

通知において管理することを検討している内容について

今般の改正において、食品、添加物等の規格基準（昭和 34 年厚労省告示第 370 号）第 3 器具及び容器包装での管理から通知での管理を検討しているのは以下のとおり。

1. 資料 1-2 の II の（1）の①用途別規格の整理関連（別添 1 参照）

乳等の常温保存可能品については、乳及び乳製品の成分規格等に関する省令（昭和 26 年厚生省令第 52 号。以下、「乳等省令」という。）において、牛乳、成分調製牛乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳、加工乳、調製液状乳及び乳飲料のうち、連続流動式の加熱殺菌機で殺菌後、あらかじめ殺菌した容器包装に無菌的に充填したものとしている。

現在、乳肉水産食品部会において、乳等省令で規定する乳等の常温保存可能品に関する規格基準を改正する審議をしており、当該改正省令に関する通知において示すこととしている。

2. 資料 1-2 の II の（2）一部の試験法の通知化関連（別添 2 参照）

器具・容器包装に関する試験法として、別添のとおり通知において、第 1 章総則、第 2 章材質試験法、第 3 章溶出試験法を示すこととする。

(令和5年8月2日薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会乳肉水産食品部会資料1別紙を一部抜粋・加工)

乳等省令の改訂方針

①「摂氏10度以下での保存を要しない製品」に係る規格基準の改正内容

※ 摂氏10度以下での保存を要しない製品について、①殺菌後に容器包装に充填する製品と②容器包装に充填後に殺菌する製品に区分した上で、それぞれ以下のような規格基準を設定する予定。

○殺菌後充填製品に係る改正内容

	現行	改正案
成分規格	牛乳等^{※1} 無脂乳固形分、乳脂肪分 ^{※2} 、比重 ^{※2} 、酸度 細菌数：50,000以下、大腸菌群：陰性 (常温保存可能品は上記の規格に加え、次の規格に適合すること) <u>細菌数0</u> 酸度0.02%以内 アルコール試験陰性	牛乳等^{※1} 無脂乳固形分、乳脂肪分 ^{※2} 、比重 ^{※2} 、酸度 (常温保存可能品は上記の規格に加え、次の規格に適合すること) <u>発育し得る微生物が陰性</u>
	乳飲料 細菌数：30,000以下、大腸菌群：陰性 (常温保存可能品は上記の規格に加え、次の規格に適合すること) <u>細菌数0</u>	乳飲料 (常温保存可能品は次の規格に適合すること) <u>発育し得る微生物が陰性</u>
	調製液状乳 (常温保存可能品は次の規格に適合すること) <u>細菌数0</u>	調製液状乳 (常温保存可能品は次の規格に適合すること) <u>発育し得る微生物が陰性</u>
製造に係る規定	牛乳等^{※1}・乳飲料・調製液状乳 <u>常温保存可能品として厚生労働大臣が認めたもの</u> 省令改正に関する施行通知において、「常温保存可能品の容器包装にあつては、遮光性を有し、かつ気体透過性のないものであること。ただし、内容物が油脂の変敗による品質の低下のおそれのない場合であつては、この限りでない。」旨を示す予定	牛乳等^{※1}・乳飲料・調製液状乳 <u>発育し得る微生物を死滅させるのに十分な効力を有する120℃で4分間加熱する方法又はこれと同等以上の効力を有する方法で加熱殺菌した原材料を用い、予め殺菌した適切な容器包装へ無菌的に充填する方法を定め、その定められた方法により充填。</u>
保存基準	牛乳等^{※1}・乳飲料・調製液状乳 常温を超えない温度で保存すること ※改正不要	牛乳等^{※1}・乳飲料・調製液状乳 常温を超えない温度で保存すること
その他の基準(記録)	乳の処理及び乳製品の製造に際し乳又は乳製品を殺菌する場合には、自記温度計を付けた殺菌機で行い、その自記温度計の記録は三月間(常温保存可能品にあつては一年間)保存すること。	乳の処理及び乳製品の製造に際し乳又は乳製品を殺菌する場合には、自記温度計を付けた殺菌機で行い、その自記温度計の記録は三月間(殺菌後充填製品及び充填後殺菌製品にあつては消費されるまでの期間を踏まえ、合理的に設定すること) ※3) 保存すること。

※1：牛乳、成分調整牛乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳及び加工乳

※2：成分調整牛乳及び加工乳は除く

※3：食品衛生法施行規則第66条の2第3項第3号を参考

通知化する試験法等のイメージ（案）

第1章 総則

1. 単位及び記号

(1) 主な計量の単位は、次の記号を用いる。

メートル	m
センチメートル	cm
ミリメートル	mm
マイクロメートル	μm
ナノメートル	nm
グラム	g
ミリグラム	mg
マイクログラム	μg
セルシウス度	°C
モル	mol
平方センチメートル	cm ²
リットル	L
ミリリットル	mL
マイクロリットル	μL

(2) 質量百分率を示すには、%の記号を用いる。液体又は気体 100mL 中の物質質量 (g) を示すには w / v % の記号を用いる。液体又は気体 100mL 中の物質質量 (mL) を示すには vol % の記号を用いる。ただし、百分率における固体の物質質量 (g) は、別に規定するもののほか、無水物として算定した量を表す。

(3) 温度の表示は、セルシウス法を用い、アラビア数字の右に°Cを付けて示す。また、試験操作において温度を整数で示す場合の許容範囲は、通例、指定した温度の±1°C又は±5%のいずれか大きい方とする。

