

消 食 基 第 416 号
令和 7 年 6 月 20 日

各

都 道 府 県
保健所設置市
特 別 区

 衛生主管部（局）長 殿

消費者庁食品衛生基準審査課長
(公 印 省 略)

「器具及び容器包装に係る規格基準に関する試験法等の取扱いについて」の
一部訂正について

食品、添加物等の規格基準（昭和 34 年厚生省告示第 370 号）における器具若しくは容器包装又はこれらの原材料に係る規格基準等の適合のために用いる試験法、試験を実施する上で留意すべき事項及び器具及び容器包装に関する分析法の性能評価の手引き等については、「器具及び容器包装に係る規格基準に関する試験法等の取扱いについて」（令和 7 年 5 月 30 日付け消食基第 362 号消費者庁食品衛生基準審査課長通知）でお示ししてきたところですが、その内容の一部に誤りがあったことから、下記のとおり訂正いたします。

つきましては、関係者への周知をお願いするとともに、その運用に遺漏のないよう配意をお願いします。

記

正	誤
別添 器具及び容器包装に関する試験法 第 3 章 溶出試験法 カプロラクタム試験法 1. ・ 2. （略）	別添 器具及び容器包装に関する試験法 第 3 章 溶出試験法 カプロラクタム試験法 1. ・ 2. （略）

3. 分析法 1) (略) 2) 試薬・試液等 (1) (略) (2) 標準原液 カプロラクタム標準原液 カプロラクタム 1.5 g を量り、20vol%エタノールに溶かして正確 に 1,000mL とする。本液 1 mL はカプロ ラクタム <u>1.5mg</u> を含む。	3. 分析法 1) (略) 2) 試薬・試液等 (1) (略) (2) 標準原液 カプロラクタム標準原液 カプロラクタム 1.5 g を量り、20vol%エタノールに溶かして正確 に 1,000mL とする。本液 1 mL はカプロ ラクタム <u>15mg</u> を含む。
---	--

以上

消食基第 362 号

令和 7 年 5 月 30 日

(令和 7 年 6 月 20 日消食基第 416 号による訂正反映済み)

各 $\left(\begin{array}{c} \text{都 道 府 県} \\ \text{保健所設置市} \\ \text{特 別 区} \end{array} \right)$ 衛生主管部（局）長 殿

消費者庁食品衛生基準審査課長

(公 印 省 略)

器具及び容器包装に係る規格基準に関する試験法等の取扱いについて

食品衛生法（昭和 22 年法律第 233 号）に基づく器具及び容器包装に係る規格及び基準（以下「規格基準」という。）については、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「規格基準告示」という。）において規定されているところ、令和 7 年 5 月末のポジティブリスト制度の経過措置の終了に向けて、食品、添加物等の規格基準の一部を改正する告示（令和 7 年内閣府告示第 95 号）により、器具若しくは容器包装又はこれらの原材料に係る材質別規格等について、全面的に見直しが行われたところです。

あわせて、これまで規格基準告示の第 3 器具及び容器包装において規定されていた試験法、試験溶液の調製等の整理を行ったことを踏まえ、規格基準等の適合のために用いる試験法、試験を実施する上で留意すべき事項及び器具及び容器包装に関する分析法の性能評価の手引き等について別添のとおり定めしましたので、御了知の上、貴管内関係者に対して周知方御配慮願います。

別添

器具及び容器包装に関する試験法

令和7年5月

第1章 通則	1
1. 単位及び記号	1
2. 用語	1
3. 試験	2
4. 試薬・試液	3
5. 装置等	4
第2章 材質試験法	5
アミン類試験法	5
塩化ビニリデン試験法	8
塩化ビニル試験法	10
カドミウム試験法	12
ジフェニルカーボネート試験法	15
ジブチルスズ化合物試験法	17
スチレン類試験法	20
バリウム試験法	24
ビスフェノールA 類試験法	26
鉛試験法	29
リン酸トリクレジル試験法	32
第3章 溶出試験法	34
亜鉛試験法	34
アンチモン試験法	36
エピクロルヒドリン試験法	38
塩化ビニル試験法	40
カドミウム試験法	42
カプロラクタム試験法	44
ゲルマニウム試験法	46
総乳酸試験法	48
鉛試験法	50
ビスフェノールA 類試験法	52
フェノール試験法	55
メタクリル酸メチル試験法	57
別紙1	59
器具及び容器包装に関する分析法の性能評価の手引き	59
別紙2	62
既存のデータを用いた性能評価と性能評価の例	62
別紙3	63
室内精度推定のための実験計画の例	63

第1章 通則

1. 単位及び記号

- (1) 主な計量の単位は、次の記号を用いる。

メートル	m
センチメートル	cm
ミリメートル	mm
マイクロメートル	μm
ナノメートル	nm
グラム	g
ミリグラム	mg
マイクログラム	μg
セルシウス度	℃
モル	mol
平方センチメートル	cm ²
リットル	L
ミリリットル	mL
マイクロリットル	μL

- (2) 質量百分率を示すには、%の記号を用いる。液体又は気体 100mL 中の物質質量（g）を示すには w / v % の記号を用いる。液体又は気体 100mL 中の物質質量（mL）を示すには vol% の記号を用いる。ただし、百分率における固体の物質質量（g）は、別に規定するもののほか、無水物として算定した量を表す。
- (3) 温度の表示は、セルシウス法を用い、アラビア数字の右に℃を付けて示す。また、試験操作において温度を整数で示す場合の許容範囲は、通例、指定した温度の± 1℃又は± 5%のいずれか大きい方とする。

2. 用語

- (1) 「分析対象物質」とは、第2章及び第3章に規定する試験法によって分析する物質であって、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「規格基準」という。）の第3 器具及び容器包装で規格が定められた物質をいう。
- (2) 「試験」とは、規格基準で定める規格に適合しているかを判定するための分析をいう。
- (3) 「試験法」とは、試験に用いる分析法をいう。
- (4) 「材質規格」とは、試料に含まれる分析対象物質の量又は濃度を制限するための規格をいう。
- (5) 「材質試験」とは、材質規格に適合しているかを判定するための試験をいう。
- (6) 「溶出規格」とは、所定の方法によって試料から食品擬似溶媒に移行した分析対象物質の量又は濃度を制限するための規格をいう。
- (7) 「溶出試験」とは、溶出規格に適合しているかを判定するための試験をいう。

