## 令和5年度経済産業省委託事業

# 令和5年度化学物質規制対策

(化審法における製品規制の普及啓発等に関する調査)

報告書

令和6年3月

一般財団法人化学物質評価研究機構

## はじめに

化学物質の審査及び製造等の規制に関する法律(以下「法」という。)では、法第22条に基づき第一種特定化学物質そのものの輸入を許可制とすることで制限する一方、第一種特定化学物質が使用されている製品が無制限に輸入されることとなると、その製品の消費から廃棄を通じて環境が汚染されることが考えられることから、そうした事態が生じることを防止する目的で、法第24条では第一種特定化学物質が使用されている製品として政令で定めるものについて、これらの輸入を禁止している。

法第24条の実効性を担保するためには、輸入事業者等に対し、第一種特定化学物質が使用された製品の輸入が禁止されている点を広く浸透させるとともに、輸入禁止製品として政令指定されたものに第一種特定化学物質が使用されていないかを継続的に確認することが必要である。

このため、本調査では、輸入事業者団体等に対して法令遵守を目的に輸入禁止製品に関する法規制の周知徹底を図るとともに、第一種特定化学物質による環境への影響が未然に防止されているかを確認するため、市場で流通している製品を購入し、製品中における第一種特定化学物質の含有実態についての調査を実施した。

令和6年3月

一般財団法人化学物質評価研究機構

本調査報告書は、以下の2部構成で作成した。

## 1. 法規制に関する普及啓発

説明会(セミナー)の開催、アンケート結果等の集計・整理

## 2. 製品の試買調査

- I. ポリ塩化ナフタレン(塩素数が二以上のものに限る。) 含有製品の調査
- Ⅱ. ヘキサブロモシクロドデカン (HBCD) 含有製品の調査
- Ⅲ. ペンタクロロフェノール又はその塩若しくはエステル含有製品の調査

1. 法規制に関する普及啓発

# 1. 法規制に関する普及啓発

1. 説明会(セミナー)の開催	1
1.1. 開催概要	
1.2. 実施内容	2
1.3. 実施結果	2
2. アンケート結果等の集計・整理	3
2.1. アンケート回答数	
2.2. アンケート集計結果	3
3. 添付資料	10

## 1. 説明会(セミナー)の開催

本セミナーは、輸入事業者(商社・販売店等)や関係省庁(税関)等に対し、化審法に基づく輸入禁止製品に関する法規制概要等の周知徹底を図るとともに、輸入事業者や関係省庁における輸入禁止製品の確認実態についての把握を行うことを目的とした。

## 1.1. 開催概要

本セミナーは、経済産業省担当官と協議の上、以下の内容で計3回開催した。

■セミナータイトル: 化審法に基づく輸入禁止製品等に関するセミナー 2023

#### ■開催日時

第1回	東京会場 (対面)	2024年1月26日(金)	14:00~15:30
第2回	大阪会場(対面)	2024年2月2日(金)	14:00~15:30
第3回	オンライン(Web 配信)	2024年2月9日(金)	$14:00\sim15:30$

## ■開催会場・定員

■開催会場	易・疋貝	
第1回	東京会場 (対面)	TKP 新橋カンファレンスセンター ホール 16E
		(定員 200 名)
第2回	大阪会場 (対面)	TKP ガーデンシティ大阪梅田 バンケット 3A
		(定員 200 名)
第3回	オンライン(Web 配信)	TKP 新橋カンファレンスセンター
		カンファレンスルーム 14B(配信定員 300 名)

- ■本セミナーの主な参加対象者 輸入事業者(商社・販売店等)や関係省庁(税関)等
- ■本セミナーの講演者経済産業省製造産業局化学物質管理課化学物質安全室

#### ■講演プログラム

開会の挨拶

演題① 化審法概要(第一種特定化学物質使用製品に関連する規制等) 演題② 化審法に関するトピック (POPs 条約の動向や今後の化審法規制の見通し等) 事前質問に対する回答

閉会の挨拶

#### 1.2. 実施内容

本セミナーの開催にあたり、実施した概要を以下に示す。

#### ■会場確保・オンラインツールの準備・開催日調整

会場確保及び開催日調整等については、経済産業省担当官と協議の上、1.1項の開催概要で実施した。

#### ■プログラム等の企画、立案

プログラム、講演資料等については、経済産業省担当官と協議の上、1.1項の講演プログラムを企画し、演題2件に係る講演資料の案を整理した。

#### ■アンケートの作成・回収、結果集計

アンケートについては、経済産業省担当官と協議の上、製品中に第一種特定化学物質が使用されていないことの確認を輸入事業者がどのように行っているのか等に関する計7項目のアンケートを作成した。セミナー開催時に印刷物又はWebで当該アンケートを配布・回収し、結果を集計した(詳細は2項参照)。

#### ■その他

その他の説明会開催に付帯する管理・運営(開催周知、申込受付、会場受付、司会進行等)について、経済産業省担当官と協議の上、適宜対応した。

#### 1.3. 実施結果

本セミナーの参加登録者、参加者等の結果を表1-1に示す。

開催会場 参加者数 定員 参加登録者数\* 第1回 東京会場(対面) 200名 196 173 第2回 大阪会場(対面) 200名 153 134 第3回 オンライン(Web配信) 300名 300 270

表1-1 本セミナーの参加状況

<sup>\*</sup> 登録後のキャンセル人数を除く

#### 2. アンケート結果等の集計・整理

本セミナーの参加者に対して、開催終了後に印刷物又は Web (Zoom 又は QR コード経由) にてアンケートを実施し、得られたアンケートについて、項目ごとに取りまとめて集計した (アンケートの項目は添付資料参照)。

#### 2.1. アンケート回答数

開催会場ごとのアンケート回答数を表 2-1 に示す。

開催会場 参加者数 回答数 回答率(%) 第1回 東京会場(対面) 173 138 80 第2回 大阪会場(対面) 106 79 134 第3回 オンライン (Web配信) 270 177 66

表2-1 アンケート回答数

## 2.2. アンケート集計結果

アンケート項目ごとに取りまとめた集計結果を以下に示す。

## (1) どのような製品を海外から輸入していますか。複数選択可。

選択肢より選択された回答を表 2-2 及び図 2-1 に、選択肢以外にその他として記載された回答の一例を表 2-3 に示す。最も多い回答は「撥水・撥油剤、撥水・撥油加工製品」であり、2024年2月に化審法第一種特定化学物質に追加されたペルフルオロヘキサンスルホン酸(PFHxS)や 2021年10月に化審法第一種特定化学物質に追加されたペルフルオロオクタン酸(PFOA)等への関心の高い参加者が多いことが示唆された。

表 2-2 アンケート回答: 項目(1) 取扱っている輸	人製品
回答	回答数
潤滑油、切削油等のオイル	42
接着剤、充填料等	49
塗料、インキ等	57
防腐剤、防虫剤、防腐木材等	22
防炎性能用添加剤、防炎性能処理した製品	10
老化防止剤、酸化防止剤、反射防止剤等の添加剤	37
撥水・撥油剤、撥水・撥油加工製品	63
対象製品の輸入実績はない	227
その他	28

表 2-2 アンケート回答:項目(1) 取扱っている輸入製品

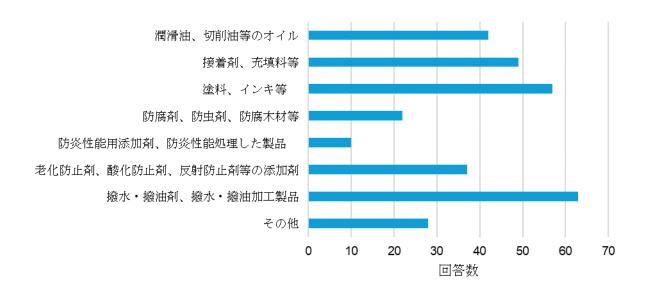


図 2-1 取り扱っている輸入製品

表 2-3 アンケート回答:項目(1) その他の取扱製品

その他で記載された製品例
アパレル品
生活雑貨品
セメント系防水材
プラスチックフィルム
潤滑油添加剤
水処理剤
繊維
農薬原料または中間体
分析用化学物質
電子部品
研究開発用途の薬品
重合開始剤
農建機の部品
レジン
自動車部品
樹脂粒子など
航空機用途表面処理薬剤
半導体材料

