

<別添>

平成 28 年度 厚生労働科学研究費補助金（食品の安全確保推進研究事業）

**分担研究課題**  
**規格試験法の性能に関する研究**

**平成 28 年度**  
**試験室間共同試験**  
**計画書**

**フタル酸エステル材質試験**

**フタル酸エステル溶出試験**

平成 28 年 7 月 5 日

## A 目的

フタル酸エステルはポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂の可塑剤として汎用される化学物質の総称である。フタル酸エステルの一部には、胎児や乳幼児が多量の暴露を受けたときの毒性、特に生殖発生毒性が疑われている。そのため、食品衛生法では、おもちゃに対しては、「可塑化された材料からなる部分は、DBP、DEHP又はBBPを0.1%を超えて含有してはならない。」、「食品衛生法施行規則第78条第1号に規定するおもちゃ(9の目に規定する部分を除く。)には、DINPを原材料として用いたポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂を原材料として用いてはならない。」、「食品衛生法施行規則第78条第1号に規定するおもちゃのうち、乳幼児の口に接触することをその本質とする部分であって可塑化された材料からなる部分は、DIDP、DINP又はDNOPを0.1%を超えて含有してはならない。」と規制している。

一方、器具・容器包装に対しては、「油脂又は脂肪性食品を含有する食品に用いる器具又は容器包装には、フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)(DEHP)を含有するポリ塩化ビニル(PVC)を主成分とする合成樹脂を原材料として用いてはならない。ただし、DEHPが溶出又は浸出して食品に混和するおそれのないように加工されている場合はこの限りでない。」として、油脂または脂肪性食品用途のPVC製器具・容器包装へのDEHPの使用を禁止している。その試験法は通知(食基発第0802001号 平成14年8月2日)の別紙に記載されており、DEHPを使用していないことの確認を目的とした材質試験では、製造工程からのコンタミネーション等を考慮して、DEHPの含有量を0.1%以下(以降、含有限度値:0.1%とする)、溶出又は浸出しないことの確認を目的とした溶出試験では、試験操作における試薬、水、機器等からのコンタミネーションを考慮してヘプタンへのDEHPの溶出量を1ppm以下(以降、溶出限度値:1µg/mLとする)と規定している。また、平成21年6月8日の薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会において、DEHPと同様にPVCを主成分とする合成樹脂に使用される可能性があるフタル酸ジブチル(DBP)、フタル酸ベンジルブチル(BBP)、フタル酸ジ-*n*-オクチル(DNOP)、フタル酸ジイソノニル(DINP)及びフタル酸ジイソデシル(DIDP)についても、規制の必要性が審議され、改正を行うこととされた。これを受け、厚生労働省は食品安全委員会に対し、平成21年12月14日に6種のフタル酸エステルについての食品健康影響評価を要請し、平成25年2月~平成28年7月にかけて6種のフタル酸エステルの評価結果が厚生労働省に通知された。このような経緯から、今後、器具・容器包装においても6種のフタル酸エステルに規制が拡大される可能性が高い。

DEHPの材質試験については、器具・容器包装、おもちゃともに規制が行われているが、示されている試験法がやや異なる。そのため、器具・容器包装においてフタル酸エステルの規制が拡大された際は、器具・容器包装の試験法をおもちゃと同じ試験法に統一することが望ましい。また、現行の器具・容器包装の規制では、DEHPの含有量が0.1%を超える場合は溶出試験を実施する必要があるが、溶出試験については試験室間共同試験が実施されておらず、規格試験としての真度や精度などの性能評価は明らかになっていない。さらに今後、DEHP以外の5種のフタル酸エステルについても同様に溶出試験が規定される可能性がある。

そこで、器具・容器包装及びおもちゃにおけるフタル酸エステルの試験について、試験室間共同試験を行い、改めて現行の試験法の性能を評価するとともに、規格試験法としての適用性を検証する。

## B スケジュール

実験計画の立案と調整・・・・・・・・・・研究代表者・解析者 各試験機関、第1回班会議  
(4月～6月中旬)

検体の調製・・・・・・・・・・国立医薬品食品衛生研究所

検体の配付・・・・・・・・・・国立医薬品食品衛生研究所 各試験機関  
(7月ごろに配付)

各試験機関で試験・・・・・・・・・・(検体配付後2ヶ月間)