- (8)「規格値」とは、規格基準で定める規格に適合しているかを判定するための値をいう。
- (9)「食品擬似溶媒」とは、溶出試験に用いる指定された溶媒をいう。
- (10)「常温」は 15～25℃、「室温」は 1～30℃とする。「冷所」は 1～15℃の場所とする。
- (11)「加温」とは、別に温度を規定するもののほか、60～70℃に熱することである。「加熱」とは、別に温度を規定するもののほか、90～100℃に熱することである。
- (12)「冷後」とは、加温又は加熱されたものが試験を実施する場所の温度まで下がった後をいう。
- (13)「直ちに」とは、通例、前の操作の終了から 30 秒以内に次の操作を開始することをいう。一晩放置とあるのは、通例、12～20 時間程度静置することをいう。
- (14)「密封」とは、通常の取扱又は貯蔵の間に、空気又はその他のガスが侵入しないようにすることをいう。
- (15)「選択性」とは、分析時に試料に由来すると考えられる物質（マトリクス）の影響を受けずに分析対象物質を測定する能力をいう。
- (16)「真度」とは、分析により得られた十分多数の分析値の平均値と、承認された標準値（別紙 1「器具及び容器包装に関する分析法の性能評価の手引き」では、添加する濃度、認証標準試料に付与された認証値等）との一致の程度をいう。
- (17)「精度」とは、指定された分析条件下で得られた独立した分析結果間の一致の程度をいう。
- (18)「併行精度」とは、分析対象物質を含有する同一と見なされる試料の分析において、同一の方法を用い、同一の試験室で、同一の分析者が、同一の装置を用いて、短時間のうちに独立した分析結果を得る条件（併行条件）下における精度をいう。
- (19)「室内精度」とは、分析対象物質を含有する同一と見なされる試料の分析において、同一の方法を用い、同一の試験室で、独立した分析結果を得る分析条件（室内条件）下における精度をいう。
- (20)「枝分かれ実験計画」とは、ある因子の全ての水準が、他の全ての因子の 1 つの水準だけに現れる実験計画をいう。

3. 試験

- (1) 試験は原則として食品又は添加物に直接接触する部分を対象として行う。
- (2) 試験は性能評価された分析法を用いて実施する。
- (3) 性能評価された分析法であれば、第 2 章及び第 3 章に規定する分析法以外の方法を用いて試験を実施することができる。
- (4) 分析法の性能は、別紙 1「器具及び容器包装に関する分析法の性能評価の手引き」に従って評価する。
- (5) 第 3 章に規定する試験法で用いる試験溶液は、規格基準の第 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 12 溶出試験における試験溶液の調製法に従って調製したものをを用いる。
- (6) 試験を実施する場所の温度は、別に規定するもののほか、15～30℃とする。

- (7) 試験に用いる試料は、原則として洗浄せず、綿くず等でない布、ブラシ等で表面のほこり等を除去したのち、必要に応じて適切な大きさの試験片を作成してこれを試料として、試験に供する。
- (8) 質量を単に「量る」と記載した場合の採取量は、記載された数値の次の桁で四捨五入した値が、その数値になる量をいう。例えば、1 g とは 0.5～1.4 g、1.0 g とは 0.95～1.04 g、1.00 g とは 0.995～1.004 g を量ることを意味する。
- (9) 質量を「精密に量る」とは、規格値の桁数を考慮して必要な桁数まで読みとることをいう。通例、0.1mg まで読みとる場合には化学はかり、10μg まで読みとる場合にはセミクロ化学はかり、1 μg まで読みとる場合にはマイクロ化学はかりを用いる。
- (10) 定量等に供する試料の採取量に「約」を付けたものは、記載された量の±10%の範囲をいう。
- (11) 容量を単に「量る」とは、別に規定するもののほか、メスシリンダー又はこれと同程度以上の精度のある器具を用いて計量することをいう。
- (12) 容量を「正確に量る」とは、別に規定するもののほか、ホールピペット、ビュレット又はこれらと同程度以上の精度のある体積計を用いて計量することをいう。また、「正確に 100mL とする」等と記載した場合は、別に規定するもののほか、メスフラスコ又はこれと同程度以上の精度のある定容用器具を用いて定容することをいう。
- (13) 定量の際は、規格値より 1 桁下まで求め、その多く求めた桁について四捨五入し、得られた値を規格値と比較することにより判定を行う。
- (14) 規格値が合算値として示されている場合は、規格値の 1/5 濃度を個々の分析対象物質の定量下限とし、定量下限値以上の値のみを合算して規格値と比較することにより判定を行う。

4. 試薬・試液

- (1) 第 2 章及び第 3 章に規定する試験法によって試験を実施する場合の試薬・試液は、同章において個別に示すもののほか、規格基準の第 3 器具及び容器包装の部 C 試薬・試液等の項に掲げるものとする。なお、日本産業規格に適合する試薬については、その番号を付し、特級、1 級等の種類がある場合には、種類も付した。本規格で用いる名称が日本産業規格の名称と異なるものには、日本産業規格の番号の次に、日本産業規格の名称を付した。
- (2) 試験に用いる水は、別に規定するもののほか、規格基準の第 2 添加物の部 A 通則 試験の 11.に示すものを用いる。
- (3) 試験に用いる試薬、ガス、器具等は、試験結果に影響を与えないものを用いる。
- (4) 試薬、試液、標準原液及び検量線溶液を保存するガラス容器は、溶解度及びアルカリ度が極めて小さく、鉛又はヒ素をできるだけ含まないものを用いる。
- (5) 溶質名の次に溶液と記載し、特に溶媒名を示さないものは、水溶液を示す。
- (6) 1 mol/L 塩酸、50vol%エタノール等、液状の試薬名に単に濃度を表示したものは、別に規定するもののほか、水を用いて希釈したものを示す。
- (7) 混液を（10：1）、（5：3：1）等と記載したものは、液状の物質の 10 容量と 1 容量の混液、5 容量と 3 容量と 1 容量の混液等を示す。

5. 装置等

- (1) 第2章及び第3章に規定する分析法によって試験を実施する場合の装置について、「高速液体クロマトグラフ」と規定している場合は、検出器に紫外分光光度型検出器又はフォトダイオードアレイ検出器を用いることができる。「液体クロマトグラフ・質量分析計」と規定している場合は、LC-MS及びLC-MS/MSいずれの使用も可能である。「ガスクロマトグラフ・質量分析計」と規定している場合は、GC-MS及びGC-MS/MSいずれの使用も可能である。
- (2) ろ過は、別に規定するもののほか、ろ紙を用いて行う。
- (3) 比色管は、外径23～25mm、50mLまで目盛りを付けた無色のガラス製共栓平底試験管を用いる。ただし、それぞれの管の50mL目盛り線の高さの差が2mm以下のものを用いる。