2. 用語

(1) 「分析対象物質」とは、第2章及び第3章に規定する試験法によって分析する化合物であって、規格基準告示の第3 器具及び容器包装で規格が定められた物質をいう。

(2) 「試験」とは、規格基準告示で定める規格に適合していることの判定を目的として実施する分析をいう。

(3) 「試験法」とは、試験に用いる分析法をいう。

(4) 「材質規格」とは、試料に残存又は含有されている試験対象物質の量を制限するための規格をいう。

(5) 「材質試験」とは、試料中の分析対象物質の含有量を定量する、又は規格に適合して

いるかを判定するための試験をいう。

- (6) 「溶出規格」とは、所定の方法によって試料から食品擬似溶媒に移行する試験対象物質の量を制限するための規格をいう。
- (7) 「溶出試験」とは、所定の方法によって試料から食品擬似溶媒に移行する試験対象物質の量を定量する、又は規格に適合しているかを判定するための試験をいう。
- (8) 「規格値」とは、規格基準告示により示される適合判定の基準となる値をいう。
- (9) 「含有量」とは、試料に含まれる物質濃度をいう。
- (10) 「溶出量」とは、試料から食品擬似溶媒に移行した物質濃度をいう。
- (11) 「食品擬似溶媒」とは、溶出試験に用いる指定された溶媒をいう。
- (12) 「常温」は15～25℃、「室温」は1～30℃、「冷所」は1～15℃の場所とする。
- (13) 「加温」とは、別に温度を規定するもののほか、60～70℃に熱することである。「加熱」とは、別に温度を規定するもののほか、90～100℃に熱することである。
- (14) 「冷後」とは、加温又は加熱されたものが試験を実施する場所の温度まで下がった後をいう。
- (15) 「直ちに」とは、通例、前の操作の終了から30秒以内に次の操作を開始することをいう。一晩放置とあるのは、通例、12～20時間程度静置することをいう。
- (16) 「密封」とは、通常取扱又は貯蔵の間に、空気又はその他のガスが侵入しないようにすることをいう。

3. 試験

- (1) 試験は原則として食品又は添加物に直接接触する部分を対象として行う。
- (2) 試験は適合判定を行うことが可能な選択性、真度、精度及び定量限界を有する分析法により実施する。
- (3) 第2章及び第3章に規定する試験法以外の方法によって試験を実施しようとする場合には、同章に規定する試験法と比較して、選択性、真度、精度及び定量限界において、同等又はそれ以上の性能を有すると認められる方法によって実施する。
- (4) 第3章に規定する試験法で用いる試験溶液は、規格基準告示の第3 器具及び容器包装の部B 一般の試験法の項の12 溶出試験における試験溶液の調製法に従って調製したものをを用いる。
- (5) 試験を実施する場所の温度は、別に規定するもののほか、15～30℃とする。
- (6) 試験に用いる試料は、原則として洗浄せず、綿くず等のでない布、ブラシ等で表面のほこり等を除去したのちに試験に供する。
- (7) 質量を単に「量る」と記載した場合の採取量は、記載された数値の次の桁で四捨五入した値が、その数値になる量をいう。例えば、1gとは0.5～1.4g、1.0gとは0.95～1.04g、1.00gとは0.995～1.004gを量ることを意味する。
- (8) 質量を「精密に量る」とは、規格値の桁数を考慮して必要な桁数まで読みとることを

いう。例えば、規格値が1桁、量り採る質量が0.1gの場合、4桁目まで(0.1mgの桁)を読みとり、4桁目を四捨五入した値を量り採った質量とする。通例、0.1mgまで読みとる場合には化学はかり、10 μ gまで読みとる場合にはセミマイクロ化学はかり、1 μ gまで読みとる場合にはマイクロ化学はかりを用いる。

- (9) 定量等に供する試料の採取量に「約」を付けたものは、記載された量の $\pm 10\%$ の範囲をいう。
- (10) 容量を単に「量る」とは、別に規定するもののほか、メスシリンダー又はこれと同程度以上の精度のある器具を用いて計量することをいう。
- (11) 容量を「正確に量る」とは、別に規定するもののほか、ホールピペット、ビュレット又はこれらと同程度以上の精度のある体積計を用いて計量することをいう。また、「正確に100mLとする」等と記載した場合は、別に規定するもののほか、メスフラスコ又はこれと同程度以上の精度のある定容用器具を用いて定容することをいう。
- (12) 検量線は、規格値に相当する濃度を含む異なる3点以上の濃度点から作成する。
- (13) 試験によって得られた値(以下「実測値」という。)は、規定された値(以下「規格値」という。)より1桁下まで求め、その多く求めた桁について四捨五入して得られた値とし、この値を規格値と比較することにより判定を行う。

4. 試薬・試液

- (1) 第2章及び第3章に規定する試験法によって試験を実施する場合の試薬・試液は、規格基準告示の第3 器具及び容器包装の部C 試薬・試液等の項に掲げるもの又は別紙に掲げるものとする。
- (2) 試験に用いる水は、別に規定するもののほか、食品用製造用水を超ろ過(逆浸透、限外ろ過)、イオン交換、蒸留又はそれらの組み合わせにより精製した水であり、精製した後、速やかに用いる。ただし、適当な容器に入れ、微生物や化学物質による汚染の抑制が図られる場合、一定期間保存したものを用品いてもよい。
- (3) 試験に用いる試薬、ガス、器具等は、試験結果に影響を与えないものを用品いる。
- (4) 溶質名の次に溶液と記載し、特に溶媒名を示さないものは、水溶液を示す。
- (5) 1mol/L塩酸、50vol%エタノール等、液状の試薬名に単に濃度を表示したものは、別に規定するもののほか、水を用いて希釈したものを示す。
- (6) 混液を(10:1)、(5:3:1)等と記載したものは、液状の物質の10容量と1容量の混液、5容量と3容量と1容量の混液等を示す。

5. 装置等

- (1) 第2章及び第3章に規定する試験法によって試験を実施する場合の装置について、「高速液体クロマトグラフ」と規定している場合は、検出器に紫外分光光度型検出器又はフォトダイオードアレイ検出器を用いることができる。「液体クロマトグラフ・質量分析計」

と規定している場合は、LC-MS 及び LC-MS/MS いずれの使用も可能である。「ガスクロマトグラフ・質量分析計」と規定している場合は、GC-MS 及び GC-MS/MS いずれの使用も可能である。

- (2) ろ過は、別に規定するもののほか、ろ紙を用いて行う。
- (3) 比色管は、外径 23~25mm、50mL まで目盛りを付けた無色のガラス製共栓平底試験管を用いる。ただし、それぞれの管の 50mL 目盛り線の高さの差が 2mm 以下のものを用いる。

第2章 材質試験法

アミン類試験法

1. 分析対象物質

トリエチルアミン及びトリブチルアミン

2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計

3. 標準原液

トリエチルアミン標準原液 トリエチルアミン塩酸塩 68mg を量り、2%ギ酸及びアセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 50mL とする。本液 1 mL はトリエチルアミン 1 mg を含む。

トリブチルアミン標準原液 トリブチルアミン 50mg を量り、2%ギ酸及びアセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 50mL とする。本液 1 mL はトリブチルアミン 1 mg を含む。