(2) 製品を輸入する際、第一種特定化学物質の含有の有無はどのように確認されていますか。 選択肢より選択された回答の集計結果を表 2-4 に、「販売元からの情報で確認」の具体的 な確認方法の回答の集計結果を表 2-5 及び図 2-2 に示す。また、選択肢以外に回答された 含有有無の確認方法の一例を表 2-6 に示す。

販売元の情報の具体的な確認方法としては、不使用証明書と SDS が同数程度であり、分析結果の 2 倍程度の回答となった。販売元において第一種特定化学物質の分析が実施されていない場合もあるため、文書による確認方法が主となっていると考えられる。

表 2-4 アンケート回答:項目(2) 情報の確認

回答	回答数
販売元からの情報で確認	243
対象製品の輸入実績はない	171

表 2-5 アンケート回答:項目(2) 販売元の情報の具体的な確認方法

回答	回答数
不使用証明書の発行	144
SDS	158
販売元等からの分析結果	70
その他	15

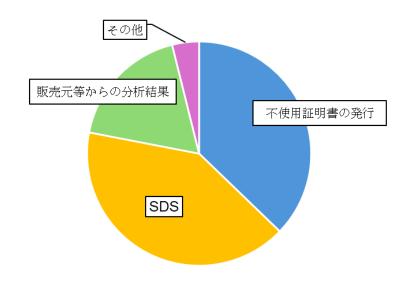


図 2-2 販売元の情報の具体的な確認方法

表 2-6 アンケート回答:項目(2) その他の確認方法

その他の確認方法*
IMDS データシートを確認
関連団体から情報を入手
親会社から情報を入手
組成調査
製造工場での使用原料管理及び分析
製造方法、原料の確認
成形品の JAPIA シート確認
NITE
CHEMSHERPA-CI

<sup>\*</sup> 回答原文をそのまま記載(詳細不明)

(3) 製品を輸入後に、国内で第一種特定化学物質の含有分析を実施していますか。 回答の集計結果を表 2-7 及び図 2-3 に示す。対象製品の輸入者の大半は含有分析を実施 していない結果となった。各種の化学分析には豊田と時間が以来となることから、(2)の同

していない結果となった。各種の化学分析には費用と時間が必要となることから、(2)の回答にも認められるように、SDS等の文書による確認方法が主となっていると考えられる。

表 2-7 アンケート回答:項目(3) 含有分析の実施

回答	回答数
実施している	22
実施していない	179
対象製品の輸入実績はない	214

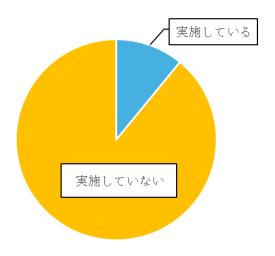


図 2-3 含有分析の実施

(4) 製品から第一種特定化学物質の含有が確認された場合どのような対応をしていますか。 選択肢より選択された回答の集計結果を表 2-8 に示す。また、選択肢以外に回答された 対応の一例を表 2-9 に示す。

関係省庁へ相談する対応を取る事業者が多いが、一方で特に何もせずに輸入を継続する 回答も少数存在していた。

表 2-8 アンケート回答:項目(4) 含有確認時の対応

回答	回答数
関係省庁(厚生労働省、経済産業省、環境省、税関)に連絡して輸入 中止	27
関係省庁(厚生労働省、経済産業省、環境省、税関)に連絡せず輸入中止	11
関係省庁(厚生労働省、経済産業省、環境省、税関)に相談して輸入の可否を判断	43
特に何もしない(輸入継続)	3
第一種特定化学物質の含有が確認されたことがない	114
対象製品の輸入実績はない	206
その他	8

表 2-9 アンケート回答:項目(4) その他の対応

その他で記載された回答	
BAT 申請	
製品の改良	
用途確認書の入手をもって輸入	

(5) 第一種特定化学物質、第一種特定化学物質使用製品等に係る化審法については、どの程度ご存じですか。

選択肢より選択された回答の集計結果を表 2-10 及び図 2-4 に示す。正確に理解している /ある程度理解している参加者が多い(7~8 割程度)結果となった。これらの理解が深まっている層は化審法への関心も高いと考えられ、今回のようなセミナーを実施してより多くの参加者に向けて説明することで、化審法の周知徹底は進むものと考えられる。

一方で、あまり理解していない/全く理解していない参加者も一定数はいることから、この層に向けて初歩的な内容のセミナーを実施することも、化審法の啓蒙に有効と考えられる。

表 2-10 アンケート回答:項目(5) 化審法への理解

回答	回答数
正確に理解している(化審法に係る化学物質、輸入禁止製品の全般 的な規制内容を知っている)	70
ある程度理解している(化審法に基づく第一種特定化学物質、輸入 禁止製品の一覧は知っている等)	252
あまり理解していない (化審法という名前を聞いたことはある)	87
全く理解していない (化審法を初めて知った)	10

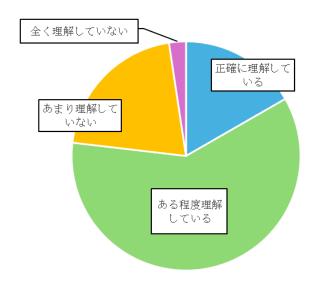


図 2-4 化審法への理解

#### (6) 本セミナーの開催を来年以降も希望しますか?

選択肢より選択された回答の集計結果を表 2-11 及び図 2-5 に示す。大多数の参加者が来年以降の本セミナーの開催を希望していた。(5)の結果が示すように、多くの参加者は化審法を理解しているが、第一種特定化学物質の追加やその他の法改正などの新しい情報の収集の機会として、経済産業省による継続的なセミナーの開催を望んでいるものと考えられる。

表 2-11 アンケート回答:項目(6) 来年以降のセミナー開催希望

回答	回答数
希望する	386
希望しない	23

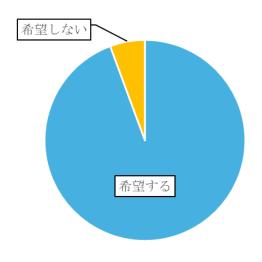


図 2-5 来年以降のセミナー開催希望

(7) 本セミナーについて経済産業省への要望等ございましたらご記入ください。 自由記述により得た回答を分類して集計した結果、及び要望等の例を表 2-12 に示す。セミナー運営についての意見や要望が多く、次回の開催時にはこれらの意見を考慮して必要に応じて改善することが望まれる。

表 2-12 アンケート回答:項目(7) 経済産業省への要望等

回答	回答数	要望等の例
セミナーの運営についての感想、要望	67	・資料の事前配布の要望 ・セミナーの定員/回数増加の要望 ・会場のスクリーン配置/大きさへの意見
セミナーの内容について	30	<ul><li>・事前質問へのより具体的な回答</li><li>・セミナーの難易度への意見</li><li>・より深い PFAS 関連規制の説明</li></ul>
政策についての要望	15	・ 具体的な事例への問い合わせ ・ BAT 申請等の制度に関する意見

#### 3. 添付資料

・本セミナーで用いたアンケート項目(一部省略)

## 化審法に基づく輸入禁止製品等に関するセミナー2023

## アンケートのお願い

本日は、お忙しい中、本セミナーにご参加いただき、誠にありがとうございました。 今後の参考とさせていただきたく、アンケートにご回答いただけますと幸いです。 QRコードよりフォームにてご回答いただくか、用紙へ直接ご記入の上ご回答ください。

- ◎フォームでのご回答は、以下QRコードをスマートフォンで読み取りの上ご回答ください。
- ◎用紙でのご回答は以下よりお願いいたします。
- ※回答の際は、該当の数字や記号を丸で囲んでください。
- 1. どのような製品を海外から輸入していますか。複数選択可。

(対象製品はいずれも化審法第24条第1項及び同施行令第7条で定められた製品に限る。)

- ①潤滑油、切削油等のオイル ②接着剤、充填料等 ③塗料、インキ等
- ④防腐剤、防虫剤、防腐木材等 ⑤防炎性能用添加剤、防炎性能処理した製品
- ⑥老化防止剤、酸化防止剤、反射防止剤等の添加剤 ⑦撥水・撥油剤、撥水・撥油加工製品
- ⑧その他の対象製品(

