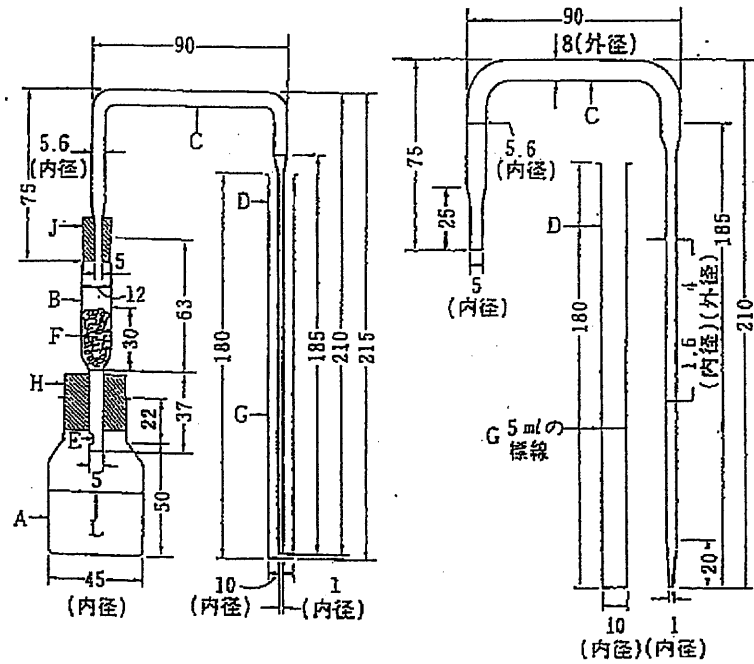


第 1 欄		第 2 欄
油脂及び脂肪性食品		n-ヘプタン → ヘプタン
酒類		20%エタノール
油脂及び脂肪性食品並びに酒類以外の食品	pH 5 を超えるもの	水
	pH 5 以下のもの	4%酢酸

装置 B

概略は、図2による。



(単位 mm)

図2

- 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: 5 ml 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。

規格基準の改正案について (新旧対照表)

(下線部 : 改正部分)

改正案	現 行
<p>第3 器具及び容器包装</p> <p>A 器具若しくは容器包装又はこれらの原材料一般の規格 (略)</p> <p>B 器具又は容器包装一般の試験法 次に示すもの以外は、第2 添加物の部B 一般試験法の項に示すものを用いる。<u>規定の方法に代わる方法で、それが規定の方法以上の精度のある場合は、その方法を用いることができる。ただし、その結果について疑いのある場合は、規定の方法で最終の判定を行う。</u></p> <p>1 過マンガン酸カリウム消費量試験法 過マンガン酸カリウム消費量試験法は、所定の方法によつて試料から水に移行する物質中に存在している過マンガン酸カリウムによつて酸化される物質の量を測定する試験法である。 操作法 三角フラスコに水100ml、硫酸(1→3)5ml及び0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液5mlを入れ、5分間煮沸した後、液を捨て水で洗う。この三角フラスコに試験溶液100mlを採り、硫酸(1→3)5mlを加え、更に0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液10mlを加え、加熱して5分間煮沸する。次いで、加熱をやめ、直ちに0.005mol/lシュウ酸ナトリウム溶液10mlを加えて脱色した後、0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液で微紅色が消えずに残るまで滴定する。 別に同様な方法で空試験を行い、次式により過マンガン酸カリウム消費量を求める。 <u>過マンガン酸カリウム消費量(μg/ml) = ((a-b) × 0.316 × f × 1,000) / 100</u> ただし、a : 本試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml) b : 空試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml) f : 0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液のファクター</p> <p>2 強度等試験法 (略)</p> <p>3 原子吸光光度法 原子吸光光度法は、光が原子蒸気層を通過するとき基底状態の原子が特有波長の光を吸収する現象を利用し、試験溶液中の被検元素量の濃度を測定する方法である。 装置 通例、光源部、試料原子化部、分光部、測光部及び表示記録部からなる。光源部には中空陰極ランプを用いる。試料原子化部はフレイム方式(直接噴霧法)ではバーナー及びガス流量調節器、電気加熱方式では電気加熱炉及び電源部からなる。分光部には回折格子又は干渉フィルターを用いる。測光部は検出器及び信号処理系からなる。表示記録部にはディスプレイ、記録装置等がある。</p>	<p>第3 器具及び容器包装</p> <p>A 器具若しくは容器包装又はこれらの原材料一般の規格 (略)</p> <p>B 器具又は容器包装一般の試験法 次に示すもの以外は、第2 添加物の部B 一般試験法の項に示すものを用いる。</p> <p>1 過マンガン酸カリウム消費量試験法 過マンガン酸カリウム消費量試験法は、所定の方法によつて試料から水に移行する物質中に存在している過マンガン酸カリウムによつて酸化される物質の量を測定する試験法である。 操作法 三角フラスコに水100ml、硫酸(1→3)5ml及び0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液5mlを入れ、5分間煮沸した後、液を捨て水で洗う。この三角フラスコに試験溶液100mlを採り、硫酸(1→3)5mlを加え、更に0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液10mlを加え、加熱して5分間煮沸する。次いで、加熱をやめ、直ちに0.01mol/lシュウ酸ナトリウム溶液10mlを加えて脱色した後、0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液で微紅色が消えずに残るまで滴定する。 別に同様な方法で空試験を行い、次式により過マンガン酸カリウム消費量を求める。 <u>過マンガン酸カリウム消費量(ppm) = (((a-b) × 1,000) / 100) × 0.316</u> ただし、a : 本試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml) b : 空試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml)</p> <p>2 強度等試験法 (略)</p> <p>3 原子吸光光度法 原子吸光光度法は、光が原子蒸気層を通過するとき基底状態の原子が特有波長の光を吸収する現象を利用し、試験溶液中の被検元素量の濃度を測定する方法である。<u>ここではフレイム方式(直接噴霧法)を用いる。</u> 装置 通例、光源部、試料原子化部、分光部及び測光部からなる。光源部には中空陰極ランプを用いる。試料原子化部はバーナー及びガス流量調節器からなる。分光部には回折格子又はプリズムを用いる。測光部は検出器、指示計器等からなる。</p>

