

## <その1> 合成樹脂製器具・容器包装に含有される非意図的添加物質の探索（2）

研究協力者	尾崎麻子	（地独）大阪健康安全基盤研究所
研究協力者	水口智晴	（地独）大阪健康安全基盤研究所
研究協力者	岸 映里	（地独）大阪健康安全基盤研究所
研究協力者	浅川大地	大阪市立環境科学研究センター
研究協力者	片岡洋平	国立医薬品食品衛生研究所
研究分担者	阿部 裕	国立医薬品食品衛生研究所

### A. 研究目的

2020年6月に器具・容器包装の原材料である合成樹脂にポジティブリスト（PL）制度が施行された。これにより、安全性を評価された基ポリマーや添加剤等のみが使用可能となった。PL制度の対象は、基ポリマーや添加剤等の「最終製品に残存することを意図して用いられる物質」であるが、最終製品には意図的に用いられる基ポリマーや添加剤等だけでなく、合成樹脂や添加剤等の分解物、不純物、副生成物、汚染物質といった非意図的添加物質（Non-Intentionally Added Substance：NIAS）が含まれる可能性があり、PL制度への適合性を確認するためには、最終製品の分析等により検出された物質を意図的添加物質とNIASに判別する必要がある。

我々は昨年度、合成樹脂製器具・容器包装に含有されるNIASを把握するために、汎用樹脂であるポリプロピレン（PP）製品24検体を用いてGC-MSを用いた網羅的分析により含有物質を調査した<sup>1)</sup>。検出された物質についてライブラリー検索等によって物質同定を試みた結果、滑剤であるステアリン酸やオレアミド、界面活性剤であるモノパルミチン及びモノステアリン、酸化防止剤であるIrgafos 168等のPL収載物質が同定または推定された。一方、滑剤や酸化防止剤由来のNIASの含有も示唆されたが、それらの多くは物質同定も、NIASであるかどうかの判定も困難であった。また、ポリマー由来の

NIASと推定されるpolyolefin oligomeric hydrocarbons（POH）や脂肪族アルコール類も多数検出されたが、物質同定には至らなかった。このように、市販製品では使用されている添加剤をあらかじめ把握することができないため、検出された物質が意図的に添加された添加剤か、NIASかを判別することが困難であった。さらに、物質の同定にも課題が残った。

そこで、今年度も引き続きPPを対象とし、添加剤の種類と添加量をあらかじめ設定したモデル試料を作製し、シート作製時の含有物質の変化を観察することで主に添加剤由来のNIASの把握を試みた。さらに、GC-MSでは検出不可能な物質の分析のため液体クロマトグラフ-飛行時間型質量分析計（LC-QTOFMS）を用いた物質同定の検討も行った。

### B. 研究方法

#### 1. 試料

PP製の樹脂ペレット及びそれらを加工してシート化した試験片を用いた。試験片は、添加剤を加えずに作製した無添加試験片と、各種添加剤をそれぞれ1%添加した添加試験片とし、大きさは10 cm×20 cm（厚さ2 mm）とした。樹脂ペレットは株式会社スタンダードテストピースより購入し、試験片の作製も同社に依頼した。

#### 2. 試薬及び試液

## 1) 試薬等

### ①モデル試料作製用

2,6-ジ-*tert*-ブチル-*p*-クレゾール (BHT、>99.0%)、モノパルミチン (>95.0%)、エルカ酸アミド (>85.0%)、Irgafos 168 (>98.0%)、Irganox 1010 (>95.0%)、以上東京化成工業株式会社製

### ②試験溶液調製用

シクロヘキサン、アセトニトリル、アセトン、ヘキサン：残留農薬・PCB 分析用、富士フイルム和光純薬株式会社製

2-プロパノール：高速液体クロマトグラフ用、富士フイルム和光純薬株式会社製

メンブランフィルター：DISMIC、親水性 PTFE、0.45  $\mu\text{m}$ 、アドバンテック東洋株式会社製

### ③ GC-MS 用

保持指標 (RI) 標準物質：*n*-アルカン混合標準液 (C8~C40)、各 1,000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  (ヘキサン溶液)、Merck 社製

フェナントレン-*d*10：環境分析用、>98.0%、関東化学株式会社製

### ④ LC-QTOFMS 用

メタノール：LC/MS 用、>99.8%、関東化学株式会社製

酢酸アンモニウム溶液 (1 mol/L)：高速液体クロマトグラフ用、富士フイルム和光純薬株式会社製

RI 標準物質：三級トリアルキルアミン 8 種 (C2：トリエチルアミン (特級、>99.0%、キシダ化学株式会社)、C3：トリプロピルアミン、C4：トリブチルアミン、C5：トリアミルアミン、C7：トリヘプチルアミン、C8：トリオクチルアミン、C9：トリノニルアミン、C10：トリ-*n*-デシルアミン (>97.0%、東京化成工業株式会社))

## 2) 試液

### ① GC-MS 用

RI 混合標準溶液：*n*-アルカン混合標準溶液 (C8~C40) は *n*-アルカン混合標準液をヘキサンで希釈して各 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  とした。

フェナントレン-*d*10 溶液：フェナントレン-*d*10 を 50 mg とり、アセトンを加えて 50 mL とした (1,000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。これをさらにアセトンで希釈して 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  とした。

### ② LC-QTOFMS 用

RI 混合標準溶液：三級トリアルキルアミン (アルキル鎖長 C2~C10) は、C2~C10 を各 100 mg とり、C2~7 はそれぞれメタノールで、C8~10 はそれぞれアセトンで 10 mL とした (10,000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。これを適宜メタノールで希釈し、C2~7 は 50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、C8~10 は 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  の混合標準溶液とした。さらにメタノールで 100 倍希釈し、C2~7 は 500 ng/mL、C8~10 は 100 ng/mL とした。

## 3. 装置

ガスクロマトグラフ-質量分析計 (GC-MS)：ガスクロマトグラフ 7890B GC、質量分析計 5977B MSD、Agilent Technologies 社製

液体クロマトグラフ-四重極飛行時間型質量分析装置 (LC-QTOFMS)：液体クロマトグラフ ExionLC AD、QTOFMS X500R、株式会社エービー・サイエックス製

恒温槽：CRB-32、日本フリーザー株式会社製

## 4. 試験溶液の調製

試料は 2~3 mm 角に細切し、その 0.50 g にシクロヘキサン・2-プロパノール (1 : 1) 混液 10 mL を加え、37°C の恒温槽中に静置して一晩浸漬後メンブランフィルターでろ過した。ろ液 5.0 mL を窒素気流下 40°C で約 0.2 mL まで濃縮した。50°C に加温したアセトニトリルを約 4.5 mL 加えて十分に攪拌したのち、冷後

アセトニトリルを加えて全量を 5.0 mL とした。その一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を GC-MS 用及び LC-QTOFMS 用の試験溶液とした。

## 5. GC-MS 条件

### 1) 測定条件

カラム：DB-5MS (0.25 mm i.d.×30 m、膜厚 0.25 µm、Agilent Technologies 社製)

カラム温度：40°C (2 分間保持) -10°C/min (昇温) -300°C (10 分間保持)

注入口温度：250°C

注入モード：スプリットレス

注入量：1 µL

キャリアーガス及び流量：He 約 1.0 mL/min (定流量、フェナントレン-*d*10 を用いて保持時間を固定)

トランスファーライン温度：280°C

イオン源温度：230°C

四重極温度：150°C

測定モード：SCAN ( $m/z$ ：40~800)

### 2) 解析条件

#### ①ソフトウェア

MassHunter Unknowns Analysis (Agilent Technologies 社製)

#### ②自動定性解析条件

ライブラリー：NIST20 をベースとし、以前の研究<sup>2)</sup>等において得られた器具・容器包装関連物質 (152 物質) のマススペクトル及び RI 情報を追加したもの

S/N：10 以上

面積フィルタ：ピーク面積値 10,000 以上

ピーク最大数：1,000

一致率：70%以上

ヒット候補最大数：3

#### ③ RI

昨年度と同様に、*n*-アルカン (C8~C40)

を測定することにより試料から検出された各ピークの RI を算出し、Unknowns Analysis において推定された物質について、さらに RI 比が 0.9~1.1 の物質に絞り込んだ。

#### ④推定及び同定

①~③の条件により検出された化合物の「推定」を行った。さらに、一部の「推定」された化合物については、市販標準品の測定を行い、そのマススペクトル及び RI が試料から検出されたピークと一致することを確認して「同定」した。

## 6. LC-QTOFMS 条件

### 1) 測定条件

カラム：ACQUITY UPLC BEH C18 Column (1.7 µm、2.1 mm×150 mm、Waters 社製)

カラム温度：35°C

移動相：A. 5 % メタノール (10 mM 酢酸アンモニウム)、B. 95 % メタノール (10 mM 酢酸アンモニウム)

グラジエント：移動相 B 濃度 2 - 100 % (at 0 - 10 min、linear) - 100 % (at 10 - 40 min) - 2 % (at 40 - 50 min)

流速：0.2 mL/min

注入量：5 µL

イオン化：ESI(+)

サーベイスキャン測定範囲： $m/z$  50-1200

MS/MS スキャン：データ依存型

キャピラリー温度：300°C

キャピラリー電圧：5,500 V

コリジョン電圧：35V (CE spread 15V)

### 2) 解析条件

#### ①ソフトウェア

SCIEX OS (株式会社エービー・サイエックス製)

#### ② RI

8 種類の三級トリアルキルアミン (アルキ

ル鎖長 C2~C10) を測定することにより検出された物質の RI 値を次式にて算出した。

$$RI(X) = 100n + 100 \times \frac{RT(X) - RT(n)}{RT(n+1) - RT(n)}$$

$$RT(n) < RT(X) < RT(n+1)$$

RI (X) : 物質 X の RI

n : 三級トリアルキルアミンのアルキル鎖の炭素数

RT (n) : n 個の炭素数を持つ三級トリアルキルアミンの保持時間

RT (n+1) : (n+1) 個の炭素数を持つ三級トリアルキルアミンの保持時間

RT (X) : 物質 X の保持時間

### ③定性解析

汎用添加剤や予測される NIAS を含む計 322 種類の化合物についてあらかじめ分子式等を集約したデータベースを作成し、SCIEX OS にて計算精密質量値から物質の検索を行った。検出された化合物については、精密質量及び同位体分布から「推定」し、標準品がある化合物はマススペクトル及び RI から「同定」した。

