

平成14年度厚生労働科学研究費補助金

食品・化学物質安全総合研究事業

食品用器具・容器包装等の 安全性確保に関する研究

総括・分担研究報告書

平成15(2003)年4月

主任研究者 河村 葉子 国立医薬品食品衛生研究所

分担研究者 鎌田 国広 東京都立衛生研究所

分担研究者 外海 泰秀 国立医薬品食品衛生研究所

分担研究者 高野 忠夫 (財)化学技術戦略推進機構

<付属文書>

ISO 8124-3 (初版 1997-04-15) Safety of toys (玩具の安全性)

第3部 特定元素の溶出 (抄訳)

研究協力者 川崎 智恵、六鹿 元雄 国立医薬品食品衛生研究所

前書き

ISO (国際標準化機構) は各国の規格団体 (ISO 会員団体) の世界規模の連合体である。国際標準を作成する仕事は、一般的に ISO の技術委員会が行う。設立された技術委員会のテーマに関心のある各会員団体は、その委員会に代表を出す権利がある。ISO と連携している国際組織、政府、非政府組織もまたその仕事に参加する。ISO は電気標準の全ての問題において IEC (国際電気標準会議) と密接に協同する。

技術委員会によって受け入れられた国際標準の草案は、採択するため委員団体に配布される。国際標準として発行するには、投票する委員団体の少なくとも 75% の同意が必要である。

国際標準 ISO 8124-3 は技術委員会 ISO/TC181, Safety of toys によって作成された。

ISO 8124 は「Safety of toys (玩具の安全性)」をタイトルとし、次の部から成り立つ。

- 1部: 機械的物理的特性
- 2部: 可燃性
- 3部: 特定元素の溶出

付属書 A、B は ISO 8124 の不可欠な部分であり、付属書 C、D は情報のみである。

緒言

ISO 8124 第3部における要件は、玩具の使用に由来する特定元素の生物学的利用能に基づくものであり、目標値として1日当り以下のレベルを超えてはならない。

—アンチモン	1.4 μg ¹⁾
—ヒ素	0.1 μg
—バリウム	25.0 μg
—カドミウム	0.6 μg
—クロム	0.3 μg
—鉛	0.7 μg
—水銀	0.5 μg
—セレン	5.0 μg

¹⁾ EN71-3:1994 の 0.2 μg から変更された。

上記の数値を解釈するため、玩具材料の摂取量の上限を明らかにする必要があり、非常に限られたデータからこの上限値を設定した。個別の条件ではこれらの値を超える可能性があるものの、作業上の仮説として、様々な玩具材料の合計の1日平均摂取量を暫定的に受け入れられている 8mg/日とした。

この1日平均摂取量と上記の生物学的利用能の数値から、玩具材料中の元素 (毒性のある元素) の限度値 ($\mu\text{g}/\text{g}$ 又は mg/kg) を求めることができる (表1参照)。得られた数値は、子供に対する玩具による毒性元素の曝露量を最小限に抑え、確実に分析が可能であり、かつ現行の製造条件下で達成可能な限度値を考慮に入れて調整された。(付属書D参照)。

玩具の安全性—

第3部：特定元素の溶出

1 適用範囲

1.1 ISO 8124 第3部では、接触不可能な材料を除く玩具材料及び玩具部品由来のアンチモン、ヒ素、バリウム、カドミウム、クロム、鉛、水銀、セレンの溶出について、最大許容レベル及び分析のためのサンプリング、溶出方法について規定している。(ISO 8124-1 参照)

1.2 最大許容レベルは次の玩具材料からの1.1で挙げた元素の溶出に関するものである：

- 塗料、ニス、ラッカー、印刷インク、ポリマー等のコーティング剤 (8.1 参照)；
- ポリマー及び類似の材料、この中には強化繊維か否かにかかわらずラミネートが含まれるが、その他の布は含まれない (8.2 参照)；
- 紙及び板紙、最大質量 400g/m²以下 (8.3 参照)；
- 天然又は合成繊維 (8.4 参照)；
- ガラス、セラミック、金属材料、但し電気の接続に使用される鉛のはんだを除く (8.5 参照)；
- その他の材料、着色の有無に関わらない (例、木材、繊維板、硬質繊維板、骨、皮革) (8.6 参照)；
- 痕跡を残すことを目的とした材料 (例、鉛筆の黒鉛、ペンのインク液) (8.7 参照)；
- 成形用粘土も含めた柔軟な成形材料及びゲル (8.8 参照)；
- 固体又は液状のフィンガーペイント、ニス、ラッカー、磨き粉及び類似の材料等を含む玩具として使用される塗料 (8.9 参照)；

