

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）
R6 年度終了報告書

家庭用品中有害物質の試験法及び規制基準設定に関する研究

未規制多環芳香族炭化水素類の分析法開発と実態に関する研究

研究分担者 西 以和貴 神奈川県衛生研究所 理化学部 主任研究員

研究協力者 吉富 太一 神奈川県衛生研究所 理化学部 主任研究員

要旨

多環芳香族炭化水素類（Polycyclic aromatic hydrocarbons: PAHs）はベンゾ[a]ピレンをはじめとして、発がん性が疑われるものが多い化合物群である。欧州連合（European Union: EU）では、化学品の登録、評価、認可及び制限に関する規則（Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals: REACH 規則）において、消費者向けのゴム・プラスチック製品に含まれる 8 種の PAHs を制限している。現状、わが国ではゴム・プラスチック製品中の PAHs に対する規制基準はない。EU 圏内においては、例年制限値超過事例が報告されていることから、わが国においても製品中 PAHs 濃度の実態把握が必要だと考えられる。そこで本研究では、ゴム・プラスチック製品中の PAHs 分析法を検討し、その方法を用いた実態調査を行った。

分析法については、REACH 規則で推奨される分析法である AfPS GS 2019:01 PAK を基に検討した。AfPS GS 2019:01 PAK に示されている精製法はオープンカラムクロマトグラフィーによるものであり、操作の煩雑さや溶媒使用量の多さが課題と考えられる。したがって、我々が以前考案した強陰イオン交換（Strong Anion Exchange: SAX）カートリッジによる精製法を応用した手法を検討した。ポリスチレンは AfPS GS 2019:01 PAK の抽出法で溶媒に溶解し、精製を行わないとベンゾ[a]アントラセン及びクリセンの分析が著しく妨害される。今回検討した SAX カートリッジによる精製法は、ポリスチレン由来の妨害物質のほとんどを除去することができた。そこで AfPS GS 2019:01 PAK の抽出法と今回検討した精製法を組み合わせた分析法を考案し、その添加回収試験を 6 種類の異なる材質で行ったところ、回収率は 75～110%、相対標準偏差は 10%未満という、良好な結果を得ることができた。

本研究で考案した分析法を用いて、わが国に流通するゴム・プラスチック製品中 PAHs の実態調査を行った。その結果、47 製品中 3 製品から REACH 規則の制限値を超える PAHs が検出された。しかし、用途や使用頻度を考慮すると、これらの製品からの PAHs 曝露量は限定的であると考えられた。

A. 研究目的

多環芳香族炭化水素類（Polycyclic aromatic hydrocarbons: PAHs）は2つ以上の芳香環が縮合した構造を有した化合物群であり、有機物の燃焼等によって生成されることが知られている¹⁾。PAHsの一つであるベンゾ[a]ピレンは国際がん研究機関により発がん性分類1（ヒトに対して発がん性がある）に分類されている²⁾。また、その他のPAHsでも2A（ヒトに対しておそらく発がん性がある）や2B（ヒトに対して発がん性がある可能性がある）に分類されているものがある²⁾。

欧州連合（European Union: EU）では、化学品の登録、評価、認可及び制限に関する規則（Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals: REACH 規則）の付属書 XVII entry 50 において、消費者向けゴム・プラスチック製品中の PAHs が制限されている。対象となる PAHs はベンゾ[a]ピレン、ベンゾ[e]ピレン、ベンゾ[a]アントラセン、クリセン、ベンゾ[b]フルオランテン、ベンゾ[j]フルオランテン、ベンゾ[k]フルオランテン、ジベンゾ[a,h]アントラセンの8種類であり、制限値は各 1 µg/g（玩具は 0.5 µg/g）である³⁾。この制限値を超過した製品については、EU が Web 上に公開しており（Safety Gate）、例年数件の超過事例が報告されている⁴⁾。

現状、わが国ではゴム・プラスチック製品中の PAHs に対する規制はない。上述のとおり、REACH 規則による制限のある EU 圏内で例年制限値超過が報告されていることから、わが国における実態の把握が必要である。

また、REACH 規則におけるゴム・プラ

スチック中 PAHs の分析法は AfPS GS 2019:01 PAK が推奨されている⁵⁾。この方法は、サンプルをトルエンで抽出後、シリカゲルを充填したオープンカラムクロマトグラフィーにより精製し、GC-MS で分析する方法である⁶⁾。特に、この抽出過程でトルエンに溶解してしまうサンプルに関しては、精製操作が重要となる。

AfPS GS 2019:01 PAK で示されているオープンカラムクロマトグラフィーによる精製法は効果的であるものの、充填する労力や、溶媒の使用量が多いという課題がある。我々は以前に実施したクレオソート油製品中 PAHs 分析法の研究において、強陰イオン交換（Strong Anion Exchange: SAX）カートリッジが PAHs を強く保持する性質を見出し⁷⁾、その性質を利用した精製法を開発した。この方法は市販の充填済みカートリッジを使用できるため簡便で、溶媒使用量も少ないという利点がある。

そこで本研究では、簡便で効果的な精製法によるゴム・プラスチック製品中 PAHs の分析法を開発し、当該分析法を用いてわが国に流通する製品の実態調査を行うこととした。

