

皿など。暗室が無い場合には不透明のものを使用する。

6.2.4 One-mark pipettes—ホールピペット

10 mL 及び 100 mL 容量のピペットで ISO 648 規定の class B の条件を満たすもの、またはそれ以上のもの。必要な場合はこれ以外の容量のものでもよい。

6.2.5 One-mark volumetric flasks—メスフラスコ

100 mL 及び 1000 mL 容量のメスフラスコで、ISO 1042 規定の class B の条件を満たすもの、またはそれ以上のもの。必要な場合はこれ以外の容量のものでもよい。

6.2.6 Precision piston pipettes—精密ピストンピペット

ストロークが固定式のもの。一般的なものでは容量 500 μ L 及び 1,000 μ L。

6.2.7 Straight edge and depth gauge—直定規及び深さゲージ

1 ミリ単位で校正されたもの。

7 Sampling—試料の採取

7.1 Priority—優先順位

数種類の食器が混じったロットの中から試料を採取する際は、それぞれの区分で表面積/容積の比率が最も高い容器を優先すること。特に、食品と接触する表面が高度に着色あるいは印刷されているものを特に優先するよう考慮する。

7.2 Sample size—試料数

状況に応じた採取方法を設定することが望まれる。測定対象の試料数が 4 検体未満にならないようにすること。各検体は、寸法、形状、色、印刷が同一であること。

7.3 Preparation and preservation of test samples—試験試料の調製と保管

試料は試験に影響を与えるような油分やその他の物質を除去し清潔であること。試料は非酸性の洗剤が入った 40°C 程度の溶液で手早く洗う。水道水ですすいだ後、蒸留水または同等の純度の水ですすぐ。乾燥機にかけるか、新しいろ紙でふき取ることによって、水気を切り乾燥させる。汚れの残っている試料は使用しない。洗浄後は試験される面に手を触れてはならない。フタの内側は別として、通常の使用状態で試料表面の一部が食品と接触しない場合には、最初の洗浄・乾燥後にその部分をパラフィンやシリコーンのような保護コーティングで覆う。これは鉛及びカドミウムの試験溶液へ溶出しないようにし、試験溶液への影響を排除するためである。

8 Procedure—操作

8.1 Extraction—抽出

8.1.1 Extraction temperature—抽出温度

抽出は 22 \pm 2°C で行うこと。カドミウムの測定を行う際には暗所で抽出を行うこと。

8.1.2 Leaching—溶出

それぞれの試料において、表面から溢れ出す点まで垂直に 1 mm まで試験溶液 (5.1.2)

で満たす。カバーをして 24 時間 \pm 30 分溶出させる。

8.1.3 Sampling of the extraction solution for analysis—分析用抽出液の採取

抽出液を採取する前に、かき混ぜるか他の適した方法で抽出液を均一化させる。このとき、抽出液の減少や試験した表面に磨損を生じさせないように注意する。必要量の抽出液をピペットで他の適当な保存容器に移す。

鉛及びカドミウムが保存容器の壁面に吸着する恐れがあるのでできる限り速やかに分析する。特に鉛及びカドミウムとも低濃度の場合には注意すること。

8.2 Drinking rim and other special tests—飲み口及びその他の特殊な試験

ガラス製中空容器の飲み口部分は、それぞれの外面のふちから 20 mm 下の所に印をつけて試験を行う。それぞれのガラス製容器を逆さにして、試料容器の 1.25 から 2 倍の直径を持つ実験用ガラス容器に入れる。試料につけた 20 mm の印のところまで、4%酢酸溶液を実験用ガラス容器に入れる。22 \pm 2°C で 24 時間静置する (カドミウム測定は暗所で静置)。このとき過剰な蒸発から保護すること。浸出溶液をサンプリングする前に、必要であれば (液量が減少したとき等) 20 mm の水位に戻すため、4%酢酸溶液をガラス容器に追加すること。鉛及びカドミウムを原子吸光法で測定し容器当たりの溶出量 (mg per articles) として報告する。

8.3 Calibration—検量

原子吸光光度計をセットアップする際は、製造メーカーのマニュアルに従って、バックグラウンド効果を補正しながら、鉛を測定する場合は 217.0 nm、カドミウムを測定する場合は 228.8 nm の波長に設定すること。

ゼロ点校正用の校正溶液を使用してゼロ点調整を行う。試験溶液で希釈した標準溶液で作成した校正溶液セットを測定し、直線性のある範囲での検量線を作成する。

推奨する測定範囲：

—Pb : 0.5 mg/L から 10.0 mg/L

—Cd : 0.05 mg/L から 0.5 mg/L

8.4 Determination of lead and cadmium—鉛及びカドミウムの測定

前述のように光度計を設定する。蒸留水を吸い込ませ、次いで 4%酢酸溶液を吸い込ませて、吸光度がゼロであることを確認する。試験溶液を吸い込ませた後、分析用抽出液を吸い込ませ、抽出液の吸光度を測定する。