1.3 しゃぶる、なめる及び飲み込む可能性のある玩具の分類として次の判断基準が適切と考えられる：

- 食品や口の接触を意図したすべての玩具、化粧玩具及び玩具として分類される筆記具
- 6歳児以下の幼児用玩具、すなわち口と接触するおそれのある全ての部品及び構成部分 (付属書D 参照)

玩具の接触可能性、機能、質量、サイズ又はその他の特性を考慮し、幼児の通常及び予測できる挙動に留意の上、しゃぶる、なめる及び飲み込むといった危険性が明らかに除外される玩具及び玩具部品は、ISO 8124 第3部の適用から除外される。

1.4 包装材料については、それが玩具の一部ではなく、また意図された遊戯価値がない場合、適用範囲外とする。(付属書D 参照)

2 規範的参考文献

下記の規格はこの本文中で引用され、ISO 8124 第3部に組み込まれている。発行時において、表示された版は正しいものであった。しかし、全ての規格は見直しの対象であり、ISO 8124 第3部に同意した団体は下記の規定の最新版の適用が可能かどうか検討していただきたい。IEC と ISO のメンバーは現在有効な国際規格として登録されたものを支持している。

ISO 8124-1: —¹⁾ 玩具の安全性—Part1:機械的・物理的特性

¹⁾ 発行予定

ISO 3696:1987, 分析試験室用の水—規格と試験法

3 用語の定義

ISO 8124 第3部のために、次の定義を適用する。

3.1 基礎材料：その表面上にコーティングの形成または蒸着を行う材料。

3.2 コーティング：玩具の基礎材料の表面上に形成又は蒸着される材料の全ての層で、塗料、ニス、

ラッカー、インク、ポリマー又は類似の性質を持つその他の物質で、金属粒子の含有の有無、玩具への塗布方法は問わず、鋭利な刃物で削ることにより、取り除くことができるもの。

- 3.3 試験法の検出限界：本法を用いたブランク試験により得られた標準偏差の3倍。
- 3.4 全体が着色された材料：木材、皮革、その他の多孔物質等、被膜を形成することなく着色剤を吸収する材料。
- 3.5 削り取り：コーティングを基礎材料のところまで機械的に除去する過程。
- 3.6 玩具材料：玩具中に存在するあらゆる接触可能な材料。

4 最大許容基準

4.1 特定要件

第1項に記載された玩具及び玩具部品は、第7～9項に記載される試験により得られた元素の溶出量が表1に示す溶出限度値に適合するならば、ISO 8124 第3部の要件を満たしているものと判断される。(付属書D参照)。

4.2 結果の解釈

ISO 8124 第3部において記載される試験法の正確化のため、実験室間の試行の結果を考慮して、試験結果を補正することが必要である。第7～9項に従って得られた分析結果は、表2の分析補正值によって補正しなければならない。

溶出元素の補正分析結果が表1の溶出限度値を下回るか、それと等しい場合、材料はISO 8124 第3部の要件に適合しているものとみなされる。

表1 玩具材料元素の溶出限度値

玩具材料	(mg/kg玩具材料)							
	元素							
	Sb	As	Ba	Cd	Cr	Pb	Hg	Se
第1項に記載の全材料、成形用粘土及びフィンガーペイントを除く	60	25	1000	75	60	90	60	500
成形用粘土及びフィンガーペイント	60	25	250	50	25	90	25	500

表2 分析補正值

元素	Sb	As	Ba	Cd	Cr	Pb	Hg	Se
分析補正值 (%)	60	60	30	30	30	30	50	60

例：鉛の分析結果が120 mg/kgであった場合、表2より30%の分析補正值が用いられ、その結果
 分析補正結果=120-120×30/100=120-36=84 mg/kg
 これは規格の要件に適合しているものと見なされる (表1より鉛の溶出限度値：90 mg/kg)