アミン類混合標準原液 トリエチルアミン標準原液及びトリブチルアミン標準原液 1 mL を正確に量り、2%ギ酸及びアセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL はトリエチルアミン及びトリブチルアミンをそれぞれ 10 μ g を含む。

4. 試験溶液の調製

試料を細切し、その 1.0 g を精密に量り、2%ギ酸及びアセトニトリル混液（1：1）1 mL 及びジクロロメタン 10mL を加えて試料を溶解させる。水を 1 mL 加えた後、よくかき混ぜながらアセトン 120mL を徐々に加え、ポリマーを析出させる。1時間以上放置後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、上清を 300mL ナスフラスコに採る。沈殿にアセトン 30mL を加えて洗浄後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、上清を先の 300mL ナスフラスコに合わせる。40 $^{\circ}$ C以下で減圧濃縮し 1 mL 以下まで溶媒を留去する。これに 2%ギ酸及びアセトニトリル混液（1：1）を加え正確に 50mL とする。その 1 mL を採り、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

アミン類混合標準原液を 2%ギ酸及びアセトニトリルの混液（1：1）で希釈し 0.0025 ~ 0.05 μ g/mL の溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しトリエチルアミン及びトリブチルアミンのピーク高さ又はピーク面積を求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム スルホベタイン基化学結合型シリカゲルカラム（内径 2.1mm、長さ 150mm、粒子

径 3.5 μ m) を用いる。

カラム温度 40°C

移動相 A : 0.1%ギ酸含有 12.5mM ギ酸アンモニウム

B : 0.1%ギ酸含有アセトニトリル

A/B : 40/60(0-10min)-100/0(10-15min)-40/60(15-25min)

流速 0.2mL/min

注入量 2 μ L

イオン化法 ESI(+)

定量イオン及び定性イオン

	トリエチルアミン	トリブチルアミン
MS 条件	102	186
MS/MS 条件	102→74 (定量イオン)	186→130 (定量イオン)
	102→58 (定性イオン)	186→57 (定性イオン)

6. 試験

試験溶液を 5. 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、トリエチルアミン及びトリブチルアミンのピーク高さ又はピーク面積を求める。次に、検量線を用いて試験溶液中の各物質の濃度 (μ g/mL) を求め、次式により試料中の各物質の含有量 (μ g/g) を求める。

$$\text{試料中の各物質の含有量 } (\mu\text{g/g}) = \frac{\text{試験溶液中の各物質の濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times 50 \text{ (mL)}}{\text{試料の重量 (g)}}$$

7. 留意事項

1) 分析対象であるトリエチルアミン及びトリブチルアミンのコンタミネーション（主に、ガラス吸着を理由とするコンタミネーション）を予防するために、以下に示す手順で分析器具を洗浄した後に用いること。

2%以上のギ酸槽を用意する。これに使用するガラス器具を一晩浸漬し、水ですすぎ乾燥させる（以下、「ギ酸洗浄」という。）。ギ酸槽を作成するのに用いるギ酸は1級のものでよい。

ギ酸洗浄するガラス器具の例を以下に示す。

三角フラスコ、ナスフラスコ、ホールピペット、メスフラスコ、保存瓶、測定バイアル

なお、ガラス器具以外の材質の器具は一晩ギ酸槽に浸漬する必要はなく、ギ酸槽に数回潜らせたのち水ですすぎ乾燥させる。

- 2) 分析対象化合物から得られる分析値に影響を及ぼす不純物等の含有を認めない試薬を使用すること。なお、分析に用いる試薬は、新たに開封後の試薬をアミン類分析専用として他の分析に用いる試薬とは区別して用いることが望ましい（コンタミネーション予防のためであり、特に、ギ酸、アセトニトリル、1 mol/L ギ酸アンモニウム溶液はアミン類分析専用とすること）。
- 3) トリエチルアミン及びトリブチルアミンは光曝露により徐々に分解する可能性があるため、ガラスの保存瓶を用いる場合は褐色の器具や保存瓶を使用するのが望ましい。
- 4) 使用するカラムとして ZIC-HILIC（メルク社製）が挙げられる。
- 5) 機器の性能に応じて、移動相条件のうちカラム洗浄時間及びカラム平衡化時間を変更してもよい。
- 6) トリエチルアミンはオートサンプラーのニードル等に残留しやすいためキャリーオーバーに注意する。ニードルの洗浄液として 0.1%ギ酸 50%メタノールでキャリーオーバーがほぼ解消されることを確認している（洗浄液中のメタノール含有量を 50%以上にする）。

8. 参考文献

- ・ 杉田たき子ら：NPD-GC によるポリカーボネート中のトリエチルアミン及びトリブチルアミンの分析法、食品衛生学雑誌、36、501-505（1995）

塩化ビニリデン試験法

1. 分析対象物質

塩化ビニリデン

2. 装置

水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ

3. 標準原液

塩化ビニリデン標準原液 100mL のメスフラスコに約 98mL の N, N-ジメチルアセトアミドを入れ、シリコーンゴム栓をする。このメスフラスコに塩化ビニリデンを 250 μ L、シリコーンゴム栓を通して注入する。更にシリコーンゴム栓を通して N, N-ジメチルアセトアミドを注入して正確に 100mL とする。この液 1 mL を正確に量り、N, N-ジメチルアセトアミドを加えて正確に 50mL とする。本液 1 mL は塩化ビニリデン 60 μ g を含む。

4. 試験溶液の調製

試料を細切し、その 0.5 g を精密に量り、20mL のセプタムキャップ付きガラス瓶に入れる。次いで、N, N-ジメチルアセトアミド 2.5mL を正確に加え、直ちに密封したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

塩化ビニリデン標準原液を N, N-ジメチルアセトアミドで希釈し、0.24~2.4 μ g/mL の溶液を数点調製し、その 2.5mL を正確に量り 20mL のセプタムキャップ付きガラス瓶にそれぞれ入れ、直ちに密封したものを検量線溶液とする。これらを 90 $^{\circ}$ C に保ちながら時々振り混ぜて 1 時間加熱する。その後、それぞれの気相 0.5mL を用いて次の操作条件（例）で測定し、塩化ビニリデンのピーク面積値又はピーク高さを求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム 内径 0.25mm、長さ 25m のケイ酸ガラス製細管に、スチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂を 3 μ m の厚さでコーティングしたものをを用いる。