結果の報告・・・・・・・・・・各試験機関 研究代表者 解析者

全体の結果を集約及び報告・・・・・・・・・・解析者による解析  
第2回班会議(12月ごろ)

報告書の作成・・・・・・・・・・研究代表者・解析者(12月～)

## C 試験の実施に関する要件

試験を実施する際は以下の要件を満たすこと。

**試験に用いる機器及び器具は、規格試験を実施する際に使用するものであること。**

試験に用いる機器及び器具類は、実際に食品衛生法の規格試験を実施する際に使用しているもの、または今後の使用が見込まれるものであること。ただし、長期間使用していない機器及び器具類を用いる場合は、事前に整備等の確認を行うこと。

**試験は、その試験法に関する経験・知識を有する者またはその者から指導を受けた者が行うこと。**

試験は、規格試験を実施した経験のある者による実施が望ましい。経験が無いものが実施する場合は、事前に操作法、注意点等を確認しておくこと。

**試験は検体受領後2ヶ月以内に実施すること。**

可能であれば検体受領後1週間以内の実施が望ましい。

予定している試験は可能な限り実施すること。

突発的な他業務の遂行による遅延、機器の故障、特段の事情により試験の実施が遅延または試験が不可能となった場合は速やかに連絡すること。

**試験は本計画書に従って行うこと。**

試験は「I 試験手順」に従って行うこと。ただし、記載のない条件等については任意とする。

**試験結果は研究終了後、1年間保存すること。**

試験に関する測定データ等は平成29年3月末日まで保存すること。

## D 解析者

阿部 智之 (公社) 日本食品衛生協会  
村上 亮 前 (公社) 日本食品衛生協会

【注意】研究代表者及び解析者は、本研究で知り得た各試験機関の情報・結果について守秘義務を負うものとする。

## E 参加機関及び機関コード

### 参加機関

東京都健康安全研究センター、埼玉県衛生研究所、さいたま市健康科学研究センター、神奈川県衛生研究所、川崎市健康安全研究所、長野県環境保全研究所、静岡県環境衛生科学研究所、静岡市環境保健研究所、愛知県衛生研究所、名古屋市衛生研究所、大阪府立公衆衛生研究所、大阪市立環境科学研究所、国立医薬品食品衛生研究所、国立研究開発法人 産業技術総合研究所、(一財)化学研究評価機構 高分子試験・評価センター(東京事業所及び大阪事業所)、(一財)日本食品分析センター(多摩研究所及び彩都研究所)、(一財)食品環境検査協会、(一財)日本冷凍食品検査協会、(公社)日本食品衛生協会、(一財)東京顕微鏡院、(一財)日本文化用品安全試験所、(一財)日本穀物検定協会、(一社)日本海事検定協会、(一財)千葉県薬剤師会検査センター、(一財)食品分析開発センターSUNATEC、(一財)食品薬品安全センター

【注意】試験を実施しない試験機関も含む。

### 機関コード

試験を実施する機関には機関コードを交付する。

機関名と機関コードの対応は非公開とする。

結果シートは、各機関の担当者から研究代表者を經由して解析者へ提出する。

【注意】機関コードは他機関や解析者に知られないよう注意すること。

### 試験を実施する試験機関

機関コード	材質試験	溶出試験	機関コード	材質試験	溶出試験
A			K		
B			L		
C		×	M		
D			N		
E			O		一部のみ
F			P		
G			Q		
H			R		
I			S		
J			T		

材質試験は「食安発 0812 第 1 号 平成 23 年 8 月 12 日」、溶出試験は「【提案法】(溶出試験)」に従って実施する。(ただし、変法を用いる場合はこの限りではない。)

## F 検体の調製及び配付

検体の調製及び配付は国立医薬品食品衛生研究所(材質試験)及び(一財)食品薬品安全センター(溶出試験)が行う。

## G 検体の均質性及び安定性の確認

### 均質性確認

国立医薬品食品衛生研究所にて、各検体 10 検体を検体受領直後に検体中の成分を測定し、そのピーク面積等を用いて確認する。

### 安定性確認

可塑剤であるフタル酸エステルは安定な化学物質であり、通常の保存状態では分解しないため、材質試験の検体では安定性試験は実施しない。溶出試験の検体については、国立医薬品食品衛生研究所にて、各検体 10 検体を検体受領直後とその 1 ヶ月後に検体中の成分を測定し、そのピーク面積等を用いて確認する。

