

令和6年度経済産業省委託事業

令和6年度化学物質規制対策  
(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

令和7年3月

一般財団法人 三重県環境保全事業団



## 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「化審法」という。）」は、人の健康を損なうおそれ又は動植物の生息・生育に支障を及ぼすおそれがある化学物質による環境の汚染を防止することを目的としている。

化審法では、難分解性、高蓄積性、人又は高次捕食動植物への毒性のある化学物質である場合に「第一種特定化学物質」に指定し、製造・輸入を原則禁止するとともに、第一種特定化学物質の特定用途以外での使用禁止、第一種特定化学物質を含有した製品で「化学物質の審査及び製造等の規制に関する法律施行令（以下「化審法施行令」という。）」で指定した製品の輸入禁止等の措置を講じている。

本事業は第一種特定化学物質による環境への影響を未然に防止しているかを確認するために、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等についての調査を実施した。

令和 7 年 3 月

一般財団法人 三重県環境保全事業団

本調査報告書は、以下の 3 部構成で作成した。

I. ペルフルオロオクタン酸 (PFOA) 含有製品の調査

II. デカブロモジフェニルエーテル含有製品の調査

III. ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS) 含有製品の調査

## I.ペルフルオロオクタン酸 (PFOA) 含有製品の調査



## I.ペルフルオロオクタン酸（PFOA）含有製品の調査

1. 調査内容.....	2
1.1. 調査対象物質 .....	2
1.2. 調査対象製品 .....	4
2. 調査方法.....	7
2.1. 標準物質類 .....	7
2.2. 試薬類 .....	7
2.3. 器具類 .....	7
2.4. 含有試験方法 .....	8
2.5. 機器分析 .....	10
2.6. 検量線 .....	10
2.7. 同定と定量 .....	12
2.8. 定量下限 .....	12
3. 調査結果.....	13
3.1. 含有試験結果 .....	13
4. 参考文献.....	15

## 1. 調査内容

### 1.1. 調査対象物質

本調査では、ペルフルオロオクタン酸（以下「PFOA」という。）を調査対象とした。化審法の第一種特定化学物質として、PFOA は令和 3 年 10 月 22 日に指定された。

図 1-1 に PFOA の化学構造式を、また、PFOA に関する基本情報を表 1-1 に示す。

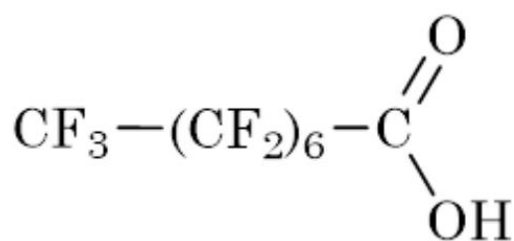


図 1-1 PFOA の化学構造式

表 1-1 PFOA に関する基本情報 <sup>1) 2)</sup>

政令名称	ペルフルオロオクタン酸
名称 (英名)	Perfluorooctanoic Acid
官報整理番号	2-2659
既存名簿 官報公示名称	ペルフルオロオクタン酸
CAS.No.	335-67-1
分子式	C <sub>8</sub> HF <sub>15</sub> O <sub>2</sub>
化学構造式	$\text{CF}_3-(\text{CF}_2)_6-\text{C} \begin{array}{l} \text{=O} \\ \text{OH} \end{array}$
分子量	414.07
沸点	188 °C
融点	54.3 °C
蒸気圧	4.2 Pa(25°C)
水溶解度	9.5 μg/L (25°C)

## 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 PFOA の対象製品を以下の表 1-2 に示す。本調査では、市販品として入手可能な表 1-3 の計 50 製品を購入し含有試験を行った。

表 1-2 PFOA 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	耐水性能又は耐油性能を与えるための処理をした紙
2	はつ水性能又ははつ油性能を与えるための処理をした生地
3	洗浄剤
4	半導体の製造に使用する反射防止剤
5	塗料及びワニス
6	はつ水剤およびはつ油剤
7	接着剤及びシーリング用の充填料
8	消火器、消火器用消火薬剤及び泡消火薬剤
9	トナー
10	はつ水性能又ははつ油性能を与えるための処理をした衣服
11	はつ水性能又ははつ油性能を与えるための処理をした床敷物
12	床用ワックス
13	業務用写真フィルム

表 1-3 調査対象製品

試料No.	用途
# 1	耐油性能を与えるための処理をした紙
# 2	耐水性能を与えるための処理をした紙
# 3	耐水性能を与えるための処理をした紙
# 4	はつ水性能を与えるための処理をした生地
# 5	はつ水性能を与えるための処理をした生地
# 6	はつ水性能を与えるための処理をした生地
# 7	はつ水性能を与えるための処理をした生地
# 8	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 9	はつ水性能を与えるための処理をした衣服

# 10	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 11	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 12	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 13	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 14	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 15	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 16	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 17	はつ油性能を与えるための処理をした床敷物
# 18	はつ水性能を与えるための処理をした床敷物
# 19	床用ワックス
# 20	床用ワックス
# 21	床用ワックス
# 22	床用ワックス
# 23	床用ワックス
# 24	消火剤
# 25	消火器
# 26	消火器
# 27	消火器
# 28	洗浄剤
# 29	洗浄剤
# 30	洗浄剤
# 31	洗浄剤
# 32	塗料
# 33	ワニス
# 34	ワニス
# 35	ワニス
# 36	塗料
# 37	はつ水剤
# 38	はつ水剤
# 39	はつ水剤
# 40	はつ水剤
# 41	はつ水剤
# 42	はつ油剤
# 43	はつ水剤
# 44	はつ水剤

# 45	接着剤
# 46	シーリング用の充填料
# 47	シーリング用の充填料
# 48	接着剤
# 49	接着剤
# 50	トナー

## 2. 調査方法

### 2.1. 標準物質類

- (1) PFOA 標準物質 (検量線作成用標準液)  
PFOA                      Wellington Laboratories 製    PFAC-MXC
- (2) サロゲート物質  
PFOA-<sup>13</sup>C<sub>8</sub>              Wellington Laboratories 製    MPFAC-C-ES

### 2.2. 試薬類

- (1) 超純水 (前処理用及び移動相)  
超純水製造装置を用いた作成した Milli-Q 水
- (2) メタノール  
測定対象成分を含まないもの (残留溶媒試験用)
- (3) アセトニトリル (移動相用)  
測定対象成分を含まないもの (LC/MS/MS 測定用)
- (4) ギ酸 (固相抽出の際の pH 調製用)  
測定対象物を含まないもので、関東化学社製  
(製品番号 16233-96 : 1ml アンプル×5 本) のアンプル入りのもの
- (5) 酢酸アンモニウム (移動相用)  
測定対象物を含まないもの (JIS K 8359 に規定するもの)
- (6) 5 mol/L の酢酸アンモニウム水溶液 (移動相用)  
(5)で規定の酢酸アンモニウム 385.4 g を 1 L のメスフラスコに採取し、超純水で 1000 mL に希釈したもの。この溶液は、調製後直ちに 1000 mL のねじ口ガラス瓶に入れて冷蔵保存する。
- (7) 0.5 mmol/L の酢酸アンモニウム水溶液 (移動相用)  
超純水を約 500 ml 程度入れた 1 L のメスフラスコに、(6) で作成した 5 mol/L の酢酸アンモニウム水溶液を 0.5 mL のホールピペットで 0.5 mL 採取し、超純水で 1000 ml に希釈したもの。

### 2.3. 器具類

- (1) メスフラスコ (10、50、100 mL)  
使用前にメタノールで 3 回洗浄する。
- (2) 丸底メスフラスコ (50~100 mL)  
使用前にメタノールで 3 回洗浄する。
- (3) 三角フラスコ (100 mL)  
使用前にメタノールで 3 回洗浄する。
- (4) 各種ホールピペット

- 使用前にメタノールで3回洗浄する。
- (5) 標準液及びサロゲート液保存用二重瓶  
ガラス製を使用。使用前にメタノールで3回洗浄後、乾燥してから使用する。
  - (6) 50 mL 及び 15 mL の PP 製遠沈管  
使用前にメタノールで3回洗浄する。
  - (7) クリーンアップ用固相カラム (ODS系：充填料 250 mg)  
Waters 社製 HLB cartridge  
無極性化合物及び測定対象物と類似構造を有する化合物の夾雑物の分画除去に使用する。
  - (8) クリーンアップ用固相カラム (グラファイト系：充填料 500 mg/6 mL)  
GLサイエンス社製 GL-Pak 500 mg/6 mL(Cat.No.5010-23010)  
色素系の夾雑物除去に使用する。
  - (9) クリーンアップ用固相カラム (ODS系：充填料 500 mg)  
GLサイエンス社製 GL-Pak 500 mg/6 mL(Cat.No.5010-23010)  
油系の夾雑物除去に使用する。
  - (10) 液体クロマトグラフータンデム型質量分析計 (LC/MS/MS)  
Agilent 社製 6470LC/TQ システムを使用する。

