要な原因ではなく、Hg が試料中の硫酸バリウムに吸着されたため回収率が低下したものと推測された。

これ以外のすべての試料において STD モードの内部標準法で良好な回収率が得られたことから、試料中の着色料や充填剤等に由来する Si、Ca 及び Ti や PVC、PVDC のポリマーに由来する Cl 等のマトリックスの影響は内部標準元素により補正ができると考えられた。

なお、本法による各元素の材質中の定量下限値は、Cr、As、Ag、Cd 及び Pb で  $1 \mu\text{g/g}$ 、Hg で  $2 \mu\text{g/g}$ 、Ba で  $10 \mu\text{g/g}$  である。Cd 及び Pb は規格値 ( $100 \mu\text{g/g}$ ) の  $1/100$ 、As は規格値 ( $2 \mu\text{g/g}$ ) の  $1/2$ 、Ba は規格値 ( $100 \mu\text{g/g}$ ) の  $1/10$  まで測定可能であった。

#### 4. 硫酸バリウムの鉛に及ぼす影響

乾式灰化法-1 では、硫酸バリウムを多量に含む PP (試料 No. 3) における Pb の回収率が非常に低かった。しかし、マイクロウェーブ分解法を用いることにより、良好な結果が得られることがわかった。

乾式灰化法-1 では、試料 No. 3 に多量に含まれている硫酸バリウムが Pb を吸着し、塩酸処理をしても遊離されなかつたため、回収率が低くなつたと考えられた。マイクロウェーブ分解法でも同様に硫酸バリウムが Pb を吸着し、回収率が低くなることが予想されたが、得られた回収率は 90% 以上と良好であった。

乾式灰化法-1 で回収率が低くなつた要因を検討するために、方法の比較を行つた。マイクロウェーブ分解法では、試料に硝酸を加えてマイクロウェーブで分解し、定容・希釀をして ICP-MS に供している。乾式灰化法-1 とは、灰化時に硫酸を使用しない点、灰化後に塩酸処理をしない点、蒸発乾固しない点が異なる。先にも述べたが、試料 No. 3 はもともと硫酸バリウムを含んでいるため、灰化時の硫酸による影響はないと考えられる。また、灰化後の塩酸処理は、Pb を硫酸バリウム沈殿から遊離させるための操作であるため、回収率の低下にはつながらない。したがつて、蒸発乾固操作が Pb の回収率低下に関与している可能性が考えられた。

そこで、蒸発乾固操作が回収率に影響を及ぼしている可能性が高いことから、同試料をマイクロウェーブで分解後、試料溶液を一旦蒸発乾固し、乾式灰化法-1 と同様に塩酸 (1→2) 5 mL を加えて再び蒸発乾固した後、定容・希釀して測定した。その結果、Pb の回収率は 45% と低くなり、蒸発乾固操作が回収率を低下させることができた。マイクロウェーブ分解後に多量の白色沈殿

が見られたことから、この沈殿を除いた後に蒸発乾固操作を行えば回収率が改善すると考え、白色沈殿をろ過した後に蒸発乾固し、定容・希釀して測定した。その結果、回収率は 61% と改善したものの大さなバラつきがみられた ( $n=2$ 、49% 及び 73%)。蒸発乾固した際に新たに沈殿が析出したことから、この沈殿に Pb が吸着し、沈殿の生成量や吸着量などにより回収率がばらついたと考えられた。

以上より、硫酸バリウムを含む試料の場合は蒸発乾固操作を除く必要があり、試料をマイクロウェーブで分解した後に蒸発乾固操作なしで感度のよい ICP-MS で測定することで、良好な回収率が得られることがわかった。

#### 5. GFAAS 法への適用

上記のように公定法の問題点を改善するためには、今回検討した ICP-MS 法の導入が望まれる。しかしながら、ICP-MS を保有していない場合には、比較的感度がよい電気加熱方式原子吸光分析法 (GFAAS 法) を適用することで、蒸発乾固操作を除くことができる。