## H 検体の配付及び保管

### 検体配付時期の連絡

検体の配付予定時期は約 1 ヶ月前に、発送日はその 1 週間前に参加機関に連絡する。各試験機関は検体保管場所の確保、必要な器具類の購入、装置の動作確認、試薬の購入等の準備を適宜行うこと。

### 配付する検体

材質試験用：4 検体、各 5 g

溶出試験用(水、4%酢酸、20%エタノール溶液)：各 3 検体、各 10 mL

溶出試験用(ヘプタン溶液)：1 検体、25 mL

【注意】材質試験の濃度は 0.05 ~ 0.2% (0.5 ~ 2.0 mg/g)。

【注意】溶出試験の濃度は 0.5 ~ 2.0 µg/mL (DINP 及び DIDP は 5 ~ 20 µg/mL)。

【注意】水、4%酢酸または 20%EtOH を浸出用液とする場合は、DEHP、DNOP、DINP 及び DIDP は溶出しないため、本共同試験では DBP 及び BBP のみについて性能評価を行う。

【注意】ヘプタンを浸出用液とする場合は、6 種すべての性能評価を行う。ただし、用いる装置は GC/MS に限定する。また、DINP 及び DIDP については、後述のように 10 倍希釈(10 mL → 100 mL)したものを試験溶液とし、試験ではこの試験溶液を 10 倍濃縮(100 mL → 10 mL)して測定する。

### 検体の確認

検体受領後はただちに検体数、溶媒・検体 No の判別、検体の状態を確認し、問題があれば至急連絡すること。

### **検体の保管及び管理**

検体は室温で保管すること。

### **検体の不足**

何らかの事情により検体が不足して予定する試験が不可能となった場合は速やかに研究代表者に連絡すること。

## **I 試験手順**

### **試験溶液の調製**

1 検体につき、2 回の試験を実施する。

【注意】本操作に用いる器具類は任意とする。

【注意】検体の秤量～測定までの操作を2回別々に同時に行うこと。同じ試験溶液を2回測定するわけではない。

### **試験法**

試験は以下のいずれかの方法により行う。ただし、いずれの方法においても装置は GC/MS を使用する。

#### 材質試験

公定法: 通知( 食安発 0812 第 1 号 平成 23 年 8 月 12 日 )で示されたおもちゃの試験法( 試験法 1 )に従って行う。通知の 5 . 留意点 (4) に記載されているテレフタル酸(2-エチルヘキシル)に対応した GC 条件 ( 試験法 2 ) も含む。

公定法変法: 公定法に軽微な変更を施した方法。器具・容器包装の試験法( 食基発第 0802001 号 平成 14 年 8 月 2 日 ) により行った場合も含む。

#### 溶出試験

提案法: 本計画書に記した方法。

提案法変法: 提案法の GC 条件に軽微な変更を施した方法。

【注意】解析者の判断により試験法の区分を変更することがある。

【注意】空試験 ( 検体を用いずに一連の試験操作を行う試験 ) は通常の試験業務と同様の方法で実施すればよい。

### **定量範囲**

材質試験は、0.05% ( 0.5 mg/g ) が定量可能な方法を使用すること。

溶出試験は、0.5 µg/mL ( DINP、DIDP 以外 ) 及び 5 µg/mL ( DINP 及び DIDP ) が定量可能な方法を使用すること。

定量に用いる検量線は 3 点以上の濃度点数により作成する。濃度及び間隔等は任意とする。

定量範囲の濃度を測定するために複数の検量線を用いてもよい。( 低濃度と高濃度で検量線を分けて定量してもよい )