- ) 9対象製品の輸入実績はない
- 2. 製品を輸入する際、第一種特定化学物質の含有の有無はどのように確認されていますか。
  - ①販売元からの情報で確認

⇒こちらも選択して下さい a) 不使用証明書の発行 b) 販売元等からの分析結果 c) SDS

②その他(

- ) ③対象製品の輸入実績はない
- 3. 製品を輸入後に、国内で第一種特定化学物質の含有分析を実施していますか。
  - ①実施している ②実施していない ③対象製品の輸入実績はない

※裏面に続く

	①関係省庁(厚生労働省、経済産業省、環境省、税関)に連絡して輸入中止
	②関係省庁(厚生労働省、経済産業省、環境省、税関)に連絡せず輸入中止
	③関係省庁(厚生労働省、経済産業省、環境省、税関)に相談して輸入の可否を判断
	④特に何もしない(輸入継続)
	⑤第一種特定化学物質の含有が確認されたことがない
	⑥その他(
	⑦対象製品の輸入実績はない
5.	第一種特定化学物質、第一種特定化学物質使用製品等に係る化審法については、どの程度ご存じですか。
	①正確に理解している(化審法に係る化学物質、輸入禁止製品の全般的な規制内容を知っている)
	②ある程度理解している(化審法に基づく第一種特定化学物質、輸入禁止製品の一覧は知っている等)
	③あまり理解していない(化審法という名前を聞いたことはある)
	④全く理解していない(化審法を初めて知った)
6.	本セミナーの開催を来年以降も希望しますか?
	①希望する ②希望しない
7.	本セミナーについて経済産業省への要望等ございましたらご記入ください。
ご協	る力ありがとうございました。アンケート用紙は机上に置いたままご退席ください。

4. 製品から第一種特定化学物質の含有が確認された場合どのような対応をしていますか。

本日はご参加いただき、誠にありがとうございました。

## 2. 製品の試買調査

I. ポリ塩化ナフタレン(塩素数が二以上のものに限る。) 含有製品の調査

# I. ポリ塩化ナフタレン(塩素数が二以上のものに限る。) 含有製品の調査

1. 調	查内容	1
1.1.	調査対象物質	1
1.2.	調査対象製品	5
2. 調	查方法	6
2.1.	標準物質類	6
2.2.	試薬・器具類	7
2.3.	含有試験方法	7
2.4.	機器分析	8
2.5.	検量線	10
2.6.	同定と定量	.11
2.7.	定量下限	.11
3. 調	查結果	12
3.1.	含有試験結果	12
4. 参	考文献	13

## 1. 調査内容

#### 1.1. 調査対象物質

本調査では、塩素数が2以上のポリ塩化ナフタレン(以下「PCN」という。)を調査対象物質とした。塩素数が3以上のPCNは昭和54年8月14日に、塩素数が2のPCNは平成28年4月1日に、特定化学物質(現在の第一種特定化学物質)として指定された。

PCN とはポリ塩化ナフタレン化合物の総称であり、その分子に保有する塩素の数やその位置の違いにより理論的に 75 種類の異性体が存在する。PCN の化学構造式を図 1-1 に、各異性体の IUPAC No.及び塩素置換位置を表 1-1 及び表 1-2 に示す。また、一例として 4 塩素化物の PCN 異性体(IUPAC No.33)に関する基本情報を表 1-3 に示す。

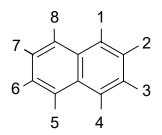


図 1-1 PCN の化学構造式

(1~8の数字は塩素の置換位置番号を示す)

## 表 1-1 PCN 異性体一覧-その 1

## Monochloronaphthalenes

IUPAC No	塩素置換位置	
#1	1	
#2	2	

## Dichloronaphthalenes

IUPAC No	塩素置換位置
#3	1,2
#4	1,3
#5	1,4
#6	1,5
#7	1,6
#8	1,7
#9	1,8
#10	2,3
#11	2,6
#12	2,7

#### Trichloronaphthalenes

IUPAC No	塩素置換位置
#13	1,2,3
#14	1,2,4
#15	1,2,5
#16	1,2,6
#17	1,2,7
#18	1,2,8
#19	1,3,5
#20	1,3,6
#21	1,3,7
#22	1,3,8
#23	1,4,5
#24	1,4,6
#25	1,6,7
#26	2,3,6

## Tetrachloronaphthalenes

IUPAC No	塩素置換位置
#27	1,2,3,4
#28	1,2,3,5
#29	1,2,3,6
#30	1,2,3,7
#31	1,2,3,8
#32	1,2,4,5
#33	1,2,4,6
#34	1,2,4,7
#35	1,2,4,8
#36	1,2,5,6
#37	1,2,5,7
#38	1,2,5,8
#39	1,2,6,7
#40	1,2,6,8
#41	1,2,7,8
#42	1,3,5,7
#43	1,3,5,8
#44	1,3,6,7
#45	1,3,6,8
#46	1,4,5,8
#47	1,4,6,7
#48	2,3,6,7

## 表 1-2 PCN 異性体一覧-その 2

## Pentachloronaphthalenes

IUPAC No	塩素置換位置
#49	1,2,3,4,5
#50	1,2,3,4,6
#51	1,2,3,5,6
#52	1,2,3,5,7
#53	1,2,3,5,8
#54	1,2,3,6,7
#55	1,2,3,6,8
#56	1,2,3,7,8
#57	1,2,4,5,6
#58	1,2,4,5,7
#59	1,2,4,5,8
#60	1,2,4,6,7
#61	1,2,4,6,8
#62	1.2.4.7.8

## He xach lor on a phthalenes

IUPAC No	塩素置換位置
#63	1,2,3,4,5,6
#64	1,2,3,4,5,7
#65	1,2,3,4,5,8
#66	1,2,3,4,6,7
#67	1,2,3,5,6,7
#68	1,2,3,5,6,8
#69	1,2,3,5,7,8
#70	1,2,3,6,7,8
#71	1,2,4,5,6,8
#72	1,2,4,5,7,8

## He ptach lor on a ph thal enes

IUPAC No	塩素置換位置
#73	1,2,3,4,5,6,7
#74	1,2,3,4,5,6,8

## Octachloronaphthalenes

IUPAC No	塩素置換位置		
#75	1.2.3.4.5.6.7.8		

表 1-3 4 塩素化物の PCN 異性体 (IUPAC No.33)に関する基本情報 <sup>1)</sup>

政令名称	ポリ塩化ナフタレン(塩素数が2以上のものに限る。)		
名称(英名)	1,2,4,6-テトラクロロナフタレン (1,2,4,6-Tetrachloronaphthalene)		
官報整理番号	4-317		
既存名簿 官報公示名称	ポリ(トリ〜ペンタ)クロロナフタレン		
CAS.No.	51570-45-7		
分子式	$C_{10}H_4Cl_4$		
化学構造式	CI		
分子量	265.94		
沸点	_		
融点	_		
蒸気圧	_		
水溶解度	_		

## 1.2. 調査対象製品

化審法第24条に基づき、化審法施行令第7条において定められたPCNの対象製品を以下の表1-4に示す。今回の調査対象製品は、経済産業省担当官と協議の上、市販の輸入品として入手可能な表1-5の計12製品を購入した。

表1-4 PCNの化審法第24条対象製品一覧 (当該物質が使用されている場合に輸入することができない製品一覧)

番号	対象製品		
1	潤滑油及び切削油		
2	木材用の防腐剤、防虫剤及びかび防止剤		
3	塗料(防腐用、防虫用又はかび防止用のものに限る。)		

表 1-5 調査対象製品

試料 No.	用途
# 1	潤滑油及び切削油
# 2	潤滑油及び切削油
# 3	潤滑油及び切削油
# 4	潤滑油及び切削油
# 5	潤滑油及び切削油
# 6	潤滑油及び切削油
# 7	塗料
# 8	塗料
# 9	塗料
# 10	防腐剤、防虫剤及びかび防止剤
# 11	防腐剤、防虫剤及びかび防止剤
# 12	防腐剤、防虫剤及びかび防止剤

## 2. 調査方法

#### 2.1. 標準物質類

(1) PCN 標準物質 (検量線作成用標準液) PCN-MXA 及び PCN-MXC

Wellington Laboratories 製

表 2-1 PCN-MXA 及び PCN-MXC 中の対象異性体 (計 16 物質)

