

日本玩具協会会員 各位
ST マーク使用許諾契約者 各位

平成 23 年 8 月 23 日
日本玩具協会

ST 基準第 3 部の改定について

厚労省から、「食衛法フタル酸改定規制の運用方針・試験方法」が示されましたので、それに合わせて、ST 基準第 3 部を下記のとおり改定致します。

改定 ST 基準は、本日より施行します。(なお、当面の間、抛ってきた「暫定取扱」(平成 23 年 8 月 10 日付 23 日玩協第 460 号)は、本件施行と同時に廃止します。)

平成 23 年 9 月 5 日までに申請する案件については、必要があれば従前の例によることができますので、ST 検査機関と相談下さい。

1. ST 基準第 3 部 1.9 (フタル酸エステルの要求事項) を、別紙 1 のとおり改定する。(ポリウレタン、ゴムに対象拡大)
2. ST 基準第 3 部 2.10 (フタル酸エステルの試験方法) を、別紙 2 のとおり改定する。
3. 施行日
この改定は、平成 23 年 8 月 23 日から施行する。なお、平成 23 年 9 月 5 日までに申請のあった案件については、従前の例によることができる。
4. ST 基準改定までの間に適用していた「暫定取扱」(平成 23 年 8 月 10 日付 23 日玩協第 460 号)は、この改定の施行時に廃止する。(既受付分は有効)
なお、海外検査機関発行の「暫定取扱」による試験成績書は、ST 検査に受け入れる。

【説明】

1. 平成 21 年 9 月 1 日より、ST 基準に 6 種フタル酸規制を導入・実施。
2. 平成 23 年 7 月 27 日付厚労省通知「おもちゃのフタル酸エステルの取扱い」により、規制対象の「可塑化された材料」は、「ポリ塩化ビニル、ポリウレタン、ゴム」について検疫での自主検査に必要な試験成績書が求められることになった。

3. また、平成 23 年 8 月 12 日に、厚労省から試験方法「おもちゃの可塑化された材料における 6 種類のフタル酸エステル試験法」の公示があった。

これにより、9 月 6 日施行の食衛法改定フタル酸規制の準備が整った。

4. 上記 2. 3 を踏まえ、S T 基準についても、食衛法と整合するようフタル酸規制を改定するもの。（材質にポリウレタン、ゴムを追加。試験方法の改定。）
5. 併せて「口に接することを本質とするおもちゃ」（ラップ玩具など）について食衛法の規制に合わせて、口に接する部分（「吸い口」）とそれ以外の部分の基準を細分した。

本件の問合せ先

日玩協 事務局（山口 中田 小林）
（電話：03-3829-2513）

1. 子どもの健康に有害となるおそれのある物質に関する要求事項

1.1～1.8 (略)

1.9 玩具の「可塑化された材料」からなる部分のフタル酸エステルの要求事項

この要求事項は、次の玩具に適用する。

- ① 食品衛生法施行規則第 78 条に該当する玩具（指定おもちゃ）
- ② 指定おもちゃに該当しない玩具であって、6 歳未満の子供を対象とするもの

「可塑化された材料」は、ポリ塩化ビニル、ポリウレタン及びゴムを対象とする。

試験方法は 2.10 による。

1.9.1 上記 1.9 ①の玩具(指定おもちゃ)の「可塑化された材料」には、フタル酸ジ-n-ブチル(DBP)、フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)(DEHP)又はフタル酸ベンジルブチル(BBP)を0.1%を超えて含有してはならない。

1.9.2 上記 1.9 ①の玩具(指定おもちゃ)のうち、口に接触することをその本質とするおもちゃ(ポリ塩化ビニルを含有する合成樹脂を原材料として用いた「おしゃぶり」及び「歯固め」を除く。)は、

- (1) 「口に接触することをその本質とする部分」であって「可塑化された材料」からなる部分は、フタル酸ジイソデシル(DIDP)、フタル酸ジイソノニル(DINP)又はフタル酸ジ-n-オクチル(DNOP)を0.1%を超えて含有してはならない。
- (2) 「口に接触することをその本質としない部分」は、フタル酸ジイソノニル(DINP)を原材料として用いたポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂を原材料として用いてはならない。

1.9.3 「おしゃぶり」及び「歯固め」には、ポリ塩化ビニルを含有する合成樹脂を原材料として使用してはならない。

1.9.4 上記 1.9 ②の玩具は、ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂について、1.9.1(フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)(DEHP)に係る部分に限る。)及び1.9.2(フタル酸ジイソノニル(DINP)に係る部分に限る。)の要求事項を適用する。