5 原則

材料を呑み込んだ後、胃酸と接触した状態を一定時間維持する場合を模擬した条件下で、可溶性元素は玩具材料から抽出される。可溶性元素の濃度は、明記された検出限界をもつ分析方法(明記されていない)により定量的に測定される。

6 試薬及び装置

注—第9項に記載した検出限界を満たす元素の分析を実施するのに必要な試薬、試料及び装置について推奨はない。

6.1 試薬

分析には分析グレードを認証済みの試薬のみを用いること（付属書D参照）。

6.1.1 塩酸溶液, $(0.07 \pm 0.005) \text{ mol/l}$

6.1.2 塩酸溶液, $(0.14 \pm 0.010) \text{ mol/l}$

6.1.3 塩酸溶液, 約 1 mol/l

6.1.4 塩酸溶液, 約 2 mol/l

6.1.5 塩酸溶液, 約 6 mol/l

6.1.6 1,1,1-トリクロロエタン, 付属書Aに従って試験をした時、塩酸含量 10 mg/kg 以下のもの、もしくはその他の適当な溶媒（付属書D参照）。

6.1.7 水, ISO 3696 に従い、少なくとも等級3以上の純度のもの。

6.2 装置

通常の実験室の装置及び、以下のもの

6.2.1 目の呼び寸法が 0.5 mm であり、許容誤差が表B.1に適合する、平織で目の細かい金網のステンレス、スチール製のふるい。

6.2.2 pH測定は、 $\pm 0.2 \text{ pH}$ 単位の精度をもつもので、相互汚染を防げるもの（付属書D参照）。

6.2.3 メンブレンフィルターは孔径が $0.45 \mu\text{m}$ であるもの。

6.2.4 遠心分離装置は $(5000 \pm 500) g^1)$ で遠心分離できるもの（付属書D参照）。 $^1) g=9.80665 \text{ m/s}^2$

6.2.5 混合物の振とうは $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$ で行えるもの。

6.2.6 容器類は塩酸抽出液の $1.6 \sim 5.0$ 倍の総容量をもつもの。

7 試験部位の選定

試験用の試料は、市販されている、もしくは市販予定の形状の玩具とする。試験部位は、単一玩具の接触可能な部分（ISO 8124-1 参照）から採取する。必要であれば接触性を考慮する前に、ISO 8124-1 に従って適切な試験を行うべきである。玩具中の同一素材は組み合わせる単一の試験部位として扱ってもよいが、追加の玩具試料は使用してはならない。試験部位は、物理的な分離のみの場合（例：水玉模様、模様入り布等）や質量が限られていて、別々の試料を作成することが不可能な場合に限り、2つ以上の材料又は色彩から構成されてよいものとする（付属書D参照）。

注—この要件は上記で特定した適切な材料やその上に塗装された下地の代わりに供給された異なる

る形状の玩具材料から参照試料をとることは妨げない。(付属書D参照)。

10mg未満の試験部位は試験をするべきではない。

8 試験部位の作成と抽出

8.1 塗料、ニス、ラッカー、印刷インク、ポリマーのコーティング及び類似のコーティング

8.1.1 試験部位の作成

室温において、掻き取り (3.5) により試料からコーティングを取り出し、周辺温度を超えない温度で粉碎する。0.5mm 目の金属製ふるい (6.2.1) を通し、なるべく 100mg 以上の試験部位を得るために十分なコーティングを収集する。

粉碎されて均一となったコーティングが 10~100mg しか得られない場合、8.1.2 に従って抽出を行い、該当する元素量を 100mg の試験部位を使用したと仮定して算出し、試験部位の質量を 10 e) に従って報告する。

性質上弾性を有する樹脂塗料のような粉碎できないコーティングについては、粉碎せずに試料から試験部位を収集する。

8.1.2 抽出法

8.1.1 で作成した試験部位を適切な寸法の容器 (6.2.6) に入れ、試験部位の 50 倍量の $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$ の 0.07mol/l 塩酸水溶液 (6.1.1) と混合する。試験部位の質量が 10~100mg の場合、試験部位を 5.0ml の $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$ の 0.07mol/l 塩酸水溶液 (6.1.1) と混合する。

