

平成23年11月22日

薬事・食品衛生審議会

食品衛生分科会長 岸 玲子 殿

薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会

器具・容器包装部会長 西島 正弘

薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会

器具・容器包装部会報告について

平成23年7月21日付け厚生労働省発食安0721第6号をもって諮問された、食品衛生法（昭和22年法律第233号）第18条第1項の規定に基づく、乳及び乳製品の成分規格等に関する省令（昭和26年厚生省令第52号）に定められた乳及び乳製品の容器包装に係る試験法の改正について、当部会で審議を行った結果を別添のとおり取りまとめたので、これを報告する。

乳等の容器包装に係る試験法の改正について

薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会

平成23年8月2日

1. 経緯

乳等の容器包装に係る規格は「乳及び乳製品の成分規格等に関する省令」(昭和26年厚生省令第52号)(以下「乳等省令」という。)において定められている。

乳等省令における乳等の容器包装に係る試験法は、策定以来、かなりの年月を経ており、有害試薬等を用いる試験法が存続されているなど、分析法の進歩が必ずしも反映されていない。一方、「食品、添加物等の規格基準」(昭和34年厚生省告示第370号。以下「告示」という。)における器具・容器包装に係る試験法については、既に平成18年3月に、有害試薬等を用いない試験方法への切替えや分析精度の向上など、大幅に整備が行われている。今般、乳等省令における乳等の容器包装に係る試験法について、告示における試験法の改正と同様に、分析法の進歩を反映するための改正(別紙1)を行うことについて、平成23年7月、厚生労働省から薬事・食品衛生審議会に対して諮問がなされた。

2. 改正内容

(1) 試験法の変更 (別紙2)

① 水銀や四塩化炭素等の有害試薬を使用しない試験法への変更

- ・鉛、カドミウムの材質試験について、水銀を用いる「ポーラログラフ法」を削除する。
- ・ヒ素の材質試験及び溶出試験について、臭化第二水銀紙を使用しない方法へ変更する。
- ・ゲルマニウムの溶出試験について、四塩化炭素を用いる試験法を削除し、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法を用いて溶出液を直接測定することとする。
- ・ジブチルスズ化合物及びクレゾールリン酸エステル of 材質試験について、抽出に用いる溶媒を四塩化炭素及びメタノールの混液から、ジブチルスズ化合物の試験では、アセトン及びヘキサンの混液に変更し、クレゾールリン酸エステル of 試験では、アセトニトリルに変更する。

② 再現性に優れた簡便な試験法を取り入れるなど、分析精度の向上のための変更

- ・カドミウム及び鉛の材質試験やアンチモン及びゲルマニウムの溶出試験に用いられている「原子吸光光度法」について、現行のフレイム方式のほかに、電気加熱方式を追加する。
- ・カドミウム及び鉛の材質試験について、数種類の金属を同時に測定できる誘導結合プラズマ発光強度測定法を追加する。
- ・カドミウム及び鉛の材質試験について、共存するバリウムやカルシウムによる妨害を低減するために、試験溶液の調製に塩酸処理を追加する。
- ・アンチモンの溶出試験について、吸光度法から原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法へ変更する。
- ・フェノールの溶出試験について、臭素法から、検出感度の高い4-アミノアンチピリン法に変更する。
- ・塩化ビニル及び揮発性物質の材質試験について、ガスクロマトグラフィー用カラムをパックドカラムから、より測定感度や分離性能の高いキャピラリーカラムに変更する。
- ・ジブチルスズ化合物の材質試験について、ろ紙クロマトグラフィーによる確認方法から、より分離能の高い方法として、誘導体をガスクロマトグラフィー／質量分析により測定する方法に変更する。
- ・クレゾールリン酸エステル¹の材質試験について、ガスクロマトグラフィーによる測定から、より簡便で回収率及び再現性の高い液体クロマトグラフィーによる測定に変更する。

(2) 標準溶液に基づく限度値の明記（別紙3）

試験の適否の判断を標準溶液との比較により行うとしている試験法について、標準溶液に基づく溶出物等の限度値を記載する。

(3) その他

- ・単位の変更 (ppm→ $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、 $\mu\text{g}/\text{g}$)。
- ・記載事項の修正等

