

乳及び乳製品の成分規格等に関する省令の一部を改正する件新旧対照条文（案）

（傍線の部分は改正部分）

改 正 案	現 行
<p>別表 四(一) (略) 四(二) (1) 1 a (略) 四(二) (1) 1 b A イ 重金属</p> <p>浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液20mlをネスラー管に採り、水を加えて50mlとする。これに硫化ナトリウム試液2滴を加えて混和し、5分間放置するとき、その呈色は、鉛標準溶液2mlに4%酢酸20ml及び水を加えて50mlとし、以下試験溶液の場合と同様に操作して作製した標準色より濃くはならない。<u>これに適合するとき、試験溶液中の重金属の量は鉛として1μg/ml以下となる。</u></p> <p>硫化ナトリウム試液 硫化ナトリウム5gを水10ml及びグリセリン30mlの混液に溶かす。又は水酸化ナトリウム5gを水30ml及びグリセリン90mlの混液に溶かし、その半容量を採り、冷時硫化水素を飽和し、これを残りの半容量と混和する。遮光した小瓶に満たし、密栓して保存する。作製後3月以内に使用する。</p> <p>鉛標準溶液 硝酸鉛159.8mgを希硝酸（硝酸10.5mlに水を加えて100mlとしたもの）10mlに溶かし、水を加えて1,000mlとし原液とする。この液の作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。</p> <p>原液10mlを採り、水を加えて100mlとする。この液1mlは鉛0.01mgを含む。この液は用時作製する。</p>	<p>別表 四(一) (略) 四(二) (1) 1 a (略) 四(二) (1) 1 b A イ 重金属</p> <p>浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液20mlをネスラー管に採り、水を加えて50mlとする。これに硫化ナトリウム試液2滴を加えて混和し、5分間放置するとき、その呈色は、鉛標準溶液2mlに4%酢酸20ml及び水を加えて50mlとし、以下試験溶液の場合と同様に操作して作製した標準色より濃くはならない。</p> <p>硫化ナトリウム試液 硫化ナトリウム5gを水10ml及びグリセリン30mlの混液に溶かす。又は水酸化ナトリウム5gを水30ml及びグリセリン90mlの混液に溶かし、その半容量を採り、冷時硫化水素を飽和し、これを残りの半容量と混和する。遮光した小瓶に満たし、密栓して保存する。作製後3月以内に使用する。</p> <p>鉛標準溶液 硝酸鉛159.8mgを希硝酸（硝酸10.5mlに水を加えて100mlとしたもの）10mlに溶かし、水を加えて1,000mlとし原液とする。この液の作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。</p> <p>原液10mlを採り、水を加えて100mlとする。この液1mlは鉛0.01mgを含む。この液は用時作製する。</p>

ロ 蒸発残留物

浸出用液として、牛乳、特別牛乳、殺菌山羊乳、成分調整牛乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳及び加工乳の容器包装にあつては4%酢酸を用いて作った試験溶液200mlから300ml（クリーム of 容器包装にあつては、n-ヘプタンを用いて作った試験溶液200mlから300mlをナス型フラスコに移し、減圧濃縮して2mlから3ml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度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。次に、これを105度で2時間乾燥した後、デシケーター中で放冷する。冷後、ひよう量して蒸発残渣量を精密に量り、この残渣量(mg)をAとし次式により蒸発残留物の量を求めるとき、その量は $15\mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。

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

B：試験溶液と同量の4%酢酸又はn-ヘプタンについて得た空試験時の残渣量 (mg)

F：浸出用液として4%酢酸を用いた場合は1、n-ヘプタンを用いた場合は5（ポリエチレンテレフタレートを使用した容器包装及びポリエチレンテレフタレート加工紙製容器包装にあつては、1）

ハ 過マンガン酸カリウム消費量

三角フラスコに水100ml、硫酸（1→3）5ml及び0.002 mol/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浸出用液として水を用いて作った試験溶液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。次に、加

ロ 蒸発残留物

浸出用液として、牛乳、特別牛乳、殺菌山羊乳、成分調整牛乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳及び加工乳の容器包装にあつては4%酢酸を用いて作った試験溶液200mlから300ml（クリーム of 容器包装にあつては、n-ヘプタンを用いて作った試験溶液200mlから300mlをナス型フラスコに移し、減圧濃縮して2mlから3ml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度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。次に、これを105度で2時間乾燥した後、デシケーター中で放冷する。冷後、ひよう量して蒸発残渣量を精密に量り、この残渣量(mg)をAとし次式により蒸発残留物の量を求めるとき、その量は 15ppm 以下でなければならない。

$$\text{蒸発残留物 (ppm)} = \frac{(A - B) \times 1,000}{\text{試験溶液の採取量 (ml)} \times F}$$

B：試験溶液と同量の4%酢酸又はn-ヘプタンについて得た空試験時の残渣量 (mg)

F：浸出用液として4%酢酸を用いた場合は1、n-ヘプタンを用いた場合は5（ポリエチレンテレフタレートを使用した容器包装及びポリエチレンテレフタレート加工紙製容器包装にあつては、1）

ハ 過マンガン酸カリウム消費量

三角フラスコに水100ml、硫酸（1→3）5ml及び0.002 mol/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浸出用液として水を用いて作った試験溶液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。次に、加

熱をやめ、直ちに0.005mol/1 シュウ酸ナトリウム溶液10 mlを加えて脱色した後、0.002mol/1 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し、その滴定量(m1)をAとして次式により過マンガン酸カリウム消費量を求めるとき、その量は5 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。

$$\text{過マンガン酸カリウム消費量 } (\mu\text{g}/\text{ml}) = \frac{(A - B) \times F \times 1,000}{100} \times 0.316$$

B : 試験溶液と同量の水について得た空試験時の0.002mol/1 過マンガン酸カリウム溶液の滴定量 (ml)

F : 0.002mol/1 過マンガン酸カリウム溶液の規定度係数

0.002mol/1 過マンガン酸カリウム溶液 過マンガン酸カリウム約0.31 gを水に溶かして1,000mlとし、遮光した共栓瓶に保存する。用時0.005mol/1 シュウ酸ナトリウム溶液を用いて標定する。

標定 水100mlを採り、硫酸(1→3) 5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加えて五分間煮沸する。次に、加熱をやめ、直ちに0.005mol/1 シュウ酸ナトリウム溶液10mlを加えて脱色した後、過マンガン酸カリウム溶液を微紅色が消えずに残るまで滴加する。この液に硫酸(1→3) 5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加え、5分間煮沸した後、0.005mol/1 シュウ酸ナトリウム溶液10mlを加え、直ちに過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、次式により過マンガン酸カリウム溶液の規定度係数を求める。