そこで、GFAAS 法が適用可能か検討した。すなわち、試料 No. 3 に標準溶液を添加し、マイクロウェーブ分解法で試験溶液を調製後、GFAAS により Pb 及び Cd を測定し、回収率を求めた。Cd の感度は ICP-MS とほぼ同等であるが、Pb の感度は ICP-MS に比べて 10 倍以上劣るため、標準溶液の添加濃度を 10 倍高い 40  $\mu\text{g/g}$  (材質中濃度) とした。その結果、Pb 及び Cd の回収率はそれぞれ  $94 \pm 0.4\%$  及び  $103 \pm 0.2\%$  ( $n=3$ ) と良好であり、蒸発乾固操作を除くことで GFAAS 法でも硫酸バリウムを多量に含む試料の Pb 及び Cd が測定可能であることが確認された。

GFAAS 法では Pb 及び Cd の定量下限値はそれぞれ材質中  $10 \mu\text{g/g}$  及び  $1 \mu\text{g/g}$  であり、規格値の  $1/10$  及び  $1/100$  まで測定可能であった。ただし、GFAAS 法は ICP-MS 法と異なり、Pb と Cd を同時に測定することはできない。

#### D. 結論

各種合成樹脂に含まれる有害金属の ICP-MS による分析法の検討を行い、前処理法についてはマイクロウェーブ分解法と乾式灰化法を比較した。マトリックスの影響を検討するため、対象試料は含有元素が異なる PP、PE、PS、PET、PVC 及び PVDC 製の計 8 試料、測定元素は As、Cr、Ag、Cd、Ba、Hg 及び Pb の 7 元素とし、添加回収試験を行った。

マイクロウェーブ分解法では、硫酸バリウムを多量に含んだ PP の Hg を除き、いずれの元素も検量線用標準溶液と試料溶液の硝酸濃度を一致させること、また内部標準元素による補正をすることで、良好な回収率が得られた。また、乾式灰化法では硫酸バリウムにより Pb 回収率が非常に低かった試料においてもマイクロウェーブ分解法では良好な回収率が得られた。

以上より、合成樹脂をマイクロウェーブで分解したのち ICP-MS で測定する方法は、現行の公定法と比べ非常に迅速であり、Pb における回収率の問題点も解決でき、多元

素一斉分析であるため健康危機管理の観点からも有用であると考えられる。また、マイクロウェーブ分解法は電気加熱方式原子吸光分析法 (GFAAS 法) にも適用可能であった。

#### E. 参考文献

- 1) 木村和彦 : ぶんせき、2、94-95 (2010)
- 2) 野々瀬菜穂子 : Journal of the Mass Spectrometry Society of Japan、45(1)、77-89 (1997)
- 3) 環境省 : 大気中微小粒子状物質 ( $\text{PM}_{2.5}$ ) 測定方法暫定マニュアル (改訂版)、第 5 章【3】金属成分の酸分解法による多元素同時測定法 (ICP-MS 法) (2007)
- 4) 日本工業規格、JIS K 0133 高周波プラズマ質量分析通則 (2007)
- 5) 吉村悦郎、田口正 : 地球環境、13、219-225 (2008)
- 6) 高久雄一 : 環境化学、20(1)、45-49 (2010)
- 7) 鎌田国広、金子令子、船山惠市、羽石奈穂子 : 平成13年度厚生科学研究「食品用器具・容器包装等の安全性確保に関する研究」総括・分担報告書、141-151 (2002)
- 8) 金子令子、船山惠市、羽石奈穂子、鎌田国広 : 食品衛生学雑誌、45(1)、29-34 (2004)

表1 食品衛生法による合成樹脂製器具・容器包装の材質試験の規格値

元素	対象	規格値
Cd Pb	すべての合成樹脂製品	各100 $\mu\text{g/g}$ 以下
Ba	ポリ塩化ビニリデン製品	100 $\mu\text{g/g}$ 以下
As	乳等の容器包装	2 ppm以下 (As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> として)

表2 検討した試料及びそれらの蛍光X線分析法による含有元素

No.	試料	材質 <sup>*1</sup>	含有元素 <sup>*2</sup>									
			Si	S	Cl	Ca	Ti	Fe	Cu	Zn	Sr	Ba
1	保存容器	PP	++	-	-	+	++	+	-	+	-	-
2	保存容器	PP	-	-	-	-	-	-	-	+	-	-
3	食器	PP	-	++	-	-	-	-	-	-	++	+++
4	保存袋	PE	-	-	-	-	+++	-	+	+	-	-
5	コップ	PS	-	-	-	++	++	-	-	+	-	-
6	コップ	PET	-	-	-	-	-	-	-	+	-	-
7	ラップフィルム	PVC	-	-	+++	-	-	-	-	+	-	-
8	ラップフィルム	PVDC	-	-	+++	-	-	-	-	-	-	-