同族体	IUPAC No.
一塩素化物 (MonoCNs)	#2
二塩素化物 (DiCNs)	#6
三塩素化物 (TriCNs)	#13
四塩素化物 (TetraCNs)	#27, #28, #36, #46, #48
五塩素化物 (PentaCNs)	#50, #52, #53
六塩素化物 (HexaCNs)	#66, #69, #72
七塩素化物 (HeptaCNs)	#73
八塩素化物 (OctaCNs)	#75

## (2) クリーンアップスパイク用内標準物質\*2

Tetra-Octa PCN Mixture

Cambridge Isotope Laboratories 製

表 2-2 Tetra-Octa PCN Mixture 中の対象異性体 (計 6 物質)

同族体	物質名
四塩素化物 (TetraCNs)	$^{13}C_{10}$ - 1,2,3,4-Tetrachloronaphthalene $^{13}C_{10}$ - 1,3,5,7-Tetrachloronaphthalene
五塩素化物 (PentaCNs)	$^{13}C_{10}$ - 1,2,3,5,7-Pentachloronaphthalene
六塩素化物 (HexaCNs)	$^{13}C_{10}$ - 1,2,3,5,6,7-Hexachloronaphthalene
七塩素化物 (HeptaCNs)	$^{13}C_{10}$ - 1,2,3,4,5,6,7-Heptachloronaphthalene
八塩素化物 (OctaCNs)	$^{13}C_{10}$ - Octachloronaphthalene

#### (3) シリンジスパイク用内標準物質\*3

 $^{13}C_{10}$  - 1,2,3,4,5,7-Hexachloronaphthalene

Cambridge Isotope Laboratories 製

 $<sup>*^2</sup>$ クリーンアップスパイクは、試料の前処理及び測定操作における回収率の確認及び補正等ために添加された  $^{13}C$  で標識した安定同位体標識化合物

<sup>\*3</sup>シリンジスパイクは、クリーンアップスパイクの回収率を確認するために添加された  $^{13}C$  で標識した安定同位体標識化合物

#### 2.2. 試薬·器具類

(1) 超純水 Milli-Q 超純水装置(Merck 製)による

(2) ヘキサン 関東化学製 ダイオキシン類分析用

(3) トルエン 関東化学製 ダイオキシン類分析用

(4) アセトン 関東化学製 ダイオキシン類分析用

(5) ジクロロメタン 関東化学製 ダイオキシン類分析用

(6) ノナン 関東化学製 特級

(7) 硫酸 関東化学製 金属分析用

(8) 硫酸ナトリウム 関東化学製 残留農薬試験・PCB 試験用

(9) シリカゲルカートリッジ Merck 製 Supelclean LC-Si (1 g/6 mL)

#### 2.3. 含有試験方法

過去の類似事業 (第一種特定化学物質含有製品等の安全性に関する調査) <sup>2)</sup>で実施した 同一対象物質の試験方法を参考にして実施した。

調査対象製品は、(1)潤滑油等の油性試料、(2)防カビ剤等の水性試料及び(3)防虫剤等の各種溶媒に溶解困難な不溶試料であった。油性試料は、ヘキサンに溶解して試料液を調製した。水性試料は、水及びヘキサンを加えて液液振とう抽出を行い、ヘキサン層を試料液とした。不溶試料については、トルエンを加えて超音波抽出を行い、ヘキサンで適宜希釈して試料液を調製した。

各試料液の一部を分取し、クリーンアップスパイク用内標準物質を添加した後、必要に応じて硫酸処理及びシリカゲルカートリッジを用いてクリーンアップした。濃縮転溶後、シリンジスパイク用内標準物質を添加し、高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計(GC-HRMS)で測定した。

PCN の含有試験フローチャートを図 2-1 に示す。

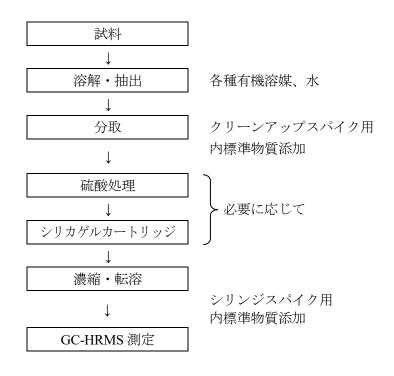


図 2-1 PCN 含有試験フローチャート

## 2.4. 機器分析

本調査で用いた高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計(GC-HRMS)の測定条件を以下に示す。

#### (1) 使用機器

・ガスクロマトグラフ: Agilent 6890 (Agilent Technologies 製)

・質量分析計 : AutoSpec-Ultima NT (Waters 製)

## (2) 操作条件

・ガスクロマトグラフ

カ ラ ム: DB-5ms (Agilent Technologies 製)

膜厚 0.25 μm 内径 0.32 mm 長さ 60 m

カ ラ ム 温 度:90℃ 2.0 分間保持

↓(20°C/分)

160°C

↓(5°C/分)

310℃ 5分間保持

試料導入部温度:280℃

試料導入方式:スプリットレス注入

試料注入量:2μL

キャリヤーガス: ヘリウム (1.0 mL/min 定流量)

トランスファーライン温度:280℃

## • 質量分析計

イ オ ン 化 方 法:電子イオン化法

イオン検出方法:ロックマス方式による選択イオン検出(SIM)法

電子加速電圧: 36 V イオン化電流: 500 μA イオン源温度: 280℃ イオン加速電圧: 8 kV 分解能(10%valley): 10000

モニターイオン:表2-3に示した

表 2-3 PCN モニターイオン (m/z)

		定量イオン	確認イオン
		(m/z)	(m/z)
	MonoCNs	162.0236	164.0208
	DiCNs	195.9847	197.9818
対	TriCNs	229.9457	231.9427
象	TetraCNs	265.9038	263.9067
物	PentaCNs	299.8648	301.8618
質	HexaCNs	333.8258	335.8229
	HeptaCNs	367.7868	369.7839
	OctaCNs	403.7449	401.7479
М	<sup>13</sup> C <sub>10</sub> -TetraCNs	275.9373	273.9402
内標準物質	<sup>13</sup> C <sub>10</sub> -PentaCNs	309.8983	311.8954
	<sup>13</sup> C <sub>10</sub> -HexaCNs	343.8594	345.8564
	<sup>13</sup> C <sub>10</sub> -HeptaCNs	377.8204	379.8174
	<sup>13</sup> C <sub>10</sub> -OctaCNs	413.7785	411.7814

注) MonoCNs : Monochloronaphthalenes DiCNs : Dichloronaphthalenes TriCNs : Trichloronaphthalenes TetraCNs : Tetrachloronaphthalenes PentaCNs : Pentachloronaphthalenes HexaCNs : Hexachloronaphthalenes HeptaCNs : Heptachloronaphthalenes OctaCN : Octachloronaphthalene

#### 2.5. 検量線

## (1) 標準液の測定

表 2-4 に示した濃度範囲の検量線作成用標準液を GC-HRMS に一定量注入して SIM 測定を行い、全濃度領域でデータを得た。

表 2-4 検量線作成用標準液濃度 単位:ng/mL

測定対象物質	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5
PCN 標準物質 (表 2-1)	200	50	10	5	0.5
クリーンアップスパイク用 内標準物質 (表 2-2)	10	10	10	10	10
シリンジスパイク用 内標準物質	10	10	10	10	10

## (2) 検量線の作成

2.5 (1)で得られたデータから、それぞれ対象物質(異性体)及びクリーンアップスパイク内標準物質のピーク面積を求め、横軸に対象物質の濃度(ng/mL)、縦軸にクリーンアップスパイク内標準物質に対するピーク面積の比をプロットし、検量線を作成した。また、各対象物質の相対感度(RR)を、次式によって算出した。

 $RR \ = \ Qcs \, / \, Qs \times As \, / \, Acs$ 

RR :対象物質のクリーンアップスパイク内標準物質との相対感度

Ocs :標準液中のクリーンアップスパイク内標準物質の量 (ng)

Qs :標準液中の対象物質の量 (ng)