## C. 研究結果及び考察

### 1. モデル試料の作成

#### 1) PP ペレットの分析

はじめに、モデル試料の作製に使用する PP ペレットを選定するために、少量販売されている PP ペレット 9 検体について GC-MS による分析を行った。得られたトータルイオンクロマトグラムを抜粋を図 1 に示した。9 検体全てにおいて 9 分から 30 分の間に POH に由来する繰り返しのピーク群が検出された。なお、POH は PP やポリエチレン等のポリオレフィン製造時の副生成物としてその後の工程においても除去されることなく最終製品中に残存する NIAS である<sup>3)~5)</sup>。また、ペレット 2 を除く全ての検体から酸化防止剤である

Irgafos 168 が検出された。なお、ペレット 2 からは Irganox 1010 の分解物である 7,9-di-tert-butyl-1-oxaspiro(4,5)deca-6,9-diene-2,8-dione<sup>6)</sup>が検出されたことから、酸化防止剤として Irganox 1010 が使用されていることが示唆された。このように、酸化防止剤がペレットの段階で既に使用されていた。その他、紫外線吸収剤である bis(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl) sebacate (Tinuvin 770) が 4 検体から、滑剤であるエルカ酸アミドが 1 検体から検出された。

#### 2) PP ペレットの選定

モデル試料作製時にペレットにあらかじめ含まれる物質は少ない方が NIAS の把握が容易になると考えられた。そこで、POH のピーク強度が最も小さく、かつ Irgafos 168 が主な添加剤であったペレット 1 と、Irgafos 168 が検出されなかったペレット 2 の 2 種類を用いてモデル試料を作製することにした。

#### 3) 添加剤の選定

添加剤由来の NIAS について検討するために、モデル試料に練りこむ添加剤を選定した。選定基準としては、昨年度の PP 製品の検討において実際に製品から検出された物質であり、かつ入手できる試薬の純度が高くなるべく高いものとした。

滑剤としては脂肪酸アミド系のオレアミドの検出頻度が最も高かったが、市販されている試薬の純度が 65%と比較的低かったことから、純度 85%のものが入手出来たエルカ酸アミドを選定した。界面活性剤としてモノパルミチン及びモノステアリンが PP 製品から検出されていたが、モノステアリンは試薬純度が 60%と低かったことから、純度 95%のものが入手可能であったモノパルミチンを選定した。酸化防止剤としては、BHT、Irgafos 168

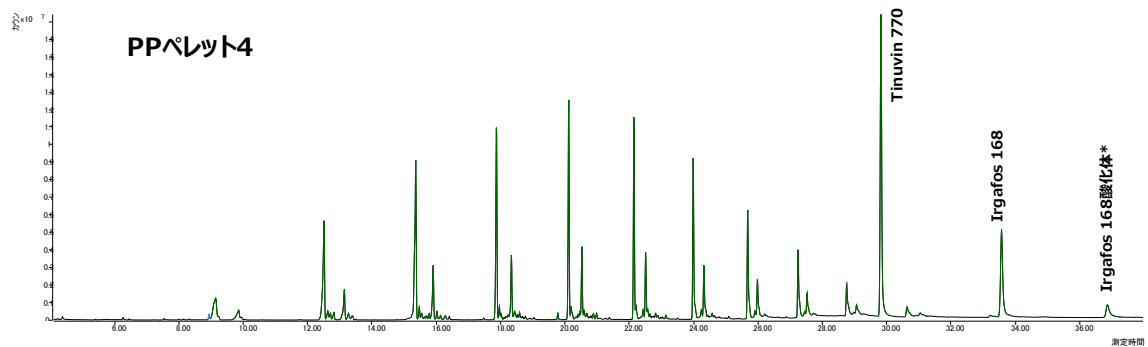
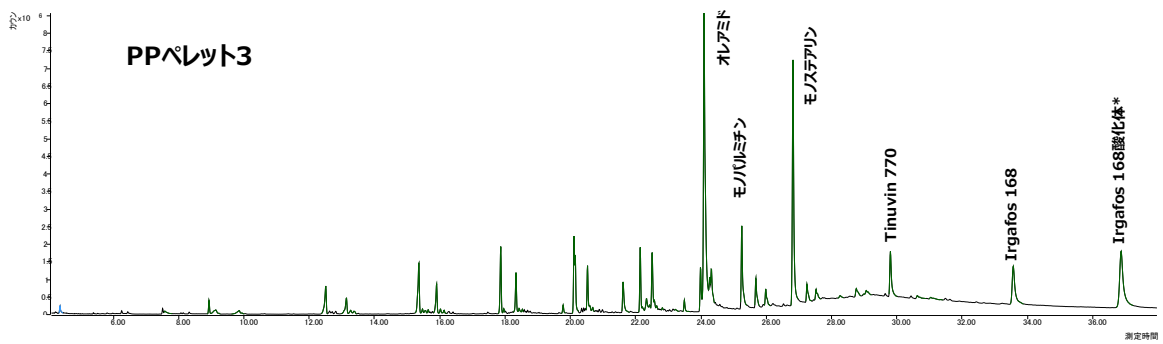
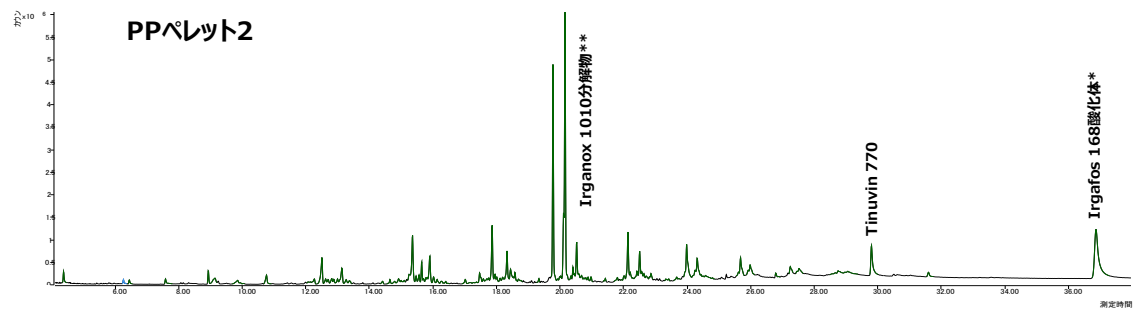
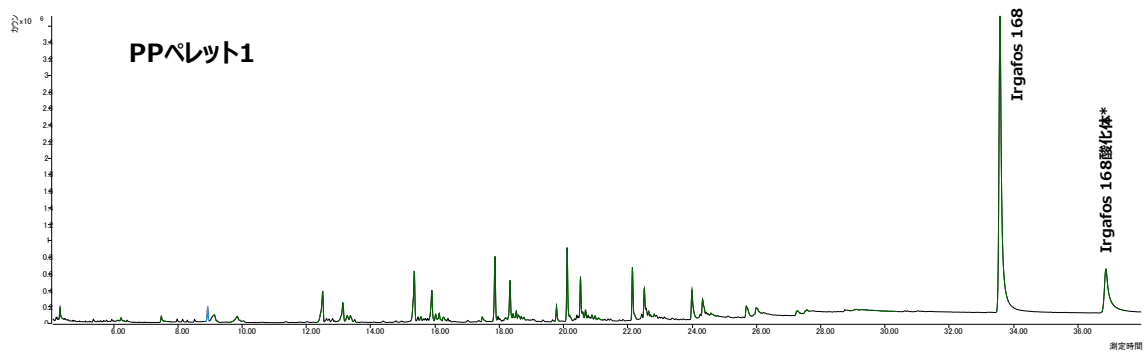


図1 ポリプロピレン (PP) ペレットのトータルイオンクロマトグラム (抜粋)

\* : Tris(2,4-di-*tert*-butylphenyl) phosphate, \*\* : 7,9-Di-*tert*-butyl-1-oxaspiro(4,5)deca-6,9-diene-2,8-dione

及び Irganox 1010 の 3 種類を選定した。それぞれの添加剤を一般的な添加量である 1%となるように添加した試験片と無添加の試験片を作製するよう設計した (表 1)。

上記で選定した各種添加剤を株式会社スタンダードテストピースに送付して試験片の作製を依頼した。

## 2. GC-MS による PP ペレット、添加剤及び試験片の解析結果

PP ペレット、添加剤及びそれらから作製した試験片に含有される化合物を解析した。なお、PP ペレットと無添加試験片の含有化合物を比較することで、主にペレットから試験片に加工する際に生成したポリマー由来の NIAS を調査した。また、無添加試験片と添加試験片の含有化合物を比較することで添加剤を練りこんで試験片に加工する際に生成する添加剤由来の NIAS を調査した。さらに、添加剤自体に不純物や分解物等の NIAS が含まれている可能性があることから、添加剤由

来の NIAS についても測定を行った。

### 1) PP ペレットと無添加試験片の解析結果

PP ペレットと無添加試験片に含有される化合物を解析し、無添加試験片のみで検出された化合物を NIAS とした。さらに、PP ペレットと無添加試験片の両方で検出された化合物については、無添加試験片におけるピーク面積値が、その基となる PP ペレットにおける面積値の 3 倍以上であった化合物を NIAS とした。

その結果を表 2 に示す。なお、POH については面積値が比較的大きい 3 物質について表に示した。試験片 1-0 においては、ペレット 1 と比較して octadecanoic acid (ステアリン酸) に若干増加が見られ、squalene が新たに検出された。一方、ポリマー由来である POH のピーク種類や面積値に大きな変化は見られなかった。さらに、PP ペレットに元々含有されていた酸化防止剤の Irgafos 168 及びその酸化体にも変化は見られなかった。

表 1 モデル試料の設計

ポリプロピレン ペレットの種類 <sup>1)</sup>	加工 <sup>2)</sup>	略称	添加剤		
			種類	CAS No.	添加量
ペレット1	なし	ペレット1	—	—	—
	試験片	試験片1-0	なし	—	—
	試験片	試験片1-1	BHT	128-37-0	1%
	試験片	試験片1-2	モノバルミチン	542-44-9	1%
	試験片	試験片1-3	エルカ酸アミド	112-84-5	1%
	試験片	試験片1-4	Irgafos 168	31570-04-4	1%
ペレット2	なし	ペレット2	—	—	—
	試験片	試験片2-0	なし	—	—
	試験片	試験片2-1	BHT	128-37-0	1%
	試験片	試験片2-2	モノバルミチン	542-44-9	1%
	試験片	試験片2-3	エルカ酸アミド	112-84-5	1%
	試験片	試験片2-4	Irgafos 168	31570-04-4	1%
	試験片	試験片2-5	Irganox 1010	6683-19-8	1%

1) ペレット1: ノバテック、BC3B、NAT (日本ポリプロ株式会社製)、ペレット2: POLYPRO T150、TK0270、黒 (DynaChisso社製)