\*1 : PP : ポリプロピレン、PE : ポリエチレン、PS : ポリスチレン、PET : ポリエチレンテレフタート、  
PVC : ポリ塩化ビニル、PVDC : ポリ塩化ビニリデン

\*2 : 蛍光X線で検出された元素（積分強度、+++ : 1万以上、++ : 2000~1万、+ : 100~2000、- : 100未満）

表3 ICP-MS法における各元素の測定質量数、検量線範囲及び定量下限

元素	質量数 (m/z)	内部標準元素 (質量数m/z)	検量線範囲 (ng/mL)	定量下限 (ng/mL)
Cr	52	なし		
		Y (89)	0.5 ~ 10	0.5
	52 <sup>*1</sup>	In (115)		
		なし		
As	75	Y (89)	0.5 ~ 10	0.5
		Te (125)		
	75 <sup>*1</sup>	なし		
		Y (89 <sup>*1</sup> )	0.5 ~ 10	0.5
Ag	107	Te (128 <sup>*1</sup> )		
		なし		
	109	Y (89)	0.5 ~ 5	0.5
		In (115)		
Cd	111	なし		
		Y (89)	0.5 ~ 10	0.5
	114	In (115)		
		なし		
Ba	137	Y (89)	5 ~ 50	5
		In (115)		
	138	なし		
		Y (89)	5 ~ 100	5
Hg	200	In (115)		
		なし		
	202	Tl (205)	1 ~ 5	1
		Bi (209)		
Pb	207	なし		
		Tl (205)	0.5 ~ 10	0.5
	208	Bi (209)		
		なし		
	208	Tl (205)	0.5 ~ 10	0.5
		Bi (209)		

\*1 : CCTモード（その他はSTDモード）

表4 GFAAS法における昇温プログラム

元素	ステップ	温度 (°C)	昇温時間 (s)	保持時間 (s)	Ar流量 (mL/min)
Cd	1	110	1	30	250
	2	130	15	30	250
	3	500	10	20	250
	4	1500	0	5	50
	5	2450	1	3	250
Pb	1	130	1	29	250
	2	150	5	25	250
	3	900	10	20	250
	4	1800	0	4	0
	5	2500	1	3	250

