

羊毛防虫加工剤 DTTB の含有量実態調査

Results of the Tests of the Wool Mothproofing Agent DTTB in Wool Manufactures

大谷 倫子 平野 孝二 浦嶋 幸雄
浅井 建爾 青木 襄 高杉 信男

Tomoko Ohtani, Kohji Hirano, Yukio Urashima,
Kenji Asai, Minoru Aoki and Nobuo Takasugi

羊毛製品の防虫加工剤 DTTB (4,6-ジクロル-7-(2,4,5-トリクロルフェノキシ)-2-トリフルオルメチルベンズイミダゾール) について、公定法¹⁾によって、羊毛製品(毛糸, 服地, カーペット見本など)中の含有量を調査した。

カーペット見本の一部から 10.3~92.5 $\mu\text{g}/\text{g}$ の DTTB が検出されたが、他の製品からは検出されなかった。

1. 緒言

近年、生活水準の向上に伴い、衣服の所持数が増える一方で、品質の優れた高級品への志向から羊毛製衣料品の需要が増すとともに、椅子生活の一般化から定着したカーペットも、羊毛製のものが普及するようになってきた。

これらの羊毛製品は、他の天然繊維製品に比べ特に衣料害虫防除策が必要であるが、その防虫加工剤の一つの DTTB が、有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律に基づき使用量が規制され、昭和 57 年 4 月 1 日から施行された。

そこで、DTTB の規制値を超えるものが出回っていないかを確認するために実態調査を行ったので、報告する。

2. 方法

2-1 試料

対象品目中、57 年 7 月百貨店で購入した毛糸、服地、衣料品等及び同じ時期に入手したカーペッ

ト見本の合計 57 点を対象とした。

2-2 試薬

DTTB 標準液：和光純薬製標準品 10mg をアセトンに溶かし 500 ml とした。

オイラン U-33 標準液：国立衛生試験所から供与された 33% 濃度のオイラン U-33 を、エチルエーテルで希釈して調製した。

10% 水酸化ナトリウム溶液：特級水酸化ナトリウム 100 g を精製水に溶かし、1 l とした。

1 N 水酸化ナトリウム溶液：特級水酸化ナトリウム 40 g を精製水に溶かし、1 l とした。

ジメチル硫酸は試薬 1 級を用いたが、その他の試薬は、すべて残留農薬試験用を用いた。

2-3 装置及びガスクロ条件

装置：島津 GC-4 BM 型ガスクロマトグラフ
電子捕獲型検出器付

カラム：3 mm ϕ \times 1.5 m, ガラス製

ガスクロ条件：

	I	II
カラム充填剤	2%OV-1	2%QF-1 +1.5% OV-17 (Gas Chrom Q ⁸⁰ / ₁₀₀)
カラム温度	220℃	230℃
検出器温度	270℃	280℃

キャリアーガス流量: 50 ml/min, 注入量: 1 μl

2-4 分析法

公定法¹⁾に従って、試料0.5gを10%水酸化ナトリウム溶液で溶解後、エチルエーテルで抽出し、さらにジメチル硫酸を用いてN-メチル化を行った後、ガスクロマトグラフィー(以下「GC」)を行った。

3. 結果と考察

3-1 検液中のDTTB N-メチル化体の安定性

検液調製にはかなりの時間が必要であり、その度にGCを行うのは非能率的なので、DTTB N-メチル化体の安定性を調べたところ、6日目でも変化を認めなかったため、GCは適宜一括して行った。

3-2 検量線

0.25 ~ 4 ng間で良好な直線性を示した。(r

= 0.997)

3-3 添加回収実験

試料0.5g当たりDTTBを20 μg添加したものの平均回収率は約86%であった(表1)。

3-4 調査結果

DTTBについて、羊毛製品57点の実態調査を行ったところ、カーペット見本27点中6点から検出されたが、他の製品はいずれも不検出であった(表2)。

即ち、カーペット見本について、A社製の全見本5点から10.3 ~ 85.3 μg/g(規制値30 μg/gを超えるもの2点)、B社製の4点中1点から92.5 μg/gを検出した。

また、試料のN-メチル化によって、カーペット見本の約半数のクロマトグラム上に、多数の不明ピークが連続して出現し、その溶出完了まで1時間前後を要したが、そのピークパターンから、同じ防虫加工剤のオイランU-33である可能性が強い²⁾ため、この点についても検討した。

即ち、オイランU-33標準液の30 ~ 300 μgをN-メチル化した後GCを行ったところ、条件I、IIのいずれの場合のクロマトグラムも不明ピークに類似していた。

そのオイランU-33標準液とDTTB標準液との混液をN-メチル化したもののクロマトグラムは図1のとおりである。

表1 DTTBの添加回収率

試料	添加量(μg/g)	検出量(μg/g)	回収率(%)	平均(%)
毛布	40	35.8	89.5	85.9
服地 1		33.5	83.8	
2		34.1	85.3	
オムツカバー		35.1	87.8	
毛布		34.6	86.5	
カーペット見本 1		32.0	80.0	
2		35.8	89.5	
3		34.0	85.0	

表2 羊毛製品中のDTTB含有量 (μg/g)

