

【調査研究】

繊維製品に含まれるアゾ化合物由来の特定芳香族アミン類試験法の検討

Study of the testing method of specific aromatic amines derived from azo compounds contained in textile products

金子英史, 難波順子, 林 隆義, 筒井みちよ, 池田和美, 吉岡敏行* (衛生化学科)

*水質科

KANEKO Hidefumi, NAMBA Junko, HAYASHI Takayoshi, TSUTSUI Michiyo, IKEDA Kazumi, YOSHIOKA Toshiyuki* (Food and Drug Chemical Research Section)

*Water Section

要 旨

分散染料が使用されていない繊維製品を対象とした特定芳香族アミン類試験法のGC/MS分析条件等を検討した。試料注入方法はパルスドスプリットレス法を採用し、GCカラムは、DB-35MSとした。しかし、一部の物質はピーク形状が悪く、定量性に問題があったため、SH-Rtx-Waxに変更したところ、良好なピーク形状が得られた。公定法に従って添加回収試験を実施したが、JIS L 1940で回収率の目標値が設定されている20物質のうち7物質は目標値を満たさなかった。水酸化ナトリウム水溶液の濃度の変更とケイソウ土カラムの溶出溶媒量の増加により、全ての物質で回収率の目標値を満たすことができた。

[キーワード：アゾ化合物, 特定芳香族アミン, 家庭用品, GC/MS]

[Key words : azo compounds, specific aromatic amines, household products, GC/MS]

1 はじめに

アゾ染料は、繊維製品や革製品の染色に使用される合成染料の一つであり、世界で3000種類以上と広く使用されている。アゾ染料は、その化学構造中にアゾ結合 (-N=N-) を有しており、腸内の細菌、肝臓等で還元分解され、芳香族アミンを生成する。

有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律第2条第2項の物質を定める政令（以下「政令」という。）が平成27年に一部改正され、芳香族アミンのうち、発がん性又はそのおそれが指摘されている24種類（以下「特定芳香族アミン」という。）が、新たに政令に指定されている。このことから当県でもアゾ染料を含む製品の検査体制を整えるための検討を行っている。

公定法は、有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律施行規則（昭和49年厚生省令第34号。以下「法施行規則」という。）別表第1に示されているが、試験実施に当たっては、平成28年6月20日付け、厚生労働省通知¹⁾により、JIS L 1940-1²⁾（以下「JIS」という。）を参考に特定芳香族アミンの回収率試験を予め実施し、JISに規定されている回収率を満たしていることを確認するなど、試験操作手順を確認することが求められている。今回、分散染料が使

用されていない繊維製品を対象とした特定芳香族アミン並びにp-phenylazoanilineから還元され生成する可能性があるaniline及び1,4-phenylenediamin（以下「特定芳香族アミン類」という。）試験法のGC/MS分析条件等の検討を行ったので、その結果を報告する。

2 実験方法

2.1 試料

綿100%の繊維製品で、白色無地のものを用いた。

2.2 測定対象物質等

特定芳香族アミン類と、検討に使用した内部標準物質3物質を表1に示す（以下No.で示した数字は各表におけるNo.に一致する。）。

2.3 試薬等

特定芳香族アミン類混合標準液：特定芳香族アミン類分析用 26種混合標準液 (SEISHIN-DYE-KIT5) (SPEX製)
Naphthalene-d₈標準品（関東化学製）
2,4,5-trichloroaniline標準品（AccuStandard製）
Anthracene-d₁₀標準品（関東化学製）
ケイソウ土カラム：Chem Elut 20 mL (Agilent製)（以下「カラム」という。）