1.10～1.12 (略)

2. 試験方法

2.1～2.9 (略)

2.10 玩具の「可塑化された材料」における6種類のフタル酸エステル試験方法

本件の試験に当たっては、当該試験法と比較して特異性、検出限界及び妨害ピークの除去等において同等又は優れていると認められる試験法を用いて差し支えない。

(1) 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (GC/MS) 又は水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ (GC/FID) を用いる。

(2) 試薬・試液

i) フタル酸エステル標準品

① フタル酸ジ-n-ブチル (DBP) $C_6H_4[COO(CH_2)_3CH_3]_2$

本品はフタル酸ジ-n-ブチル (DBP) 97%以上を含む

② フタル酸ベンジルブチル (BBP) $C_6H_4(COOCH_2C_6H_5)COO(CH_2)_3CH_3$

本品はフタル酸ベンジルブチル (BBP) 95%以上を含む

③ フタル酸ビス(2-エチルヘキシル) (DEHP) $C_6H_4[COOCH_2CH(C_2H_5)(CH_2)_3CH_3]_2$

本品はフタル酸ビス(2-エチルヘキシル) (DEHP) 97%以上を含む

④ フタル酸ジ-n-オクチル (DNOP) $C_6H_4(COO(CH_2)_7CH_3)_2$

本品はフタル酸ジ-n-オクチル (DNOP) 97%以上を含む

⑤ フタル酸ジイソノニル (DINP) $C_6H_4(COOC_9H_{19})_2$

本品はフタル酸ジイソノニル (DINP) 96%以上を含む

⑥ フタル酸ジイソデシル (DIDP) $C_6H_4(COOC_{10}H_{21})_2$

本品はフタル酸ジイソデシル (DIDP) 97%以上を含む

ii) 標準溶液

① フタル酸ジ-n-ブチル (DBP)、フタル酸ベンジルブチル (BBP)、フタル酸ビス(2-エチルヘキシル) (DEHP)、フタル酸ジ-n-オクチル (DNOP)、フタル酸ジイソノニル (DINP)、フタル酸ジイソデシル (DIDP) 標準原液 フタル酸エステル標準品各10.0 mgをアセトンに溶かして100mlとする (100 μ g/ml)。

② フタル酸エステル標準溶液 (GC/MS用) 6種類のフタル酸エステル標準原液各1mlを混合し、アセトンを加えて100mlとする (各1 μ g/ml)。

③ フタル酸エステル標準溶液 (GC/FID用) フタル酸ジ-n-ブチル (DBP)、フタル酸ベンジルブチル (BBP)、フタル酸ビス(2-エチルヘキシル) (DEHP) 及びフタル酸ジ-n-オクチル (DNOP) 標準原液各1mlを混合しアセトンで10mlとしたもの、フタル酸ジイソノニル (DINP) 標準原液各1mlをアセトンで10mlとしたもの、フタル酸ジイソデシル (DIDP) 標準原液各1mlをアセトンで10mlとしたものの3種類をフタル酸エステル標準溶液とする (各10 μ g/ml)。

(3) 試験溶液の調製

試料を細切又は粉碎してその1gを正確に量り、100mlの共栓付三角フラスコに入れる。アセトン及びヘキサンの混液(3:7)50mlを加えて密栓をし、振り混ぜたのち40℃で一晩放置する。冷後、ろ紙を用いてろ過し、ろ液及びアセトンによる洗液を100mlのメスフラスコに入れ、アセトンを加えて100mlとしたものをGC/FID用試験溶液とする。さらに、この液をアセトンで10倍希釈したものをGC/MS用試験溶液とする。

(4) 操作法

① 定性試験

GC/MS又はGC-FIDの下記の操作条件で、対応する試験溶液及びフタル酸エステル標準溶液をそれぞれ1 μ lずつ用いて試験を行い、試験溶液のクロマトグラム中のピークの検出時間とフタル酸エステル標準溶液のクロマトグラム中のフタル酸ジ-n-ブチル(DBP)、フタル酸ベンジルブチル(BBP)、フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)(DEHP)、フタル酸ジ-n-オクチル(DNOP)、フタル酸ジイソノニル(DINP)及びフタル酸ジイソデシル(DIDP)の各ピークの検出時間及びそれぞれのピーク形状を比較する。なお、GC/MSではイオンクロマトグラム、GC-FIDではガスクロマトグラフをクロマトグラフとする。

② 定量試験

試験溶液のクロマトグラフのピークの検出時間と標準溶液のクロマトグラフのいずれかのピークの検出時間及びピーク形状が一致するときは次の試験を行う。

(i) 定性試験の操作条件の下で得られた試験結果を基にし、試験溶液中の当該フタル酸エステルのピーク面積を測定するとき、その面積は、標準溶液中の当該フタル酸エステルのピーク面積より大きくてはならない。