3. 食品健康影響評価

本件については、平成23年3月14日付け厚生労働省発食安0314第1号により食品安全委員会あてに、食品安全基本法(平成15年法律第48号)第11条第1項第1号の食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でないときに該当すると解してよいか照会したところ、同年3月31日付けで、食品安全基本法第11条第1項第1号の食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でないときに該当すると認められる旨回答されている。

4. 審議結果

乳等省令における乳等の容器包装に係る試験法を改めることが適当である。

(参 考)

○ 審議経過等

平成 23 年 3 月 14 日 厚生労働大臣より食品安全委員会委員長に対し食品健康
影響評価を行うことが明らかに必要でない時に該当するか
照会

平成 23 年 3 月 31 日 食品安全委員会委員長より厚生労働大臣に対し食品健康
影響評価を行うことが明らかに必要でない時に該当する旨
回答

平成 23 年 7 月 21 日 厚生労働大臣より、薬事・食品衛生審議会に乳及び乳製
品の成分規格等に関する省令の一部改正について諮問

平成 23 年 8 月 2 日 薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会

○ 薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会委員(◎は部会長)

阿 南 久	全国消費者団体連絡会事務局長
有 菌 幸 司	熊本県立大学環境共生学部健康科学科教授
石 井 里 枝	埼玉県衛生研究所水・食品担当専門研究員
竹 内 和 彦	独立行政法人産業技術総合研究所環境科学技術研究 部門総括研究員
◎西 島 正 弘	昭和薬科大学特任教授
早 川 和 一	金沢大学医薬保健研究域薬学系教授
広 瀬 明 彦	国立医薬品食品衛生研究所安全性生物試験研究 センター総合評価研究室長
堀 江 正 一	大妻女子大学家政学部食物学科食安全学教室教授
松 岡 厚 子	国立医薬品食品衛生研究所療品部長
六 鹿 元 雄	国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部第三室長
鰐 淵 英 機	大阪市立大学大学院医学研究科都市環境病理学教授

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</p> <p>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</p> <p>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（クリームの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、ひょ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 μ g/ml以下でなければならない。

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

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0.002 mol/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（クリームの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、ひょ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0.002 mol/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/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し、その滴定量(ml)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 $\mu\text{g/ml}$ 以下でなければならない。

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

B : 試験溶液と同量の水について得た空試験時の0.002mol/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規定度係数

0.002mol/l 過マンガン酸カリウム溶液 過マンガン酸カリウム約0.31g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/l 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/l 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/l 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/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し、その滴定量(ml)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。

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

B : 試験溶液と同量の水について得た空試験時の0.002mol/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規定度係数

0.002mol/l 過マンガン酸カリウム溶液 過マンガン酸カリウム約0.33g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/l 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/l 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/l 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0.6700g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1g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（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用液は水とする。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0.1 μ g/ml以下となり、試料当りに換算すると2.0 μ g/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0.6700g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2g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してはならない。

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。

四(二) (1)1 b D

ニ 重金属

試料2g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1ml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った後、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1ml及び硝酸0.2mlを加え、水浴上で蒸発乾固し、これに希塩酸（塩酸23.6mlに水を加えて100mlとしたもの、以下この試験において同じ。）1ml及び水15ml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6gに水を加えて100mlとしたもの、以下この試験において同じ。）2mlを加え、必要があればろ過し、水を加えて50mlとし、これを試験溶液とする。

試験溶液50ml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4mlに希酢酸2ml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。これ

四(二) (1)1 b D

ニ 重金属

試料2g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1ml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った後、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1ml及び硝酸0.2mlを加え、水浴上で蒸発乾固し、これに希塩酸（塩酸23.6mlに水を加えて100mlとしたもの、以下この試験において同じ。）1ml及び水15ml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6gに水を加えて100mlとしたもの、以下この試験において同じ。）2mlを加え、必要があればろ過し、水を加えて50mlとし、これを試験溶液とする。

試験溶液50ml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4mlに希酢酸2ml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。

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 μg/ml以下となり、試料当りに換算すると20μg/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1g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(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 モノマー試験法に規定する試験法をいう。以下同じ。)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

フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン1g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