表1 測定対象物質及び測定パラメーター

No.	物質名	定量イオン	定性イオン	R.T.	
				DB-35MS	SH-Rtx-Wax
1	aniline	93	66	09:58	13:02
2	o-toluidine	106	107	11:13	13:25
3	2,4-dimethylaniline	121	120	12:10	13:58
4	2,6-dimethylaniline	121	120	12:12	13:45
5	o-anisidine	123	108	12:32	14:33
6	p-chloroaniline	127	129	12:55	15:59
7	2-methoxy-5-methylaniline	122	137	13:28	15:09
8	2,4,5-trimethylaniline	135	120	13:28	14:58
9	4-chloro-2-methylaniline	141	106	13:51	16:16
10	1,4-phenylenediamine	108	80	13:56	17:30
11	2,4-diaminotoluene	122	121	15:05	18:23
12	2,4-diaminoanisole	123	138	15:54	19:19
13	2-naphthylamine	143	115	16:31	19:27
14	2-methyl-5-nitroaniline	152	77	16:57	21:12
15	4-aminobiphenyl	169	168	18:10	21:34
16	p-phenylazoaniline	197	92	21:57	-
17	4,4-diaminodiphenylether	200	171	22:51	-
18	4,4-methylenedianiline	198	197	22:59	-
19	benzidine	184	185	23:01	-
20	2-methyl-4-(2-tolylazo)aniline	225	106	23:57	-
21	4,4-diamino-3,3-dimethyldiphenylmethane	226	211	25:02	-
22	3,3-dimethylbenzidine	212	213	25:21	-
23	4,4-diaminodiphenylsulphyde	216	184	27:03	-
24	3,3-dichlorobenzidine	252	254	27:27	-
25	3,3-dichloro-4,4-dimethyldiphenylmethane	231	266	27:33	-
26	3,3-dimethoxybenzidine	244	201	27:36	-
	Naphthalene-d8(1-11)	136		12:24	12:59
IS	2,4,5-trichloroaniline(12,13)	195		16:10	18:48
	Anthracene-d10(DB-35MS 14-26),(SH-Rtx-Wax 14-15)	188		18:20	19:26

表2 装置及び測定条件

分析装置

GC-MS: JMS-Q1000GC Mk II

GCカラム: Agilent製 DB-35MS 30 m 0.25 mm × 0.25 μm

SHIMADZU製 SH-Rtx-Wax 30 m 0.25 mm × 0.25 μm

測定条件昇温条件: DB-35MS: 55 °C(5min) → 15 °C/min → 230 °C(0min) →
5 °C/min → 290 °C(0min) → 20 °C/min →
310 °C(5min)

SH-Rtx-Wax: 55 °C(5min) → 15 °C/min → 250 °C(10min)

注入方法: パルスドスプリットレス

パルスド圧力: 50 psi

パルスド時間: 1.5 min

キャリアガス: ヘリウム

カラム流量: 1 mL/min

注入量: 1 μL

注入口温度: 250 °C

インターフェース温度: 240 °C

イオン源温度: 210 °C

イオン化電圧: 70 eV

測定法: SIMモード

分析パラメーター: 表1

メチル-tert-ブチルエーテル（関東化学製）（以下「MTBE」という。）

その他試薬は、試薬特級など公定法に示されたものを用いた。

2.4 混合標準溶液及び混合内部標準溶液の調製

特定芳香族アミン類分析用 26種混合標準液（24種混合（各1000 µg/mL）、1,4-phenylenediamine（1000 µg/mL）及び2,4-diaminoanisole（1000 µg/mL）を等容量混合し333 µg/mLに調製したもの）を混合標準溶液とした。

また、Naphthalene-d₈標準品、2,4,5-trichloroaniline標準品、Anthracene-d₁₀標準品をそれぞれメタノールに溶解し、1000 µg/mLとした。これらを等容量混合したものにMTBEを加えて希釈し、各100 µg/mLとした。さらにこれをMTBEで希釈し、各20 µg/mLの3種混合内部標準溶液とした。

2.5 試薬の調製

水酸化ナトリウム水溶液：水酸化ナトリウム（和光純薬製、特級）10 gを精製水90 mLに溶解させた。

クエン酸緩衝液：クエン酸一水和物（和光純薬製、特級）12.526 g及び水酸化ナトリウム（和光純薬製、特級）6.320 gを精製水に溶かし、1000 mLとした。

亜ジチオン酸ナトリウム水溶液：亜ジチオン酸ナトリウム（東京化成製、特級）20 gを精製水に溶かし、100 mLとした。

2.6 検量線用混合標準溶液の調製

2.4で調製した混合標準溶液をMTBEで希釈し、各100 µg/mL混合標準溶液とし、さらにこれをMTBEで適宜希釈し、添加回収試験では検量線は、各0.1, 0.2, 0.5, 1, 2 µg/mLの5点の混合標準溶液を調製し、各混合標準溶液1 mLに3種混合内部標準液25 µLを加えたものをGC/MS測定用検量線用混合標準溶液とした。

