

標準溶液

別段の規定があるもののほか、被検元素に対応する標準溶液を用いる。

操作法

別に規定するもののほか、次のいずれかを用いる。

(1) フレーム方式 (直接噴霧法) 光源ランプ(被検元素に対応した中空陰極ランプを用いる。)を点灯させ、分光器を被検元素に対応する分析波長に合わせる。適当な電流値とスリット幅に設定し、ガス(アセチレンガス又は水素を用いる。)に点火した後、ガス及び圧縮空気の流量を調節し、溶媒をフレーム中に噴霧してゼロ合わせを行う。次に試験溶液又は被検元素の標準溶液をフレーム中に噴霧し、その吸光度を測定する。

(2) 電気加熱方式 光源ランプ(被検元素に対応した中空陰極ランプを用いる。)を点灯させ、分光器を被検元素に対応する分析波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に試験溶液又は被検元素の標準溶液の一定量を電気加熱炉に注入し、適当な流量のフローガスを流し、適当な温度、時間、加熱モードで乾燥させ、灰化させた後、原子化させ、その吸光度を測定する。

吸光度の測定において、亜鉛は 213.9nm、アンチモンは 217.6nm、カドミウムは 228.8nm、ゲルマニウムは 265.2nm、鉛は 283.3nm、バリウムは 553.6nm の波長を用いる。

試験溶液の吸光度は、被検元素の標準溶液を用いて試験溶液の場合と同様に操作して得られた吸光度より大きくてはならない。

4 重金属試験法

重金属試験法は、試料から溶出してくる重金属の許容される限量を試験する方法である。この試験における重金属とは、酸性において硫化ナトリウム試液によって暗色を呈する金属性物質をいい、その量は、鉛(Pb)の量として表す。

操作法

試験溶液 20ml をネスラー管(第2 添加物 A通則にいうネスラー管を用いる。)に採り水を加えて 50ml とする。別に鉛標準溶液(重金属試験用) 2ml をネスラー管に採り、浸出用液 20ml 及び水を加えて 50ml とし、比較標準液とする。両液に硫化ナトリウム試液 2 滴ずつを加えてよく混和し、5 分間放置した後、両管を白色を背景として上方及び側方から観察するとき、試験溶液の呈する色は比較標準液の呈する色より濃くてはならない。ただし、浸出用液が水の場合には、試験溶液及び鉛標準溶液にそれぞれ 4 %酢酸 5ml を加えた後、水を加えて 50ml としたものをを用いる。

5 蒸発残留物試験法

蒸発残留物試験法は、所定の方法によって試料より浸出用液に移行する物質の量を測定する試験である。

操作法

別段の規定があるもののほか、次の表の第 1 欄に掲げる食品と接触して使用する器具又

は容器包装はそれぞれ第2欄に掲げる溶媒を浸出用液として用いて作った試験溶液について、次の試験を行う。

表（別紙1参照）

試験溶液200～300ml（ヘプタンを浸出用液とした場合は、試験溶液200～300mlをナス型フラスコに移し、減圧濃縮して数mlとしたその濃縮液及びそのフラスコをヘプタン約5mlずつで2回洗った洗液）を、あらかじめ105°で乾燥した重量既知の白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に採り、水浴上で蒸発乾固する。次いで、105°で2時間乾燥した後、デシケーター中で放冷する。冷後、秤^{ひょう}量して蒸発皿の前後の重量差a(mg)を求め、次式により蒸発残留物の量を求める。

$$\text{蒸発残留物}(\mu\text{g/ml}) = ((a-b) \times 1,000) / \text{試験溶液の採取量(ml)}$$

ただし、b：試験溶液と同量の浸出用液について得た空試験値(mg)

6 添加剤試験法

アミン類（トリエチルアミン及びトリブチルアミンに限る。以下同じ。）

(1) 検量線の作製

トリエチルアミン及びトリブチルアミンそれぞれ約10mgを精密に量り、100mlのメスフラスコに採り、ジクロロメタンを加えて100mlとする。この溶液1,2,3,4及び5mlを採り、それぞれ20mlのメスフラスコに入れ、ジクロロメタンを加えて20mlとし、これを標準溶液とする(0.2,0.4,0.6,0.8及び1.0 μg/ml)。標準溶液をそれぞれ1 μlずつ用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、得られたガスクロマトグラムから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、それぞれの検量線を作製する。