#### 2.4. 含有試験方法

含有試験は、工業製品（織物、皮革等）を対象とした試験方法である EN 17681-1:2022 に準拠して、以下の通りに実施した。

最初に、試験片を約 1 cm<sup>2</sup> に切断する。ポリマー試料については、切断の代わりに凍結粉碎を実施する。切断または凍結粉碎した試料は、50 mL の遠沈管に 1 g 採取し、メタノール 20 mL 入れ、温度 60°C の水溶で 120 分間の超音波抽出を実施する。超音波抽出後は、遠心分離で固液分離を行う。その後、遠心分離した上澄み液 500 μL 採取し、必要に応じて固相カラムで精製する。精製後、精製液 500 μL をガラスバイアルに採取し、超純水 500 μL とサロゲート物質混合液を 100 μL を加えたものを試験液とした。試験液は、LC/MS/MS で測定した。

なお、PFOA の含有試験フローチャートは図 2-1 に示す。

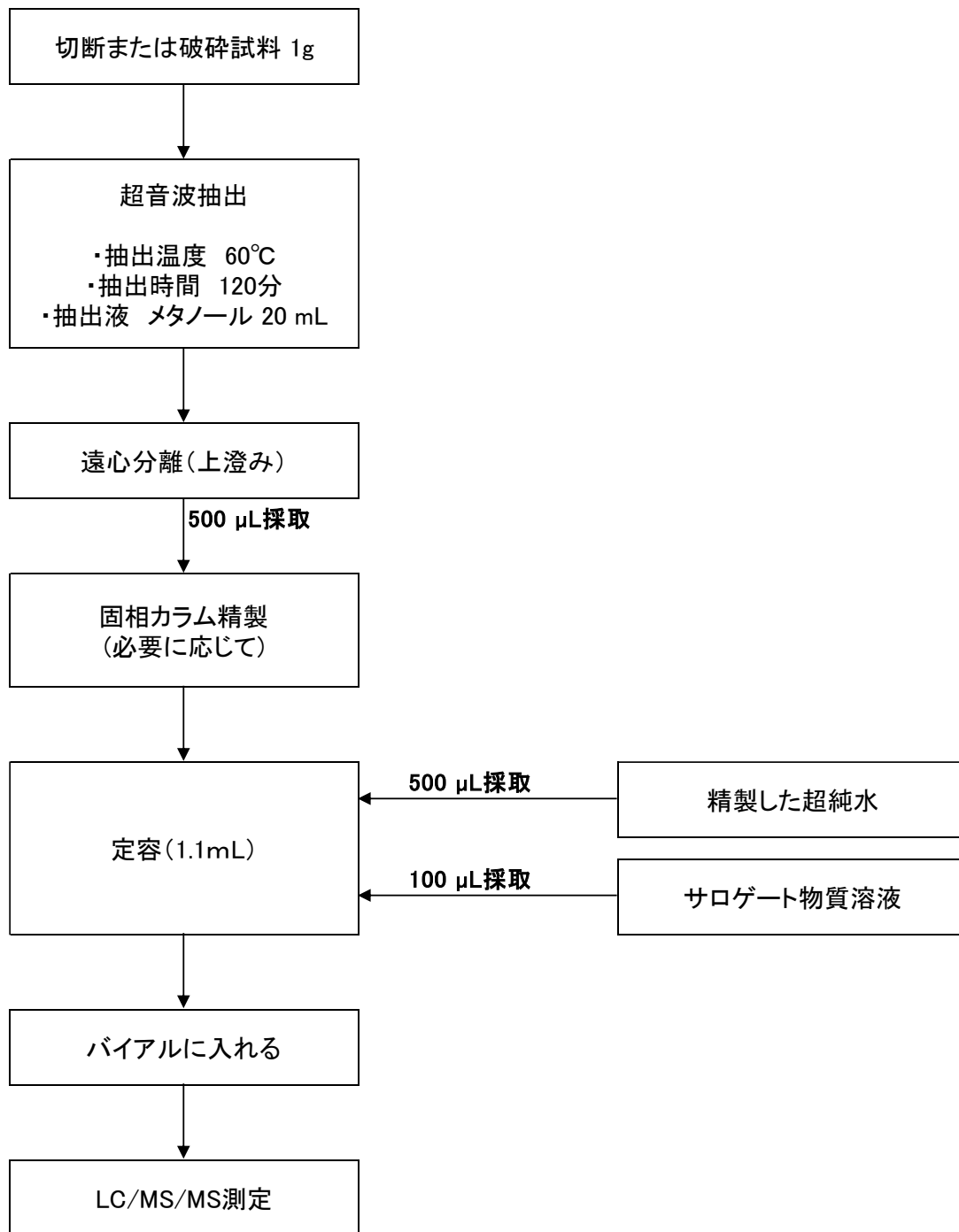


図 2-1 PFOA の含有試験フローチャート

## 2.5. 機器分析

本調査で用いた液体クロマトグラフタンデム質量分析装置(LC/MS/MS)の測定条件を以下に示す。

### (1) 使用機器

Agilent 6470 LC/TQ システム

### (2) 分離カラム

GL サイエンス社製の InertSustain C18 (3 $\mu$ m : 2.1 $\times$ 150 mm)

### (3) 移動相

使用する移動相は、以下の通り。

A液：0.5 mmol/L の酢酸アンモニウム水溶液

B液：アセトニトリル

### (4) 移動相流量

毎分 0.2 mL の流量で、A液とB液の比が 90:10 で測定を開始し、最初の 2 分間はA液とB液の比を 90:10 に固定し、測定開始後 15 分でA液とB液の比が 5:95 にB液の割合を上昇させ、測定終了まではA液とB液の比を 5:95 に固定する。

### (5) 検出器及びイオン化室測定条件

選択反応測定 (MRM) が可能なタンデム型質量分析計とする。使用する条件は、ESI-Negative 法とし、Capillary 電圧：3800 V、窒素ガス温度：340 $^{\circ}$ C、ネプライザーガス圧力：50 psi とする。

また、モニターイオン及び Collision Energy 電圧を表 2-1 に示した。

表 2-1 モニターイオン及び Collision Energy 電圧

測定対象物	Fragmentor	MS1(m/z)	Collision Energy	MS3(m/z)
PFOA	80V	413	→ 10V →	369
PFOA- <sup>13</sup> C <sub>8</sub>	80V	417	→ 10V →	372

### (6) コリジョンガス

高純度窒素ガスを使用する。

## 2.6. 検量線

PFOA 標準液を用いて、①0.05 ng/mL、②0.1 ng/mL、③0.2 ng/mL、④0.5 ng/mL、⑤1.0 ng/mL の混合標準液を調製する (各標準液のサロゲート物質は、1.0 ng/mL とする)。

調製した標準液について LC/MS/MS 測定を行い、それぞれの対象物質及びサロゲート物質のモニターイオンのピーク面積からピーク面積比を算出し、対象物質の濃度との関係を求める。