抽出液の鉛濃度が 10 mg/L を超える場合には、適当量の抽出液を試験溶液で希釈し、濃度が 10 mg/L 以下になるよう試験測定溶液を調製すること。カドミウムを測定する際にも同様の配慮を払うこと。

9 Expression of results—結果の表示

9.1 Bracketing technique—内挿法

抽出溶液中の鉛及びカドミウム濃度 (ρ_0) は mg/L で算出し、次式により求める。

$$\rho_0 = \left[\left(\frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1} \right) (\rho_2 - \rho_1) + \rho_1 \right] d$$

A_0 : 抽出溶液中の鉛またはカドミウムの吸光度

A_1 : 低濃度側の検量線溶液中の鉛またはカドミウムの吸光度

A_2 : 高濃度側の検量線溶液中の鉛またはカドミウムの吸光度

ρ_1 : 低濃度側の検量線溶液中の鉛またはカドミウムの濃度 (mg/L)

ρ_2 : 高濃度側の検量線溶液中の鉛またはカドミウムの濃度 (mg/L)

注 : 抽出溶液が希釈されている場合、前式において適切な希釈係数 d を使用する。

9.2 Calibration curve technique—検量線法

検量線または装置の直接読み出しから、抽出溶液中の鉛またはカドミウムの濃度 (mg/L) を直接読み取る。

10 Reproducibility and variability—再現性とばらつき

陶磁器製食器からの鉛及びカドミウム溶出量測定は、分析再現性の誤差と試料採取時の不安定性が問題である。ここに挙げられている項目は科学的に、そして技術的に興味を引くものではあるが、ISO 7086の試験法及び限度値に関連し標準規格が定められたり、法令があるわけではない。

10.1 Reproducibility—再現性

鉛及びカドミウム濃度の分析測定には、3種類の測定誤差が生じる。

次の表1に、それぞれおよその標準偏差^[2]を示した。

表1 PbとCdの測定におけるばらつきの原因

1	ばらつき発生源	Pb 測定時の標準偏差 (mg/L)	Cd 測定時の標準偏差 (mg/L)
2	同一試験室内の分析	0.04	0.004
3	別個の試験室内の分析	0.06	0.007
4	試験室と試料との相互作用	0.06	0.01
5	再現性	0.094	0.012

表1の4行目にある統計上の相互作用という項は、試験室間で差ができないはずの試料分析において差を生じたということを表している。詳細については、基本統計学のテキスト (ANOVA : 誤差分析法) に記載されている。再現性は、上記3種類のばらつきにおける標準偏差を2乗した値の合計の平方根である。

10.2 Variability—ばらつき

ガラス表面からの抽出固有のばらつきと比較し、分析的な再現性は良好である。この“試料採取のばらつき”と称される抽出反応固有のばらつきは、実験誤差が生じる最も

大きな原因である。Moore^[3]は大容器における鉛及びカドミウムの溶出のばらつき係数は通常60%であることを報告した。そのため、4検体中1検体が2 mg/Lを上回る確率が10,000分の1に制限されるのを避けるためには、大集団での鉛溶出量の真の平均値は約0.58 mg/Lとなるだろう。表2は集団における平均値の衛協と1/4または1/6の検体が2 mg/Lの限度値を上回る確率の標準偏差を示している。

表2 限度量2 mg/Lを超える確率

母集団の平均値	母集団の標準偏差	試料4個に1個が 2 mg/Lを超える確率	試料6個に1個が 2 mg/Lを超える確率
0.4	0.24	<0.00001	<0.00001
0.8	0.48	0.13826	0.20005
1.2	0.72	0.75836	0.88122
0.4	0.12	<0.00001	<0.00001
0.8	0.24	0.00002	0.00004
1.2	0.36	0.32568	0.44627

11 Test report

試験報告書には次の事項を記載する。

- a) ISO規格7086-1との関連。
- b) 試料の識別(型式、生産国、仕向地等)
- c) 試料数
- d) 試験結果は個々の試料毎の値及び試料群毎の平均値を表示する。深型容器の測定値については、鉛は0.1 mg/L、カドミウムは0.01 mg/Lまで求めて報告する。浅型容器の測定値は、鉛は0.1 mg/dm²、カドミウムは0.01 mg/dm²まで求めて報告する。
注:補足事項として、浅型容器の試験溶液の濃度も同様に0.1 mg/L、カドミウムは0.01 mg/Lまで求めて報告する。
- e) 測定時に気付いた異常な現象
- f) 任意の試験方法 (ISO 7086-1に含まれてない試験方法)