1 分間振り混ぜ混合液の酸性度を測定する。混合液の pH が 1.5 より高い場合、1.0~1.5 の間になるまで、約 2.0mol/l 塩酸水溶液 (6.1.4) を振り混ぜながら滴下する。

混合物は遮光下、 $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$ において (6.2.5) 1 時間振り混ぜた後、 $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$ で 1 時間放置する。

すばやくメンブレンフィルター (6.2.3) でろ過する。必要であれば最高 5000g (6.2.4) で遠心分離する。この作業は放置終了後できるだけ早く完了しなければならない。遠心分離を用いる場合は 10 分以上かけてはならず、10 e) に従って報告する。

得られた溶液を元素分析の前に 1 日以上保存する場合、溶液の塩酸濃度が約 1mol/l となるように、塩酸を加えて安定化させること。そのことを 10 e) に従って報告すること。

8.2 ポリマー及び類似の材料 (強化繊維か否かにかかわらずラミネートは含むが、その他の布は含まない)

8.2.1 試験部位の作成

次の手順に従い、材料を熱することなく、ポリマー又は類似の材料の試験部位をなるべく 100mg 以上採取する。

試験片の表面積がその質量に対して最大となるように、材料の断面積が最も薄い部分から試験部位を切り取る。各試験片の寸法は、圧縮しない状態において 6mm 以内とする。

試料の材質が均質でない場合、試験部位は 10mg を超える各異なる材質から採取する。均質な材料が 10~100mg の場合は、試験部位の質量を 10 e) に従って報告し、該当する元素量を 100mg の試験部位を使用したと仮定して算出する。

8.2.2 抽出法

8.2.1 に従って作成した試験部位を用い、8.1.2 の抽出法に従う。

8.3 紙及び板紙

8.3.1 試験部位の作成 (付属書D参照)

なるべく100mg以上の試験部位を得る。

試料の材質が均質でない場合、試験部位は100mg以上の各異なる材質から採取する。均質な材料が10~100mgの場合は、試験部位の質量を10 e)に従って報告し、該当する元素量を100mgの試験部位を使用したと仮定して算出する。

紙及び板紙が塗料、ニス、ラッカー、印刷インク、接着剤又は類似のコーティングで覆われている場合、そのコーティングの試験部位は個別に採取してはならない。そのような場合、コーティングされた領域を代表する部分も含めるように試験部位を採取し、10 e)に従って報告しなくてはならない。8.3.2に従い、得られた試験部位を抽出試験する。(付属書D参照)

8.3.2 抽出法

8.3.1で作成した試験部位を25倍量の(37±2)℃の水(6.1.7)によってやわらかくし、混合物を均質にする。この混合物を適切な寸法の容器(6.2.6)に定量的に移し替える。この混合物に質量の25倍量の(37±2)℃の0.14mol/l塩酸水溶液(6.1.2)を加える。

1分間振り混ぜ混合液の酸性度を測定する。混合液のpHが1.5より高い場合、1.0~1.5の間になるまで、約2.0mol/l塩酸水溶液(6.1.4)を振り混ぜながら滴下する。

混合物は遮光下、(37±2)℃において(6.2.5参照)、1時間振り混ぜた後、(37±2)℃で1時間放置する。

すばやくメンブレンフィルター(6.2.3)でろ過する。必要であれば最高5000g(6.2.4)で遠心分離する。この作業は放置終了後できるだけ早く完了しなければならない。遠心分離を用いる場合、10分以上かけてはならず、10 e)に従って報告すること。

得られた溶液を元素分析の前に1日以上保存する場合、溶液の塩酸濃度が約1mol/lとなるように、塩酸を加えて安定化させること。そのことを10 e)に従って報告すること。

8.4 天然又は合成繊維

8.4.1 試験部位の作成

圧縮しない状態において6mm以内の試験片に裁断し、なるべく100mg以上の試験部位を得る。(付属書D参照)