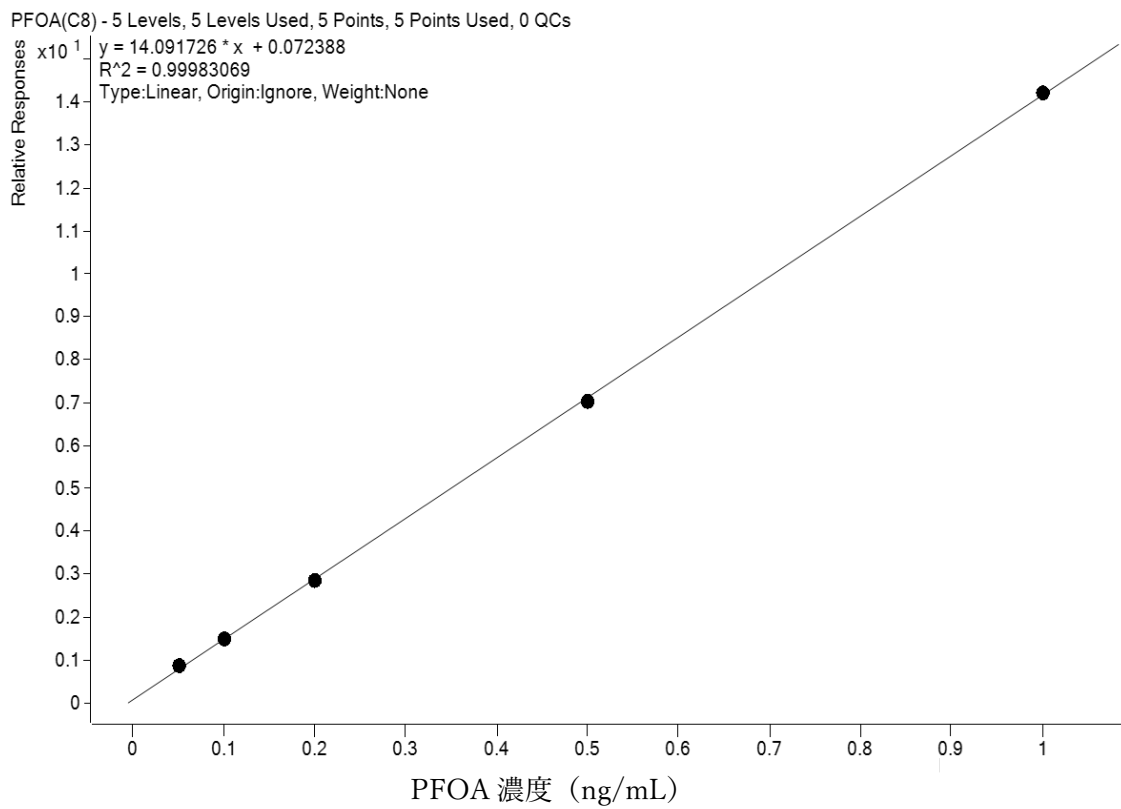


図 2-2 PFOA 検量線

## 2.7. 同定と定量

### (1) 試験溶液の分析

2.4.で得られた試験溶液を LC/MS/MS 装置に注入し表 2-1 で示した対象物質及びサロゲート物質のモニターイオン（その際の Collision Energy 電圧も示す）のピーク面積からピーク面積比を算出し、2.6.により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

### (2) 定量

対象製品中の PFOA の含有量は、次式によって求めた。

$$C = \frac{A \times L}{W}$$

C : 対象製品中の PFOA の含有量 (ng/g)

A : 試験溶液中の PFOA 濃度(ng/mL)

L : 試験溶液の量 (mL)

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分析試料量、分取量及び最終定容量等から、試料の定量下限は 1 ng/g (ppb)とした。

### 3. 調査結果

#### 3.1. 含有試験結果

PFOA 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 50 試料は、#4、#7、#10、#16、#18、#28 については、1~10 ppb 範囲で微量に検出したが、それ以外は、いずれも不検出（定量下限値未満）となり、PFOA の含有は認められなかった。また、今回の調査で検出された PFOA は、全て 10 ppb 以下の微量であり、製品に機能性を持たすために添加した濃度としては低い濃度である。このため、検出された製品中の PFOA は、不純成分であるか、または、環境中から汚染された濃度であると推測される。

なお、溶出試験については、PFOA が検出された製品全てにおいて、PFOA が意図的に添加されたとは考えられないほどの低い濃度であったことから、実施しなかった。

表 3-1 各試料の PFOA 含有試験結果

試料No.	用途	PFOA 含有濃度 (ng/g)
#1	耐油性能を与えるための処理をした紙	N.D.
#2	耐水性能を与えるための処理をした紙	N.D.
#3	耐水性能を与えるための処理をした紙	N.D.
#4	はつ水性能を与えるための処理をした生地	4
#5	はつ水性能を与えるための処理をした生地	N.D.
#6	はつ水性能を与えるための処理をした生地	N.D.
#7	はつ水性能を与えるための処理をした生地	2
#8	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
#9	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
#10	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	4
#11	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
#12	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
#13	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
#14	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
#15	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
#16	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	4
#17	はつ油性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
#18	はつ水性能を与えるための処理をした床敷物	2

# 19	床用ワックス	N.D
# 20	床用ワックス	N.D
# 21	床用ワックス	N.D
# 22	床用ワックス	N.D
# 23	床用ワックス	N.D
# 24	消火剤	N.D
# 25	消火器	N.D
# 26	消火器	N.D
# 27	消火器	N.D
# 28	洗浄剤	2
# 29	洗浄剤	N.D
# 30	洗浄剤	N.D
# 31	洗浄剤	N.D
# 32	塗料	N.D
# 33	ワニス	N.D
# 34	ワニス	N.D
# 35	ワニス	N.D
# 36	塗料	N.D
# 37	はつ水剤	N.D
# 38	はつ水剤	N.D
# 39	はつ水剤	N.D
# 40	はつ水剤	N.D
# 41	はつ水剤	N.D
# 42	はつ油剤	N.D
# 43	はつ水剤	N.D
# 44	はつ水剤	N.D
# 45	接着剤	N.D
# 46	シーリング用の充填料	N.D
# 47	シーリング用の充填料	N.D
# 48	接着剤	N.D
# 49	接着剤	N.D
# 50	トナー	N.D

注1) PFOA含有濃度が定量下限値(1 ng/g)未満の場合は「N.D.」と表記

#### 4. 参考文献

- 1) 独立行政法人製品評価技術基盤機構、経済産業省製造産業局化学物質管理課、厚生労働省医薬・生活衛生局医薬品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 ペルフルオロオクタン酸（令和元年9月）」
- 2) 厚生労働省 職場のあんぜんサイト 安全データシート：ペルフルオロオクタン酸 <https://anzeninfo.mhlw.go.jp/anzen/gmsds/335-67-1.html>（アクセス日令和7年3月6日）



## II.デカブロモジフェニルエーテル含有製品の調査



## I.デカブロモジフェニルエーテル含有製品の調査

1. 調査内容.....	2
1.1. 調査対象物質 .....	2
1.2. 調査対象製品 .....	4
2. 調査方法.....	6
2.1. 標準物質類 .....	6
2.2. 試薬・器具類 .....	6
2.3. 含有試験方法 .....	6
2.4. 溶出試験方法 .....	7
2.5. 機器分析 .....	10
2.6. 検量線 .....	11
2.7. 同定と定量 .....	12
2.8. 定量下限 .....	12
3. 調査結果.....	13
3.1. 含有試験結果 .....	13
3.2. 溶出試験結果 .....	15
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.....	15
5. 参考文献.....	15

## 1. 調査内容

### 1.1. 調査対象物質

本調査では、デカブロモジフェニルエーテルを調査対象とした。化審法の第一種特定化学物質として、デカブロモジフェニルエーテルは平成 30 年 4 月 1 日に指定された。

図 1-1 に デカブロモジフェニルエーテルの化学構造式を、また、デカブロモジフェニルエーテルに関する基本情報を表 1-1 に示す。

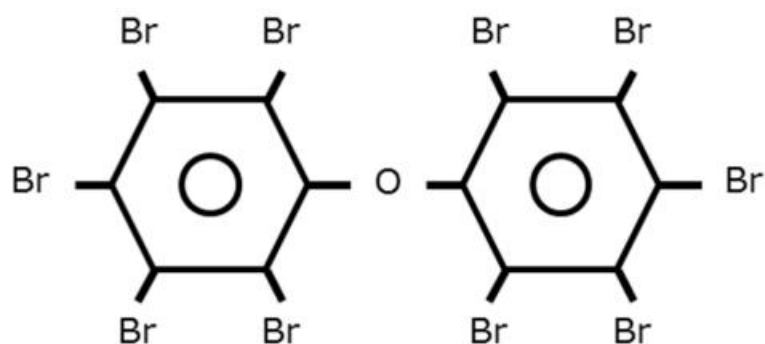
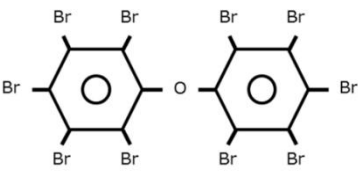


図 1-1 デカブロモジフェニルエーテル の化学構造式

表 1-1 デカブロモジフェニルエーテル に関する基本情報 <sup>1) 2)</sup>

政令名称	デカブロモジフェニルエーテル
名称 (英名)	Decabromodiphenyl ether
官報整理番号	3-2846
既存名簿 官報公示名称	デカブロモジフェニルエーテル
CAS.No.	1163-19-5
分子式	C <sub>12</sub> Br <sub>10</sub> O
化学構造式	
分子量	959.2
沸点	320°C
融点	300~310°C
蒸気圧	4.63 × 10 <sup>-6</sup> Pa (21°C)
水溶解度	< 0.1 μg/L (25°C)

## 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デカブロモジフェニルエーテルの対象製品を以下の表 1-2 に示す。本調査では、市販品として入手可能な表 1-3 の計 47 製品を購入し含有試験を行った。

表 1-2 デカブロモジフェニルエーテルの化審法第 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	防災性能を与えるための処理をした生地
2	生地、樹脂又はゴムに防災性能を与えるための調整添加剤
3	接着剤及びシーリング用の充填料
4	防災性能を与えるための処理をした床敷物
5	防災性能を与えるための処理をしたカーテン
6	防災性能を与えるための処理をした旗及びのぼり

