

この要件から逸脱した方法を使用する場合、10 e)に従って報告しなければならない。

10 試験報告書

試験報告書は少なくとも以下の項目を含まなければならない。

- a) 試験に供された製品、材料の種類及び名称
- b) ISO 8124 (ISO 8124-3:1997) の第3部を参照したということ
- c) 第9項の要件から逸脱している場合、各抽出元素量の測定に使用された手法及び検出限界
- d) 元素の定量値の分析補正後の結果は、mg 抽出元素/kg 玩具材料で表し、溶解性の元素に関する結果であることを記載する (4.2 参照)
- e) 第8項の要件に従って用いた手順の詳細
- f) 規定の試験手順と一致した方法を用いているか、もしくは逸脱した方法で行ったか
- g) 試験の年月日

付属書A (規範)

1, 1, 1-トリクロロエタンの酸性度を測定する試験法

A.1 試薬

A.1.1 水酸化ナトリウム標準溶液：(0.1±0.005) mol/l

A.1.2 フェノールフタレイン指示薬：0.5g のフェノールフタレインを 95%エタノールに溶解し、100ml とした後、微量の希塩酸もしくは水酸化ナトリウム水溶液を加え、薄いピンク色にさせたもの。

A.1.3 水：フェノールフタレイン指示薬を数滴加えた後、希釈した水酸化ナトリウム水溶液を加えて中和したもの。

A.2 試験法

中和した水 (A.1.3) 100ml を 250ml のフラスコに入れ、さらに試験試料 100ml を加え、フラスコに栓をし、よく振り混ぜる。2層に分離後、フェノールフタレイン指示薬 0.5ml を加え、上層が薄いピンク色になるまでマイクロビュレットを使って 0.1 mol/l の水酸化ナトリウム (A.1.1) を滴下する。

A.3 計算

1, 1, 1-トリクロロエタンの酸性度はトリクロロエタン 1g 当りの塩酸量 (μg) で表される。

$$\text{酸性度} = 36.5 \times V / \rho$$

V : 0.1mol/l 水酸化ナトリウムの量 (ml)

ρ : 1, 1, 1-トリクロロエタン試料の相対密度

付属書B (規範) ふるいの要件

表 B.1 ふるいの寸法及び許容誤差

単位：mm

目の呼び寸法	試験用ふるいのワイヤーの呼び径	許容誤差		
		個別の目の寸法に対する最大偏差	平均的な目の許容誤差	中間偏差 目の呼び寸法に中間偏差を足した数字を超える目は全体の6%以下であること
.500	0.315	+0.090	±0.018	+0.054

付属書C (参考)