試料の材質又は色が均質でない場合、試験部位は100mg以上の各異なる材質から採取する。採取量が10~100mgの場合は、主材料から採取した試験部位に含まれるものとする。

模様のある繊維から得る材料は、材料全体を代表するものでなければならない。(付属書D参照)

8.4.2 抽出法

8.4.1に従った試験部位を用い、8.1.2の抽出手順に従う。

8.5 ガラス、セラミック、金属材料

8.5.1 試験部位作成

玩具及び玩具部品はまずISO 8124-1に従い、スモールパーツ試験を行わなければならない。玩具又は玩具部品がスモールパーツシリンダーの中に完全に納まり、その中に接触可能なガラス、セラミック又は金属材料が含まれている場合、8.1.1に従ってコーティングを削り取り、8.5.2に従って玩具又は玩具部品からの抽出を行う。(付属書D参照)

注一玩具及び玩具部品が接触可能なガラス、セラミック及び金属材料でない場合、8.5.2による抽

出試験を行う必要はない。(付属書D参照)

8.5.2 抽出法

玩具又は玩具部品を高さ 60mm、直径 40mm の 50ml のガラスシリンダーに入れる。

注—ISO 8124-1 で定義されているスモールパーツシリンダーに入る玩具及び玩具部品は、この型の容器に全て入る。

(37 ± 2) °C の 0.07mol/l 塩酸水溶液 (6.1.1) を玩具及び玩具部品がちょうど浸るように添加する。シリンダーに蓋をし、遮光下、(37 ± 2) °C で 2 時間放置する。

すばやくメンブレンフィルター (6.2.3) でろ過する。必要であれば最高 5000g (6.2.4) で遠心分離する。この作業は放置終了後できるだけ早く完了しなければならない。遠心分離を用いる場合、10 分以上かけてはならず、10 e) に従って報告すること。

得られた溶液を元素分析の前に 1 日以上保存する場合、溶液の塩酸濃度が約 1mol/l となるように、塩酸を加えて安定化させること。そのことを 10 e) に従って報告すること。

8.6 その他の材料 (着色の有無にかかわらず) (付属書D参照)

8.6.1 試験部位作成

必要に応じ、8.2.1、8.3.1、8.4.1 又は 8.5.1 のいずれかに従い、なるべく 100mg 以上の試験部位を得る。

試料の材質が均質でない場合、試験部位は質量が 10mg 以上の各異なる材質から採取する。均質な材料が 10~100mg の場合は、試験部位の質量を 10 e) に従って報告し、該当する元素量を 100mg の試験部位を使用したと仮定して算出する。

材料が塗料、ニス、ラッカー、印刷インク又は類似のコーティングで覆われている場合、8.1.1 の手順に従う。

8.6.2 抽出法

必要に応じ、8.2.2、8.3.2、8.4.2 又は 8.5.2 のいずれかに従い、抽出しなければならない。使用した方法は、10 e) に従って報告する。

8.7 痕跡を残すことを目的とした材質

8.7.1 固体試料からの試験部位の作成

圧縮しない状態において 6mm 以内の断片に裁断し、なるべく 100mg 以上の試験部位を得る。

試験部位が 10mg 以上存在する各異なる材質から作成しなければならない。質量が 10~100mg の場合、試験部位の質量を 10 e) に従って報告し、該当する元素量を 100mg の試験部位を使用したと仮定して算出する。

材料にグリース、オイル、ワックス又は類似の物質が含まれている場合、試験部位を硬質ろ紙に入れ、8.7.4 で記載される抽出試験の前に、1,1,1-トリクロロエタン又は適当な溶媒 (6.1.6) による抽出でこれらの成分を取り除く。物質の除去が定量的であることを保証するために、分析測定を行う。使用した溶媒は 10 e) に従って報告する。

8.7.2 液状試料からの試験部位の作成

試料からなるべく 100mg 以上の試験部位を得る。試験部位を得やすくするため、適宜溶媒を使用してもよい。

試料中に 10mg 以上の異なった材料が存在するならば、それぞれの試験部位を採取しなければならない。材料が 10~100mg の場合、試験部位の質量を 10 e) に従って報告し、該当する元素量を 100mg