表 1-3 調査対象製品

試料No.	用途
# 1	防災性能を与えるための処理をした生地
# 2	防災性能を与えるための処理をした生地
# 3	防災性能を与えるための処理をした生地
# 4	生地に防災性能を与えるための調整添加剤
# 5	生地、樹脂又はゴムに防災性能を与えるための調整添加剤
# 6	接着剤
# 7	シーリング用の充填料
# 8	シーリング用の充填料
# 9	接着剤
# 10	接着剤
# 11	接着剤
# 12	接着剤
# 13	シーリング用の充填料

# 14	シーリング用の充填料
# 15	シーリング用の充填料
# 16	シーリング用の充填料
# 17	接着剤
# 18	接着剤
# 19	接着剤
# 20	シーリング用の充填料
# 21	防炎性能を与えるための処理をした床敷物
# 22	防炎性能を与えるための処理をした床敷物
# 23	防炎性能を与えるための処理をした床敷物
# 24	防炎性能を与えるための処理をした床敷物
# 25	防炎性能を与えるための処理をした床敷物
# 26	防炎性能を与えるための処理をした床敷物
# 27	防炎性能を与えるための処理をした床敷物
# 28	防炎性能を与えるための処理をした床敷物
# 29	防炎性能を与えるための処理をした床敷物
# 30	防炎性能を与えるための処理をした床敷物
# 31	防炎性能を与えるための処理をした床敷物
# 32	防炎性能を与えるための処理をした床敷物
# 33	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン
# 34	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン
# 35	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン
# 36	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン
# 37	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン
# 38	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン
# 39	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン
# 40	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン
# 41	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン
# 42	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン
# 43	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン
# 44	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン
# 45	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン
# 46	防炎性能を与えるための処理をした生地
# 47	防炎性能を与えるための処理をした生地

## 2. 調査方法

### 2.1. 標準物質類

- (1) デカブロモジフェニルエーテル 標準物質 (検量線作成用標準液)  
Wellington Laboratories 製 BDE-209
- (2) サロゲート溶液 4,4-ジブロモオクタフルオロビフェニル標準品  
東京化成社製

### 2.2. 試薬・器具類

- (1) 超純水  
超純水製造装置を用いた作成した Milli-Q 水
- (2) アセトン  
測定対象成分を含まないもの (残留溶媒試験用)
- (3) ジクロロメタン  
測定対象成分を含まないもの (残留溶媒試験用)
- (4) トルエン  
測定対象成分を含まないもの (残留溶媒試験用)
- (5) 無水硫酸ナトリウム  
測定対象成分を含まないもの (残留溶媒試験用)
- (6) シリカゲルカートリッジ  
GL サイエンス社製
- (7) 円筒ろ紙

### 2.3. 含有試験方法

含有試験は IEC (国際電気標準会議) が「電気・電子機器-6 種類の規制物質 (鉛、水銀、カドミウム、六価クロム、ポリ臭化ビフェニル、ポリ臭化ジフェニルエーテル) の濃度定量」として定めた分析方法である IEC62321-6 に準拠して、以下の通りに実施した。

最初に、試験片を約 1 cm<sup>2</sup>に切断する。ポリマー試料については、切断の代わりに凍結粉碎を実施する。

切断または凍結粉碎した試料 0.5 g を円筒ろ紙に採取し、サロゲート溶液 100 μL を加え、トルエン 100 mL でソックスレー抽出 (抽出時間 120 分以上) を実施した。抽出液は、50 mL まで濃縮・定容した。その後、抽出液 1 mL を採取し、必要に応じて固相カラム精製を実施する。精製後、精製液 1 mL をガラスバイアルに採取したものを試験液とした。試験液は、GC-MS で測定した。

デカブロモジフェニルエーテルの含有試験フローチャートを図 2-1 に示す。

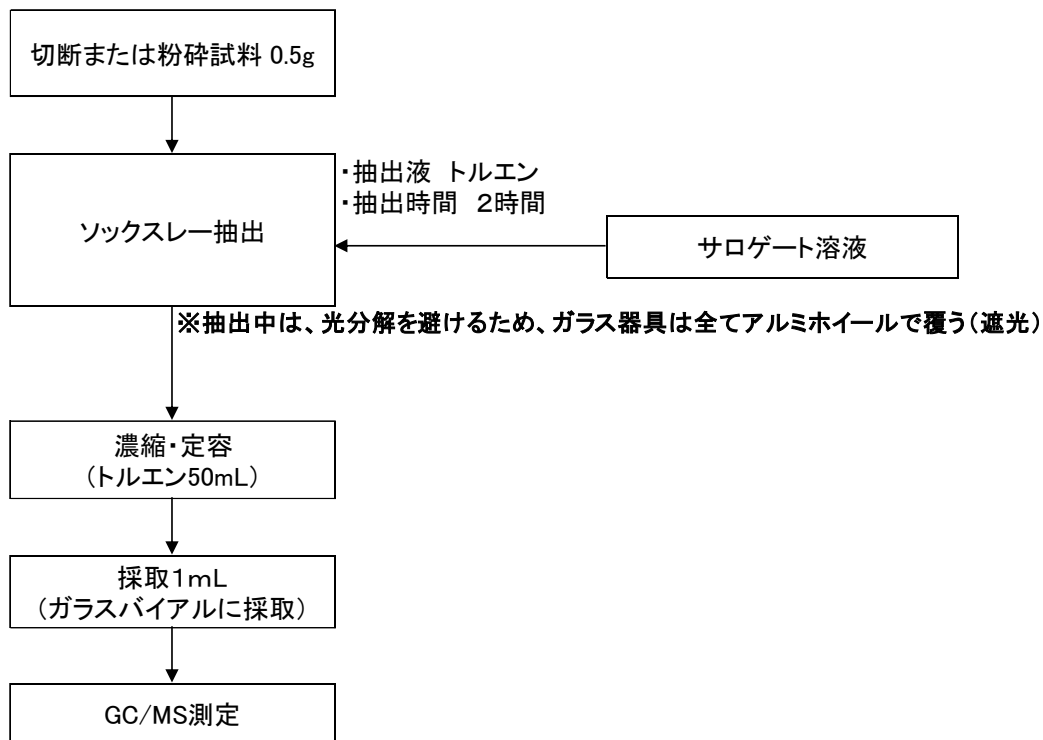


図 2-1 デカブロモジフェニルエーテルの含有試験フローチャート

## 2.4 溶出試験方法

今回の含有試験において、デカブロモジフェニルエーテルが検出された 1 製品(試料 #1)について、平成 3 年 8 月環境庁告示第 46 号(土壤の汚染に係る環境基準について)付表に掲げる方法を参考に溶出試験を実施した。

検液については、試料と精製水とを重量体積比 10%の割合で混合し、かつ、その混合液が 500 mL 以上となるように調整した。具体的には、試料 60 g 採取し、精製水を 600 mL 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(0.45  $\mu\text{m}$ )して得られた液を検液とした。

次に、作成した検液 500 mL を 1 L の分液ロートに採取し、塩化ナトリウム 15 g、ジクロロメタン 100 mL を加えて液液振とう抽出を 2 回行い、デカブロモジフェニルエーテルを抽出した。得られた抽出液を濃縮し、サロゲート混合液を添加後、必要に応じて固相カラム精製を実施した後、GC-MS で測定した。