手順の選択

図 C.1 は各玩具材料にどの手順を使用すべきかを示したものである。

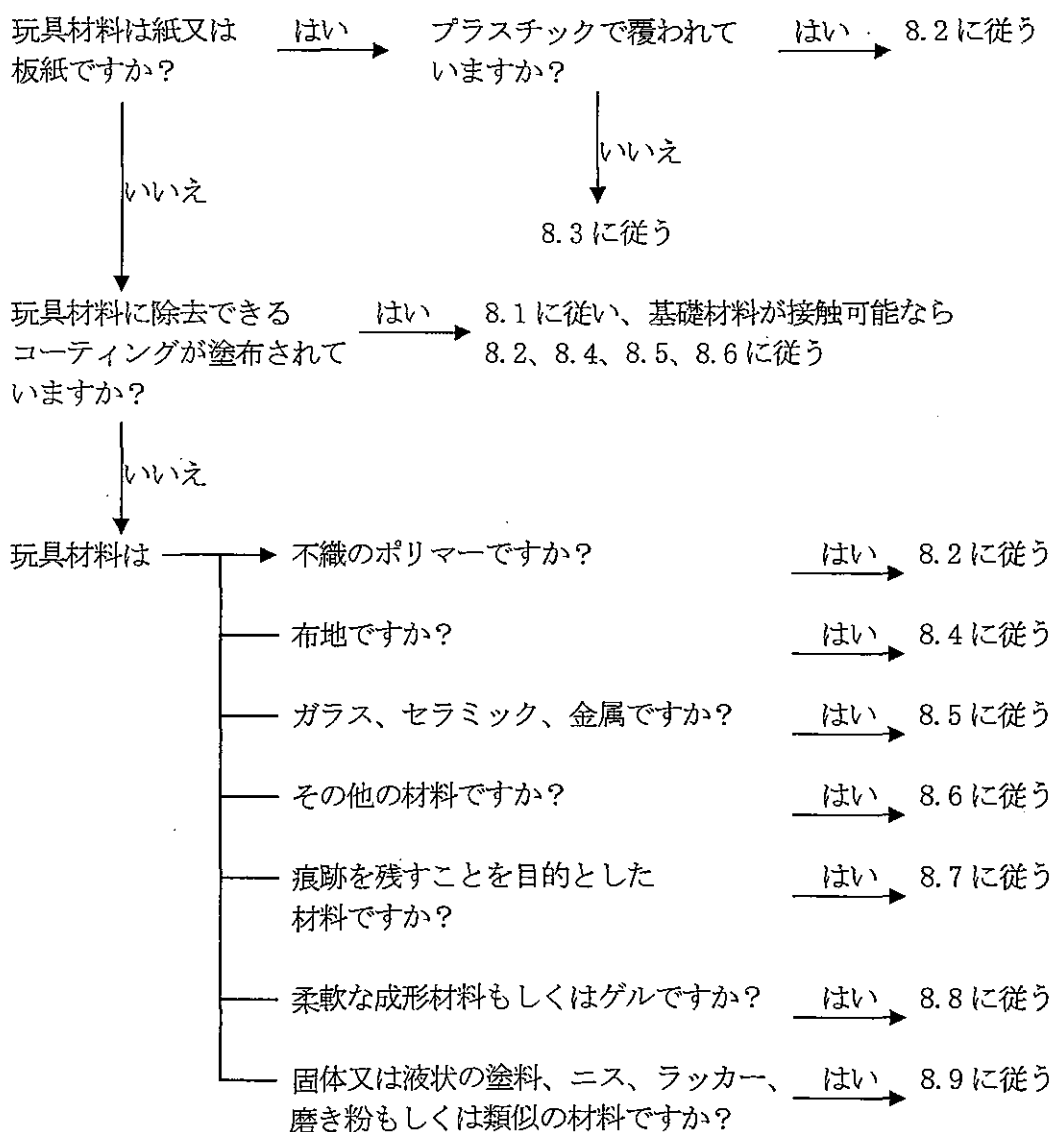


図 C.1—試験部位の作成と抽出手順を選ぶ指針

付属書D (参考)

背景と根拠

D.1 緒言

生物学的利用能は、1988年5月の欧州評議会指令 88/378/EEC、Safety of toys に関する規定 (1988年7月16日、Official Journal of the EC No.L 187 に発表) で定義され、これにより玩具材料由来の溶解性元素の抽出量を規定している ISO 8124 第3部における方法を導いた。

全ての溶出元素の定量を用いたアプローチは、以下の理由により断念した。

a) 上記の指令は生物学的利用能の限度値を示しており、また、擬似胃液を用いた抽出という観点からの玩具材料に含まれる元素の生物学的利用能と材質中の元素含有量との間に相関がみられなかった。

b) 硫酸バリウムのようないくつかの化合物は、放射線不透過性にするために製品中に2%含まれることがある。バリウムのこのような使用は、玩具については認めないか、又は個別の要件を設けるべきである。

c) カドミウム化合物は、ポリ塩化ビニル等のプラスチックの安定剤として使われることがある。このような化合物は、通常の条件下では擬似胃液に不溶である。もし全元素を測定するならば、カドミウム化合物の使用を ISO 8124 第3部の要件で扱わなければならない。不溶性の顔料の構成成分として含まれるセレンも同様である (D.4 参照)。

D.2 適用範囲

D.2.1 第1.3項

第1.3項はどのような玩具又は玩具部品が、毒性元素を含有する材料の摂取により障害の危険性がほとんどないという特性のために、ISO 8124 第3部から除外されるかを判断する方法を示したものである。