2.7 分析装置及び測定条件

装置及び測定条件を表2に示す。

2.8 検出下限値及び定量下限値

予想される検出限界（ノイズレベルの5～10倍以内）に近い濃度の標準溶液を含む検量線を作成し、7回繰り返し測定した定量値を実試料換算した後、標準偏差（σ）から、以下に示す式により検出下限値（µg/g）、定量下限値（µg/g）を算出した。

$$\text{検出下限値} = \sigma \times 3$$

$$\text{定量下限値} = \sigma \times 10$$

2.9 試験溶液調製

回収率試験は、2.4で調製した混合標準溶液30 µLを細切りした白地の繊維試料1.0 gに添加し、特定芳香族アミン類

の各項目が10 µgの添加量となるようにした。分析フローを図1に示す。

50 mL容ガラス製ねじ口びんを反応容器とし、前述の添加試料にメタノール2 mL及び70 °Cのクエン酸緩衝液15 mLを加えて密閉し、70 °Cで30分間加温した。続いて、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液3 mLを加えて、激しく振とうし、密閉した後70 °Cで30分間加温し、還元反応後、20 °Cの水浴中でかくはん冷却し、2分以内に室温まで冷却した。その後、水酸化ナトリウム水溶液0.2 mLを加え、激しく振とうし、カラムに負荷した。200 mLナス型フラスコを受器としMTBE 10 mLで反応容器を2回洗浄した後、カラムに負荷し、MTBE 60 mLをカラムに加え、洗浄液と合わせて溶出液を回収し、ロータリーエバポレーターにより50 °C以下、350 mbarで約1 mLに濃縮後³⁾、MTBEで10 mLに定容した。定容した溶液1 mLに3種混合内部標準溶液25 µLを加えたものをGC/MS測定用試験溶液とした。

2.10 添加回収試験の定量

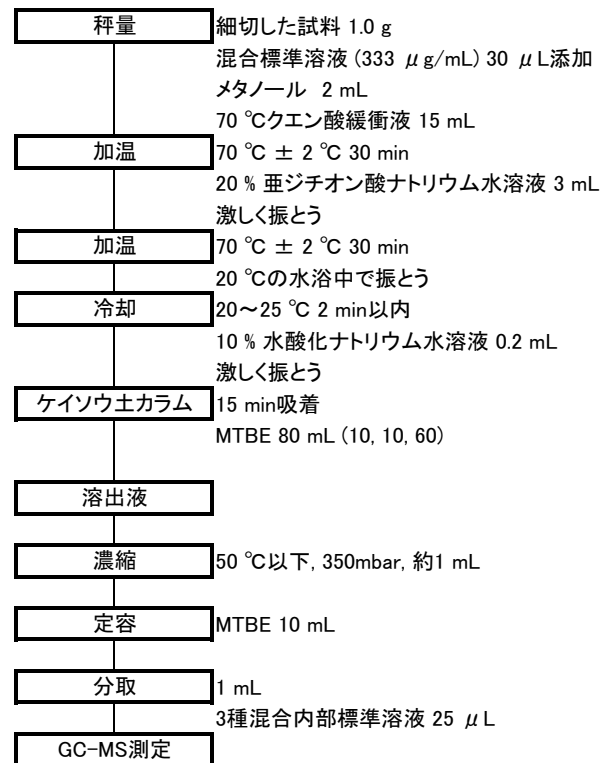


図1 分析フロー

特定芳香族アミン類は、Naphthalene-d₈、2,4,5-trichloroaniline、Anthracene-d₁₀を内部標準物質として用いた内部標準法により定量した。検量線は2.6により作成した。

3 結果及び考察

3.1 GC/MS条件の検討

公定法を参考に、DB-35MS（Agilent製カラム）を用い、試料注入方法としてパルスドスプリットレス法及びスプリット法について検討を行った。結果を表3に示す。

パルスドスプリットレス法では、1,4-phenyldiamine (No.10)及び2,4-diaminoanisole(No.12)以外の24成分は0.02µg/mLでS/N > 10 (S:シグナル,N:ベースラインノイズ)を満たしていた。1,4-phenyldiamine及び2,4-diaminoanisoleは0.1 µg/mLでS/N > 10を満たしていた。

