

Application Note

No. 26B

食品

器具・容器包装の規格基準に関する分析手法

Analytical method on the standards of food utensils, containers and packaging

和田*1、土淵*1、永田*1、田中*1、浅川*1、橋本*1、桧川*1、西村*1



Food

1. はじめに

食品の器具、容器包装に使われるものには樹脂を始め、陶器、ガラス、金属など、多くの材質があり、種類も非常に豊富です。器具、容器包装については、食品に直接接触するにもかかわらず、これまで比較的関心が低かったのですが、近年発生した異臭事件などにより、食品本体だけでなく、食品の器具、容器包装の分析に対して関心が高まっています。食品衛生法では、食品や食品添加物が原料から摂取されるまでに直接接触するものを「器具、容器、包装」と定義しています。「器具、容器包装」については、食品衛生法の「食品、添加物等の規格基準 第3 器具及び容器包装」にて規格基準が定められており、多くの装置と分析法が使われています。

「食品衛生法 食品、添加物等の規格基準 第3 器具及び容器包装」は、以下の6項目で構成されています。

- 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
- B 器具又は容器包装一般の試験法
- C 試薬、試液等
- 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
- E 器具又は容器包装の用途別規格
- F 器具及び容器包装の製造基準

これらの規格基準の中で、D、E に関して、機器を用いた分析および強度試験の例についてご紹介します。

*1 株式会社 島津製作所 分析計測事業部

2. 規格値等の一覧

「食品衛生法食品、添加物等の規格基準 第3 器具及び容器包装」の規格基準では、6項目のうちA、D、E項に規格値が示されています。規格値等の一覧（一部除外）を表に示しました（2018年4月現在）。

器具若しくは容器包装又はこれらの原材料一般の規格

表1 器具若しくは容器包装又はこれらの原材料一般の規格*1

対象および規格値		分析法	頁
器具は、銅若しくは鉛又はこれらの合金が削り取られるおそれのある構造であってはならない。		—	—
食品に接触する部分に使用するメッキ用メッキは、鉛を0.1%を超えて含有してはならない。		—	—
鉛を0.1%を超えて又はアンチモンを5%以上含む金属をもって器具および容器包装の食品に接触する部分を製造又は修理してはならない。		—	—
器具若しくは容器包装の食品に接触する部分の製造又は修理に用いるハンダは鉛を0.2%を超えて含有してはならない。		—	—
器具又は容器包装は、食品衛生法施行規則別表第1に掲げる着色料以外の化学的合成品たる着色料を含むものであってはならない。ただし、着色料が溶出又は浸出して食品に混入するおそれのないように加工されている場合はこの限りでない。		—	—
電流を直接食品に通ずる装置を有する器具の電極は、鉄、アルミニウム、白金及びチタン以外の金属を使用してはならない。ただし、食品を流れる電流が微量である場合にあっては、ステンレスを電極として使用することは差し支えない。		—	—
油脂又は脂肪性食品を含有する食品に接触する器具又は容器包装には、フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)を原材料として用いたポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂を原材料として用いてはならない。ただし、フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)が溶出又は浸出して食品に混入するおそれのないように加工されている場合にあっては、この限りでない。		GC、GC-MS	—
紙（板紙を含む。以下この款において同じ。）製の器具又は容器包装であって、紙中の水分又は油分が著しく増加する用途又は長時間の加熱を伴う用途に使用されるものには、古紙を原材料として用いてはならない。ただし、紙中の有害な物質が溶出又は浸出して食品に混入するおそれのないように加工されている場合にあっては、この限りでない。		—	—

*1 本アプリケーションノートでは原材料一般の規格の分析例については除外

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

表2 ガラス製、陶磁器製又はホウロウ引きの器具又は容器包装
(液体を満たしたときに深さが2.5 cm以上である試料)

溶出試験	項目	浸出用液	対象および規格値 (μg/mL)										分析法	頁		
			ガラス製			陶磁器製			ホウロウ引き							
			加熱調理用器具	器具加熱調理用	容量600 mL未満	容量600 mL以上3 L未満	容量3 L以上	加熱調理用器具	器具加熱調理用	容量1.1 L未満	容量1.1 L以上3 L未満	容量3 L以上			器具加熱調理用	器具加熱調理用
カドミウム	4%酢酸	0.05	0.5	0.25	0.25	0.25	0.05	0.5	0.25	0.25	0.07	0.07	0.07	0.07	AA、ICP	8、9
鉛	4%酢酸	0.5	1.5	0.75	0.5	0.5	0.5	2	1	0.5	0.4	0.4	0.8	AA、ICP	8、9	

表3 ガラス製、陶磁器製又はホウロウ引きの器具又は容器包装
(液体を満たすことのできない試料又は液体を満たしたときに深さが2.5 cm未満である試料)

溶出試験	項目	浸出用液	対象および規格値 (μg/cm ² 以下)						分析法	頁
			ガラス製	陶磁器製	ホウロウ引きの器具又は容器包装					
					加熱調理用器具	加熱調理用器具以外	深さが2.5 cm以上であって容量3 L以上			
カドミウム	4%酢酸	0.7	0.7	0.5	0.7	0.5	0.5	AA、ICP	8、9	
鉛	4%酢酸	8	8	1	8	1	1	AA、ICP	8、9	

表4 合成樹脂製の器具又は容器包装 (1) 一般規格

材質試験	項目	規格値 (μg/g以下)	分析法	頁	
		カドミウム及び鉛	100	AA、ICP	10、11
溶出試験	項目	浸出用液	規格値 (mg/mL以下)	分析法	頁
	重金属	4%酢酸	1	比色	—
	過マンガン酸カリウム消費量*1	水	10	滴定	—

*1 フェノール樹脂、メラミン樹脂、又はユリア樹脂を主成分とする合成樹脂製については、過マンガン酸カリウム消費量の試験を除く。

表 5 合成樹脂製の器具又は容器包装 (2) 個別規格

材質試験	項目	対象および規格値 (μg/g 以下)														分析法	頁	
		フェノール樹脂、メラミン樹脂、又はユリア樹脂を主成分とする	ホルムアルデヒドを製造原料とする*1	ポリ塩化ビニルを主成分とする	ポリエチレン及びポリプロピレンを主成分とする	ポリスチレンを主成分とする	ポリ塩化ビニリエンを主成分とする	ポリエチレンテレフタレートを主成分とする	ポリメタクリル酸メチルを主成分とする	ナイロンを主成分とする	ポリメチルペンテンを主成分とする	ポリカーボネートを主成分とする	ポリビニルアルコールを主成分とする	ポリ乳酸を主成分とする	ポリエチレンナフタレートを主成分とする			
材質試験	ジブチルスズ化合物	-	-	50	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	GC-MS	13、14	
	クレゾールリン酸エステル	-	-	1,000	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	LC	15	
	塩化ビニル	-	-	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	GC	16	
	揮発性物質*2	-	-	-	-	5000*3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	GC	17	
	バリウム	-	-	-	-	-	100	-	-	-	-	-	-	-	-	AA、ICP	18、19	
	塩化ビニリデン	-	-	-	-	-	6	-	-	-	-	-	-	-	-	GC	20	
	ビスフェノール A*4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	500	-	-	-	LC	24	
	ジフェニルカーボネート	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	500	-	-	-	LC	25	
	アミン類*5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1	-	-	-	GC	26	
溶出試験	項目	浸出用液	対象および規格値 (μg/mL 以下)														分析法	頁
	蒸発残留物	*6	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30		
	フェノール	水	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	UV	12
	ホルムアルデヒド	水	陰性	陰性	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	比色	-
	アンチモン	4%酢酸	-	-	-	-	-	-	0.05	-	-	-	-	-	-	-	AA、ICP	21
	ゲルマニウム	4%酢酸	-	-	-	-	-	-	0.1	-	-	-	-	-	-	0.1	AA、ICP	21
	メタクリル酸メチル	20%エタノール	-	-	-	-	-	-	-	15	-	-	-	-	-	-	GC	22
	カプロラクタム	20%エタノール	-	-	-	-	-	-	-	-	15	-	-	-	-	-	GC	23
	ビスフェノール A*4	*6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2.5	-	-	-	LC	27
総乳酸	水	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	30	-	LC	28	

*1 フェノール樹脂、メラミン樹脂、又はユリア樹脂は除く

*2 測定成分はスチレン、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

*3 発泡ポリスチレン(熱湯を用いるものに限る。)にあっては、各成分の濃度の合計が 2 mg/g 以下であり、かつ、スチレン及びエチルベンゼンの濃度がそれぞれ 1 mg/g 以下

*4 フェノール及び *p*-tert-ブチルフェノールを含む

*5 測定成分はトリエチルアミン及びトリブチルアミン

*6 品分類により異なる

*7 ヘプタンを浸出用液とする場合

*8 使用温度が 100℃以下の試料であってヘプタンを浸出用液とする場合

表6 ゴム製の器具又は容器包装 (1) ゴム製の器具 (ほ乳器具を除く。)

材質試験	項目		規格値 (μg/g 以下)	分析法	頁
	カドミウム及び鉛			100	AA、ICP
2-メルカプトイミダゾリン*1			陰性	LC	—
溶出試験	項目	浸出用液	規格値 (μg/mL 以下)	分析法	頁
	蒸発残留物	*2	60	重量法	—
	フェノール	水	5	UV	—
	ホルムアルデヒド	水	陰性	比色	—
	亜鉛	4%酢酸	15	AA、ICP	29
	重金属	4%酢酸	1	比色	—

*1 塩素を含有するゴムに限る

*2 食品分類により異なる

表7 ゴム製の器具又は容器包装 (2) ゴム製のほ乳器具

材質試験	項目		規格値 (μg/g 以下)	分析法	頁
	カドミウム及び鉛			10	AA、ICP
溶出試験	項目	浸出用液	規格値 (μg/mL 以下)	分析法	頁
	蒸発残留物	水	40	重量法	—
	フェノール	水	5	UV	31
	ホルムアルデヒド	水	陰性	比色	—
	亜鉛	4%酢酸	1	AA、ICP	30
	重金属	4%酢酸	1	比色	—

表8 金属缶 [乾燥した食品 (油脂及び脂肪性食品を除く。) を内容物とするものを除く。]

溶出試験	項目	浸出用液	規格値 (μg/mL 以下)	分析法	頁
	ヒ素	*1		0.2	比色
カドミウム	*1		0.1	AA、ICP	32、33
鉛	*1		0.4	AA、ICP	32、33
フェノール	水		5	UV	34
ホルムアルデヒド	水		陰性	比色	—
蒸発残留物*2	*3		30*4	重量法	—
エピクロルヒドリン	ペンタン		0.5	GC	35
塩化ビニル	エタノール		0.05	GC	36

*1 食品分類により異なる

*2 天然の油脂を主原料とする塗料であって塗膜中の酸化亜鉛の含量が3%を超えるものにより缶の内面を塗装した缶を試料とする場合であり、かつ、へブタンを浸出用液として用いたときの蒸発残留物の量は、90 μg/mL 以下でなければならない。また、この場合であって、水を浸出用液として用いた時の蒸発残留物の量が 30 μg/mL を超える場合は、クロロホルム可溶物を求め、この量が 30 μg/mL 以下でなければならない。

*3 食品分類により異なる

*4 塗料種により異なる

表9 器具又は容器包装の用途別規格

項目	対象および規格値										分析法*5	頁
	容器包装詰詰加圧加熱殺菌食品の容器包装*1	清涼飲料水の容器包装*2				氷菓の製造に使用する器具	食品の自動販売機（食品が部品に直接接触する構造を有するものに限る。）及びこれによって食品を販売するために用いる容器			コップ販売式自動販売機又は清涼飲料水全自動調理機に収められる清涼飲料水の原液の運搬機又は容器包装*4		
		ガラス製容器包装	金属製容器包装	合成樹脂製容器包装、合成樹脂加工アルミニウム箔製容器包装及び合成樹脂加工紙製容器包装	組合せ容器包装*3		自動販売機本体	カートリッジ式給水タンク	容器			
強度試験												
持続耐圧試験	—	規格有*5	—	規格有*5	—	—	—	—	—	規格有*5	—	—
持続耐減圧試験	—	—	—	規格有*5	—	—	—	—	—	規格有*5	—	—
耐圧試験	—	—	規格有*5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
耐圧縮試験	規格有*5	—	—	規格有*5	—	—	—	—	—	規格有*5	—	—
耐減圧試験	—	規格有*5	規格有*5	—	規格有*5	—	—	—	—	—	—	—
突き刺し強度試験	—	—	15N以上*7	—	—	—	—	—	—	—	試験機*8	37
内圧強度試験	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
熱封かん強度試験	23N以上*6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	試験機	38
破裂強度試験	—	—	規格有*5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
ピンホール試験	—	—	規格有*5	規格有*5	規格有*5	—	—	—	—	規格有*5	—	—
封かん試験	—	—	—	規格有*5	規格有*5	—	—	—	—	規格有*5	—	—
落下試験	規格有*5	—	—	規格有*5	規格有*5	—	—	—	—	規格有*5	—	—
漏水試験	—	規格有*5	—	規格有*5	規格有*5	—	—	—	—	規格有*5	—	—
備考	—	—	—	—	—	構造の規格有*5	構造の規格有*5	構造、材質の規格有*5	材質の規格有*5	—	—	—

*1 缶詰食品又は瓶詰め食品を除く

*2 原料用果汁を除く

*3 金属、合成樹脂、合成樹脂加工紙又は合成樹脂加工アルミニウム箔のうち2つ以上を用いる容器金属は「D 原材料の材質別の金属缶に定める規格」に、また合成樹脂、合成樹脂加工紙および合成樹脂加工アルミニウム箔にあって内容物に直接接触する部分に使用する合成樹脂は、「D 原材料の材質別の合成樹脂において個別規格の定められたもの」に限る（ただし、合成樹脂加工アルミニウム箔で、密封の用に供されるものを除く）

*4 合成樹脂製の規格は「合成樹脂製、合成樹脂加工紙製及び合成樹脂加工アルミニウム箔製容器」の規格と同じ金属は構造、材質に関する規格のみ

*5 機器分析以外の分析手法については除外した

*6 ただし、箱状の容器包装であって、内圧強度試験を行うとき、破裂時の最大圧力が20kPa以上であるものについては、この限りでない

*7 容器包装の開口部分に、密栓のために金属以外の材質を用いたものみの規格

*8 規格の対象試料が限定されるため分析例は紹介していない。ここではJIS Z 1707に準拠した方法を紹介

3. 分析手法（分析装置）の紹介

容器包装の規格分析には様々な分析機器が使用されます。
本章では本アプリケーションノートで紹介する分析手法の機器概要についてご紹介します。

原子吸光分光光度計（AA）／誘導結合プラズマ発光分光分析装置（ICP）

原子吸光分光光度計、誘導結合プラズマ（ICP）発光分光分析装置はカドミウム、鉛をはじめとする無機元素の分析に用いられます。原子吸光分光光度計は、熱で試料中の元素を原子化し、各元素特定の波長の吸光度を測定して、目的元素を定量します。ICP 発光分光分析装置は、アルゴンプラズマ中で励起した各元素が発する特有の波長の光を測定して、目的元素を定性・定量します。それぞれの装置構成にバリエーションがあり、目的とする元素の感度・処理能力に応じた装置を選択することができます。



AA-7000 シリーズ



ICPE-9800 シリーズ

紫外可視分光光度計（UV）

紫外可視分光光度計は、光源から放出される光を分光し、指定した波長の光を試料に照射することにより、試料がどれくらいその光を吸収するか、すなわち吸光度を測定する装置です。この吸光度は濃度と比例することから、目的物質の定量を行うことができます。容器包装の分析において紫外可視分光光度計は、合成樹脂、ゴム製品及び金属缶より溶出するフェノールの分析に用います。フェノールに4-アミノアンチピリンを加えて発色させ、その吸光度からフェノールの溶出量を確認することができます。



UV-1800

高速液体クロマトグラフ（LC）

液体クロマトグラフは混合物試料を装置に注入し、分離カラムで分離させた後、様々な種類の検出器によって検出を行います。分離カラムには疎水性の差で分離を行う ODS カラム、検出には吸光性物質を検出できる UV 検出器が広く用いられています。容器包装材の分析において LC はクレゾールりん酸エステル、ビスフェノール A、総乳酸等の分析に用いられます。



i-Series Plus

ガスクロマトグラフ (GC) / ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS)

容器包装の分析において、ガスクロマトグラフ、ガスクロマトグラフ質量分析計は揮発性成分、残留モノマー、添加剤等の分析に用いられます。気体又は液体試料を装置に注入し、注入口で気化させた成分を分離カラムで分離、検出するものです。ガスクロマトグラフとガスクロマトグラフ質量分析計は、成分の分離原理は同じですが、検出器部分が異なります。ガスクロマトグラフは有機物全般を検出する FID 検出器がよく用いられます。ガスクロマトグラフ質量分析計は、分離成分の質量情報が得られ、定性、定量に威力を発揮します。