の試験部位を使用したと仮定して算出する。

もし材料が通常の使用で凝固しやすく、グリース、オイル、ワックス又は類似の物質が含まれている場合には、試験部位を通常の使用条件下で凝固させ、得られた物質を硬質ろ紙に入れる。8.7.4で記載される抽出試験の前に、1,1,1-トリクロロエタン又は適当な溶媒(6.1.6)による抽出によりこれらの成分を取り除く。物質の除去が定量的であることを保証するために分析測定を行う。使用した溶媒は10 e)に従って報告する。

8.7.3 グリース、オイル、ワックス又は類似の物質を含まないサンプルの抽出法

適切な大きさの容器(6.2.6)に、8.7.1もしくは8.7.2に従って作成した試験部位とその50倍量の (37 ± 2) ℃の0.07mol/l塩酸水溶液(6.1.1)を入れ混合する。試験部位の質量が10~100mgの場合、試験部位と (37 ± 2) ℃の0.07mol/l塩酸水溶液5.0mlを混合する。

1分間振り混ぜ、混合液の酸性度を測定する。試験部位中に大量のアルカリ性物質が含まれる場合、過希釈を避けるため、約6.0mol/l塩酸水溶液(6.1.5)を用いてpHを1.0~1.5の間に調節する。アルカリ性物質は一般に炭酸カルシウム由来である。総溶液量に対するpH調製のため用いた塩酸の総使用量は10 e)に従って報告する。

試験部位中のアルカリ性物質が少量で混合液のpHが1.5より高い場合、1.0~1.5の間になるまで約2.0mol/l塩酸水溶液(6.1.4)を振り混ぜながら滴下する。

元素分析の前に、混合物は遮光下、 (37 ± 2) ℃において(6.2.5)1分間振り混ぜた後、 (37 ± 2) ℃で1時間放置する。

8.7.4 グリース、オイル、ワックス又は類似の物質を含むサンプルの抽出法

8.7.1もしくは8.7.2で作成した試験部位を硬質ろ紙に入れたまま、試験部位の25倍量の (37 ± 2) ℃の水(6.1.7)を入れてふやかし粉碎する。適切な大きさの容器(6.2.6)に、定量的に混合物を入れる。試験部位の25倍量の (37 ± 2) ℃の0.14mol/l塩酸水溶液(6.1.2)を入れる。

試験部位の質量が10~100mgの場合、2.5mlの水(6.1.7)でふやかす。適切な大きさの容器(6.2.6)に定量的に混合物を入れ、 (37 ± 2) ℃で0.14mol/l塩酸水溶液(6.1.2)を2.5ml入れる。

1分間振り混ぜ混合液の酸性度を測定する。大量のアルカリ性物質が含まれる場合、過希釈を避けるため、約6.0mol/l塩酸水溶液(6.1.5)を用いてpHを1.0~1.5の間に調節する。アルカリ性物質は一般に炭酸カルシウム由来である。総溶液量に対するpH調製のため用いた塩酸の総使用量は10 e)に従って報告する。

試験部位中のアルカリ性物質が少量で混合液のpHが1.5より高い場合、1.0~1.5の間になるまで約2.0mol/l塩酸水溶液(6.1.4)を振り混ぜながら滴下する。

混合物は遮光下、 (37 ± 2) ℃において(6.2.5)1分間振り混ぜた後、 (37 ± 2) ℃で1時間放置する。

注一0.07mol/l塩酸水溶液(8.7.3参照)又は0.14mol/l塩酸水溶液の量はワックスを除去する前の試験部位の量で計算すること。

すばやくメンブレンフィルター(6.2.3)でろ過する。必要であれば最高5000g(6.2.4)で遠心分離する。この作業は放置終了後できるだけ早く完了しなければならない。遠沈に10分以上かけてはならず、10 e)に従って報告すること。

得られた溶液を元素分析の前に1日以上保存する場合、溶液の塩酸濃度が約1mol/lとなるように、塩酸を加えて安定化させること。そのことを10 e)に従って報告すること。