第2章 材質試験法

アミン類試験法

1. 分析対象物質

トリエチルアミン及びトリブチルアミン

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：70～110%

併行精度（RSD%）：15%以下

室内精度（RSD%）：20%以下

3. 分析法

1) 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

アセトニトリル CH_3CN [K 8032, 特級]

アセトン CH_3COCH_3 [K 8034, 特級]

ギ酸 HCOOH [K 8264, ギ酸, 特級]

ギ酸アンモニウム CH_5NO_2 本品はギ酸アンモニウム 95%以上を含む。

ジクロロメタン CH_2Cl_2 [K 8161, 特級]

トリエチルアミン塩酸塩 $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{NCl}$ 本品はトリエチルアミン塩酸塩 98%以上を含む。

トリブチルアミン $(\text{C}_4\text{H}_9)_3\text{N}$ 本品はトリブチルアミン 98%以上を含む。

(2) 試液

12.5mmol/L ギ酸アンモニウム 0.1vol% ギ酸 ギ酸アンモニウム 0.788 g 及びギ酸 1 mL を量り、水を加えて正確に 1,000mL とする。

(3) 標準原液

トリエチルアミン標準原液 トリエチルアミン塩酸塩 68mg を量り、2 vol% ギ酸及びアセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 50mL とする。本液 1 mL はトリエチルアミン 1 mg を含む。

トリブチルアミン標準原液 トリブチルアミン 50mg を量り、2 vol% ギ酸及びアセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 50mL とする。本液 1 mL はトリブチルアミン 1 mg を含む。

アミン類混合標準原液 トリエチルアミン標準原液及びトリブチルアミン標準原液 1 mL を正確に量り、2 vol% ギ酸及びアセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL はト

リエチルアミン及びトリブチルアミンをそれぞれ 10 μ g を含む。

3) 試験溶液の調製

試料を細切し、その 1.0 g を精密に量り、2 vol%ギ酸及びアセトニトリル混液（1 : 1）1 mL 及びジクロロメタン 10mL を加えて試料を溶解させる。水を 1 mL 加えた後、よくかき混ぜながらアセトン 120mL を徐々に加え、ポリマーを析出させる。1 時間以上放置後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、上清を 300mL ナスフラスコに採る。沈殿にアセトン 30mL を加えて洗浄後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、上清を先の 300mL ナスフラスコに合わせる。40℃以下で減圧濃縮し 1 mL 以下まで溶媒を留去する。これに 2 vol%ギ酸及びアセトニトリル混液（1 : 1）を加え正確に 50mL とする。その 1 mL を採り、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過したものを試験溶液とする。

4) 検量線の作成

アミン類混合標準原液を 2 vol%ギ酸及びアセトニトリルの混液（1 : 1）で希釈し 0.004～0.04 μ g/mL の溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しリエチルアミン及びトリブチルアミンのピーク高さ又はピーク面積を求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム スルホベタイン基化学結合型シリカゲルカラム（内径 2.1mm、長さ 150mm、粒子径 3.5 μ m）を用いる。

カラム温度 40℃

移動相 A : 12.5mmol/L ギ酸アンモニウム 0.1vol%ギ酸

B : 0.1vol%ギ酸アセトニトリル

A / B : 40 / 60 (0-10min)-100 / 0 (10-15min)-40 / 60 (15-25min)

流速 0.2mL/min

注入量 2 μ L

イオン化法 ESI(+)

定量イオン及び定性イオン

	リエチルアミン	トリブチルアミン
MS 条件	102	186
MS / MS 条件	102→74(定量イオン) 102→58(定性イオン)	186→130(定量イオン) 186→57(定性イオン)

5) 定量

試験溶液を 4) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、リエチルアミン及びトリブチ

ルアミンのピーク高さ又はピーク面積を求める。次に、検量線を用いて試験溶液中の各物質の濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求め、次式により試料中の各物質の含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) を求める。

$$\text{試料中の各物質の含有量 } (\mu\text{g}/\text{g}) = \text{試験溶液中の各物質の濃度 } (\mu\text{g}/\text{mL}) \times 50 (\text{mL}) / \text{試料の重量 } (\text{g})$$

4. 留意事項

- (1) 分析対象であるトリエチルアミン及びトリブチルアミンのコンタミネーション（主に、ガラス吸着を理由とするコンタミネーション）を予防するために、以下に示す手順で分析器具を洗浄した後に用いること。

2 vol%以上のギ酸槽を用意する。これに使用するガラス器具を一晩浸漬し、水ですすぎ乾燥させる（以下「ギ酸洗浄」という。）。ギ酸槽を作成するのに用いるギ酸は1級のものでよい。

ギ酸洗浄するガラス器具の例を以下に示す。

三角フラスコ、ナスフラスコ、ホールピペット、メスフラスコ、保存瓶、測定バイアル

なお、ガラス器具以外の材質の器具は一晩ギ酸槽に浸漬する必要はなく、ギ酸槽に数回潜らせただの水ですすぎ乾燥させる。

- (2) 分析対象化合物から得られる分析値に影響を及ぼす不純物等の含有を認めない試薬を使用すること。なお、分析に用いる試薬は、新たに開封後の試薬をアミン類分析専用として他の分析に用いる試薬とは区別して用いることが望ましい（コンタミネーション予防のためであり、特に、ギ酸、アセトニトリル、1 mol/L ギ酸アンモニウム溶液はアミン類分析専用とすること）。
- (3) トリエチルアミン及びトリブチルアミンは光曝露により徐々に分解する可能性があるため、褐色瓶等に入れて保存する。
- (4) 使用するカラムとして ZIC-HILIC（メルク社製）が挙げられる。
- (5) 機器の性能に応じて、移動相条件のうちカラム洗浄時間及びカラム平衡化時間を変更してもよい。
- (6) トリエチルアミンはオートサンプラーのニードル等に残留しやすいためキャリーオーバーに注意する。
0.1 vol%ギ酸 50 vol%メタノールでニードル等を洗浄するとよい。

塩化ビニリデン試験法

1. 分析対象物質

塩化ビニリデン

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：85～110%

併行精度（RSD%）：10%以下

室内精度（RSD%）：15%以下

3. 分析法

1) 装置

水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

N, N—ジメチルアセトアミド $\text{CH}_3\text{CON}(\text{CH}_3)_2$ 本品はN, N—ジメチルアセトアミド 98%以上を含む。