No.	品名	製造	含有量	No.	品名	製造	含有量
1	毛糸 ①	日本	ND	30	花瓶敷	パキスタン	ND
2	②	"	"	31	カーペット見本 ①	日本	"
3	③	"	"	32	②	"	"
4	④	"	"	33	③	"	"
5	⑤	"	"	34	④	"	"
6	⑥	"	"	35	⑤	"	"
7	⑦	"	"	36	⑥	"	"
8	⑧	"	"	37	⑦	"	"
9	服地 ①	"	"	38	⑧	"	"
10	②	"	"	39	⑨	"	"
11	③	"	"	40	⑩	"	"
12	④	"	"	41	⑪	"	"
13	⑤	"	"	42	⑫	"	"
14	⑥	"	"	43	⑬	"	"
15	⑦	"	"	44	⑭	"	"
16	⑧	"	"	45	⑮	"	"
17	⑨	イタリア	"	46	⑯	"	"
18	⑩	"	"	47	⑰	"	85.3
19	はらまき	日本	"	48	⑱	"	24.2
20	くつ下 ①	"	"	49	(A社製) ⑲	"	10.3
21	②	"	"	50	⑳	"	11.4
22	ベスト	"	"	51	㉑	"	34.9
23	おしめカバー	"	"	52	㉒	"	ND
24	毛布 ①	"	"	53	(B社製) ㉓	"	"
25	②	"	"	54	㉔	"	92.5
26	玄関マット ①	中国	"	55	㉕	"	ND
27	②	日本	"	56	㉖	"	"
28	③	"	"	57	㉗	"	"
29	④	"	"				

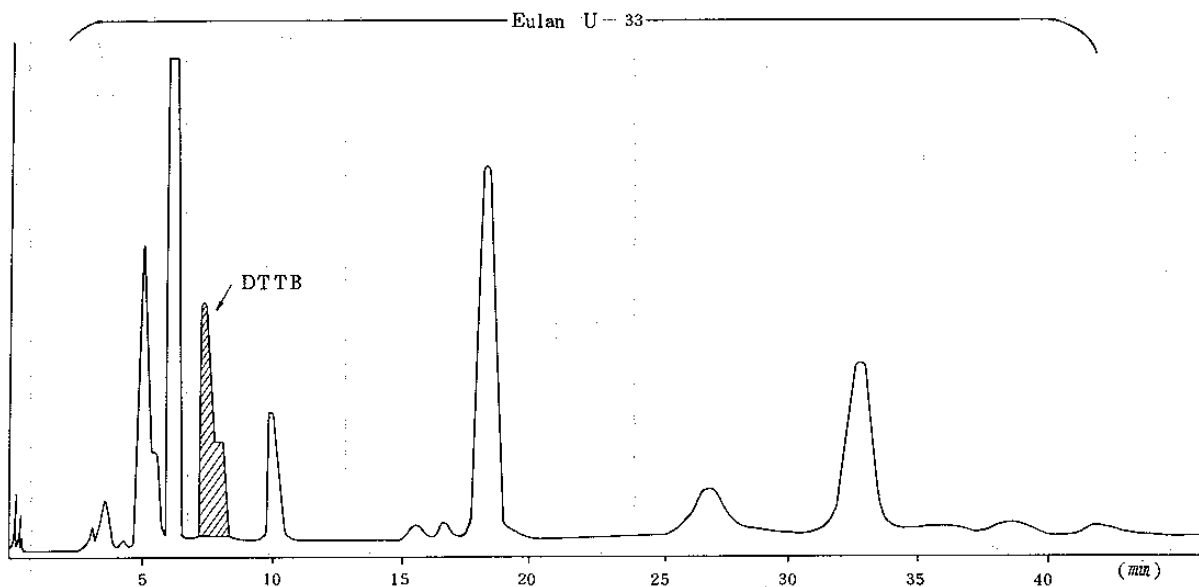


図1 DTTB, オイランU-33標準混液のN-メチル化体のクロマトグラム

次いで、不明ピークの現われた検体のうちの4検体について、オイランU-33の含有量を総面積重量法によって調べたところ、平均 $431 \mu\text{g/g}$ ($280 \sim 620 \mu\text{g/g}$) 検出された。

しかし、実際の試料とオイランU-33標準液のクロマトグラムは、各々の対照のピーク高比がかなり異なっていて、試料では20~40分に大きなピークが現われるのに対して、標準液ではそれが3~7分に現われた。

これは、羊毛製品の加工過程で起こる種々の反応基の転移やオイランU-33の繊維に対する固着性の相異、及びその成分の変動等によるものではないかと考えられる。

4. 結 語

公定法によって、羊毛製品中のDTTBを分析したところ、57点中カーペット見本の6点から $10.3 \sim 92.5 \mu\text{g/g}$ の範囲で検出された。また、カーペット見本の一部にオイランU-33も含まれていた。

5. 文 献

- 1) 厚生省編：昭和56年度家庭用品安全対策行政担当係長会議資料P 7
- 2) 鹿庭正昭, 小嶋茂雄, 中村晃忠, 佐藤洋子：衛生化学, 25, 2, 80~95 (1979)