B. 研究方法

B.1 試薬類

分析対象物質は REACH 規則の制限対象を含む 10 種類の PAHs とした（表 1）。PAHs の標準溶液は、AccuStandard 社の PAH Standard (Quebec Ministry of Environ. PAH Mix)を用いた。サロゲート物質溶液は BaA-*d*₁₂、BbF-*d*₁₂、BaP-*d*₁₂ をトルエンで 100 µg/mL に調製したものをを用いた。内部

標準溶液は CRY- d_{12} をトルエンで 10 $\mu\text{g/mL}$ に調製したものをを用いた。1 M 水酸化カリウム/メタノール溶液は、5.6 g の水酸化カリウムをメタノールに溶解し、100 mL としたものをを用いた。各種溶媒は富士フイルム和光純薬製の残留農薬・PCB 試験用のものをを用いた。

SAX カートリッジは GL サイエンス社の Inert Sep SAX (500 mg) をを用いた。

B.2 添加回収試験用試料の調製

ポリスチレン (PS)、ポリプロピレン (PP)、高密度ポリエチレン (HDPE) の試料はスタンダードテストピース社の樹脂ペレットを用いた。スチレンブタジエンゴム (SBR)、クロロプレンゴム (CR)、ニトリルゴム (NBR) の試料はスタンダードテストピース社の標準試験片を 2 mm 角に刻んで用いた。

PS、PP、HDPE は 0.2 $\mu\text{g/g}$ 、SBR、CR、NBR は 1 $\mu\text{g/g}$ となるようにそれぞれに PAHs 標準溶液を添加し、一晚風乾した。SBR、CR、NBR については、添加前の試料にいくつかの PAHs が検出されたため、それらの影響を受けないよう、添加濃度を高く設定した。

PS に関しては 5 つ、その他についてはそれぞれ 3 つずつの試料を調製した。

B.3 実態調査試料

令和 5～6 年に店舗やインターネット通販で購入した。その一覧を表 2 に示した。

B.4 試料の抽出

試料の抽出は REACH 規則付属書 XVII の推奨分析法として示されている AfPS

GS 2019:01 PAK の方法を一部変更して実施した。

試料 0.5 g にトルエン 20 mL 及び 100 $\mu\text{g/mL}$ サロゲート物質溶液 80 μL を添加し、60°C で超音波抽出した。抽出液は別の容器に移し、放冷後、精製操作を行った。

B.5 抽出液の精製、試験溶液の調製

我々が以前に報告したクレオソート油製品中 PAHs 分析法で用いた精製法を基に検討を行った。

SAX カートリッジはアセトン 6 mL、ヘキサン 6 mL を順次流してコンディショニングした。これに抽出液 100 μL を負荷した。

続く固相の洗浄操作については、以下の 2 つの条件を検討した。

- ① ジエチルエーテル/ヘキサン (1/9, v/v) 6 mL
- ② ヘキサン 6 mL、ジエチルエーテル/ヘキサン (1/9, v/v) 6 mL

添加回収試験、実態調査試料の分析での洗浄操作は②の条件を使用した。

洗浄操作後の目的物質の溶出については、いずれもアセトン/ヘキサン (1/9, v/v) 6 mL で行った。溶出液を窒素気流下で乾固後、10 μL の内部標準溶液及び 100 μL のトルエンを加えて再溶解し、これを試験溶液とした。

B.6 アルカリ分解

サンプル No.22 については、SAX カートリッジによる精製後も分析に影響を及ぼす妨害物質の存在が認められた。それらを除去するために 1 M 水酸化カリウム/メタノール溶液を用いたアルカリ分解を

検討した。その方法を以下に記述する。

SAX カートリッジでの精製後、乾固した試料に 1 M 水酸化カリウム/メタノール溶液を 1 mL 加え、75°C に設定したヒートブロックで1時間加熱した。その後、超純水 5 mL 及びヘキサン 2 mL を加え、1 分間振とう抽出した。ヘキサン相を別の試験管にとり、再度ヘキサン 2 mL を加えて 1 分間振とう抽出した。ヘキサン相を先の試験管に合わせ、これを窒素気流下で乾固した。これに 10 µL の内部標準溶液及び 100 µL のトルエンを加えて再溶解し、試験溶液とした。

B.7 GC-MS 条件

装置は Agilent Technologies 社の 8890 /7000D を用いた。カラムは Rxi-PAH (Restek 社, Length 40 m, I.D. 0.18 mm, Film thickness 0.07 µm)を用いた。キャリアガスは水素を用い、流量は 0.8 mL/min とした。試験溶液は 1 µL をパルスドスプリットレスモード (50 psi, 0.7 min) で注入した。カラムオーブンプログラムは 100°C (1 min) → 50°C/min → 210°C → 3°C/min → 270°C → 25°C/min → 340°C (10 分)に設定した。トランスファーライン温度は 340°C、注入口温度及びイオン源温度は 290°C 及び 300°C にそれぞれ設定した。MS/MS トランジションは表 3 に示した。

B.8 定量下限値

定量下限値は 0.2 µg/g とした。

C. 結果及び考察

C.1 精製法の検討

AfPS GS 2019:01 PAK では、抽出操作で

溶解するポリマーについて、精製が必要であることが記述されている⁶⁾。AfPS GS 2019:01 PAK に示された精製法は、シリカゲル 4 g を活性化処理後にクロマト管に充填する必要があることや、有機溶媒 80 mL を使用するため⁶⁾、労力や人体・環境への負荷の面で課題がある。