塩化ビニリデン $\text{C}_2\text{H}_2\text{Cl}_2$ 本品は塩化ビニリデン 99%以上を含む。

(2) 標準原液

塩化ビニリデン標準原液 100mL のメスフラスコに約 98mL 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する。このメスフラスコに塩化ビニリデンを 250 μL 、シリコーンゴム栓を通して注入する。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正確に 100mL とする。この液 1 mL を正確に量り、N, N—ジメチルアセトアミドを加えて正確に 50mL とする。本液 1 mL は塩化ビニリデン 60 μg を含む。

3) 試験溶液の調製

試料を細切し、その 0.5 g を精密に量り、20mL のセブタムキャップ付きガラス瓶に入れる。次いで、N, N—ジメチルアセトアミド 2.5mL を正確に量って加え、直ちに密封したものを試験溶液とする。

4) 検量線の作成

塩化ビニリデン標準原液をN, N—ジメチルアセトアミドで希釈し、0.24～2.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ の溶液を数点調製し、その 2.5mL を正確に量り 20mL のセブタムキャップ付きガラス瓶にそれぞれ入れ、直ちに密封したものを検量線溶液とする。これらを 90℃ 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（例）で測定し、塩化ビニリデンのピーク面積値又はピーク

高さを求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム 内径 0.25mm、長さ 25mのケイ酸ガラス製細管に、スチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂を 3 μm の厚さでコーティングしたものを用いる。

カラム温度 80℃で 1 分間保持した後、毎分 10℃で昇温し、250℃に到達後 10 分間保持する。

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

キャリアーガス圧力 75kPa

検出器温度 250℃

注入口温度 200℃

注入方式 スプリット

スプリット比 10 : 1

5) 定量

試験溶液を 90℃に保ちながら時々振り混ぜて 1 時間加熱する。その後、気相 0.5mL を用いて

4) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、塩化ビニリデンのピーク面積値又はピーク高さを求める。次に、検量線を用いて試験溶液中の塩化ビニリデンの濃度 (μg/mL) を求め、さらに次式により試料中の塩化ビニリデンの含有量 (μg/g) を求める。

$$\text{試料中の塩化ビニリデンの含有量 (μg/g)} = \text{試験溶液中の塩化ビニリデンの濃度 (μg/mL)} \times 2.5 \text{ (mL)} / \text{試料の重量 (g)}$$

4. 留意事項

- (1) 規格値に相当する検量線溶液の濃度は、1.2μg/mL である。
- (2) 塩化ビニリデン標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- (3) GC-MSを用いることもできる。

5. 参考文献

- ・大野浩之ら：ヘッドスペース-GC/MS によるポリ塩化ビニルおよびポリ塩化ビニリデン製品中の塩化ビニルおよび塩化ビニリデンの分析、食品衛生学雑誌、46、8-12 (2005)

塩化ビニル試験法

1. 分析対象物質

塩化ビニル

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：85～110%

併行精度（RSD%）：10%以下

室内精度（RSD%）：15%以下

3. 分析法

1) 装置

水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

エタノール (99.5) C_2H_5OH [K 8101, 特級]

塩化ビニル C_2H_3Cl 本品は塩化ビニル 99.5%以上を含む。

N, N—ジメチルアセトアミド $CH_3CON(CH_3)_2$ 本品はN, N—ジメチルアセトアミド 98%以上を含む。

(2) 標準原液

塩化ビニル標準原液 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測定する。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 200mg をシリコンゴム栓を通して注入する。シリコンゴム栓を通して、メタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノールを注入して正確に 200mL とする。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 を正確に量り、メタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノールを加えて正確に 100mL とする。メタノール・ドライアイス浴中で保存する。本液 1mL は塩化ビニル 10 μ g を含む。

3) 試験溶液の調製

試料を細切し、その 0.5 g を精密に量り、20mL のセプタムキャップ付きガラス瓶に入れる。次いで、N, N—ジメチルアセトアミド 2.5mL を正確に量って加え、直ちに密封したものを試験溶液とする。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する。

4) 検量線の作成

塩化ビニル標準原液をN, N—ジメチルアセトアミドで希釈し、0.04～0.4 μ g/mL の溶液を数点

調製し、その 2.5mL を正確に量り 20mL のセブタムキャップ付きガラス瓶にそれぞれ入れ、直ちに密封したものを検量線溶液とする。これらを 90℃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（例）で測定し、塩化ビニルのピーク面積値又はピーク高さを求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム 内径 0.25mm、長さ 25mのケイ酸ガラス製細管に、スチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂を 3 μm の厚さでコーティングしたものを用いる。

カラム温度 80℃で 1 分間保持した後、毎分 10℃で昇温し、250℃に到達後 10 分間保持する。

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

キャリアーガス圧力 75kPa

検出器温度 250℃

注入口温度 200℃

注入方式 スプリット

スプリット比 10 : 1

5) 定量

試験溶液を 90℃に保ちながら時々振り混ぜて 1 時間加熱する。その後、気相 0.5mL を用いて 4) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、塩化ビニルのピーク面積値又はピーク高さを求める。次に、検量線を用いて試験溶液中の塩化ビニルの濃度（μg/mL）を求め、さらに次式により試料中の塩化ビニルの含有量（μg/g）を求める。

試料中の塩化ビニルの含有量（μg/g）＝ 試験溶液中の塩化ビニルの濃度（μg/mL）× 2.5（mL）／試料の重量（g）

4. 留意事項

- （1）規格値に相当する検量線溶液の濃度は、0.2μg/mL である。
- （2）塩化ビニル標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- （3）試験溶液及び検量線溶液は、使用時までメタノール・ドライアイス浴中で保存する。
- （4）GC-MSを用いることもできる。

5. 参考文献

・大野浩之ら：ヘッドスペース-GC/MS によるポリ塩化ビニルおよびポリ塩化ビニリデン製品中の塩化ビニルおよび塩化ビニリデンの分析、食品衛生学雑誌、46、8-12（2005）

カドミウム試験法

1. 分析対象物質

カドミウム

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：85～110%

併行精度（RSD%）：10%以下

室内精度（RSD%）：15%以下

3. 分析法

1) 装置

原子吸光光度計

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

塩酸 HCl [K 8180, 特級]

金属カドミウム Cd 本品はカドミウム 99.9%以上を含む。

酢酸アンモニウム $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ [K 8359, 特級]

