

をみただけでは実際の試験はできず、「第2添加物」を参照する必要がある。また、関連する試薬も「第2添加物」の中を探さなければならぬ。さらに、将来「第2添加物」の関連する内容が改正された場合には、「第3器具及び容器包装」の内容と不具合が生じることも考えられる。

2)の場合は、「第2添加物」から独立していることから、「第2添加物」に改正があったとしても、試験法の内容自体に問題がなければその影響を受けない。また、「第3器具及び容器包装」の項のみで試験を実施することができ、理解しやすくまた間違い等が生じにくい。

以上のことから、抜本的解決を図るには2)の方法のほうが適当であると考えられる。

5. 重金属試験法 (案)

「第3器具及び容器包装」に、独立した重金属試験法を記載する方法を取り入れる場合の試験法 (案) を次に示す。

重金属試験法 (案)

「B器具又は容器包装一般の試験法」に以下を追加する。

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度量を試験する方法である。この試験における重金属は、酸性において硫化ナトリウム試液によって呈色する金属製物質をいい、その量は、鉛(Pb)の量として表す。

操作法

4%酢酸浸出試験溶液20mlをネスラー管にとり、水を加えて50mlとする。別に鉛標準溶液(重金属用)2mlをネスラー管にとり、4%酢酸20mlおよび水を加えて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およ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はならない。

ただし、硫化ナトリウム試液を加えるとき、白濁により試験に影響がある場合には、試験溶液をアンモニア水で中和してpH 7以上としこれにシアン化カリウム試液を加えたものについて試験を行う。

「C試薬、試液等」の各項に以下を追加する。

(1) 試薬

- 1) アンモニア水： NH_3 (特級，比重約0.90)
- 2) グリセリン： $\text{CH}_2(\text{OH})\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$ (特級)
- 3) 酢酸： CH_3COOH (特級)
- 4) シアン化カリウム： KCN (特級)
- 5) 硝酸： HNO_3 [硝酸 (比重約1.42)，特級]
- 6) 硝酸鉛： $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (特級)
- 7) 硫化水素： H_2S 本品は、無色の特異なにおいがある気体で、空気より重く、水に溶ける。硫化鉄に硫酸(1→20)又は塩酸(1→4)を作用させて調製する。
- 8) 硫化鉄： FeS [硫化鉄(II)硫化水素発生用]
- 9) 硫化ナトリウム： $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
- 10) 硫酸： H_2SO_4 (特級)
- 11) 水酸化ナトリウム： NaOH (特級)

(2) 試液

- 1) 4%酢酸：酢酸40mlを採り、水を加えて1,000mlとする。
- 2) シアン化カリウム試液：シアン化カリウム1gを水9mlに溶かす。用時作製する。
- 3) 硫化ナトリウム試液：硫化ナトリウム5gを量り、水10ml及びグリセリン30mlの混液を加えて溶かす。又は水酸化ナトリウム5gを量り、水30ml及びグリセリン90mlの混液を加えて溶かし、この液の半容量に冷却しながら硫化水素を飽和した後、残りの半容量を混和する。遮光した小瓶にほとんど全満し、密栓して保存

する。調製後3か月以内に使用する。

(3) 標準溶液

- 1) 鉛標準溶液 (重金属用) : 鉛標準原液10mlを正確に量り、水を加えて正確に100mlとする。本液1mlは、鉛(Pb)10 μ gを含む。用時調製する。
- 2) 鉛標準原液 (重金属用) : 硝酸鉛0.1599gを正確に量り、硝酸(1→10)10mlを加えて溶かし、水を加えて正確に1,000mlとする。本液1mlは、鉛(Pb)0.1mgを含む。本液の調製及び保存には可溶性鉛塩を含まないガラス器具を用いる。

D. 結論

今回の調査により、器具及び容器包装の重金属試験において、試験を遂行することが困難な問題が生じていることが確認された。さらに、この問題が「第3器具及び容器包装」及び「第2添加物」のそれぞれの規格基準が別々に改正された結果生じたものと推定された。そこで、今後このような問題を生じないためにも、器具及び容器包装の重金属試験は、「第3器具及び容器包装 B器具又は容器包装一般の試験法」及び「C試薬、試液等」の中に全て記載し、規格基準の改正に十分に対応できるようにしておく必要がある。

また、重金属試験法以外にも、ヒ素試験法などの一般試験法や、酸やアルコールなどの試薬・試液等において、添加物の項を準用しているものがある。これらの項目についても、重金属試験と同様の問題が生じる可能性がある。そこで、これらの必要な試験法や試薬・試液等も、器具及び容器包装の規格基準の中で完結しておくことが必須である。これにより添加物試験法の度重なる改正により生じる可能性がある不都合を解消し、器具及び容器包装の試験検査に携わる者の混乱を防止することができるものと考えられる。

E. 参考文献

- 1) 厚生省生活衛生局監修：昭和57年度版食品衛生小六法, 675 (1982)
- 2) 厚生省生活衛生局監修：昭和58年度版食品衛生小六法, 255, 697 (1983)
- 3) 厚生省生活衛生局監修：昭和61年度版食品衛生小六法, 266, 272, 340, 734, 738 (1986)
- 4) 厚生省生活衛生局監修：昭和62年度版食品衛生小六法, 275-276, 294, 328, 742, 747 (1987)
- 5) 厚生省生活衛生局監修：平成11年度版食品衛生小六法, 725-726, 1069 (1999)
- 6) 厚生省生活衛生局監修：平成12年度版食品衛生小六法, 760-761 (2000)
- 7) 厚生省生活衛生局監修：平成14年度版食品衛生小六法, 849-945, 1169-1190 (2002)
- 8) 村上貴久：食品衛生研究, 32, 351-388 (1982)
- 9) 森口 裕：食品衛生研究, 36(12), 7-17 (1986)
- 10) 義平邦利：食品衛生研究, 36(12), 53-65 (1986)
- 11) 宇山佳明：食品衛生研究, 49(5), 9-14 (1999)
- 12) 山田 隆：食品衛生研究, 49(5), 59-67 (1999)
- 13) 食品包装法規研究会編：食品包装と衛生規格, 10, (1989), 欄日報