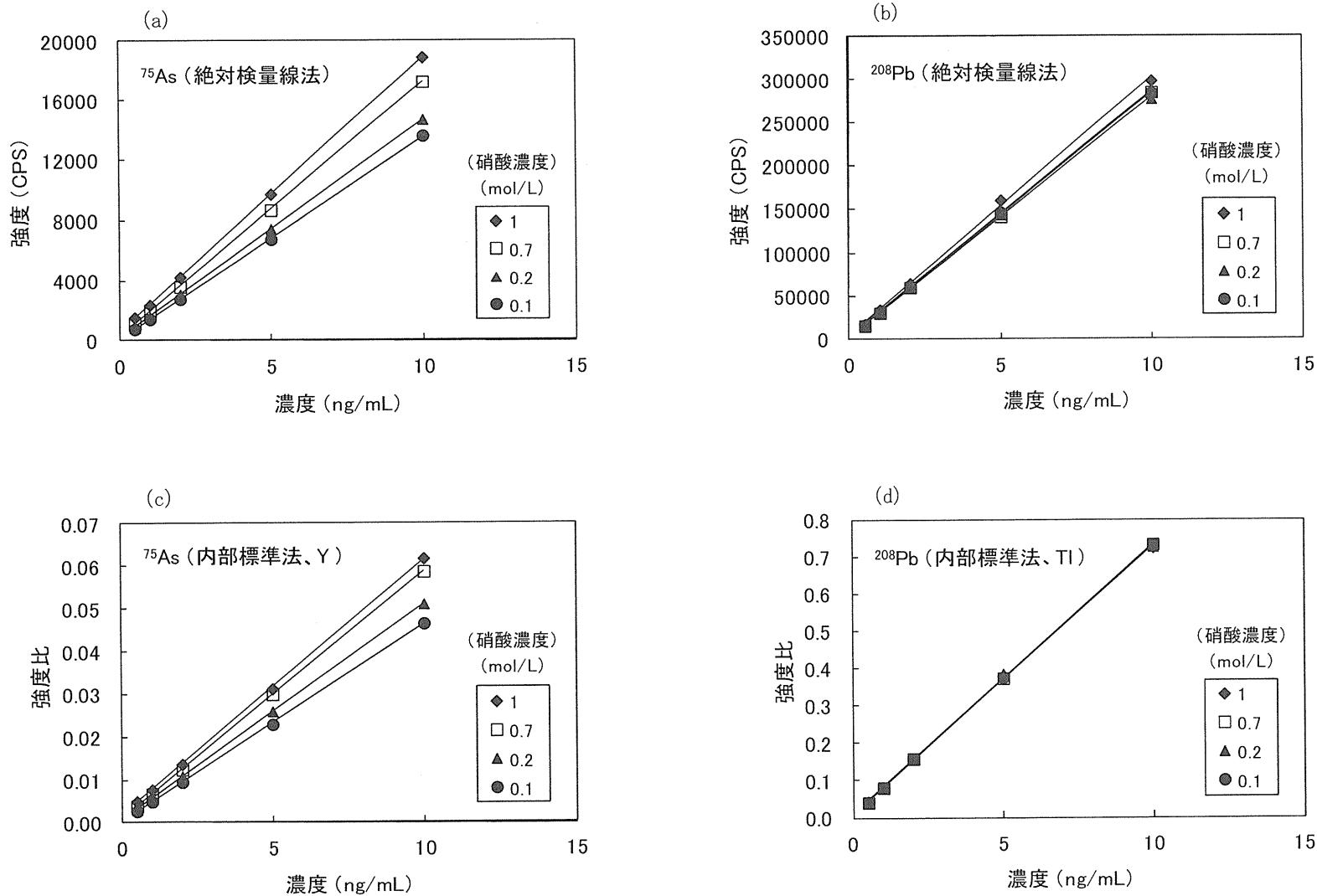


図1 ICP-MS法 (STDモード) によるAs及びPbの検量線

表5 標準試料の表示値に対する定量値の割合(%)

元素	質量数 (m/z)	内部標準 元素	表示値 (mg/kg)	試験溶液の硝酸濃度 (mol/L)			
				0.1	0.2	0.7	1
Cr	52	なし	114.6	111	108	104	105
		Y		103	105	102	104
		In		102	106	103	103
	52 <sup>*1</sup>	なし		109	105	102	104
		Y <sup>*1</sup>		99	101	99	101
		In <sup>*1</sup>		101	103	101	103
As	75	なし	30.9	80	84	90	90
		Y		88	84	90	90
		Te		84	93	90	92
	75 <sup>*1</sup>	なし		86	89	91	93
		Y <sup>*1</sup>		89	88	88	93
		Te <sup>*1</sup>		94	96	91	92
Cd	111	なし	140.8	96	98	101	98
		Y		101	99	101	99
		In		102	100	100	100
	114	なし		93	93	98	94
		Y		99	94	98	95
		In		99	96	98	96
Ba	137	なし	2718	100	104	103	100
		Y		96	104	105	100
		In		97	107	106	102
	138	なし		107	104	104	101
		Y		103	105	105	101
		In		104	107	107	103
Hg	200	なし	25.3	97	98	99	97
		Tl		95	89	90	85
		Bi		95	90	91	87
	202	なし		100	101	101	100
		Tl		98	92	93	87
		Bi		98	93	93	89
Pb	207	なし	107.6	95	102	103	102
		Tl		104	104	103	104
		Bi		103	105	103	102
	208	なし		92	99	101	100
		Tl		102	101	101	102
		Bi		100	102	102	101

\*1 : CCTモード (その他はSTDモード)

表6 乾式灰化法による添加回収試験結果(%)