硝酸 HNO_3 [K 8541, 特級]

水酸化ナトリウム NaOH [K 8576, 特級]

ホウ酸 H_3BO_3 [K 8863, ほう酸, 特級]

メタノール CH_3OH [K 8891, 特級]

硫酸 H_2SO_4 [K 8951, 特級]

(2) 試液

5 mol/L 酢酸アンモニウム試液 酢酸アンモニウム 38.5 g を量り、水に溶かして正確に 100 mL とする。

1 mol/L 酢酸アンモニウム試液 酢酸アンモニウム 77 g を量り、水に溶かして正確に 1,000 mL とする。

0.1 mol/L 硝酸 硝酸 6.4 mL に水を加えて正確に 1,000 mL とする。

(3) 標準原液

カドミウム標準原液 金属カドミウム 100 mg を量り、10 vol% 硝酸 50 mL に溶かして水浴上で蒸発乾固し、残留物に 0.1 mol/L 硝酸を加えて正確に 100 mL とする。本液 1 mL はカドミウム 1 mg を含む。

3) 試験溶液の調製

(1) シリコンゴム以外の試料

試料を細切し、その 1.0 g を白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に精密に量り、硫酸 2 mL 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 50vol%塩酸 5 mL 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 を正確に加えて溶解し、不溶物がある場合はろ過をしたものを試験溶液とする。

(2) シリコンゴム製の器具又は容器包装

試料を細切し、その 0.5 g を精密に量り、白金又はニッケル製のつぼに入れる。水酸化ナトリウム 5 g 及びホウ酸 2 g 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、5 mol/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 5 mL、0.1mol/L 硝酸 5 mL 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 1 mol/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 を正確に採取したものを試験溶液とする。

4) 検量線の作成

カドミウム標準原液を 0.1mol/L 硝酸で規格値の 1 / 5 ～ 2 倍に相当する濃度の検量線溶液を数点調製する。検量線溶液を次の操作条件 (例) で測定しカドミウムの吸光度を求め、検量線を作成する。

操作条件 (例)

測定波長 228.8nm

5) 定量

試験溶液を 4) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、カドミウムの吸光度を求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のカドミウムの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求め、次式により試料中のカドミウムの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) を求める。

(1) 合成樹脂製及びゴム (シリコンゴムを除く。) 製の器具又は容器包装

試料中のカドミウムの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) = 試験溶液中のカドミウムの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) $\times$ 20 (mL) / 試料の重量 (g)

(2) シリコンゴム製の器具又は容器包装

試料中のカドミウムの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) = 試験溶液中のカドミウムの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) $\times 10$
(mL) / 試料の重量 (g)

4. 留意事項

- (1) 規格値に相当する検量線溶液の濃度は、それぞれ $5\mu\text{g}/\text{mL}$ (合成樹脂製及びゴム (ほ乳器具を除く。) 製の器具又は容器包装)、 $0.5\mu\text{g}/\text{mL}$ (ゴム製ほ乳器具) である。
- (2) 装置には原子吸光光度計のほか、誘導結合プラズマ-発光分光光度計や誘導結合プラズマ-質量分析計を用いることもできる。
- (3) カドミウム標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- (4) 鉛試験法と同時に実施することができる。
- (5) カドミウムの材質規格は、原材料として使用してはならないことを趣旨としたものであり、規格値は試験を簡易化するために実用性がない濃度として設定された値である。

5. 参考文献

- ・金子令子ら：合成樹脂材質中のカドミウムおよび鉛試験法における共存金属の影響、食品衛生学雑誌、45、29-34 (2004)
- ・六鹿元雄ら：合成樹脂製器具・容器包装におけるカドミウムおよび鉛材質試験法の性能比較、食品衛生学雑誌、55、269-278 (2014)
- ・岸 映里ら：マイクロウェーブ分解および ICP-MS を用いた合成樹脂製器具・容器包装中の有害元素の迅速分析法、日本食品化学学会誌、20、105-113 (2013)

ジフェニルカーボネート試験法

1. 分析対象物質

ジフェニルカーボネート

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：85～110%

併行精度（RSD%）：10%以下

室内精度（RSD%）：15%以下

3. 分析法

1) 装置

高速液体クロマトグラフ

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

アセトニトリル CH_3CN [K 8032, 特級]

アセトン CH_3COCH_3 [K 8034, 特級]

酢酸 CH_3COOH [K 8355, 特級]

ジエチレングリコール $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_2\text{O}$ [K 8099, 特級]

ジクロロメタン CH_2Cl_2 [K 8161, 特級]

ジフェニルカーボネート $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{CO}_3$ 本品はジフェニルカーボネート 97%以上を含む。

(2) 標準原液

ジフェニルカーボネート標準原液 ジフェニルカーボネート約 100mg を精密に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL はジフェニルカーボネート約 1 mg を含む。

3) 試験溶液の調製

試料を細切し、その 1.0 g を精密に量り、ジクロロメタン 10mL を加えて試料を溶解させたのち、よくかき混ぜながらアセトン 120mL を徐々に加え、ポリマーを析出させる。1 時間以上放置後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、上清を 300mL ナスフラスコに採る。沈殿にアセトン 30mL を加えて洗浄後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、上清を先の 300mL ナスフラスコに合わせる。10vol% ジエチレングリコール-アセトン溶液 2 mL を添加したのち、40℃以下で減圧濃縮し溶媒を留去する。これに 4 vol%酢酸 50vol%アセトニトリルを加えて正確に 20mL とし、孔径 0.5μm 以下のメンブランフィルターでろ過したものを試験溶液とする。

4) 検量線の作成

ジフェニルカーボネート標準原液を 4 vol% 酢酸 50vol% アセトニトリルで希釈し、5 ～50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ の溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しジフェニルカーボネートのピーク高さ又はピーク面積を求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム オクタデシルシリル化シリカゲルカラム（内径 4.6mm、長さ 250mm、粒子径 5 μm ）を用いる。

カラム温度 40℃

移動相 A：水

B：アセトニトリル

A / B : 70 / 30 $\rightarrow$ 0 / 100(0-35min)- 0 / 100(35-45min)-70 / 30(45-55min)

流速 1 mL/min

注入量 20 μL

測定波長 217nm

5) 定量

試験溶液を 4) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、ジフェニルカーボネートのピーク高さ又はピーク面積を求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のジフェニルカーボネートの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求め、次式により試料中のジフェニルカーボネートの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) を求める。