カラム温度 80 $^{\circ}$ C で 1 分間保持した後、毎分 10 $^{\circ}$ C で昇温し、250 $^{\circ}$ C に到達後 10 分間保持する。

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

キャリアーガス圧力 75kPa

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

注入口温度 200 $^{\circ}$ C

注入方式 スプリット

スプリット比 10 : 1

6. 試験

試験溶液を 90℃に保ちながら時々振り混ぜて 1 時間加熱する。その後、気相 0.5mL を用いて 5. 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、塩化ビニリデンのピーク面積値又はピーク高さを求める。次に、検量線を用いて試験溶液中の塩化ビニリデンの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求め、さらに次式により試料中の塩化ビニリデンの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) を求める。

試料中の塩化ビニリデンの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) = 試験溶液中の塩化ビニリデンの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) \times 2.5 (mL) / 試料の重量 (g)

7. 留意事項

- 1) 規格値に相当する検量線溶液の濃度は、1.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ である。
- 2) 塩化ビニリデン標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- 3) GC-MS を用いることもできる (大野ら)。

8. 参考文献

・大野浩之ら：ヘッドスペース-GC/MS によるポリ塩化ビニルおよびポリ塩化ビニリデン製品中の塩化ビニルおよび塩化ビニリデンの分析、食品衛生学雑誌、46、8-12 (2005)

塩化ビニル試験法

1. 分析対象物質

塩化ビニル

2. 装置

水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ

3. 標準原液

塩化ビニル標準原液 200mL のメスフラスコに約 190mL のエタノールを入れ、シリコーンゴム栓をして重量を測定する。このメスフラスコをメタノール・ドライアイス浴で冷却し、あらかじめ液化した塩化ビニル 200mg をシリコーンゴム栓を通して注入する。シリコーンゴム栓を通して、メタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノールを注入して正確に 200mL とする。次いで、これをメタノール・ドライアイス浴で冷却し、その 1mL を正確に量り、メタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノールを加えて正確に 100mL とする。メタノール・ドライアイス浴中で保存する。本液 1mL は塩化ビニル 10 μ g を含む。

4. 試験溶液の調製

試料を細切し、その 0.5g を精密に量り、20mL のセプタムキャップ付きガラス瓶に入れる。次いで、N, N-ジメチルアセトアミド 2.5mL を正確に加え、直ちに密封したものを試験溶液とする。ただし、溶解が困難な試料にあっては、密封後常温で時々振り混ぜて一晩放置する。

5. 検量線の作成

塩化ビニル標準原液をメタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノールで希釈し 0.04~0.4 μ g/mL の溶液を数点調製し、その 2.5mL を正確に量り 20mL のセプタムキャップ付きガラス瓶にそれぞれ入れ、直ちに密封したものを検量線溶液とする。これらを 90 $^{\circ}$ C に保ちながら時々振り混ぜて 1 時間加熱する。その後、それぞれの気相 0.5mL を用いて次の操作条件（例）で測定し、塩化ビニルのピーク面積値又はピーク高さを求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム 内径 0.25mm、長さ 25m のケイ酸ガラス製細管に、スチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂を 3 μ m の厚さでコーティングしたものをを用いる。

カラム温度 80 $^{\circ}$ C で 1 分間保持した後、毎分 10 $^{\circ}$ C で昇温し、250 $^{\circ}$ C に到達後 10 分間保持する。

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

キャリアーガス圧力 75kPa

検出器温度 250°C

注入口温度 200°C

注入方式 スプリット

スプリット比 10 : 1

6. 試験

試験溶液を 90°C に保ちながら時々振り混ぜて 1 時間加熱する。その後、気相 0.5 mL を用いて 5. 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、塩化ビニルのピーク面積値又はピーク高さを求める。次に、検量線を用いて試験溶液中の塩化ビニルの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求め、さらに次式により試料中の塩化ビニルの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) を求める。

試料中の塩化ビニルの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) = 試験溶液中の塩化ビニルの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) \times 2.5
(mL) / 試料の重量 (g)

7. 留意事項

- 1) 規格値に相当する検量線溶液の濃度は、 $0.2\mu\text{g}/\text{mL}$ である。
- 2) 塩化ビニル標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- 3) 試験溶液及び検量線溶液は、使用時までメタノール・ドライアイス浴中で保存する。
- 4) GC-MS を用いることもできる (大野ら)。

8. 参考文献

・大野浩之ら：ヘッドスペース-GC/MS によるポリ塩化ビニルおよびポリ塩化ビニリデン製品中の塩化ビニルおよび塩化ビニリデンの分析、食品衛生学雑誌、46、8-12 (2005)

カドミウム試験法

1. 分析対象物質

カドミウム

2. 装置

原子吸光光度計

3. 標準原液

カドミウム標準原液 金属カドミウム 100mg を量り、10%硝酸 50mL に溶かして水浴上で蒸発乾固し、残留物に 0.1mol/L 硝酸を加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL はカドミウム 1 mg を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 合成樹脂製の器具又は容器包装

試料を細切し、その 1.0 g を白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に精密に量り、硫酸 2 mL を加え徐々に加熱し、更に硫酸の白煙がほとんど出なくなり、大部分が炭化するまで加熱する。これを約 450°C の電気炉で加熱して灰化する。完全に灰化するまで、蒸発皿の内容物を硫酸で潤して再び加熱する操作を繰り返し行う。この残留物に 50vol% 塩酸 5 mL を加えてかき混ぜ、水浴上で蒸発乾固する。冷後 0.1mol/L 硝酸 20mL を正確に加えて溶解し、不溶物がある場合はろ過をしたものを試験溶液とする。

2) ゴム（シリコーンゴムを除く）製の器具又は容器包装

試料を細切し、その 1.0 g を白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に精密に量り、硫酸 2 mL を加えて徐々に加熱し、更に硫酸の白煙がほとんど出なくなり、大部分が炭化するまで加熱する。これを約 450°C の電気炉で加熱して灰化する。完全に灰化するまで、蒸発皿の内容物を硫酸で潤して再び加熱する操作を繰り返し行う。この残留物に 50vol% 塩酸 5 mL を加えてかき混ぜ、水浴上で蒸発乾固する。冷後 0.1mol/L 硝酸 20mL を正確に加えて溶解し、不溶物がある場合はろ過をしたものを試験溶液とする。