2) 試験片: 10 cm×20 cm (厚さ2 mm)、各30枚

試験片 2-0 においては、ペレット 2 と比較して 7,9-di-*tert*-butyl-1-oxaspiro(4,5)deca-6,9-diene-2,8-dione に類似したスペクトルを示したピーク (RI は不一致) が新たに検出された。しかし、試験片 1-0 と同様に POH のピーク種類や面積値に大きな変化は見られず、さらに、PP ペレットに元々含有されていた紫外線吸収剤の Tinuvin 770 や、Irganox 1010 の分解物である 7,9-di-*tert*-butyl-1-oxaspiro(4,5)deca-6,9-diene-2,8-dione に変化は見られなかった。

以上より、PP ペレットから試験片への加工工程において、添加剤を練りこまずに試験片を作製した場合は、NIAS が大きく増加・生成しないことが示された。

## 2) 添加剤及び添加試験片の解析結果

添加剤について、それぞれ 100 µg/mL (感度の高かった BHT のみ 10 µg/mL) の標準溶液を測定し、検出された化合物の推定・同定を行った。

また、添加剤を練りこんだ試験片については、無添加試験片では検出されずに添加試験片のみで検出された化合物を NIAS とした。両方で検出された化合物については、添加試験片におけるピーク面積値が、無添加試験片における面積値の 3 倍以上であった化合物を NIAS とした。添加剤及び試験片の解析結果を表 3~7 に示した。

### ① BHT

結果を表 3 に示した。BHT 標準溶液からは BHT の他に 1 化合物 (不明ピーク、RI : 1487) が検出された。

試験片 1-1 及び 2-1 からは BHT の他にそれぞれ 2 化合物が検出された。両試験片から標準溶液からも検出された不明ピーク (RI : 1487) が検出され、標準溶液と両試験片における不明ピーク的面積%値が同程度であったことから、添加剤由来の不純物であると考え

られた。なお、本ピークは過去の報告<sup>6),7)</sup>やそのマススペクトルより 2,6-di-*tert*-butyl-4-methylene-2,5-cyclohexadienone であると示唆されたが、標準品が入手できず同定には至らなかった。

試験片 2-1 で検出された 2,6-di-*tert*-butyl-4-hydroxy-4-methylcyclohexa-2,5-dien-1-one (推定) は BHT の構造と類似しており、試験片に加工した際に BHT が分解して生じた化合物であると考えられた。試験片 1-1 で検出された bis(2-ethylhexyl) phthalate は可塑剤として汎用されるが、その面積値は小さく、由来は不明であった。

### ②モノパルミチン

結果を表 4 に示した。モノパルミチンの標準溶液からは比較的多くの不純物が検出され、5 化合物 (うち 3 つは不明ピーク) が検出された。同定された 2 化合物は *n*-hexadecanoic acid (パルミチン酸) 及びモノパルミチンと同じグリセリン脂肪酸エステル類アシル鎖長の異なる tetradecanoic acid, 2,3-dihydroxypropyl ester (モノミリスチン) であった。

試験片 1-2 からはモノパルミチンの他に 8 化合物、試験片 2-2 からは 4 化合物が検出された。両試験片から検出されたモノミリスチン及び 1 種類の不明ピーク (RI : 2151)、ならびに試験片 1-2 から検出された不明ピーク (RI : 2478) はモノパルミチン標準溶液からも検出されており、それらの面積%値が同程度であったことから、添加剤由来の不純物であると考えられた。

その他、両試験片で検出されたのは glycidyl palmitate (推定) 及び octadecanoic acid, 2,3-dihydroxypropyl ester (モノステアリン) であった。glycidyl palmitate はグリシドール脂肪酸エステル類であり、モノパルミチンと炭素数が同じであったことから、試験片加工時に生成した可能性が考えられた。モノス

テアリンはモノパルミチンよりも炭素鎖 ( $C_{2}H_{4}$ ) が長く、検出された原因は不明であった。

試験片 1-2 から isopropyl palmitate (推定)、BHT 及び 2,5-cyclohexadiene-1,4-dione, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)- (推定) が検出された。isopropyl palmitate はモノパルミチンと比較的類似した構造を有していたが、検出された原因は不明であった。次に BHT 及び 2,5-cyclohexadiene-1,4-dione, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)- が検出された原因を考察した。GC-MS 分析時に、BHT を練りこんだ試験片 1-1 を試験片 1-2 の前に GC-MS で分析したため、キャリアオーバーの可能性が考えられた。しかし、試験片 1-1 と試験片 1-2 の間に分析したアセトンからは BHT はほとんど検出されていなかった。さらに、試験片 1-2 を 2 回繰り返し分析した際にその両方で同程度の BHT が検出されており、その面積値はサンプル間に分析したアセトンと比較して 100 倍以上であった。以上より、試験片 1-2 で検出された BHT は GC-MS 分析時でのキャリアオーバーではないことを確認した。その他の原因として、試験片作製時に BHT が混入した可能性が考えられた。なお、2,5-cyclohexadiene-1,4-dione, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)- は BHT の分解物<sup>7)</sup>であることから、BHT 由来であると考えられた。

### ③エルカ酸アミド

結果を表 5 に示した。エルカ酸アミドの標準溶液からも比較的多くの不純物が検出され、5 化合物が推定・同定された。そのうち、2,5-hexanedione 及び nonanal はごく少量検出された。また、エルカ酸アミドと同じ脂肪酸アミド類で異なる脂肪酸鎖を有する 9-octadecenamide, (Z)- (オレアミド) や cis-11-eicosenamide (推定) が検出された。また、脂肪酸ニトリルである (Z)-docos-9-enenitrile (推定) が検出された。

試験片 1-3 からはエルカ酸アミドの他に 8 化合物、試験片 2-3 からは 7 化合物が検出された。両試験片から標準溶液で検出されたオレアミド、(Z)-docos-9-enenitrile (推定) 及び cis-11-eicosenamide (推定) が検出されたが、標準溶液と比べて面積%値が 3~10 倍高くなっていたことから、エルカ酸アミドを練りこんで試験片に加工する際に生成した可能性が考えられた。

その他、試験片 1-3 もしくは 2-3 から benzene, 1,3-bis(1,1-dimethylethyl)-, 2,5-cyclohexadiene-1,4-dione, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)- (推定) 及び bis(2-ethylhexyl) phthalate が検出され、両試験片から 1,30-triacontanediol (推定) 及び campesterol, acetate (推定) が検出されたが由来は不明であった。また、RI : 2995 の不明ピークは、13-docosenamide, (Z)- (エルカ酸アミド) と推定されたが、標準品の RI : 2789 とは異なっていた。さらにマススペクトルにおいて最も大きいフラグメントイオンとして  $m/z$  365 が確認されたことから、これが分子イオンであると仮定すれば脂肪酸アミド類である nervonamide ( $C_{24}H_{47}NO$ ) である可能性が考えられたが、標準品が入手できず同定には至らなかった。

### ④Irgafos 168

結果を表 6 に示した。Irgafos 168 標準溶液からは 3 種の不純物が検出され、そのうち 2 化合物は同定され、1 化合物は不明ピークであった。同定されたのは 2,4-di-tert-butylphenol 及び tris(2,4-di-tert-butylphenyl) phosphate であり、前者は Irgafos 168 の分解物、後者は酸化体であった<sup>8)</sup>。

試験片 1-4 からは Irgafos 168 の他に 1 化合物、試験片 2-4 からは 3 化合物が検出された。両試験片から検出された化合物は標準溶液からも検出されていた tris(2,4-di-tert-butylphenyl) phosphate であったが、面積%値は標準溶液に



比べて試験片で10～50倍と大きく増加していたことから、Irgafos 168 を練りこんで試験片に加工する際に生成したと考えられた。試験片 2-4 で検出された squalane 及び squalene の由来は不明であった。

### ⑤ Irganox 1010

結果を表 7 に示した。Irganox 1010 の標準溶液からは 2 化合物が検出・同定され、いずれも Irganox 1010 の分解物であった<sup>6),9)</sup>。

試験片 1-5 からは 4 化合物、試験片 2-5 からは 1 化合物が検出された。標準溶液においても検出されていた benzenepropanoic acid, 3,5-bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxy-, methyl ester が両試験片からも検出され、添加剤由来の不純物であると考えられた。試験片 1-5 で 2,5-cyclohexadiene-1,4-dione, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)- (推定)、hexadecyl acrylate (推定) 及び bis(2-ethylhexyl) phthalate が検出されたが、その由来は不明であった。

## 3. LC-QTOFMS による PP ペレット、添加剤及び試験片の解析結果

### 1) RI 標準物質の選定

GC-MS を用いた検討<sup>7)</sup>において、検出された化合物のマススペクトルだけでなく RI 情報を比較することで推定及び同定精度を向上さ

せることが可能であった。そこで、LC-QTOFMS を用いた場合においても RI 情報を利用できないか検討した。RI 標準物質として、疎水性相互作用による保持指標が段階的に変化するよう、側鎖の炭素数のみが異なる 8 種類の三級トリアルキルアミンを選定した (表 8)<sup>10),11)</sup>。本分析条件における 8 種類の三級トリアルキルアミンのクロマトグラムを図 2 に示した。RT は 2.0～28.8 分と広範に及び、幅広い溶出範囲の化合物の RI 値算出に適していると考えられた。

RI 値をデータベース化するためには、測定回やカラムロット、分析機器が異なっても RI 値が一定の範囲内に存在していることが重要である。試験片に練り込んだモノパルミチン、エルカ酸アミド、Irganox 1010 の 3 種の添加剤について、本条件にて分析し、RI 値を算出した (表 9)。なお、BHT は negative モードで検出されるため、Irgafos 168 は本分析条件にて溶出が遅く次サンプル中に溶出するため、RI 値算出の対象外とした。

初回分析時の各標準試料の RI 値との比率を算出した結果、測定回やカラムロット、分析機器が異なっても RI 値の比率は 1.0 であり、RI 値は一定の範囲内に存在していることが示された。マススペクトルに加えて RI 値を指標

表 8 LC-QTOFMS 分析における保持指標 (RI) 標準物質の選定

	標準物質	分子式	RT (min)	RI	濃度 (ng/mL)
C2	トリエチルアミン	C <sub>6</sub> H <sub>15</sub> N	2.0	200	500
C3	トリプロピルアミン	C <sub>9</sub> H <sub>21</sub> N	5.8	300	
C4	トリブチルアミン	C <sub>12</sub> H <sub>27</sub> N	8.8	400	
C5	トリペンチルアミン	C <sub>15</sub> H <sub>33</sub> N	11.0	500	
C7	トリヘプチルアミン	C <sub>21</sub> H <sub>45</sub> N	14.4	700	
C8	トリオクチルアミン	C <sub>24</sub> H <sub>51</sub> N	17.1	800	100
C9	トリノニルアミン	C <sub>27</sub> H <sub>57</sub> N	21.4	900	
C10	トリ-n-デシルアミン	C <sub>30</sub> H <sub>63</sub> N	28.8	1000	