Nexis GC-2030



GCMS-QP2020

試験機

材料や製品に力を加えて変形させ、そのときの力と変形量の関係より、材料や製品の特性を求めるのが試験機です。大型の構造物から小さな部品まで測定できるラインナップをそろえています。容器包装の測定においては、比較的少量の精密万能試験機オートグラフが多く用いられます。ここでは、設置スペースが少ない小型卓上試験機 EZ Test シリーズの中でも小型の EZ-S を用いて測定を行いました。



EZ Test EZ-SX

4. 分析例の紹介

4-1. ガラス製、陶磁器製、若しくはホウロウ引きの器具又は容器包装

ガラス製、陶磁器製、若しくはホウロウ引きの器具又は容器包装については、溶出試験によるカドミウムおよび鉛の規格試験があります。用途、容量、材質等により規格値は異なります。詳細は表 2、3 を参照下さい。

※分析例については、2011 年 7 月時点のデータを示しています。

溶出試験 カドミウム及び鉛

[分析概要]

4%酢酸溶液を用いた溶出試験を行い、カドミウムおよび鉛を、原子吸光光度法又は ICP 発光分光分析法にて測定しま

す。用途、容量、材質等により規格値は異なります。詳細は表 2 および表 3 を参照下さい。

■ 原子吸光光度法による鉛の測定 - 4%酢酸溶出液

カドミウム、鉛の試験装置のひとつに原子吸光分光光度計があります。本試験の浸出溶液である 4%酢酸溶液において、フレイム法での定量下限は鉛 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、カドミウム 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ であり、規格値を満たします。

さらに高感度が必要な場合は電気加熱（フレイムレス）法を適用します。

図 1 に鉛の検量線データ（フレイム法）を示します。

[標準溶液]

市販の鉛 1000 mg/L 標準液を 4%酢酸で希釈して調製しました。濃度は 0、0.2、0.4、0.6、1.0 mg/L の 5 段階です。

[測定条件]

表 10 に測定条件を示します。

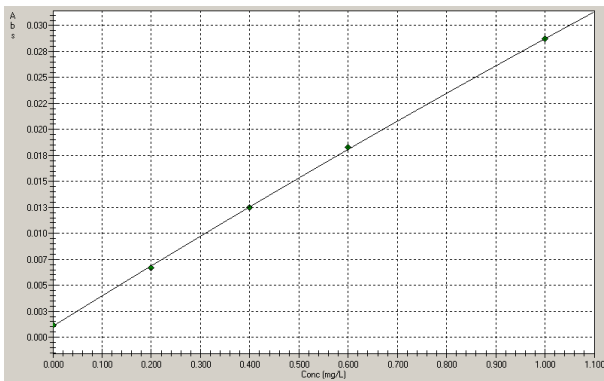


図 1 検量線 (鉛 283.9 nm)

表 10 測定条件

装置	AA-7000	
	Pb	Cd
元素	Pb	Cd
点灯モード	BCG-D2	BCG-D2
波長	283.3 nm	228.8 nm
ランプ電流値	10 mA	8 mA
スリット幅	0.7 nm	0.7 nm
フレイムタイプ	Air-C ₂ H ₂	Air-C ₂ H ₂
バーナ高さ	7 mm	7 mm

■ ICP 発光分光分析法による市販食器の分析

[分析概要]

ガラス製、陶器製、若しくはホウロウ引きの器具又は容器包装の対象として、食器や鍋の一部が該当します。ここでは市販の食器について溶出試験を行い、ICP 発光分光分析装置でカドミウム、鉛の測定を行いました。

[試料]

市販の食器（ガラス・陶磁器製）

[試験溶液]

試料を水でよく洗った後、4%酢酸を浸出溶液として用い、常温で暗所に24時間放置しました。これを試験溶液としてカドミウム、鉛の測定を行いました。

[標準溶液]

市販のカドミウム 1000 mg/L 標準液および市販の鉛 1000 mg/L 標準液を4%酢酸で希釈して調製しました。

[測定条件]

表11に測定条件を示します。

[分析結果]

図2にカドミウム、鉛のスペクトル線プロファイルを示します。

表1に定量結果と本測定における検出下限を示します。

検出下限は、検量線ブランクを用いたN=10繰り返し測定における標準偏差の3倍(3σ)としました。

表11 測定条件

装置	: ICPE-9000
高周波出力	: 1.2 (kW)
プラズマガス流量	: 10 (L/min)
補助ガス流量	: 0.6 (L/min)
キャリアガス流量	: 0.60 (L/min)
試料導入	: 同軸ネプライザー
スプレーチャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
観測方向	: 軸方向

表12 食器の定量結果 (単位: μg/mL)

試料名	試料の種類	元素名	カドミウム (Cd)	鉛 (Pb)
		検出下限	0.0001	0.002
サンプル1	ガラス製コップ 模様絵付き		0.0002	< 0.002
サンプル2	陶器製ぐい飲み		< 0.0001	0.020
サンプル3	陶器製小皿		< 0.0001	< 0.002
サンプル4	磁器製茶碗 模様絵付き		0.0010	0.056
サンプル5	磁器製小鉢 模様絵付き		0.0027	0.221
サンプル6	磁器製コーヒークップ		< 0.0001	0.061

<: 検量線ブランク試料の標準偏差から求めた検出下限 (3σ) 未満

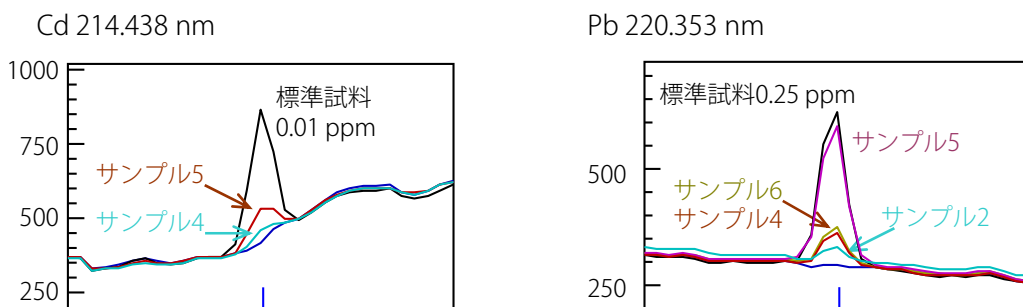


図2 カドミウム、および鉛スペクトル線プロファイル

4-2. 合成樹脂製の器具又は容器包装 (1) 一般規格

合成樹脂の一般規格はすべての合成樹脂製器具・容器包装に適用されます。
カドミウム、鉛等について規格が設けられています。詳細は表 4 を参照下さい。

材質試験 カドミウム及び鉛

【分析概要】

本試験は合成樹脂の一般規格として、すべての合成樹脂製器具・容器包装に適用されます。着色剤や安定剤等の不純物としてカドミウム、鉛が混入する可能性があるため、規格が設けられています。試料を灰化後、酸に溶解して試験溶液とし、原子吸光度法又は ICP 発光分光分析法にて測定を行います。

試験溶液中に各 5 µg/mL 以下 (試料あたり各 100 µg/g 以下) の規格値が定められています。

【試験溶液】

試料 1.0 g を採り、硫酸 2 mL を加え徐々に加熱します。硫酸の白煙がほとんど出なくなり、試料の大部分が炭化した後、電気炉等で約 450 °C に加熱して灰化します。完全に灰化するまで繰り返します。残留物に塩酸 (1→2) 5 mL を加えて加熱、蒸発乾固します。冷却後 0.1 mol/L 硝酸 20 mL に溶解し、不溶物があればろ過し、試験溶液とします。

【標準溶液】

市販のカドミウム 1000 mg/L および鉛 1000 mg/L 標準液を 0.1 mol/L 硝酸で希釈して調製します。

■ 原子吸光度法によるカドミウム・鉛の測定

標準液で作成した検量線例です。カドミウム・鉛とも規格に対して十分な感度が得られています。

表 13 カドミウム (Cd) 測定条件

装置	AA-7000
点灯モード	BGC-D2
波長	228.8 nm
ランプ電流値	8 mA
スリット幅	0.7 nm
フレイムタイプ	Air-C ₂ H ₂
バーナ高さ	7 mm
定量下限 (10σ _{BL})	0.007~0.03 µg/mL

表 14 鉛 (Pb) 測定条件

装置	AA-7000
点灯モード	BGC-D2
波長	283.3 nm
ランプ電流値	10 mA
スリット幅	0.7 nm
フレイムタイプ	Air-C ₂ H ₂
バーナ高さ	7 mm
定量下限 (10σ _{BL})	0.1~0.4 µg/mL

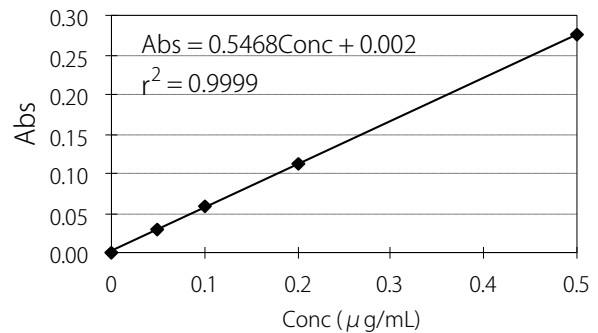


図 3 カドミウム検量線 (Cd 228.8 nm)
<0, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 µg/mL>

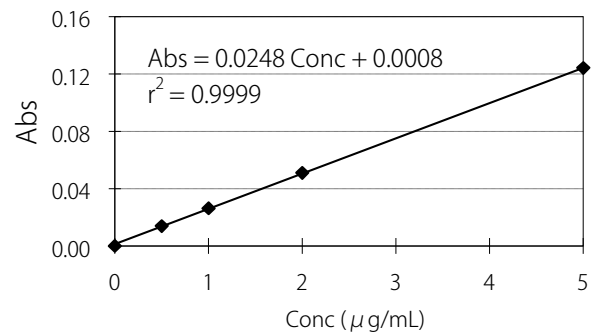


図 4 鉛検量線 (Pb 283.3 nm)
<0, 0.5, 1, 2, 5 µg/mL>

■ ICP 発光分光分析法によるカドミウム・鉛の測定

[分析結果]

ポリエチレンテレフタレート（PET）製の食品用カップ、飲料用カップおよび製菓用カップ2種について、カドミウム、鉛の測定を行いました。

試料は細かく切断した後、純水で洗い、乾燥させてから秤量し、処理を行いました。製菓用カップには外側に模様のブリ

ント部分があり、この部分も含めてサンプリングを行いました。

今回試験した試料について、カドミウム、鉛とも検出されませんでした。

表 15 測定条件

装置	: ICPE-9000
高周波出力	: 1.2 (kW)
プラズマガス流量	: 10 (L/min)
補助ガス流量	: 0.6 (L/min)
キャリアガス流量	: 0.7 (L/min)
試料導入	: 同軸ネプライザー
スプレーチャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
観測方向	: 軸方向

表 16 PET 製容器の定量結果 (単位: $\mu\text{g}/\text{mL}$)

試料名	試料の種類	カドミウム (Cd)	鉛 (Pb)
		検出下限 0.0005	0.003
サンプル1	デザートカップ	< 0.0005	< 0.003
サンプル2	飲料用クリアカップ	< 0.0005	< 0.003
サンプル3	製菓用ケーキカップM	< 0.0005	< 0.003
サンプル4	製菓用ケーキカップL	< 0.0005	< 0.003

< : 検量線ブランク試料の標準偏差から求めた検出下限 (3σ) 未滿

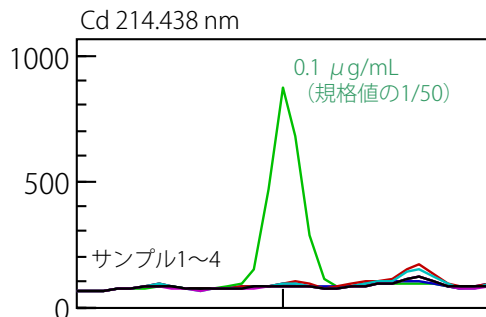


図 5 カドミウムスペクトル線プロファイル

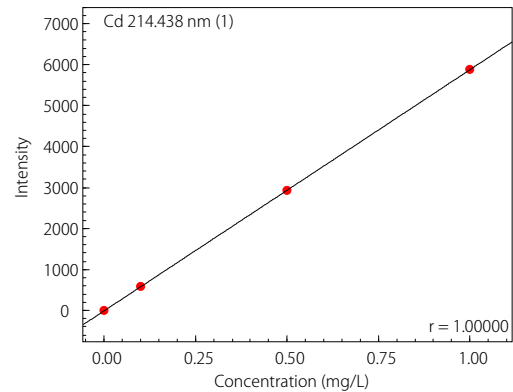


図 7 カドミウム検量線 (Cd 214.438 nm)
<0、0.1、0.5、1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ >

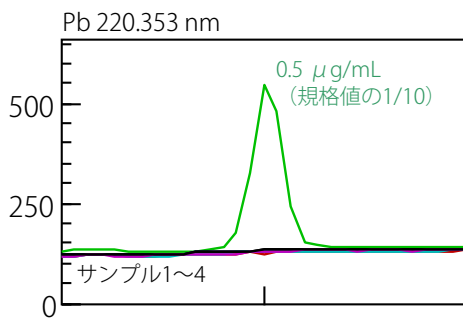


図 6 鉛スペクトル線プロファイル

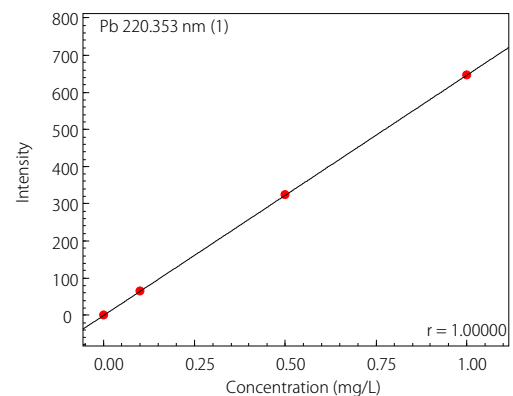


図 8 鉛検量線 (Pb 220.353 nm)
<0、0.1、0.5、1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ >

4-3. 合成樹脂製の器具又は容器包装 (2) 個別規格

合成樹脂の規格には一般規格と個別規格があります。全ての合成樹脂製器具、容器包装に一般規格が適応されます。これとは別に、汎用の合成樹脂には樹脂ごとの個別規格があります。ここでは個別規格の分析例について紹介します。個別規格の詳細については表5を参照ください。

4-3-1. フェノール樹脂、メラミン樹脂、若しくはユリア樹脂を主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

溶出試験 フェノール

[分析概要]

ホルムアルデヒドを製造原料とする樹脂のうち、フェノール樹脂、メラミン樹脂、ユリア樹脂は熱硬化性樹脂で、個別規格の対象となっています。これらの樹脂には、不純物として有害物質であるフェノールが混入している可能性があり、分光光度計を用いて測定します。本試験では、合成樹脂からフェノールを水中に溶出させ、4-アミノアンチピリンを添加し、発色後、吸光度を測定します。フェノール抽出量は1 mLあたり5 µg以下が規格値となっています。

[標準溶液]

- フェノール標準溶液
フェノール 1.0 g を水に溶かして 100 mL とし、その 1 mL を採り、水を加えて 100 mL とします。さらにこの液 1 mL を採り、水を加えて 20 mL とします。本液 1 mL はフェノール 5 µg を含みます (5 µg/mL)。
- ホウ酸緩衝液
水酸化ナトリウム 4.0 g を水に溶かして 100 mL とし、第 1 液とします。ホウ酸 6.2 g を水に溶かして 100 mL とし、第 2 液とします。第 1 液と第 2 液を等量混和します。
- 4-アミノアンチピリン試液
4-アミノアンチピリン 1.36 g を水に溶かして 1000 mL とします。
- ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液
ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム 8.6 g を水に溶かし、アンモニア水 1.8 mL および水を加えて 1000 mL とします。

[試験溶液]

試料の表面積 1 cm² につき 2 mL の割合の水に浸漬し、60 °C に保ちながら 30 分間放置します。

[調製および分析条件]

試験溶液 20 mL にホウ酸緩衝液 3 mL を加えて良く振り混ぜた後、4-アミノアンチピリン試液 5 mL およびヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 2.5 mL を加え、さらに水を加えて 100 mL とし、良く振り混ぜて室温で 10 分間放置します。別にフェノール標準溶液 20 mL を採り同様に操作します。紫外可視分光光度計での分析条件を表 17 に示します。

[分析結果]

フェノール標準溶液 (5 µg/mL) に、4-アミノアンチピリンを添加し、発色させました。標準溶液の吸光度値を表 18 に、スペクトルを図 9 に表示します。試験溶液の吸光度はフェノール標準溶液の吸光度以下が規格値となっています。