デカブロモジフェニルエーテルの溶出試験の検液作成フローチャートを図 2-2 に、検液からの液液抽出工程を図 2-3 に示す。

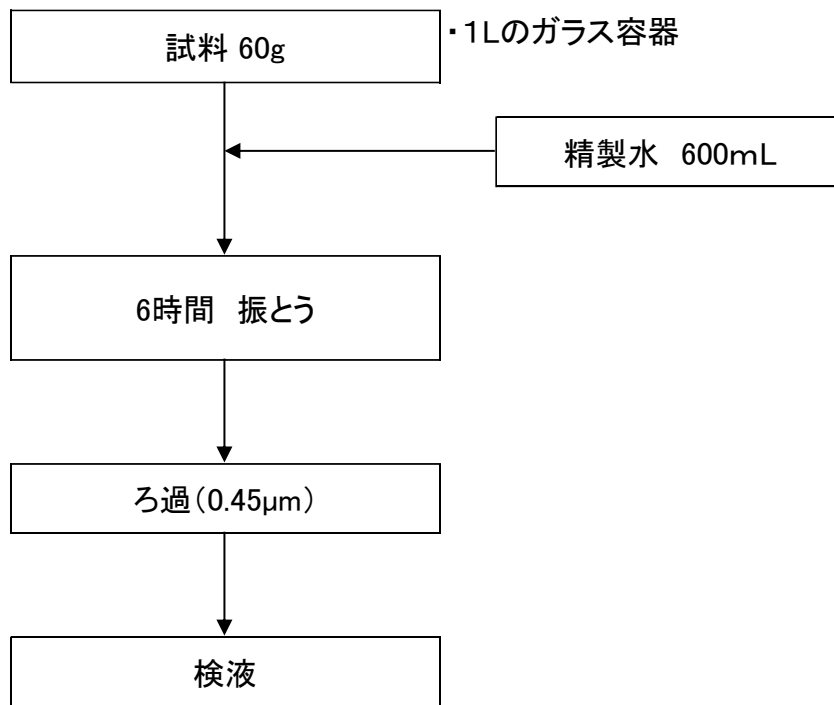


図 2-2 デカブロモジフェニルエーテルの溶出試験フロー（検液作成）

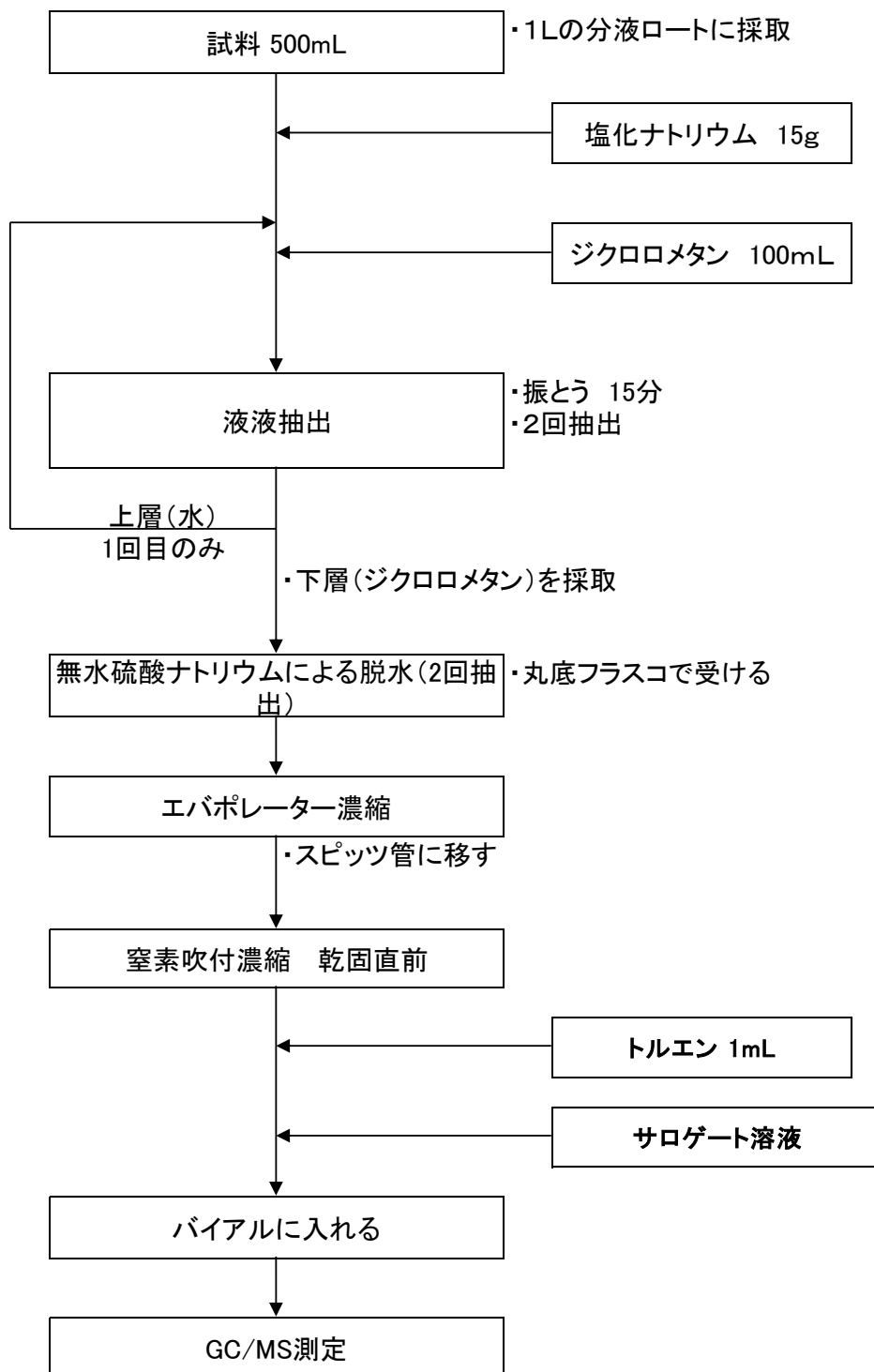


図 2-3 デカブロモジフェニルエーテルの溶出試験フロー（液液抽出）

## 2.5. 機器分析

本調査で用いたガスクロマトグラフ質量分析計(GC-MS)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 社製 6890
- ・質量分析計：Agilent 社製 5977MSD

### (2) 操作条件

#### ・GC 測定条件

分離カラム：FRONTIER LAB 社製 Ultra ALLOY-PBDE

内径；0.25 mm 長さ；15 m 膜厚；0.05  $\mu$ m

カラム温度：60  $^{\circ}$ C 1 分間保持

↓ (50  $^{\circ}$ C/分) 200  $^{\circ}$ C

↓ (15  $^{\circ}$ C/分) 330  $^{\circ}$ C 5 分間保持

試料導入部温度：280  $^{\circ}$ C

試料導入方式：スプリットレス注入

試料注入量：2  $\mu$ L

キャリアーガス：ヘリウム (1.5 mL/min 定流量)

トランスファーライン温度：300  $^{\circ}$ C

#### ・MS 測定条件

イオン化方法：電子イオン化(EI)法

イオン化電圧：70 eV

イオン検出方法：選択イオン検出(SIM)法

イオン源温度：290  $^{\circ}$ C

モニターイオン：表 2-1 に示した

表 2-1 PBDE モニターイオン

測定項目	定量イオン	確認イオン
デカブロモジフェニルエーテル	m/z 799.5	m/z 959.4
サロゲート物質 (4,4-ジブロモオクタフルオロビフェニル)	m/z 455.9	m/z 453.9

## 2.6. 検量線

デカブロモジフェニルエーテル標準液を用いて、①100 ng/mL、②200 ng/mL、③300 ng/mL、④400 ng/mL、⑤500 ng/mL の混合標準液を調製する（各標準液のサロゲート物質は、200 ng/mL とする）。

調製した標準液について GC-MS 測定を行い、それぞれの対象物質及びサロゲート物質のモニターイオンのピーク面積からピーク面積比を算出し、対象物質の濃度との関係を求める。

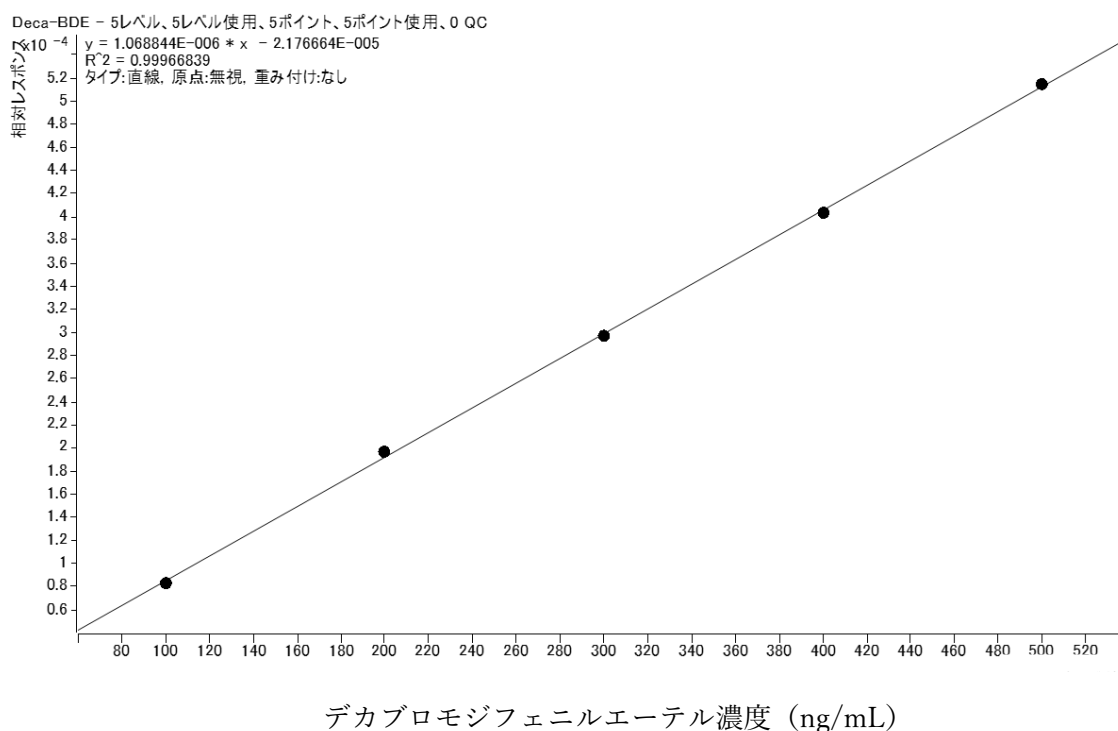


図 2-4 デカブロモジフェニルエーテルの検量線

## 2.7. 同定と定量

### (1) 試験溶液の分析

2.4.で得られた試験溶液を GC-MS 装置に注入し表 2-1 で示した対象物質及びサロゲート物質のモニターイオンのピーク面積からピーク面積比を算出し、2.6.により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