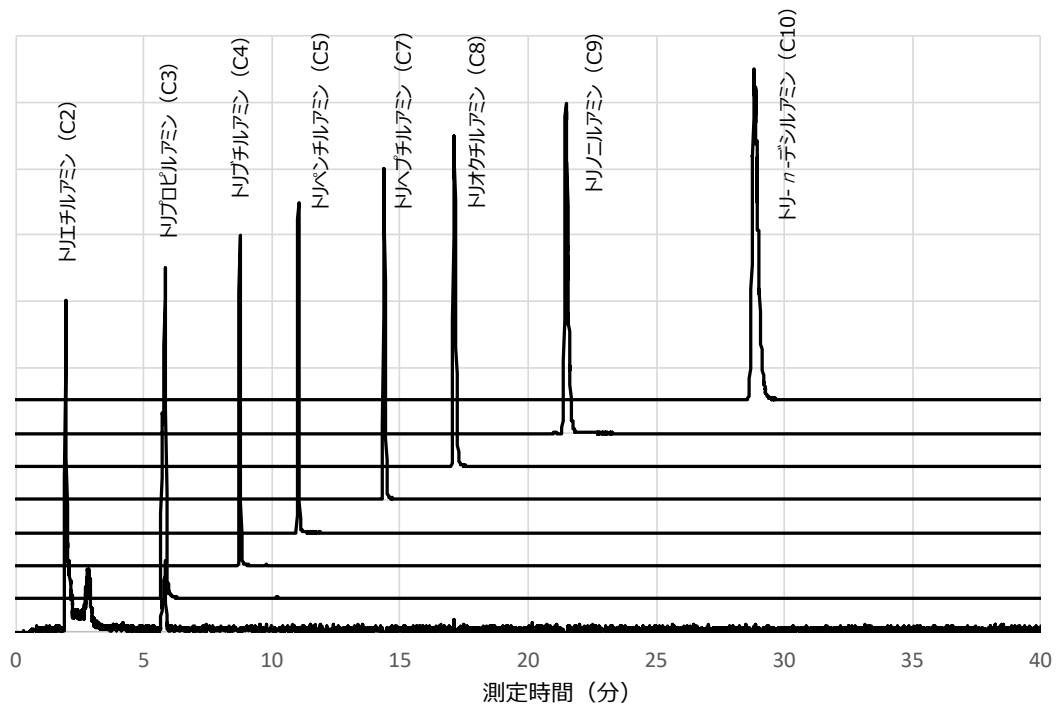


図2 LC-QTOFMS分析における保持指標 (RI) 標準物質のクロマトグラム

表9 RI標準物質の安定性

	モノバルミチン		エルカ酸アミド		Irganox 1010	
	RI	①との比率	RI	①との比率	RI	①との比率
①初回分析時	735	-	854	-	968	-
②異なる測定回	731	1.0	849	1.0	957	1.0
③異なるロットの同カラムで分析	746	1.0	865	1.0	981	1.0
④異なる装置*	738	1.0	856	1.0	966	1.0

\*エーピー・サイエックス社のLC-MS/MS (TQ4500) を使用

とすることで、推定及び同定精度の向上が期待された。

## 2) PPペレットと無添加試験片の解析結果

汎用添加剤やNIASを含む計322種類の化合物のデータベースを用いてPPペレット及び添加剤無添加の試験片の解析を行った。検出された化合物について精密質量及び同位体分布から物質を推定した。推定された化合物

のうち標準品を入手できたものについて、ペレット及び試験片と同様にLC-QTOFMS分析を行い、マススペクトル及びRIから同定を試みた。

まずは、PPペレットに含有される化合物を解析した。PPペレット1及び2から検出された化合物のうち面積値が100,000以上のものについて、操作ブランクにおける面積値との比を算出した（操作ブランクで検出されな

った場合は面積値を仮に 33,000 として比を算出)。比が 3 倍以上、10 倍以上、100 倍以上であった化合物を表 10 に示した。PP ペレット 1 からは、酸化防止剤である Irgafos 168 や Irganox 1010 及びそれら由来の NIAS、滑剤である脂肪酸アミド類が多く検出された。PP ペレット 2 からは、PP ペレット 1 と同様に酸化防止剤とその関連物質、脂肪酸アミド類に加え、紫外線吸収剤である Tinuvin 770、界面活性剤であるグリセリン脂肪酸エステル類も多く検出された。

次に、ペレットから試験片に加工する際の化合物の変化をみるため、添加剤無添加の試験片に含有される化合物を解析した。無添加試験片のみで検出された化合物を NIAS とし、ペレットと無添加試験片の両方で検出された化合物については、無添加試験片におけるピーク面積値がその基となるペレットにおける面積値の 3 倍以上であった化合物を NIAS とした。表 10 に示す通り、エルカ酸アミド及びベヘン酸アミドに若干増加が見られたが、PP ペレットから試験片に加工する過程において増加・生成する添加剤や NIAS はほとんどみられなかった。

### 3) 添加剤及び添加試験片の解析結果

添加剤を試験片に練り込んだ際の添加剤由来化合物の変化をみるため、試験片に練り込んだ 5 種の添加剤について、各標準溶液 (10 µg/mL) の LC-QTOFMS 分析を行い、それらに含有される物質の推定・同定を行った。

さらに、添加剤を練りこんだ試験片については、無添加試験片では検出されずに添加試験片のみで検出された化合物を NIAS とした。両方で検出された化合物については、添加試験片におけるピーク面積値が、無添加試験片における面積値の 3 倍以上となった化合物を NIAS とした。添加剤及び添加試験片の解析

結果を表 11~15 に示した。

#### ① BHT

結果を表 11 に示した。BHT の標準溶液からはブランク (メタノール) から検出された物質以外のものは検出されなかった。BHT を添加して作製した試験片では  $C_{30}H_{50}NO_2$  と同等の精密質量に相当する化合物 (RI : 806) が特徴的に増加した。これは酸化防止剤である Ionox 129 ( $C_{30}H_{46}O_2$ ) のアンモニウムイオン付加体もしくは BHT 二量体の派生物 (BHT 由来の副生成物) である可能性が考えられたが、標準品が入手できず同定には至らなかった。なお、可塑剤である diisononyl phthalate が検出されたが由来は不明であった。

#### ② モノパルミチン

結果を表 12 に示した。モノパルミチンの標準溶液からはモノパルミチンと同じグリセリン脂肪酸エステル類でアシル鎖長の異なるモノミリスチン及びモノステアリンが検出された。モノパルミチンを添加して作成した試験片では、標準溶液同様にモノミリスチンが検出された。これらは標準溶液の面積%値と比べて試験片で増加していたことから、試験片に加工する際に生成した可能性が考えられた。また、GC-MS の結果同様に、モノパルミチンからアシル鎖長が伸長したモノステアリンも試験片への加工に伴い増加していたが、この原因は不明であった。さらにグリセリン脂肪酸エステル類である dodecanoic acid, 2,3-dihydroxypropyl ester (モノラウリン) が検出された。また、分子式  $C_{18}H_{38}NO_4$  と同等の精密質量を有する強度の大きいピーク (RI : 736) が検出された。可塑剤として使用される decanedioic acid, dibutyl ester (セバシン酸ジブチル ( $C_{18}H_{34}O_4$ )) のアンモニウムイオン付加体の可能性が考えられたが、標準品のマススペクトル及び RI とは一致せず、同定には至

らなかった。

### ③エルカ酸アミド

結果を表 13 に示した。エルカ酸アミドの標準溶液からはエルカ酸アミドと同じ脂肪酸アミド類で異なる脂肪酸鎖を有するオレアミドや behenic amide (ベヘン酸アミド) が検出された。エルカ酸アミドを添加して作成した試験片においても、標準溶液同様にオレアミド及びベヘン酸アミドが検出された。これらは標準溶液と比較して面積%値が増加しており、試験片に加工する際に生成したと考えられた。その他、Irganox 1010 の分解物と考えられる ethyl 3-(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyphenyl) propionate (推定) 及び可塑剤である di-*n*-octyl adipate (推定) が検出されたが由来は不明であった。試験片 1-3 及び 2-3 に共通して分子式  $C_{20}H_{38}O_2$  (RI : 796)、 $C_{20}H_{40}O_2$  (RI : 848)、 $C_{22}H_{44}O_2$  (RI : 853) と同等の精密質量を有する化合物が検出されたが、同定には至らなかった。

### ④ Irgafos 168

結果を表 14 に示した。本分析条件では Irgafos 168 は次サンプル中に溶出するため、同じサンプルを 2 回分析した際の 2 回目の結果を解析した。Irgafos 168 の標準溶液からは Irgafos 168 以外の物質は検出されなかった。Irgafos 168 を添加して作製した試験片 1-4 では、Irgafos 168 からジ-*tert*-ブチルベンジル基 ( $C_{14}H_{20}$ ) が解離した Irgafos 168 の分解物と推定される化合物 (RI : 807) がわずかに検出され、これは試験片に加工する際に生成した可能性が考えられた。試験片 2-4 からはこの Irgafos 168 の分解物は検出されなかった。

### ⑤ Irganox 1010

結果を表 15 に示した。Irganox 1010 の分解物は過去の報告を参考にデータベースに登録した<sup>9)</sup>。Irganox 1010 の標準溶液からは Irganox 1010 から  $C_{17}H_{24}O_2$  が解離した物質 (RI : 811)

が検出された。Irganox 1010 を添加して作製した試験片では、多種類の Irganox 1010 の分解物が検出された。また、試験片 1-5 及び 2-5 に共通して分子式  $C_{10}H_{12}O_3$  と同等の精密質量を有する化合物 (RI : 581) が検出されたが、同定には至らなかった。なお、PP ペレット 2 は元々酸化防止剤として Irganox 1010 を含有していたことから、無添加試験片と試験片 2-5 において Irganox 1010 分解物に大きな強度の増加が見られず、検出数が少なくなったと考えられた。