表 17 フェノールの分析条件

機種名	UV-1800
測光値	吸光度
スリット幅	1.0 nm
波長範囲	300~700 nm
スキャンスピード	中速
サンプリングピッチ	1 nm

表 18 測定結果

試料名	吸光度 (510 nm)
標準溶液	0.146

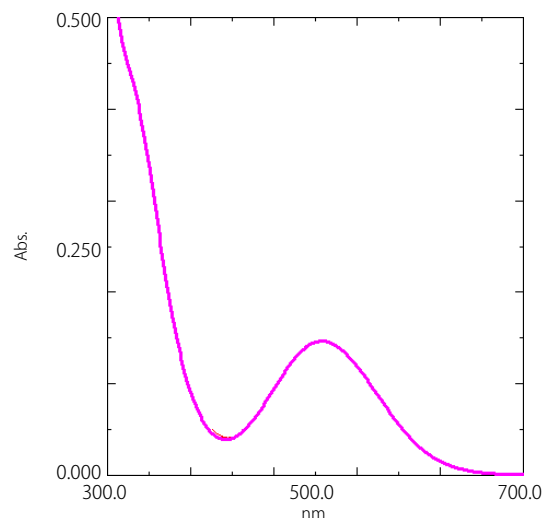


図 9 標準溶液を発色させたスペクトル

4-3-2. 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

材質試験 ジブチルスズ化合物

[分析概要]

ジブチルスズ化合物は、塩酸酸性下で溶媒抽出した後、テトラエチルホウ酸ナトリウムでエチル化し、GC/MSにて分析します。判定は、標準溶液および試験溶液におけるジブチルスズのピーク面積値の比較により行い、これは、材質中の濃度として二塩化ジブチルスズが 50 $\mu\text{g/g}$ 以下であることに相当します。

[標準溶液]

規格に定める試験法にのっとり、二塩化ジブチルスズを誘導体化しました。前処理フローを図 10 に示します。標準溶液中の二塩化ジブチルスズの濃度は 1 $\mu\text{g/mL}$ になります。

[試験溶液]

実試料として、約 5 mm 角に裁断した PVC 製手袋を用いました。試料を塩酸酸性下で溶媒抽出した後、濃縮、遠心分離を行い、上澄みを標準溶液と同様に誘導体化しました。また、溶媒抽出液に二塩化ジブチルスズが 0.1 $\mu\text{g/mL}$ (規格基準の 1/10 濃度) となるように添加し、誘導体化したものをスパイク溶液としました。前処理フローを図 11 に示します。

[分析条件]

表 19 に GC-MS の分析条件を示します。

[分析結果]

標準溶液、試験溶液、およびスパイク溶液の TIC クロマトグラムを図 12~14、標準溶液のマススペクトルを図 15 に示します。図 12 の m/z 263 のマスクロマトグラムから、規格基準の 1/10 の濃度 (0.1 $\mu\text{g/mL}$) においても SCAN 測定でピークが検出できることがわかりました。また、本試験法ではピーク面積値の比較で判定を行っていますが、二塩化ジブチルスズ 0、0.01、0.05、0.105、1 $\mu\text{g/mL}$ をそれぞれ誘導体化したものを SIM 測定し、検量線を作成して試験溶液の定量を行なったところ、試料中の二塩化ジブチルスズは 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 未満でした。0.01 $\mu\text{g/mL}$ 標準溶液のマスクロマトグラムを図 16 に、検量線を図 17 に示します。

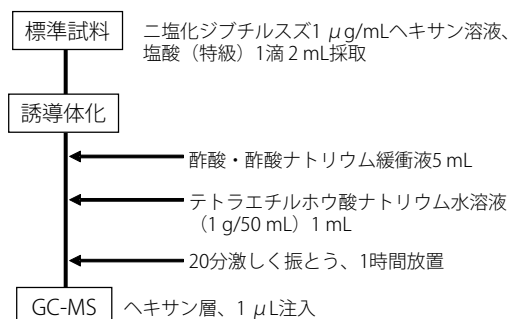


図 10 標準溶液の前処理フロー

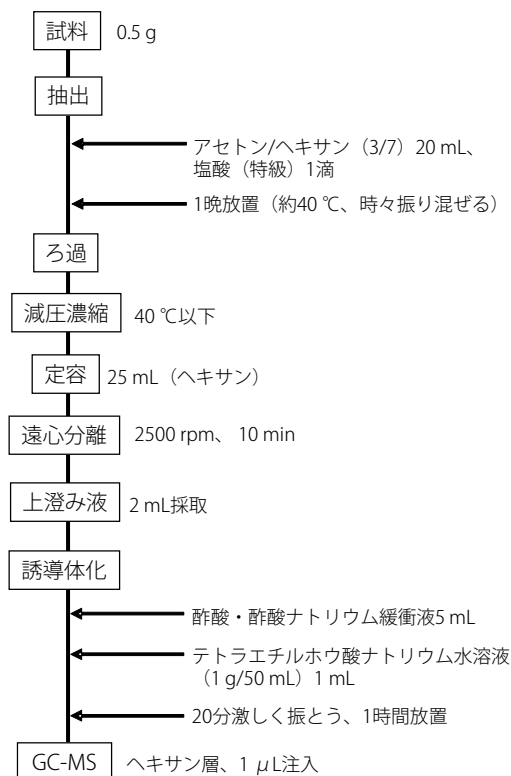


図 11 試験溶液の前処理フロー

表 19 GC-MS 分析条件

Model	: GCMS-QP2010 Plus
[GC]	
Column	: Rtx-5MS (30 m × 0.25 mm I.D. df = 0.25 μm)
Col. Temp.	: 45 °C (4 min) -15 °C/min - 300 °C (10 min)
Carrier Gas	: He (33 cm/sec, 39.5 kPa)
Carrier Gas Mode	: Constant Liner Velocity Mode
Inj. Temp.	: 250 °C
Injection Method	: Splitless Injection
Sampling Time	: 1 min
Injection Volume	: 1 μL
[MS]	
I.F. Temp.	: 250 °C
I.S. Temp.	: 200 °C
Ionization	: EI
Scan Range	: m/z40-500
Scan Interval	: 0.5 sec.

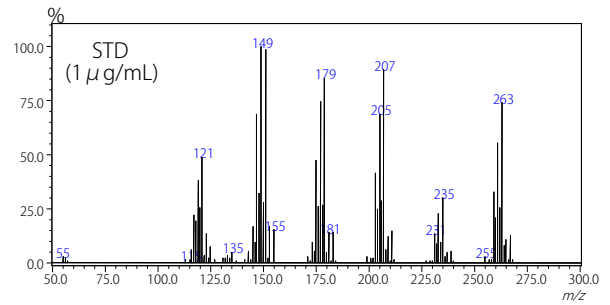


図 15 標準溶液のマススペクトル

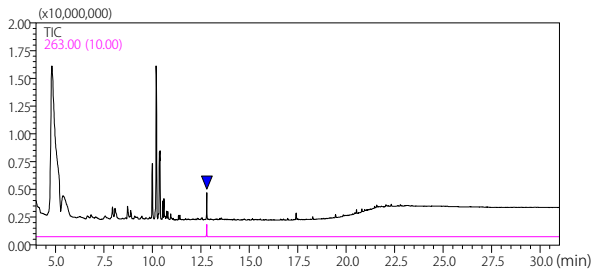


図 12 標準溶液の TIC クロマトグラムとマスクロマトグラム

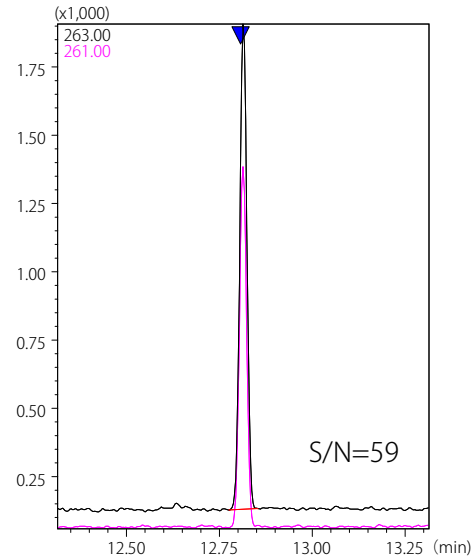


図 16 0.01 μg/mL 標準溶液のマスクロマトグラム (SIM)

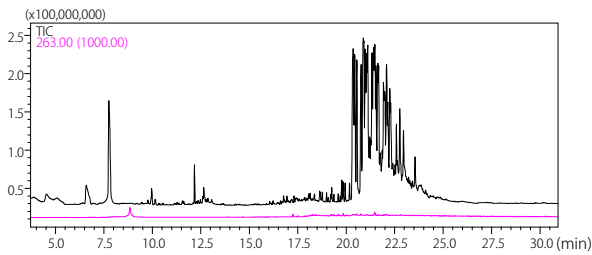


図 13 試験溶液の TIC クロマトグラムとマスクロマトグラム

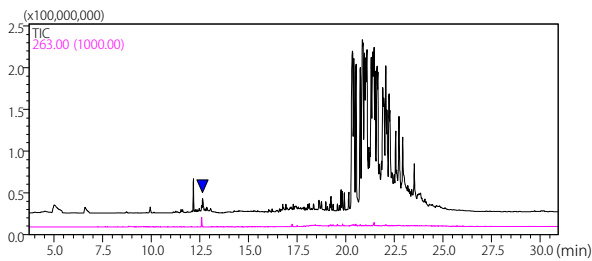


図 14 スパイク溶液の TIC クロマトグラムとマスクロマトグラム

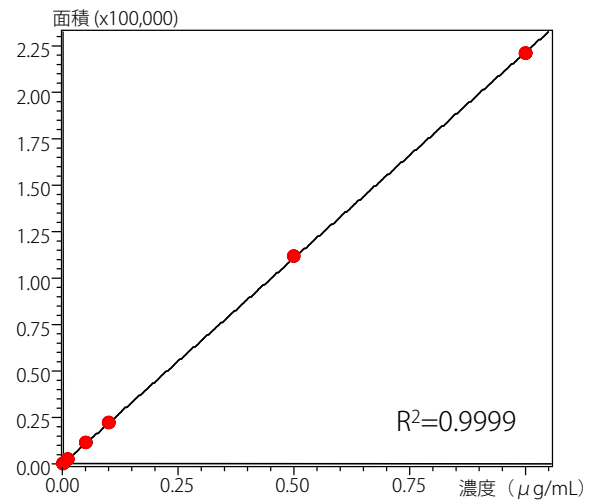


図 17 検量線 (SIM、m/z=263)

材質試験 クレゾールリン酸エステル

【分析概要】

本試験では、ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂中に存在するクレゾールリン酸エステルを溶媒抽出し、液体クロマトグラフィーにより測定します。クレゾールリン酸エステルの含量の規格値は 1 mg/g 以下です。（試験溶液中で 10 $\mu\text{g/mL}$ 以下）。

【標準溶液】

クレゾールリン酸エステル 100 mg を精密に量り、アセトニトリルを加えて溶解して 100 mL としました。その 1 mL を採り、アセトニトリル 60 mL を加えた後、水を加えて 100 mL としました（10 $\mu\text{g/mL}$ ）。

【試験溶液】

試料は細切りし、その 0.5 g を量り、共栓付フラスコに入れました。ここにアセトニトリル 15 mL を加え、密栓をし

て約 40 $^{\circ}\text{C}$ に保ちながら一晩放置しました。この液をろ過し、ろ液および洗液を合わせ、アセトニトリルを加えて 25 mL とし、これをアセトニトリル抽出液としました。あらかじめアセトニトリル 5 mL 並びにアセトニトリルおよび水の混液（1:1）5 mL をそれぞれ注入して流した Sep-Pak Plus C18 に、アセトニトリル抽出液 5 mL 水 5 mL を混和して注入しました。その後、アセトニトリルおよび水の混液（2:1）で溶出して溶出液 10 mL を採取しました。

【分析条件】

表 20 にクレゾールリン酸エステルの分析条件を示します。

【分析結果】

図 18 に標準溶液（10 $\mu\text{g/mL}$ ）および試験溶液の分析結果を示します。

表 20 クレゾールリン酸エステルの分析条件

Instrument	: Shimadzu HPLC Prominence Series
Column	: Shim-pack CLC-Phenyl (M) (250 mm L. \times 4.6 mm I.D.)
Mobile Phase	: Water/Acetonitrile = 1/2 (vol/vol)
Flow Rate	: 0.9 mL/min
Injection Vol.	: 20 μL
Column Temp.	: 50 $^{\circ}\text{C}$
Detection	: SPD-20AV at 264 nm

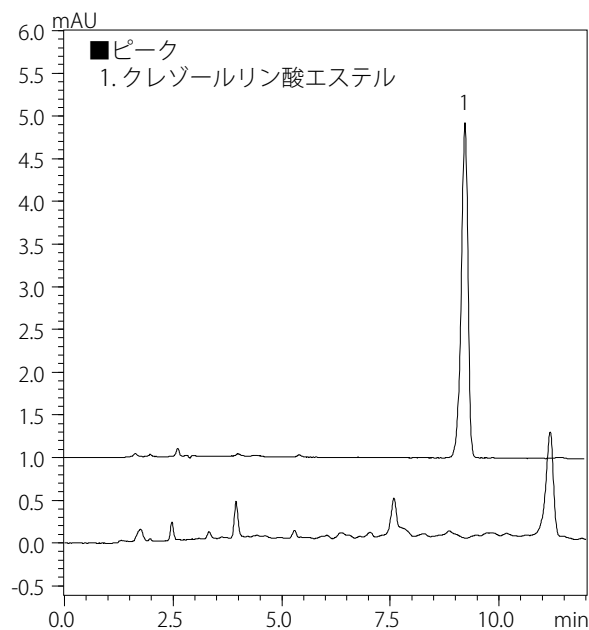


図 18 標準溶液（10 $\mu\text{g/mL}$ ）のクロマトグラム（上段）
試験溶液のクロマトグラム（下段）

材質試験 塩化ビニル

【分析概要】

本試験は、ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂中に存在する原料モノマーである塩化ビニルを、ヘッドスペース法により定量する試験法です。塩化ビニルの含量の規格値は $1 \mu\text{g/g}$ 以下です。

【標準溶液】

200 mL のメスフラスコに約 190 mL のエタノールを入れ、シリコーンゴム栓をして重量を測定します。このメスフラスコをメタノール・ドライアイス浴で冷却し、あらかじめ液化した塩化ビニル 200 mg を、シリコーンゴム栓を通して注入します。更に、冷却したエタノールを注入して 200 mL とします。次いで、これをメタノール・ドライアイス浴で冷却し、その 1 mL を採取し、冷却したエタノールを加えて 100 mL とし、これを標準溶液とします ($10 \mu\text{g/mL}$)。メタノール・ドライアイスで冷却した標準溶液 $50 \mu\text{L}$ を、N,N-ジメチルアセトアミド 2.5 mL を入れたヘッドスペースバイアルに加え、直ちにセプタムで密封します。

【試験溶液】

試料を細切し、その 0.5 g を秤量し、ヘッドスペースバイアルに入れました。次いで、N,N-ジメチルアセトアミド 2.5 mL を加え、直ちにセプタムで密封しました。ただし、溶解が困難な試料にあっては、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します。

【分析条件】

標準溶液と試験溶液を密封したヘッドスペースバイアルを 90°C で 1 時間保温し、表 21 に示す分析条件で測定しました。キャリアガスは塩化ビニルが約 5 分で流出する流速に設定しました。

【分析結果】

図 19 に標準溶液および試験溶液の分析結果を示します。

表 21 塩化ビニル試験法の分析条件

Instrument	: Shimadzu GC-2010Plus AF+TurboMatrix HS40
Column	: CP-PoraBOND Q FUSED SILICA (25 m × 0.25 mm I.D. df = 3 μm)
Column Temp.	: 80°C (1 min) → $10^\circ\text{C}/\text{min}$ → 250°C (10min)
Injection Temp.	: 200°C
Carrier Gas	: He 28.7 cm/sec
Detector	: FID
Detector Temp.	: 250°C
Injection Volume	: 0.5 mL
Sample Thermostatting	: 90°C , 60 min

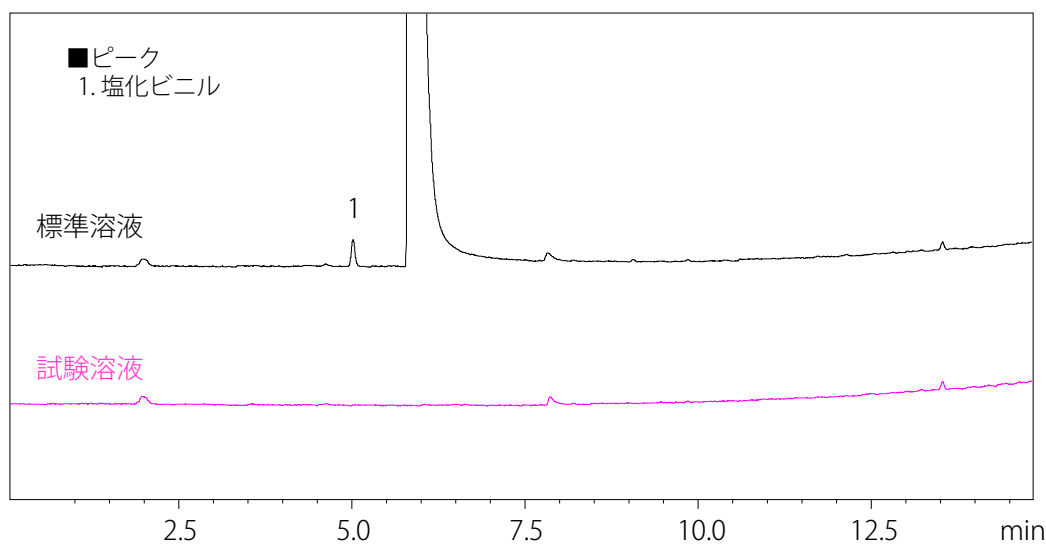


図 19 標準溶液のクロマトグラム (上段)、試験溶液のクロマトグラム (下段)