我々が以前に報告したクレオソート油製品中 PAHs 分析法で用いた精製法は、SAX カートリッジが PAHs を強く保持するという性質を利用したものである⁷⁾。SAX カートリッジは充填済みのものが市販されており、操作が簡便である。また、充填剤の量は 500 mg で十分な精製効果が得られるため、それに伴って使用溶媒量も少なく済むというメリットがある。

クレオソート油製品中 PAHs の分析法で検討した際は、シリカゲルカートリッジで精製した後にさらに SAX カートリッジで精製を行った⁷⁾。今回の検討では、分析の簡便性や溶媒使用量の削減を主眼に置き、SAX カートリッジのみで精製を行う方法を検討した。

トルエンによる抽出で、PS はほぼ完全に溶解する。この溶液を GC-MS でスキャン分析したところ、図 1a のようなクロマトグラムが得られた。保持時間 14~16 分に検出される大きな 4 本のピークはいずれも m/z 91, 129, 207 のフラグメントを有していた(図 2)。これらのピークは、分析対象物質であるベンゾ[a]アントラセン及びクリセンの保持時間に重なって検出され、これらの定量を妨害した。当該ピークと同様のマススペクトルを示すものとして、環状スチレントリマーの一種が報告されている⁸⁾ことから、PS 製品の分析を

行う上でこの問題は常に生じると考えられた。

PS 樹脂ペレットの抽出液を SAX カートリッジにより精製したところ、妨害物質影響のほとんどを除去することができた(図 1、図 3b 及び c)。しかし、わずかに残存した妨害物質のピークは BaA 0.08 µg/g に相当する大きさ(図 3c)であり、REACH 規則の玩具中 PAHs の制限値である 0.5 µg/g の 16%に相当する。この時の精製では SAX カートリッジの洗浄をジエチルエーテル/ヘキサン (1/9, v/v) 6 mL で行ったものであるが、これでは洗浄が不足していたと考えられた。そこで、カートリッジの洗浄にヘキサン 6 mL を追加して検討を行ったところ、妨害物質のピークを BaA 0.02 µg/g 相当の大きさまで低減することができた(図 3d)。精製前の妨害物質のピークは BaA 1.69 µg/g 相当(図 3b)であったことから、定量値への影響を大幅に低減することができたと考えられた。

今回考案した精製法は市販の充填済みカートリッジを使用するため、クロマト管に担体を充填する作業を省略できる。また、AfPS GS 2019:01 PAK で示された精製法では 1 試料あたり 80 mL の有機溶媒を使用する⁶⁾ところ、本精製法では 30 mL である。有機溶媒の使用量削減により環境負荷を低減できることも本精製法のメリットであると考えられた。

C.2 分析法の添加回収試験

AfPS GS 2019:01 PAK の抽出法と、検討した精製法を組み合わせた分析法を図 4 に示した。この分析法の添加回収試験を

PS、PP、HDPE、SBR、CR、NBR の 6 種の材質で行った。

添加回収試験の結果を表 4 に示した。回収率は 75~110%、相対標準偏差はすべてのデータで 10%未満という、良好な結果を得ることができた。また、特に、PS、PP、HDPE の添加濃度は REACH 規則の玩具中 PAHs の制限値である 0.5 µg/g より低い 0.2 µg/g で良好な結果が得られたことから、本研究で考案した分析法は、ゴム・プラスチック製品中 PAHs の実態調査に必要な性能を十分に有していると考えられた。

C.3 アルカリ分解による妨害物質の除去

サンプル No.22 のハンマーについては、SAX カートリッジの精製後も非常に多くの妨害物質が存在し、それらが分析を妨害した。No.22 抽出液を GC-MS でスキャン分析したところ、図 5a のクロマトグラムが得られた。特に保持時間 17~27 分にみられるピークが分析を妨害しており、これらのピークは共通して図 6 のマススペクトルを示した。このスペクトルを NIST ライブラリで検索したところ、フタル酸エステル類の一種がヒットした。過去に我々が人工芝グラウンドゴムチップ中 PAHs の分析を行った際もフタル酸エステル類とみられるピークに分析を妨害されたが、アルカリ分解によってその影響を除去することができた⁹⁾。そこでサンプル No.22 については、SAX カートリッジでの精製後にさらにアルカリ分解の操作を行うこととした。その結果、図 5b のように妨害物質のほとんどを除去することに成功した。

なお、このアルカリ分解操作による添加回収試験の結果、回収率は 75~110%、相対標準偏差は 10%未満の良好な結果が得られた (表 5)。したがって、アルカリ分解操作を追加しても正確な定量結果が得られると考えられた。

C.4 ゴム・プラスチック中 PAHs の実態調査

店舗及びインターネット通販で購入したゴム・プラスチック製の 47 製品の実態調査を行った。その結果、3 製品から REACH 規則の制限値である 1 µg/g を超える PAHs が検出された (表 6)。この内、No.23 のハンマーからは制限値をわずかに超える 1.24 µg/g の BeP が検出された。一般家庭ではハンマーの使用機会は限られることや、工具使用時は手袋を着用する可能性があることを考慮すると、当該製品からの曝露量は多くないと考えられた。一方、No.36、37 の 2 製品からは高濃度の PAHs が検出された。これらはいずれも包装にタイヤチューブを再利用したものである旨が記載されていた。以前に人工芝グラウンドゴムチップ中の PAHs 濃度を調査した際には、タイヤをリサイクルしたゴムチップから比較的高濃度の PAHs が検出⁹⁾されていたことから、タイヤをリサイクルした製品には比較的高濃度の PAHs が含まれていると考えられた。