これには以下を含む多くの理由に対して論理的に検討された：

一 子供は成長するに従って、玩具又は玩具材料を口に入れる傾向は少なくなり、毒性のある元素の摂取によって生じるリスクは減少する。

一 玩具が大きければ、又は材料が接触しにくければ、毒性のある元素を摂取する危険は減少する。

従って、口に入れる又は口に近づける可能性のある玩具は、すべて試験すべきと考えられる。(例、鉛筆)

6歳児以上の子供用玩具については、毒性のある元素の摂取により障害がおこる有意な危険性はないと考えられた。

D.2.2 包装 (第1.4項)

第1.4項にある“玩具の一部とみなす除外規定”とは、ジグソーパズルが入っている箱、又は包装に説明書が掲載されているゲームの箱などを指す。ただし、6歳児までの子供用玩具に限定された要件である第1.3項の第2番目を考慮すべきである。簡単な説明書が入ったブリスターパックのようなものは対象にならない。

D.3 特別な要件 (4.1 参照)

溶解性バリウムの溶出限度値は以下の理由により、500mg/kg から 1000mg/kg に引き上げられた：
一 玩具に硫酸バリウムを使用した場合、酸性抽出液 [塩酸濃度 (0.07±0.005) mol/l、37°C] による溶解性バリウムのレベルは玩具材質質量当り 400~600mg/kg であった。このレベルは定量性に対する統計的な不確実性のために、合格又は不合格を示すことができない。

—生物学的には利用されないコロイド状の硫酸バリウム結晶の生成が、ろ過できないことにより、見かけ上の500mg/kgを超える溶解性バリウム量という結果を生じる。さらに、以前の玩具材料由来のバリウム溶出限度値500mg/kgは25.0 μ g/日の生物学的利用能及び8mg/日の玩具材料摂取量に基づいていない。25.0 μ g/日は3125mg/kg溶出限度値に対応する。溶出限度値500mg/kgは理論上の値が3125mg/kgであるにもかかわらず、意図的に選択されたものと理解される。溶出限度値が500mg/kgになったために、生物学的利用能は答申された25 μ gから4 μ gに引き下げられてしまった。25 μ gが最初の50 μ gから引き下げられたのは、欧州共同体委員会の話によれば、毒性学的理由からではなく、体内への回避可能な曝露量を減らすためであったことに留意すべきである。

D.4 試験手順の統計学的不確実性及び結果の解釈 (4.2 参照)

ほとんどの化学試験法は、ある材料中のある物質の総量を測定することを目的としている。これらは絶対的な又は真の価があるため、実験室間でよく一致した正確な結果を得ることを容易にする。

生物学的利用能が、欧州評議会指令88/378/EECの中で定義されているため、ISO 8124 第3部中の方法は、玩具材料からの溶解性元素の溶出量を測定することになった。このアプローチにともない、分析結果は特定された試験条件によって左右され、絶対的な又は真の価はない。そのため、このような溶出試験を行うときに、研究所間で統計的によく一致した結果を得ることはより困難である。

このことは、17の研究室が参加した1987年の欧州の研究室間の試験における統計的な情報(1988年度版EN71-3に掲載)によって示されている。同一の材料から得られた試験結果は、ろ液の溶解性元素濃度の測定に用いた測定法によって、研究所間で少なくとも30から50%の違いがでた。さらに、もし95%の信頼限界をとれば、これらの数字は約3倍高くなるであろう。

統計学的不確実性がこの程度あると、ISO 8124 第3部における最大限度値に近い試験結果が得られた場合、製造業者にとっても執行権限をもつ機関にとっても問題が生じてくる。そうすると、玩具の合格判定は統計学的に不可能であり、結果の解釈に矛盾が生じる。

標準試験条件下においては、玩具材料中の実際の総元素含有量と標準試験条件下での元素の溶出量との間に、直接の相関はない。従って、総元素含有量を測定し、その結果を溶解性元素量に換算しても、この問題に対する答えにはならない。総元素量の最大限度値を設定することは可能ではあるが、その場合欧州評議会指令88/378/EECを修正しなければならない。(付属書D.1参照)