元素	質量数 (m/z)	内部標準 元素	試料No. (材質)				
			3 (PP)	5 (PS)	6 (PET)	8 (PVDC)	8 (PVDC) *1
Cr	52	なし	111 ± 1	121 ± 3	84 ± 11	110 ± 2	92 ± 3
		Y	82 ± 3	96 ± 3	69 ± 8	93 ± 3	81 ± 2
		In	86 ± 1	100 ± 1	70 ± 8	95 ± 3	84 ± 3
	52*2	なし	104 ± 2	114 ± 3	73 ± 10	99 ± 2	81 ± 2
		Y*2	84 ± 2	107 ± 3	75 ± 10	104 ± 2	89 ± 2
		In*2	105 ± 2	132 ± 4	88 ± 10	119 ± 3	102 ± 2
As	75	なし	54 ± 0	64 ± 8	<20	<20	29 ± 7
		Y	41 ± 2	52 ± 8	<20	<20	28 ± 6
		Te	43 ± 0	54 ± 6	<20	<20	27 ± 7
	75*2	なし	44 ± 1	54 ± 7	<20	<20	28 ± 5
		Y*2	36 ± 1	50 ± 6	<20	<20	30 ± 5
		Te*2	45 ± 1	62 ± 8	<20	<20	34 ± 6
Ag	107	なし	62 ± 1	<20	<20	<20	78 ± 3
		Y	46 ± 1	<20	<20	<20	70 ± 2
		In	48 ± 1	<20	<20	<20	71 ± 2
	109	なし	62 ± 1	<20	<20	<20	78 ± 3
		Y	46 ± 1	<20	<20	<20	69 ± 3
		In	48 ± 1	<20	<20	<20	71 ± 3
Cd	111	なし	97 ± 4	115 ± 2	119 ± 2	117 ± 1	77 ± 2
		Y	73 ± 5	93 ± 6	100 ± 1	100 ± 1	69 ± 2
		In	77 ± 3	97 ± 3	103 ± 1	103 ± 1	71 ± 2
	114	なし	97 ± 4	114 ± 2	116 ± 2	115 ± 1	75 ± 2
		Y	73 ± 5	92 ± 5	97 ± 0	98 ± 1	68 ± 2
		In	77 ± 2	96 ± 2	100 ± 1	101 ± 1	70 ± 2
Ba	137	なし	—*3	114 ± 2	112 ± 1	108 ± 1	88 ± 6
		Y	—*3	91 ± 4	93 ± 2	90 ± 2	91 ± 6
		In	—*3	96 ± 0	95 ± 2	93 ± 2	91 ± 5
	138	なし	—*3	132 ± 2	127 ± 1	120 ± 4	83 ± 6
		Y	—*3	107 ± 4	106 ± 1	101 ± 4	86 ± 6
		In	—*3	115 ± 0	110 ± 2	105 ± 4	86 ± 5
Pb	207	なし	27 ± 1	114 ± 1	107 ± 1	105 ± 1	82 ± 3
		Tl	27 ± 1	105 ± 1	101 ± 2	103 ± 1	81 ± 1
		Bi	26 ± 1	106 ± 1	102 ± 2	103 ± 2	82 ± 1
	208	なし	28 ± 1	112 ± 1	105 ± 1	104 ± 1	81 ± 3
		Tl	28 ± 1	103 ± 1	100 ± 2	101 ± 1	80 ± 1
		Bi	27 ± 1	104 ± 1	101 ± 2	102 ± 2	81 ± 1

\*1 : 乾式灰化法-2により試験溶液を調製した(その他の試料は乾式灰化法-1を用いた)

\*2 : CCTモード(その他はSTDモード)

\*3 : 試料中のBa含量が多かったため、添加回収率は算出せず

添加濃度は材質中4μg/gとした(ただし、Baのみ材質中44μg/g)

回収率は3試行の平均値±SD

表7 マイクロウェーブ分解法による添加回収試験結果(%)