REACH 規則では制限対象の製品について、「通常または合理的に予見可能な使用条件下で、ヒトの皮膚または口腔に直接、または長時間または短期間反復的に接触する」ものが対象と記載されている。前述のリサイクルゴム製品に関しては

いずれも屋外で自転車カバーや荷物の抑えとしての使用が想定されているため、これらの要件に該当せず、当該製品からの曝露量は限定的であると考えられた。

D. まとめ

本研究では、ゴム・プラスチック製品中 PAHs 分析法における効果的な精製法を検討するとともに、その精製法を組み込んだ分析法でわが国に流通する製品の実態調査を行った。

精製法の検討では、我々が以前に開発したクレオソート油製品中 PAHs の分析法で採用した SAX カートリッジによる精製法を基に検討した。その結果、PS 由来の分析妨害物質のほとんどを除去できることに加え、従来法よりも使用溶媒量を大幅に削減した精製法を開発することができた。

次に、開発した精製法と REACH 規則の推奨分析方法である AfPS GS 2019:01 PAK の抽出法を組み合わせた分析法を考案し、その添加回収試験を行った。その結果、良好な結果を得ることができた。

さらに、わが国に流通するゴム・プラスチック製品について、本研究で考案した分析法で実態調査を行った。その結果、47 製品中 3 製品から REACH 規則の制限値を超える PAHs が検出されたが、これらの製品からの曝露量については、用途・使用頻度を考慮すると限定的であると考えられた。

E. 研究発表

E1. 論文発表

なし

E.2 学会発表

- 1) 西 以和貴・吉富 太一・千葉 真弘・塩田 寛子・味村 真弓・吉田 俊明・高木 総吉・高居 久義・櫻木 大志・大野 浩之・河上 強志 クレオソート油製品中の多環芳香族炭化水素類試験法改定に係る検討, 第 61 国衛生化学技術協議会 年会, (2024.11)

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. 引用文献

- 1) Jameson CW. Polycyclic aromatic hydrocarbons and associated occupational exposures. In: Baan RA, Stewart BW, Straif K, editors. Tumour Site Concordance and Mechanisms of Carcinogenesis. Lyon (FR): International Agency for Research on Cancer; 2019. (IARC Scientific Publications, No. 165.) Chapter 7. Available from: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK570325/> (2025.3.16 閲覧)
- 2) International Agency for Research on Cancer. List of Classifications. <https://monographs.iarc.who.int/list-of-classifications/> (2025.3.16 閲覧)
- 3) ECHA, ANNEX XVII TO REACH – Conditions of restriction, Entry 50, <https://echa.europa.eu/documents/10162/4f099937-658f-8b86-2f62-5e767fab4d6e> (2025.3.16 閲覧)
- 4) European Commiission. Safety Gate: the EU rapid alert system for dangerous non-food products. <https://ec.europa.eu/safety-gate-alerts/screen/webReport> (2025.3.16 閲覧)
- 5) ECHA. Compendium of Analytical Methods June 2021 2nd edition Recommended by the Forum to check compliance of REACH Annex XVII restrictions. https://echa.europa.eu/documents/10162/17088/compendium_of_analytical_methods_en+%281%29.pdf/4c730fb9-1b48-2e14-6ee3-7a36391b7322?t=1626370365832 (2025.3.16 閲覧)
- 6) Federal Institute for Occupational Safety and Health. AfPS GS 2019:01 PAK
- 7) Nishi, I., Yoshitomi, T., Nakano, F., Uemura, H., Tahara, M., & Kawakami, T. (2023). Development of a safer and improved analytical method for polycyclic aromatic hydrocarbons in creosote products. *Journal of Chromatography A*, 1698, 464007.
- 8) 河村葉子, 杉本直樹, 武田由比子, & 山田隆. (1998). 食品用ポリスチレン製品に残存する未知物質の同定. *食品衛生学雑誌*, 39(2), 110-119_1.
- 9) Nishi, I., Kawakami, T., Sakai, S., Obama, T., Kubota, R., Inoue, K., & Ikarashi, Y. (2022). Characterization of synthetic turf

rubber granule infill in Japan:

Polyaromatic hydrocarbons and related compounds. *Science of The Total Environment*, 842, 156684.

表 1 本研究における分析対象物質

No.	Compound	Abbreviation	CASRN ^a
1	Benz[a]anthracene	BaA	56-55-3
2	Chrysene	CRY	218-01-9
3	Benzo[b]fluoranthene	BbF	205-99-2
4	Benzo[k]fluoranthene	BkF	207-08-9
5	Benzo[j]fluoranthene	BjF	205-82-3
6	Benzo[e]pyrene	BeP	192-97-2
7	Benzo[a]pyrene	BaP	50-32-8
8	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	IcdP	193-39-5
9	Dibenz[a,h]anthracene	DahA	53-70-3
10	Benzo[ghi]perylene	BghiP	191-24-2