メスフラスコに入れ、ジエチルベンゼン試液 1 ml を加えた後
テトラヒドロフランを加えて 20 ml」とあるのは、「50 ml の
メスフラスコに入れ、ジエチルベンゼン試液 1 ml を加えた
後テトラヒドロフランを加えて 50 ml」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 20 ml」とあるのは、「ジクロロベンゼン試液を加
えて 50 ml」とする。

精密に量り、100 ml のメスフラスコに採り、ジメチルホルム
アミドを加えて 100 ml 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 20 ml 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 20 ml とし、これ
を標準溶液とする。標準溶液をそれぞれ 3 μ l 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 μ m から 246 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
ラフ用ポリエチレングリコールを 25% 含ませる。

カラム管 内径 3 mm から 4 mm、長さ 2,000 mm から 3,000
mm 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 μ l 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0.1μg/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0.5μg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を用いる方法により試験を行うとき、その呈色は標準色より濃くしてはならない。

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、モノマー試験法中のフェノー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、試験溶液中のフェノールの量は $5\mu\text{g}/\text{ml}$ 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5ml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2mlを加えてよく

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

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。)

(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、栓に垂直につらし、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を行うとき、これに適合しなければならない。

四(二) (1)2 c B

ハ グ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5ml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ュ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 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0.044g、o-クレゾール0.044g及びp-クレゾール0.044g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1g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3,000
mm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光度法 (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 (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0.025µg/ml以下となる。

アンチモン標準原液 塩化アンチモン(Ⅲ)1.874g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又は誘導結合プラズマ発光強度測定法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0.05g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を白金るつばに採り、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)

(1) 試験法の変更

(別紙2)

- ・有害試薬を使用しない試験法への変更
- ・分析精度の向上のための変更

検査項目	試験法の変更内容(案)
原子吸光光度法	(分析精度向上) ・現行のフレイム方式のほかに、電気加熱(フレイムレス)方式を追加。
(材質試験)カドミウム及び鉛	(有害試薬不使用) ・水銀を用いるポーラログラフ法を削除。 (分析精度向上) ・原子吸光光度法または誘導結合プラズマ発光強度測定法によることとする。 ・試験溶液の調整に塩酸処理を追加。
(材質・溶出試験)ヒ素	(有害試薬不使用) ・臭化第二水銀紙を使用しない方法へ変更。
(溶出試験)アンチモン	(分析精度向上) ・現行法から原子吸光光度法または誘導結合プラズマ発光強度測定法へ変更。
(溶出試験)ゲルマニウム	(有害試薬不使用及び分析精度向上) ・四塩化炭素を用いる試験法を削除し、現行法から原子吸光光度法または誘導結合プラズマ発光強度測定法へ変更。
(材質試験)塩化ビニル	(分析精度向上)
(材質試験)揮発性物質	・ガスクロマトグラフィー用カラムをキャピラリーカラムに変更し、定性試験、定量試験の操作条件等を変更。
(溶出試験)フェノール	(分析精度向上) ・臭素法から4-アミノアンチピリン法に変更。
(材質試験)ジブチルスズ化合物	(有害試薬不使用) ・抽出に用いる溶媒を四塩化炭素とメタノールの混液から、アセトンとヘキサンの混液に変更。 (分析精度向上) ・ろ紙クロマトグラフィーによる測定から、誘導体をガスクロマトグラフィー/質量分析による測定に変更。
(材質試験)クレゾールリン酸エステル	(有害試薬不使用) ・抽出に用いる溶媒を四塩化炭素とメタノールの混液から、アセトニトリルに変更。 (分析精度向上) ・ガスクロマトグラフィーによる測定から、液体クロマトグラフィーによる測定に変更。