スプリット法では、1,4-phenyldiamine(No.10), 2,4-diaminoanisole(No.12), 2-methyl-5-nitroaniline(No.14)及びp-phenylazoaniline(No.16)以外の22成分は0.1 µg/mLでS/N > 10を満たしていた。1,4-phenyldiamine, 2,4-diaminoanisole, 2-methyl-5-nitroaniline 及び

p-phenylazoanilineは0.2 µg/mLでS/N > 10を満たしていた。

EUでは、規制対象としている22物質の芳香族第一級アミン類の検出下限値を5 mg/kgと設定している。今回は1.0 gを採取し、最終溶液をMTBEで10 mLに定容しているため、試験溶液では0.5 µg/mLを検出することが求められているが、両注入方法ともに、十分に満たしていた。

次に、検量線の相関係数について、パルスドスプリットレス法及びスプリット法の比較を行った。パルスドスプリットレス法では、0.1 µg/mL～2 µg/mLの5点の検量線で、スプリット法では、0.2 µg/mL～5 µg/mLの5点の検量線で、全ての物質で良好な直線性 ($r^2 > 0.999$) が得られた。

一例として、図2に2-methyl-5-nitroaniline (0.2 µg/mL)のマスクロマトグラム ($m/z = 152$)を示す。パルスドスプリットレス法の方が同濃度の面積値が15倍以上と大

表3 パルスドスプリットレス法及びスプリット法の検討 (DB-35MS)

No.	物質名	S/N>10 (S/N>10となる濃度)	
		Pulsed Splitless50	Split
		0.02 µg/mL	0.1 µg/mL
1	aniline	○	○
2	o-toluidine	○	○
3	2,4-dimethylaniline	○	○
4	2,6-dimethylaniline	○	○
5	o-anisidine	○	○
6	p-chloroaniline	○	○
7	2-methoxy-5-methylaniline	○	○
8	2,4,5-trimethylaniline	○	○
9	4-chloro-2-methylaniline	○	○
10	1,4-phenyldiamine	×(0.1)	×(0.2)
11	2,4-diaminotoluene	○	○
12	2,4-diaminoanisole	×(0.1)	×(0.2)
13	2-naphthylamine	○	○
14	2-methyl-5-nitroaniline	○	×(0.2)
15	4-aminobiphenyl	○	○
16	p-phenylazoaniline	○	×(0.2)
17	4,4-diaminodiphenylether	○	○
18	4,4-methyldianiline	○	○
19	benzidine	○	○
20	2-methyl-4-(2-tolylazo)aniline	○	○
21	4,4-diamino-3,3-dimethyldiphenylmethane	○	○
22	3,3-dimethylbenzidine	○	○
23	4,4-diaminodiphenylsulphyde	○	○
24	3,3-dichlorobenzidine	○	○
25	3,3-dichloro-4,4-dimethyldiphenylmethane	○	○
26	3,3-dimethoxybenzidine	○	○

()内は、S/N>10を満たした濃度 (µg/mL)