4-3-3. 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

材質試験 揮発性物質

[分析概要]

本試験は、ポリスチレンをテトラヒドロフランで溶解後、存在するスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼンおよびプロピルベンゼンをガスクロマトグラフィーにより測定します。試験溶液中の揮発性物質の規格値は、各成分含量の合計が 5 mg/g 以下です。ただし、発砲ポリスチレン（熱湯を用いるものに限る）にあつては、各成分の含量の合計が 2 mg/g 以下であり、かつ、スチレンおよびエチルベンゼンの含量がそれぞれ 1 mg/g 以下でなければなりません。

[標準溶液]

100 mL のメスフラスコにテトラヒドロフラン約 90 mL 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およびプロピルベンゼンそれぞれ約 50 mg を精秤して加え、テトラヒドロフランを更に加えて 100 mL としました。この溶液の 1、2、3、4、および 5 mL を採取、それぞれ 20 mL のメスフラスコに入れ、各フラスコにジエチルベンゼン試液（1 μL/mL）1 mL を加えた後、テトラヒドロフラン

を加えて 20 mL とし、これを標準溶液としました。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およびプロピルベンゼンのピーク面積値とジエチルベンゼンピーク面積値との比を求め、各成分の検量線を作成しました。

[試験溶液]

試料 0.5 g を 20 mL のメスフラスコに採取、テトラヒドロフランを適当量加えました。試料が溶解した後、ジエチルベンゼン試液 1 mL を加え、次にテトラヒドロフランを加えて 20 mL とし、これを試験溶液としました。

[分析条件]

標準溶液と試験溶液をそれぞれ 1 μL ずつ用い、表 22 に示す分析条件で測定しました。キャリアガスは、ジエチルベンゼンが約 11 分で流出する流速に設定しました。

[分析結果]

図 20 に標準溶液および試験溶液の分析結果を示します。

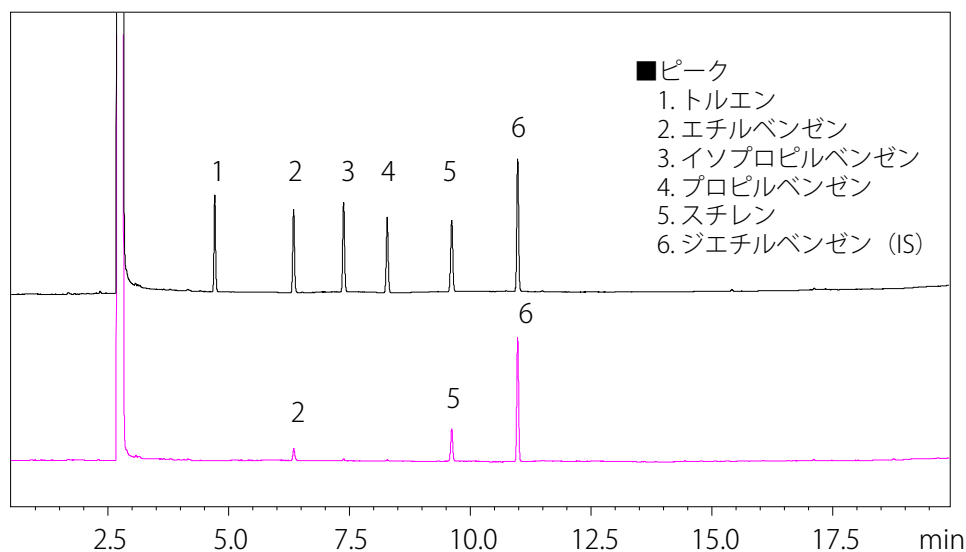


図 20 標準溶液のクロマトグラム（上段）、試験溶液のクロマトグラム（下段）

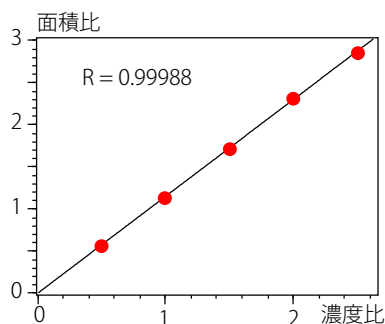


図 21 スチレン直線性

表 22 揮発性物質試験法の分析条件

Instrument	: Shimadzu GC-2010Plus AF
Column	: Rtx-WAX (30 m × 0.25 mm I.D. df = 0.5 μm)
Column Temp.	: 60 °C → 4 °C/min → 100 °C → 10 °C/min → 150 °C
Injection Temp.	: 220 °C
Carrier Gas	: He 33 cm/sec
Detector	: FID
Detector Temp.	: 220 °C
Injection Volume	: 1 μL

4-3-4. ポリ塩化ビニリデンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

材質試験 バリウム

[分析概要]

本試験はポリ塩化ビニリデンの材質中に存在するバリウムを原子吸光光度法又は ICP 発光分光分析法により測定します。

試験溶液中にバリウム 1 µg/mL 以下 (試料あたり 100 µg/g 以下) の規格値が定められています。

[試験溶液]

試料 0.5 g を取り、約 300 °C で徐々に炭化した後、約 450 °C で加熱して灰化します。残留物に 0.1 mol/L 硝酸 50 mL を加えて溶解し試験溶液とします。

[標準溶液]

市販のバリウム 1000 mg/L 標準液を 0.1 mol/L 硝酸で希釈して調製します。

■ 原子吸光光度法によるバリウムの測定

標準溶液で作成した検量線例を示します。

表 23 バリウム測定条件

装置	AA-7000
点灯モード	NON-BGC
波長	553.5 nm
ランプ電流値	16 mA
スリット幅	0.2 nm
フレイムタイプ	N ₂ O-C ₂ H ₂
バーナ高さ	11 mm
定量下限 (10σ _{BL})	0.1~0.4 µg/mL

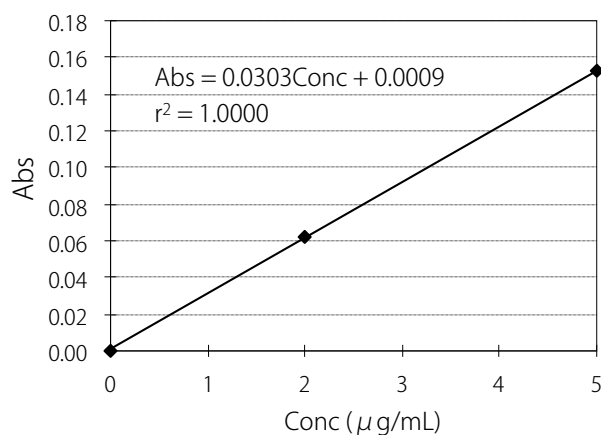


図 22 バリウム検量線 (Ba 553.5 nm)
<0、2、5 µg/mL>

■ ICP 発光分光分析法によるバリウムの測定

[分析例]

ICP 発光分光分析法で、ポリ塩化ビニリデンが主成分の家庭用ラップフィルム 3 種について、バリウムの測定を行いました。

今回測定したいずれのサンプルも、本試験におけるバリウムの規格値 $1 \mu\text{g/mL}$ 以下に対し、十分低い値であることがわかります。

表 24 測定条件

装置	: ICPE-9000
高周波出力	: 1.2 (kW)
プラズマガス流量	: 10 (L/min)
補助ガス流量	: 0.6 (L/min)
キャリアガス流量	: 0.7 (L/min)
試料導入	: 同軸ネブライザー
スプレーチャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
観測方向	: 軸方向

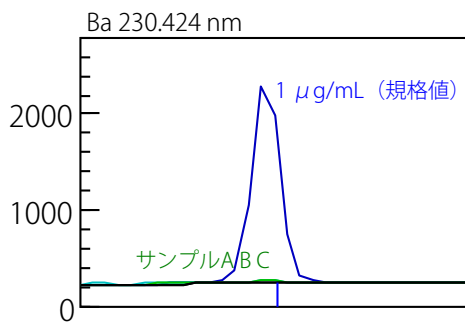


図 23 バリウムスペクトル線プロファイル

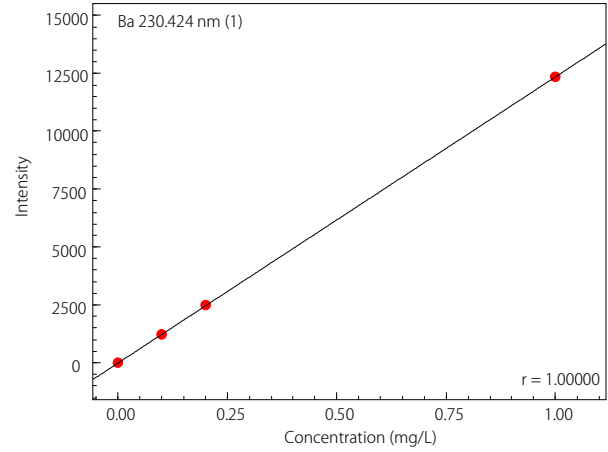


図 24 バリウム検量線 (Ba230.424 nm)
<0、0.1、0.2、1.0 $\mu\text{g/mL}$ >

表 25 バリウム定量結果 (単位: $\mu\text{g/mL}$)

試料名	元素名	バリウム (Ba)
サンプル A		0.0007
サンプル B		0.0004
サンプル C		0.0005

材質試験 塩化ビニリデン

〔分析概要〕

本試験は、ポリ塩化ビニリデンを主成分とする合成樹脂中に存在する塩化ビニリデンを、ヘッドスペース法により定量する試験法です。塩化ビニルの含量の規格値は $6 \mu\text{g/g}$ 以下です。

〔標準溶液〕

100 mL のメスフラスコに約 98 mL の N,N-ジメチルアセトアミドを入れシリコーンゴム栓をします。このメスフラスコに塩化ビニリデン 250 μL をシリコーンゴム栓を通して注入します。更にシリコーンゴム栓を通して N,N-ジメチルアセトアミドを注入して 100 mL とします。この液 1 mL を採取し、N,N-ジメチルアセトアミドを加えて 50 mL とし、標準溶液とします ($60 \mu\text{g/mL}$)。標準溶液 50 μL を N,N-ジメチルアセトアミド 2.5 mL を入れたヘッドスペースバイアルに加え、直ちにセプタムで密封します。

〔試験溶液〕

試料を細切し、その 0.5 g を秤量し、ヘッドスペースバイアルに入れました。次いで、N,N-ジメチルアセトアミド 2.5 mL を加え直ちにセプタムで密封して試験溶液とします。

〔分析条件〕

標準溶液と試験溶液を密封したヘッドスペースバイアルを 90°C で 1 時間保温し、表 26 に示す分析条件で測定しました。キャリアガスは、塩化ビニリデンが約 9 分で流出する流速に設定しました。

〔分析結果〕

図 25 に標準溶液および試料溶液の分析結果を示します。

表 26 塩化ビニリデン試験法の分析条件

Instrument	: Shimadzu GC-2010Plus AF+TurboMatrix HS40
Column	: CP-PoraBOND Q FUSED SILICA (25 m × 0.25 mm I.D. df = 3 μm)
Column Temp.	: 80°C (1 min) → $10^\circ\text{C}/\text{min}$ → 250°C (10 min)
Injection Temp.	: 200°C
Carrier Gas	: He 30 cm/sec
Detector	: FID
Detector Temp.	: 250°C
Injection Volume	: 0.5 mL
Sample Thermostatting	: 90°C , 60 min

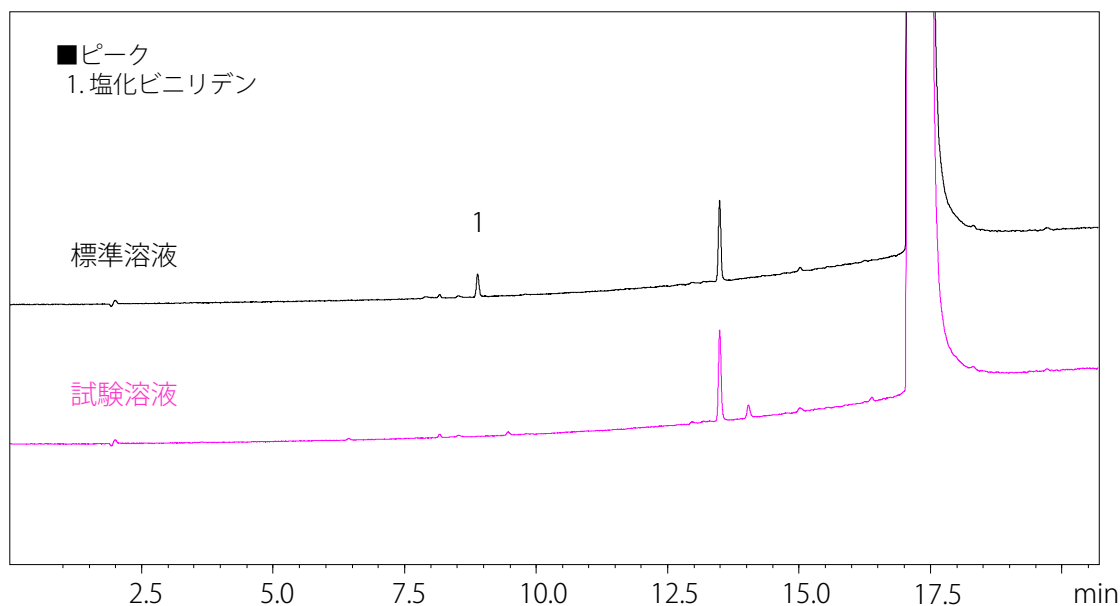


図 25 標準溶液のクロマトグラム (上段)、試験溶液のクロマトグラム (下段)

4-3-5. ポリエチレンテレフタレート若しくはポリエチレンナフタレートを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

溶出試験 アンチモン、ゲルマニウム

[分析概要]

本試験はポリエチレンテレフタレート（PET）を主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装について、4%酢酸による溶出試験を行い、試験液中のアンチモンおよびゲルマニウムを、原子吸光度法又は ICP 発光分光分析法により測定します。PET の製造過程において、重合触媒としてこれらの金属が使用されるため、試験項目となっています。

4%酢酸を浸出用液とした試験溶液中でアンチモン 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 以下、ゲルマニウム 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 以下の規格値が定められています。

[試験溶液]

試料を水でよく洗ったあと、試料表面積 1 cm^2 につき 20 mL の割合の 4%酢酸を浸出液として用います。60 $^{\circ}\text{C}$ に保ちながら 30 分間放置して試験液とします。使用温度が 100 $^{\circ}\text{C}$ を超える試料については 95 $^{\circ}\text{C}$ に保ちながら 1 時間放置して試験液とします。

[標準溶液]

市販の 1000 mg/L 標準液を 4%酢酸で希釈して作成します。

[分析例]

ICP 発光分光分析法にて、ポリエチレンテレフタレート（PET）製の食品用カップ、飲料用カップおよび製菓用カップ 2 種について、ゲルマニウム、アンチモンの測定を行いました。

表 27 に測定条件を示します。図 26 および図 27 に Ge 及び Sb のスペクトル線プロファイルを示します。結果を表 28 に示します。今回試験した試料について、ゲルマニウム、アンチモンの溶出は検出されませんでした。

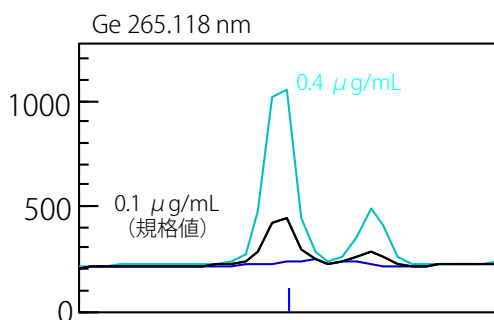


図 26 ゲルマニウムスペクトル線プロファイル

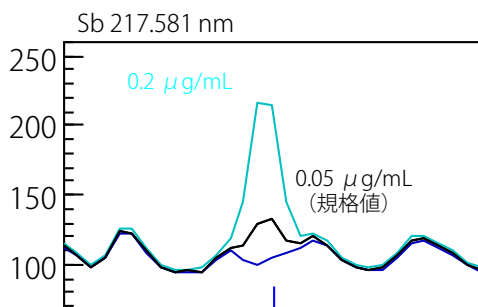


図 27 アンチモンスペクトル線プロファイル

表 27 測定条件

装置	: ICPE-9000
高周波出力	: 1.2 (kW)
プラズマガス流量	: 10 (L/min)
補助ガス流量	: 0.6 (L/min)
キャリアガス流量	: 0.7 (L/min)
試料導入	: 同軸ネブライザー
スプレーチャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
観測方向	: 軸方向