試料中のジフェニルカーボネートの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) = 試験溶液中のジフェニルカーボネートの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) $\times$ 20 (mL) / 試料の重量 (g)

4. 留意事項

- (1) 規格値に相当する検量線溶液の濃度は、25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ である。
- (2) 室温ではジフェニルカーボネートが加水分解するため、冷蔵庫内で保存する。
- (3) 溶媒を留去する際に、減圧濃縮の時間が長いとジフェニルカーボネートが揮散してしまう場合がある。そのため、溶媒がなくなったと同時に減圧を停止するのが望ましい。

5. 参考文献

- ・杉田たき子ら：高速液体クロマトグラフィーによるポリカーボネート中の残存モノマー及び重合調節剤の同時分析、食品衛生学雑誌、35、510-516 (1994)
- ・尾崎麻子ら：ジクロロメタンを用いないポリカーボネート中のビスフェノール A 分析法の検討、食品衛生学雑誌、44、39-43 (2003)

ジブチルスズ化合物試験法

1. 分析対象物質

ジブチルスズ化合物（二塩化ジブチルスズ）

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：85～110%

併行精度（RSD%）：10%以下

室内精度（RSD%）：15%以下

3. 分析法

1) 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

アセトン CH_3COCH_3 [K 8034, 特級]

塩酸 HCl [K 8180, 特級]

酢酸 CH_3COOH [K 8355, 特級]

酢酸ナトリウム CH_3COONa [K 8372, 特級]

テトラエチルホウ酸ナトリウム $(\text{C}_2\text{H}_5)_4\text{BNa}$ 本品はテトラエチルホウ酸ナトリウム 98%以上を含む。

二塩化ジブチルスズ $(\text{C}_4\text{H}_9)_2\text{SnCl}_2$ 本品は二塩化ジブチルスズ 97%以上を含む。

ヘキサン C_6H_{14} [K 8848, 特級]

(2) 試液

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 第1液：酢酸 12 g を量り、水を加えて正確に 100mL とする。第2液：酢酸ナトリウム 16.4 g を量り、水に溶かして正確に 100mL とする。第1液3容量と第2液7容量を混和する。

テトラエチルホウ酸ナトリウム試液 テトラエチルホウ酸ナトリウム 1 g を量り、水に溶かして正確に 50mL とする。用時調製する。

(3) 標準原液

ジブチルスズ標準原液 二塩化ジブチルスズ 100mg を量り、アセトン及び塩酸 2～3 滴を加えて溶かし、アセトンを加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL は二塩化ジブチルスズ 1 mg を含む。

3) 試験溶液の調製

試料を細切り、その 0.5 g を精密に量り、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 1 mL 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、ヘキサンを加えて正確に 25mL とする。毎分 2,500 回転で、約 10 分間遠心分離を行う。この上清 2 mL を正確に量り取り、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL 及びテトラエチルホウ酸ナトリウム試液 1 mL を正確に量って加え、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、上清を採取したものを試験溶液とする。

4) 検量線の作成

ジブチルスズ標準原液を塩酸 2 ～ 3 滴を含むヘキサンで希釈し、0.2 ～ 2 µg/mL の溶液を数点調製する。それぞれ 2 mL を正確に量り、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL 及びテトラエチルホウ酸ナトリウム試液 1 mL を正確に量って加え、直ちに密栓し 20 分間激しく振り混ぜる。これらを室温で約 1 時間静置した後、上清を採取し検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しジブチルスズ化合物のピーク面積値又はピーク高さを求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

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 0.25µm の厚さでコーティングしたもの。

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。

注入口温度 250℃

注入方式 スプリットレス

トランスファーライン温度：280℃

イオン源温度：230℃

四重極温度：150℃

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流速 0.8mL/min

注入量 1 µL

測定モード Selected Ion Monitoring

定量イオン (m/z) 263

確認イオン (m/z) 261 及び 259

5) 定量

試験溶液を 4) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、ジブチルスズ化合物のピーク面積値又はピーク高さを求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のジブチルスズ化合物の濃度 (µg/mL) を求め、次式により試料中の含有量を求める。

含有量 (μg/g) = 試験溶液中の濃度 (μg/mL) × 25 (mL) / 試料の重量 (g)

4. 留意事項

- (1) 規格値に相当する検量線溶液の濃度は、1 μg/mL である。
- (2) ジブチルスズ化合物の材質規格は、原材料として使用してはならないことを趣旨としたものであり、規格値は試験を簡易化するために実用性がない濃度として設定された値である。

5. 参考文献

- ・大野浩之ら：テトラエチルホウ酸ナトリウムを用いるエチル誘導体化によるプラスチック製品中の有機スズ化合物の一斉分析、食品衛生学雑誌、43、208-214 (2002)
- ・大野浩之ら：エチル誘導体化-GC/MS によるポリ塩化ビニル製食品用容器中のブチルスズ化合物の分析、名古屋市衛生研究所報、49、19-22 (2003)
- ・Yutaka Abe, et al: Validation of the testing method for the determination of dibutyltin compounds in food utensils, containers, and packaging products made from polyvinyl chloride using gas chromatograph-mass spectrometry with nitrogen as a carrier gas, Japanese Journal of Food Chemistry and Safety, 28, 16-22 (2021)

スチレン類試験法

1. 分析対象物質

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

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：85～110%

併行精度（RSD%）：10%以下

室内精度（RSD%）：15%以下

3. 分析法 1

1) 装置

水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

イソプロピルベンゼン 本品はイソプロピルベンゼン 98%以上を含む。

エチルベンゼン $C_2H_5C_6H_5$ 本品はエチルベンゼン 99%以上を含む。

ジエチルベンゼン $C_6H_4(C_2H_5)_2$ 本品はジエチルベンゼン 98%以上を含む。

スチレン $C_6H_5CHCH_2$ 本品はスチレン 99%以上を含む。

テトラヒドロフラン C_4H_8O [K 9705, 特級]

トルエン $C_6H_5CH_3$ [K 8680, 特級]

プロピルベンゼン $C_6H_5C_3H_7$ 本品はプロピルベンゼン 97%以上を含む。

(2) 試液

ジエチルベンゼン試液 ジエチルベンゼン 1 mL を量り、テトラヒドロフランを加えて正確に 100mL とし、その 10mL を正確に量り、更にテトラヒドロフランを加えて正確に 100mL とする。

(3) 標準原液

スチレン類混合標準原液 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 を精密に量って加え、テトラヒドロフランを更に加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL はそれぞれ約 0.5mg のスチレン、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を含む。