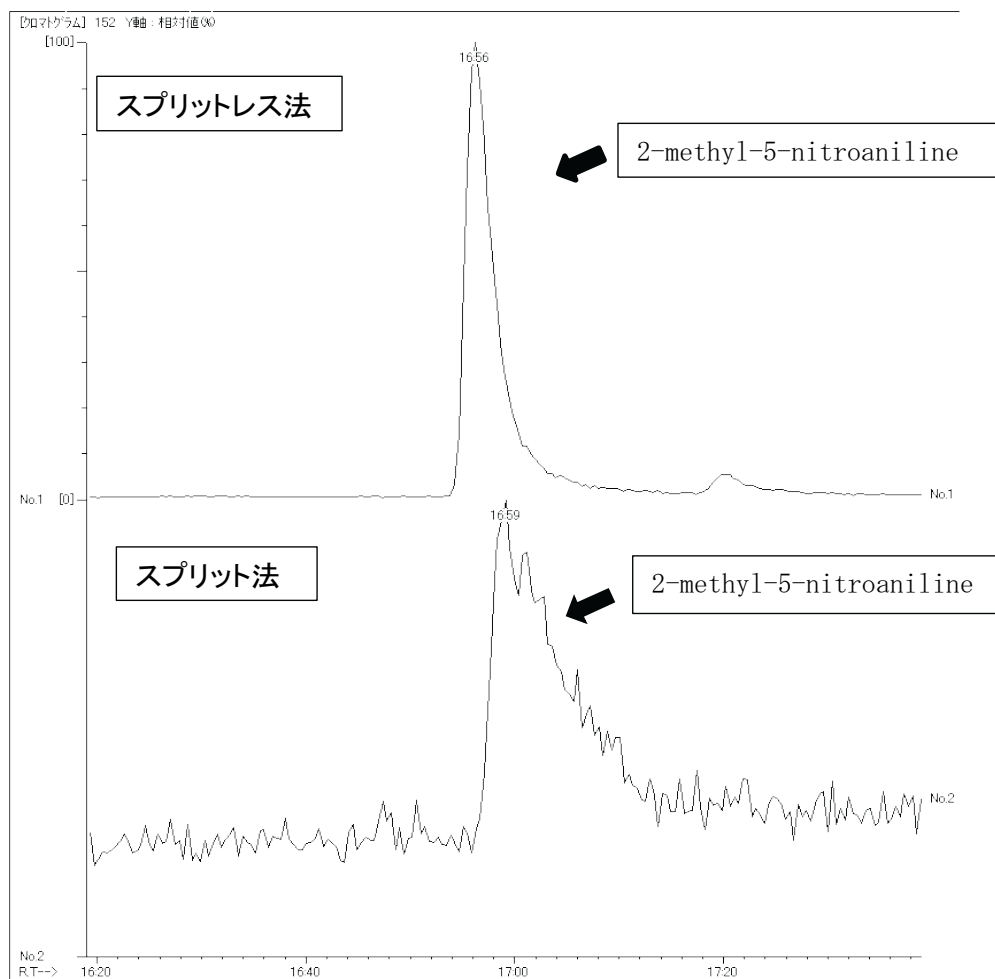


図2 2-methyl-5-nitroaniline (0.2 µg/mL) のマスクロマトグラム (m/z=152)
上段のスケールは下段の15倍

大きく、ピーク形状が良好である。定量限界が低い、検量線がより低濃度で良好な直線性が得られるなど優れた点が多いことから、以降の検討はパルスドスプリットレス法により行うこととした。

3.2 GCカラムの検討

DB-35MSでは、1,4-phenylenediamine及び2,4-diaminoanisoleのピーク形状が悪く定量限界が高いため、高極性カラム (SH-Rtx-Wax) を用いて検討した。

SH-Rtx-Waxは、カラムの試験耐用最高温度が250℃であり、検出できるのは、溶出時間が早い15物質 (表1 No.1～15) であった。

一例として、図3に1,4-phenylenediamine (0.05 µg/mL) のマスクロマトグラム (m/z = 108) を示す。上段のDB-35MSではピーク形状が非常に悪いが、SH-Rtx-Waxでは良好なピーク形状であり、No.1～15の全ての物質でDB-35MSと比較してピーク形状が良好であった。DB-35MSでは2,4-diaminoanisoleと2,4,5-trichloroaniline (内部標

準物質) 及び2,4-Dimethylanilineと2,6-Dimethylanilineは互いにピークが近接していたが、SH-Rtx-Waxでは完全にピークが分離した。SH-Rtx-Waxの検量線はNo.10の1,4-phenylenediamine以外の14物質 (No.1～9, No.11～14) では0.01 µg/mL～2 µg/mLの8点の標準溶液で、1,4-phenylenediamineでは、0.05 µg/mL～2 µg/mLの6点の標準溶液で、良好な直線性 ($r^2 > 0.999$) が得られた。

以上の結果により、これら15物質 (No.1～15) がDB-35MSで検出された場合は、SH-Rtx-Waxを用いて定量することとした。

3.3 添加回収試験結果

GCカラムは一斉分析が可能なDB-35MSを用いて行った。結果を表4に示す。10%水酸化ナトリウム水溶液、MTBE 80 mLで試験を行った場合、JISに回収率の目標値が設定されている20物質のうち2,4-diaminoanisole (No.12), 4,4-diaminodiphenylether (No.17), 4,4-methylenedianiline (No.18), Ben