定量下限値が定量範囲に含まれる場合は、定量下限値を検量線の最低濃度としてよい。

定量上限値が定量範囲に含まれる場合であって、検体の濃度が定量上限値を超える場合は検体を適宜希釈して定量する。

【注意】材質試験では、装置の定量下限値として 5 µg/mL 以下。

【注意】溶出試験では、装置の定量下限値として 0.5 µg/mL (DINP 及び DIDP は 5 µg/mL) 以下。

## 試験

いずれの検体についてもそれぞれ 2 回の結果を報告する。

### 材質試験

6 種すべてのフタル酸エステルの試験（定量）を行う。

### 溶出試験

検体 1～3（水、4%酢酸、20%エタノール溶液）：検体を試験溶液として DBP 及び BBP の試験（定量）を行う。

検体 4（ヘプタン溶液）：6 種すべてのフタル酸エステルの試験を行う。

DBP、BBP、DEHP 及び DNOP を定量する場合は、検体を試験溶液として試験（定量）を行う。

DINP 及び DIDP を定量する場合は、検体 10 mL を採取し、ヘプタンを加えて 100 mL とし、これを試験溶液として試験（定量）を行う。

【注意】溶出試験は【提案法】（溶出試験）を参照

【注意】適切な状態で試験が行われていないと判断でき、その原因が明らかな場合は再試験を行う。（単に併行精度が悪いという理由だけでは再試験は行わない。）

## 定量操作

報告する結果は検体中の濃度（材質試験：mg/g、溶出試験：µg/mL）とする。

検量線用標準溶液や試験溶液の測定順、洗浄用サンプルや校正用サンプルの測定の有無は任意とする。

検体の濃度が検量線の濃度範囲（または定量下限値）よりも低い場合は、濃縮して測定する必要はない。この場合、定量値は「< 0.5」（0.5 は定量下限値）のように記載して報告する。

定量値は 3 桁の数値を報告する。（4 桁目を四捨五入、機器の精度、有効数字等を考慮する必要はなく、検量線と希釈倍率から算出された濃度でよい）

【注意】有効数字等を考慮する必要はなく、表示された数値を報告すればよい。

【注意】µg/mL の単位で定量すると、小数点以下の濃度となるため、解析ソフトによっては 2 桁しか表示されない場合がある。また、検量線の近似式の傾き及び切片の桁数にも注意し、これらの桁数が 3 桁以上であることを確認する。十分な桁数が得られない場合は ng/mL 単位で検量線を作成するとよい。

## 選択性の確認

方法は特に指定しない。通常実施している確認法があればその方法を用いてよい。確認法及び得られた知見があればその内容を報告する。

## J 結果の報告

報告シート2は検体の溶媒ごとに記入する。(報告シートへの記入例を参考に示す)  
試験中に機器のトラブル等の問題が発生した場合は必ず記載すること。

### 【報告シートの内容】

報告シート1...試薬等の情報、感想など

報告シート2...定量結果

報告シート3...公定法変法または代替法の詳細(公定法以外を使用した場合のみ)

試験終了後は速やかに結果等を報告シートに記入し、電子ファイル(E-mail)にて研究代表者へ提出する。さらに後日、結果報告書として書面にて研究代表者に提出する。

## K 目標値

食品衛生法の規格試験としての妥当性を評価するにあたり、各性能パラメーターに対して下記の目標値を設定する。

選択性：評価の対象としない

真度：70～120% (材質試験) 80～110% (溶出試験)

併行精度 ( $RSD_F$ ): 10%以下

室間再現精度 ( $RSD_R$ ): 25%以下

## 【提案法】(溶出試験)

### 1 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (GC/MS) を用いる。

【注意】GC-FID は使用しない。

### 2 試薬・試液 (試薬は省略)

DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP、DIDP 標準原液：フタル酸エステル標準品各 10.0 mg をそれぞれアセトンで溶解して 100 mL とする (100 µg/mL)。

フタル酸エステル標準溶液：6 種類のフタル酸エステル標準原液各 1 mL を混合し、アセトンを加えて 100 mL とする (各 1 µg/mL)。

フタル酸エステル標準溶液：6 種類のフタル酸エステル標準原液各 1 mL を混合し、ヘプタンで 100 mL としたもの (1 µg/mL)。

フタル酸エステル標準溶液：6 種類のフタル酸エステル標準原液各 1 mL を混合し、ヘプタンで 10 mL としたもの (10 µg/mL)。

【注意】定量を行う際は、標準溶液に準じて検量線溶液を調製する。

【注意】標準溶液は DBP、BBP、DEHP 及び DNOP の試験に用いるため、DINP 及び DIDP を含まなくてもよい。

【注意】標準溶液は DINP 及び DIDP の試験に用いるため、DBP、BBP、DEHP 及び DNOP を含まなくてもよい。

### 3 試験溶液の調製

食品衛生法 第 3 器具及び容器包装 B 器具又は容器包装一般の試験法 10 溶出試験における試験溶液の調製法に従って調製する。浸出用液は、5 蒸発残留物試験法において定める溶媒を用いる。