熱をやめ、直ちに0.005mol/1 シュウ酸ナトリウム溶液10 mlを加えて脱色した後、0.002mol/1 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し、その滴定量(m1)をAとして次式により過マンガン酸カリウム消費量を求めるとき、その量は5 ppm以下でなければならない。

$$\text{過マンガン酸カリウム消費量 } (\text{ppm}) = \frac{(A - B) \times F \times 1,000}{100} \times 0.316$$

B : 試験溶液と同量の水について得た空試験時の0.002mol/1 過マンガン酸カリウム溶液の滴定量 (ml)

F : 0.002mol/1 過マンガン酸カリウム溶液の規定度係数

0.002mol/1 過マンガン酸カリウム溶液 過マンガン酸カリウム約0.33 gを水に溶かして1,000mlとし、遮光した共栓瓶に保存する。用時0.005mol/1 シュウ酸ナトリウム溶液を用いて標定する。

標定 水100mlを採り、硫酸(1→3) 5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加えて5分間煮沸する。次に、加熱をやめ、直ちに0.005mol/1 シュウ酸ナトリウム溶液10mlを加えて脱色した後、過マンガン酸カリウム溶液を微紅色が消えずに残るまで滴加する。この液に硫酸(1→3) 5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加え、5分間煮沸した後、0.005mol/1 シュウ酸ナトリウム溶液10mlを加え、直ちに過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、次式により過マンガン酸カリウム溶液の規定度係数を求める。

$$\text{規定度係数} = \frac{10}{(5 + a)}$$

a : 過マンガン酸カリウム溶液の滴定量
(ml)

0.005mol/l シュウ酸ナトリウム溶液 シュウ酸ナトリウム0.6700 g を水に溶かして1,000mlとし、遮光した共栓瓶に保存する。作製後1月以内に使用する。

ニ～リ (略)

B・C (略)

D イ・ロ (略)

四(二) (1) 1 b D

ハ ヒ素

試料1 g を分解フラスコに採り、硝酸20mlを加えて内容物が流動状になるまで弱く加熱する。冷後硫酸5mlを加えて白煙が発生するまで加熱し、液がなお褐色を呈するときは冷後硝酸5mlを追加して加熱する。この操作を液が無色又は淡黄色となるまで繰り返す。冷後飽和シュウ酸アンモニウム溶液15mlを加え、再び白煙が発生するまで加熱し、冷後水を加えて20mlとし、これを試験溶液とする。

試験溶液10mlを採り、ヒ素試験法^{*1} (食品、添加物等の規格基準第3 器具及び容器包装の部B 器具又は容器包装一般の試験法の項の7 ヒ素試験法に規定する試験法をいう。以下同じ。)により試験を行うとき、これに適合しなければならない。ただし、標準色の調製に用いる浸出液は水とする。これに適合するとき、試験溶液中のヒ素の量は、三酸化二ヒ素として0.1μg/ml以下となり、試料当たりに換算すると2.0μg/g以下となる。

ヒ素標準原液 三酸化二ヒ素を微細な粉末とし、105度

$$\text{規定度係数} = \frac{10}{(5 + a)}$$

a : 過マンガン酸カリウム溶液の滴定量
(ml)

0.005mol/l シュウ酸ナトリウム溶液 シュウ酸ナトリウム0.6700 g を水に溶かして1,000mlとし、遮光した共栓瓶に保存する。作製後1月以内に使用する。

ニ～リ (略)

B・C (略)

D イ・ロ (略)

四(二) (1) 1 b D

ハ ヒ素

試料2 g を分解フラスコに採り、硝酸20mlを加えて内容物が流動状になるまで弱く加熱する。冷後硫酸5mlを加えて白煙が発生するまで加熱し、液がなお褐色を呈するときは冷後硝酸5mlを追加して加熱する。この操作を液が無色又は淡黄色となるまで繰り返す。冷後飽和シュウ酸アンモニウム溶液15mlを加え、再び白煙が発生するまで加熱し、冷後水を加えて25mlとし、これを試験溶液とする。

試験溶液5mlを採り、食品、添加物等の規格基準第2 添加物の部B 一般試験法の項のヒ素試験法中の装置Aを用いる方法^{*2}により試験を行うとき、その呈色はヒ素標準液4mlを分解フラスコに採り、硝酸20mlを加え以下試料の場合と同様に操作して作製した標準色より濃くはならない。

で4時間乾燥し、その0.10 gを量り、水酸化ナトリウム溶液（1→5）5 mlを加えて溶かす。この液を硫酸（1→20）で中和し、更に硫酸（1→20）10mlを追加し、新たに煮沸し冷却した水を加えて1,000mlとする。本液1 mlは三酸化二ヒ素0.1mgを含む。

ヒ素標準溶液 ヒ素標準原液5 mlを採り、硫酸（1→20）10mlを加え、新たに煮沸し冷却した水を加えて1,000mlとする。本液1 mlは、三酸化二ヒ素0.5 μ gを含む。用時調製し、共栓瓶に保存する。

四(二) (1) 1 b D

ニ 重金属

試料2 gを白金製又は石英製の蒸発皿に採り、少量の硫酸を加え、徐々に加熱してできるだけ低温でほとんど灰化させる。冷後更に硫酸1 mlを加えて徐々に加熱し、硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなつた後、火力を強めて450度から550度でほとんど白色の灰分が得られるまで加熱する。残留物に塩酸1 ml及び硝酸0.2 mlを加え、水浴上で蒸発乾固し、これに希塩酸（塩酸23.6 mlに水を加えて100 mlとしたもの、以下この試験において同じ。）1 ml及び水15 mlを加え、加熱して溶解し、冷後フェノールフタレイン試液1滴を加え、溶液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加し、希酢酸（酢酸6 gに水を加えて100 mlとしたもの、以下この試験において同じ。）2 mlを加え、必要があればろ過し、水を加えて50 mlとし、これを試験溶液とする。

試験溶液50 mlに硫化ナトリウム試液2滴を加えて混和し、5分間放置するとき、その呈色は鉛標準溶液4 mlに希酢酸2 ml及び水を加えて50 mlとし、以下試験溶液の場合と同様に操作して作製した標準色より濃くてはならない。これ