As :標準液中の対象物質のピーク面積

Acs:標準液中のクリーンアップスパイク内標準物質のピーク面積

#### 2.6. 同定と定量

#### (1) 同定

試料のGC-HRMS測定で得られたSIMクロマトグラム上のピーク保持時間が標準物質とほぼ同一であり、さらに定量イオンと確認イオンのピーク面積比が塩素原子の同位体存在比から推定されるイオン強度比と同等であれば対象物質として同定した。

標準物質の無い異性体に関しては、参考文献を参考にして、標準物質及び PCN 工業製品(Halowax)における各異性体のピーク保持時間に基づいて同定を行った。

#### (2) 定量

対象物質の定量は、クリーンアップスパイク内標準物質の添加量を基準にして、RR 法を用いて次式によって試料中の濃度として求めた。

$$C = \frac{As \times Is}{Ais \times RR} \times \frac{1}{W}$$

C : 試料中の対象物質の濃度 (μg/g)(操作ブランク値を差し引いた値)

As:対象物質のピーク面積値

Ais: As に対応する内標準物質のピーク面積値

Is : 試料中の内標準物質の量(μg)

RR: 相対感度 W: 試料量(g)

## 2.7. 定量下限

本調査の含有試験における定量下限は、各対象物質の検量線の最低濃度及び操作ブランク値を考慮し、含有試験の前処理時における試料量、分取量及び最終定容量等から算出し、 試料の定量下限は 0.02~0.04 µg/g (異性体及び同族体等により異なる)とした。

## 3. 調査結果

## 3.1. 含有試験結果

ポリ塩化ナフタレン(PCN)の含有試験結果を、以下の表 3-1 に示す。

今回の調査対象製品 12 試料は、いずれも不検出(定量下限未満)となり、PCN の含有は認められなかった。

表 3-1 各試料の PCN 含有試験結果

試料 No.	用途	含有濃度 (µg/g)	試料の定量下限 (μg/g)
# 1	潤滑油及び切削油	N.D. (n = 1) N.D. (n = 2)	
# 2	潤滑油及び切削油	N.D.	
# 3	潤滑油及び切削油	N.D.	
# 4	潤滑油及び切削油	N.D.	
# 5	潤滑油及び切削油	N.D.	
# 6	潤滑油及び切削油	N.D.	0.02~0.04
# 7	塗料	N.D.	(異性体及び同族体 等により異なる)
# 8	塗料	N.D.	
# 9	塗料	N.D.	
# 10	防腐剤、防虫剤及びかび防止剤	N.D.	
# 11	防腐剤、防虫剤及びかび防止剤	N.D.	
# 12	防腐剤、防虫剤及びかび防止剤	N.D.	

注1) 定量下限未満のものは「N.D.」と記載

注2) 試料#1 は二重測定 (n=2分析) を実施した (本試験の再現性や試料均一性の確認)

## 4. 参考文献

- 1) 独立行政法人製品評価技術基盤機構化学物質管理センター:「化学物質総合情報提供システム (CHRIP)」 (アクセス日 令和6年2月19日)
- 2) 経済産業省委託事業 平成 30 年度化学物質安全対策 (第一種特定化学物質含有製品等の安全性に関する調査) 報告書

# 2. 製品の試買調査

II. ヘキサブロモシクロドデカン含有製品の調査

# II. ヘキサブロモシクロドデカン含有製品の調査

1. 調査内容	1
1.1. 調査対象物質	1
1.2. 調査対象製品	2
2. 調査方法	3
2.1. 標準物質類	3
2.2. 試薬・器具類	3
2.3. 含有試験	3
2.4. 溶出試験	4
2.5. 機器分析	4
2.6. 検量線	5
2.7. 同定と定量	7
2.8. 定量下限	7
3. 調査結果	8
3.1. 含有試験	8
3.2. 溶出試験	9
4. 第一種特定化学物質が含有されている要因の調査・分析	10
5. 参考文献	11

## 1. 調査内容

## 1.1. 調査対象物質

本調査では、ヘキサブロモシクロドデカン (以下「HBCD」という。) を調査対象とした。HBCD には複数の立体異性体が存在することから、本調査では主要な異性体である  $\alpha$ 、 $\beta$  及び $\gamma$  体の計 3 異性体を分析対象とした。

HBCD に関する基本情報を表 1-1 に示す。

表 1-1 HBCD に関する基本情報 <sup>1) 2)</sup>

政令名称	ヘキサブロモシクロドデカン		
名称(英名)	Hexabromocyclododecane		
官報公示整理番号	3-2254		
既存名簿	臭素化または塩素化環状 (7~12 員環) 炭化水素 (Cl 又は Br 数:4~		
官報公示名称	12)		
	25637-99-4 138257-17-7		
	3194-55-6 138257-18-8		
	4736-49-6 138257-19-9		
CAS.No.	65701-47-5 169102-57-2		
	134237-50-6 678970-15-5		
	134237-51-7 678970-16-6		
	134237-52-8 678970-17-7		
分子式	$C_{12}H_{18}Br_{6}$		
化学構造式	Br Br Br		
分子量	641.7		
沸点	>190℃ (分解点)		
融点	190°C		
蒸気圧	5.8×10 <sup>-5</sup> Pa (20°C)		
水溶解度	0.066 mg/L (20°C)		

注) CAS No.は、第一種特定化学物質(指定名称)に対応する番号を示す

## 1.2. 調査対象製品

化審法第24条に基づく、化審法施行令第7条において定められたHBCDの対象製品を以下の表1-2に示す。今回の調査対象製品は、経済産業省担当官と協議の上、市販の輸入品として入手可能な表1-3の計16製品を購入した。

表1-2 HBCDの化審法第24条対象製品一覧 (当該物質が使用されている場合に輸入することができない製品一覧)

番号	対象製品
1	防炎性能を与えるための処理をした生地
2	生地に防炎性能を与えるための調製添加剤
3	発泡ポリスチレンビーズ
4	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン

表 1-3 調查対象製品

試料 No.	用途	分析対象材質(部位)
#1	カーテン(防炎性能)	ポリエステル
#2	カーテン(防炎性能)	ポリエステル
#3	カーテン(防炎性能)	ポリエステル
#4	カーテン(防炎性能)	ポリエステル
#5	カーテン(防炎性能)	ポリエステル
#6	カーテン(防炎性能)	ポリエステル
#7	カーテン(防炎性能)	ポリエステル
#8	発泡ポリスチレンビーズ	ポリスチレン
#9	発泡ポリスチレンビーズ	ポリスチレン
#10	発泡ポリスチレンビーズ	ポリスチレン
#11	発泡ポリスチレンビーズ	ポリスチレン
#12	防炎性能生地	コットン
#13	防炎性能生地	アクリル, ポリ塩化ビニル
#14	罝	ポリスチレン(中材)
#15	畳	ポリスチレン(中材)
#16	畳	ポリスチレン(中材)

### 2. 調査方法

## 2.1. 標準物質類

(1) 対象物質

Wellington Laboratories 製	HBCD-MXA*
Wellington Laboratories 製	HBCD-MXA
Wellington Laboratories 製	HBCD-MXA
	Wellington Laboratories 製

(2) サロゲート物質

1) $\alpha$ -1,2,5,6,9,10-HBCD- <sup>13</sup> $C_{12}$	Wellington Laboratories 製	MHBCD-MXA*
2) $\beta$ -1,2,5,6,9,10-HBCD- <sup>13</sup> $C_{12}$	Wellington Laboratories 製	MHBCD-MXA
3) $\gamma$ -1,2,5,6,9,10-HBCD- <sup>13</sup> $C_{12}$	Wellington Laboratories 製	MHBCD-MXA

(3) 内標準物質

1)  $\gamma$ -1,2,5,6,9,10-HBCD- $d_{18}$  Wellington Laboratories 製 DgHBCD

### 2.2. 試薬·器具類

(1) 水 (超純水)	富士フイルム和光純薬製	LC/MS 分析用
(2) ヘキサン	富士フイルム和光純薬製	残留農薬試験・PCB 試験用
(3) ヘキサフルオロイソプロパノール	セントラル硝子製	
(4) ジクロロメタン	関東化学製	ダイオキシン類分析用
(5) アセトニトリル	富士フイルム和光純薬製	LC/MS 分析用
(6) メタノール	関東化学製	LC/MS 分析用
(7) 硫酸	関東化学製	精密分析用
(8) 硫酸ナトリウム	関東化学製	残留農薬試験・PCB 試験用
(9) シリカゲルカートリッジ	Merck 製	Supelclean LC-Si
		(1  g/6 mL)