操作条件

カラム 内径 0.32mm、長さ 30m のケイ酸ガラスの細管に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 5 μm の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 150° で 5 分間保持し、その後毎分 20° で昇温し、250° に到達後 5 分間保持する。

試料溶液注入口温度 200°

検出器 アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・リン検出器を用いる。250° 付近で操作する。空気量及び水素量は検出感度が最高となるように調節する。

注入方式 スプリット (15 : 1)

キャリアーガス ヘリウムを用いる。トリエチルアミンが 3～4 分で流出する流速に調節する。

(2) 試験

試験溶液 1 μl を用いて(1)検量線の作製の場合と同様の操作条件によりガスクロマトグラフィーを行い、得られたガスクロマトグラムから各ピーク高さまたはピーク面積を求める。それぞれの検量線を用いて試験溶液中のトリエチルアミン及びトリブチルアミンの

濃度を求め、次式によりそれぞれの材質中の含量を求める。

$$\text{材質中の含量}(\mu\text{ g/g}) = \text{試験溶液濃度}(\mu\text{ g/ml}) \times 2(\text{ml}) / \text{試料の重量}(\text{g})$$

アンチモン (削除)

クレゾールリン酸エステル

(1) 定性試験

試験溶液及びクレゾールリン酸エステル標準溶液をそれぞれ $20\ \mu\text{l}$ ずつ用いて、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、試験溶液の液体クロマトグラムピークの検出時間とクレゾールリン酸エステル標準溶液の液体クロマトグラムピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム充てん剤 フェニル化シリカゲルを用いる。

カラム管 内径 4.6mm、長さ 250mm のステンレス管を用いる。

カラム温度 50°

検出器 紫外吸光検出器を用い、波長 264nm で操作する。

移動相 アセトニトリル及び水の混液 (2:1) を用いる。クレゾールリン酸エステルが約 9 分で流出する流速に調整する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液の液体クロマトグラムピークの検出時間がクレゾールリン酸エステル標準溶液の液体クロマトグラムピークの検出時間と一致するときは次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のクレゾールリン酸エステルのピーク面積を測定するとき、その面積は、クレゾールリン酸エステル標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

ゲルマニウム (削除)

ジブチルスズ化合物

(1) 定性試験

試験溶液及びジブチルスズ標準溶液をそれぞれ 2ml ずつ採り、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、ヘキサン層を分取する。これらを $1\ \mu\text{l}$ ずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィー・質量分析を行い、試験溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間とジブチルスズ標準溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径 0.25mm、長さ 30m のケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用 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 $0.25\ \mu\text{m}$ 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。

試験溶液注入口温度 250°

検出器 質量分析計を用い、質量数 263 で検出する。

キャリアガス ヘリウムを用いる。ジブチルスズ誘導体が約 13 分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とジブチルスズ標準溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のジブチルスズのピーク面積を測定するとき、その面積は、ジブチルスズ標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

6 ポーラログラフ法 (削除)

7 ヒ素試験法 (追加)

ヒ素試験法は、試料中に混在するヒ素の許容される限量を試験する方法である。その量は、三酸化二ヒ素の量として表す。

装置

概略は図による。(別紙 2 参照)

A : 発生瓶 (肩までの容量約 70ml)

B : 排気管

C : ガラス管 (内径 5.6mm, 吸気管に入れる部分は先端を内径 1mm に引き伸ばす。)

D : 吸気管 (内径 10mm)

E : 小孔

F : ガラス繊維 (約 0.2g)

G : 5ml の標線

H及びJ : ゴム栓

L : 40ml の標線

排気管 B に約 30mm の高さにガラス繊維 F を詰め、酢酸鉛試液及び水の等容量混液で均等に潤した後、下端から弱く吸引して、過量の液を除く。これをゴム栓 H の中心に垂直に差し込み、B の下部の小孔 E は下にわずかに突きでるようにして発生瓶 A に付ける。B の上端にはガラス管 C を垂直に固定したゴム栓 J を付ける。C の排気管側の下端はゴム栓 J の下端と同一平面とする。