四(二) (1) 1 b D

ニ 重金属

試料2 gを白金製又は石英製の蒸発皿に採り、少量の硫酸を加え、徐々に加熱してできるだけ低温でほとんど灰化させる。冷後更に硫酸1 mlを加えて徐々に加熱し、硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなつた後、火力を強めて450度から550度でほとんど白色の灰分が得られるまで加熱する。残留物に塩酸1 ml及び硝酸0.2 mlを加え、水浴上で蒸発乾固し、これに希塩酸（塩酸23.6 mlに水を加えて100 mlとしたもの、以下この試験において同じ。）1 ml及び水15 mlを加え、加熱して溶解し、冷後フェノールフタレイン試液1滴を加え、溶液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加し、希酢酸（酢酸6 gに水を加えて100 mlとしたもの、以下この試験において同じ。）2 mlを加え、必要があればろ過し、水を加えて50 mlとし、これを試験溶液とする。

試験溶液50 mlに硫化ナトリウム試液2滴を加えて混和し、5分間放置するとき、その呈色は鉛標準溶液4 mlに希酢酸2 ml及び水を加えて50 mlとし、以下試験溶液の場合と同様に操作して作製した標準色より濃くてはならない。

に適合するとき、試験溶液中の重金属の量は、鉛として0.8 μ g/ml以下となり、試料当たりに換算すると20 μ g/g以下となる。

フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン 1 g
をエタノール100mlに溶かす。

アンモニア試液 アンモニア水10mlに水を加えて30mlとする。

硫化ナトリウム試液 Aのイ 重金属に規定する硫化ナトリウム試液を用いる。

鉛標準溶液 Aのイ 重金属に規定する鉛標準溶液を用いる。

E・F (略)

c・d (略)

四(二) (1)2 a (略)

四(二) (1)2 b A～D (略)

四(二) (1)2 b E

イ 揮発性物質

食品、添加物等の規格基準第3 器具及び容器包装の部 D 器具若しくは容器包装又はこれらの原材料の材質別規格の項の2 合成樹脂製の器具又は容器包装の(2) 個別規格の5. ポリスチレンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装の a 材質試験の① 揮発性物質の試験^{*3}を行うとき、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量の合計は1.5mg/g以下でなければならない。ただし、モノマー試験法中の揮発性物質の試験を行うに当たり作成する標準溶液において、「20mlのメスフラスコに入れ、ジエチルベンゼン試液 1mlを加えた後テトラヒドロフランを加えて20ml」とあるのは、「50mlのメスフラスコに入れ、ジエチルベンゼン試

フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン 1 g
をエタノール100mlに溶かす。

アンモニア試液 アンモニア水10mlに水を加えて30mlとする。

硫化ナトリウム試液 Aのイ 重金属に規定する硫化ナトリウム試液を用いる。

鉛標準溶液 Aのイ 重金属に規定する鉛標準溶液を用いる。

E・F (略)

c・d (略)

四(二) (1)2 a (略)

四(二) (1)2 b A～D (略)

四(二) (1)2 b E

イ 揮発性物質

(イ) 試験溶液の調製

試料約0.5gを精密に量り、20mlのメスフラスコに採り、ジメチルホルムアミドを適量加える。試料が溶けた後シクロペンタノール溶液 1mlを加え、次にジメチルホルムアミドを加え20mlとする。

シクロペンタノール溶液 シクロペンタノール 1mlにジメチルホルムアミドを加え100mlとし、その10mlを採り、更にジメチルホルムアミドを加えて100mlとする。(ロ)において同じ。

(ロ) 検量線の作成

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n-プロピルベンゼンのそれぞれ約50mgを

液 1 mlを加えた後テトラヒドロフランを加えて50ml」とし、テトラヒドロフラン添加後一晩放置しても試料の大部分が溶解しない場合に作成する標準溶液において、「ジクロロベンゼン試液を加えて20ml」とあるのは、「ジクロロベンゼン試液を加えて50ml」とする。

精密に量り、100mlのメスフラスコに採り、ジメチルホルムアミドを加えて100mlとする。この溶液 1 ml、2 ml、3 ml、4 ml及び5 mlを採り、それぞれ20mlのメスフラスコに入れ、それぞれにシクロペンタノール溶液 1 mlを加えた後ジメチルホルムアミドを加えて20mlとし、これを標準溶液とする。標準溶液をそれぞれ3 µl採り、ガスクロマトグラフを用いて次の操作条件で試験を行い、得られたクロマトグラムからスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びn-プロピルベンゼンのピーク面積とシクロペンタノール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。

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土（標準網ふるい175 µmから246 µm）を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコールを25%含ませる。

ラム管 内径 3 mmから 4 mm、長さ2,000mmから3,000mmのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 90度から110度

試験溶液注入口温度 220度

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。220度付近で操作する。検出感度が最高となるように水素及び空気量を調整する。

キャリアーガス 窒素を用いる。シクロペンタノールが15分から20分で流出する流速に調整する。

(ハ) 試験

試験溶液 3 µlを採り、ガスクロマトグラフを用いて(ロ) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により試験を行い、得られたクロマトグラムから各ピーク面積とシクロペンタノール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

ロ・ハ (略)

F・G (略)

四(二) (1)2 c A 次の試験法による試験に適合するものであること。この場合、試験に用いる試験溶液の調製は、前号 b の A に規定する試験溶液の調製と同様とする。

イ ヒ素

浸出用液として 4%酢酸を用いて作った試験溶液10mlを採り、ヒ素試験法^{*1}により試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のヒ素の量は、三酸化二ヒ素として0.1 μ g/ml以下となる。

ヒ素標準原液 三酸化二ヒ素を微細な粉末とし、105度で4時間乾燥し、その0.10gを量り、水酸化ナトリウム溶液(1→5) 5mlを加えて溶かす。この液を硫酸(1→20)で中和し、更に硫酸(1→20) 10mlを追加し、新たに煮沸し冷却した水を加えて1,000mlとする。本液1mlは三酸化二ヒ素0.1mgを含む。

ヒ素標準溶液 ヒ素標準原液5mlを採り、硫酸(1→20) 10mlを加え、新たに煮沸し冷却した水を加えて1,000mlとする。本液1mlは、三酸化二ヒ素0.5 μ gを含む。用時調製し、共栓瓶に保存する。

ロ～ニ (略)

、イソプロピルベンゼン及びn-プロピルベンゼンの各含量を求め、次式により各成分の濃度を求めるとき、各成分の濃度の合計は1,500ppm以下でなければならない。

$$\text{濃度 (ppm)} = \frac{\text{成分の含量 (mg)}}{\text{試料の重量 (g)}} \times 1,000$$

ロ・ハ (略)

F・G (略)

四(二) (1)2 c A 次の試験法による試験に適合するものであること。

この場合、試験に用いる試験用液の調製は、前号 b の A に規定する試験溶液の調製と同様とする。

イ ヒ素

浸出用液として 4%酢酸を用いて作った試験溶液10mlを採り、食品、添加物等の規格基準第2 添加物の部 B 一般試験法の項のヒ素試験法中の装置 A を用いる方法^{*2}により試験を行うとき、その呈色は標準色より濃くてはならない。