F. 健康危険情報

なし

G. 研究発表

なし

表1. 食品衛生法における重金属試験法条文の変遷

器具及び容器包装の部	添加物の部
昭和23年12月18日厚生省告示第106号 食品衛生試験法制定	昭和23年12月18日厚生省告示第106号 食品衛生試験法制定
<p>昭和34年12月28日厚生省告示第370号</p> <p>重金属 浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、次の試験を行う。 試験溶液20mlをネスラー管にとり、水を加えて50mlとする。別に鉛標準溶液2mlをネスラー管にとり、4%酢酸20mlおよび水を加えて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およ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。</p> <p>酢酸 酢酸（特級）を用いる。 標準液 第2添加物の部 D試薬、試液、容量分析用標準溶液、標準溶液、標準品、口紙、ガラスろ過器、フルイおよび附表の4標準溶液に規定する鉛標準溶液を用いる。 硫化ナトリウム試液 第2添加物の部 D試薬、試液、容量分析用標準溶液、標準溶液、標準品、口紙、ガラスろ過器、フルイおよび附表の2試液に規定する硫化ナトリウム試液(N)を用いる。</p>	<p>昭和34年12月28日厚生省告示第370号 昭和35年 3月15日食品添加物公定書公布</p> <p>重金属試験法 重金属試験法は、硫化ナトリウム試液によって呈色する金属性混有物の量の、試料中に存在を許される限度を試験する方法である。この金属性混有物の量の限度は、これと同等の濃さの色を呈するのに必要な比較標準液中の鉛量で表し、これを試料に対する%で示して重金属の限度とする。</p> <p>鉛標準原液 硝酸鉛159.8mgを希硝酸10mlに溶かし、水を加えて1,000mlとする。この液の作製および保存には可溶性鉛塩を含まないガラス器具を用いる。 鉛標準溶液 鉛標準原液10mlをと、水を加えて100mlとする。この液は用時作製する。この液1mlは鉛0.01mgを含み、たとえば試料1gをとって試験する場合に比較標準液の作製に鉛標準溶液1.5mlを用いれば、この比較標準液は試料の0.0015%に対応する鉛量を含むことになる。</p> <p>操作法 別段の規定があるもののほか、規定の試験溶液をネスラー管にとり、水を加えて50mlとする。別に規定の限量に対応する鉛標準溶液をネスラー管にとり、希酢酸2mlおよび水を加えて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上方および側方から観察して液の色を比較する。</p> <p>(試料のひょう取量、重金属の%、鉛標準溶液の使用量及び試験溶液調製法は添加物各条に記載)</p>

<p>昭和57年 2月16日厚生省告示第20号</p> <p>重金属 浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、重金属の試験を行うとき、その量は1ppm以下でなければならない。</p> <p>(これ以外は、第2添加物 D添加物一般の試験法の項及び E試薬、試液、容量分析用標準溶液、標準溶液、標準品、口紙、ガラスろ過器、フルイ及び附表の項に示すものを用いることとなっている)</p>	<p>同 上</p>
<p>同 上</p>	<p>昭和61年11月20日厚生省告示第207号</p> <p>重金属試験法 重金属試験法は、試料中に混在する重金属の許容される限度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呈色する金属性物質をいい、その量は、鉛(Pb)の量として表す。</p> <p>操作法 (1) 検液の及び比較液の調製 別に規定するもののほか、次の方法による。</p> <p>第1法 別に規定する量の試料を量り、ネスラー管に入れ、水約40mlを加えて溶かし、検液とする。別のネスラー管に別に規定する量の鉛標準液を量って入れ、酢酸(1→20) 2ml及び水を加えて50mlとし、比較液とする。</p> <p>第2法 別に規定する量の試料を量り、石英製又は磁製のろつぼに入れ、・・・・・・ ・・・・・・以下省略</p> <p>(2) 試験 別に規定するもののほか、検液及び比較液に硫化ナトリウム試液2滴ずつを加えて混和し、5分間放置した後、両ネスラー管を白色の背景を用い、上方及び側方から観察するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。</p>

同 上

平成11年 4月 6日厚生省告示第116号

重金属試験法

重金属試験法は、試料中に混在す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呈色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

(1) 検液の及び比較液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

第1法 別に規定する量の試料を量り、ネスラー管に入れ、水約40mlを加えて溶かし、検液とする。別のネスラー管に別に規定する量の鉛標準液を量って入れ、酢酸(1→20) 2ml及び水を加えて50mlとし、比較液とする。

第2法 別に規定する量の試料を量り、石英製又は磁性のるつぼに入れ、緩くふたをし、・・・・・・以下省略・・・・

第3法 別に規定する量の試料を量り、石英製又は磁製のるつぼに入れ、初めは注意して弱く加熱し・・・・・・以下省略・・・・

第4法 別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硝酸マグネシウムの・・・・・・以下省略・・・・

(2) 試験

別に規定するもののほか、検液及び比較液に硫化ナトリウム試液2滴ずつを加えて混和し、5分間放置した後、両ネスラー管を白色の背景を用い、上方及び側方から観察するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

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