3) 試験溶液の調製

試料を細切し、その約 0.5 g 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 1 mL を正確に量って加え、次にテトラヒドロフランを加え

正確に 20mL としたものを試験溶液とする。

4) 検量線の作成

スチレン類混合標準原液 1 mL、2.5mL、5 mL、7.5mL 及び 10mL を正確に量り、ジエチルベンゼン試液 1 mL を正確に量って加えた後テトラヒドロフランを加えて正確に 20mL（発泡ポリスチレン（熱湯を用いるものに限る。）の場合は 50mL）とし、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定し、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（例）

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

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。

注入口温度 220℃

注入方式 スプリット

スプリット比 20 : 1

検出器 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

流速 1.4mL/min

注入量 1 μ L

5) 定量

試験溶液を 4) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、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（mg/mL）を求め、次式により試料中の各物質の含有量（mg/g）を求める。

$$\text{試料中の各物質の含有量 (mg/g)} = \text{試験溶液中の各物質の濃度 (mg/mL)} \times 20 \text{ (mL)} / \text{試料の重量 (g)}$$

4. 分析法 2

1) 装置

水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

イソプロピルベンゼン 本品はイソプロピルベンゼン 98%以上を含む。

エチルベンゼン $C_2H_5C_6H_5$ 本品はエチルベンゼン 99%以上を含む。

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。

スチレン $C_6H_5CHCH_2$ 本品はスチレン 99%以上を含む。

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。

トルエン $C_6H_5CH_3$ [K 8680, 特級]

プロピルベンゼン $C_6H_5C_3H_7$ 本品はプロピルベンゼン 97%以上を含む。

(2) 試液

ジクロロベンゼン試液 トリメチルベンゼン 50mg を量り、1, 2—ジクロロベンゼンを加えて正確に 200mL とする。

(3) 標準原液

スチレン類混合標準原液 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 を精密に量って加え、ジクロロベンゼン試液を更に加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL はそれぞれ約 1 mg のスチレン、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を含む。

3) 試験溶液の調製

細切した試料 0.1 g を精密に量り、20mL のセブ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 mL を正確に量って加え、直ちに密封したものを試験溶液とする。

4) 検量線の作成

スチレン類混合標準原液 1 mL、2.5mL、5 mL、7.5mL 及び 10mL を正確に量り、ジクロロベンゼン試液を加えて正確に 20mL (発泡ポリスチレン (熱湯を用いるものに限る。)) の場合は 50mL) とする。この溶液 2 mL をそれぞれ 20mL のセブタムキャップ付きのガラス瓶に正確に量って入れ、直ちに密封したものを検量線溶液とする。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 1 mL を用いて次の操作条件 (例) で測定し、得られたスチレン、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 (例)

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

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。

注入口温度 220℃

注入方式 スプリット

スプリット比 20 : 1

検出器 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

流速 1.2mL/min

5) 定量

試験溶液を4) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、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 (mg/mL) を求め、次式により試料中の各物質の含有量 (mg/g) を求める。

$$\text{試料中の各物質の含有量 (mg/g)} = \frac{\text{試験溶液中の各物質の濃度 (mg/mL)} \times 2 \text{ (mL)}}{\text{試料の重量 (g)}}$$

5. 留意事項

- (1) スチレン類混合標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- (2) テトラヒドロフランに溶解する場合はジメチルアセトアミドに溶解させたのち、1, 2-ジクロロベンゼンを用いる場合と同様に気相を測定することもできる。これにより装置の汚染を減らすことができる。
- (3) 試料の大部分がテトラヒドロフランに溶解しない場合は、4. 分析法2を用いる。テトラヒドロフランに溶解しないポリスチレンとしてシンジオタクチックポリスチレン等がある。

6. 参考文献

- ・杉田たき子ら：ヘッドスペース-ガスクロマトグラフィーによるポリスチレン製食品用容器中の揮発性物質の分析、食品衛生学雑誌、36, 263-268 (1995)
- ・金子令子ら：キャピラリーGCによる揮発性物質、カプロラクタムおよびメタクリル酸メチル試験法の改良、東京都健康安全研究センター年報、55 (2004)
- ・Abe et al: Survey of volatile substances in kitchen utensils made from acrylonitrile-butadiene-styrene and acrylonitrile-styrene resin in Japan, Food Science & Nutrition, 2, 236-243 (2014)
- ・菌部博則ら：ポリスチレン製器具・容器包装における揮発性物質試験の試験室間共同試験、食品衛生学雑誌、57, 169-178 (2016)
- ・三宅大輔ら：o-ジクロロベンゼンを用いたヘッドスペース・ガスクロマトグラフィーによるスチレン系ポリマー中の揮発性物質の分析法、食品衛生学雑誌、54, 374-378 (2013)

バリウム試験法

1. 分析対象物質

バリウム

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：85～110%

併行精度（RSD%）：10%以下

室内精度（RSD%）：15%以下

3. 分析法

1) 装置

原子吸光光度計

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

硝酸 HNO_3 [K 8541, 特級]

硝酸バリウム $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ [K 8565, 特級]

(2) 試液

0.1mol/L 硝酸 硝酸 6.4mL に水を加えて正確に 1,000mL とする。

(3) 標準原液

バリウム標準原液 硝酸バリウム 190.3mg を量り、0.1mol/L 硝酸に溶かして正確に 100mL とする。本液 1 mL はバリウム 1 mg を含む。

3) 試験溶液の調製

試料を細切し、その 0.5 g を白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に精密に量り、直火上約 300℃ で徐々に炭化した後、約 450℃ で加熱して灰化する。この残留物に 0.1mol/L 硝酸 50mL を正確に加えて溶解したものを試験溶液とする。

4) 検量線の作成

バリウム標準原液を 0.1mol/L 硝酸で希釈し、0.2～2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ の溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しバリウムの吸光度を求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

測定波長 553.6nm

5) 定量

試験溶液を4) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、バリウムの吸光度を求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のバリウムの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求め、次式により試料中のバリウムの含有量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) を求める。

$$\text{試料中のバリウムの含有量 } (\mu\text{g}/\text{g}) = \text{試験溶液中のバリウムの濃度 } (\mu\text{g}/\text{mL}) \times 50 (\text{mL}) / \text{試料の重量 } (\text{g})$$