(2) 標準溶液に基づく限度値の明記

検査項目	現行基準値記載内容	基準値記載内容(案)
(材質試験)重金属	標準色より濃くてはならない。	標準色より濃くてはならない。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 $0.8 \mu\text{g/ml}$ 以下となり、試料当りに換算すると $20 \mu\text{g/g}$ 以下となる。
(溶出試験)重金属		標準色より濃くてはならない。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 $1 \mu\text{g/ml}$ 以下となる。
(材質試験)ヒ素		標準色より濃くてはならない。これに適合するとき、試験溶液中のヒ素は三酸化二ヒ素として $0.16 \mu\text{g/ml}$ 以下となり、試料当りに換算すると $2 \mu\text{g/g}$ 以下となる。
(溶出試験)ヒ素		標準色より濃くてはならない。これに適合するとき、試験溶液中のヒ素は三酸化二ヒ素として $0.1 \mu\text{g/ml}$ 以下となる。
(溶出試験)アンチモン	標準溶液の吸光度より大きくてはならない。	原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法によりアンチモンの試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のアンチモン量は $0.025 \mu\text{g/ml}$ 以下となる。
(溶出試験)ゲルマニウム		原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法によりゲルマニウムの試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のゲルマニウム量は $0.05 \mu\text{g/ml}$ 以下となる。
(材質試験)カドミウム及び鉛	(ポーラログラフ法) 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。 (原子吸光光度法) 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。	原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法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 $5 \mu\text{g/ml}$ 以下となり、試料当りに換算すると $100 \mu\text{g/g}$ 以下となる。
(溶出試験)フェノール	帯黄白色の沈殿を生じてはならない。	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フェノールの量は $5 \mu\text{g/ml}$ 以下となる。
(材質試験)ジブチルスズ化合物	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。	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 $1 \mu\text{g/ml}$ 以下であり、試料当りに換算すると $50 \mu\text{g/g}$ 以下となる。
(材質試験)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。	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 $10 \mu\text{g/ml}$ 以下であり、試料当りに換算すると 1mg/g 以下となる。
(材質試験)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。	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 $1 \mu\text{g/g}$ 以下となる。

平成23年11月22日

薬事・食品衛生審議会
食品衛生分科会長 岸 玲子 殿

薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会
器具・容器包装部会長 西島 正弘

薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会
器具・容器包装部会報告について

平成23年7月21日付け厚生労働省発食安0721第7号をもって諮問された、食品衛生法（昭和22年法律第233号）第18条第1項の規定に基づく、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試験法の改正について、当部会で審議を行った結果を別添のとおり取りまとめたので、これを報告する。

(別添)

ポリスチレンを主成分とする合成樹脂製器具又は容器包装に係る 試験法の改正について

薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会

平成23年8月2日

1. 経緯

食品用器具又は容器包装に係る規格基準は「食品、添加物等の規格基準」(昭和34年厚生省告示第370号。以下「告示」という。)において定められている。

今般、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に係る揮発性物質の材質試験について、新規に開発された素材に対応した試験法への変更が必要となったことを踏まえ、告示の改正(別紙)を行うことについて、平成23年7月、厚生労働省から薬事・食品衛生審議会に対して諮問がなされた。

2. 改正内容

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に係る揮発性物質の材質試験法の変更

揮発性物質の材質試験については、試料をテトラヒドロフランに溶解後、その試験溶液をガスクロマトグラフィーで測定することとしているが、ポリスチレンを主成分とする合成樹脂の中でも、スチレン系熱可塑性エラストマー(STPE)及びシンジオタクチック・ポリスチレン(SPS)は、テトラヒドロフランに全く溶解しないことから、溶解しない場合にあつては、ジクロロベンゼンを溶媒に用いたヘッドスペース法を適用することとする。

3. 食品健康影響評価

本件については、平成23年7月22日付け厚生労働省発食安0722第1号により食品安全委員会あてに、食品安全基本法(平成15年法律第48号)第11条第1項第1号の食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でないときに該当すると解してよいか照会したところ、同年7月28日付けで、食品安全基本法第11条第1項第1号の食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でないときに該当すると認められる旨回答されている。

4. 審議結果

ポリスチレンを主成分とする合成樹脂製器具又は容器包装に係る試験法を改めることが適当である。

(参 考)

○ 審議経過等

平成 23 年 7 月 21 日 厚生労働大臣より、薬事・食品衛生審議会に器具及び容器包装の規格基準の一部改正について諮問

平成 23 年 7 月 22 日 厚生労働大臣より食品安全委員会委員長に対し食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でない時に該当するか照会

平成 23 年 7 月 28 日 食品安全委員会委員長より厚生労働大臣に対し食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でない時に該当する旨回答

平成 23 年 8 月 2 日 薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会

○ 薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会委員(◎は部会長)