### (2) 定量

対象製品中のデカブロモジフェニルエーテルの含有量は、次式によって求めた。

$$C = \frac{A \div 1000 \times L}{W}$$

C : 対象製品中のデカブロモジフェニルエーテルの含有量 (mg/kg)

A : 試験溶液中のデカブロモジフェニルエーテル濃度 (ng/mL)

L : 試験溶液の量 (mL)

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分析試料量、分取量及び最終定容量等から、試料の定量下限は 10 mg/kg (ppm)とした。

### 3. 調査結果

#### 3.1. 含有試験結果

デカブロモジフェニルエーテルの含有試験結果を、以下の表 3-1 に示す。今回の調査対象製品 47 試料のうち 1 製品からデカブロモジフェニルエーテルが検出された。

表 3-1 各試料のデカブロモジフェニルエーテル含有試験結果

試料 No.	用途	デカブロモジフェニルエーテル含有濃度 (mg/kg)
# 1	防炎性能を与えるための処理をした生地	17,000
# 2	防炎性能を与えるための処理をした生地	N.D.
# 3	防炎性能を与えるための処理をした生地	N.D.
# 4	生地に防炎性能を与えるための調整添加剤	N.D.
# 5	生地、樹脂又はゴムに防炎性能を与えるための調整添加剤	N.D.
# 6	接着剤	N.D.
# 7	シーリング用の充填料	N.D.
# 8	シーリング用の充填料	N.D.
# 9	接着剤	N.D.
# 10	接着剤	N.D.
# 11	接着剤	N.D.
# 12	接着剤	N.D.
# 13	シーリング用の充填料	N.D.
# 14	シーリング用の充填料	N.D.
# 15	シーリング用の充填料	N.D.
# 16	シーリング用の充填料	N.D.
# 17	接着剤	N.D.
# 18	接着剤	N.D.
# 19	接着剤	N.D.
# 20	シーリング用の充填料	N.D.
# 21	防炎性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 22	防炎性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 23	防炎性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 24	防炎性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 25	防炎性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 26	防炎性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.

# 27	防炎性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 28	防炎性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 29	防炎性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 30	防炎性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 31	防炎性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 32	防炎性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 33	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン	N.D.
# 34	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン	N.D.
# 35	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン	N.D.
# 36	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン	N.D.
# 37	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン	N.D.
# 38	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン	N.D.
# 39	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン	N.D.
# 40	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン	N.D.
# 41	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン	N.D.
# 42	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン	N.D.
# 43	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン	N.D.
# 44	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン	N.D.
# 45	防炎性能を与えるための処理をしたカーテン	N.D.
# 46	防炎性能を与えるための処理をした生地	N.D.
# 47	防炎性能を与えるための処理をした生地	N.D.

注1) デカブロモジフェニルエーテル含有濃度が定量下限値 (10 mg/kg) 未満の場合は「N.D.」と表記

### 3.2. 溶出試験結果

デカブロモジフェニルエーテルが検出された製品については溶出試験を行った。その結果を表3-2に示す。

今回の溶出条件において、試料の溶出液からデカブロモジフェニルエーテルが 50 µg/L 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 0.50 µg/g、単位面積当たりの溶出量は 6.6 ng/cm<sup>2</sup> となった。また、この溶出量を含有濃度と比較し、試料からのデカブロモジフェニルエーテル溶出率として算出すると、試料の溶出率は 0.0029% となった。

表 3-2 各試料のデカブロモジフェニルエーテル溶出試験結果

試料No.	用途	デカブロモジフェニルエーテル 溶出試験結果 (µg/L)
# 1	難燃性生地	50

### 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

高濃度のデカブロモジフェニルエーテルの含有が認められた製品は、難燃性生地(試料#1)であった

この難燃性生地(試料#1)について、購入先に聞き取り調査を実施した結果、対象製品は 2024 年 12 月に輸入されたものであり、デカブロモジフェニルエーテルが第一種特定化学物質に指定された以降に輸入されたものであることが判明した。このため、現在もデカブロモジフェニルエーテルを含有した難燃性生地の輸入が続いている可能性がある。なお、同じ購入先において色違い(#2、#3)の難燃性生地について調査を行った結果、デカブロモジフェニルエーテルが検出されなかった。

### 5. 参考文献

- 1) 独立行政法人製品評価技術基盤機構、経済産業省製造産業局化学物質管理課、厚生労働省医薬・生活衛生局医薬品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 デカブロモジフェニルエーテル (平成 29 年 9 月)」
- 2) 厚生労働省 職場のあんぜんサイト 安全データシート：デカブロモジフェニルエーテル <https://anzeninfo.mhlw.go.jp/anzen/gmsds/1163-19-5.html> (アクセス日令和 7 年 3 月 6 日)

### Ⅲ.ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS) 含有製品の調査



## I. ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFH<sub>x</sub>S) 含有製品の調査

1. 調査内容.....	2
1.1. 調査対象物質 .....	2
1.2. 調査対象製品 .....	4
2. 調査方法.....	6
2.1. 標準物質類 .....	6
2.2. 試薬類 .....	6
2.3. 器具類 .....	6
2.4. 含有試験方法 .....	7
2.5. 機器分析 .....	9
2.6. 検量線 .....	10
2.7. 同定と定量 .....	11
2.8. 定量下限 .....	11
3. 調査結果.....	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、ペルフルオロヘキサンスルホン酸(以下、「PFHxS」という。)を調査対象とした。化審法の第一種特定化学物質として、PFHxS は令和6年2月1日に指定された。

図 1-1 に PFHxS の化学構造式を、また、PFHxS に関する基本情報を表 1-1 に示す。

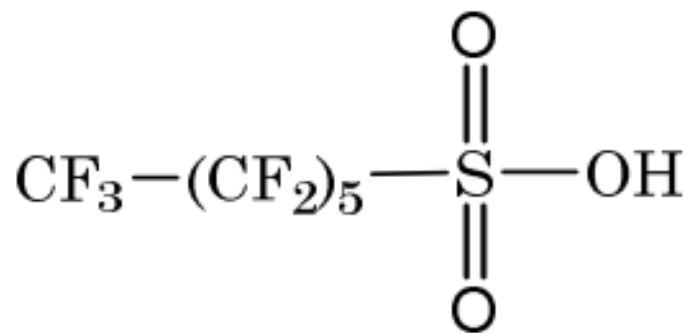


図 1-1 PFHxS の化学構造式

表 1-1 PFHxS に関する基本情報 <sup>1)2)</sup>

政令名称	ペルフルオロ（ヘキサソール）（PFHxS）
名称（英名）	Perfluorohexanesulfonic acid
官報整理番号	2-2810
既存名簿 官報公示名称	パーフロアルキル（C=4～12）スルホン酸塩 (Na,K,Li)
CAS.No.	355-46-4
分子式	C <sub>6</sub> HF <sub>13</sub> O <sub>3</sub> S
化学構造式	$\text{CF}_3-(\text{CF}_2)_5-\text{S}(\text{O})_2\text{OH}$
分子量	400.11
沸点	238～239° C
融点	41° C
蒸気圧	58.9 Pa
水溶解度	1.4 g/L (PFHxSK : 20～25°C)

## 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 PFHxS の対象製品を以下の表 1-2 に示す。本調査では、市販品として入手可能な表 1-3 の計 40 製品を購入し含有試験を行った。

表 1-2 PFHxS 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	はつ水性能又ははつ油性能を与えるための処理をした生地
2	金属の加工に使用するエッチング剤
3	半導体の製造に使用するエッチング剤
4	メッキ用の表面処理剤及びその調製添加剤
5	半導体の製造に使用する反射防止剤
6	半導体用のレジスト
7	はつ水剤、はつ油剤及び繊維保護剤
8	消火器、消火器用消火薬剤及び泡消火薬剤
9	はつ水性能又ははつ油性能を与えるための処理をした衣服
10	はつ水性能又ははつ油性能を与えるための処理をした床敷物