## 2.3. 含有試験

過去の類似事業 (第一種特定化学物質含有製品等の安全性に関する調査) <sup>3)</sup>で実施した 同一対象物質の試験方法を参考にして実施した。

ポリエステル製品は、ヘキサフルオロイソプロパノール(HFIP)で溶解した後、水及びヘキサンを加えて液液振とう抽出を行い、ヘキサン層を試料液とした。ポリスチレン製品は、ジクロロメタンで溶解し、ヘキサンで希釈したものを試料液とした。その他の製品はトルエンで抽出し、ヘキサンで希釈したものを試料液とした

各試料液の一部を分取し、サロゲート物質を添加した後、必要に応じて硫酸処理及びシリカゲルカートリッジを用いてクリーンアップした。濃縮転溶後、内標準物質を添加し、液体クロマトグラフ-タンデム質量分析計(LC-MS/MS)を用いて測定した。

HBCD 含有試験フローチャートを図 2-1 に示す。

<sup>\*</sup>α、β及びγ体の混合標準液(10 μg/mL in Toluene)

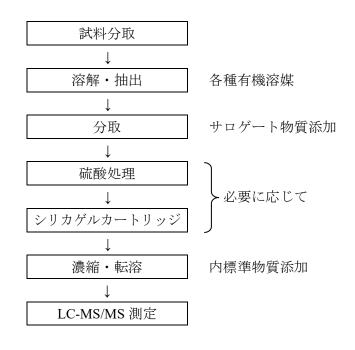


図 2-1 HBCD 含有試験フローチャート

### 2.4. 溶出試験

今回の含有試験において HBCD が検出された畳 3 製品(試料#14~#16)について、昭和48 年環境庁告示 13 号 4)を参考にして溶出試験を実施した。ただし、これらの試料は密度(比重)が小さく、規定の試料と溶出液の重量体積比(10%)では均質な溶出が困難なため、重量体積比を 1%に変更して実施した。

細断した試料に対して100倍量に相当する超純水を用いて、6時間の振とう溶出を行った。振とう後、溶出液をろ過し、ヘキサンを用いた液液振とう抽出によりHBCDを抽出した。得られた抽出液を濃縮し、必要に応じて含有試験と同様に硫酸処理及びシリカゲルカートリッジを用いてクリーンアップした後、LC-MS/MSで測定した。

### 2.5. 機器分析

本調査で用いた LC-MS/MS 測定条件を以下に示す。

#### 【LC 条件】

L C 装 置: Nexera XR (島津製作所製)

カ ラ ム: Ascentis Express C18 (SUPELCO 製)

長さ 150 mm×内径 2.1 mm×粒径 2.7 μm

移 動 相: A:水

B: アセトニトリル/メタノール (2/8, v/v)

### グラジエント条件:

	時間(分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
-	0.0	20	80
	16.0	20	80
	18.0	0	100
	20.0	0	100

流 量: 0.25 mL/min

カラム温度: 40℃ 注 入 量: 10 μL

## 【MS 条件】

MS装置: QTRAP5500 (AB SCIEX製)

イオン化法: ESI (Negative)

測 定 モード: 選択反応モニタリング (SRM)

測定イオン:

測定対象物質	定量イオン (m/z)	確認イオン (m/z)
HBCD	640 > 79	640 > 81
$\text{HBCD-}^{13}C_{12}$	652 > 81	_
$\text{HBCD-}d_{18}$	658 > 79	_

### 2.6. 検量線

## (1) 標準液の測定

表 2-1 に示した各濃度の検量線作成用標準液をアセトニトリル/水(4/1, v/v)で調製した後、LC-MS/MS に一定量注入して SRM 測定を行い、全濃度領域でデータを得た。

	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5	CS6	CS7	CS8
HBCD	0.1	0.4	1	4	10	40	100	200
HBCD- $^{13}C_{12}$	10	10	10	10	10	10	10	10
$\text{HBCD-}d_{18}$	10	10	10	10	10	10	10	10

表 2-1 検量線作成用標準液濃度 単位:ng/mL

## (2) 検量線の作成

2.6(1)で得られたデータから、それぞれ対象物質及びサロゲート物質のピーク面積を求め、横軸に対象物質のサロゲート物質に対する濃度比、縦軸に対象物質のサロゲート物質に対するピーク面積比をプロットし、検量線を作成した。

本調査で用いた HBCD 検量線の一例 ( $\alpha$  体、 $\beta$  体及び  $\gamma$  体)を図 2-2~図 2-4 に示す。

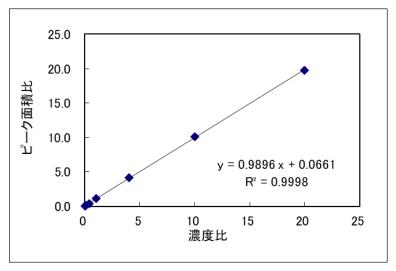


図 2-2 HBCD (α 体) 検量線

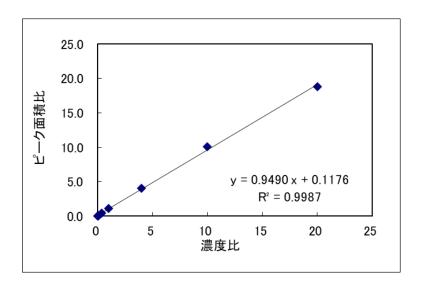


図 2-3 HBCD (β 体) 検量線

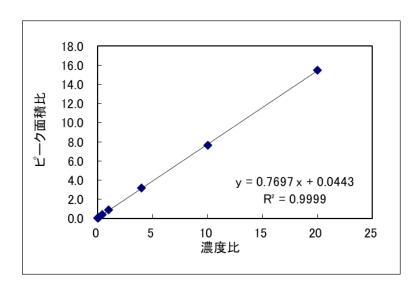


図 2-4 HBCD (γ 体) 検量線

## 2.7. 同定と定量

### (1) 同定

試料のLC-MS/MS測定で得られたSRMクロマトグラム上のピーク保持時間(リテンションタイム)が標準液とほぼ同一であり、また定量イオンと確認イオンのピーク面積比が標準液と同等であれば対象物質として同定した。

### (2) 定量

対象物質のピーク面積値を検量線に代入して分析試料液中の対象物質の量を算出し、 以下の式によって試料中の対象物質濃度を算出した。

$$\boxed{Ci = (Qi - Qt) \times \frac{1}{W}}$$

Ci : 試料中の対象物質の濃度 (μg/g)

Qi : 分析試料液全量中の対象物質の量 (μg)

Qt : 空試験での対象物質の量 (μg)

W : 試料量 (g)

### 2.8. 定量下限

本調査の含有試験における定量下限は、検量線の最低濃度、分析試料量、試料液分取量、 最終定容量等から  $0.1~\mu g/g$  (全異性体共通) と算出された。同様にして溶出試験における 定量下限は、溶出量として  $0.001~\mu g/g$  となった。

## 3. 調査結果

## 3.1. 含有試験

ヘキサブロモシクロドデカン(HBCD)の含有試験結果を表 3-1 に示す。また、HBCD の含有が確認された試料の HBCD 異性体の詳細結果を表 3-2 に示す。

今回の調査対象製品 16 試料のうち、畳 3 製品(試料#14~#16)において HBCD が定量下限値以上検出された。

表 3-1 調査対象製品の HBCD 含有試験結果 (異性体合計値)

試料 No.	用途	含有濃度 (µg/g)	定量下限 (μg/g)
#1	カーテン(防炎性能)	N.D.	
#2	カーテン(防炎性能)	N.D.	
#3	カーテン(防炎性能)	N.D.	
#4	カーテン(防炎性能)	N.D.	
#5	カーテン(防炎性能)	N.D.	
#6	カーテン(防炎性能)	N.D.	
#7	カーテン(防炎性能)	N.D.	
#8	発泡ポリスチレンビーズ	N.D.	
#9	発泡ポリスチレンビーズ	N.D.	0.1
#10	発泡ポリスチレンビーズ	N.D.	
#11	発泡ポリスチレンビーズ	N.D.	
#12	防炎性能生地	N.D.	
#13	防炎性能生地	N.D.	
#14	畳.	1500 (n=1) 1400 (n=2) 1500 (平均)	
#15	畳	1300	
#16	畳	23	