これに適合するとき、試料中の当該フタル酸エステル量は0.1%以下となる。

③ 確認試験

GC-FIDを用いて①定性試験及び②定量試験を行い、試験に適合しなかった場合には、GC/MSを用いて①定性試験を行い、試験溶液中の当該化合物のピークと標準溶液のピークの検出時間及びピーク形状が一致することを確認する。

<操作条件>

カラム：内径0.25mm、長さ30mのヒューズドシリカ製の細管に、ガスクロマトグラフ用の5%フェニルシリコン含有メチルシリコンを0.25 μ mの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度：100℃から毎分20℃で昇温し、320℃に到達後10分間保持する。

試験溶液注入口温度：250℃

検出器：280℃で操作する。GC/MSの場合は定量用イオンとして、フタル酸ジ-n-ブチル(DBP)、フタル酸ベンジルブチル(BBP)及びフタル酸ビス(2-エチルヘキシル)(DEHP)は質量数149、フタル酸ジ-n-オクチル(DNOP)は質量数279、フタル酸ジイソノニル(DINP)は質量数293、フタル酸ジイソデシル(DIDP)は質量数307を用いる。

キャリアーガス：ヘリウム又は窒素を用いる。フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)(DEHP)が約10分で流出する流速に調整する。

(5) 留意点

- ① フタル酸ジ-*n*-ブチル (DBP) 及びフタル酸ビス (2-エチルヘキシル) (DEHP) は環境中にも存在することから、空試験として試料を入れないで同様な操作を行い、空試験溶液中にこれらのピークが検出される場合には、その面積がそれぞれの標準溶液のピーク面積の1/10以下であることを確認する。これを超える場合には溶媒を新しいものに交換するなどにより、1/10以下とした後に試験を行うことが望ましい。
- ② GC-FIDではフタル酸ジ-*n*-オクチル (DNOP)、フタル酸ジイソノニル (DINP) 及びフタル酸ジイソデシル (DIDP) の保持時間が近く、ピークの一部が重なる。そのため、3種類の標準溶液として分けて調整する。
- ③ 測定対象試料に設定されている規格がフタル酸ジ-*n*-ブチル (DBP)、フタル酸ベンジルブチル (BBP) 及びフタル酸ビス (2-エチルヘキシル) (DEHP) のみの場合には、その3種類のみを含有する標準溶液を用いればよい。
- ④ テレフタル酸ビス (2-エチルヘキシル) (DEHTP) はフタル酸ジ-*n*-オクチル (DNOP) と保持時間が近く、質量数279のフラグメントイオンを有するため、誤認しやすいので注意する。フタル酸ジ-*n*-オクチル (DNOP) の保持時間にピークが検出された場合は、GC/MSでSCANモードによる測定を行い、標準溶液のマスペクトルと比較して同定する。またはテレフタル酸ビス (2-エチルヘキシル) (DEHTP) とフタル酸ジ-*n*-オクチル (DNOP) の保持時間が異なるようにカラム温度等を変更した操作条件で測定を行う。以下に操作条件の一例を示す。

カラム温度：50℃で1分間保持した後、毎分20℃で昇温し、200℃に到達後毎分10℃で昇温し、320℃に到達後10分間保持する。

キャリアーガス：ヘリウム又は窒素を用いる。フタル酸ビス (2-エチルヘキシル) (DEHP) が約15分で流出する流速に調整する。
- ⑤ クロマトグラム上に妨害ピークが検出され、試験が困難な場合は、精製等の操作により、妨害ピークの原因となる化合物を取り除いた後に、GC/MSにより定性試験および定量試験を行うこと。ただし、精製等の操作における回収率、再現性等に問題がないことを確認すること。以下にゴムにおける妨害ピーク除去のための操作の一例を示す。

GC-FID用試験溶液1mlを40℃以下で減圧濃縮後、ヘキサン2mlを加えて溶解する。この液をあらかじめアセトン・ヘキサン混液 (3:7) 10ml並びにヘキサン10mlをそれぞれ注入して流したアルミナミニカラムに注入する。

次いでヘキサン10mlを流した後、アセトンで溶出して溶出液10mlを採取し、これを試験溶液とする。

上記の操作を行っても妨害ピークが除去できない場合には、フロリジルカラムクロマトグラフィー、ゲル浸透クロマトグラフィー (GPC) 等により妨害ピークの原因となる化合物を取り除く。