ロ～ニ (略)

ホ フェノール（内容物に直接接触する部分に合成樹脂を使用したものに限る。）

浸出用液として水を用いて作った試験溶液について、食品、添加物等の規格基準第3 器具及び容器包装の部B 器具又は容器包装一般の試験法の項の8 モノマー試験法中のフェノールの試験^{*4}を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のフェノールの量は5 µg/ml以下となる。

へ （略）

四(二) (1)2 c B

イ カドミウム及び鉛

食品、添加物等の規格基準第3 器具及び容器包装の部D 器具若しくは容器包装又はこれらの原材料の材質別規格の項の2 合成樹脂製の器具又は容器包装の(1) 一般規格の1. 材質試験のa カドミウム及び鉛の試験^{*5}を行うとき、これに適合しなければならない。

ホ フェノール（内容物に直接接触する部分に合成樹脂を使用したものに限る。）

浸出用液として水を用いて作った試験溶液5mlを採り、臭素試液5滴を加え、1時間放置するとき、帯黄白色の沈殿を生じてはならない。

臭素試液 栓にワセリンを塗布した共栓瓶に臭素2mlから3mlを入れ、冷水100mlを加え、密栓して振り混ぜ、静置した後、その水層を用いる。遮光して冷所に保存する。

へ （略）

四(二) (1)2 c B

イ カドミウム及び鉛

(イ) 試験溶液の調製

試料をあらかじめ十分乾燥させた後、その約1gを精密に量り、白金製又は石英製の蒸発皿に採り、硫酸10滴を加えて徐々に加熱し、硫酸分をほとんど蒸発させた後直火上で乾固する。これを引き続き火力を強めながら約450度で加熱して灰化する。蒸発皿の内容物を硫酸で潤して再び加熱し、ほとんど白色の灰分が得られるまでこの操作を繰り返し行う。ポーラログラフ法を用いる場合にあつては、この残留物に電解液10mlを加え（直流ポーラログラフを用いる場合にあつては、更にゼラチン溶液0.2mlを加える。）時々かき混ぜて3時間放置し、これを試験溶液とする。原子吸光光度法を用いる場合にあつては、この残留物に0.1mol/l 硝酸10mlを加えて溶解し、鉛の試験溶液とする。さらにこの試験溶液1mlを採り、これに0.1mol/l 硝酸を加えて10mlとし、カドミウムの試験溶液とする。

電解液 70%過塩素酸7.8mlに水を加えて500mlとし、この液に0.1mol/l 塩酸10ml及び水を加えて1,000mlと

する。

0.1mol/l 塩酸 塩酸9.5mlに水を加えて1,000mlとする。

ゼラチン溶液 ゼラチン100mgに水100mlを加え、加温して溶かす。用時作製する。

0.1mol/l 硝酸 硝酸6.4mlに水を加えて1,000mlとする。

(ロ) 試験

ポーラログラフ法又は原子吸光光度法により行う。

ポーラログラフ法

この試験では、直流ポーラログラフ、交流ポーラログラフ又はク形波ポーラログラフを用いる。

試験溶液 5 mlを電解瓶に採り、電解瓶の白金線が隠れるまで水銀を注入した後、25度の恒温槽に入れ、滴下水銀電極を挿入する。次に、電解瓶に窒素を15分間通じた後、マイナス1,000mvからマイナス400mvの間のポーラログラフを描かせるとき、カドミウム及び鉛の波高は、カドミウム・鉛比較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波高より高くしてはならない。

カドミウム・鉛比較標準溶液

第1液 金属カドミウム100mgを70%過塩素酸7.8mlに溶かし、0.1mol/l 塩酸10ml及び水を加えて1,000mlとする。

第2液 硝酸鉛159.8mgを電解液に溶かして1,000mlとする。

第1液10mlに第2液10mlを加え、更に電解液を加えて100mlとする（直流ポーラログラフを用いる場合にあつては、更にゼラチン溶液 2 mlを加えてよく

振り混ぜる。)。

0.1mol/l 塩酸 塩酸9.5mlに水を加えて1,000mlとする。

ゼラチン溶液 ゼラチン100mgに水100mlを加え、加温して溶かす。用時作製する。

窒素 高純度窒素を用いる。

原子吸光光度法

原子吸光光度計の光源ランプ（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用いる。）を点灯させ、適当な電流値に調整する。アセチレンガス又は水素に点火した後、ガス及び圧縮空気の流量を調整する。次に、試験溶液の一部をそれぞれフレーム中に噴霧し、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で吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度は、カドミウム標準溶液及び鉛標準溶液を用いてそれぞれ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。

カドミウム標準溶液 金属カドミウム100mgを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1,000mlとする。この液1mlを採り、0.1mol/l 硝酸を加えて100mlとする。

鉛標準溶液 硝酸鉛159.8mgを0.1mol/l 硝酸に溶かして1,000mlとする。この液10mlを採り、0.1mol/l 硝酸を加えて100mlとする。

四(二) (1)2 c B

ロ ジブチルスズ化合物（塩化ビニル樹脂を使用するものに限る。）

食品、添加物等の規格基準第3 器具及び容器包装の部

四(二) (1)2 c B

ロ ジブチルスズ化合物（塩化ビニル樹脂を使用するものに限る。）

(イ) 試験溶液の調製

D 器具若しくは容器包装又はこれらの原材料の材質別規格の項の2 合成樹脂製の器具又は容器包装の(2) 個別規格の3. ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装の a 材質試験の① ジブチルスズ化合物の試験^{*6}を行うとき、これに適合しなければならない。

試料をあらかじめ十分乾燥させた後、その10gを500mlの共栓フラスコに入れ、四塩化炭素100ml及びメタノール50mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で時々振り混ぜながら4時間加熱する。冷後この液をろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物をエタノールに溶かして5mlとする。

(ロ) 試験

クロマトグラフィー用ろ紙の下端から40mmの所に鉛筆で線を引き、この線上に試験溶液3 μ l及びジブチルスズ標準溶液3 μ lを用いてそれぞれ微量ピペットではん点をつけ、風乾する。この場合試験溶液のはん点とジブチルスズ標準溶液のはん点の中心間の距離は約25mmとする。次に、このろ紙を、メタノールと1mol/l塩酸を3対1の割合で混合した溶液を入れた円筒形ガラス容器中に、ろ紙が器壁に接触しないように注意して、栓に垂直につるし、ろ紙の下端約10mmを溶媒中に浸し、容器を密栓して放置する。溶媒が試料のはん点の位置より13cm上昇したときろ紙を容器から取り出し、風乾する。次に、ろ紙をアンモニア蒸気中に5分間放置した後、ピロカテコールバイオレット試液を噴霧したとき、ジブチルスズ標準溶液から得たはん点とほとんど同じ位置に、青色のはん点を認めてはならない。ただし、ろ紙はクロマトグラフィー用ろ紙を10%フタル酸ジオクチル・メタノール溶液に浸した後、風乾したものをを用いる。