阿 南 久	全国消費者団体連絡会事務局長
有 蘭 幸 司	熊本県立大学環境共生学部健康科学科教授
石 井 里 枝	埼玉県衛生研究所水・食品担当専門研究員
竹 内 和 彦	独立行政法人産業技術総合研究所環境科学技術研究部門総括研究員
◎西 島 正 弘	昭和薬科大学特任教授
早 川 和 一	金沢大学医薬保健研究域薬学系教授
広 瀬 明 彦	国立医薬品食品衛生研究所安全性生物試験研究センター総合評価研究室長
堀 江 正 一	大妻女子大学家政学部食物学科食安全学教室教授
松 岡 厚 子	国立医薬品食品衛生研究所療品部長
六 鹿 元 雄	国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部第三室長
鰐 淵 英 機	大阪市立大学大学院医学研究科都市環境病理学教授

食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件新旧対照条文
 ○食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号）（抄）

(傍線部分は改正部分)

改 正 案	現 行
<p>第3 器具及び容器包装</p> <p>C 試薬・試液等</p> <p>1 試薬</p> <p>2, 6-ジクロロキノクロロイミド (略)</p> <p><u>1, 2-ジクロロベンゼン $C_6H_4Cl_2$ 本品は1, 2-ジクロロベンゼン98%以上を含む。</u></p> <p>(略)</p> <p>トリブチルアミン (略)</p> <p><u>トリメチルベンゼン C_9H_{12} 本品は1, 3, 5-トリメチルベンゼン97%以上を含む。</u></p> <p>2 試液</p> <p>2, 6-ジクロロキノクロロイミドエタノール試液 (略)</p> <p><u>ジクロロベンゼン試液 トリメチルベンゼン50mgに1, 2-ジクロロベンゼンを加え200mlとする。</u></p> <p>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</p> <p>2 合成樹脂製の器具又は容器包装</p> <p>(2) 個別規格</p> <p>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</p> <p>a 材質試験</p> <p>① 揮発性物質</p> <p>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約15ml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。ただし、発泡ポリスチレン（熱湯を用いるものに限る。）にあつては、各成分の濃度の合計が2mg/g以下であり、かつ、スチレン及びエチルベンゼンの濃</p>	<p>第3 器具及び容器包装</p> <p>C 試薬・試液等</p> <p>1 試薬</p> <p>2, 6-ジクロロキノクロロイミド (略)</p> <p>(略)</p> <p>トリブチルアミン (略)</p> <p>2 試液</p> <p>2, 6-ジクロロキノクロロイミドエタノール試液 (略)</p> <p>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</p> <p>2 合成樹脂製の器具又は容器包装</p> <p>(2) 個別規格</p> <p>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</p> <p>a 材質試験</p> <p>① 揮発性物質</p> <p>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当量加える。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。ただし、発泡ポリスチレン（熱湯を用いるものに限る。）にあつては、各成分の濃度の合計が2mg/g以下であり、かつ、スチレン及びエ</p>

度がそれぞれ1 mg/g以下でなければならない。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0.1 g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、5 mg/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1ml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0.5µmの厚さでコーティングしたものを用いる。

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。トリメチルベンゼンが約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

メチルベンゼンの濃度がそれぞれ1 mg/g以下でなければならない。

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。

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

平成23年11月22日

薬事・食品衛生審議会
食品衛生分科会長 岸 玲子 殿

薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会
器具・容器包装部会長 西島 正弘

薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会
器具・容器包装部会報告について

平成23年7月21日付け厚生労働省発食安0721第8号をもって諮問された、食品衛生法（昭和22年法律第233号）第18条第1項の規定に基づく、ゴム製の器具又は容器包装の試験法の改正について、当部会で審議を行った結果を別添のとおり取りまとめたので、これを報告する。

ゴム製の器具又は容器包装に係る試験法の改正について

薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会

平成23年8月2日

1. 経緯

食品用器具又は容器包装に係る規格基準は「食品、添加物等の規格基準」(昭和34年厚生省告示第370号。以下「告示」という。)において定められている。

今般、ゴム製の器具又は容器包装の材質試験について、回収率が悪いなど分析精度の面で問題点があり、厚生労働科学研究においてこれらの問題点を解消する試験法が提案されたことを踏まえ、告示の改正(別紙)を行うことについて、平成23年7月、厚生労働省から薬事・食品衛生審議会に対して諮問がなされた。