8.8 成形用粘土も含めた柔軟な成形材料及びゲル

8.8.1 試験部位の作成

試料から100mg以上の試験部位を得ること。また、試験部位は試料の各異なる材質から採取しなく

てはならない。

材料にグリース、オイル、ワックス又は類似の物質が含まれている場合、試験部位を硬質ろ紙に入れ、8.8.3 で記載される抽出試験の前に、1, 1, 1-トリクロロエタン又は適当な溶媒 (6.1.6) による抽出によりこれらの成分を取り除く。物質の除去が定量的であることを保証するために、分析測定を行う。使用した溶媒は 10 e) に従って報告する。

8.8.2 グリース、オイル、ワックス又は類似の物質を含まない試料の抽出法

粘土または練り状の物質は必要があれば粉碎し、8.8.1 に従い作成した試験部位と、試験部位の 50 倍量の (37 ± 2) °C の 0.07 mol/l 塩酸水溶液 (6.1.1) を適切な大きさの容器 (6.2.6) に入れて混合する。

1 分間振り混ぜ混合液の酸性度を測定する。大量のアルカリ性物質が含まれる場合、過希釈を避けるため、約 6.0 mol/l 塩酸水溶液 (6.1.5) を用いて pH を 1.0~1.5 の間に調節する。アルカリ性物質は一般に炭酸カルシウム由来である。総溶液量に対する pH 調製のため用いた塩酸の総使用量は 10 e) に従って報告する。

試験部位中のアルカリ性物質が少量で混合液の pH が 1.5 より高い場合、1.0~1.5 の間になるまで約 2.0 mol/l 塩酸水溶液 (6.1.4) を振り混ぜながら滴下する。

混合物は遮光下、 (37 ± 2) °C において (6.2.5 参照) 1 時間振り混ぜた後、 (37 ± 2) °C で 1 時間放置する。

8.8.3 グリース、オイル、ワックス又は類似の物質を含む試料の抽出法

8.8.1 で作成した試験部位を硬質ろ紙に入れたまま、試験部位の 25 倍量の (37 ± 2) °C の水 (6.1.7) を入れてふやかし粉碎する。適切な大きさの容器 (6.2.6) に、定量的に混合物を入れる。試験部位の 25 倍量の (37 ± 2) °C の 0.14 mol/l 塩酸水溶液 (6.1.2) を入れる。

1 分間振り混ぜ混合液の酸性度を測定する。大量のアルカリ性物質が含まれる場合、過希釈を避けるため、約 6.0 mol/l 塩酸水溶液 (6.1.5) を用いて pH を 1.0~1.5 の間に調節する。アルカリ性物質は一般に炭酸カルシウム由来である。総溶液量に対する pH 調製のため用いた塩酸の総使用量は 10 e) に従って報告する。

試験部位中のアルカリ性物質が少量で混合液の pH が 1.5 より高い場合、1.0~1.5 の間になるまで約 2.0 mol/l 塩酸水溶液 (6.1.4) を振り混ぜながら滴下する。

混合物は遮光下、 (37 ± 2) °C において (6.2.5 参照) 1 時間振り混ぜた後、 (37 ± 2) °C で 1 時間放置する。

注— 0.07 mol/l 塩酸水溶液 (8.8.2 参照) 又は 0.14 mol/l 塩酸水溶液の量はワックスを除去する前の試験部位量で計算すること。

すばやくメンブレンフィルター (6.2.3) でろ過する。必要であれば最高 5000 g (6.2.4) で遠心分離する。この作業は放置終了後できるだけ早く完了しなければならない。遠沈に 10 分以上かけてはならず、10 e) に従って報告する。

得られた溶液を元素分析の前に 1 日以上保存する場合、溶液の塩酸濃度が約 1 mol/l となるように、塩酸を加えて安定化させること。そのことを 10 e) に従って報告すること。