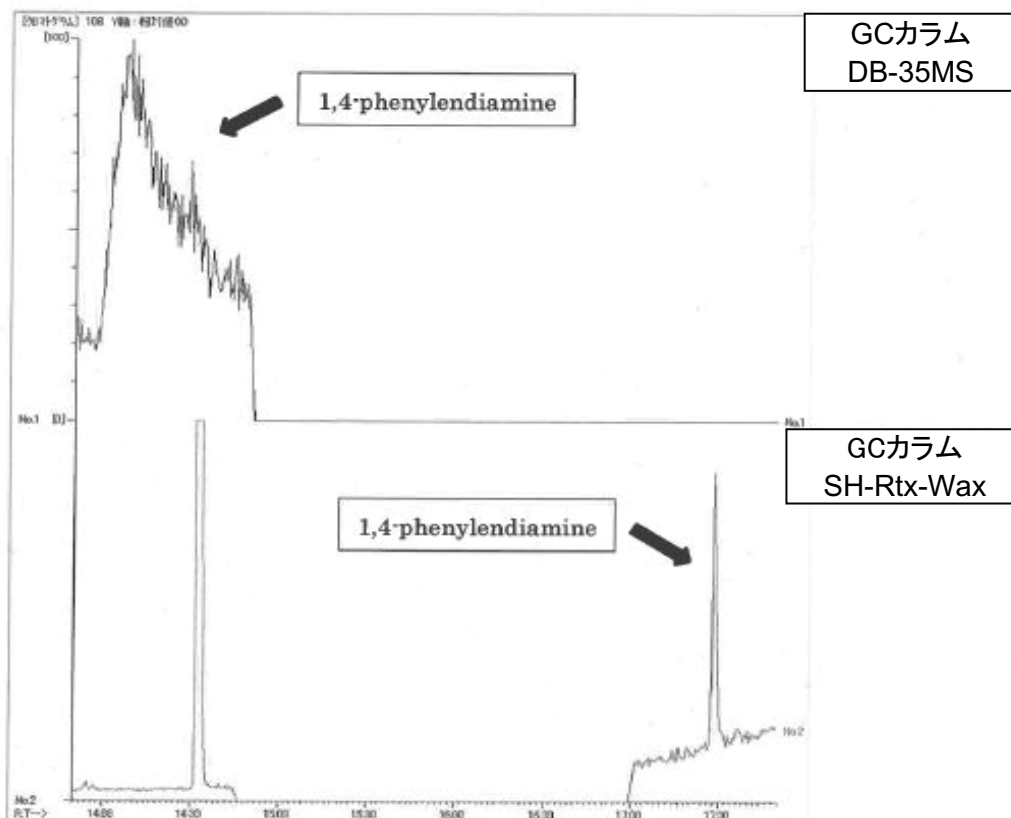


図3 1,4-phenylenediamine (0.05 µg/mL) のマスクロマトグラム (m/z=108)
上段のスケールは下段の1/10

zidine(No.19),4,4-diaminodiphenylsulphyde(No.23), 3,3-dichlorobenzidine(No.24), 3,3-diamino-4,4-dimethyldiphenylmethane(No.25)については目標値を満たさなかった。

他の文献と比較したところ, 2,4-diaminoanisole(No.12), 4,4-diaminodiphenylether (No.17), 4,4-methylenedianiline (No.18), Benzidine(No.19), 4,4-diaminodiphenylsulphyde(No.23)は, 目標値未達成の結果も見受けられ, 前処理の検討の必要性が考えられた^{3)~6)}。

回収率が低かった一因と考えられるカラムの溶出状況を確認した。自然流下後にカラム下端から吸引し, 新たに数mLの溶出液が得られたため, その溶液を測定した結果を表4に示す。吸引した溶液からも目的物質が検出されたことから, 図1に示したMTBE 80 mLの溶出条件ではカラムからの溶出が不十分であることが示唆された。

3.4 添加回収試験再試験結果

衛藤³⁾の報告を参考にし, 水酸化ナトリウム水溶液の濃度を10%から30%に変更し試験を行った。併せて, カラムに負荷するMTBEを80 mL (洗浄10 mL × 2, 溶出60 mL)から90 mL(洗浄10 mL × 2, 溶出70 mL)に変更した。

結果は, 表5のとおりであり, 水酸化ナトリウム水溶液の

濃度を10%と30%と比較したところ, 30%の方が回収率は良好であった。また, MTBEを80 mLと90 mLと比較したところ, 90 mLの方が回収率は良好であった。なお, 水酸化ナトリウム水溶液の濃度30%, MTBE 90 mLの条件下では, JISに規定されている回収率は全て目標値を満たしていた。

3.5 検出下限値 (MDL) 及び定量下限値 (MQL)