PP の液体モデルである squalane に Irganox 1010 を溶解して熱処理することにより分解物を評価した過去の報告では、Irganox 1010 に次ぐ大きなピークとして分子式  $C_{56}H_{84}O_{10}$  (RI : 811) 及び分子式  $C_{69}H_{100}O_{12}$  (RI : 893) と同等の精密質量を有する化合物が検出されていた<sup>9)</sup>。今回評価したペレット 1、2 及び試験片 1-5、2-5 においてもこの 2 つの化合物が検出されており、これらが実際に PP 中においても Irganox 1010 に由来する主要な NIAS であることが分かった。

## D. 結論

昨年度に引き続き、合成樹脂製器具・容器包装に含有される NIAS の探索を行った。添加剤の種類と量が既知の PP 製モデル試料を作製し、シート作製時の含有物質の変化を追うことでポリマー及び添加剤由来の NIAS を調査した。

その結果、ペレットから無添加試験片を作製した際に増加・生成した化合物は非常に少なく、ポリマー由来である POH や、ペレットに元々含有されていた添加剤の変化は見られなかった。これより、新たに添加剤を加えずにペレットから試験片に加工する工程においては、NIAS が大きく増加・生成することはないことが GC-MS 及び LC-QTOFMS の両方

において示された。

一方、5種類の汎用添加剤を練りこんだ試験片の作製工程における含有化合物の変化を確認した結果、種々の化合物が確認された。その由来として、練りこんだ添加剤に元々含まれていた不純物や添加剤の分解物のほか、由来が不明なものもあった。また、試験片の作製工程において混入が疑われたものもあった。GC-MSとLC-QTOFMSで共通して検出された化合物も一部みられたが、検出原理や感度等の違いによりその多くはいずれか一方で検出された。LC-QTOFMSを用いた際はGC-MSでは検出不可能なIrganox 1010やその分解物など比較的分子量の大きな化合物の検出が可能であった。これより、NIASを把握するためには測定原理の異なる複数の機器を使用することが重要であることが示された。

しかしながら、GC-MSではNISTなどライブラリーが充実していることから未知物質の検索が比較的容易なのに対し、LC-QTOFMS用のライブラリーはNIAS探索のためには整備が不十分であり、本研究では汎用添加剤や予測されるNIASを含む化合物について自作のデータベースを作成して用いた。今後、検出化合物の推定・同定及び合成樹脂に含まれる意図的添加物質とNIASを判別するためには、マススペクトルライブラリーの作成や、過去に検出されたNIAS情報についてのデータベース作成が必要であることが示された。

## E. 参考文献

- 1) 令和2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 食品用器具・容器包装等の安全性確保に資する研究 総括・分担研究報告書、p.58-68 (2021)
- 2) 尾崎麻子、水口智晴、山口之彦、山野哲夫：GC-MSを用いた合成樹脂製器具・容器包装に含まれる化学物質に関する検討、日本食品衛生学会創立60周年記念第116回学術講演会要旨 (2020)
- 3) Biedermann-Brem, S, Kasprick, N, Simat, Grob K. Migration of polyolefin oligomeric saturated hydrocarbons (POSH) into food, *Food Additives and Contaminants*, 29, 449-460 (2012)
- 4) Conchione, C, Lucci, P, Moret, S. Migration of polypropylene oligomers into ready-to-eat vegetable soups, *Foods*, 9, <https://doi.org/10.3390/foods9101365> (2020)
- 5) 河村葉子、米沢里香、前原玉枝、山田隆：食品用ポリプロピレン製品中の添加剤の分析、*食品衛生学雑誌*、41, 154-161 (2000)
- 6) Graíño S.G., Sendón R., Hernández J.L., Rodríguez-Bernaldo de Quirós A., GC-MS screening analysis for the identification of potential migrants in plastic and paper-based candy wrappers, *Polymers*, 10, 802 (2018)
- 7) 菊池貴子、大竹義人、田中敬二：フェノール系酸化防止剤と光安定剤の併用に伴う変色現象、*日本ゴム協会誌*、85, 283-288 (2012)
- 8) Yan Y., Hu C.Y., Wang Z.W. Degradation of Irgafos 168 and migration of its degradation products from PP - R composite films. *Packaging Technology and Science* 31, 679-688 (2018)
- 9) Beißmann, S, Stiftinger, M, Grabmayer, K, Wallner, G, Nitsche, D, Buchberger, W. Monitoring the degradation of stabilization systems in polypropylene during accelerated aging tests by liquid chromatography combined with atmospheric pressure chemical ionization mass spectrometry, *Polymer Degradation and Stability*, 98(9), 1655-1661 (2013)
- 10) 志摩典明、中西啓子、片木宗弘、鎌田徹、財津桂、鎌田寛恵、西岡裕、三木昭宏、辰

野道昭、土橋均、鈴木廣一：LC/MS<sup>n</sup>を用いた薬物スクリーニングシステムの構築-液体クロマトグラフィー/質量分析における保持指標の適用-、日本法科学技術学会誌、16(1), 13-27 (2011)

- 11) 中野史保子、鎌田寛恵、佐々木啓子、志摩典明、鎌田徹、松田駿太郎、掛橋秀直、西岡裕、三木昭宏、土橋均、片木宗弘：精密質量分析を用いた界面活性剤スクリーニング法の開発と法化学への応用、J. Mass Spectrom. Soc. Jpn., 67(2), 53-63 (2019)

表2 PPペレット及び無添加試験片のGC-MS解析結果

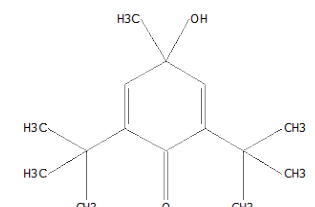
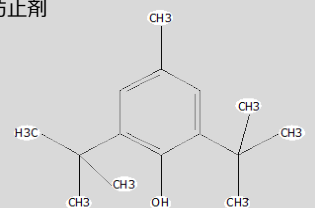
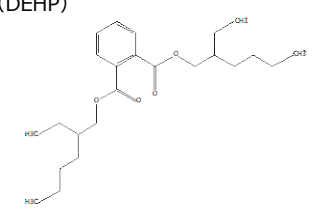
RT (min)	RI	化合物名	CAS No.	分子式	PL収載 <sup>1)</sup>	標準品 による 同定	面積値				備考
							ペレット1		ペレット2		
							ペレット1	試験片1-0 <sup>2)</sup>	ペレット2	試験片2-0 <sup>2)</sup>	
18.4	1764	不明ピーク	-	-	-	-	-	-	● 1,000,000	7,9-Di- <i>tert</i> -butyl-1-oxaspiro(4,5)deca-6,9-diene-2,8-dioneとマススペクトルが近似していたがRI不一致	
22.3	2157	Octadecanoic acid	57-11-4	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	7	○	50,000	● 230,000	390,000	550,000	滑剤 (ステアリン酸)
27.6	2834	Squalene	111-02-4	C <sub>30</sub> H <sub>50</sub>	825 1039	○	-	● 350,000	-	-	可塑剤
15.4	1496	POH-1 <sup>3)</sup>	-	-	×	-	1,800,000	2,000,000	2,700,000	3,500,000	ポリマー由来
17.9	1711	POH-2 <sup>3)</sup>	-	-	×	-	1,600,000	1,800,000	2,600,000	2,900,000	ポリマー由来
20.2	1931	7,9-Di- <i>tert</i> -butyl-1-oxaspiro(4,5)deca-6,9-diene-2,8-dione	82304-66-4	C <sub>17</sub> H <sub>24</sub> O <sub>3</sub>	×	○	-	-	11,000,000	13,000,000	Irganox 1010の分解物
22.2	2141	POH-3 <sup>3)</sup>	-	-	×	-	1,100,000	1,800,000	2,200,000	2,500,000	ポリマー由来
29.8	3121	Decanedioic acid, bis(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidinyl) ester	52829-07-9	C <sub>28</sub> H <sub>52</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	593	○	-	-	1,500,000	1,900,000	紫外線吸収剤 (Tinuvin 770)
33.6	3441	Irgafos 168	31570-04-4	C <sub>42</sub> H <sub>63</sub> O <sub>3</sub> P	561	○	10,000,000	13,000,000	-	-	酸化防止剤
36.9	>3600	Tris(2,4-di- <i>tert</i> -butylphenyl) phosphate	95906-11-9	C <sub>42</sub> H <sub>63</sub> O <sub>4</sub> P	×	○	1,400,000	2,000,000	-	-	Irgafos 168の酸化体

1) PL別表第1 第2表の整理番号 (2019年12月23日時点の公表リストに付与されたもの) を示した

2) 無添加試験片のみで検出、もしくは、PPペレットと比較して無添加試験片で3倍以上の面積値が認められた化合物 (NIAS) に●を示した

3) POHは面積値が比較的大きい3物質について示した

表3 BHTの標準品及び添加試験片のGC-MS解析結果

RT (min)	RI	化合物名	CAS No.	分子式	PL収載 <sup>1)</sup>	標準品による同定	標準溶液 (面積% <sup>2)</sup> )	試験片 <sup>3)</sup> (面積% <sup>2)</sup> )		備考 <sup>4)</sup>
								1-1	2-1	
15.1	1475	2,6-Di- <i>tert</i> -butyl-4-hydroxy-4-methylcyclohexa-2,5-dien-1-one	10396-80-2	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub>	×	—	—	—	● (0.2)	
15.3	1487	不明ピーク	—	—	—	—	(0.2)	● (0.3)	● (0.4)	<i>m/z</i> : 161, 203, 175, 218, 189 2,6-Di- <i>tert</i> -butyl-4-methylene-2,5-cyclohexadienone (CAS No.2607-52-5) である可能性あり
15.7	1520	BHT	128-37-0	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	183	○	(100)	(100)	(100)	酸化防止剤 
25.6	2555	Bis(2-ethylhexyl) phthalate	117-81-7	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	158	○	—	● (0.04)	—	可塑剤 (DEHP) 

1) PL別表第1 第2表の整理番号 (2019年12月23日時点の公表リストに付与されたもの) を示した

2) 添加剤本体のピーク面積値を100%とした

3) 添加試験片のみで検出、もしくは、無添加試験片と比較して添加試験片で3倍以上の面積値が認められた化合物 (NIAS) に●を示した

4) 不明ピークは*m/z*を強度順で示した (*m/z* > 100)