【注意】本試験室間共同試験では試験溶液を検体として配布するので、この調製操作は不要。

### 4 操作法

(1) ヘプタン以外の溶媒を浸出用液とした検体の場合 (DBP、BBP のみ)

試験溶液 (検体) を 1 mL 採り、アセトンを加えて 10 mL とする。フタル酸エステル標準溶液 を 1 mL 採り、これに浸出用液を 1 mL とアセトンを加えて 10 mL とする。それぞれの溶液を 1 µL ずつ用いて試験を行う。

(2) 浸出用液としてヘプタンを用いた場合 (DINP、DIDP 以外を定量する場合)

試験溶液 (検体) 及びフタル酸エステル標準溶液 をそれぞれ 1 µL ずつ用いて試験を行う。

(3) 浸出用液としてヘプタンを用いた場合 (DINP、DIDP を定量する場合)

試験溶液 (検体) 100 mL を減圧濃縮して数 mL とし、その濃縮液にヘプタンを加えて 10 mL とする。この溶液 (検体) 及びフタル酸エステル標準溶液 をそれぞれ 1 µL ずつ用いて試験を行う。

操作条件（食安発 0906 第 4 号 平成 22 年 9 月 6 日 と同じ。ただし、GC/MS のみ使用可）

カラム：内径 0.25 mm、長さ 30 m のヒューズドシリカ製の細管に、ガスクロマトグラフ用の 5%フェニルシリコン含有メチルシリコンを 0.25 μm の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度：100 から毎分20 で昇温し、320 に到達後10 分間保持する。

試験溶液注入口温度：250

定量用イオン：280 で操作する。DBP、BBP 及び DEHP は質量数 149、DNOP は質量数 279、DINP は質量数 293、DIDP は質量数 307 を用いる。

キャリアーガス：ヘリウム又は窒素を用いる。DEHP が約 10 分で流出する流速に調節する。

**【注意】テレフタル酸(2-エチルヘキシル) に対応した GC 条件を用いてもよい。**

カラム温度：50 で1分間保持した後、毎分20 で昇温し、200 に到達後、毎分10 で昇温し、320 に到達後10 分間保持する。

キャリアーガス：ヘリウム又は窒素を用いる。DEHP が約 15 分で流出する流速に調節する。

## H28「フタル酸エステル材質試験」結果報告シート1

(検体・機器・試薬の情報)

## 1. 試験コード、検体及び測定法

機関コード *1	セットNo. *2	測定法 *3
A	5	通知法

## 2. 使用した機器

機器 *4	メーカー	型式	開示の可否 *5
GC/MS	Agilent	6890N/5975	一部可 型式は不可

## 3. 使用した試薬

試薬 *6*7	メーカー	Grade	純度 (%)または濃度
DBP	東京化成	特級	> 99.0
BBP	関東化学	環境分析用	不明
DEHP	和光純薬	フタル酸エステル試験用	不明
DNOP	関東化学	混合標準液	0.1 mg/mL Acetone
DINP			
DIDP			
ヘキサン	和光純薬	残農300	
アセトン	Sigma-Aldrich	HPLC	

## 4. 検体の保存

検体の保存方法 *8	23 で空調された室内で保管
------------	----------------

## 5. 試験全体に対する感想・コメントなど

--

\*1 : コードのみを記入、機関名は記入しない、\*2 : 検体に記載のセット番号を記入

\*3 : 1 セットにつき 1 測定法で定量する、\*4 : 測定に使用した機種すべてを記入

\*5 : 開示してもよいかどうか条件があれば記載、\*6 : 他に使用した試薬があれば行を追加して記入

\*7 : 市販の混合標準液を使用した場合はまとめて記載

\*8 : 30 以下で保存。冷蔵庫等で保存した場合は室温まで戻したのちに試験を実施する

## H28「フタル酸エステル材質試験」結果報告シート2

(測定条件)

条件No.  \*1機関コード  A

## 1. 測定条件

測定法 *2	通知法
カラムの種類、サイズ *2	DB-5, 30m x 0.25mm, 0.25 $\mu$ m
キャリアーガス	He
カラム温度 *2	100 -20 /min-320 (10min)
キャリアーガス流量	1.0 mL/min (定流量)
注入口温度 *2	250
スプリット比	スプリットレス
トランスファーライン温度 *2	280
イオン化エネルギー *3	70 eV
MSイオン源温度 *3	230
注入量	1 $\mu$ L
内標準物質名 *4	なし
測定時の内標準濃度 *4	