Bibliography—参考文献

- [1] ISO 4788: 1980, Laboratory glassware - Graduated measuring cylinders.
- [2] ASTM Standard Test Method for Lead and Cadmium Extraction from Glazed Ceramic Surfaces, C738-94.
- [3] MOORE F., Transaction Journal of British Ceramic Society, Vol. 76 (3) 1997, pp. 52-57.
- [4] McCauley R. A., Release of lead and cadmium from ceramic foodware decorations, Glass

- Technol., 23[N 2]pp. 101-105 (1982).
- [5] CARR D. S., Cole J. F. and McLaren M. G, Glass foodware safety; III, Mechanisms of release of lead and cadmium, *Glassa* (Sao Paulo), 28[N148] pp. 151-155 (1982).
- [6] FREY Emmo and SCHOLZE Horst. Lead and Cadmium release from fused colors, glazes, and enamels in contact with acetic acid and food under the influence of light. *Ber. Dtsch. Keram. Ges.*, 56 (10) pp.293-297 (1979).
- [7] WHO/Food Additives HCS/79.7. Glass Foodware Safety, Critical Review of Sampling, Analysis, and Limits for Lead and Cadmium Release (Report of a WTO Meeting, Geneva 12-14 November 1979).
- [8] WHO/Food Additives 77.44. Glass Foodware Safety, Sampling, Analysis, and Limits for release (Report of a WTO Meeting, Geneva 8-10 June 1976).
- [9] Proceedings, International Conference on Glass Foodware Safety. pp. 8-17, 1975, Lead Industries Association Inc., 292 Madison Avenue, New York, NY 10017, USA.
- [10] WHO Food Additives Series No. 4, 1972.
- [11] WHO Technical Report Series No. 505, 1972.

Part2 ; Permissive limits—限度値

1 Scope—適用範囲

[ISO 7086-1 1 と同文であるため省略]

2 Terms and definitions—用語及び定義

[ISO 7086-1 3 と同文であるため省略]

3 Permissible limits—限度値

鉛及びカドミウムの溶出限度値は表 1 の通りである。

表 1 鉛及びカドミウムの溶出限度値

製品区分	n*	判定法	単位	鉛	カドミウム
小容量 (600 mL 未満)	4	4 個全て ≤ 基準値	mg/L	1.5	0.5
大容量 (600 mL ~ 3 L)	4	4 個全て ≤ 基準値	mg/L	0.75	0.25
貯蔵容器 (3 L 以上)	4	4 個全て ≤ 基準値	mg/L	0.5	0.25

* : n は 1 試料について試験する個数

4 Reproducibility and variability—再現性とバラツキ

[ISO 7086-1 10 と同文であるため省略]

Bibliography—参考文献

- [1] ISO 385: 1984, Laboratory glassware – Burettes - Part 2: Burettes for which no waiting time is specified.
- [2] ISO 648: 1977, Laboratory glassware - One-mark pipettes.
- [3] ISO 1042: 1998, Laboratory glassware - One-mark volumetric flasks.
- [4] ISO 3585: 1998, Borosilicate glass - Properties.
- [5] ISO 3696: 1987, Water for analytical laboratory use - Specifications and test methods.
- [6] ASTM Standard Test Method for Lead and Cadmium Extraction from Glazed Ceramic Surfaces, C738-94.
- [7] MOORE F., Transaction Journal of British Ceramic Society, Vol. 76 (3) 1997, pp. 52-57.
- [8] McCAULEY R. A., Release of lead and cadmium from ceramic foodware decorations, Glass Technol., 23[N 2]pp. 101-105 (1982).
- [9] CARR D. S., Cole J. F. and McLaren M. G., Glass foodware safety; III, Mechanisms of release of lead and cadmium, Glassa (Sao Paulo), 28[N148] pp. 151-155 (1982).
- [10] FREY Emmo and SCHOLZE Horst. Lead and Cadmium release from fused colors, glazes, and enamels in contact with acetic acid and food under the influence of light. Ber. Dtsch. Keram. Ges., 56 (10) pp.293-297 (1979).
- [11] WHO/Food Additives HCS/79.7. Glass Foodware Safety, Critical Review of Sampling, Analysis, and Limits for Lead and Cadmium Release (Report of a WTO Meeting, Geneva 12-14 November 1979).
- [12] WHO/Food Additives 77.44. Glass Foodware Safety, Sampling, Analysis, and Limits for release (Report of a WTO Meeting, Geneva 8-10 June 1976).
- [13] Proceedings, International Conference on Glass Foodware Safety. pp. 8-17, 1975, Lead Industries Association Inc., 292 Madison Avenue, New York, NY 10017, USA.
- [14] WHO Food Additives Series No. 4, 1972.
- [15] WHO Technical Report Series No. 505, 1972.