二塩化ジブチルスズ 二塩化ジブチルスズ99%以上を含むものを用いる。

1mol/l塩酸 塩酸95mlに水を加えて1,000mlとする。

ピロカテコールバイオレット試液 ピロカテコールバイオレット0.1gを水に溶かして100mlとする。

四(二) (1)2 c B

ハ クレゾールリン酸エステル（塩化ビニル樹脂を使用するものに限る。）

食品、添加物等の規格基準第3 器具及び容器包装の部
D 器具若しくは容器包装又はこれらの原材料の材質別規格の項の2 合成樹脂製の器具又は容器包装の(2) 個別規格の3. ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装の a 材質試験の② クレゾールリン酸エステルの試験^{*7}を行うとき、これに適合しなければならない。

ジブチルスズ標準溶液 二塩化ジブチルスズ100mgをエタノールで溶かして1,000mlとする。

10%フタル酸ジオクチル・メタノール溶液 フタル酸ビス（2-エチルヘキシル）10gをメタノールに溶かして100mlとする。

四(二) (1)2 c B

ハ クレゾールリン酸エステル（塩化ビニル樹脂を使用するものに限る。）

(イ) 試験溶液の調製

試料をあらかじめ十分乾燥させた後、その10gを500mlの共栓フラスコに採り、四塩化炭素100ml及びメタノール50mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で時々振り混ぜながら4時間加熱する。冷後この液をろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物をエタノールに溶かして4mlとする。次に、この溶液2.5mlを共栓フラスコに入れ、0.5mol/lエタノール製水酸化カリウム溶液60mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で2時間加熱する。冷後水30mlを加え、これを減圧濃縮して約30mlとし、0.5mol/l硫酸を滴加してpH3に調整する。次に、この溶液を分液漏斗に移した後、フラスコをジエチルエーテル20mlずつで2回洗い、洗液を分液漏斗に加え、激しく振り混ぜた後静置する。次に、下層を別の分液漏斗に移し、ジエチルエーテル40mlずつで2回抽出し、これを最初のジエチルエーテル抽出液に合わせる。この抽出液をクデルオダニツシユ濃縮器を用いて水浴上で約1mlとなるまで濃縮し、エタノールを加えて5mlとする。

0.5mol/lエタノール製水酸化カリウム溶液 水酸化カリウム35gを水30mlに溶かし、エタノールを加えて1,000mlとし、共栓又はゴム栓で密栓した容器に入れて

24時間放置し、上澄液を別の瓶に速やかに傾斜して採り、ゴム栓で密栓して遮光下に保存する。

0.5mol/l 硫酸 硫酸30mlを水1,000ml中にかき混ぜながら徐々に加え、放冷する。

(ロ) 試験

定性試験

試験溶液及びクレゾール標準溶液をそれぞれ5 μ lずつを採り、ガスクロマトグラフを用いて次の操作条件で試験を行い、得られた試験溶液のクロマトグラムピークの保持時間とクレゾール標準溶液のクロマトグラムピークの保持時間を比較する。

操作条件一

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土（標準網ふるい149 μ mから177 μ m）を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してトリキシレニルホスフェイトを10%及びリン酸を0.5%含ませる。

カラム管 内径3mmから4mm、長さ3,000mmのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 140度

試験溶液注入口温度 220度

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。220度付近で操作する。検出感度が最高となるように水素及び空気量を調整する。

キャリアーガス 窒素を用いる。m-クレゾールが約10分で流出する流速に調整する。

操作条件二

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土（標準網ふるい149 μ mから177 μ m）を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグ

四(二) (1)2 c B

- ニ 塩化ビニル（塩化ビニル樹脂を使用するものに限る。）
食品、添加物等の規格基準第3 器具及び容器包装の部
D 器具若しくは容器包装又はこれらの原材料の材質別規格の項の2 合成樹脂製の器具又は容器包装の(2) 個別規

ラフ用変性ラノリンを10%含ませる。

カラム管 内径3 mmから4 mm、長さ3,000mmのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 160度

試験溶液注入口温度 250度

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。250度付近で操作する。検出感度が最高となるように水素及び空気量を調整する。

キャリアーガス 窒素を用いる。m-クレゾールが約15分で流出する流速に調整する。

定量試験

定性試験において試験溶液のクロマトグラムのピークの保持時間がクレゾール標準溶液のクロマトグラムのピークのうち少なくともその一つの保持時間と一致するときは、次の試験を行う。

定性試験の操作条件一又は二のうちいずれか適切な条件のもとに得られた試験結果に基づき試験溶液中のクレゾールのピーク面積を測定するとき、その面積はクレゾール標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

クレゾール標準溶液 m-クレゾール0.044 g、o-クレゾール0.044 g及びp-クレゾール0.044 gをエタノールに溶かして150mlとする。

トリキシレニルホスフェイト トリキシレニルホスフェイト98%以上含むものを用いる。

四(二) (1)2 c B

- ニ 塩化ビニル（塩化ビニル樹脂を使用するものに限る。）
(イ) 試験溶液の調製

試料をあらかじめ十分乾燥させた後、その約1 gを精密に量り、20mlのメスフラスコに入れ、テトラヒドロフラン

格の3. ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装のa 材質試験の③ 塩化ビニルの試験^{*8}を行うとき、これに適合しなければならない。

を適量加え、冷所に保存し時々振り混ぜる。試料が溶けた後、メタノール・ドライアイス浴中で冷却したテトラヒドロフランを加えメタノール・ドライアイス浴中で20mlとし、メタノール・ドライアイス浴中で保存する。

テトラヒドロフラン テトラヒドロフランに硫酸第一鉄又は水素化リチウムアルミニウムを加えて蒸留し、試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

(ロ) 試験

定性試験

試験溶液及び塩化ビニル標準溶液をそれぞれ10 μ lずつを採り、ガスクロマトグラフを用いて次の操作条件で試験を行い、得られた試験溶液のクロマトグラムとピークの保持時間と塩化ビニル標準溶液のクロマトグラムのピークの保持時間を比較する。

操作条件一

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土（標準網ふるい149 μ mから177 μ m）を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ポリプロピレングリコールを15%から20%含ませる。