表2 実態調査において購入した試料の一覧

サンプル No.	サンプルの種類	材質	色	製造国
1	自転車グリップ		黒	台湾
2	自転車グリップ		黒	記載なし
3	サンダル	Ethylene-vinyl acetate	黒	中国
4	ビーチサンダル	Ethylene-vinyl acetate	黒	中国
5	マリンシューズ		黒	中国
6	スポーツサンダル	Ethylene-vinyl acetate	黒	中国
7	腕時計バンド		黒	中国
8	腕時計バンド		黒	中国
9	子供用腕時計		黒	中国
10	子供用腕時計		黒	記載なし
11	スマートフォン カバー		黒	記載なし
12	スマートフォン カバー		黒	中国
13	ゴム手袋	樹脂部：天然ゴム	黒	ベトナム
14	ゴム手袋	すべり止め：天然ゴム	黒	中国
15	ゴム手袋	天然ゴム	黒	マレーシア
16	ゴム手袋		黒	日本
17	ゴム手袋	樹脂部：天然ゴム	黒	ベトナム
18	ゴム手袋	手のひら部分：天然ゴム	黒	中国
19	湯たんぽ		赤	記載なし
20	湯たんぽ		青	台湾
21	ゴムハンマー※		黒	中国
22	ハンマー※		黒	記載なし
23	ハンマー※		黒	日本
24	ボールペン※		黒	日本
25	ボールペン※		黒	記載なし
26	ボールペン※		黒	記載なし
27	ボールペン※	サーモプラスチックラバー	黒	中国
28	指サック	天然ゴム	橙	マレーシア
29	指サック	シリコーンゴム	グレー	中国
30	トレーニングチューブ	天然ゴム	橙	中国

表2 実態調査において購入した試料の一覧（続き）

サンプル No.	サンプルの種類	材質	色	製造国
31	リフレッシュボール	塩化ビニル樹脂	グレー	中国
32	手首サポーター	中材：クロロプレンゴム、生地：ナイロン 100%	黒	中国
33	手首サポーター	ポリエステル、ゴム、ポリプロピレン	黒	中国
34	ひざサポーター	ポリエステル、ポリプロピレン、天然ゴム	黒	中国
35	リサイクルゴムバンド	タイヤチューブ再利用	黒	中国
36	リサイクルゴムバンド	タイヤチューブ再利用	黒	中国
37	ゴムボール		橙	中国
38	ゴムボール		黄	中国
39	ゴムボール		茶	中国
40	ゴムボール		白	中国
41	ゴムボール	ポリ塩化ビニル	緑	中国
42	ゴムボール	ポリ塩化ビニル	赤	中国
43	ゴムバンド（玩具）		黒	中国
44	ゴムバンド（玩具）		黒	中国
45	ゴム製手裏剣		黒	日本
46	ゴム製手裏剣		黒	記載なし
47	クッシュボール		黄、緑、青、橙、赤	記載なし

※グリップ部分を試験に供した。

表 3 MSMS トランジション一覧

Compound	Quantifying transition		Qualifying transiton			
	Monitoring ion (m/z)	Collision Energy (V)	Monitoring ion (m/z)	Collision Energy (V)	Monitoring ion (m/z)	Collision Energy (V)
BaA	228>226	35	228>202	30	226>224	40
CRY	228>226	35	228>202	30	226>224	40
BbF	252>250	40	252>226	30	250>248	40
BkF	252>250	40	252>226	30	250>248	40
BjF	252>250	35	252>226	30	250>248	40
BeP	252>250	40	252>226	35	250>248	40
BaP	252>250	40	252>226	30	250>248	40
IcdP	276>274	40	274>272	40	274>248	30
DahA	279>277	35	278>276	40	278>252	35
BghiP	276>274	40	274>272	40	274>248	35
BaA- <i>d</i> ₁₂	240>236	35	240>212	30	236>232	40
CRY- <i>d</i> ₁₂	240>236	35	240>212	30	236>232	40
BbF- <i>d</i> ₁₂	264>260	40	264>236	35	260>256	40
BaA- <i>d</i> ₁₂	264>260	40	264>236	35	260>256	40

表 4 考案した分析法における添加回収試験の結果

添加した 材質 (添加濃 度)		BaA	CRY	BbF	BkF	BjF	BeP	BaP	IcdP	DahA	BghiP
PS	Recovery (%)	97.8	108.8	100.9	100.0	101.1	97.9	92.9	98.3	101.0	105.0
0.2 µg/g	RSD (%)※	3.6	2.2	3.3	4.9	5.7	3.1	7.0	6.9	8.4	5.7
PP	Recovery (%)	96.7	89.7	102.4	90.1	103.8	93.8	101.4	100.1	105.5	98.2
0.2 µg/g	RSD (%)	2.0	6.5	3.2	1.9	4.1	4.3	2.9	2.5	1.8	3.2
HDPE	Recovery (%)	92.5	94.3	103.2	92.6	100.4	89.4	94.8	95.0	98.9	96.0
0.2 µg/g	RSD (%)	1.6	3.7	2.9	1.9	0.1	1.4	5.4	2.6	4.8	9.3
SBR※2	Recovery (%)	98.9	105.6	96.9	93.1	95.9	95.2	93.7	77.6	99.1	76.5
1 µg/g	RSD (%)	3.0	3.5	1.9	1.4	1.2	1.5	4.3	2.8	1.4	3.3
CR※2	Recovery (%)	93.2	97.8	103.6	92.0	97.9	99.0	100.7	94.9	96.3	87.5
1 µg/g	RSD (%)	0.9	3.6	0.8	0.7	3.9	5.9	4.2	2.6	2.8	8.3
NBR※2	Recovery (%)	92.4	90.6	100.8	89.5	95.7	96.9	101.8	105.9	106.2	88.7
1 µg/g	RSD (%)	1.3	2.2	1.3	2.6	4.0	3.5	2.0	0.9	1.1	2.9