元素	質量数 (m/z)	内部標準 元素	試料No. (材質)							
			1 (PP)	2 (PP)	3 (PP)	4 (PE)	5 (PS)	6 (PET)	7 (PVC)	8 (PVDC)
Cr	52	なし	96 ± 2	103 ± 4	123 ± 12	126 ± 12	133 ± 3	135 ± 2	131 ± 2	119 ± 11
		Y	84 ± 3	103 ± 3	88 ± 8	97 ± 10	103 ± 2	106 ± 2	102 ± 3	114 ± 10
		In	85 ± 3	102 ± 2	88 ± 9	98 ± 10	103 ± 2	107 ± 2	102 ± 3	110 ± 9
	52 <sup>*1</sup>	なし	97 ± 2	100 ± 5	119 ± 11	119 ± 11	125 ± 2	126 ± 1	122 ± 1	118 ± 7
		Y <sup>*1</sup>	87 ± 2	102 ± 3	79 ± 7	117 ± 11	120 ± 5	120 ± 2	119 ± 2	119 ± 11
		In <sup>*1</sup>	92 ± 3	106 ± 4	96 ± 9	123 ± 12	130 ± 5	128 ± 2	127 ± 1	123 ± 14
As	75	なし	96 ± 1	95 ± 0	117 ± 9	108 ± 2	103 ± 2	126 ± 1	130 ± 1	126 ± 6
		Y	88 ± 1	96 ± 1	87 ± 6	85 ± 2	81 ± 2	100 ± 1	101 ± 1	104 ± 7
		Te	88 ± 1	93 ± 1	90 ± 6	84 ± 1	79 ± 2	100 ± 1	105 ± 1	106 ± 5
	75 <sup>*1</sup>	なし	89 ± 2	91 ± 1	105 ± 7	87 ± 1	86 ± 2	104 ± 1	96 ± 1	93 ± 2
		Y <sup>*1</sup>	85 ± 2	93 ± 1	70 ± 5	85 ± 1	83 ± 3	100 ± 1	94 ± 0	97 ± 5
		Te <sup>*1</sup>	89 ± 2	94 ± 0	82 ± 5	88 ± 1	87 ± 3	105 ± 0	103 ± 0	105 ± 4
Ag	107	なし	95 ± 1	93 ± 1	106 ± 4	113 ± 1	116 ± 1	117 ± 1	112 ± 3	108 ± 1
		Y	91 ± 1	94 ± 1	81 ± 4	89 ± 1	92 ± 1	94 ± 1	89 ± 3	91 ± 2
		In	93 ± 2	94 ± 1	82 ± 4	90 ± 1	94 ± 1	96 ± 0	91 ± 3	93 ± 4
	109	なし	95 ± 1	93 ± 1	106 ± 4	113 ± 1	116 ± 2	116 ± 1	112 ± 3	108 ± 1
		Y	91 ± 2	94 ± 1	81 ± 3	89 ± 1	91 ± 1	94 ± 0	89 ± 3	90 ± 2
		In	93 ± 2	94 ± 1	82 ± 3	90 ± 1	93 ± 1	95 ± 0	90 ± 3	93 ± 3
Cd	111	なし	106 ± 1	102 ± 1	117 ± 7	126 ± 5	131 ± 2	127 ± 0	127 ± 1	121 ± 2
		Y	100 ± 0	103 ± 1	89 ± 6	98 ± 4	103 ± 1	101 ± 2	100 ± 2	101 ± 4
		In	101 ± 1	102 ± 1	89 ± 6	99 ± 5	104 ± 1	103 ± 1	102 ± 2	103 ± 5
	114	なし	103 ± 1	103 ± 1	114 ± 7	122 ± 5	126 ± 2	127 ± 0	128 ± 1	121 ± 1
		Y	97 ± 1	103 ± 0	86 ± 6	95 ± 5	99 ± 1	101 ± 2	100 ± 2	100 ± 3
		In	99 ± 1	102 ± 1	87 ± 6	96 ± 5	100 ± 1	102 ± 1	102 ± 2	103 ± 5
Ba	137	なし	109 ± 1	102 ± 1	— <sup>*2</sup>	110 ± 3	122 ± 2	124 ± 1	120 ± 1	118 ± 3
		Y	101 ± 1	100 ± 0	— <sup>*2</sup>	86 ± 1	96 ± 1	97 ± 1	94 ± 2	96 ± 1
		In	103 ± 2	100 ± 0	— <sup>*2</sup>	88 ± 1	97 ± 1	98 ± 1	96 ± 1	99 ± 1
	138	なし	106 ± 0	98 ± 1	— <sup>*2</sup>	131 ± 9	139 ± 2	133 ± 1	131 ± 2	130 ± 3
		Y	99 ± 1	96 ± 0	— <sup>*2</sup>	103 ± 6	110 ± 1	105 ± 1	104 ± 2	107 ± 1
		In	103 ± 1	96 ± 0	— <sup>*2</sup>	106 ± 6	113 ± 1	107 ± 1	107 ± 2	110 ± 1
Hg	200	なし	93 ± 1	105 ± 1	24 ± 5	93 ± 1	94 ± 2	127 ± 3	115 ± 0	123 ± 1
		Tl	91 ± 2	106 ± 1	21 ± 5	91 ± 2	92 ± 1	101 ± 4	95 ± 2	104 ± 3
		Bi	91 ± 2	106 ± 2	21 ± 5	90 ± 2	92 ± 1	100 ± 3	95 ± 2	103 ± 3
	202	なし	97 ± 0	106 ± 1	25 ± 6	97 ± 1	98 ± 3	127 ± 4	116 ± 1	125 ± 1
		Tl	95 ± 2	107 ± 0	22 ± 6	95 ± 2	96 ± 1	100 ± 3	96 ± 2	105 ± 3
		Bi	96 ± 1	107 ± 1	22 ± 6	94 ± 1	96 ± 1	100 ± 3	96 ± 1	104 ± 3
Pb	207	なし	108 ± 1	105 ± 2	111 ± 6	117 ± 3	128 ± 3	118 ± 0	123 ± 2	115 ± 6
		Tl	104 ± 1	102 ± 1	90 ± 6	99 ± 3	108 ± 2	101 ± 0	102 ± 1	103 ± 2
		Bi	105 ± 1	102 ± 1	92 ± 6	99 ± 3	109 ± 2	101 ± 1	104 ± 2	104 ± 1
	208	なし	107 ± 1	104 ± 2	111 ± 6	116 ± 3	127 ± 3	117 ± 0	122 ± 2	114 ± 6
		Tl	103 ± 1	102 ± 0	90 ± 5	99 ± 2	108 ± 2	101 ± 0	102 ± 1	102 ± 2
		Bi	104 ± 1	102 ± 0	92 ± 6	98 ± 3	108 ± 2	101 ± 1	103 ± 2	103 ± 1