GCカラムはNo.1~15はSH-Rtx-Wax, NO.16~26はDB-35MSを用いた。0.01 µg/mL ~ 0.1 µg/mL (No.10は0.05 µg/mL ~ 0.5 µg/mL) の検量線用標準溶液を測定し, 2.8に従い求めた結果を表6に示す。MDLは実試料換算で0.0041 ~ 0.14 µg/g, MQLは実試料換算で0.042 ~ 0.46 µg/gであり, 法施行規則で定める基準値の30 µg/gに対し, 十分に低い値であった。

表4 添加回収試験及び吸引試験結果 (添加量 10 μg) (DB-35MS)

No.	物質名	回収率 (%)		回収率 (%)	JIS目標 (%)	判定
		(n=2)	(n=1)			
		NaOH (%) 10	10	10		
		MTBE (mL) 80	80	カラム残留液		
1	aniline	121	120	3	70	○
2	o-toluidine	123	124	2	50	○
3	2,4-dimethylaniline					
4	2,6-dimethylaniline	81	88	2	-	-
5	o-anisidine	87	91	0	70	○
6	p-chloroaniline	86	94	4	70	○
7	2-methoxy-5-methylaniline	95	99	0	70	○
8	2,4,5-trimethylaniline	83	95	4	70	○
9	4-chloro-2-methylaniline	80	96	4	70	○
10	1,4-phenylenediamine	11	10	0	-	-
11	2,4-diaminotoluene	83	96	4	50	○
12	2,4-diaminoanisole	17	22	0	20	×
13	2-naphthylamine	71	82	2	70	○
14	2-methyl-5-nitroaniline	0	0	0	-	-
15	4-aminobiphenyl	76	84	3	70	○
16	p-phenylazoaniline	0	0	0	-	-
17	4,4-diaminodiphenylether	56	62	6	70	×
18	4,4-methylenedianiline	59	65	0	70	×
19	benzidine	60	66	5	70	×
20	2-methyl-4-(2-tolylazo)aniline	0	0	0	-	-
21	4,4-diamino-3,3-dimethyldiphenylmethane	79	84	5	70	○
22	3,3-dimethylbenzidine	77	83	4	70	○
23	4,4-diaminodiphenylsulphide	55	64	4	70	×
24	3,3-dichlorobenzidine	60	66	4	70	×
25	3,3-dichloro-4,4-dimethyldiphenylmethane	64	74	4	70	×
26	3,3-dimethoxybenzidine	88	85	6	70	○

目標未達成

表5 添加回収試験再試験結果 (添加量10 μg) (DB-35MS)

No.	物質名	回収率 (%)				JIS目標 (%)
		(n=2)		(n=1)		
		NaOH (%) 10	30	10	30	
		MTBE (mL) 80	80	90	90	
1	aniline	121	111	119	120	70
2	o-toluidine	123	116	120	123	50
3	2,4-dimethylaniline					
4	2,6-dimethylaniline	81	79	80	82	-
5	o-anisidine	87	85	88	89	70
6	p-chloroaniline	87	88	89	93	70
7	2-methoxy-5-methylaniline	96	95	97	101	70
8	2,4,5-trimethylaniline	84	85	84	88	70
9	4-chloro-2-methylaniline	81	82	81	86	70
10	1,4-phenylenediamine	11	12	15	19	-
11	2,4-diaminotoluene	84	99	98	108	50
12	2,4-diaminoanisole	18	22	22	25	20
13	2-naphthylamine	71	72	72	74	70
14	2-methyl-5-nitroaniline	0	0	0	0	-
15	4-aminobiphenyl	76	81	82	89	70
16	p-phenylazoaniline	0	0	0	0	-
17	4,4-diaminodiphenylether	57	62	71	72	70
18	4,4-methylenedianiline	59	65	72	73	70
19	benzidine	60	63	70	72	70
20	2-methyl-4-(2-tolylazo)aniline	0	0	0	0	-
21	4,4-diamino-3,3-dimethyldiphenylmethane	80	89	95	100	70
22	3,3-dimethylbenzidine	82	83	88	92	70
23	4,4-diaminodiphenylsulphide	56	64	70	78	70
24	3,3-dichlorobenzidine	61	64	65	73	70
25	3,3-dichloro-4,4-dimethyldiphenylmethane	64	69	71	78	70
26	3,3-dimethoxybenzidine	88	98	106	113	70