表4 モノパルミチンの標準品及び添加試験片のGC-MS解析結果

RT (min)	RI	化合物名	CAS No.	分子式	PL収載 <sup>1)</sup>	標準品による同定	標準溶液 (面積% <sup>2)</sup> )	試験片 <sup>3)</sup> (面積% <sup>2)</sup> )		備考 <sup>4)</sup>
								1-2	2-2	
15.1	1476	2,5-Cyclohexadiene-1,4-dione, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-	719-22-2	C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	×	-	-	● (0.08)	-	
15.7	1520	BHT	128-37-0	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	183	○	-	● (1.8)	-	酸化防止剤 
20.4	1955	n-Hexadecanoic acid	57-10-3	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	7	○	(0.1)	-	-	滑剤 (パルミチン酸) 
21.1	2023	Isopropyl palmitate	142-91-6	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	131	-	-	● (0.2)	-	パルミチン酸イソプロピル 
22.3	2151	不明ピーク	-	-	-	-	(0.2)	● (0.3)	● (0.5)	m/z : 115, 102, 239, 112, 171
23.5	2297	Glycidyl palmitate	7501-44-2	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>3</sub>	×	-	-	● (0.09)	● (0.04)	グリシドールパルミチン酸エステル 
23.6	2301	Tetradecanoic acid, 2,3-dihydroxypropyl ester	589-68-4	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>4</sub>	175	○	(0.2)	● (0.1)	● (0.2)	界面活性剤 (モノリスチン) 
25.0	2478	不明ピーク	-	-	-	-	(0.2)	● (0.3)	-	m/z : 130, 117, 131, 371, 239
25.1	2495	不明ピーク	-	-	-	-	(0.4)	-	-	m/z : 117, 130, 313, 239, 131
25.3	2514	Glycerol 1-palmitate	542-44-9	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	175	○	(100)	(100)	(100)	界面活性剤 (モノパルミチン) 
26.8	2720	Octadecanoic acid, 2,3-dihydroxypropyl ester	123-94-4	C <sub>21</sub> H <sub>42</sub> O <sub>4</sub>	175	○	-	● (0.07)	● (1.0)	界面活性剤 (モノステアリン) 

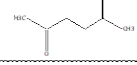

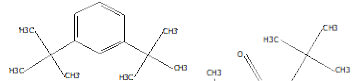
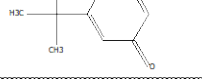
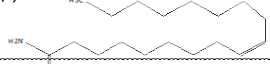
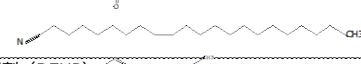

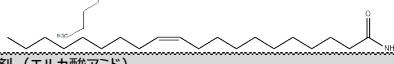
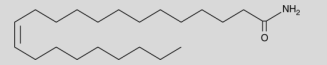
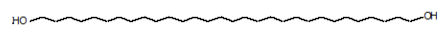
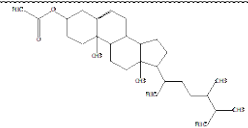
1) PL別表第1 第2表の整理番号 (2019年12月23日時点の公表リストに付与されたもの) を示した

2) 添加剤本体のピーク面積値を100%とした

3) 添加試験片のみで検出、もしくは、無添加試験片と比較して添加試験片で3倍以上の面積値が認められた化合物 (NIAS) に●を示した

4) 不明ピークはm/zを強度順で示した (m/z > 100)

表5 エルカ酸アミドの標準品及び添加試験片のGC-MS解析結果

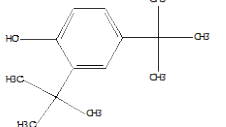
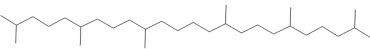
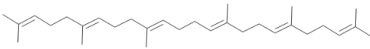
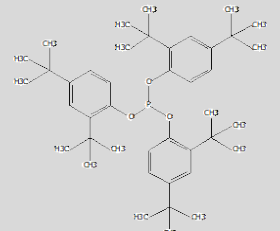
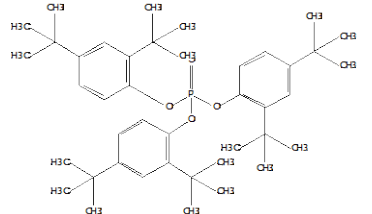
RT (min)	RI	化合物名	CAS No.	分子式	PL収載 <sup>1)</sup>	標準品による同定	標準溶液 (面積% <sup>2)</sup> )	試験片 <sup>3)</sup> (面積% <sup>2)</sup> )		備考
								1-3	2-3	
7.0	931	2,5-Hexanedione	110-13-4	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	×	○	(0.03)	—	—	
9.9	1104	Nonanal	124-19-6	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O	×	○	(0.03)	—	—	
12.2	1259	Benzene, 1,3-bis(1,1-dimethylethyl)-	1014-60-4	C <sub>14</sub> H <sub>22</sub>	×	○	—	—	● (0.1)	
15.1	1476	2,5-Cyclohexadiene-1,4-dione, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-	719-22-2	C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	×	—	—	● (0.03)	—	
24.1	2363	9-Octadecenamide, (Z)-	301-02-0	C <sub>18</sub> H <sub>35</sub> NO	178	○	(0.3)	● (1)	● (3)	滑剤 (オレアミド) 
25.1	2495	(Z)-Docos-9-enenitrile	1000465-48-0	C <sub>22</sub> H <sub>41</sub> N	×	—	(0.5)	● (2)	● (2)	
25.6	2555	Bis(2-ethylhexyl) phthalate	117-81-7	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	158	○	—	● (0.04)	—	可塑剤 (DEHP) 
25.7	2573	cis-11-Eicosenamide	10436-08-5	C <sub>20</sub> H <sub>39</sub> NO	178	—	(0.6)	● (4)	● (6)	滑剤 
27.3	2789	13-Docosenamide, (Z)-	112-84-5	C <sub>22</sub> H <sub>43</sub> NO	178	○	(100)	(100)	(100)	滑剤 (エルカ酸アミド) 
28.5	2958	1,30-Triacontanediol	36645-68-8	C <sub>30</sub> H <sub>62</sub> O <sub>2</sub>	×	—	—	● (0.4)	● (0.4)	
28.8	2995	不明ピーク	—	—	—	—	—	● (0.2)	● (0.9)	13-Docosenamide, (Z)-と推定されたが標準品と一致せず。 m/z 365が出ておりC <sub>24</sub> H <sub>47</sub> NO (nervonamide (滑剤)) の可能性あり
29.1	3042	Campesterol, acetate	1000419-55-2	C <sub>30</sub> H <sub>50</sub> O <sub>2</sub>	×	—	—	● (0.2)	● (0.3)	

1) PL別表第1 第2表の整理番号(2019年12月23日時点の公表リストに付与されたもの)を示した

2) 添加剤本体のピーク面積値を100%とした

3) 添加試験片のみで検出、もしくは、無添加試験片と比較して添加試験片で3倍以上の面積値が認められた化合物(NIAS)に●を示した

表 6 Irgafos 168の標準品及び添加試験片のGC-MS解析結果

RT (min)	RI	化合物名	CAS No.	分子式	PL収載 <sup>1)</sup>	標準品 による 同定	標準溶液 (面積% <sup>2)</sup> )	試験片 <sup>3)</sup> (面積% <sup>2)</sup> )		備考 <sup>4)</sup>
								1-4	2-4	
15.6	1513	2,4-Di- <i>tert</i> -butylphenol	96-76-4	C <sub>14</sub> H <sub>22</sub> O	79	○	(0.07)	—	—	酸化防止剤 
26.3	2655	Squalane	111-01-3	C <sub>30</sub> H <sub>62</sub>	828 1018	○	—	—	● (0.5)	可塑剤 
27.6	2835	Squalene	111-02-4	C <sub>30</sub> H <sub>50</sub>	825 1039	○	—	—	● (2)	可塑剤 
26.7	2704	不明ピーク	—	—	—	—	(0.03)	—	—	<i>m/z</i> : 267, 191, 147, 221, 472
33.6	3443	Irgafos 168	31570-04-4	C <sub>42</sub> H <sub>63</sub> O <sub>3</sub> P	561	○	(100)	(100)	(100)	酸化防止剤 
36.9	>3600	Tris(2,4-di- <i>tert</i> -butylphenyl) phosphate	95906-11-9	C <sub>42</sub> H <sub>63</sub> O <sub>4</sub> P	×	○	(0.7)	● (8)	● (39)	Irgafos 168の酸化体 

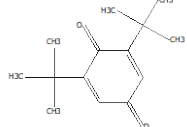

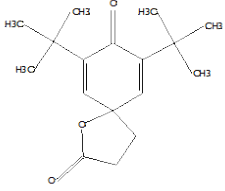
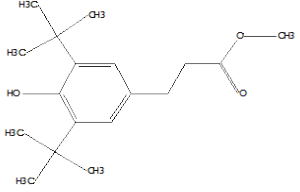
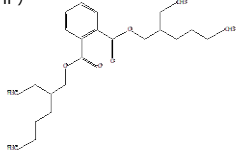
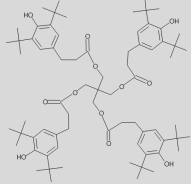
1) PL別表第1 第2表の整理番号(2019年12月23日時点の公表リストに付与されたもの)を示した

2) 添加剤本体のピーク面積値を100%とした

3) 添加試験片のみで検出、もしくは、無添加試験片と比較して添加試験片で3倍以上の面積値が認められた化合物(NIAS)に●を示した

4) 不明ピークは*m/z*を強度順で示した(*m/z* > 100)

表7 Irganox 1010の標準品及び添加試験片のGC-MS解析結果

RT (min)	RI	化合物名	CAS No.	分子式	PL収載 <sup>1)</sup>	標準品による同定	標準溶液 (面積% <sup>2)</sup> )	試験片 <sup>3)</sup> (面積% <sup>2)</sup> )		備考
								1-5	2-5	
15.1	1476	2,5-Cyclohexadiene-1,4-dione, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-	719-22-2	C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	×	-	-	● (-)	-	
19.8	1893	Hexadecyl acrylate	13402-02-3	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	×	-	-	● (-)	-	
20.2	1929	7,9-Di-tert-butyl-1-oxaspiro(4,5)deca-6,9-diene-2,8-dione	82304-66-3	C <sub>17</sub> H <sub>24</sub> O <sub>3</sub>	×	○	検出 (-)	-	-	
20.4	1950	Benzenepropanoic acid, 3,5-bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxy-, methyl ester	6386-38-5	C <sub>18</sub> H <sub>28</sub> O <sub>3</sub>	1702 <sup>4)</sup>	○	検出 (-)	● (-)	● (-)	
25.6	2555	Bis(2-ethylhexyl) phthalate	117-81-7	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	158	○	-	● (-)	-	可塑剤 (DEHP) 
検出不可	Irganox 1010		6683-19-8	C <sub>73</sub> H <sub>108</sub> O <sub>12</sub>	356	-	-	-	-	酸化防止剤 