## 2. 検出条件

化合物	保持時間 (分) *5	定量用イオン	確認用イオン
DBP	7.3	149	205, 223
BBP	9.1	149	91, 206
DEHP	9.9	149	167, 279
DNOP	10.6	279	149
DINP	10.5-11.2	293	149
DIDP	10.8-11.9	307	149

## 3. 検量線等

化合物	濃度点 ( $\mu$ g/mL)	形状	定量下限 ( $\mu$ g/mL) *6	回帰式 (検量線式)	相関係数 (R) *7
DBP	0, 1, 5, 10, 15	1次直線	0.05	$y=2.354x+0.0255$	0.9995
BBP	0, 1, 5, 10, 15	2次曲線	0.05	$y=0.35x^2-1.25x+0.5985$	0.9995
DEHP	0, 1, 5, 10, 15	1次直線	0.05	$y=2.354x+0.0255$	0.9995
DNOP					
DINP					
DIDP					

\*1：複数の条件を使用した場合はこのシートを複数作成する、\*2：通知法と同じであっても確認のため記入する。

\*3：わかる範囲で記入、\*4：内標準を使用した場合のみ記入、\*5：判定の際に用いる標準溶液の保持時間でよい

\*6：S/N などから適宜判断する。厳密な数値を求める必要はない、\*7：R<sup>2</sup>ではなくR（3桁以上）を記入

H28「フタル酸エステル材質試験」結果報告シート3

(定量結果)

機関コード

A

セットNo

5

測定法

通知法

受領日 7/1

測定日 7/10

1. 定量結果

検体No	条件	1		2		3		4	
試料量 (g) *2	*1	1.0251	0.9986						
DBP (mg/g) *3		0.999	1.012						
BBP (mg/g) *3		0.902	0.856						
DEHP (mg/g) *3		<0.5	<0.5						
DNOP (mg/g) *3		<0.5	<0.5						
DINP (mg/g) *3		1.001	1.201						
DIDP (mg/g) *3		<0.5	<0.5						
DBP (適否) *4		<	>						
BBP (適否) *4		<	<						
DEHP (適否) *4		<	<						
DNOP (適否) *4		<	<						
DINP (適否) *4		>	>						
DIDP (適否) *4		<	<						

2. その他

選択性の確認方法及びその知見

例) 定量イオン、確認イオンの強度比で確認  
 例) 対象物質の近傍に妨害ピークは存在せず

通知法と異なる操作

例) 試験溶液は半分のスケールで調製  
 例) DBP, BBP, DEHP, DNOPはd体で内標準補正した定量値

気になった点、測定中のトラブルなど

例) DINP, DIDPの検出感度が悪く、判定がやや困難であった  
 例) 試料3のDBP近傍に夾雑物のピークあり、定量・判定に問題なし

\*1: 定量に用いた測定条件(報告シート2の条件番号)を記入、\*2: 使用した検体の量(mg、3桁以上)を記入

\*3: 検体当たりの濃度(mg/g、3桁以上)を記入

\*4: 標準溶液のピーク面積と比較した際の結果を記入

(<: 標準溶液と比べて試験溶液のピーク面積値が小さい、>: 標準溶液と比べて試験溶液のピーク面積値が大きい)

H28「フタル酸エステル溶出試験」結果報告シート1

(検体・機器・試薬の情報)

1. 試験コード、検体及び測定法

機関コード *1	セットNo. *2	測定法 *3
A	5	提案法

2. 使用した機器

機器 *4	メーカー	型式	開示の可否 *5	
GC/MS	Agilent	6890N/5975	一部可	型式は不可

3. 使用した試薬

試薬 *6*7	メーカー	Grade	純度 (%)または濃度
DBP	東京化成	特級	> 99.0
BBP	関東化学	環境分析用	不明
DEHP	和光純薬	フタル酸エステル試験用	不明
DNOP	関東化学	混合標準液	0.1 mg/mL Acetone
DINP			
DIDP			
水	和光純薬	残農300	
酢酸			
エタノール			
ヘプタン			
アセトン	Sigma-Aldrich	HPLC	