3) シリコーンゴム製の器具又は容器包装

試料を細切し、その 0.5 g を精密に量り、白金又はニッケル製のつぼに入れる。水酸化ナトリウム 5 g 及びホウ酸 2 g を加えかき混ぜる。ガスバーナーで内容物が溶解する温度で緩やかに加熱する。試料が完全に溶解したら直ちに加熱をやめ、室温で放冷する。ビーカーに熱水約 75mL 及びるつぼを入れ、適宜加温しながら振り混ぜてるつぼ中の固形物を溶解する。溶液から少量の水で洗浄しながらるつぼを取り除いた後、硝酸 15mL を入れた共栓付きフラスコにかくはんしながら少量ずつ注ぎ入れる。室温で一晩放置後、5 mol/L 酢酸アンモニウム試液を添加して pH3.5 に調整する。調整した液を、あらかじめメタノール 5 mL、0.1mol/L 硝酸 5 mL 及び水 10mL をそれぞれ注入して流したキレート樹脂ミニカラム

(500mg) に注入する。さらに 1 mol/L 酢酸アンモニウム試液及び水 10mL を注入する。その後、0.1 mol/L 硝酸で溶出して溶出液 10mL を正確に採取したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

カドミウム標準原液を 0.1 mol/L 硝酸で規格値の 1/5 ~ 2 倍に相当する濃度の検量線溶液を数点調製する。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しカドミウムの吸光度を求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

測定波長 228.8nm

6. 試験

試験溶液を 5. 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、カドミウムの吸光度を求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のカドミウムの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求め、次式により試料中のカドミウムの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) を求める。

1) 合成樹脂製及びゴム（シリコーンゴムを除く。）製の器具又は容器包装

試料中のカドミウムの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) = 試験溶液中のカドミウムの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) \times 20 (mL) / 試料の重量 (g)

2) シリコーンゴム製の器具又は容器包装

試料中のカドミウムの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) = 試験溶液中のカドミウムの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) \times 10 (mL) / 試料の重量 (g)

7. 留意事項

- 1) 規格値に相当する検量線溶液の濃度は、それぞれ $5\mu\text{g}/\text{mL}$ （合成樹脂製及びゴム（ほ乳器具を除く。）製の器具又は容器包装）、 $0.5\mu\text{g}/\text{mL}$ （ゴム製ほ乳器具）である。
- 2) 装置には原子吸光光度計のほか、誘導結合プラズマ-発光分光光度計や誘導結合プラズマ-質量分析計を用いることもできる。（岸ら）
- 3) カドミウム標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- 4) 鉛試験法と同時に実施することができる。
- 5) カドミウムの材質規格は、原材料として使用してはならないことを趣旨としたものであり、規格値は試験を簡易化するために実用性がない濃度として設定された値である。

8. 参考文献

・金子令子ら：合成樹脂材質中のカドミウムおよび鉛試験法における共存金属の影響、食

品衛生学雑誌、45、29-34 (2004)

・六鹿元雄ら：合成樹脂製器具・容器包装におけるカドミウムおよび鉛材質試験法の性能比較、食品衛生学雑誌、55、269-278 (2014)

・岸 映里ら：マイクロウェーブ分解および ICP-MS を用いた合成樹脂製器具・容器包装中の有害元素の迅速分析法、日本食品化学学会誌、20、105-113 (2013)

ジフェニルカーボネート試験法

1. 分析対象物質

ジフェニルカーボネート

2. 装置

高速液体クロマトグラフ

3. 標準原液

ジフェニルカーボネート標準原液 ジフェニルカーボネート約 10mg を精密に量り、100mL のメスフラスコに採り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL はジフェニルカーボネート約 0.1mg を含む。

4. 試験溶液の調製

試料 1.0 g を精密に量り、ジクロロメタン 10mL を加えて試料を溶解させたのち、よくかき混ぜながらアセトン 120mL を徐々に加え、ポリマーを析出させる。1 時間以上放置後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、上清を 300mL ナスフラスコに採る。沈殿にアセトン 30mL を加えて洗浄後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、上清を先の 300mL ナスフラスコに合わせる。10%ジエチレングリコールアセトン溶液 2 mL を添加したのち、40°C以下で減圧濃縮し溶媒を留去する。これに 4%酢酸 50%アセトニトリルを加えて正確に 20mL とし、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ジフェニルカーボネート標準原液を水で希釈し、5~50 μ g/mL の溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しジフェニルカーボネートのピーク高さ又はピーク面積を求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム オクタデシルシリル化シリカゲルカラム（内径 4.6mm、長さ 250mm、粒子径 5 μ m）を用いる。

カラム温度 40°C

移動相 A：水

B：アセトニトリル

A/B：70/30(0-35min)-100/0(35-45min)-30/70(45-55min)

流速 1 mL/min

注入量 20 μ L

測定波長 217nm

6. 試験

試験溶液を5. 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、ジフェニルカーボネートのピーク高さ又はピーク面積を求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のジフェニルカーボネートの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求め、次式により試料中のジフェニルカーボネートの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) を求める。

試料中のジフェニルカーボネートの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) = 試験溶液中のジフェニルカーボネートの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) \times 20 (mL) \div 試料の重量 (g)

7. 留意事項

- 1) 規格値に相当する検量線溶液の濃度は、 $25\mu\text{g}/\text{mL}$ である。
- 2) 溶媒を留去する際に、減圧濃縮の時間が長いとジフェニルカーボネートが揮散してしまう場合がある。そのため、溶媒がなくなったと同時に減圧を停止するのが望ましい。
- 3) ビスフェノールA試験法と同時に実施することができる。

8. 参考文献

- ・杉田たき子ら：高速液体クロマトグラフィーによるポリカーボネート中の残存モノマー及び重合調節剤の同時分析、食品衛生学雑誌、35、510-516 (1994)
- ・尾崎麻子ら：ジクロロメタンを用いないポリカーボネート中のビスフェノール A 分析法の検討、食品衛生学雑誌、44、39-43 (2003)

ジブチルスズ化合物試験法

1. 分析対象物質

ジブチルスズ化合物（二塩化ジブチルスズ）

2. 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計

3. 標準原液

ジブチルスズ標準原液二塩化ジブチルスズ 100mg にアセトン及び塩酸 2～3 滴を加えて溶かした後、アセトンを加えて正確に 100mL とする。本液 1mL は二塩化ジブチルスズ 1mg を含む。