\*1: CCTモード(その他はSTDモード)

\*2: 試料中のBa含量が多かったため、添加回収率は算出せず

添加濃度は材質中4μg/gとした(ただし、Baのみ材質中44μg/g)

回収率は3試行の平均値±SD

F. 健康危害情報  
なし

G. 研究発表

1. 論文発表

- 1) 金子令子、羽石奈穂子、河村葉子：塩素系ゴムの2-メルカプトイミダゾリン分析法の改良、食品衛生学雑誌、**53**、52-56 (2012)

2. 学会発表

- 1) 山田恵理奈、服部靖子、井之上浩一、大野浩之、阿部 裕、日野知証、岡 尚男、河村葉子：ポリ塩化ビニル製ラップフィルム中の残存物質に関する検討、日本食品化学学会 第17回総会・学術大会 (2011.5)

2) 六鹿元雄、山口未来、阿部 裕、河村葉子：ラミネートフィルム中のイソシアネート類及びアミン類の分析、第102回 食品衛生学会学術講演会 (2011.9)

3) 大野浩之、六鹿元雄、河村葉子：ポリメタクリル酸メチル製食品用器具中の揮発性化合物の溶出量調査、日本食品衛生学会第102回学術講演会 (2011.9)

4) 阿部 裕、山口未来、六鹿元雄、梶山 浩、河村葉子：オーブン・電子レンジ用シリコーンゴム製調理器具中の残存物質、第 48 回 全国衛生化学技術協議会年会 (2011.11)

H. 知的財産権の出願・登録状況  
なし

## 研究成果の刊行に関する一覧表

### 雑誌

発表者氏名	論文タイトル名	発表誌名	巻号	ページ	出版年
六鹿元雄, 建部千絵, 平原嘉親, 河村葉子	洗浄剤中のメタノール試験法	食品衛生学 雑誌	53	28-32	2012
金子令子, 羽石奈穂子 河村葉子	塩素系ゴムの2-メルカプトイミダゾ リン分析法の改良	食品衛生学 雑誌	53	52-56	2012