4. 検体の保存

検体の保存方法 *8	23 で空調された室内で保管
------------	----------------

5. 試験全体に対する感想・コメントなど

\*1 : コードのみを記入、機関名は記入しない、\*2 : 検体に記載のセット番号を記入

\*3 : 1 セットにつき 1 測定法で定量する、\*4 : 測定に使用した機種すべてを記入

\*5 : 開示してもよいかどうか条件があれば記載、\*6 : 他に使用した試薬があれば行を追加して記入

\*7 : 市販の混合標準液を使用した場合はまとめて記載

\*8 : 30 以下で保存。冷蔵庫等で保存した場合は室温まで戻したのちに試験を実施する

## H28「フタル酸エステル溶出試験」結果報告シート2

(測定条件)

条件No.  \*1機関コード  A

## 1. 測定条件

測定法 *2	提案法
カラムの種類、サイズ *2	空欄の部分は材質試験の測定条件と同じ
キャリアーガス	
カラム温度 *2	
キャリアーガス流量	
注入口温度 *2	
スプリット比	例) スプリットレス、例) 10:1
トランスファーライン温度 *2	
イオン化エネルギー *3	
MSイオン源温度 *3	
注入量	
内標準物質名 *4	
測定時の内標準濃度 *4	

## 2. 検出条件

化合物	保持時間 (分) *5	定量用イオン	確認用イオン
DBP	7.3	149	205, 223
BBP	9.1	149	91, 206
DEHP	9.9	149	167, 279
DNOP	10.6	279	149
DINP	10.5-11.2	293	149
DIDP	10.8-11.9	307	149

## 3. 検量線等

化合物	濃度点 (µg/mL)	形状	定量下限 (µg/mL) *6	回帰式 (検量線式)	相関係数 (R) *7
DBP (水)	0, 1, 5, 10, 15	1次直線	0.05	$y=2.354x+0.0255$	0.9995
DBP (酢)					
DBP (工)					
DBP (へ)					
BBP (水)	0, 1, 5, 10, 15	2次曲線	0.05	$y=0.35x^2-1.25x+0.5985$	0.9995
BBP (酢)					
BBP (工)					
BBP (へ)					
DEHP (へ)	0, 1, 5, 10, 15	1次直線	0.05	$y=2.354x+0.0255$	0.9995
DNOP (へ)					
DINP (へ)					
DIDP (へ)					

\*1: 複数の条件を使用した場合はこのシートを複数作成する、\*2: 提案法と同じであっても確認のため記入する

\*3: わかる範囲で記入、\*4: 内標準を使用した場合のみ記入、\*5: 判定の際に用いる標準溶液の保持時間でよい

\*6: S/N などから適宜判断する。厳密な数値を求める必要はない、\*7:  $R^2$  ではなく R (3桁以上) を記入

H28「フタル酸エステル溶出試験」結果報告シート3

(定量結果)

機関コード

A

セットNo

5

測定法

提案法

受領日 7/1

測定日 7/10

1. 定量結果

検体No	条件*1	1 (水)		2 (4%酢酸)		3 (20%EtOH)		4 (ヘプタン)	
DBP (µg/mL) *2		0.999	1.012					0.999	1.012
BBP (µg/mL) *2		0.902	0.856					0.902	0.856
DEHP (µg/mL) *2								<0.5	<0.5
DNOP (µg/mL) *2								<0.5	<0.5
DINP (µg/mL) *2								10.01	11.22
DIDP (µg/mL) *2								<0.5	<0.5
DBP (適否) *3		<	>					<	>
BBP (適否) *3		<	<					<	<
DEHP (適否) *3								<	<
DNOP (適否) *3								<	<
DINP (適否) *3								>	>
DIDP (適否) *3								<	<

2. その他

選択性の確認方法及びその知見

例) 定量イオン、確認イオンの強度比で確認  
 例) 対象物質の近傍に妨害ピークは存在せず

通知法と異なる操作

例) 試験溶液は半分のスケールで調製  
 例) DBP, BBP, DEHP, DNOPはd体で内標準補正

気になった点、測定中のトラブルなど

例) DINP, DIDPの検出感度が悪く、判定がやや困難であった  
 例) 試料3のDBP近傍に夾雑物のピークあり、定量・判定に問題なし

\*1: 定量に用いた測定条件(報告シート2の条件番号)を記入

\*2: 配布した検体中の濃度(µg/mL, 3桁以上)を記入

\*3: 標準溶液のピーク面積と比較した際の結果を記入

(<: 標準溶液と比べて試験溶液のピーク面積値が小さい, >: 標準溶液と比べて試験溶液のピーク面積値が大きい)