注1) 定量下限未満のものは「N.D.」と記載

注 2) 試料#14 は二重測定(n=2 分析)を実施した (本試験の再現性や試料均一性の確認)

注3) 各試料の分析対象材質(部位)は表1-3を参照

表 3-2 HBCD 含有試験結果の詳細 (各異性体の結果)

試料 No.	HE	合計値		
而八个才 INO.	α 体	β 体	γ 体	(µg/g)
#14 n=1	1170	197	134	1500
#14 n=2	1090	179	130	1400
#15	1010	186	122	1300
#16	18.1	3.2	2.0	23
定量下限値	0.1	0.1	0.1	_

注1) 各異性体の有効数字は3桁又は定量下限の桁数、合計値は有効数字2桁とした

### 3.2. 溶出試験

含有試験において HBCD が検出された畳 3 製品(試料#14~#16)の溶出試験結果を表 3-3 に示す。また、各溶出液中の HBCD 異性体の詳細結果を表 3-4 に示す。

今回の溶出条件において、各試料の溶出液から HBCD が  $0.02\sim4.7\,\mathrm{ng/mL}$  検出され、これらを分析試料量に対する溶出量として換算すると  $0.002\sim0.47\,\mu\mathrm{g/g}$  となった。また、これら溶出量を含有濃度と比較し、試料からの HBCD 溶出率として算出すると、各試料の溶出率は  $0.009\sim0.036\%$  となった。

表 3-3 含有試料の HBCD 溶出試験結果 (異性体合計値)

試料 No.	溶出液中濃度	農度溶出量含有試験結果		験結果
部八个十 INO.	(ng/mL)	(µg/g)	含有濃度(µg/g)	溶出率(%)
#14	3.6	0.36	1500	0.024
#15	4.7	0.47	1300	0.036
#16	0.02	0.002	23	0.009
定量下限値	0.01	0.001	_	_

- 注 1) 溶出条件: 昭和 48 年環境庁告示 13 号 (重量体積比 1%)
- 注 2) 定量下限未満のものは「N.D.」と記載
- 注 3) 溶出率 (%) = 溶出量 / 含有濃度×100

表 3-4 HBCD 溶出試験結果の詳細 (溶出液中の各異性体結果)

試料 No.	НВ	合計値		
<sub>ው</sub> ላተ NO.	α 体	β 体	γ 体	(ng/mL)
#14	2.81	0.49	0.34	3.6
#15	3.63	0.62	0.43	4.7
#16	0.02	N.D.	N.D.	0.02
定量下限	0.01	0.01	0.01	_

注 1) 定量下限未満のものは「N.D.」と記載

## 4. 第一種特定化学物質が含有されている要因の調査・分析

HBCDの含有が認められた畳3製品(試料#14~#16)は、いずれも中材として使用されているポリスチレンボード(押出法発泡ポリスチレン: XPS)からHBCDが検出された。化審法における第一種特定化学物質の指定前には、HBCDは、主に樹脂の難燃剤としてXPSやビーズ法発泡ポリスチレン(EPS)等で用いられ、XPSについては住宅等の断熱材、土木建材(盛土)、畳(畳床の芯材)に使用されていた<sup>2)</sup>。また、過去の類似事業 (第一種特定化学物質含有製品等の安全性に関する調査)<sup>3)</sup>においても、同様の置き畳製品からHBCDが検出されている。なお、HBCDの化学構造を考慮すると、当該畳製品に使用されている他の化学物質を製造する際にHBCDが副生する可能性は低いと考えられる。

これらの畳製品は同一の国で製造されており、その販売者(発売元)は日本の会社であった。これらの畳製品が製造された国は、残留性有機汚染物質に関するストックホルム条約(POPs条約)に批准しており、HBCDを規制対象物質に指定している。HBCDの含有が認められた畳製品の輸入時期等を販売者(発売元)に確認したところ、その国においてHBCDの使用が禁止された以降は、HBCD不使用のXPSが用いられている畳製品を輸入しているとの回答があった。

以上を踏まえ、今回調査した畳3製品は、当該国においてHBCDの使用が規制される前に製造されて日本に輸入されたものであって、日本国内に在庫として残っているものが流通したものと考えられ、今後、HBCDを含有した畳製品の流通はなくなるものと考えられる。

注2) 各異性体の有効数字は3桁又は定量下限値の桁数、合計値は有効数字2桁とした

## 5. 参考文献

- 1) 独立行政法人製品評価技術基盤機構化学物質管理センター:「化学物質総合情報提供システム (CHRIP)」(http://www.nite.go.jp/chem/chrip/chrip\_search/srhInput)
- 2) 独立行政法人製品評価技術基盤機構,厚生労働省医薬食品局審査管理課化学物質安全対策室:製品含有化学物質のリスク評価書(ヘキサブロモシクロドデカン),平成25年10月
- 3) 経済産業省委託事業 平成 30 年度化学物質安全対策 (第一種特定化学物質含有製品等の 安全性に関する調査) 報告書
- 4) 産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法 (昭和48年環境庁告示第13号)

2.	製品の試買調査
<b>4</b> .	

Ⅲ. ペンタクロロフェノール又はその塩若しくはエステル含有製品の調査



## III. ペンタクロロフェノール又はその塩若しくはエステル含有製品の調査

I. 調	<b></b>	l
1.1.	調査対象物質	1
1.2.	調査対象製品	2
2. 調	查方法	3
2.1.	標準物質類	3
2.2.	試薬・器具類	3
2.3.	含有試験方法	3
2.4.	機器分析	6
2.5.	検量線	6
2.6.	同定と定量	7
2.7.	定量下限	7
3. 調	查結果	8
3.1.	含有試験結果	8
4. 参	考文献	9

## 1. 調査内容

## 1.1. 調査対象物質

本調査では、ペンタクロロフェノール (以下、「PCP」という。) 又はその塩若しくはエステルを調査対象とした。当該物質は、平成 28 年 4 月 1 日に化審法における第一種特定化学物質に指定された。

ペンタクロロフェノールのエステルについては、対象物質の数が多く、分析に必要な標準物質も入手困難であることから調査対象外とし、本調査では PCP 及び PCP として同時分析可能なその塩を対象とした (調査結果は PCP として報告)。 PCP に関する基本情報を表 1-1 に示す。

表 1-1 PCP に関する基本情報 <sup>1) 2)</sup>

政令名称	ペンタクロロフェノール又はその塩若しくはエステル
名称(英名)	Pentachlorophenol
官報公示整理番号	3-2850
既存名簿 官報公示名称	ペンタクロロフェノール
CAS.No.	87-86-5
分子式	C <sub>6</sub> HCl <sub>5</sub> O
化学構造式	CI CI CI
分子量	266.34
沸点	200℃以上で分解
融点	174℃
蒸気圧	1.10×10 <sup>-4</sup> mmHg (25°C)
水溶解度	0.001 g / 100 mL (20°C)

## 1.2. 調查対象製品

化審法第24条に基づき、化審法施行令第7条で定められたPCPの対象製品を以下の表1-2 に示す。今回の調査対象製品は、経済産業省担当官と協議の上、市販の輸入品として入手可能な表1-3の計6製品を購入した。

表1-2 PCPの化審法第24条対象製品一覧 (当該物質が使用されている場合に輸入することができない製品一覧)

番号	対象製品
1	木材用の防腐剤、防虫剤及びかび防止剤
2	防腐木材、防虫木材及びかび防止木材
3	防腐合板、防虫合板及びかび防止合板
4	にかわ

表 1-3 調査対象製品

試料 No.	用途
# 1	防腐剤、防虫剤及びかび防止剤
# 2	防腐剤、防虫剤及びかび防止剤
# 3	防腐剤、防虫剤及びかび防止剤
# 4	にかわ
# 5	防腐木材
# 6	防腐合板

### 2. 調查方法

### 2.1. 標準物質類

(1) 対象物質

Pentachlorophenol

Cambridge Isotope Laboratories 製

(2) クリーンアップスパイク用内標準物質\*1

Pentachlorophenol ( $^{13}C_6$ , 99%) Cambridge Isotope Laboratories 製 (以下、「PCP- $^{13}C_6$ 」という。)