表 28 測定条件 PET 製容器の溶出試験結果 (単位: $\mu\text{g/mL}$)

試料名	試料の種類	元素名 ゲルマニウム (Ge)	アンチモン (Sb)
サンプル1	デザートカップ	<0.002	< 0.003
サンプル2	飲料用クリアカップ	<0.002	< 0.003
サンプル3	製菓用ケーキカップM	<0.002	< 0.003
サンプル4	製菓用ケーキカップL	<0.002	< 0.003

4-3-6. ポリメタクリル酸メチルを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

溶出試験 メタクリル酸メチル

[分析概要]

本試験は、20%エタノールを浸出溶液として得られた試験溶液を用いて、ポリメタクリル酸メチルを主成分とする合成樹脂中のメタクリル酸メチルをガスクロマトグラフィーにより測定します。試験溶液のメタクリル酸メチルのピーク面積値は、標準溶液のピーク面積値よりも大きくないことを確認します（15 µg/mL以下）。

[標準溶液]

メタクリル酸メチル 1.5 g を精秤し、20%エタノール溶かして 1000 mL としました。この液 1 mL を採取、20%エタノールを加えて 100 mL としました（15 µg/mL）。

[試験溶液]

試料を水でよく洗い、試料の表面積 1 cm² あたり 2 mL の 20%エタノールを浸出用液として 60℃で 30 分間放置し、得られた溶出液を試験溶液としました。

[分析条件]

標準溶液と試験溶液をそれぞれ 1 µL ずつ用い、表 29 に示す分析条件で測定しました。キャリアガスはメタクリル酸メチルが約 4~5 分で流出する流速に設定しました。

[分析結果]

図 28 に標準溶液および試験溶液の分析結果を示します。

表 29 メタクリル酸メチル試験法の分析条件

Instrument	: Shimadzu GC-2010Plus AF
Column	: Rtx-1 (30 m × 0.32 mm I.D. df = 5 µm)
Column Temp.	: 120 °C (1 min) → 5 °C/min → 170 °C
Injection Temp.	: 200 °C
Carrier Gas	: He 29.5 cm/sec
Detector	: FID
Detector Temp.	: 200 °C
Injection Volume	: 1 µL

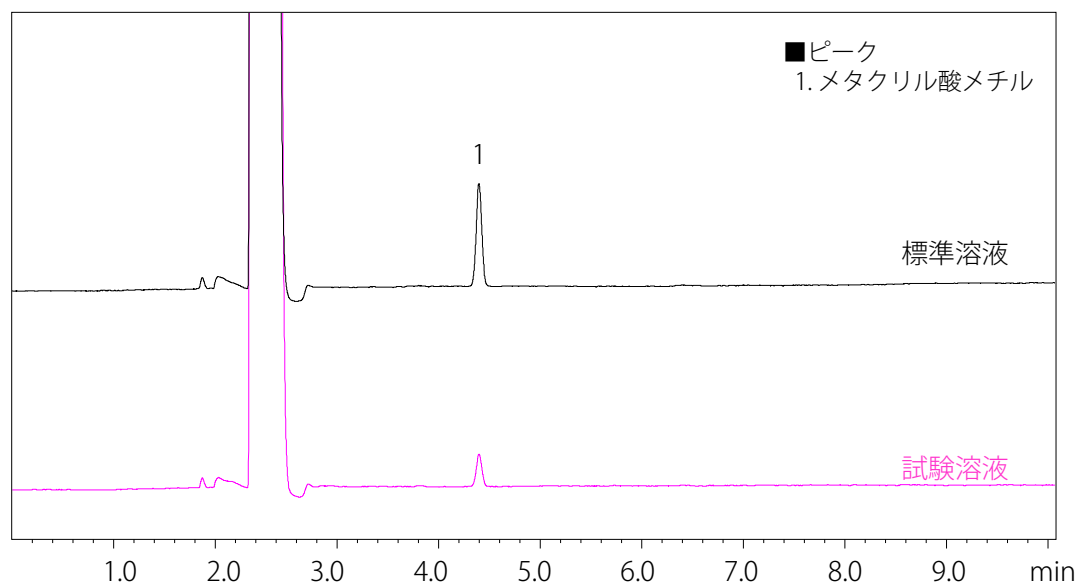


図 28 標準溶液のクロマトグラム（上段）、試験溶液のクロマトグラム（下段）

4-3-7. ナイロンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

溶出試験 カプロラクタム

[分析概要]

本試験は、20%エタノールを浸出溶液として得られた試験溶液を用いて、ナイロン合成樹脂中のカプロラクタムをガスクロマトグラフィーにより測定します。試験溶液のカプロラクタムのピーク面積値は、標準溶液のピーク面積値よりも大きくないことを確認します（15 µg/mL以下）。

[標準溶液]

カプロラクタム 1.5 g を精秤し、20%エタノールに溶かして 1000 mL としました。この液 1 mL を採取し、20%エタノールを加えて 100 mL とし、これを標準溶液としました（15 µg/mL）。

[試験溶液]

試料を水でよく洗い、試料の表面積 1 cm²あたり 2 mL の 20%エタノールを浸出用液として 60℃で 30 分間放置し、得られた溶出液を試験溶液としました。

[分析条件]

標準溶液と試験溶液をそれぞれ 1 µL ずつ用い、表 30 に示す分析条件で測定しました。キャリアガスはカプロラクタムが約 5 分で流出する流速に設定しました。

[分析結果]

図 29 に標準溶液および試験溶液の分析結果を示します。

表 30 カプロラクタム試験法の分析条件

Instrument	: Shimadzu GC-2010Plus AF
Column	: Rtx-1 (30 m × 0.32 mm I.D. df = 5 µm)
Column Temp.	: 240 °C
Injection Temp.	: 240 °C
Carrier Gas	: He 33 cm/sec
Detector	: FID
Detector Temp.	: 240 °C
Injection Volume	: 1 µL

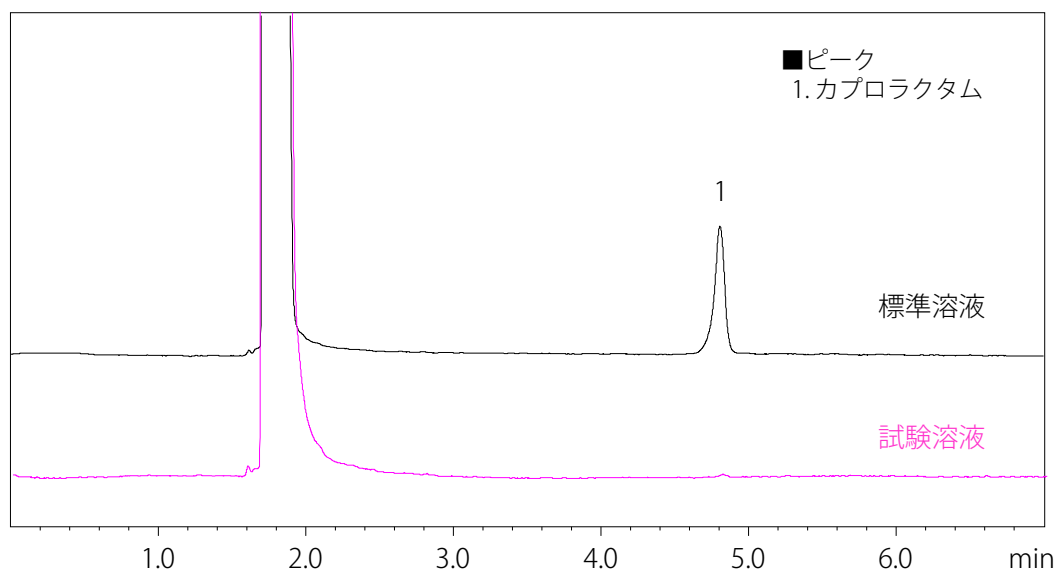


図 29 標準溶液のクロマトグラム（上段）、試験溶液のクロマトグラム（下段）

4-3-8. ポリカーボネートを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

材質試験 ビスフェノール A (フェノール及び *p-tert*-ブチルフェノールを含む。)

[分析概要]

本試験では、ポリカーボネートを主成分とする合成樹脂中に存在するビスフェノール A (フェノール及び *p-tert*-ブチルフェノールを含む。) を溶媒抽出し、液体クロマトグラフィーにより測定します。ビスフェノール A、フェノール及び *p-tert*-ブチルフェノールの含量の規格値は合計 500 µg/g 以下です。本試験は p30 に示しましたジフェニルカーボネートの材質試験と同一の試験方法のため、同時分析も可能です。

[標準溶液]

ビスフェノール A、フェノール及び *p-tert*-ブチルフェノールそれぞれ約 10 mg (実測値それぞれ 9.9 mg、10.2 mg、9.9 mg) を精密に量り、100 mL のメスフラスコに採り、メタノールを加えて 100 mL としました。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、水を加えて 20 mL としました (約 5、10、15、20、25 µg/mL)。

表 31 ビスフェノール A、フェノール及び *p-tert*-ブチルフェノールの分析条件

Instrument	: Shimadzu HPLC Prominence Series
Column	: Shim-pack VP-ODS (250 mm L. × 4.6 mm I.D.)
Mobile Phase	: A: Water B: Acetonitrile B.Conc 30 % (0 min) - 100 % (35-45 min)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Injection Vol.	: 20 µL
Column Temp.	: 40 °C
Detection	: SPD-20AV at 217 nm

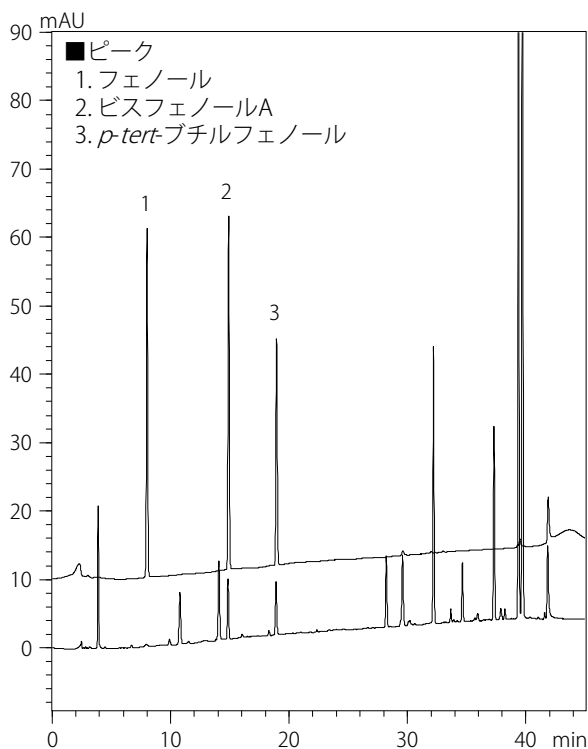


図 30 標準溶液 (各 5 µg/mL) のクロマトグラム (上段)
試験溶液のクロマトグラム (下段)

[試験溶液]

試料約 1.0 g (実測値 1.01 g) を 200 mL の三角フラスコに入れ、ジクロロメタン 20 mL を加えました。試料が溶けた後よくかき混ぜながらアセトン 100 mL を滴加し、毎分 3000 回転で約 10 分間遠心分離を行い、上澄液を減圧濃縮器を用いて約 2 mL とするまで濃縮しました。次にアセトニトリル 10 mL を加え、さらに水を加えて 20 mL としました。その 1 mL を採り、孔径 0.5 µm 以下のメンブランフィルターでろ過しました。

[分析条件]

表 31 にビスフェノール A、フェノール及び *p-tert*-ブチルフェノールの分析条件を示します。

[分析結果]

図 32 に標準溶液 (各 5 µg/mL) および試料溶液の分析結果を、図 33 に直線性 (5~25 µg/mL) を示します。

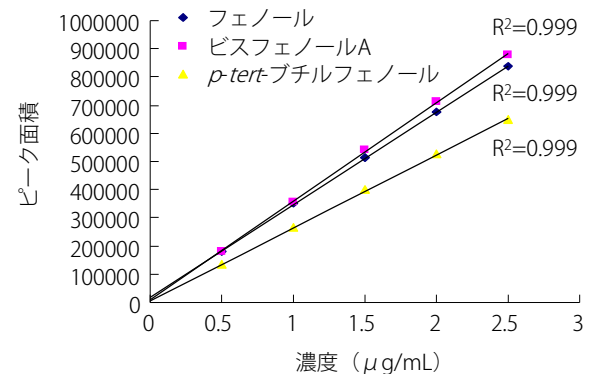


図 31 直線性 (5~25 µg/mL)

材質試験 ジフェニルカーボネート

【分析概要】

本試験では、ポリカーボネートを主成分とする合成樹脂中に存在するジフェニルカーボネートを溶媒抽出し、液体クロマトグラフィーにより測定します。ジフェニルカーボネートの含量の規格値は 500 $\mu\text{g/g}$ 以下です。本試験は p29 に示しましたビスフェノール A (フェノール及び *p*-*tert*-ブチルフェノールを含む。) の材質試験と同一の試験方法のため、同時分析も可能です。

【標準溶液】

ジフェニルカーボネート約 10 mg (実測値 10.2 mg) を精密に量り、100 mL のメスフラスコに採り、メタノールを加えて 100 mL としました。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、水を加えて 20 mL としました (約 5、10、15、20、25 $\mu\text{g/mL}$)。

【試験溶液】

試料約 1.0 g (実測値 1.01 g) を 200 mL の三角フラスコに入れ、ジクロロメタン 20 mL を加えました。試料が溶けた後、よくかき混ぜながらアセトン 100 mL を滴加し、毎分 3000 回転で約 10 分間遠心分離を行い、上澄液を減圧濃縮器を用いて約 2 mL となるまで濃縮しました。次にアセトニトリル 10 mL を加え、さらに水を加えて 20 mL としました。その 1 mL を採り、孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過しました。

【分析条件】

表 32 にジフェニルカーボネートの分析条件を示します。

【分析結果】

図 32 に標準溶液 (5 $\mu\text{g/mL}$) および試料溶液の分析結果を、図 33 に直線性 (5~25 $\mu\text{g/mL}$) を示します。

表 32 ジフェニルカーボネートの分析条件

Instrument	: Shimadzu HPLC Prominence Series
Column	: Shim-pack VP-ODS (250 mm L. \times 4.6 mm I.D.)
Mobile Phase	: A: Water B: Acetonitrile B.Conc 30% (0 min) - 100% (35-45 min)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Injection Vol.	: 20 μL
Column Temp.	: 40 $^{\circ}\text{C}$
Detection	: SPD-20AV at 217 nm

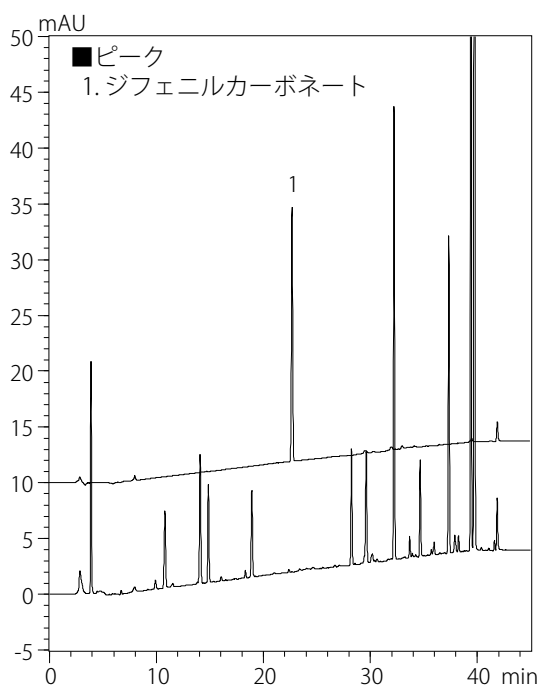


図 32 標準溶液 (各 5 $\mu\text{g/mL}$) のクロマトグラム (上段)
試験溶液のクロマトグラム (下段)

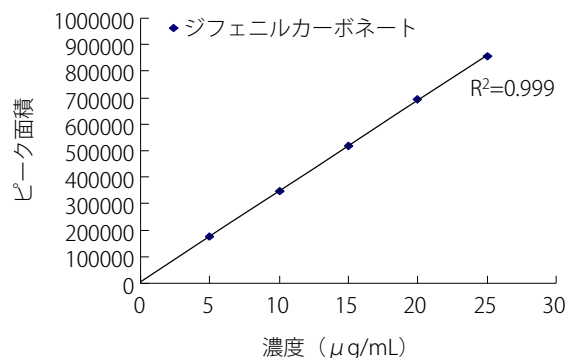


図 33 直線性 (5~25 $\mu\text{g/mL}$)

材質試験 アミン類（トリエチルアミン及びトリブチルアミン）

〔分析概要〕

本試験は、ポリカーボネートを主成分とする合成樹脂をジクロロメタンで溶解し、その中に存在するトリエチルアミンおよびトリブチルアミンをガスクロマトグラフィーにて測定します。トリエチルアミンおよびトリブチルアミン含量の合計値の規格値は、1 µg/g 以下としています。