目標未達成

表6 検出下限値及び定量下限値

No.	物質名	カラム	検出下限値 μg/g	定量下限値 μg/g
1	aniline		0.013	0.042
2	o-toluidine		0.0065	0.022
3	2,4-dimethylaniline		0.0052	0.017
4	2,6-dimethylaniline		0.0041	0.014
5	o-anisidine		0.0081	0.027
6	p-chloroaniline		0.0049	0.016
7	2-methoxy-5-methylaniline	SH-Rtx-Wax	0.0076	0.025
8	2,4,5-trimethylaniline		0.0045	0.015
9	4-chloro-2-methylaniline		0.0048	0.016
10	1,4-phenyldiamine		0.084	0.28
11	2,4-diaminotoluene		0.016	0.053
12	2,4-diaminoanisole		0.023	0.076
13	2-naphthylamine		0.012	0.041
14	2-methyl-5-nitroaniline		0.032	0.11
15	4-aminobiphenyl		0.012	0.041
16	p-phenylazoaniline		0.069	0.23
17	4,4-diaminodiphenylether		0.072	0.24
18	4,4-methyldianiline		0.066	0.22
19	benzidine		0.062	0.21
20	2-methyl-4-(2-tolylazo)aniline		0.032	0.11
21	4,4-diamino-3,3-dimethyldiphenylmethane	DB-35MS	0.050	0.17
22	3,3-dimethylbenzidine		0.041	0.14
23	4,4-diaminodiphenylsulphyde		0.14	0.46
24	3,3-dichlorobenzidine		0.038	0.13
25	3,3-dichloro-4,4-dimethyldiphenylmethane		0.041	0.14
26	3,3-dimethoxybenzidine		0.093	0.31

4 まとめ

分散染料が使用されていない繊維製品を対象とした特定芳香族アミン類試験法の検討を行ったが、結果は次のとおりであった。

- (1) 試料注入方法はスプリット法とパルスドスプリットレス法を比較検討した。パルスドスプリットレス法が高く、方法として適していた。
- (2) GCカラムは、DB-35MSはピーク形状が悪い物質があったが、SH-Rtx-Waxを検討したところ測定可能な15物質においてピーク形状及び定量性が良好であった。2種類のGCカラムで測定することにより、全ての物質について定量性良く測定できた。
- (3) 水酸化ナトリウム水溶液の濃度を10%から30%に変更し、カラムに負荷するMTBEの量を80 mLから90 mLに変更したところ、JISに示された全ての物質について目標回収率を満たした。

回収率の向上については、カラムでの吸着及び溶出における損失が課題と考えられる。

今後は、JISに定められている目標値を満たすよう回収率の検討を行うとともに、公定法で規定された高速液体クロマトグラフ法による確認試験及びJIS L 1940-3に示されている1,4-phenyldiamine (No.10)が5 μg/g以上検出され

た場合の添加回収試験を行い、実際の試験業務開始に向けた準備を進めることとしている。

文 献

- 1) 厚生労働省医薬・生活衛生局審査管理課化学物質安全対策室長通知：化学的变化により容易に特定芳香族アミンを生成するアゾ化合物を含有する家庭用繊維製品等について、薬生化発0620第10号、平成28年6月20日
- 2) JIS L 1940-1:2019繊維製品-アゾ色素由来の特定芳香族アミンの定量方法
- 3) 衛藤加奈子, 御手洗広子, 嶋崎みゆき, 鈴木弘統, 伊東達也：新規指定有害物質「アゾ化合物」の測定方法の検討, 大分県衛生環境研究センター年報, 45号, 37-41, 2017
- 4) 味村真弓, 小泉義彦, 大山正幸, 吉田俊明：アゾ染料に由来する2種の特定芳香族アミンの分析における回収率の検討, 大阪健康安全基盤研究所研究年報, 1号, 85-92, 2017
- 5) 宮本道彦, 宮崎悦子：繊維製品に含まれるアゾ化合物由来の特定芳香族アミン類の試験法に関する検討, 福岡市保健環境研究所所報, 42号, 104-111, 2017

- 6) 安田匡志, 佐藤徳子, 大久保祥嗣, 八木正博：特定芳香族アミンを生成するアゾ化合物含有家庭用品の試験法に係る検討, 神戸市環境保健研究所報, 41-43, 2017