4. 試験溶液の調製

試料を細切又は粉碎し、その 0.5g を精密に量り、共栓付フラスコに入れる。アセトン及びヘキサンの混液（3：7）20mL 及び塩酸 1 滴を加え、密栓をして約 40℃ に保ちながら時々振り混ぜて一晩放置する。冷後、この液をろ過し、ろ液及び洗液を合わせ、減圧濃縮器を用いて 40℃ 以下で約 1mL まで濃縮する。次いで、ヘキサンを用いて 25mL のメスフラスコに移し、ヘキサンを加えて正確に 25mL とする。毎分 2,500 回転で、約 10 分間遠心分離を行う。この上清 2mL を正確に採り、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5mL 及びテトラエチルホウ酸ナトリウム試液 1mL を正確に加えて直ちに密栓し 20 分間激しく振り混ぜる。これを室温で約 1 時間静置した後、上清を採取したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ジブチルスズ標準原液を塩酸 2～3 滴を含むヘキサンで希釈し、0.2～2μg/mL の溶液を数点調製する。それぞれ 2mL を正確に量り、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5mL 及びテトラエチルホウ酸ナトリウム試液 1mL を正確に加えて直ちに密栓し、20 分間激しく振り混ぜる。これらを室温で約 1 時間静置した後、上清を採取し検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しジブチルスズ化合物のピーク面積値又はピーク高さを求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム 内径 0.25mm、長さ 30m のケイ酸ガラス製細管に、0～5% ジフェニルポリシロキサン含有ジメチルポリシロキサンを 0.25μm の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 45℃ で 4 分間保持した後、毎分 15℃ で昇温し、300℃ に到達後 10 分間保持する。

注入口温度 250℃

注入方式 スプリットレス
トランスファーライン温度：280℃
イオン源温度：230℃
四重極温度：150℃
キャリアーガス 窒素又はヘリウム
流速 0.8mL/min
注入量 1μL
測定モード Selected Ion Monitoring
定量イオン (m/z) 263
確認イオン (m/z) 261 及び 259

6. 試験

試験溶液を5. 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、ジブチルスズ化合物のピーク面積値又はピーク高さを求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のジブチルスズ化合物の濃度 ($\mu\text{g/mL}$) を求め、次式により試料中の含有量を求める。

含有量 ($\mu\text{g/g}$) = 試験溶液中の濃度 ($\mu\text{g/mL}$) \times 25 (mL) / 試料の重量 (g)

7. 留意事項

- 1) 規格値に相当する検量線溶液の濃度は、1 $\mu\text{g/mL}$ である。
- 2) ジブチルスズ化合物の材質規格は、原材料として使用してはならないことを趣旨としたものであり、規格値は試験を簡易化するために実用性がない濃度として設定された値である。

8. 参考文献

・ Yutaka Abe, et al: Validation of the testing method for the determination of dibutyltin compounds in food utensils, containers, and packaging products made from polyvinyl chloride using gas chromatograph-mass spectrometry with nitrogen as a carrier gas, Japanese Journal of Food Chemistry and Safety, 28, 16-22 (2021)

スチレン類試験法

1. 分析対象物質

スチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼン

2. 装置

水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ

3. 標準原液

スチレン類混合標準原液（調製法1） 100mL のメスフラスコにテトラヒドロフラン約90mL を入れ、スチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンそれぞれ約 50mg を精密に量って加え、テトラヒドロフランを更に加えて正確に100mL とする。本液 1 mL はそれぞれ約 0.5mg のスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンを含む。

スチレン類混合標準原液（調製法2） 100mL のメスフラスコにジクロロベンゼン試液約80mL を入れ、スチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンそれぞれ約 100mg を精密に量って加え、ジクロロベンゼン試液を更に加えて正確に100mL とする。本液 1 mL はそれぞれ約 1mg のスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンを含む。

4. 試験溶液の調製

1) 調製法1

試料約 0.5 g を精密に量り、20mL のメスフラスコに採り、テトラヒドロフランを約 15mL 加える。試料が溶けた後、ジエチルベンゼン試液 1 mL を正確に加え、次にテトラヒドロフランを加え正確に 20mL としたものを試験溶液とする。ただし、試料の大部分がテトラヒドロフランに溶解しない場合は、2) 調製法2を用いて試験溶液を調製する。

2) 調製法2

細切した試料 0.1 g を精密に量り、20mL のセプタムキャップ付きのガラス瓶に入れ、ジクロロベンゼン試液 2.0mL を正確に加え、直ちに密封したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

1) 調製法1を用いて試験溶液を調製した場合

スチレン類混合標準原液（調製法1） 1mL、2mL、3mL、4mL 及び5mL を正確に量り、ジエチルベンゼン試液 1 mL を正確に加えた後テトラヒドロフランを加えて正確に20mL とし、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定し、スチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンの各ピーク面積とジエチルベンゼンのピーク面積との比を求め、それぞれの検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム 内径 0.25mm、長さ 30mのケイ酸ガラス製細管に、ポリエチレングリコールを
0.5 μ mの厚さでコーティングしたもの

カラム温度 60℃から毎分4℃で昇温して100℃とし、更に毎分10℃で昇温して150℃
とする。

注入口温度 220℃

注入方式 スプリット

スプリット比 20 : 1

検出器 220℃付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流速 1.4mL/min

注入量 1 μ L

2) 調製法2を用いて試験溶液を調製した場合

スチレン類混合標準原液（調製法2）1mL、2mL、3mL、4mL及び5mLを正確に量り、ジクロロベンゼン試液を加えて正確に20mLとする。この溶液2mLをそれぞれ20mLのセブタムキャップ付きのガラス瓶に正確に入れ、直ちに密封したものを検量線溶液とする。次いで、密封したガラス瓶を140℃に保ちながら時々振り混ぜて1時間加熱する。その後、それぞれの気相1mLを用いて次の操作条件（例）で測定し、得られたスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンの各ピーク面積とトリメチルベンゼンのピーク面積との比を求め、それぞれの検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム 内径 0.25mm、長さ 30mのケイ酸ガラス製細管に、ポリエチレングリコールを
0.5 μ mの厚さでコーティングしたもの