※相対標準偏差

※2 添加前の試料から検出された PAHs の濃度を差し引いて算出した。

表 5 アルカリ分解操作を加えた時の添加回収試験の結果

添加した 材質 (添加濃 度)		BaA	CRY	BbF	BkF	BjF	BeP	BaP	IcdP	DahA	BghiP
PS	Recovery (%)	109.6	102.3	104.9	93.6	101.8	100.0	100.2	100.7	100.8	99.8
0.2 µg/g	RSD (%)※	8.5	4.9	2.6	6.5	5.5	1.8	5.1	4.6	8.2	2.3
PP	Recovery (%)	94.8	93.3	95.3	93.2	99.7	96.5	91.8	93.1	92.4	93.5
0.2 µg/g	RSD (%)	3.9	2.3	1.4	1.1	5.0	0.6	0.7	1.2	3.1	0.6
HDPE	Recovery (%)	95.6	98.5	93.6	90.7	91.1	96.4	87.9	93.4	100.3	94.3
0.2 µg/g	RSD (%)	2.2	3.1	0.8	1.1	10.8	1.3	10.8	0.9	1.0	1.7
SBR※2	Recovery (%)	96.9	104.3	97.5	92.8	97.5	94.2	109.1	75.1	93.4	83.6
1 µg/g	RSD (%)	3.5	1.7	1.2	1.4	1.4	2.6	4.0	2.9	2.9	4.8
CR※2	Recovery (%)	94.6	101.3	101.1	101.0	88.5	108.1	96.7	88.5	91.5	79.5
1 µg/g	RSD (%)	1.2	1.1	5.2	0.4	0.8	0.9	3.1	5.7	4.1	4.0
NBR※2	Recovery (%)	94.9	94.7	100.0	89.9	85.4	96.0	99.6	101.5	100.8	84.6
1 µg/g	RSD (%)	3.5	2.6	1.7	4.9	2.1	3.8	1.5	3.5	3.5	6.1

※相対標準偏差

※2 添加前試料から検出された PAHs の濃度を差し引いて算出した。

表 6 市販ゴム・プラスチック製品の実態調査の結果

sample	Concentration (μg/g)									
No.	BaA	CRY	BbF	BkF	BjF	BeP	BaP	IcdP	DahA	BghiP
1	※	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
10	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
11	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
13	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
14	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
15	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.33
16	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
17	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
18	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
19	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
20	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
21	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
22	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
23	-	0.51	0.48	0.31	-	1.24	0.78	0.48	-	3.03
24	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
25	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
26	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
27	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
28	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
29	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
30	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
31	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
32	-	-	-	-	-	0.20	-	-	-	-
33	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
34	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
35	14.25	23.29	6.84	3.02	1.50	28.08	14.23	1.20	1.95	6.47
36	25.90	23.80	13.60	6.21	5.31	26.25	22.88	9.51	3.46	28.74
37	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
38	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
39	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
40	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
41	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
42	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
43	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
44	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
45	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
46	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
47	-	0.49	-	-	-	-	-	-	-	-

※定量下限値(0.2 μg/g 未満)

※2 REACH 規則制限対象 8 種の合計値

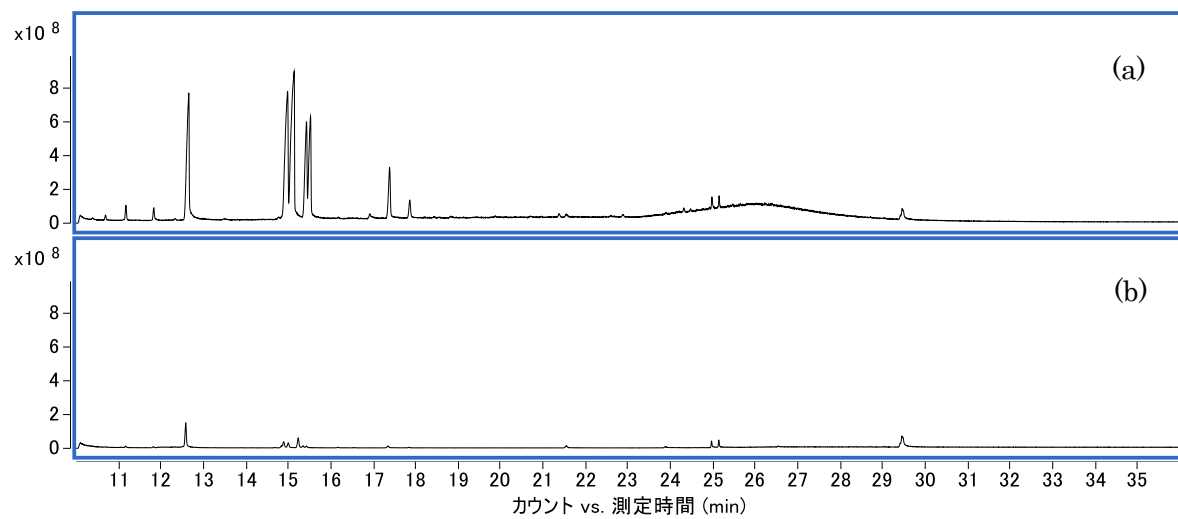


図1 PS抽出液のスキャンクロマトグラム (a: 未精製、b: SAX カートリッジ精製後)