〔標準溶液〕

100 mL のメスフラスコにトリエチルアミンおよびトリブチルアミンそれぞれ約 10 mg を精秤し、ジクロロメタンを加えて 100 mL としました。この溶液 4 mL を 100 mL のメスフラスコに採り、ジクロロメタンを加えて 100 mL としました。この溶液の 1、2、3、4、および 5 mL を採取、それぞれ 20 mL のメスフラスコに入れ、ジクロロメタンを加えて 20 mL とし、これを標準溶液としました (0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 µg/mL)。

〔試験溶液〕

試料 1.0 g を 200 mL の三角フラスコに入れ、ジクロロメタン 20 mL を加えました。試料が溶解した後、よくかきまぜながらアセトン 100 mL を滴下し、毎分 3000 回転で約 10 分間遠心分離を行いました。上澄液を減圧濃縮器を用いて約 1 mL に濃縮した後、ジクロロメタンを加えて 2 mL とし、これを試験溶液としました。

〔分析条件〕

標準溶液と試験溶液をそれぞれ 1 µL ずつ用い、表 33 に示す分析条件で測定しました。キャリアガスがトリエチルアミンが約 3~4 分で流出する流速に設定しました。

〔分析結果〕

図 36 に標準溶液および試験溶液の分析結果を示します。

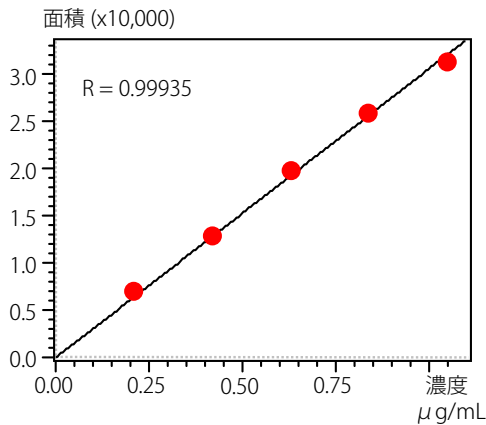


図 34 トリエチルアミン直線性

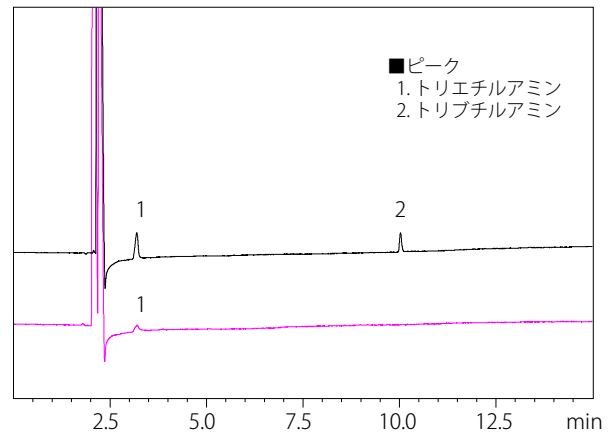


図 36 標準溶液のクロマトグラム (上段)
試験溶液のクロマトグラム (下段)

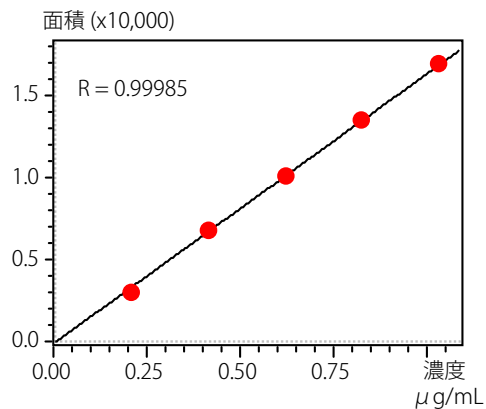


図 35 トリブチルアミン直線性

表 33 アミン類試験法の分析条件

Instrument	: Shimadzu GC-2010Plus AF+FPD-2010 Plus
Column	: Rtx-1 (30 m × 0.32 mm I.D. df = 5 µm)
Column Temp.	: 150 °C (5 min) → 20 °C/min → 250 °C (5 min)
Injection Temp.	: 200 °C
Carrier Gas	: He 32.5 cm/sec
Detector	: FTD
Detector Gas	: H2 1.5 ml/min, Air 145 ml/min, MUG (He) 28.5 ml/min
Detector Temp.	: 250 °C
Injection Volume	: 1 µL

溶出試験 ビスフェノール A (フェノール及び *p-tert*-ブチルフェノールを含む。)

[分析概要]

本試験では、ポリカーボネートを主成分とする合成樹脂から使用対象食品に対応した浸出用液を用いて溶出したビスフェノール A (フェノール及び *p-tert*-ブチルフェノールを含む。) を液体クロマトグラフィーにより測定します。ビスフェノール A、フェノール及び *p-tert*-ブチルフェノールの含量の規格値は合計 2.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 以下です。

[標準溶液]

ビスフェノール A、フェノール及び *p-tert*-ブチルフェノールそれぞれ約 10 mg (実測値それぞれ 9.9 mg、10.0 mg、10.2 mg) を精密に量り、100 mL のメスフラスコに採り、メタノールを加えて 100 mL としました。この溶液 5 mL を 50 mL のメスフラスコに採り、水を加えて 50 mL としました。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、水を加えて 20 mL としました (約 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

表 34 ビスフェノール A、フェノール及び *p-tert*-ブチルフェノールの分析条件

Instrument	: Shimadzu HPLC Prominence Series
Column	: Shim-pack VP-ODS (250 mm L. \times 4.6 mm I.D.)
Mobile Phase	: A: Water B: Acetonitrile B.Conc 30 % (0 min) -100 % (35-45 min)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Injection Vol.	: 20 μL
Column Temp.	: 40 $^{\circ}\text{C}$
Detection	: SPD-20AV at 217 nm

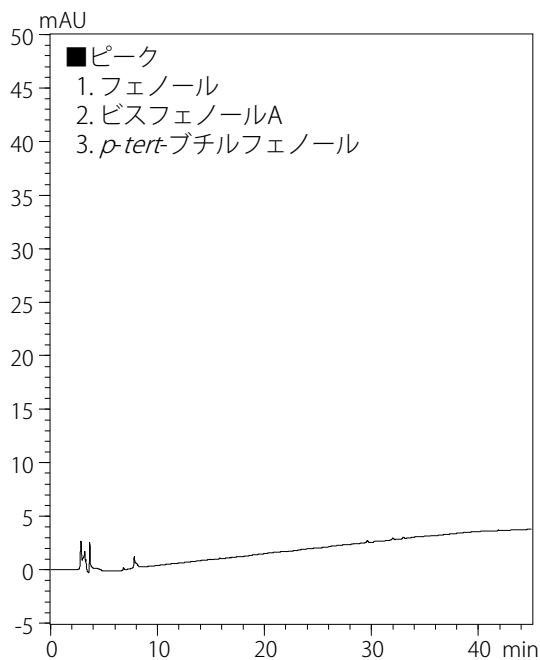


図 37 標準溶液 (各 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$) のクロマトグラム (上段)
試験溶液のクロマトグラム (下段)

[試験溶液]

試料を水でよく洗った後、試料の表面積 1 m^2 につき 2 mL の割合の水*1を浸出用液として用い、60 $^{\circ}\text{C}$ に保ちながら 30 分間放置しました。

*1 浸出用液および加温温度・時間は使用対象食品によって変更する必要があります。)

[分析条件]

表 34 にビスフェノール A、フェノール及び *p-tert*-ブチルフェノールの分析条件を示します。

[分析結果]

図 37 に標準溶液 (各 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$) および試料溶液の分析結果を、図 38 に直線性 (0.5~2.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$) を示します。

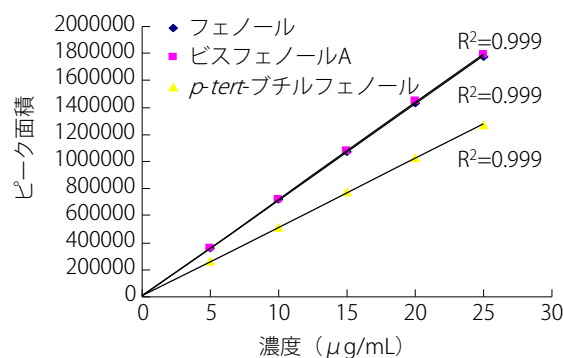


図 38 直線性 (5~25 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

4-3-9. ポリ乳酸を主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

溶出試験 総乳酸

[分析概要]

本試験では、ポリ乳酸を主成分とする合成樹脂から使用対象食品に対応した浸出用液を用いて溶出した総乳酸を液体クロマトグラフィーにより測定します。総乳酸の含量の規格値は 30 $\mu\text{g/mL}$ 以下です。

[標準溶液]

L-乳酸リチウム 1.07 g を精密に量り、1000 mL のメスフラスコに採り、水を加えて 1000 mL としました。この溶液 3 mL を採り、水を加えて 100 mL としました (30 $\mu\text{g/mL}$)。この溶液を 1 mL 採り、0.2 mol/l 水酸化ナトリウム水溶液 100 μL を加えて密栓し、60 $^{\circ}\text{C}$ に保ちながら時々振り混ぜて 15 分間放置しました。これを冷ました後、0.2 mol/L リン酸を加えました。

[試験溶液]

試料を水でよく洗った後、試料の表面積 1 cm^2 につき 2 mL の割合の水を浸出用液として用い、60 $^{\circ}\text{C}$ に保ちながら 30 分間放置しました。この溶液を 1 mL 採り、0.2 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液 100 μL を加えて密栓し、60 $^{\circ}\text{C}$ に保ちながら時々振り混ぜて 15 分間放置しました。これを冷ました後、0.2 mol/L リン酸を加えました。

[分析条件]

表 35 に乳酸の分析条件を示します。

[分析結果]

図 39 に標準溶液 (30 $\mu\text{g/mL}$) および試験溶液の分析結果を示します。

表 35 乳酸の分析条件

Instrument	: Shimadzu HPLC Prominence Series
Column	: Shim-pack VP-ODS (250 mm L. \times 4.6 mm I.D.)
Mobile Phase	: Water/Acetonitrile/Phosphoric Acid = 99/1/0.1 (vol/vol/vol)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Injection Vol.	: 100 μL
Column Temp.	: 40 $^{\circ}\text{C}$
Detection	: SPD-20AV at 210 nm

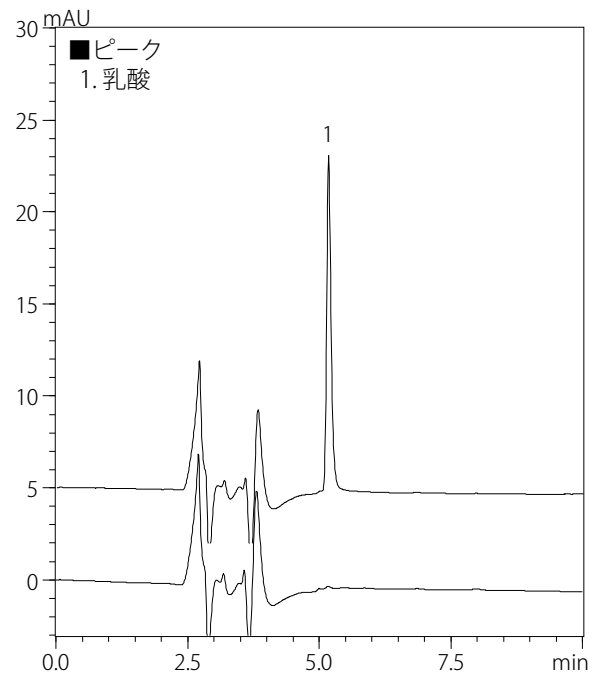


図 39 標準溶液 (30 $\mu\text{g/mL}$) のクロマトグラム (上段)
試験溶液のクロマトグラム (下段)

4-4. ゴム製の器具又は容器包装 ゴム製の器具（ほ乳器具を除く。）又は容器包装

ゴムは加硫剤、加硫促進剤、酸化防止剤等の有機物、無機物の添加物等が加えられています。材質試験、溶出試験が規定されています。

材質試験は「合成樹脂製の器具又は容器包装（1）一般規格 p10、11」と同じですので本項では省略しました。規格の詳細は表6を参照ください。

溶出試験 亜鉛

【概要】

本試験はゴム製の器具・容器包装から溶出する亜鉛を、原子吸光光度法又は ICP 発光分光分析法により測定します。ゴムには加硫剤あるいは加硫促進剤として亜鉛化合物が添加されるものがあるため、その溶出量を確認する試験です。4%酢酸を浸出用液とした試験溶液中で亜鉛 15 µg/mL 以下の規格値が定められています。

【試験溶液】

試料を水でよく洗ったあと、試料の表面積 1 cm² につき 20 mL の割合で浸出溶液として 4%酢酸を加え、60℃に保ちながら 30 分間放置します。使用温度が 100℃を超えるものについては 95℃に保ちながら 30 分間放置します。こうして得られた試験溶液から 1 mL を採り、4%酢酸を加えて 15 mL にしたものを測定に使用します。

【標準溶液】

市販の亜鉛 1000 mg/L 標準液を 4% 酢酸で希釈して調製します。

■ 原子吸光分光光度計 AA-7000 による亜鉛の測定

標準液で作成した検量線例です。

表 36 亜鉛測定条件

装置	AA-7000
点灯モード	BGC-D2
波長	213.9 nm
ランプ電流値	8 mA
スリット幅	0.7 nm
フレームタイプ	Air-C ₂ H ₂
バーナ高さ	7 mm
定量下限 (10σ _{BL})	0.007~0.03 µg/mL

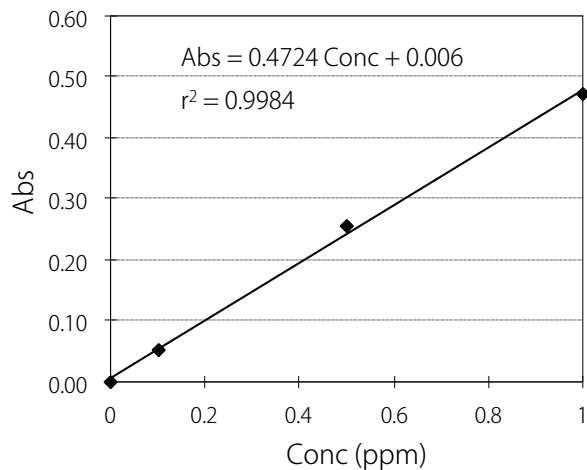


図 40 亜鉛検量線 (Zn 213.9 nm)
<0、0.1、0.5、1 µg/mL>

4-5. ゴム製の器具又は容器包装 ゴム製ほ乳器具

ほ乳器具については規格値は異なりますが、「ゴム製の器具又は容器包装ゴム製の 器具（ほ乳器具を除く。）又は容器包装」の試験法とほぼ同じです。

材質試験は「合成樹脂製の器具又は容器包装（1）一般規格 p10、11」とほぼ同じですので本項では省略しました。

規格は表 7 を参照ください。（規格値が「ゴム製の器具又は容器包装ゴム製の器具（ほ乳器具を除く。）又は容器包装」と異なります）

溶出試験 亜鉛

【概要】

本試験はゴム製のほ乳器具から溶出する亜鉛を、原子吸光度法又は ICP 発光分光分析法により測定します。ゴムには加硫剤あるいは加硫促進剤として亜鉛化合物が添加されるものがあるため、その溶出量を確認する試験です。

ほ乳器具については、直接口に含む使用法のため、一般のゴム製器具・容器包装に比べ、より厳しい規格となっています。水を浸出用液とした試験溶液中で亜鉛 1 µg/mL 以下の規格値が定められています。

■ ICP 発光分光分析法による測定

市販の哺乳用のゴム製乳首について溶出試験を行い、ICP 発光分光分析法で亜鉛の測定を行いました。

サンプルはイソプレンゴム製品 2 種およびシリコンゴム製品 2 種です。サンプルは切断せずそのままの形で溶出試験に供しました。

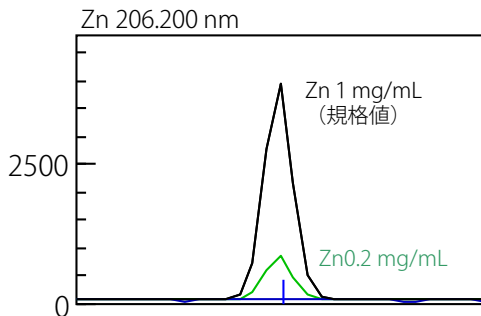


図 41 亜鉛スペクトル線プロファイル

【試験溶液】

試料を水でよく洗ったあと、試料 1 g につき 20 mL の割合で水を加えます。40 °C に保温して 24 時間放置し試験溶液とします。この試験溶液 20 mL を採り、酢酸 5 滴を加えたものを亜鉛の測定に使用します。