2. 改正内容

ゴム製の器具又は容器包装に係る試験法の変更

① カドミウム及び鉛の材質試験

シリコンゴムでは、灰化操作中に生成する二酸化ケイ素にカドミウム及び鉛が吸着されるため、回収率が極めて低いという問題点があったことから、二酸化ケイ素を除去でき、簡便で分析精度も優れたアルカリ熔融法を定め、これを適用する。

なお、本試験法を準用しているゴム製ほ乳器具は、上記改正に伴い、同様の取扱いとなる。

○シリコンゴム:シリコン樹脂*のうち、架橋によりゴム弾性を有するもの。

*シリコン樹脂:ケイ素をもとに合成したポリジメチルシロキサン等のシロキサン系ポリマーの総称であり、シリコンゴム、シリコンワニス、シリコンオイル等を含む。

② 2-メルカプトイミダゾリンの材質試験

現行の薄層クロマトグラフィーによる方法では、定量ができない、検出限界が高い、操作も複雑で長時間を要する等の問題点があったことから、高速液体クロマトグラフィーによる簡便で精度の高い試験法に変更する。また、抽出操作についても、現行のソックスレーを用いる方法から、より操作が簡便な浸漬して一晩放置する方法に変更する。

3. 食品健康影響評価

本件については、平成 23 年 7 月 22 日付け厚生労働省発食安 0722 第 1 号により食品安全委員会あてに、食品安全基本法(平成 15 年法律第 48 号)第 11 条第 1 項第 1 号の食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でないときに該当すると解してよいか照会したところ、同年 7 月 28 日付けで、食品安全基本法第 11 条第 1 項第 1 号の食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でないときに該当すると認められる旨回答されている。

4. 審議結果

ゴム製の器具又は容器包装に係る試験法を改めることが適当である。

(参 考)

○ 審議経過等

平成 23 年 7 月 21 日 厚生労働大臣より、薬事・食品衛生審議会に器具及び容器包装の規格基準の一部改正について諮問

平成 23 年 7 月 22 日 厚生労働大臣より食品安全委員会委員長に対し食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でない時に該当するか照会

平成 23 年 7 月 28 日 食品安全委員会委員長より厚生労働大臣に対し食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でない時に該当する旨回答

平成 23 年 8 月 2 日 薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会

○ 薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会委員(◎は部会長)

阿 南 久	全国消費者団体連絡会事務局長
有 菌 幸 司	熊本県立大学環境共生学部健康科学科教授
石 井 里 枝	埼玉県衛生研究所水・食品担当専門研究員
竹 内 和 彦	独立行政法人産業技術総合研究所環境科学技術研究部門総括研究員
◎西 島 正 弘	昭和薬科大学特任教授
早 川 和 一	金沢大学医薬保健研究域薬学系教授
広 瀬 明 彦	国立医薬品食品衛生研究所安全性生物試験研究センター総合評価研究室長
堀 江 正 一	大妻女子大学家政学部食物学科食安全学教室教授
松 岡 厚 子	国立医薬品食品衛生研究所療品部長
六 鹿 元 雄	国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部第三室長
鰐 淵 英 機	大阪市立大学大学院医学研究科都市環境病理学教授

食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件新旧対照条文
 ○食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号）（抄）

(傍線部分は改正部分)