1) PL別表第1 第2表の整理番号 (2019年12月23日時点の公表リストに付与されたもの) を示した

2) 添加剤本体 (Irganox 1010) 検出不可のため算出できず

3) 添加試験片のみで検出、もしくは、無添加試験片と比較して添加試験片で3倍以上の面積値が認められた化合物 (NIAS) に●を示した

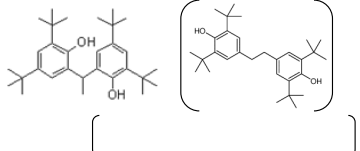
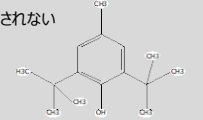
4) 区分1のみ

表10 PPペレット及び無添加試験片のLC-QTOFMS解析結果

RT (min)	RI	m/z	化合物名	分子式	イオンタイプ	CAS No.	PL収載 <sup>1)</sup>	標準品による同定	ペレット1		ペレット2		備考
									ペレット1 <sup>2)</sup>	試験片1-0 <sup>3)</sup>	ペレット2 <sup>2)</sup>	試験片2-0 <sup>3)</sup>	
20.8	886	560.4703	3,3'-Thiobispropanoic acid, dltridecyl ester	C <sub>32</sub> H <sub>62</sub> O <sub>6</sub> S	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	10595-72-9	×	-	++		++		酸化防止剤 (Cyanox 711)
26.4	968	1194.8168	Pentaerythritol tetrakis[3-(3',5'-di-tert-butyl-4'-hydroxyphenyl)propionate]	C <sub>73</sub> H <sub>108</sub> O <sub>12</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	6683-19-8	356	○	+++		+++		酸化防止剤 (Irganox 1010)
32.3	>1000	647.4583	Phenol, 2,4-bis(1,1-dimethylethyl)-, phosphite (3:1)	C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> O <sub>3</sub> P	[M+H] <sup>+</sup>	31570-04-4	561	○	+++		++		酸化防止剤 (Irgafos 168)
36.6	>1000	532.4393	Propanoic acid, 3,3'-thiobis-, didodecyl ester	C <sub>30</sub> H <sub>58</sub> O <sub>4</sub> S	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	123-28-4	173	-	++		+		酸化防止剤 (DLTDP)
39.1	>1000	588.5010	Ditetradecyl 3,3'-Thiodipropionate	C <sub>34</sub> H <sub>66</sub> O <sub>4</sub> S	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	16545-54-3	173	-	+++		+++		酸化防止剤 (DMTDP)
9.5	435	481.3997	Bis(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl) sebacate	C <sub>28</sub> H <sub>52</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	52829-07-9	593	○			+++		紫外線吸収剤 (Tinuvin 770)
13.8	664	303.2527	Tetradecanoic acid, 2,3-dihydroxypropyl ester	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>4</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	589-68-4	175	○			++		界面活性剤 (モノリスチン)
15.4	736	331.2840	Glycerol 1-palmitate	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	542-44-9	175	○			+++		界面活性剤 (モノパルミチン)
17.3	804	359.3152	Octadecanoic acid, 2,3-dihydroxypropyl ester	C <sub>21</sub> H <sub>42</sub> O <sub>4</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	123-94-4	175	○			+++		界面活性剤 (モノステアリン)
12.3	579	274.2738	n-Hexadecanoic acid	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	57-10-3	7	○			++		滑剤 (パルミチン酸)
14.9	719	256.2632	Hexadecanamide	C <sub>16</sub> H <sub>33</sub> NO	[M+H] <sup>+</sup>	629-54-9	178	○	+		+		滑剤 (パルミチン酸アミド)
15.2	731	282.2792	9-Octadecenamide, (Z)-	C <sub>18</sub> H <sub>35</sub> NO	[M+H] <sup>+</sup>	301-02-0	178	○	++		+		滑剤 (オレアミド)
16.7	786	284.2945	Octadecanamide	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub> NO	[M+H] <sup>+</sup>	124-26-5	178	○	+		+		滑剤 (ステアリン酸アミド)
19.4	854	338.3415	13-Docosenamide, (Z)-	C <sub>22</sub> H <sub>43</sub> NO	[M+H] <sup>+</sup>	112-84-5	178	○				● (+)	滑剤 (エルカ酸アミド)
22.5	914	340.3569	Behenic amide	C <sub>22</sub> H <sub>45</sub> NO	[M+H] <sup>+</sup>	3061-75-4	178	○				● (+)	滑剤 (ヘン酸アミド)
11.7	539	235.1695	3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxybenzaldehyde	C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	1620-98-0	×	-			++		
31.4	>1000	663.4530	Tris(2,4-di-tert-butylphenyl) phosphate	C <sub>62</sub> H <sub>83</sub> O <sub>4</sub> P	[M+H] <sup>+</sup>	95906-11-9	×	○	++		++		Irgafos 168酸化体
10.5	478	167.0703	3-(4-Hydroxyphenyl)propionic Acid	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	501-97-3	×	○			++		Irganox1010の分解物
10.5	478	296.2218	3-(3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionic Acid	C <sub>17</sub> H <sub>26</sub> O <sub>3</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	20170-32-5	×	○			++		Irganox1010の分解物
11.7	540	277.1796	oxaspiro(4,5)deca-6,9-diene-2,8-dione	C <sub>17</sub> H <sub>24</sub> O <sub>3</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	82304-66-3	×	○	+		+++		Irganox1010の分解物
12.4	581	310.2377	Benzeneprpanoic acid, 3,5-bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxy-, methyl ester	C <sub>18</sub> H <sub>26</sub> O <sub>3</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	6386-38-5	1702 <sup>4)</sup>	○	+		++		Irganox1010の分解物
13.5	649	674.4619	Irganox 1010からC <sub>34</sub> H <sub>46</sub> O <sub>9</sub> が分離した化合物	C <sub>34</sub> H <sub>46</sub> O <sub>9</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	36913-60-7	×	-	++		+++		Irganox1010の分解物
31.4	>1000	685.4338	Irganox 1010からC <sub>33</sub> H <sub>46</sub> O <sub>9</sub> が分離した化合物	C <sub>33</sub> H <sub>46</sub> O <sub>9</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	-	-	-	+		+		Irganox1010の分解物
15.4	738	878.5773	Irganox 1010からC <sub>21</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> が分離した化合物	C <sub>21</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	-	-	-			+		Irganox1010の分解物
17.3	804	1006.6605	Irganox 1010からC <sub>14</sub> H <sub>20</sub> が分離した化合物	C <sub>14</sub> H <sub>20</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	-	-	-	+		++		Irganox1010の分解物
17.6	811	934.6390	Irganox 1010からC <sub>17</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub> が分離した化合物	C <sub>17</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	84633-54-5	×	-	+++		+++		Irganox1010の分解物
21.2	893	1138.7542	Irganox 1010からC <sub>16</sub> H <sub>16</sub> が分離した化合物	C <sub>16</sub> H <sub>16</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	-	-	-	++		++		Irganox1010の分解物
16.0	761	950.6338	Irganox 1010からC <sub>17</sub> H <sub>24</sub> Oが分離した化合物	C <sub>17</sub> H <sub>24</sub> O	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	-	-	-	+		++		Irganox1010の分解物
26.1	963	1192.8013	Irganox 1010からH <sub>2</sub> が分離した化合物	C <sub>73</sub> H <sub>106</sub> O <sub>12</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	-	-	-	++		++		Irganox1010の分解物
12.4	581	181.0860	-	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	-	-	-			+		Propyl 4-hydroxybenzoate (CAS No. 94-13-3)、Methyl 3-(4-Hydroxyphenyl)propionate (CAS No. 5597-50-2) とは不一致
15.3	736	332.2876	-	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>4</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	-	-	-			++		セバシン酸 ジブチル (CAS No. 109-43-3) とは不一致
17.3	804	285.2786	-	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	-	-	-			+		ステアリン酸 (CAS No. 57-11-4)、パルミチン酸エチル (CAS No. 628-97-7) とは不一致
27.3	980	492.4407	-	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> O <sub>3</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	-	-	-			++		Cyasorb UV-2908 (CAS No. 67845-93-6) とは不一致

1) PL別表第1 第2表の整理番号 (2019年12月23日時点の公表リストに付与されたもの) を示した  
 2) 操作ブランク試料からの面積値増加率を示した (+3倍以上、+10倍以上、++100倍以上)  
 3) PPペレットからの面積値増加率が3倍以上となった化合物 (NIAS) に●を示した (+3倍以上、+10倍以上、++100倍以上)  
 4) 区分1のみ

表 1 1 BHTの標準品及び添加試験片のLC-QTOF解析結果

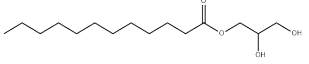
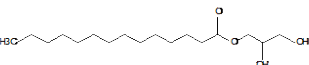
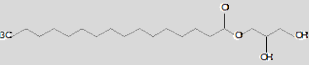
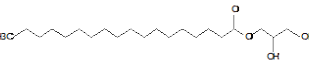
RT (min)	RI	m/z	化合物名	分子式	イオンタイプ	CAS No.	PL収載 <sup>1)</sup>	標準品による同定	標準溶液 (面積% <sup>2)</sup> )	試験片 <sup>3)</sup> (面積% <sup>2)</sup> )		備考
										1-1	2-1	
17.4	806	456.3832	2,2'-Ethyldienebis(4,6-di-tert-butylphenol)	C <sub>30</sub> H <sub>46</sub> O <sub>2</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	35958-30-6	573	-	-	● (-)	● (-)	酸化剤 (Ionox 129)、(BHT2量体の可能性もあり) 
19.0	844	419.3156	Diisononyl phthalate	C <sub>26</sub> H <sub>42</sub> O <sub>4</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	28553-12-0	553	○	-	● (-)	-	可塑剤
検出不可		BHT		C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	[M-H] <sup>-</sup>	128-37-0	183	-	-	-	-	酸化防止剤 positiveモードでは検出されない 