【標準溶液】

市販の亜鉛 1000 mg/L 標準液を希釈し、酢酸を添加して調製します。

図 41 にスペクトル線プロファイルを示します。表 37 に測定条件、表 38 に定量結果を示します。

イソプレンゴム製品には亜鉛化合物が配合されており、シリコンゴム製品に比べ Zn の溶出量が多いと考えられます。

表 37 測定条件

装置	: ICPE-9000
高周波出力	: 1.2 (kW)
プラズマガス流量	: 10 (L/min)
補助ガス流量	: 0.6 (L/min)
キャリアガス流量	: 0.7 (L/min)
試料導入	: 同軸ネブライザー
スプレーチャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
観測方向	: 軸方向

表 38 亜鉛定量結果 (単位: µg/mL)

試料名	元素名 原料ゴムの種類	亜鉛 (Zn)
サンプル1	イソプレンゴム	0.567
サンプル2	イソプレンゴム	0.225
サンプル3	シリコンゴム	0.007
サンプル4	シリコンゴム	0.007

溶出試験 フェノール

【分析概要】

ゴム製ほ乳器具とは、ほ乳瓶に装着するゴム製乳首を指し、シリコンゴムや天然ゴムなどを原料としています。ゴム製品は加硫剤や酸化防止剤など数多くの添加剤を加えて製造するため、不純物として有害物質が混入する可能性があります。フェノールはその有害物の一つで、紫外可視分光光度計を用いて測定します。ほ乳器具のゴム製乳首から、フェノールを水中に溶出させ、4-アミノアンチピリンを添加、発色後、吸光度を測定します。フェノール抽出量は1 mLあたり5 μg 以下が規格値となっています。

【標準溶液】

・フェノール標準溶液

フェノール 1.0g を水に溶かして 100 mL とし、その 1 mL を採り、水を加えて 100 mL とします。さらにこの液 1 mL を採り、水を加えて 20 mL とします。本液 1 mL はフェノール 5 μg を含みます (5 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

・ホウ酸緩衝液

水酸化ナトリウム 4.0g を水に溶かして 100 mL とし、第 1 液とします。ホウ酸 6.2g を水に溶かして 100 mL とし、第 2 液とします。第 1 液と第 2 液を等量混和します。

・4-アミノアンチピリン試液

4-アミノアンチピリン 1.36g を水に溶かして 1000 mL とします。

・ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム 8.6g を水に溶かし、アンモニア水 1.8 mL および水を加えて 1000 mL とします。

表 39 フェノールの分析条件

機種名	UV-1800
測光値	吸光度
スリット幅	1.0 nm
波長範囲	300~700 nm
スキャンスピード	中速
サンプリングピッチ	1 nm

表 40 測定結果

試料名	吸光度 (510 nm)
A 社イソプレングム	0.003
A 社シリコンゴム	0.002
B 社イソプレングム	0.002
B 社シリコンゴム	0.002
標準溶液	0.146

【試験溶液】

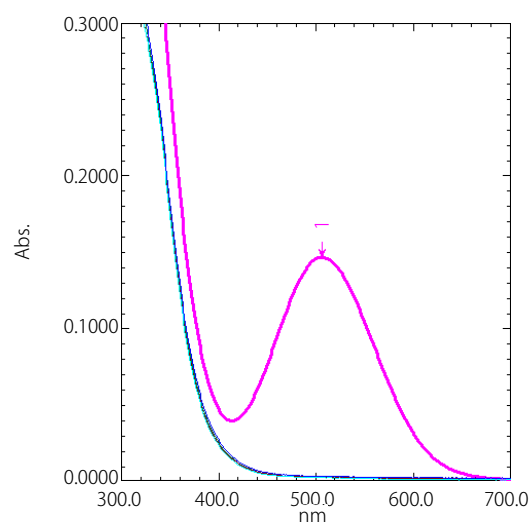
試料の重量 1g につき 20 mL の割合で水を加え、40 $^{\circ}\text{C}$ に保ちながら 24 時間放置します。

【調製および分析条件】

試験溶液 20 mL にホウ酸緩衝液 3 mL を加えて良く振り混ぜた後、4-アミノアンチピリン試液 5 mL およびヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 2.5 mL を加え、さらに水を加えて 100 mL とし、良く振り混ぜて室温で 10 分間放置します。別にフェノール標準溶液 20 mL を採り同様に操作します。紫外可視分光光度計での分析条件を表 39 に示します。

【分析結果】

フェノール標準溶液 (5 $\mu\text{g}/\text{mL}$) および 4 種の市販ゴム製ほ乳器具からの抽出試験溶液に、4-アミノアンチピリンを添加、発色させました。各溶液の吸光度値を表 40 に、スペクトルを図 42 に表示します。どのゴム製ほ乳器具からも 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 以上のフェノールの抽出は認められませんでした。



ピンク：標準溶液

青：A 社イソプレングム

茶：B 社イソプレングム

緑：A 社シリコンゴム

赤：B 社シリコンゴム

図 42 標準溶液および試験溶液を発色させたスペクトル

4-6. 金属缶（乾燥した食品（油脂及び脂肪性食品を除く）を内容物とするものを除く。）

金属缶は一般に鉄やアルミニウムが材質として用いられ、内面塗装されたものがほとんどです。金属缶の規格試験はすべて溶出試験です。規格の詳細は表 8 を参照ください。

溶出試験 カドミウムおよび鉛

〔分析概要〕

金属缶（乾燥した食品（油脂および脂肪性食品を除く。）を内容とするものを除く）に適用される溶出試験です。浸出溶液は水又は 0.5 %クエン酸溶液とし、60 °Cにて 30 分間、使用温度が 100 °Cを超える試料は、95 °Cで 30 分間浸出します。

原子吸光度法又は ICP 発光分光分析法により測定し、試験溶液中にカドミウムで 0.1 μg/mL 以下、鉛は 0.4 μg/mL 以下の規格値が定められています。

〔標準溶液〕

市販のカドミウム標準液を、0.1 mol/L 硝酸にて 5 mg/L に希釈し、さらにこの溶液 2 mL を、浸出用液にて 100 mL とします。浸出用液が水の場合は硝酸を 5 滴加えます。（カドミウム 0.1 mg/L）

市販の鉛標準液を 0.1 mol/L 硝酸にて 5 mg/L に希釈し、さらにこの溶液 8 mL を、浸出用液にて 100 mL とします。浸出用液が水の場合は硝酸を 5 滴加えます（鉛 0.4 mg/L）。

〔試験溶液〕

pH5 を超える食品の容器包装は水を、pH5 以下の食品の容器包装は 0.5 %クエン酸溶液を浸出用液とします。60 °Cに加温した浸出用液を満たし、時計皿で覆い、60 °Cにて 30 分間放置します。液体を満たせない試料については表面積 1 cm²につき 2 mL の割合の浸出用液を、60 °Cに加温して浸し、30 分間放置したものを試験溶液とします。使用温度が 100 °Cを超える試料で、水を浸出用液とする場合は、95 °Cで 30 分間放置します。水を浸出用液として得られた試験溶液は、100 mLあたり硝酸を 5 滴添加したものを試験溶液とします。

〔分析条件と結果〕

原子吸光度法 水を浸出用液としたカドミウムおよび鉛の例を示します。測定条件を表 41 および表 42 に示します。検量線を図 43 および図 44 に示します。カドミウムの定量下限は 0.007 mg/L (10 σ_{BL})、鉛の定量下限は 0.1 mg/L (10 σ_{BL}) と良好でした。

表 41 カドミウム (Cd) 測定条件

装置	AA-7000
点灯モード	BGC-D2
波長	228.8 nm
ランプ電流値	8 mA
スリット幅	0.7 nm
フレームタイプ	Air-C ₂ H ₂
バーナ高さ	7 mm

定量下限 (10σ _{BL})	0.007 μg/mL
---------------------------	-------------

表 42 鉛 (Pb) 測定条件

装置	AA-7000
点灯モード	BGC-D2
波長	283.3 nm
ランプ電流値	10 mA
スリット幅	0.7 nm
フレームタイプ	Air-C ₂ H ₂
バーナ高さ	7 mm

定量下限 (10σ _{BL})	0.1 μg/mL
---------------------------	-----------

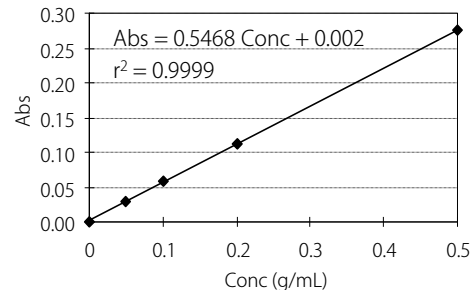


図 43 カドミウム検量線 (Cd 228.8 nm)
<0、0.05、0.1、0.2、0.5 mg/L>

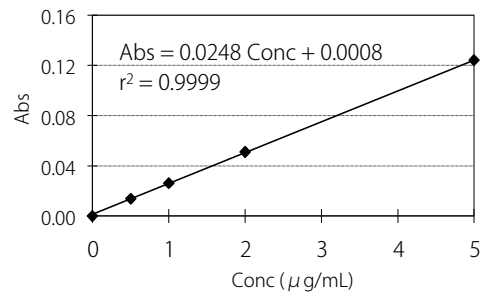


図 44 鉛検量線 (Pb 283.3 nm)
<0、0.5、1、2、5 mg/L>

【分析条件と結果】

ICP 発光分光分析法 水を浸出用液としたカドミウムおよび鉛の測定例を示します。測定条件を表 43 に示します。検量線を図 45 および図 46 に示します。

実試料の分析データを図 47 および図 48 に示します。

カドミウムの検出下限は 0.0005 mg/L (3 σ_{BL})、鉛の検出下限は 0.003 mg/L (3 σ_{BL}) と良好でした。

表 43 測定条件

装置	: ICPE-9000
高周波出力	: 1.2 (kW)
プラズマガス流量	: 10 (L/min)
補助ガス流量	: 0.6 (L/min)
キャリアガス流量	: 0.7 (L/min)
試料導入	: 同軸ネブライザー
スプレーチャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
観測方向	: 軸方向

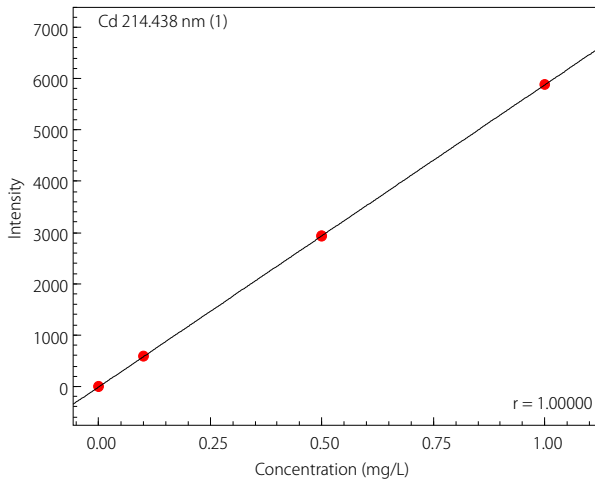


図 45 カドミウム検量線 (Cd 214.438 nm)
<0、0.1、0.5、1.0 mg/mL>

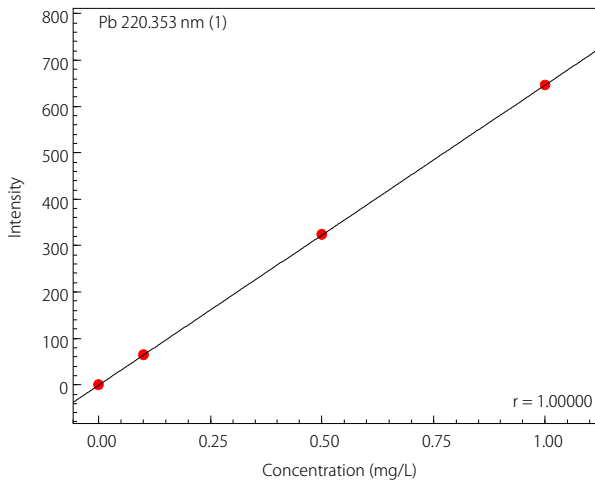


図 46 鉛検量線 (Pb 220.353 nm)
<0、0.1、0.5、1.0 mg/mL>

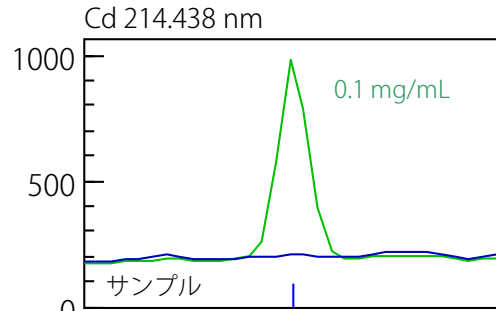


図 47 カドミウムスペクトル線プロファイル

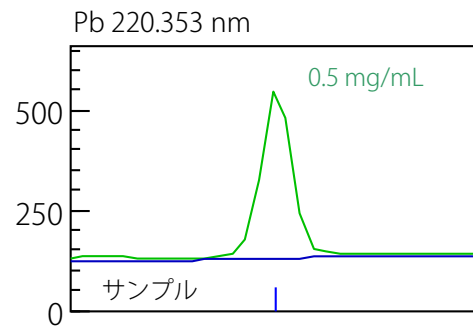


図 48 鉛スペクトル線プロファイル

溶出試験 フェノール

【分析概要】

食品を内包するほとんどの金属缶は、食品との接触面に塗装が施されています。この塗装の原材料として、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリ塩化ビニルなどが使用されています。これらの樹脂には、不純物として有害物質であるフェノールが混入している可能性があり、分光光度計を用いて測定します。本試験では、金属缶の塗装面からフェノールを水中に溶出させ、4-アミノアンチピリンを添加し、発色後、吸光度を測定します。フェノール抽出量は 1 mL あたり 5 μg 以下が規格値となっています。

【標準溶液】

- フェノール標準溶液
フェノール 1.0 g を水に溶かして 100 mL とし、その 1 mL を採り、水を加えて 100 mL とします。さらにこの液 1 mL を採り、水を加えて 20 mL とします。本液 1 mL はフェノール 5 μg を含みます (5 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。
- ホウ酸緩衝液
水酸化ナトリウム 4.0 g を水に溶かして 100 mL とし、第 1 液とします。ホウ酸 6.2 g を水に溶かして 100 mL とし、第 2 液とします。第 1 液と第 2 液を等量混和します。
- 4-アミノアンチピリン試液
4-アミノアンチピリン 1.36 g を水に溶かして 1000 mL とします。
- ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液
ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム 8.6 g を水に溶かし、アンモニア水 1.8 mL および水を加えて 1000 mL とします。

表 44 フェノールの分析条件

機種名	UV-1800
測光値	吸光度
スリット幅	1.0 nm
波長範囲	300~700 nm
スキャンスピード	中速
サンプリングピッチ	1 nm

表 45 測定結果

試料名	吸光度 (510 nm)
標準溶液	0.146
金属缶 (ミネラルウォーター) からの抽出試験溶液	0

【試験溶液】

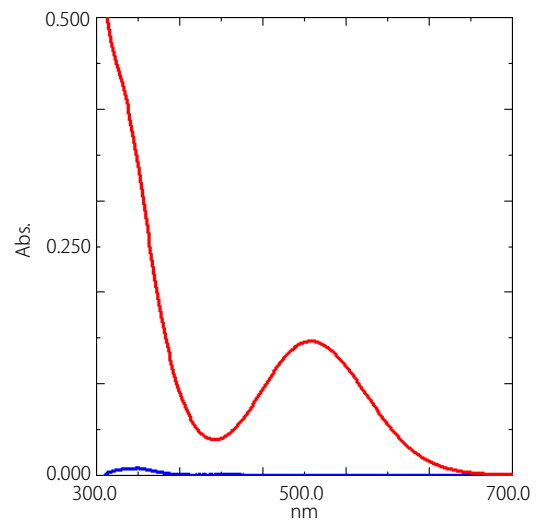
液体を満たす試料の場合は水を満たして時計皿で覆い、また、液体を満たすことができない試料の場合は表面積 1 cm^2 につき 2 mL の割合の水に浸漬し、それぞれ 60 $^{\circ}\text{C}$ に保ちながら 30 分間放置します。ただし、使用温度が 100 $^{\circ}\text{C}$ を超える試料の場合は 95 $^{\circ}\text{C}$ の熱水中で 30 分間放置します。

【調製および分析条件】

試験溶液 20 mL にホウ酸緩衝液 3 mL を加えて良く振り混ぜた後、4-アミノアンチピリン試液 5 mL およびヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 2.5 mL を加え、さらに水を加えて 100 mL とし、良く振り混ぜて室温で 10 分間放置します。別にフェノール標準溶液 20 mL を採り同様に操作します。紫外可視分光光度計での分析条件を表 44 に示します。

【分析結果】

フェノール標準溶液 (5 $\mu\text{g}/\text{mL}$) および金属缶 (ミネラルウォーター) からの抽出試験溶液に、4-アミノアンチピリンを添加し、発色させました。各溶液の吸光度値を表 45 に、スペクトルを図 49 に表示します。金属缶からの抽出試験液には 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 以上のフェノールの抽出は認められませんでした。