操作法

試験溶液を発生瓶に入れ、プロモフェノールブルー試液 1 滴を加え、アンモニア水又は

アンモニア試液で中和する。ただし、浸出用液が水の場合には中和の操作は省略できる。
この溶液に塩酸（1 → 2）5ml 及びヨウ化カリウム試液 5ml を加え、2 ～ 3 分間放置した
後、塩化スズ（Ⅱ）試液 5ml を加えて室温で 10 分間放置する。次に水を加えて 40ml と
し、亜鉛（ヒ素試験用）2g を加え、直ちに B 及び C を連結したゴム栓 H を発生瓶に付け
る。C の細管部の端はあらかじめヒ化水素吸収液 5ml を入れた吸尿管 D の底に達するよ
うに入れておく。次に発生瓶は 25° の水中に肩まで浸し、1 時間放
置する。吸尿管をはずし、必要があればピリジンを加えて 5ml とし、吸収液の色を観察
するとき、この色は、次の標準色よりも濃くない。

標準色の調製は、試験溶液の試験と同時に行う。試験溶液と同量の浸出用液とヒ素標準
溶液 2.0ml を発生瓶に入れ、以下試験溶液と同様に操作して得た吸収液の呈色を標準色と
する。

8 モノマー試験法

エピクロルヒドリン

(1) 定性試験

試験溶液及びエピクロルヒドリン標準溶液をそれぞれ 5 μ l ずつ用いて次の操作条件で
ガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間とエ
ピクロルヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムピークのエピクロルヒドリンの検出時
間を比較する。

操作条件

カラム 内径 0.53mm、長さ 30m のケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー
用ポリエチレングリコールを 1 μ m の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 50° で 5 分間保持した後、毎分 10° で昇温し、100° とする。

試験溶液注入口温度 220°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。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 窒素又はヘリウムを用いる。エピクロルヒドリンが約 7 分で流出す
る流量に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間とエピクロル
ヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムピークのエピクロルヒドリンの検出時間が一致
するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のエピクロルヒ
ドリンのピーク面積を測定するとき、その面積は、エピクロルヒドリン標準溶液のピーク
面積よりも大きくてはならない。

塩化ビニリデン

(1) 定性試験

塩化ビニリデン標準溶液 50 μ l を、あらかじめ N,N-ジメチルアセトアミド 2.5ml を入

れたセプタムキャップ付きガラス瓶に加え直ちに密封する。次いで、試験溶液と標準溶液をそれぞれ密封したガラス瓶を 90 ° に保ちながら時々振り混ぜて1時間加熱する。その後、それぞれの気相 0.5ml を用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムと塩化ビニリデン標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニリデンのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径 0.25mm, 長さ 25m のケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用スチレン・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 ° で1分間保持した後、毎分 10 ° で昇温し、250 ° に到達後 10 分間保持する。

試験溶液注入口温度 200 °

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。250 ° 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 窒素又はヘリウムを用いる。塩化ビニリデンが約 9 分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニリデン標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニリデンのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中の塩化ビニリデンのピーク面積を測定するとき、その面積は、塩化ビニリデン標準溶液のピーク面積よりも大きくてはならない。

塩化ビニル

(1) 定性試験

塩化ビニル標準溶液 50 μ l を採り、あらかじめ N,N-ジメチルアセトアミド 2.5ml を入れたセプタムキャップ付きガラス瓶に加え直ちに密封する。次いで、試験溶液と標準溶液をそれぞれ密封したガラス瓶を 90 ° に保ちながら時々振り混ぜて1時間加熱する。その後、それぞれの気相 0.5ml を用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニル標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニルのピークの検出時間を比較する。ただし、金属缶の試験においては、試験溶液 10ml をセプタムキャップ付きのガラス瓶に採り、直ちに密封する。塩化ビニル標準溶液 50 μ l をあらかじめエタノール 10ml を入れたセプタムキャップ付きのガラス瓶に加えて直ちに密封する。試験溶液と標準溶液をそれぞれ密封したガラス瓶を 50 ° に保ちながら時々振り混ぜて 30 分間加温したものをを用いて同様の操作を行う。

操作条件

カラム 内径 0.25mm, 長さ 25m のケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用スチレン・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