1) PL別表第 1 第 2 表の整理番号 (2019年12月23日時点の公表リストに付与されたもの) を示した

2) 添加剤本体 (BHT) 検出不可のため算出できず

3) 添加試験片のみで検出、もしくは、PPベレットと比較して添加試験片で 3 倍以上の面積値が認められた化合物 (NIAS) に●を示した

表 1 2 モノパルミチンの標準品及び添加試験片のLC-QTOF解析結果

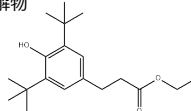
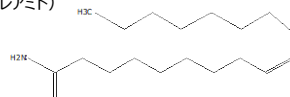
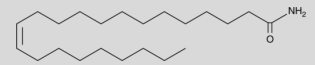
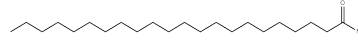
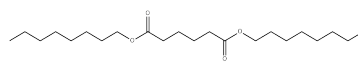
RT (min)	RI	m/z	化合物名	分子式	イオンタイプ	CAS No.	PL収載 <sup>1)</sup>	標準品 による 同定	標準溶液 (面積% <sup>2)</sup> )	試験片 <sup>3)</sup> (面積% <sup>2)</sup> )		備考
										1-2	2-2	
12.6	594	275.2215	Dodecanoic acid, 2,3-dihydroxypropyl ester	C <sub>15</sub> H <sub>30</sub> O <sub>4</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	142-18-7	175	○	—	● (0.2)	● (0.2)	界面活性剤 (モノラウリン) 
13.8	663	303.2527	—	C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	—	—	—	—	● (0.3)	● (0.2)	ミリスチン酸 (CAS No. 544-63-8) とは不一致
13.8	664	611.5083	—	C <sub>36</sub> H <sub>71</sub> AlO <sub>5</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	—	—	—	—	● (0.2)	● (0.1)	システアリン酸(ヒドロキシ)アルミニウム (CAS No. 300-92-5) とは不一致
13.8	664	303.2527	Tetradecanoic acid, 2,3-dihydroxypropyl ester	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>4</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	589-68-4	175	○	(1)	● (8)	● (7)	界面活性剤 (モノミリスチン) 
15.3	735	332.1479	—	C <sub>18</sub> H <sub>18</sub> O <sub>5</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	—	—	—	—	● (0.1)	—	ジエチレングリコールジベンゾアート (CAS No. 120-55-8) とは不一致
15.3	736	332.2876	—	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>4</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	—	—	—	—	● (50)	● (40)	セバシン酸 ジブチル (CAS No. 109-43-3) とは不一致
15.4	736	331.2840	Glycerol 1-palmitate	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	542-44-9	175	○	(100)	(100)	(100)	界面活性剤 (モノパルミチン) 
17.3	804	359.3152	Octadecanoic acid, 2,3-dihydroxypropyl ester	C <sub>21</sub> H <sub>42</sub> O <sub>4</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	123-94-4	175	○	(1)	● (12)	—	界面活性剤 (モノステアリン) 

1) PL別表第 1 第 2 表の整理番号 (2019年12月23日時点の公表リストに付与されたもの) を示した

2) 添加剤本体のピーク面積値を100%とした

3) 添加試験片のみで検出、もしくは、PPペレットと比較して添加試験片で 3 倍以上の面積値が認められた化合物 (NIAS) に●を示した

表 1 3 エルカ酸アミドの標準品及び添加試験片のLC-QTOF解析結果

RT (min)	RI	m/z	化合物名	分子式	イオンタイプ	CAS No.	PL収載 <sup>1)</sup>	標準品による同定	標準溶液 (面積% <sup>2)</sup> )	試験片 <sup>3)</sup> (面積% <sup>2)</sup> )		備考
										1-3	2-3	
10.8	491	307.2356	Ethyl 3-(3,5-di- <i>tert</i> -butyl-4-hydroxyphenyl)propionate	C <sub>19</sub> H <sub>30</sub> O <sub>3</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	36294-24-3	×	-	-	● (0.09)	● (0.1)	Irganox1010の分解物 
15.2	731	282.2792	9-Octadecenamide, (Z)-	C <sub>18</sub> H <sub>35</sub> NO	[M+H] <sup>+</sup>	301-02-0	178	○	(3)	-	● (8)	滑剤 (オレアミド) 
17.0	796	311.3134	-	C <sub>20</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	-	-	-	-	● (0.8)	● (0.7)	オレイン酸エチル (CAS No. 111-62-6) とは不一致
19.2	848	313.3292	-	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	-	-	-	-	● (0.3)	● (0.2)	アラキジン酸 (CAS No. 506-30-9)、 ステアリン酸エチル (CAS No. 111-61-5) とは不一致
19.4	853	341.3321	-	C <sub>22</sub> H <sub>44</sub> O <sub>2</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	-	-	-	-	● (0.5)	● (0.4)	ステアリン酸ブチル (CAS No. 123-95-5) とは不一致
19.4	854	338.3415	13-Docosenamide, (Z)-	C <sub>22</sub> H <sub>43</sub> NO	[M+H] <sup>+</sup>	112-84-5	178	○	(100)	(100)	(100)	滑剤 (エルカ酸アミド) 
22.5	914	340.3569	Behenic amide	C <sub>22</sub> H <sub>45</sub> NO	[M+H] <sup>+</sup>	3061-75-4	178	○	(6)	● (23)	● (14)	滑剤 (ベヘン酸アミド) 
22.8	919	391.2839	Di- <i>n</i> -octyl adipate	C <sub>22</sub> H <sub>42</sub> O <sub>4</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	123-79-5	95	-	-	● (0.4)	● (0.3)	可塑剤 

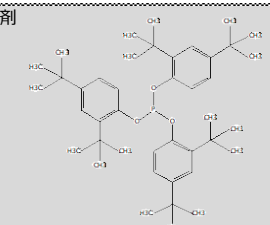
1) PL別表第 1 第 2 表の整理番号 (2019年12月23日時点の公表リストに付与されたもの) を示した

2) 添加剤本体のピーク面積値を100%とした

3) 添加試験片のみで検出、もしくは、PPペレットと比較して添加試験片で3倍以上の面積値が認められた化合物 (NIAS) に●を示した



表 1 4 Irgafos 168の標準品及び添加試験片のLC-QTOF解析結果

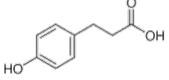
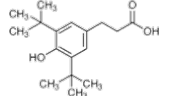
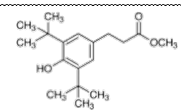
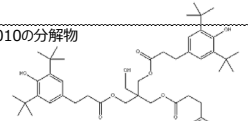

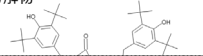
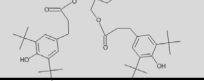
RT (min)	RI	m/z	化合物名	分子式	イオンタイプ	CAS No.	PL収載 <sup>1)</sup>	標準品による同定	標準溶液 (面積% <sup>2)</sup> )	試験片 <sup>3)</sup> (面積% <sup>2)</sup> )		備考
										1-4	2-4	
17.4	807	476.3286	Irgafos168からC <sub>14</sub> H <sub>20</sub> が解離した化合物	C <sub>28</sub> H <sub>43</sub> O <sub>3</sub> P	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	-	-	-	-	● (0.02)	-	Irgafos 168の分解物
32.3	>1000	647.4583	Irgafos 168	C <sub>42</sub> H <sub>63</sub> O <sub>3</sub> P	[M+H] <sup>+</sup>	31570-04-4	561	○	(100)	(100)	(100)	酸化防止剤 

1) PL別表第 1 第 2 表の整理番号 (2019年12月23日時点の公表リストに付与されたもの) を示した

2) 添加剤本体のピーク面積値を100%とした

3) 添加試験片のみで検出、もしくは、PPペレットと比較して添加試験片で 3 倍以上の面積値が認められた化合物 (NIAS) に●を示した

表 1 5 Irganox 1010の標準品及び添加試験片のLC-QTOF解析結果

RT (min)	RI	m/z	化合物名	分子式	イオンタイプ	CAS No.	PL収載 <sup>1)</sup>	標準品による同定	標準溶液 (面積% <sup>2)</sup> )	試験片 <sup>3)</sup> (面積% <sup>2)</sup> )		備考	
										1-5	2-5		
10.5	478	167.0703	3-(4-Hydroxyphenyl)-propionic acid	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	501-97-3	×	○	—	● (0.2)	—	Irganox1010の分解物 	
10.5	478	296.2218	3-(3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionic acid	C <sub>17</sub> H <sub>26</sub> O <sub>3</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	20170-32-5	×	○	—	● (0.9)	—	Irganox1010の分解物 	
12.4	581	181.0860	—	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>	[M+H] <sup>+</sup>	—	—	—	—	● (1)	● (2)	Propyl 4-hydroxybenzoate (CAS No. 94-13-3)、Methyl 3-(4-hydroxyphenyl)propionate (CAS No. 5597-50-2) とは不一致	
12.4	581	310.2377	Benzenepropanoic acid, 3,5-bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxy-, methyl ester	C <sub>18</sub> H <sub>28</sub> O <sub>3</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	6386-38-5	—	1702 <sup>4)</sup>	○	—	● (6)	● (9)	Irganox1010の分解物 
16.0	761	950.6338	Irganox1010からC <sub>17</sub> H <sub>24</sub> Oが解離した化合物	C <sub>56</sub> H <sub>84</sub> O <sub>11</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	—	—	—	—	● (0.6)	—	Irganox1010の分解物	
17.3	804	1006.6605	Irganox1010からC <sub>14</sub> H <sub>20</sub> Oが解離した化合物	C <sub>59</sub> H <sub>88</sub> O <sub>12</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	—	—	—	—	● (1)	—	Irganox1010の分解物	
17.6	811	934.6390	Irganox1010からC <sub>17</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub> が解離した化合物	C <sub>56</sub> H <sub>84</sub> O <sub>10</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	84633-54-5	×	—	(5)	● (22)	—	Irganox1010の分解物 	
18.5	832	962.6345	Irganox1010からC <sub>16</sub> H <sub>24</sub> Oが解離した化合物	C <sub>57</sub> H <sub>84</sub> O <sub>11</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	—	—	—	—	—	● (0.1)	—	Irganox1010の分解物 
21.2	893	1138.7542	Irganox1010からC <sub>4</sub> H <sub>6</sub> Oが解離した化合物	C <sub>69</sub> H <sub>100</sub> O <sub>12</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	—	—	—	—	● (3)	● (5)	Irganox1010の分解物	
26.1	963	1192.8013	Irganox1010からH <sub>2</sub> が解離した化合物	C <sub>73</sub> H <sub>106</sub> O <sub>12</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	—	—	—	—	● (3)	—	Irganox1010の分解物 	
26.4	968	1194.8168	Irganox 1010	C <sub>73</sub> H <sub>108</sub> O <sub>12</sub>	[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	6683-19-8	356	○	(100)	(100)	(100)	酸化防止剤 	

1) PL別表第 1 第 2 表の整理番号 (2019年12月23日時点の公表リストに付与されたもの) を示した

2) 添加剤本体のピーク面積値を100%とした

3) 添加試験片のみで検出、もしくは、PPペレットと比較して添加試験片で 3 倍以上の面積値が認められた化合物 (NIAS) に ● を示した

4) 区分1のみ