カラム管 内径3mmから4mm、長さ2,000mmから3,000mmのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 60度から70度

試験溶液注入口温度 150度

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。200度付近で操作する。検出感度が最高となるように水素及び空気量を調整する。

キャリアーガス 窒素を用いる。塩化ビニルが約90秒で流出する流速に調整する。

操作条件二

カラム充てん剤 ガスクロマトグラフ用多孔性ポリマービーズ（標準網ふるい149 μ mから177 μ m）を用いる。

カラム管 内径3mmから4mm長さ1,500mmのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 120度

試験溶液注入口温度 150度

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。150度付近で操作する。検出感度が最高となるように水素及び空気量を調整する。

キャリアーガス 窒素を用いる。塩化ビニルが約3分から4分で流出する流速に調整する。

定量試験

定性試験において試験溶液のクロマトグラムのピークの保持時間が塩化ビニル標準溶液のクロマトグラムのピークの保持時間と一致するときは、次の試験を行う。

定性試験の操作条件一又は二のうちいずれか適切な操作条件のもとに得られた試験結果に基づき試験溶液中の塩化ビニルのピーク高を測定するとき、その高さは塩化ビニル標準溶液のピーク高より高くしてはならない。

塩化ビニル標準溶液 200mlのメスフラスコに約190mlのエタノールを入れ、シリコンゴム栓をして重量を精密に量る。このメスフラスコをメタノール・ドライアイス浴中で冷却し、あらかじめ液化した塩化ビニル約200mgをシリコンゴム栓を通して注入した後、その重量を精密に量り、増量（a mg）を求める。シリコンゴム栓を通してメタノール・ドライアイス浴中で冷却したエタノールを注入し、200mlとする。次に、これをメタノール・ドライアイス浴中で冷

d (略)

3・4 (略)

四(二)(2)1 a～c (略)

四(二)(2)1 d A～C (略)

四(二)(2)1 d

D アンチモン (ポリエチレンテレフタレートを使用した容器包装に限る。)

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原子吸光度法^{*9} (食品、添加物等の規格基準第3 器具及び容器包装の部B 器具又は容器包装一般の試験法の項の3 原子吸光度法に規定する試験法をいう。以下同じ。)又は誘導結合プラズマ発光強度測定法^{*10} (食品、添加物等の規格基準第3 器具及び容器包装の部B 器具又は容器包装一般の試験法の項の9 誘導結合プラズマ発光強度測定法に規定する試験法をいう。以下同じ。)により試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のアンチモン量は0.025 μ g/ml以下となる。

アンチモン標準原液 塩化アンチモン(Ⅲ)1.874 gを量り

却し、その1mlを採り、メタノール・ドライアイス浴中で冷却したエタノールを加えて200mlとし、更にその1mlを採り、メタノール・ドライアイス浴中で冷却したエタノールを加えて100mlとする。メタノール・ドライアイス浴中で保存する。

$$\text{標準溶液の補正係数} = \frac{a}{200}$$

エタノール 99.5%エタノールに硫酸第一鉄を加えて蒸留し、試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

d (略)

3・4 (略)

四(二)(2)1 a～c (略)

四(二)(2)1 d A～C (略)

四(二)(2)1 d

D アンチモン (ポリエチレンテレフタレートを使用した容器包装に限る。)

浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液400mlを分解フラスコに採り、硫酸5mlを加え、白煙が発生するまで加熱濃縮する。冷後、液が澄明となるまで過酸化水素を1滴ずつ約1～2ml加え、白煙が発生するまで加熱濃縮する。

このとき、液が着色するようであれば、この操作を繰り返す。冷後、少量の水を加えて50mlのメスフラスコに移し、ヨウ素・L-アスコルビン酸試液10ml及び水を加えて50mlとする。別に4%酢酸を用いて試験溶液と同様に操作して得られた溶液を対照とし、波長330nmで吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度は、アンチモン比色標準溶液の吸光度より大きくてはならない。

、少量の塩酸（1→2）で溶解した後、塩酸（1→10）を加えて1,000mlとする。本液1mlはアンチモン1mgを含む。

アンチモン標準溶液 アンチモン標準原液を1mlを採り、4%酢酸を加えて100mlとし、その0.5mlを採り4%酢酸を加えて200mlとする。本液1mlはアンチモン0.025 μ gを含む。

四(二)(2)1 d

E ゲルマニウム（ポリエチレンテレフタレートを使用した容器包装に限る）

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原子吸光光度法^{*9}又は誘導結合プラズマ発光強度測定法^{*10}により試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のゲルマニウム量は0.05 μ g/ml以下となる。

ゲルマニウム標準原液 二酸化ゲルマニウム144mgを白金るつぼに量り、炭酸ナトリウム1gを加え、十分に混合した後、加熱融解し、冷後、水を加えて溶かす。塩酸を加えて中和した後、1ml過剰に塩酸を加え、更に水を加えて100mlとする。本液1mlはゲルマニウム1mgを含む。

ゲルマニウム標準溶液 ゲルマニウム標準原液1mlを採り、4%酢酸を加えて100mlとする。その0.5mlを採り、4%酢酸を加えて100mlとする。本液1mlはゲルマニウム0.05 μ gを含む。

アンチモン比色標準溶液 アンチモン500mgを採り、硫酸25mlを加え、加熱して溶かし、冷後、硫酸（1→6）を加えて500mlとし、その1mlを採り、硫酸（1→6）を加えて100mlとする。更にこの液1mlを50mlのメスフラスコに採り、硫酸（1→2）10ml、ヨウ素・L-アスコルビン酸試液10ml及び水を加えて50mlとする。

ヨウ素・L-アスコルビン酸試液 ヨウ化カリウム112g及びL-アスコルビン酸20gを水に溶かして500mlとする。

過酸化水素 過酸化水素水（30%）特級

四(二)(2)1 d

E ゲルマニウム（ポリエチレンテレフタレートを使用した容器包装に限る）

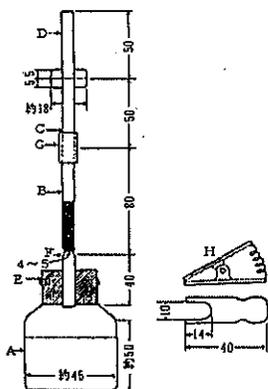
浸出用液として4%酢酸を用いて作った試験溶液400mlを分解フラスコに採り、硫酸5mlを加え、白煙が発生するまで加熱濃縮する。冷後、液が澄明となるまで過酸化水素を1滴ずつ約1～2ml加え、白煙が発生するまで加熱濃縮する。このとき、液が着色するようであれば、この操作を繰り返す。冷後、少量の水を加えて20mlのメスフラスコに移し、更に水を加えて20mlとする。この液10mlを分液漏斗に採り、塩酸30ml及び四塩化炭素20mlを加えて2分間激しく振り混ぜた後、四塩化炭素層を分取し、これを四塩化炭素抽出液とする。次いで、0.05%フェニルフルオロン試液2ml及びエタノール6mlを20mlのメスフラスコに入れてあらかじめ混合したものに四塩化炭素抽出液10mlを加え、更にエタノールを加えて正確に20mlとする。別に4%酢酸を用いて試験溶液と同様に操作して得られた溶液を対照として、波長508nmで吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度は、ゲルマニウム比色標準溶液の吸光度より大きくてはならない。