カラム温度 60℃で1分間保持した後、毎分6℃で昇温して150℃とし、更に毎分30℃
で昇温して180℃とする。

注入口温度 220℃

注入方式 スプリット

スプリット比 20 : 1

検出器 220℃付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流速 1.2mL/min

6. 試験

1) 調製法1を用いて試験溶液を調製した場合

試験溶液を5. 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、各ピーク面積とジエチルベンゼンのピーク面積との比を求める。それぞれの検量線を用いてスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンの各濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求め、次式により試料中の各物質の含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) を求める。

$$\text{試料中の各物質の含有量 } (\mu\text{g}/\text{g}) = \text{試験溶液中の各物質の濃度 } (\mu\text{g}/\text{mL}) \times 20 (\text{mL}) / \text{試料の重量 } (\text{g})$$

2) 調製法2を用いて試験溶液を調製した場合

試験溶液を5. 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、各ピーク面積とトリメチルベンゼンのピーク面積との比を求める。それぞれの検量線を用いてスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンの各濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求め、次式により試料中の各物質の含有量を求める。

$$\text{試料中の各物質の含有量 } (\mu\text{g}/\text{g}) = \text{試験溶液中の各物質の濃度 } (\mu\text{g}/\text{mL}) \times 2 (\text{mL}) / \text{試料の重量 } (\text{g})$$

7. 留意事項

- 1) スチレン類混合標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- 2) テトラヒドロフランに溶解しないポリスチレンとしてシンジオタクチックポリスチレン等がある (三宅ら)。
- 3) テトラヒドロフランに溶解する場合はジメチルアセトアミドに溶解させたのち、1, 2-ジクロロベンゼンを用いる場合と同様に気相を測定することもできる。これにより装置の汚染を減らすことができる (Abeら)。
- 4) 試料中の各物質の含有量は、 $0.1\text{mg}/\text{g}$ の桁数で求め、これらを合計値を規格値と比較して適合判定を行う。
- 5) ヘッドスペース-GC法を用いることもできる (杉田ら)。

8. 参考文献

- ・杉田たき子ら：ヘッドスペース-ガスクロマトグラフィーによるポリスチレン製食品用容器中の揮発性物質の分析、食品衛生学雑誌、36, 263-268 (1995)
- ・金子令子ら：キャピラリーGCによる揮発性物質、カプロラクタム およびメタクリル酸メチル試験法の改良、東京都健康安全研究センター年報、55 (2004)
- ・三宅大輔ら：*o*-ジクロロベンゼンを用いたヘッドスペース・ガスクロマトグラフィーによるスチレン系ポリマー中の揮発性物質の分析法、食品衛生学雑誌、54, 374-378 (2013)

- Abe et al: Survey of volatile substances in kitchen utensils made from acrylonitrile-butadiene-styrene and acrylonitrile-styrene resin in Japan, Food Science & Nutrition, 2, 236-243 (2014)

鉛試験法

1. 分析対象物質

鉛

2. 装置

原子吸光光度計

3. 標準原液

鉛標準原液 硝酸鉛(Ⅱ) 159.8mg を10%硝酸 10mL に溶かし、水を加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL は鉛 1 mg を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 合成樹脂製の器具又は容器包装

試料を細切し、その 1.0 g を白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に精密に量り、硫酸 2 mL を加え徐々に加熱し、更に硫酸の白煙がほとんど出なくなり、大部分が炭化するまで加熱する。これを約 450°C の電気炉で加熱して灰化する。完全に灰化するまで、蒸発皿の内容物を硫酸で潤して再び加熱する操作を繰り返し行う。この残留物に 50vol%塩酸 5 mL を加えてかき混ぜ、水浴上で蒸発乾固する。冷後 0.1mol/L 硝酸 20mL を正確に加えて溶解し、不溶物がある場合はろ過したものを試験溶液とする。

2) ゴム(シリコーンゴムを除く)製の器具又は容器包装

試料を細切し、その 1.0 g を白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に精密に量り、硫酸 2 mL を加えて徐々に加熱し、更に硫酸の白煙がほとんど出なくなり、大部分が炭化するまで加熱する。これを約 450°C の電気炉で加熱して灰化する。完全に灰化するまで、蒸発皿の内容物を硫酸で潤して再び加熱する操作を繰り返し行う。この残留物に 50vol%塩酸 5 mL を加えてかき混ぜ、水浴上で蒸発乾固する。冷後 0.1mol/L 硝酸 20mL を正確に加えて溶解し、不溶物がある場合はろ過したものを試験溶液とする。

3) シリコーンゴム製の器具又は容器包装

試料を細切し、その 0.5 g を精密に量り、白金又はニッケル製のつぼに入れる。水酸化ナトリウム 5 g 及びホウ酸 2 g を加えかき混ぜる。ガスバーナーで内容物が溶解する温度で緩やかに加熱する。試料が完全に溶解したら直ちに加熱をやめ、室温で放冷する。ビーカーに熱水約 75mL 及びるつぼを入れ、適宜加温しながら振り混ぜてるつぼ中の固形物を溶解する。溶液から少量の水で洗浄しながらるつぼを取り除いた後、硝酸 15mL を入れた共栓付きフラスコにかくはんしながら少量ずつ注ぎ入れる。室温で一晩放置後、5 mol/L 酢酸アンモニウム試液を添加して pH3.5 に調整する。調整した液を、あらかじめメタノール 5 mL、0.1mol/L 硝酸 5 mL 及び水 10mL をそれぞれ注入して流したキレート樹脂ミニカラム(500mg)に注入する。さらに 1 mol/L 酢酸アンモニウム試液及び水 10mL を注入する。そ

の後、0.1mol/L 硝酸で溶出して溶出液 10mL を正確に採取したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

鉛標準原液を 0.1mol/L 硝酸で規格値の 1/5～2 倍に相当する濃度の検量線溶液を数点調製する。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定し鉛の吸光度を求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

測定波長 283.3nm

6. 試験

試験溶液を 5. 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、鉛の吸光度を求める。次に、検量線を用いて試験溶液中の鉛の濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求め、次式により試料中の鉛の含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) を求める。

1) 合成樹脂製及びゴム（シリコーンゴムを除く。）製の器具又は容器包装

試料中の鉛の含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) = 試験溶液中の鉛の濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) \times 20 (mL) / 試料の重量 (g)