表 1-3 調査対象製品

試料No.	用途
# 1	はつ水性能を与えるための処理をした生地
# 2	はつ水性能を与えるための処理をした生地
# 3	はつ水性能を与えるための処理をした生地
# 4	はつ水性能を与えるための処理をした生地
# 5	はつ水性能を与えるための処理をした生地
# 6	はつ水剤
# 7	はつ水剤
# 8	はつ水剤
# 9	はつ水剤
# 10	はつ水剤
# 11	はつ水剤

# 12	はつ水剤
# 13	はつ水剤
# 14	はつ水剤
# 15	はつ水剤
# 16	はつ水剤
# 17	はつ水剤
# 18	消火薬剤
# 19	消火器
# 20	消火器
# 21	消火器
# 22	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 23	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 24	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 25	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 26	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 27	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 28	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 29	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 30	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 31	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 32	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 33	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 34	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 35	はつ水性能を与えるための処理をした衣服
# 36	はつ水性能を与えるための処理をした床敷物
# 37	はつ水性能を与えるための処理をした床敷物
# 38	はつ水性能を与えるための処理をした床敷物
# 39	はつ水性能を与えるための処理をした床敷物
# 40	はつ水性能を与えるための処理をした床敷物

## 2. 調査方法

### 2.1. 標準物質類

- (1) PFHxS 標準物質 (検量線作成用標準液)

PFHxS Wellington Laboratories 製 PFAC-MXC

- (2) サロゲート物質

PFHxS -<sup>13</sup>C<sub>3</sub> Wellington Laboratories 製 MPFAC-C-ES

### 2.2. 試薬類

- (1) 超純水 (前処理用及び移動相)

超純水製造装置を用いた作成した Milli-Q 水

- (2) メタノール

測定対象成分を含まないもの (残留溶媒試験用)

- (3) アセトニトリル (移動相用)

測定対象成分を含まないもの (LC/MS/MS 測定用)

- (4) ギ酸 (固相抽出の際の pH 調製用)

測定対象物を含まないもので、関東化学社製

(製品番号 16233-96 : 1 mL アンプル×5 本) のアンプル入りのもの。

- (5) 酢酸アンモニウム (移動相用)

測定対象物を含まないもの (JIS K 8359 に規定するもの)。

- (6) 5 mol/L の酢酸アンモニウム水溶液 (移動相用)

(5)で規定の酢酸アンモニウム 385.4 g を 1 L のメスフラスコに採取し、超純水で 1000 mL に希釈したもの。この溶液は、調製後直ちに 1000 mL のねじ口ガラス瓶に入れて冷蔵保存する。

- (7) 0.5 mmol/L の酢酸アンモニウム水溶液 (移動相用)

超純水を約 500 mL 程度入れた 1 L のメスフラスコに、(6) で作成した 5 mol/L の酢酸アンモニウム水溶液を 0.5 mL のホールピペットで 0.5 mL 採取し、超純水で 1000 mL に希釈したもの。

### 2.3. 器具類

- (1) メスフラスコ (10、50、100 mL)

使用前にメタノールで 3 回洗浄する。

- (2) 丸底メスフラスコ (50~100 mL)

使用前にメタノールで 3 回洗浄する。

- (3) 三角フラスコ (100 mL)

使用前にメタノールで 3 回洗浄する。

- (4) 各種ホールピペット  
使用前にメタノールで3回洗浄する。
- (5) 標準液及びサロゲート液保存用二重瓶  
ガラス製を使用。使用前にメタノールで3回洗浄後、乾燥してから使用する
- (6) 50 mL 及び 15 mL の PP 製遠沈管  
使用前にメタノールで3回洗浄する
- (7) クリーンアップ用固相カラム (ODS系：充填料 250 mg)  
Waters 社製 HLB cartridge  
無極性化合物及び測定対象物と類似構造を有する化合物の夾雑物の分画除去に使用する。
- (8) クリーンアップ用固相カラム (グラファイト系：充填料 500 mg/6 mL)  
GLサイエンス社製 GL-Pak 500 mg/6 mL(Cat.No.5010-23010)  
色素系の夾雑物除去に使用する
- (9) クリーンアップ用固相カラム (ODS系：充填料 500 mg)  
GLサイエンス社製 GL-Pak 500 mg/6 mL(Cat.No.5010-23010)  
油系の夾雑物除去に使用する
- (10) 液体クロマトグラフータンデム型質量分析計 (LC/MS/MS)  
Agilent 社製 6470LC/TQ システムを使用する

#### 2.4. 含有試験方法

含有試験は工業製品(織物、皮革等)を対象とした試験方法である EN 17681-1:2022 に準拠して、以下の通りに実施した。

最初に、試験片を約 1 cm<sup>2</sup>に切断する。ポリマー試料については、切断の代わりに凍結粉碎を実施する。切断または凍結粉碎した試料は、50 mL の遠沈管に 1 g 採取し、メタノール 20 mL 入れ、温度 60 °C の水溶で 120 分間の超音波抽出を実施する。超音波抽出後は、遠心分離で固液分離を行う。その後、遠心分離した上澄み液 500 μL 採取し、必要に応じて固相カラムで精製する。精製後、精製液 500 μL をガラスバイアルに採取し、超純水 500 μL とサロゲート物質混合液を 100 μL を加えたものを試験液とした。試験液は、LC/MS/MS で測定した。

なお、PFHxS の含有試験フローチャートは図 2-1 に示す。

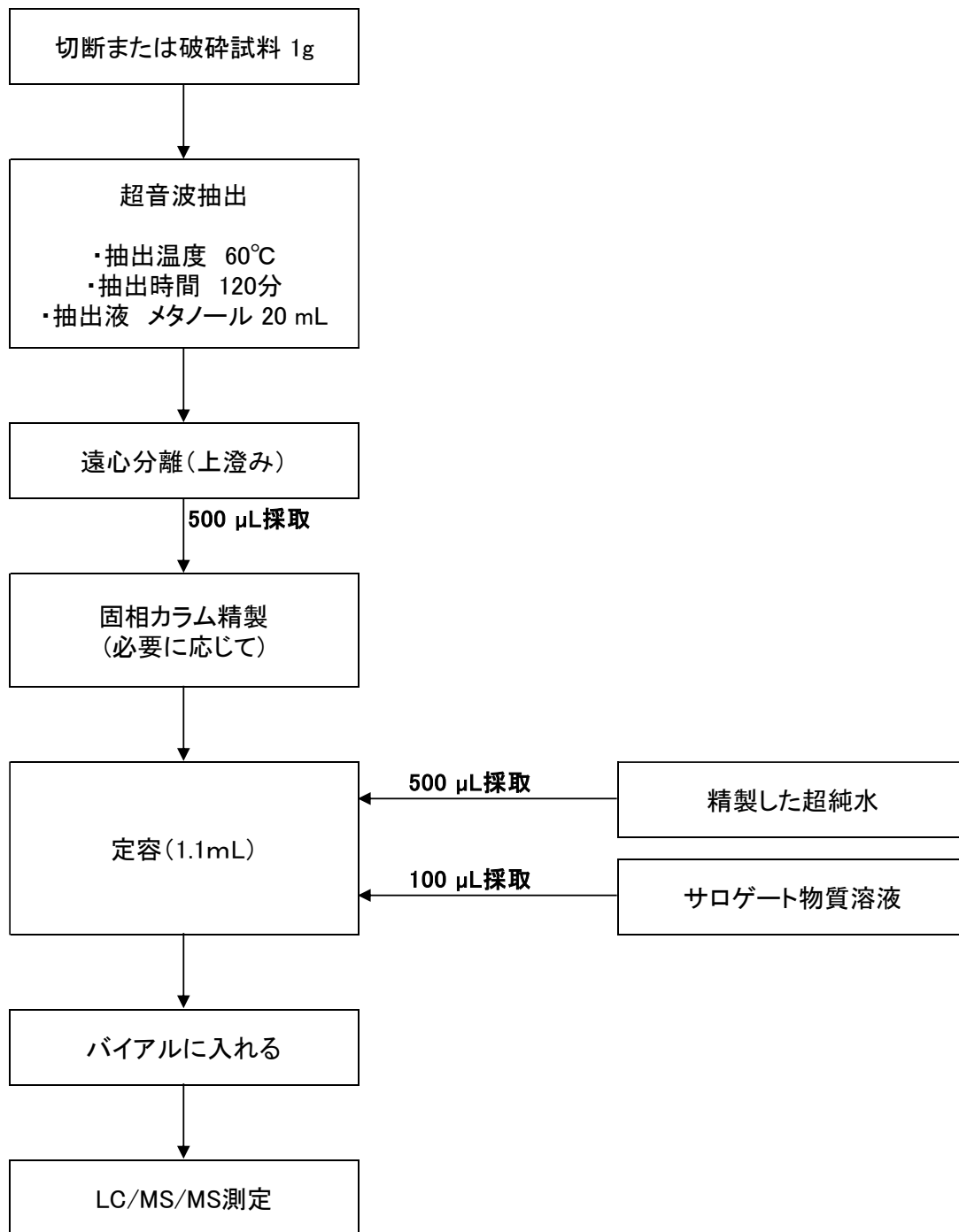


図 2-1 PFHxS の含有試験フローチャート

## 2.5. 機器分析

本調査で用いた液体クロマトグラフタンデム質量分析装置(LC/MS/MS)の測定条件を以下に示す。

### (1) 使用機器

Agilent 6470 LC/TQ システム

### (2) 分離カラム

GLサイエンス社製の InertSustain C18 (3  $\mu\text{m}$  : 2.1  $\times$  150mm)