F (略)
e ~ h (略)
四(二)(2)2・3 (略)

0.05%フェニルフルオロン試液 フェニルフルオロン0.05
gを塩酸0.5mlを含むエタノールに溶かして100mlとする

ゲルマニウム比色標準溶液 二酸化ゲルマニウム144mgを
白金るつぼに採り、無水炭酸ナトリウム1gを加え、十
分に混合した後、加熱融解し、冷後、水を加えて溶かす
。塩酸を加えて中和した後、1ml過剰に塩酸を加え、更
に水を加えて100mlとする。この液1mlを採り、水を加
えて200mlとし、その2mlを分液漏斗に採り、水8ml及
び塩酸30mlを加え、更に四塩化炭素20mlを加えて2分間
激しく振り混ぜた後、四塩化炭素層を分取し、これを四
塩化炭素抽出液とする。あらかじめ、0.05%フェニルフ
ルオロン試液2ml及びエタノール6mlを20mlのメスフラ
スコに入れて混合し、これに四塩化炭素抽出液10mlを加
え、更にエタノールを加えて20mlとする。

F (略)
e ~ h (略)
四(二)(2)2・3 (略)



(単位mm) 図 1

- A: 発生瓶(容量約 60ml で、40ml の標線があるもの)
 B: 内径約 6.5mm のガラス管
 C 及び D: 接続部が内径 6.5mm、外径約 18mm で、すり合わせとなっているガラス管で、接続部の内縁と外縁が同心円をなしているもの
 E: ゴム栓
 F: ガラス管 B に付けたへこみで、ガラス繊維を支える。
 G: ゴム管
 H: クリップ

ガラス管 B にはガラス繊維を F 部から約 30mm の高さまで詰め、酢酸鉛試液及び水の等容量の混液で均等に潤し、管の下端から静かに吸引してガラス繊維及び器壁から過量の液を除いておく。

使用の直前、ガラス管 C 及び D の接続部に臭化第二水銀紙を挟み、クリップ H で両管を固定する。

操作法

(1) 検液の調製

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、水 5ml を加え、必要があれば加温して溶かし、検液とする。

第 2 法 別に規定する量の試料を量り、水 5ml 及び硫酸 1ml を加える。ただし、無機酸の場合には硫酸を加えない。これに亜硫酸 10ml を加え、小ビーカーに入れ、水浴上で加熱して亜硫酸がなくなり約 2ml となるまで蒸発し、水を加えて 5ml とし、検液とする。

第 3 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エタノール溶液(1→50)10ml を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して 450~550℃で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸マグネシウムのエタノール溶液(1→50)で潤し、再び強熱して 450~550℃で灰化する。冷後、残留物に塩酸 3ml を加え、水浴上で加温して溶かし、検液とする。

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エタノール溶液(1→10)10ml を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱した後、450~550℃で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸マグネシウムのエタノール溶液(1→50)で潤し、再び強熱して、450~550℃で灰化する。冷後、残留物に塩酸 3ml を加え、水浴上で加温して溶かし、検液とする。

(2) 試験

別に規定するもののほか、次の方法による。

(i) 装置 A を用いる方法 検液を発生瓶に入れ、プロモフェノールブルー試液 1 滴を加え、アンモニア水、アンモニア試液又は塩酸(1→4)で中和し、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、酸性塩化第一スズ試液 5ml を加えて 10 分間放置する。次に水を加えて 40ml とし、無ヒ素亜鉛 2g を加え、直ちにガラス管 B、C 及び D を付けたゴム栓 E を施し、25℃の水中に発生瓶の肩まで浸し、1 時間放置した後、直ちに臭化第二水銀紙の色を観察するとき、この色は、次の標準色より濃くない。

標準色の調製は、検液の試験と同時にを行い、ヒ素標準液 1.0ml を量り、発生瓶に入れ、塩酸(1→2)5ml 及びヨウ化カリウム試液 5ml を加え、以下検液の場合と同様に操作して得た臭化第二水銀紙の呈色を標準色とする。

操作上の注意

- (1) 試験に用いる器具・試薬及び試液は、ヒ素を含まないか、又はほとんど含まないものを用い、必要があれば空試験を行う。
- (2) 装置 A を用いる場合は発生ガスが漏れないように、臭化第二水銀紙を挟むすり合わせ部は、緊密につなぐ。
- (3) 装置 A を用いる場合は臭化第二水銀紙の呈色は、光、熱、湿気などによって退色するので、比色は、速やかに行う。デシケーター中に光を遮っておけば、しばらく保存することができる。

※3：揮発性物質の試験

試料約0.5g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適量加える。試料が溶けた後、ジエチルベンゼン試液1mlを加え、次にテトラヒドロフランを加え20mlとする。これを試験溶液としてモノマー試験法中の揮発性物質の試験を行う。ただし、テトラヒドロフラン添加後一晩放置しても試料の大部分が溶解しない場合にあつては、細切した試料0.1g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を加え、直ちに密封したものを試験溶液とし、以下の試験を行うとき、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量の合計は、5mg/g以下でなければならない。

イ 検量線の作成

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を精密に量つて加え、ジクロロベンゼン試液を更に加えて100mlとする。この溶液1ml、2ml、3ml、4ml及び5mlを採り、ジクロロベンゼン試液を加えて20mlとする。この溶液2.0mlをそれぞれ20mlのセプタムキャップ付きのガラス瓶に入れ、直ちに密封したものを標準溶液とする。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、得られたガスクロマトグラムからスチレン、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

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をを用いる。

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。

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。ジエチルベンゼンが約9分で流出する流速に調節する。

ロ 試験

試験溶液を用いてイ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を求め、次式により各成分の含量を求める。

試験溶液の濃度 (μ g/ml) \times 2 (ml)

$$\text{含量 } (\mu\text{g/g}) = \frac{\text{試験溶液の濃度 } (\mu\text{g/ml}) \times 2 \text{ (ml)}}{\text{試料の重量 (g)}}$$