2) シリコーンゴム製の器具又は容器包装

試料中の鉛の含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) = 試験溶液中の鉛の濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) \times 10 (mL) / 試料の重量 (g)

7. 留意事項

- 1) 規格値に相当する検量線溶液の濃度は、それぞれ $5\mu\text{g}/\text{mL}$ （合成樹脂製及びゴム（ほ乳器具を除く。）製の器具又は容器包装）、 $0.5\mu\text{g}/\text{mL}$ （ゴム製ほ乳器具）である。
- 2) 装置には原子吸光光度計のほか、誘導結合プラズマ-発光分光光度計や誘導結合プラズマ-質量分析計を用いることもできる。（岸ら）
- 3) 鉛標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- 4) カドミウム試験法と同時に実施することができる。
- 5) 鉛の材質規格は、原材料として使用してはならないことを趣旨としたものであり、規格値は試験を簡易化するために実用性がない濃度として設定された値である。

8. 参考文献

・金子令子ら：合成樹脂材質中のカドミウムおよび鉛試験法における共存金属の影響、食

品衛生学雑誌、45、29-34 (2004)

・六鹿元雄ら：合成樹脂製器具・容器包装におけるカドミウムおよび鉛材質試験法の性能比較、食品衛生学雑誌、55、269-278 (2014)

・岸 映里ら：マイクロウェーブ分解および ICP-MS を用いた合成樹脂製器具・容器包装中の有害元素の迅速分析法、日本食品化学学会誌、20、105-113 (2013)

バリウム試験法

1. 分析対象物質

バリウム

2. 装置

原子吸光光度計

3. 標準原液

バリウム標準原液 硝酸バリウム 190.3mg を 0.1mol/L 硝酸に溶かして正確に 100mL とする。本液 1 mL はバリウム 1 mg を含む。

4. 試験溶液の調製

試料を細切し、その 0.5g を白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に精密に量り、直火上約 300°C で徐々に炭化した後、約 450°C で加熱して灰化する。この残留物に 0.1mol/L 硝酸 50mL を正確に加えて溶解したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

バリウム標準原液を 0.1mol/L 硝酸で希釈し、0.2～2 μg/mL の溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しバリウムの吸光度を求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

測定波長 553.6nm

6. 試験

試験溶液を 5. 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、バリウムの吸光度を求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のバリウムの濃度（μg/mL）を求め、次式により試料中のバリウムの含有量（μg/g）を求める。

試料中のバリウムの含有量（μg/g）＝試験溶液中のバリウムの濃度（μg/mL）× 50（mL）
／試料の重量（g）

7. 留意事項

- 1) 規格値に相当する検量線溶液の濃度は、それぞれ 1 μg/mL である。
- 2) 装置には原子吸光光度計のほか、誘導結合プラズマ-発光分光光度計や誘導結合プラズマ-質量分析計を用いることもできる。

- 3) バリウム標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- 4) バリウムの材質規格は、原材料として使用してはならないことを趣旨としたものであり、規格値は試験を簡易化するために実用性がない濃度として設定された値である。

ビスフェノールA類試験法

1. 分析対象物質

ビスフェノールA、フェノール及びp-tert-ブチルフェノール

2. 装置

高速液体クロマトグラフ

3. 標準原液

ビスフェノールA類混合標準原液 ビスフェノールA、フェノール及びp-tert-ブチルフェノールそれぞれ約10mgを精密に量り、アセトニトリルを加えて正確に100mLとする。本液1mLはそれぞれ約0.1mgのビスフェノールA、フェノール及びp-tert-ブチルフェノールを含む。

4. 試験溶液の調製

試料を細切し、その1.0gを精密に量り、ジクロロメタン10mLを加えて試料を溶解させたのち、よくかき混ぜながらアセトン120mLを徐々に加え、ポリマーを析出させる。1時間以上放置後、毎分3,000回転で10分間遠心分離し、上清を300mLナスフラスコに採る。沈殿にアセトン30mLを加えて洗浄後、毎分3,000回転で10分間遠心分離し、上清を先の300mLナスフラスコに合わせる。10%ジエチレングリコール-アセトン溶液2mLを添加したのち、40℃以下で減圧濃縮し溶媒を留去する。これにアセトニトリル6mLを加えメスフラスコに洗いこみ、さらに水を加えて正確に20mLとし、孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ビスフェノールA類混合標準原液を70%アセトニトリルで希釈し、5~25μg/mLの溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件(例)で測定しビスフェノールA、フェノール及びp-tert-ブチルフェノールの各ピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの検量線を作成する。

操作条件(例)

カラム オクタデシルシリル化シリカゲルカラム(内径4.6mm、長さ250mm、粒子径5μm)を用いる。

カラム温度 40℃

移動相 A : 水

B : アセトニトリル

A/B : 70/30(0-35min)-100/0(35-45min)-30/70(45-55min)

流速 1 mL/min

注入量 20 μ L

測定波長 217nm

6. 試験

試験溶液を5. 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、ビスフェノールA、フェノール及びp-tert-ブチルフェノールの各ピーク高さ又はピーク面積を求める。次に、それぞれの検量線を用いて試験溶液中の各物質の濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求め、次式により試料中の各物質の含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) をそれぞれ求める。

$$\text{試料中の各物質の含有量 } (\mu\text{g}/\text{g}) = \frac{\text{試験溶液中の各物質の濃度 } (\mu\text{g}/\text{mL}) \times 20 (\text{mL})}{\text{試料の重量 } (\text{g})}$$

7. 留意事項

- 1) 溶媒を留去する際に、減圧濃縮の時間が長いとフェノールが揮散してしまう場合がある。そのため、溶媒がなくなったと同時に減圧を停止するのが望ましい。
- 2) ジフェニルカーボネート試験法と同時に実施することができる。
- 3) HPLC の検出器として蛍光検出器を用いることもできる。その場合、例えば、励起波長は 230nm、蛍光波長は 316nm を測定波長に設定すると良い。

8. 参考文献

- ・杉田たき子ら：高速液体クロマトグラフィーによるポリカーボネート中の残存モノマー及び重合調節剤の同時分析、食品衛生学雑誌、35、510-516 (1994)
- ・尾崎麻子ら：ジクロロメタンを用いないポリカーボネート中のビスフェノール A 分析法の検討、食品衛生学雑誌、44、39-43 (2003)