1988年以降、玩具の塗料コーティングからの抽出法は、どのパラメーターが結果に有意に影響するかを調べるために徹底的に調査されてきた。結果に最も影響を及ぼす要素は塗料の削り取りと、その後粉砕によってつくられる塗料粒子の形状、寸法及び質量である。その他の要素としては、振とう法、温度及びろ紙の種類と多孔度が含まれる。

その結果、粒径300~500 μ mの塗料試験部位を採取するための削り取りと粉砕の手順が試験手順の改正案として提案された。1993年に、29の研究室が参加したヨーロッパにおける研究室間試行において、この改正された方法とEN71-3(1988年)の方法とを比較した。

この試行において、同一材料を用いた時の結果が、試験部位の調製法とろ液の溶解性元素濃度の測定に用いた測定法によって、25~80%違ってくるのが分かった。

研究所間での統計学上の調和により、粒径300~500 μ mの試験部位を採取しても改善はみられなかったが、特定した掻き取り手順を用いると改善が見られた。しかし、どの改善も、提案された変更を正しいと評価するには有意なものではなかった。

この試行において、異なる測定法の使用が、試験手順の統計学的不確実性に寄与した。また、正確な測定を保証するため、研究室が定期的にそれぞれの機器をチェックし、校正する必要があることも判った。今回、誘導結合プラズマ(ICP)が多くの研究所で使用され、大部分の元素について、特にヒ素、アンチモン、セレンでより一致する傾向があった。しかし、ICPは同じ元素の低濃度のための水素化物発生法ほど感度がよくなかった。

試験結果が研究室間でよくても25%ばらつく試験法は、一般に参照法としては技術的に不相当だと

考えられるだろう。しかし、実際には玩具は簡単にこの試験によって合否が判定でき、結果が不確実性の領域に入るのはほんの少しである。このような場合は、研究所が同じ方法で結果を判断することが重要である。

試験法は、時間や経費を費やし、時には統計上の合意や安全性の問題で、利益にならない研究室の負担なしには改良されないということが了解された。そのため、試験法については、玩具からの塗料の削り取り、500 μ 目のふるいを通る試験部位の採集、ろ液の可溶性元素濃度の測定を、各研究所が好む方法を使用して構わない。

結果について一貫性のある解釈をするため、ISO 8124 第3部では、全ての測定法に適用可能な各元素の補正係数が導入された。この補正係数は、1988年のEN71-3の精度管理データから採用され、分析結果が限度値の最大量に等しいか又はそれを上回る場合に使用される。分析結果は、4.2に記載したように、該当する補正係数を使って補正される。この結果の解釈法は、安全な玩具と安全でない玩具とを区別し、子供の安全を保证するためのスクリーニング試験として、極めて妥当である。

将来的には、各研究所が参照試料を使用し、研修等に参画することにより、試験法をチェックしまた比較することが推奨される。

D.5 試薬 (6.1 参照)

D.5.1 1,1,1-トリクロロエタン (6.1.6 参照)

この項は、1,1,1-トリクロロエタンが許容される酸性度の最大量を制限している。よく知られているように、この溶媒は日光に当たると分解して塩酸を生じる。

モントリオール議定書によれば、1,1,1-トリクロロエタンは一般用途には段階的に禁止される予定である。ISO 8124 第3部では、その他の適当な溶媒を使用してもよいとしているが、1,1,1-トリクロロエタンと同程度にワックスやグリースの抽出に有効であるかを評価する必要がある。

D.6 器具 (6.2 参照)

D.6.1 平織にワイヤーを交差させたステンレス製ふるい (6.2.1 参照)

付属書D.4 参照。

D.6.2 pH 測定手段 (6.2.2 参照)

pH 測定は pH 計に限定しない。

D.6.3 遠心分離 (6.2.4 と 8 項参照)

この項は遠心分離の必要条件を明記している。第8項は遠心分離の制限と遠心分離が許される時間(10分まで)が記載され、これを10e)に従って報告することが求められている。遠心分離によりバリウムの抽出量が上昇することが報告されているため、後者の報告は必須である。