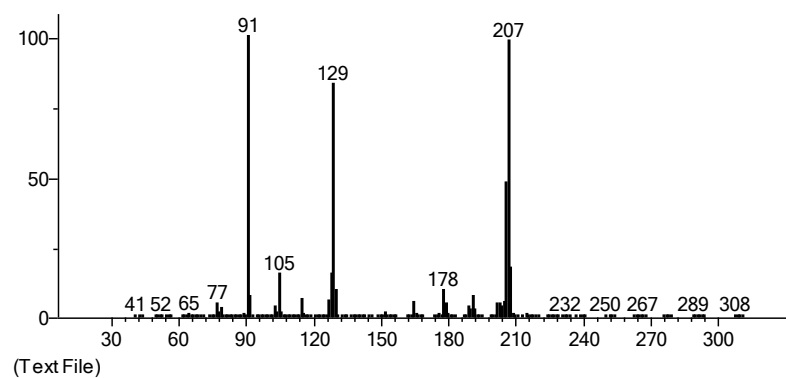


図2 妨害物質のマスペクトル

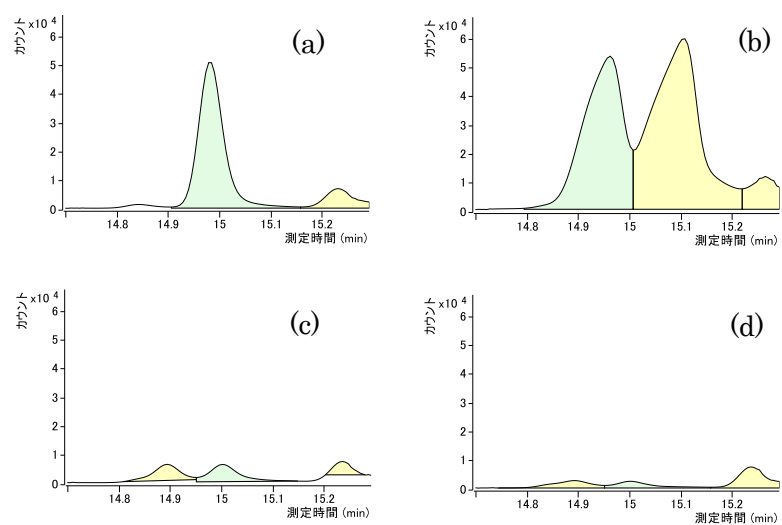


図 3 MS/MS 分析における妨害物質の影響 (a: BaA 20 ng/mL、b: 未精製の PS 抽出液、c: SAX カートリッジによる精製後の PS 抽出液、d: SAX カートリッジでの洗浄工程にヘキサン 6 mL を追加した後の PS 抽出液)