### (3) 移動相

使用する移動相は、以下の通り。

A液：0.5 mmol/L の酢酸アンモニウム水溶液

B液：アセトニトリル

### (4) 移動相流量

毎分 0.2 mL の流量で、A液とB液の比が 90:10 で測定を開始し、最初の 2 分間はA液とB液の比を 90:10 に固定し、測定開始後 15 分でA液とB液の比が 5:95 にB液の割合を上昇させ、測定終了まではA液とB液の比を 5:95 に固定する。

### (5) 検出器及びイオン化室測定条件

選択反応測定 (MRM) が可能なタンデム型質量分析計とする。使用する条件は、ESI-Negative 法とし、Capillary 電圧：3800 V、窒素ガス温度：340  $^{\circ}\text{C}$ 、ネプライザーガス圧力：50 psi とする。

また、モニターイオン及び Collision Energy 電圧を表 2-1 に示した。

表 2-1 モニターイオン及び Collision Energy 電圧

測定対象物	Fragmentor	MS1(m/z)	Collision Energy	MS3(m/z)
PFH <sub>x</sub> S	140	399	48	80
PFH <sub>x</sub> S- <sup>13</sup> C <sub>3</sub>	140	402	48	80

### (6) コリジョンガス

高純度窒素ガスを使用する。

## 2.6. 検量線

PFHxS 標準液を用いて、①0.05 ng/mL、②0.1 ng/mL、③0.2 ng/mL、④0.5 ng/mL、⑤1.0 ng/mL の混合標準液を調製する（各標準液のサロゲート物質は、1.0 ng/mL とする）。

調製した標準液について LC/MS/MS 測定を行い、それぞれの対象物質及びサロゲート物質のモニターイオンのピーク面積からピーク面積比を算出し、対象物質の濃度との関係を求める。

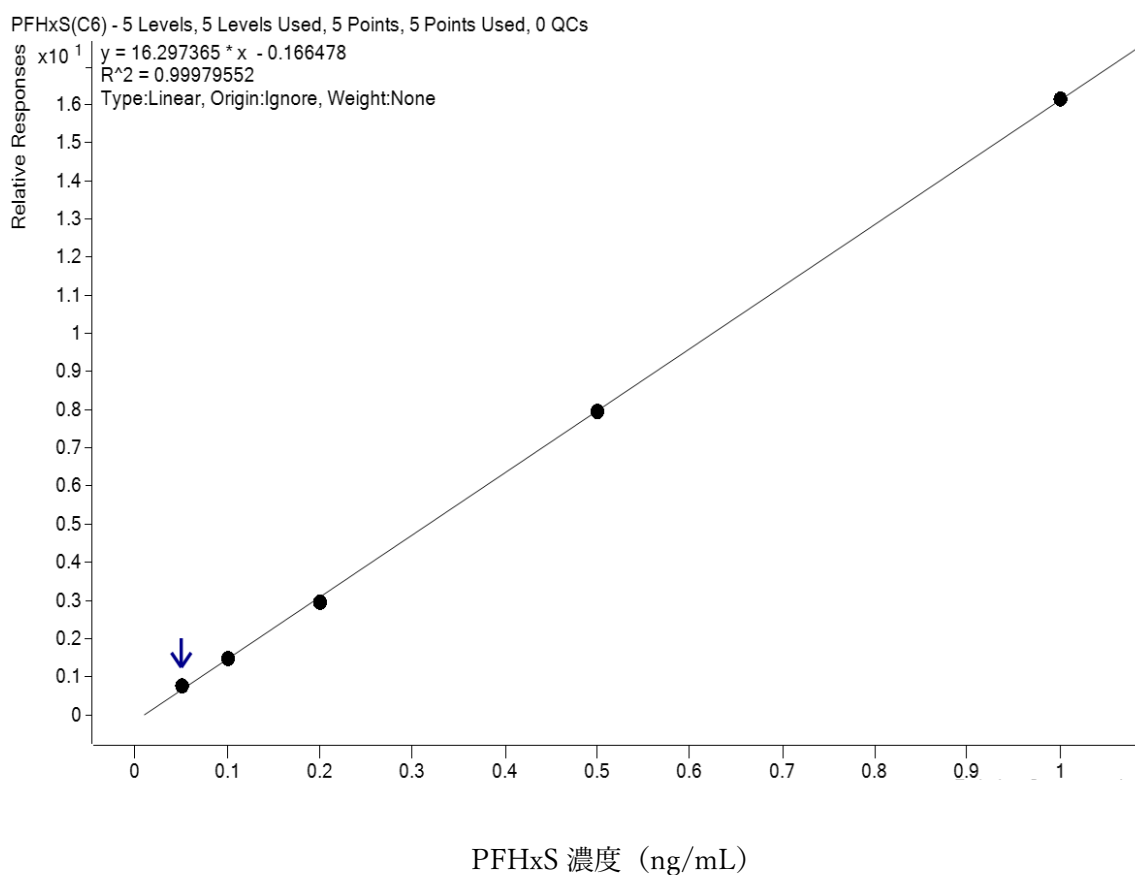


図 2-2 PFHxS の検量線

## 2.7. 同定と定量

### (1) 試験溶液の分析

2.4.で得られた試験溶液を液体クロマトグラフー質量分析計に注入し表 2-1 で示した対象物質及びサロゲート物質のモニターイオン（その際の Collision Energy 電圧も示す）のピーク面積からピーク面積比を算出し、2.6.により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

### (2) 定量

対象製品中の PFHxS の含有量は、次式によって求めた。

$$C = \frac{A \times L}{W}$$

C : 対象製品中の PFHxS の含有量 (ng/g)

A : 試験溶液中の PFHxS 濃度(ng/mL)

L : 試験溶液の量 (mL)

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分析試料量、分取量及び最終定容量等から、試料の定量下限 は 1 ng/g (ppb)となった。

### 3. 調査結果

#### 3.1. 含有試験結果

PFHxS 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 40 試料は、いずれも不検出（定量下限値未満）となり、PFHxS の含有は認められなかった。

以上のことから、化審法施行令第 7 条において定められた PFHxS の対象製品に該当しないことを確認した後、輸入していると推測されるため、規制に適切に対応していると考えられる。

表 3-1 各試料の PFHxS 含有試験結果

試料No.	用途	PFHxS 含有濃度 (ng/g)
# 1	はつ水性能を与えるための処理をした生地	N.D.
# 2	はつ水性能を与えるための処理をした生地	N.D.
# 3	はつ水性能を与えるための処理をした生地	N.D.
# 4	はつ水性能を与えるための処理をした生地	N.D.
# 5	はつ水性能を与えるための処理をした生地	N.D.
# 6	はつ水剤	N.D.
# 7	はつ水剤	N.D.
# 8	はつ水剤	N.D.
# 9	はつ水剤	N.D.
# 10	はつ水剤	N.D.
# 11	はつ水剤	N.D.
# 12	はつ水剤	N.D.
# 13	はつ水剤	N.D.
# 14	はつ水剤	N.D.
# 15	はつ水剤	N.D.
# 16	はつ水剤	N.D.
# 17	はつ水剤	N.D.
# 18	消火薬剤	N.D.
# 19	消火器	N.D.
# 20	消火器	N.D.
# 21	消火器	N.D.
# 22	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
# 23	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.

# 24	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
# 25	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
# 26	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
# 27	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
# 28	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
# 29	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
# 30	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
# 31	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
# 32	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
# 33	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
# 34	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
# 35	はつ水性能を与えるための処理をした衣服	N.D.
# 36	はつ水性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 37	はつ水性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 38	はつ水性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 39	はつ水性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.
# 40	はつ水性能を与えるための処理をした床敷物	N.D.

注 1) PFHxS 含有濃度が定量下限値 (1 ng/g) 未満の場合は「N.D.」と表記

#### 4. 参考文献

- 1) 独立行政法人製品評価技術基盤機構、経済産業省製造産業局化学物質管理課、厚生労働省医薬・生活衛生局医薬品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 ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS) 及びその塩 (令和 5 年 1 月)」