8.9 固体又は液状のフィンガーペイント、ニス、ラッカー、磨き粉及び類似の材料を含む塗料

8.9.1 固形材料からの試験部位の作成

なるべく 100 mg 以上の試験部位を採取する。もし適当であれば、掻きとるか圧縮されない状態で 6 mm を超えない大きさの断片に切り取る。

10 mg を超える試料の各材質から試験部位を得ること。材料が $10 \sim 100 \text{ mg}$ の場合、試験部位の質量

を 10 e) に従って報告し、該当する元素量を 100mg の試験部位を使用したと仮定して算出する。

材料にグリース、オイル、ワックス又は類似の物質が含まれている場合、試験部位を硬質ろ紙に入れ、8.9.4 で記載される抽出試験の前に、1,1,1-トリクロロエタン又は適当な溶媒 (6.1.6) による抽出によりこれらの成分を取り除く。物質の除去が定量的であることを保証するために、分析測定を行う。使用した溶媒は 10 e) に従って報告する。

掻き取りにより採取した試験部位については、0.5mm の金属製ふるいにかける (6.2.1)。

8.9.2 液状材料からの試験部位の作成

試料から 100mg 以上の試験部位を得る。試験部位を得やすくするために、適当な有機溶媒を用いてもよい。

試料中に 10mg 以上の異なった材料が存在するならば、それぞれの試験部位を採取しなければならない。材料が 10~100mg の場合、試験部位の質量を 10 e) に従って報告し、該当する元素量を 100mg の試験部位を使用したと仮定して算出する。

材料が通常の使用で凝固を目的とし、グリース、オイル、ワックス又は類似の物質が含まれている場合、試験部位を通常の使用条件下で凝固させ、得られた物質を硬質ろ紙に入れる。8.9.4 で記載される抽出試験の前に、1,1,1-トリクロロエタン又は適当な溶媒 (6.1.6) による抽出によりこれらの成分を取り除く。物質の除去が定量的であることを保証するために、分析測定を行う。使用した溶媒は 10 e) に従って報告する。

8.9.3 グリース、オイル、ワックス又は類似の物質を含まない試料の抽出法

8.9.1 もしくは 8.9.2 に従って作成された試験部位を用い、8.7.3 の抽出法に従う。

8.9.4 グリース、オイル、ワックス又は類似の物質を含む試料の抽出法

8.9.1 もしくは 8.9.2 で作成された試験部位を硬質ろ紙に入れたまま、試験部位の 25 倍量の (37 ± 2) °C の水 (6.1.7) を入れてふやかし、粉碎する。適切な大きさの容器 (6.2.6) に混合物を入れ、試験部位の 25 倍量の (37 ± 2) °C の 0.14mol/l 塩酸水溶液 (6.1.2) を加える。

1 分間振り混ぜ混合液の酸性度を測定する。試験部位中に大量のアルカリ性物質が含まれる場合、過希釈を避けるため約 6.0mol/l 塩酸水溶液 (6.1.5) を用いて pH を 1.0~1.5 の間に調節する。アルカリ性物質は一般に炭酸カルシウム由来である。総溶液量に対する pH 調製のため用いた塩酸の総使用量は 10 e) に従って報告する。

試験部位中のアルカリ性物質が少量で混合液の pH が 1.5 より高い場合、1.0~1.5 の間になるまで約 2.0mol/l 塩酸水溶液 (6.1.4) を振り混ぜながら滴下する。

混合物は遮光下、(37 ± 2) °C において (6.2.5) 1 時間振り混ぜた後、(37 ± 2) °C で 1 時間放置する。

注—0.07mol/l 塩酸水溶液 (8.7.3 参照) 又は 0.14mol/l 塩酸水溶液の量はワックスを除去する前の試験部位量で計算すること。

すばやくメンブレンフィルター (6.2.3) でろ過する。必要であれば最高 5000g (6.2.4) で遠心分離する。この作業は放置終了後できるだけ早く完了しなければならない。遠沈に 10 分以上かけてはならず、10 e) に従って報告する。

得られた溶液を元素分析の前に 1 日以上保存する場合、溶液の塩酸濃度が約 1mol/l となるように、塩酸を加えて安定化させること。そのことを 10 e) に従って報告すること。

9 定量分析の検出限界

第 1 項に挙げた玩具抽出物の定量分析の際、定量値 (4.1 項の表 1) の最大 10 分の 1 を検出限界とする方法を使用しなければならない。測定方法の検出限界は、実験室で玩具材料の分析を行った際のブランク値の標準偏差の 3 倍と考えられる。