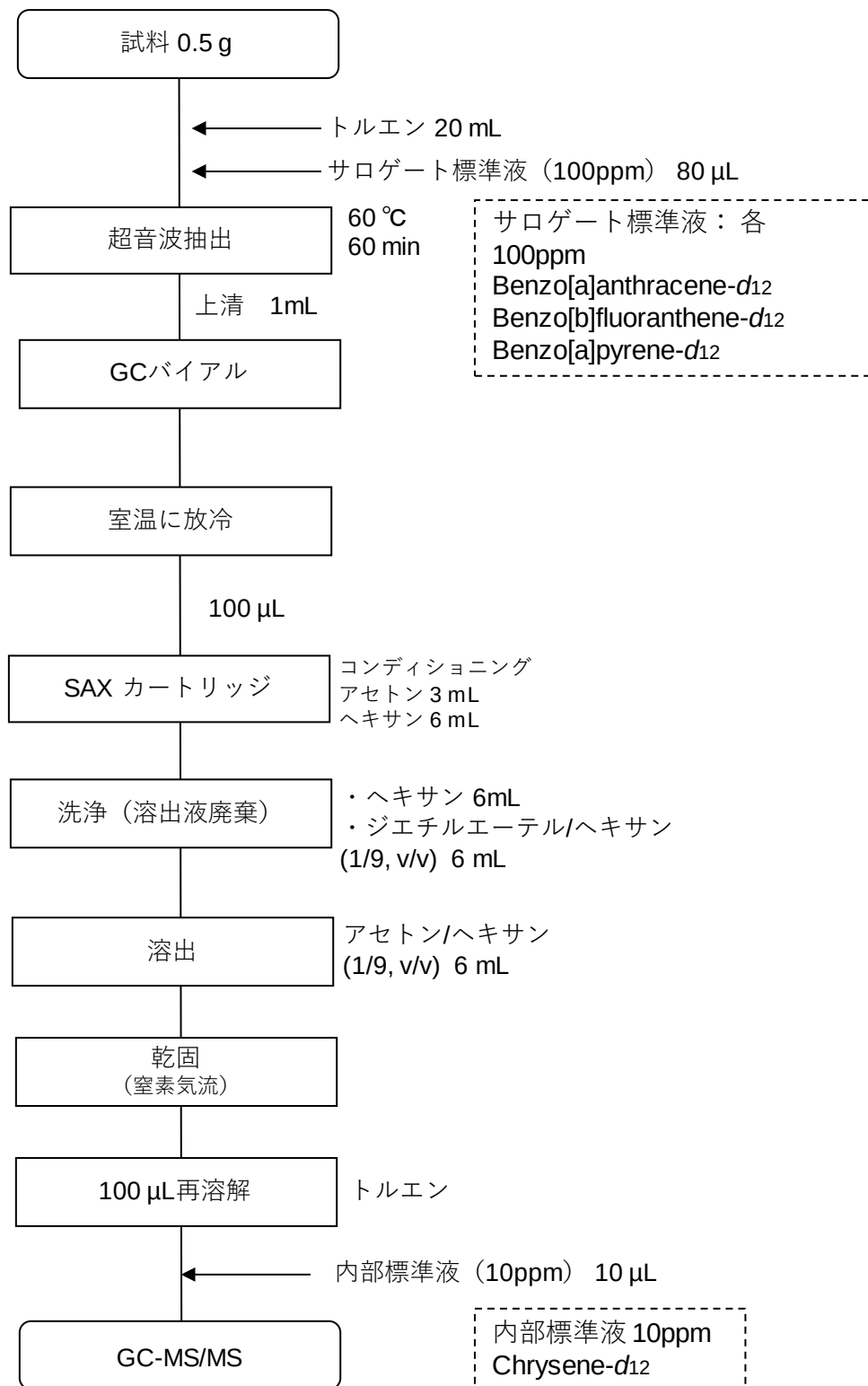


図 4 本研究で考案したゴム・プラスチック製品中 PAHs 分析法

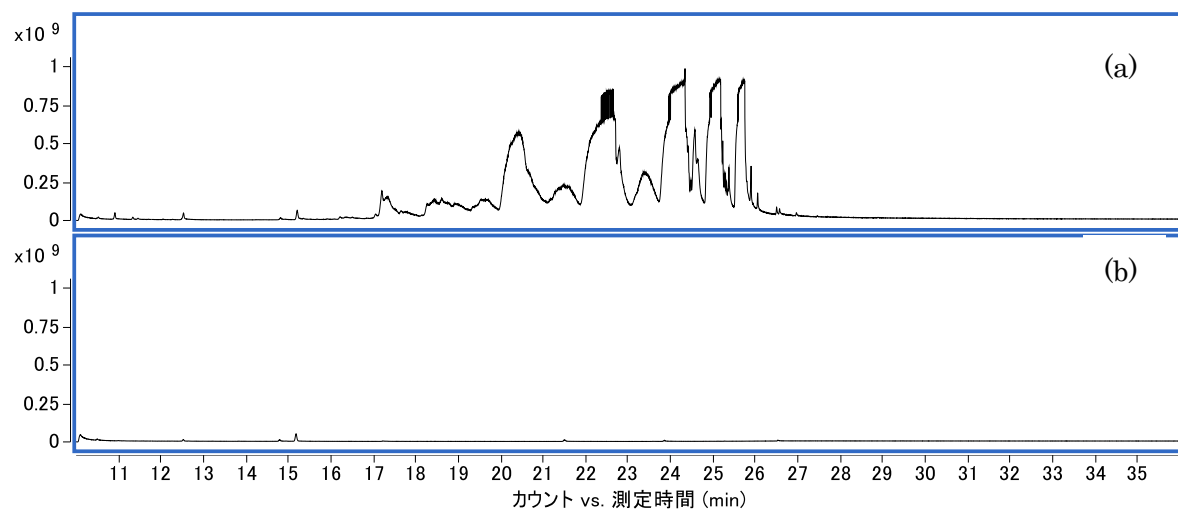


図5 サンプル No.22 のスキャンクロマトグラム (a: アルカリ分解前、b:アルカリ分解後)

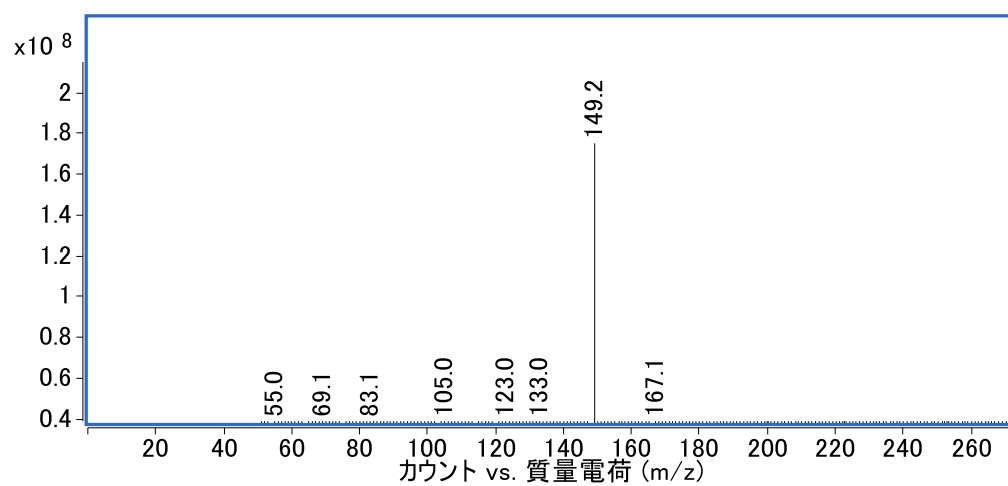


図6 サンプル No.22 の分析時に検出された妨害物質のマススペクトル