改 正 案	現 行
<p>第3 器具及び容器包装</p> <p>B 器具又は容器包装一般の試験法</p> <p>6 添加剤試験法</p> <p>ジブチルスズ化合物 (略)</p> <p><u>2-メルカプトイミダゾリン</u></p> <p><u>試験溶液及び2-メルカプトイミダゾリン標準溶液をそれぞれ5μl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うとき、試験溶液の液体クロマトグラム上に、2-メルカプトイミダゾリンのピークを認めてはならない。</u></p> <p><u>操作条件</u></p> <p><u>カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。</u></p> <p><u>カラム管 内径4.6mm、長さ150mmのステンレス管を用いる。</u></p> <p><u>カラム温度 40℃</u></p> <p><u>検出器 紫外吸光検出器を用い、波長238nmで操作する。</u></p> <p><u>移動相 メタノール及び水の混液(1:9)を用いる。2-メルカプトイミダゾリンが約2分で流出する流速に調節する。</u></p> <p>C 試薬・試液等</p> <p>2 試液</p> <p>4%酢酸 (略)</p> <p><u>5mol/l酢酸アンモニウム試液 酢酸アンモニウム38.5gを水に溶かして100mlとする。</u></p> <p><u>1mol/l酢酸アンモニウム試液 酢酸アンモニウム77gを水に溶かして1,000mlとする。</u></p> <p>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</p> <p>3 ゴム製の器具又は容器包装</p> <p>(1) ゴム製の器具(ほ乳器具を除く。)又は容器包装</p> <p>1. 材質試験</p> <p>a カドミウム及び鉛</p> <p><u>シリコンゴム製以外の試料にあつては、試料1.0gを白金製</u></p>	<p>第3 器具及び容器包装</p> <p>B 器具又は容器包装一般の試験法</p> <p>6 添加剤試験法</p> <p>ジブチルスズ化合物 (略)</p> <p>C 試薬・試液等</p> <p>2 試液</p> <p>4%酢酸 (略)</p> <p>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</p> <p>3 ゴム製の器具又は容器包装</p> <p>(1) ゴム製の器具(ほ乳器具を除く。)又は容器包装</p> <p>1. 材質試験</p> <p>a カドミウム及び鉛</p> <p>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</p>

石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に採り、硫酸2mlを加えて徐々に加熱し、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°C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す。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して試験溶液とする。

シリコーンゴム製の試料にあつては、試料を細切し、その0.5gを量り白金又はニッケル製のつぼに入れる。水酸化ナトリウム5g及びホウ酸2gを加えかき混ぜる。ガスバーナーで内容物が溶解する温度で緩やかに加熱する。試料が完全に溶解したら直ちに加熱をやめ、室温で放冷する。ビーカーに熱水約75ml及びつぼを入れ、適宜加温しながら振り混ぜてつぼ中の固形物を溶解する。溶液から少量の水で洗浄しながらつぼを取り除いた後、硝酸15mlを入れた共栓付きフラスコにかくはんしながら少量ずつ注ぎ入れる。室温で一晩放置後、5mol/l酢酸アンモニウム試液を添加してpH3.5に調整する。調整した液を、あらかじめメタノール5ml、0.1mol/l硝酸5ml及び水10mlをそれぞれ注入して流したキレート樹脂ミニカラム(500mg)に注入する。さらに1mol/l酢酸アンモニウム試液及び水10mlを注入する。その後、0.1mol/l硝酸で溶出して溶出液10mlを採取し、これを試験溶液とする。

この試験溶液について、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法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5µg/ml以下であり、試料当りに換算すると100µg/g以下となる。

b 2-メルカプトイミダゾリン

試料を細切し、その1.0gを量り、共栓付きフラスコに入れる。メタノール50mlを加え、密栓して約40°C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、ろ液及び洗液をあわせ、減圧濃縮器を用いて40°C以下で約5mlまで濃縮する。次いで、水を加えて10mlとする。その1mlを採り、孔径0.5µm以下のメンブランフィルターでろ過する。これを試験溶液として添加剤試験法中の2-メルカプトイミダゾリンの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

硫酸2mlを加えて徐々に加熱し、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°C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す。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して試験溶液とする。この試験溶液について、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法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5µg/ml以下であり、試料当りに換算すると100µg/g以下となる。

b 2-メルカプトイミダゾリン

試料1.0gを円筒ろ紙に入れ、ソックスレー抽出器を用いてメタノール約45mlで8時間抽出する。この抽出液を濃縮し、約1mlとし、その10µlを試験溶液とする。2-メルカプトイミダゾリン標準溶液を対照液とし、酢酸エチル及びベンゼンの混液(5:1)並びに酢酸エチル、メタノール、アンモニア水及び水の混液(30:2:1:1)をそれぞれ展開用溶媒として、薄層クロマトグラフィーを行うとき、対照液から得られる褐色のはん点に対応するはん点を認めてはならない。ただし、薄層板は担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用い、120°Cで1時間乾燥したものを使用し、展開用溶媒の先端が、原線より約10cmの高さに

上昇したとき展開をやめ、風乾した後、2, 6-ジクロロキノン
クロイミドエタノール試液を噴霧し、120℃で10分間加熱し、
観察する。