モノマー試験法中の揮発性物質の試験

(1) 検量線の作成

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を精密に量つて加え、テトラヒドロフランを更に加えて100mlとする。この溶液1ml、2ml、3ml、4ml及び5mlを採り、それぞれ20mlのメスフラスコに入れ、ジエチルベンゼン試液1mlを加えた後テトラヒドロフランを加えて20mlとし、これらを標準溶液とする。標準溶液をそれぞれ1 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、得られたガスクロマトグラムからスチレン、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

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をを用いる。

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。

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。ジエチルベンゼンが約11分で流出する流速に調節する。

(2) 試験

試験溶液1 μ lを用いて(1) 検量線の作成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を求め、次式により各成分の含量を求める。

$$\text{含量 } (\mu\text{g/g}) = \text{成分の濃度 } (\mu\text{g/ml}) \times 20 \text{ (ml)} / \text{試料の重量 (g)}$$

※4：フェノールの試験

試験溶液 20ml を採り、ホウ酸緩衝液 3ml を加えてよく振り混ぜた後、4-アミノアンチピリン試液 5ml 及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液 2.5ml を加え、更に水を加えて 100ml とし、よく振り混ぜて室温で 10 分間放置する。別にフェノール標準溶液 20ml を採り同様に操作する。波長 510nm で吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度はフェノール標準溶液の吸光度より大きくてはならない。

※5：カドミウム及び鉛の試験

試料 1.0g を白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に採り、硫酸 2ml 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℃ 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。この残留物に塩酸 (1→2) 5ml 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 を加えて溶解し、不溶物がある場合はろ過をして試験溶液とする。この試験溶液について、原子吸光度法(※9) 又は誘導結合プラズマ発光強度測定法(※10) によりカドミウム及び鉛の試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のカドミウム及び鉛の量はそれぞれ 5 μ g/ml 以下となり、試料当たりに換算するとそれぞれ 100 μ g/g 以下となる。

※6：ジブチルスズ化合物の試験

試料を細切又は粉碎し、その 0.5g を量り、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 25.0ml とする。毎分 2,500 回転で、約 10 分間遠心分離を行い、上澄液を試験溶液として添加剤試験法中のジブチルスズ化合物の試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のジブチルスズ化合物量は二塩化ジブチルスズとして 1 μ g/ml 以下であり、試料当たりに換算すると 50 μ g/g 以下となる。

添加剤試験法中のジブチルスズ化合物の試験

(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 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・質量分析を行い、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、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 μ m の厚さでコーティングしたものを用いる。

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。

キャリアーガス 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。

※7：クレゾールリン酸エステルの試験

試料を細切又は粉碎し、その 0.5g を量り、共栓付フラスコに入れる。アセトニトリル 15ml を加え、密栓をして約 40℃ に保ちながら一晩放置する。この液をろ過し、ろ液及び洗液を合わせ、アセトニトリルを加えて 25ml とし、これをアセトニトリル抽出液とする。あらかじめアセトニトリル 5ml 並びにアセトニトリル及び水の混液 (1：1) 5ml をそれぞれ注入して流したオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムに、アセトニトリル抽出液 5ml と水 5ml を混和して注入する。その後、アセトニトリル及び水

の混液(2:1)で溶出して溶出液 10ml を採取する。これを試験溶液として添加剤試験法中のクレゾールリン酸エステルの試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のクレゾールリン酸エステル量は $10\mu\text{g}/\text{ml}$ 以下であり、試料あたりに換算すると $1\text{mg}/\text{g}$ 以下となる。

添加剤試験法中のクレゾールリン酸エステルの試験

(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の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のピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム充填剤 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°C

検出器 紫外外部吸光検出器を用い、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節する。

(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の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の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。

※8：塩化ビニルの試験

試料を細切し、その 0.5g を量り、20ml のセプタムキャップ付きのガラス瓶に入れる。次いで、N, N-ジメチルアセトアミド 2.5ml を加え、直ちに密封する。これを試験溶液としてモノマー試験法中の塩化ビニルの試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試料中の塩化ビニル量は $1\mu\text{g}/\text{g}$ 以下となる。ただし、溶解が困難な試料にあつては、密封後常温で時々振り混ぜて一晩放置したものを試験溶液とする。

モノマー試験法中の塩化ビニルの試験

(1) 定性試験

塩化ビニル標準溶液 $50\mu\text{l}$ 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°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 $50\mu\text{l}$ 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°C に保ちながら時々振り混ぜて 30 分間加熱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、ステレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂を $3\mu\text{m}$ 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°C で 1 分間保持した後、毎分 10°C で昇温し、 250°C に到達後 10 分間保持する。

試験溶液注入口温度 200°C

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。 250°C 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。塩化ビニルが約 5 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ルのピーク面積を測定するとき、その面積は、塩化ビニル標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

※9：原子吸光光度法に規定する試験法

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ーム方式(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。

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

別段の規定のあるもののほか、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、時間及び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。

※10：誘導結合プラズマ発光強度測定法に規定する試験法

誘導結合プラズマ発光強度測定法は、試料中に含まれる被検元素を、誘導結合プラズマ(ICP)により原子化し、励起し、これらにより得られた原子発光スペクトル線の発光強度から被検元素量(濃度)を測定する方法である。

装置

通例、励起源部、試料導入部、発光部、分光部、測光部及び表示記録部からなる。励起源部は、試料を励起させ、発光させるための電気エネルギーを供給し制御する電源、制御系及び回路からなり、付属としてガス供給源や冷却装置を含む。試料導入部はネブライザー及び噴霧室からなる。発光部はトーチ管及び高周波誘導コイル等からなる。分光部は集光計、回折格子等の分光器からなる。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。方式として、波長走査型分光器を用いる単元素逐次分析方式、波長走査型分光器を用いる多元素逐次分析方式及び波長固定型のポリクロメーターを用いる多元素同時分析方式がある。

標準溶液

別段の規定があるもののほか、被検元素の標準溶液を用いる。

操作法

常時通電されている部分に異常がないことを確認した後、励起源部及び冷却装置の電源スイッチを入れる。真空型分光器を用いて真空紫外域の発光線を測定する場合には、発光部と分光器の間の光軸をアルゴン又は窒素で十分に置換しておく。アルゴン又は窒素を所定の流量に設定し、高周波電源を入れ、プラズマを点灯する。水銀ランプの発光線を用いて分光器の波長校正を行う。別に規定する方法で調製した試験溶液を導入し、適当な発光スペクトル線の発光強度を測定する。

試験溶液の発光強度は、被検元素の標準溶液を用いて同様に操作して得られた発光強度より大きくてはならない。