赤：標準溶液
青：金属缶 (ミネラルウォーター) からの抽出試験溶液

図 49 標準溶液および試験溶液を発色させたスペクトル

溶出試験 エピクロルヒドリン

【分析概要】

本試験は、ペンタンを浸出用液として金属缶の内面塗装に使用されるエポキシ樹脂の原料モノマーの一つであるエピクロルヒドリンをガスクロマトグラフィーにより測定します。試験溶液のエピクロルヒドリンのピーク面積値は、標準溶液のピーク面積値よりも大きくないことを確認します(0.5 µg/mL以下)。

【標準溶液】

エピクロルヒドリン 100 mg をペンタンに溶かして 100 mL とし、その 1 mL を採取し、ペンタンを加えて 100 mL としました。さらに、この液 5 mL を採取し、ペンタンを加えて 100 mL とし、標準溶液としました (0.5 µg/mL)。

【試験溶液】

試料を水でよく洗い、試料にペンタンを満たし、25 °C に保ちながら 1 時間放置しました。エピクロルヒドリンおよびペンタンは蒸発しやすいので、試料上部にアルミ箔をかぶせ、さらにその上から塩化ビニル製ラップフィルムをかぶせて輪ゴムでとめるなどの操作を行いました。液体を満たすことができない試料にあっては、表面積 1 cm² につき 2 mL の割合の浸出溶液を共栓付き容器中で浸します。

【分析条件】

標準溶液と試験溶液をそれぞれ 5 µL ずつ用い、表 46 に示す分析条件で測定しました。キャリアガスは、エピクロルヒドリンが約 7 分で流出する流速に設定しました。

【分析結果】

図 50 に標準溶液および試験溶液の分析結果を示します。

表 46 エピクロルヒドリン試験法の分析条件

Instrument	: Shimadzu GC-2010Plus AF
Column	: Rtx-WAX (30 m × 0.53 mm I.D. df = 1 µm)
Column Temp.	: 50 °C (5 min) → 10 °C/min → 100 °C
Injection Temp.	: 220 °C
Carrier Gas	: He 74 cm/sec
Detector	: FID
Detector Temp.	: 220 °C
Injection Volume	: 5 µL

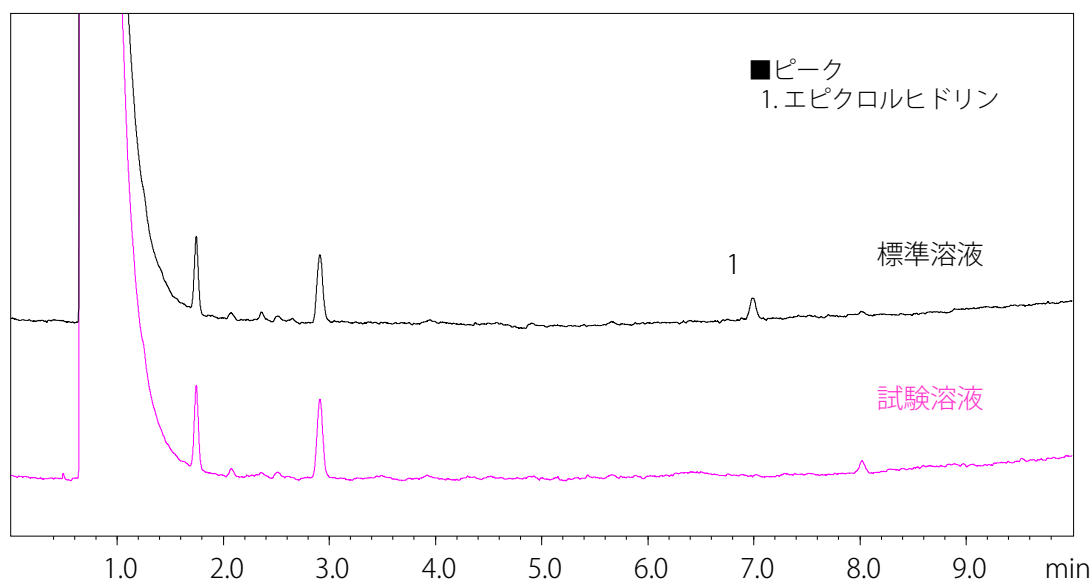


図 50 標準溶液のクロマトグラム (上段)、試験溶液のクロマトグラム (下段)

溶出試験 塩化ビニル

【分析概要】

本試験は、金属缶からエタノール浸出用液として溶出する塩化ビニルを、ヘッドスペース法により定量する試験法です。塩化ビニルの含量の規格値は 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 以下です。

【標準溶液】

200mL のメスフラスコに約 190 mL のエタノールを入れ、シリコンゴム栓をして重量を測定します。このメスフラスコをメタノール・ドライアイス浴で冷却し、あらかじめ液化した塩化ビニル 200 mg をシリコンゴム栓を通して注入します。更に、冷却したエタノールを注入して 200 mL としました。次いで、これをメタノール・ドライアイス浴で冷却し、その 1 mL を採り、冷却したエタノールを加えて 100 mL とし、これを標準溶液とします (10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。メタノール・ドライアイスで冷却した標準溶液 50 μL をエタノール 10 mL を入れたヘッドスペースバイアルに加え、直ちにセプタムで密封します。(標準溶液は市販のものを使用することも可能です。)

【試験溶液】

試料を 5 $^{\circ}\text{C}$ 以下に冷却したエタノールで満たし、密封して 5 $^{\circ}\text{C}$ 以下に保ちながら 24 時間放置しました。その後、5 $^{\circ}\text{C}$ 以下に保ちながら溶出液を採取し、試験溶液としました。(液体を満たすことができない試料にあっては、表面積 1 cm^2 につき 2 mL の割合の 5 $^{\circ}\text{C}$ 以下に冷却したエタノールを用い、密封した容器中で 5 $^{\circ}\text{C}$ 以下に保ちながら 24 時間放置します。)

【分析条件】

標準溶液と試験溶液を密封したヘッドスペースバイアルを 50 $^{\circ}\text{C}$ で 30 分間保温し、表 47 に示す分析条件で測定しました。キャリアガスは塩化ビニルが約 5 分で流出する流速に設定しました。

【分析結果】

図 51 に標準溶液および試料溶液の分析結果を示します。試験溶液から塩化ビニルは検出されませんでした。

表 47 塩化ビニル試験法の分析条件

Instrument	: Shimadzu GC-2010Plus AF+TurboMatrix HS40
Column	: CP-PoraBOND Q FUSED SILICA (25 m \times 0.25 mm I.D. df = 3 μm)
Column Temp.	: 80 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) \rightarrow 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 250 $^{\circ}\text{C}$ (10 min)
Injection Temp.	: 200 $^{\circ}\text{C}$
Carrier Gas	: He 27.5 cm/sec
Detector	: FID
Detector Temp.	: 250 $^{\circ}\text{C}$
Injection Volume	: 0.5 mL
Sample Thermostatting	: 50 $^{\circ}\text{C}$, 30 min

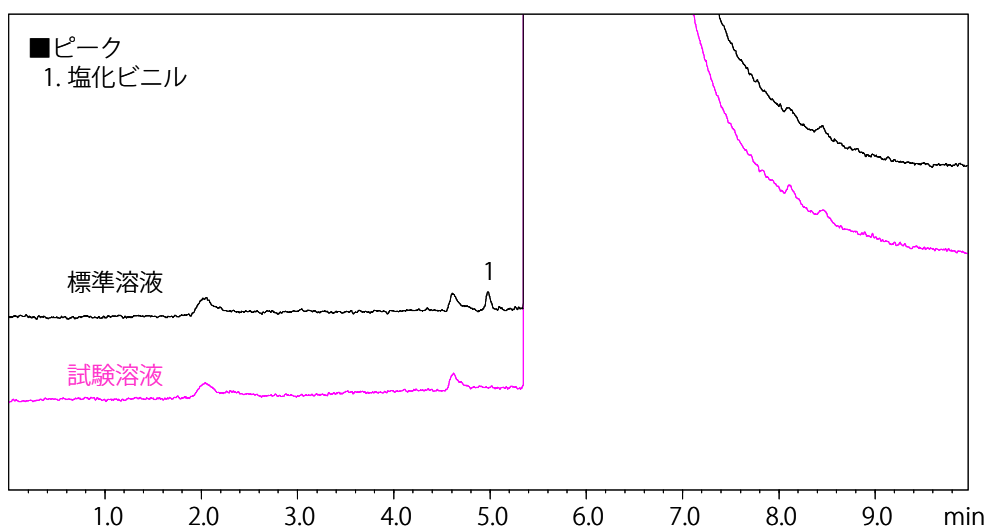


図 51 標準溶液のクロマトグラム (上段)、試験溶液のクロマトグラム (下段)

4-7. 器具又は容器包装の用途別規格

器具および容器包装の用途により、安全性に関しての配慮が必要な場合があり、その対象試料に対する規格で、材質、構造、強度に関するものです。機器を用いた試験のうち、突き刺し試験、熱封かん強度試験についてご紹介します。

なお、突き刺し試験は「容器包装の開口部分に、密栓のために金属以外の材質を用いたもの」に対する規格で、試料が限られるため分析例は紹介していません。

ここでは JIS Z 1707 食品包装用プラスチックフィルム通則に準拠した方法をご紹介します。規格の詳細は表 9 を参照ください。

■ 樹脂フィルム包装の突き刺し試験

突き刺し試験は「容器包装の開口部分に、密栓のために金属以外の材質を用いたもの」に対する規格です。試料が限られるため分析例は紹介していません。

ここでは JIS Z 1707 食品包装用プラスチックフィルム通則に準拠した突き刺し試験の例をご紹介します

[試験片]

試料 A：レトルトパック

試料 B：粉用パック

試料 C：乾麺パック

試験片形状：約 40 mm × 40 mm

[試験概要]

食品は樹脂の袋に密封されて販売されている製品が多くあります。これらの製品は、製造から販売される過程で外力を受け、包装が破れたり穴が開いたりする可能性があります。このようなことがないよう、製品の包装は試験機を使った突き刺し試験が行なわれています。今回は 3 種類の袋について強度を測定した結果をご紹介します。



図 52 試験装置・試験治具

表 48 試験装置・条件

試験装置	小型卓上試験機 EZ-S
ロードセル	500N
試験治具	レトルトパウチ突き刺し治具 上側：先端半径 0.5 mm 下側：専用台
試験速度	50 mm/min

表 49 測定結果

試料名	最大試験力 (N)
レトルトパック	18.9
粉用パック	7.2
乾麺パック	9.4

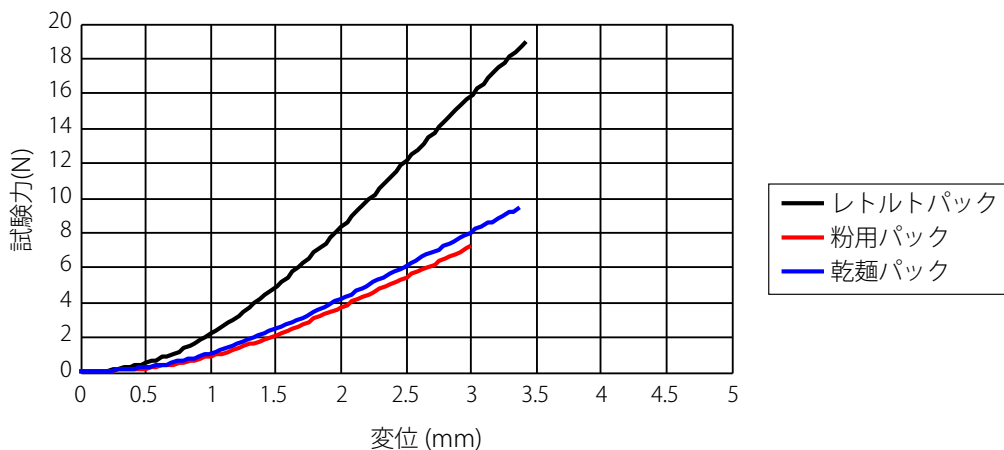


図 53 突き刺し試験の測定結果

■ 樹脂フィルム包装の接着部の熱封かん強度試験

【試験概要】

容器包装詰加圧加熱殺菌食品（缶詰食品又は瓶詰食品を除く）の容器包装で、熱封かんされたものに対する規格です。密封部分の強度は、中に入れるものの種類や開封の仕方により、大きく異なります。今回は3種類の袋について強度を測定した結果を紹介します。

【試験片】

試料 A：レトルトパック

試料 B：粉用パック

試料 C：乾麺パック

試験片形状：幅 15 mm、長さ約 200 mm

長さ方向の中央付近に、密封部分がくるようにしました。

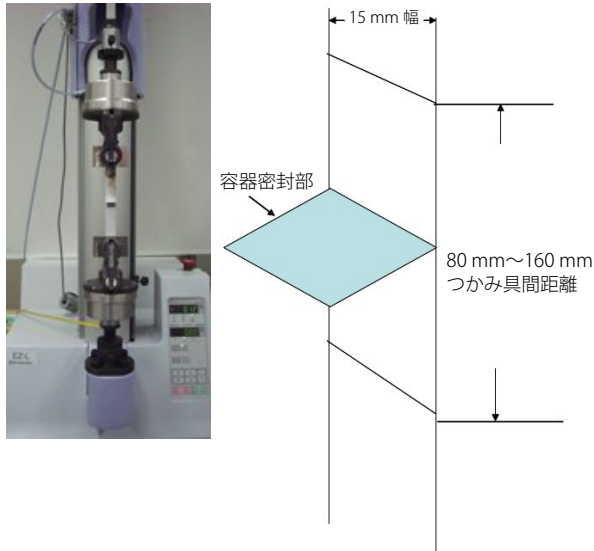


図 54 試験装置、試験イメージ図

表 50 試験装置・条件

試験装置	小型卓上試験機 EZ-S
ロードセル	500N
つかみ具	1 kN 空気平面式
試験速度	300 mm/min
つかみ具間距離	100 mm

表 51 測定結果

試料名	最大試験力 (N)
レトルトパック	53.6
粉用パック	43.4
乾麺パック	13.4

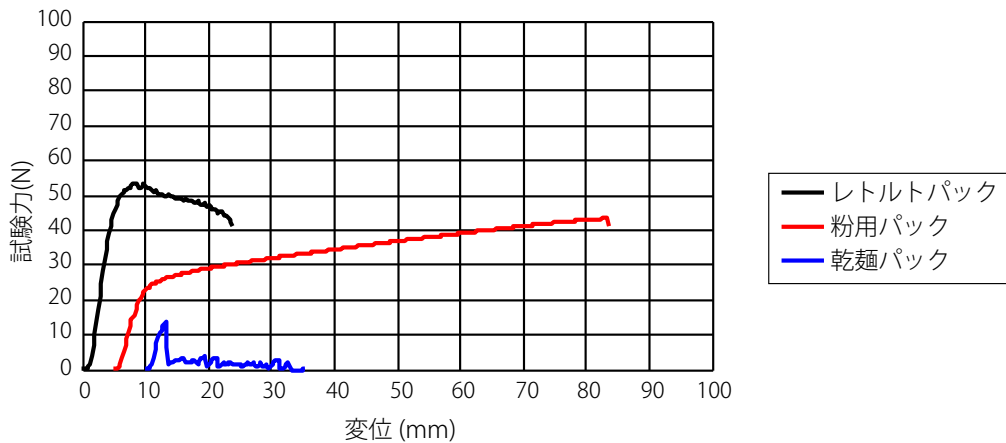


図 55 熱封かん強度の測定結果

5. まとめ

食の安全を保証するためには食品そのものだけでなく、容器包装についても安全性を確保する必要があります。食品衛生法では「食品衛生とは、食品、添加物、器具および容器包装を対象とする飲食に関する衛生をいう」と定義されており、大きな対象の3つのうちのひとつにあげられています。

器具、容器の規格は 2006 年に大きな改訂がありましたが、その後も 2008 年に一部改正が行われました。今回のテクニカルレポートでは 2006 年の規格基準改訂、2008、2010 年の一部改訂の内容をもとに、試験項目が多い、個別規格を中心に分析例を紹介しました。

弊社は総合分析機器メーカーとして、汎用の分析機器のほか、試験機等の物理試験機を提供しております。これまで、あまり取り上げる機会が少なかった試験機、強度試験等の物理試験の例も盛り込みました。

食品製造、容器、包装材料、検査業務に従事される方々や、食の安全に興味を持っておられる方々に本冊子が有効な情報を提供し、お役に立てば幸いです。

参考文献

平成 18 年 3 月 31 日厚生労働省告示第 201 号
食品衛生法—食品、添加物等の規格基準 第 3 器具および容器包装

平成 20 年 7 月 31 日 食安発第 0731001 号
食品、添加物等の規格基準の一部改正について

河村葉子著、厚生労働省医薬食品局食品安全部基準審査課監修、「器具・容器包装の規格基準とその試験法」、中央法規出版、(2006)

JIS Z 1707:1997 食品包装用プラスチックフィルム通則、日本規格協会、(1997)