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してはならない。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

標準溶液

別段の規定があるもののほか、亜鉛標準原液、カドミウム標準原液、鉛標準原液又はバリウム標準原液をそれぞれ亜鉛標準溶液(原子吸光光度法用)、カドミウム標準溶液、鉛標準溶液(原子吸光光度法用)又はバリウム標準溶液(原子吸光光度法用)として用いる。

操作法

光源ランプ(亜鉛の試験にあつては亜鉛中空陰極ランプを、カドミウムの試験にあつてはカドミウム中空陰極ランプを、鉛の試験にあつては鉛中空陰極ランプを、バリウムの試験にあつてはバリウム中空陰極ランプを用いる。)を点灯させ、適当な電圧値に調節する。ガス(アセチレンガス又は水素に限る。)に点火した後、ガス及び圧縮空気の流量を調節する。次に試験溶液の一部をそれぞれフレーム中に噴霧し、亜鉛の試験にあつては波長213.9nmで、カドミウムの試験にあつては波長228.8nmで、鉛の試験にあつては波長283.5nmで、バリウムの試験にあつては波長553.6nmで吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度は、それぞれ亜鉛標準溶液(原子吸光光度法用)、カドミウム標準溶液、鉛標準溶液(原子吸光光度法用)又はバリウム標準溶液(原子吸光光度法用)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 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欄に掲げる食品の容器包装はそれぞれ第2欄に掲げる溶媒を

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。

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 $\mu\text{g/ml}$)。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。

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

浸出用液として用いて作った試験溶液について、器具は4%酢酸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

試験溶液200~300ml (n-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n-ヘプタン約5mlずつで2回洗ったその洗液)を、あらかじめ105°で乾燥した重量既知の白金製又は石英製の蒸発皿に採り、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。

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

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)

5 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) 定性試験

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トリエチルアミン及びトリブチルアミンそれぞれのガスクロマトグラムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径0.32mm、長さ30mのケイ酸ガラス製の細管に、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。

試験溶液注入口温度 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) 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がトリエチルアミン又はトリブチルアミンのガスクロマトグラムのピークの検出時間と一致するときは、次の試験を行う。

(2) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のトリエチルアミン及びトリブチルアミンそれぞれについてピーク高法又はピーク面積法により定量を行い、トリエチルアミン及びトリブチルアミンの和としてアミン類の含量を求める。