## 2.2. 試薬·器具類

(1) 超純水 Milli-Q 超純水装置(Merck 製)により製造

(2) ヘキサン関東化学製残留農薬試験・PCB 試験用(3) ジクロロメタン関東化学製残留農薬試験・PCB 試験用(4) アセトン関東化学製残留農薬試験・PCB 試験用

(5) 1 mol/L 塩酸 関東化学製 容量分析用滴定液

(6) 硫酸ナトリウム(無水) 関東化学製 残留農薬試験・PCB 試験用

(7) N,O-Bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide (以下、「BSTFA」という。)

富士フイルム和光純薬製 環境分析用

### 2.3. 含有試験方法

過去の類似事業 (第一種特定化学物質含有製品等の安全性に関する調査)<sup>3)</sup>で実施した 同一対象物質の試験方法を参考にして実施した。

調査対象製品のうち、防腐剤、防虫剤及びかび防止剤試料は、ヘキサン及び硫酸を加えて分解・抽出し、無水硫酸ナトリウムによる脱水を行った後、誘導体化してガスクロマトグラフタンデム質量分析計(GC-MS/MS)で測定した。にかわ試料は水を加えて 70℃に加温して溶解し、ヘキサンを加えて液液振とう抽出を行い、誘導体化して GC-MS/MS で測定した。防腐木材及び防腐合板試料は、アセトンを加えて超音波抽出を行った後、水及びヘキサンを加えて液液振とう抽出を行い、誘導体化して GC-MS/MS で測定した。

PCP の含有試験フローチャートを図 2-1~図 2-3 に示す。

<sup>\*1</sup>クリーンアップスパイクは、試料の前処理及び測定操作における回収率の確認及び補正のために添加された13Cで標識した安定同位体標識化合物

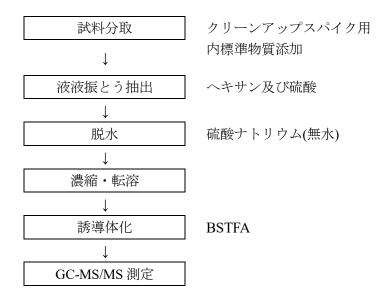


図 2-1 PCP 含有試験フローチャート(防腐剤、防虫剤及びかび防止剤)

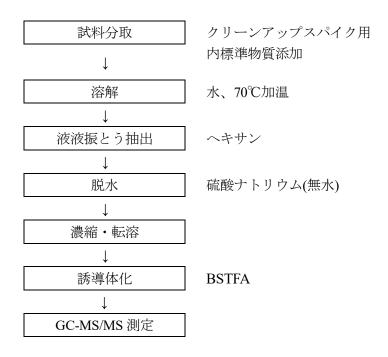


図 2-2 PCP 含有試験フローチャート(にかわ)

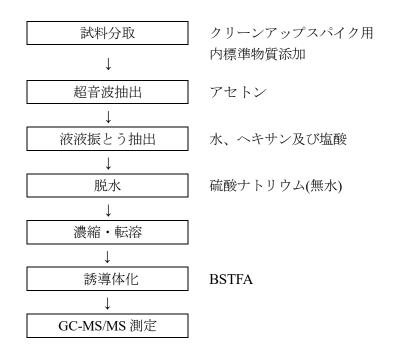


図 2-3 PCP 含有試験フローチャート(防腐木材及び防腐合板)

### 2.4. 機器分析

本調査で用いたガスクロマトグラフタンデム質量分析計(GC-MS/MS)測定条件を以下に示す。

### [GC 条件]

装 置: Nexis GC-2030 (島津製作所製)

カ ラ ム: HP-5ms UI (Agilent Technologies 製)

長さ 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm

カ ラ ム 温 度 :  $40^{\circ}$ C  $(0 \text{ min}) \rightarrow (20^{\circ}\text{C/min}) \rightarrow 300^{\circ}\text{C}$  (5 min)

注入□温度: 280℃

キャリヤーガス : He 1.1 mL/min 試料導入方法 : スプリットレス

試料注入量: 1 μL インターフェース温度: 300℃

### [MS 条件]

装 置: GCMS-TQ8040NX (島津製作所製)

イ オ ン 化 法 : 電子イオン化法 (EI)

イオン源温度 : 200℃

検 出 モ ー ド : 選択反応モニタリング(SRM)

モニターイオン : PCP m/z 323 > 93 / 338 > 323 (定量/確認)

 $PCP-^{13}C_6$  m/z 329 > 93 / 344 > 329 (定量/確認)

### 2.5. 検量線

### (1) 標準液の測定

表 2-1 に示した各濃度の検量線作成用標準液をジクロロメタンで調製した後、試料と同様に TMS 誘導体化を行った。これを GC-MS/MS に一定量注入し、SRM 測定操作を行って、全濃度領域でデータを得た。

表 2-1 検量線作成用標準液濃度 単位:ng/mL

	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5
PCP	20	10	5	2	1
$PCP^{-13}C_6$	10	10	10	10	10

### (2) 検量線の作成

2.5 (1)で得られたデータから PCP (対象物質) 及び PCP- $^{13}C_6$  (クリーンアップスパイク内標準物質)のピーク面積を求め、横軸に対象物質のサロゲート物質に対する濃度比、縦軸に対象物質のクリーンアップスパイク内標準物質に対するピーク面積比をプロットし、検量線を作成した。

本調査で用いた検量線の一例を図2-2に示す。

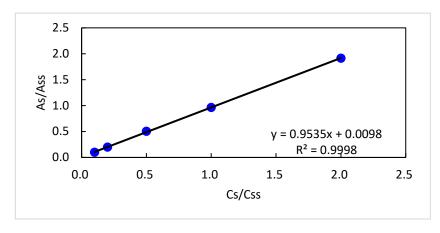


図 2-2 PCP 検量線の一例

### 2.6. 同定と定量

### (1) 同定

試料のGC-MS/MS測定で得られたSRMクロマトグラム上のピーク保持時間 (リテンションタイム)が標準液とほぼ同一であり、さらに定量イオンと確認イオンのピーク面積比が標準液と同等(±20%以下を目安)であれば対象物質として同定した。

### (2) 定量

対象物質とクリーンアップスパイク内標準物質のピーク面積比を検量線に代入して分析試料液中の対象物質の量を算出し、以下の式によって試料中の対象物質濃度を換算した。

$$C_i = (Q_i - Q_t) \div W$$

Ci : 試料中の対象物質の濃度 (μg/g)

Qi : 分析試料液全量中の対象物質の量 (μg)

Ot : 空試験での対象物質の量 (ug)

W : 試料量 (g)

### 2.7. 定量下限

本調査の含有試験における定量下限は、検量線の最低濃度、試料前処理時における試料量、最終定容量等から 0.02 µg/g (ppm)と算出された。

## 3. 調査結果

## 3.1. 含有試験結果

PCP (ペンタクロロフェノール及びその塩)の含有試験結果を、以下の表 3-1 に示す。 今回の調査対象製品 6 試料は、いずれも不検出 (定量下限未満) となり、PCP の含有は認められなかった。

表 3-1 各試料の PCP 含有試験結果

試料 No.	用途 PCP 含有濃度 (μg/g)		試料の定量下限 (μg/g)
# 1	防腐剤、防虫剤及びかび防止剤	N.D. (n = 1) N.D. (n = 2)	
# 2	防腐剤、防虫剤及びかび防止剤	N.D.	
# 3	防腐剤、防虫剤及びかび防止剤	N.D.	0.02
# 4	にかわ	N.D.	0.02
# 5	防腐木材	N.D.	
# 6	防腐合板	N.D.	

注1) 定量下限未満のものは「N.D.」と記載

注 2) 試料#1 は二重測定 (n=2分析) を実施した (本試験の再現性や試料均一性の確認)

## 4. 参考文献

- 1) 独立行政法人製品評価技術基盤機構化学物質管理センター:「化学物質総合情報提供システム (CHRIP)」 (アクセス日 令和6年2月19日)
- 2) 厚生労働省 職場のあんぜんサイト 安全データシート:ペンタクロロフェノール https://anzeninfo.mhlw.go.jp/anzen/gmsds/87-86-5.html (アクセス日:令和6年2月19日)
- 3) 経済産業省委託事業 令和2年度化学物質安全対策(第一種特定化学物質含有製品等の安全性に関する調査)報告書