D.6.4 一連の容器 (6.2.6 参照)

容器の総容量の記載は、より効率的な抽出を行うため、溶液の適切な移動を保証することを目的としている。

D.7 試験部位の選定 (7 項参照)

異なる材料又は色彩が組み合わされた「複合体」からなる試験部位の分析は、適切でないし、通常「5.0ml」試験法が可能であれば必要ない。理論的見地から見て、もし複合材でなければ生じるであろう毒性のある元素の溶出量が減少しうるため、複合材料の分析は不十分である。簡単な事例として、塗料からのバリウム抽出量が別の塗料と同時に抽出した場合に減少することが知られている。これは、2番目の塗料中の対イオンがバリウムを沈澱させたためと推定される。サルフェートは、そうした対イオンの1つである。サルフェート自身がこれに関与したか否かは不明であるが、この

原理を確立するのに重要なことではない。このため、点印刷等、着色部位又は玩具材料の分離が不可能な場合以外は、独立した部位は1つのサンプルとして扱う。

注記では、玩具の形をとっていない玩具材料を、参考用に試験することは可能であるとしている。しかし、ISO 8124 第3部は、試験部位を玩具そのものから採取することをはっきりと要求している。

D.8 紙及び板紙—試験部位の作成 (8.3.1 参照)

紙及び板紙、表面コーティングなどは、単一の材料として扱うべきであり、そのコーティングを除去しないで、試験部位にはその表面を代表する部分が含まなければならない。幼児が紙や板紙を噛む実際の状況下においては、コーティングが選択的に除去されることはありえないし、下地も同程度に重要であると考えられるため、この方法が採択された。

D.9 天然又は合成の布—試験部位の作成 (8.4.1 参照)

複雑な模様入りの織物から、着色した試験部位を別々に採取することは不可能なため、その材質のすべての彩色を代表する1つの試験部位を採取する。

D.10 ガラス、セラミック、金属材料—試験部位の作成 (8.5.1 参照)

ISO 8124-1 のスモールパーツシリンダーに完全に納まらない玩具又は玩具部品は、摂食による危険がなく、また、模擬唾液で得られた抽出量はほんのわずかであるため、試験は行わない。スモールパーツシリンダーは、該当する全ての年齢層の玩具及び玩具構成部品の大きさを判断するため使用する。ガラス、セラミック及び金属材料の細分化は不適當である。試験液の振とうは、多くの実例で効果がなかったため、抽出は溶液を振り混ぜないで行う。容器の直径及び試験部位の向きは、ばらつきが最小限になるよう選択した。

完全に被覆されたガラス、セラミック及び金属材料は、ISO 8124-1 で規定されているように、接触しないので、本要件に従って試験は行わない。ガラス、セラミック及び金属材料の表面が、コーティングによってたとえ部分的に被覆されていても接触可能である場合、これらの材料は 8.1.1 の方法に従ってその部分コーティングを完全に除去した後、8.5.2 に従って試験を行う。ISO 8124 第3部の第7項に規定されるように試験部位は、1つの玩具から採取するものであるため、この手順は1つの妥協策である。

D.11 その他の材料 (全体が着色しているか否かは問わない) (8.6 参照)

この項は、400g/m²以上の質量の紙、板紙、そしておそらく繊維板及び硬質繊維板等が適用される。全体が着色された材料及びその他の着色されていない木材、硬質繊維板、革、骨等に適用される。それらは何らかの他の処理を受けたかもしれないが、EN71-3(1988)では規定されていない。

付属書 E (参考)

参考文献

- [1] EN71-3:1988, 玩具の安全性—特定元素の溶出
- [2] 1988年5月3日の玩具の安全性に関する欧州評議会指令 88/378/EEC (1988年7月16日、Official Journal of the EC No. L187 に発表)。
- [3] 1993年7月22日の欧州評議会指令 93/68/EEC、pp. 4 と 5, 玩具の安全性に関する改正指令 88/378/EEC (1993年8月30日、Official Journal of the EC No. L220 に発表)。