4. 留意事項

- (1) 規格値に相当する検量線溶液の濃度は、それぞれ $1 \mu\text{g}/\text{mL}$ である。
- (2) 装置には原子吸光光度計のほか、誘導結合プラズマ-発光分光光度計や誘導結合プラズマ-質量分析計を用いることもできる。
- (3) バリウム標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- (4) バリウムの材質規格は、原材料として使用してはならないことを趣旨としたものであり、規格値は試験を簡易化するために実用性がない濃度として設定された値である。

ビスフェノールA類試験法

1. 分析対象物質

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

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：85～110%

併行精度（RSD%）：10%以下

室内精度（RSD%）：15%以下

3. 分析法

1) 装置

高速液体クロマトグラフ

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

アセトニトリル CH_3CN [K 8032, 特級]

アセトン CH_3COCH_3 [K 8034, 特級]

ジエチレングリコール $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_2\text{O}$ [K 8099, 特級]

ジクロロメタン CH_2Cl_2 [K 8161, 特級]

ビスフェノールA $(\text{CH}_3)_2\text{C}(\text{C}_6\text{H}_4\text{OH})_2$ 本品はビスフェノールA 99%以上を含む。

フェノール $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ [K 8798, 特級]

p-tert-ブチルフェノール $(\text{CH}_3)_3\text{CC}_6\text{H}_4\text{OH}$ 本品はp-tert-ブチルフェノール 99%以上を含む。

(2) 標準原液

ビスフェノールA類混合標準原液 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100mgを精密に量り、アセトニトリルを加えて正確に100mLとする。本液1mLはそれぞれ約1mgのビスフェノールA、フェノール及びp-tert-ブチルフェノールを含む。

3) 試験溶液の調製

試料を細切り、その1.0gを精密に量り、ジクロロメタン10mLを加えて試料を溶解させたのち、よくかき混ぜながらアセトン120mLを徐々に加え、ポリマーを析出させる。1時間以上放置後、毎分3,000回転で10分間遠心分離し、上清を300mLナスフラスコにとる。沈殿にアセトン30mLを加えて洗浄後、毎分3,000回転で10分間遠心分離し、上清を先の300mLナスフラスコに合わせる。10vol%ジエチレングリコール-アセトン溶液2mLを添加したのち、40℃以下で減圧濃縮し溶媒を留去する。こ

れにアセトニトリル 6 mL を加えメスフラスコに洗いこみ、さらに水を加えて正確に 20mL とし、孔径 0.5μm 以下のメンブランフィルターでろ過したものを試験溶液とする。

4) 検量線の作成

ビスフェノール A 類混合標準原液を 50vol%アセトニトリルで希釈し、5~50μg/mL の溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しビスフェノール A、フェノール及び p—tert—ブチルフェノールの各ピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム オクタデシルシリル化シリカゲルカラム（内径 4.6mm、長さ 250mm、粒子径 5 μm）を用いる。

カラム温度 40℃

移動相 A：水

B：アセトニトリル

A / B : 70 / 30 → 0 / 100(0-35min)- 0 / 100(35-45min)-70 / 30(45-55min)

流速 1 mL/min

注入量 20μL

測定波長 217nm

5) 定量

試験溶液を 4) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、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各ピーク高さ又はピーク面積を求める。次に、それぞれの検量線を用いて試験溶液中の各物質の濃度（μg/mL）を求め、次式により試料中の各物質の含有量（μg/g）をそれぞれ求める。

$$\text{試料中の各物質の含有量 (}\mu\text{g/g)} = \text{試験溶液中の各物質の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times 20 \text{ (mL)} / \text{試料の重量 (g)}$$

4. 留意事項

- (1) 溶媒を留去する際に、減圧濃縮の時間が長いとフェノールが揮散してしまう場合がある。そのため、溶媒がなくなったと同時に減圧を停止するのが望ましい。
- (2) ジフェニルカーボネート試験法と同時に実施することができる。
- (3) 高速液体クロマトグラフの検出器として蛍光検出器を用いることもできる。その場合、例えば、励起波長は 230nm、蛍光波長は 316nm を測定波長に設定すると良い。

5. 参考文献

- ・杉田たき子ら：高速液体クロマトグラフィーによるポリカーボネート中の残存モノマー及び重合調節剤の同時分析、食品衛生学雑誌、35、510-516 (1994)
- ・尾崎麻子ら：ジクロロメタンを用いないポリカーボネート中のビスフェノール A 分析法の検討、食品衛生学雑誌、44、39-43 (2003)

鉛試験法

1. 分析対象物質

鉛

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：85～110%

併行精度（RSD%）：10%以下

室内精度（RSD%）：15%以下

3. 分析法

1) 装置

原子吸光光度計

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

塩酸 HCl [K 8180, 特級]

酢酸アンモニウム $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ [K 8359, 特級]

硝酸 HNO_3 [K 8541, 特級]

硝酸鉛(Ⅱ) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ [K 8563, 特級]

水酸化ナトリウム NaOH [K 8576, 特級]

ホウ酸 H_3BO_3 [K 8863, ほう酸, 特級]

メタノール CH_3OH [K 8891, 特級]

硫酸 H_2SO_4 [K 8951, 特級]

(2) 試液

5 mol/L 酢酸アンモニウム試液 酢酸アンモニウム 38.5 g を量り、水に溶かして正確に 100 mL とする。

1 mol/L 酢酸アンモニウム試液 酢酸アンモニウム 77 g を量り、水に溶かして正確に 1,000 mL とする。

0.1 mol/L 硝酸 硝酸 6.4 mL に水を加えて正確に 1,000 mL とする。

(3) 標準原液

鉛標準原液 硝酸鉛(Ⅱ) 159.8 mg を量り、10 vol% 硝酸 10 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。本液 1 mL は鉛 1 mg を含む。

3) 試験溶液の調製

(1) シリコンゴム製以外の試料

試料を細切し、その 1.0 g を白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に精密に量り、硫酸 2 mL 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 50vol%塩酸 5 mL 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 を正確に加えて溶解し、不溶物がある場合はろ過したものを試験溶液とする。

(2) シリコンゴム製の試料

試料を細切し、その 0.5 g を精密に量り、白金又はニッケル製のつぼに入れる。水酸化ナトリウム 5 g 及びホウ酸 2 g 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、5 mol/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 5 mL、0.1mol/L 硝酸 5 mL 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 1 mol/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 を正確に採取したものを試験溶液とする。

4) 検量線の作成

鉛標準原液を 0.1mol/L 硝酸で規格値の 1 / 5 ~ 2 倍に相当する濃度の検量線溶液を数点調製する。検量線溶液を次の操作条件 (例) で測定し鉛の吸光度を求め、検量線を作成する。

操作条件 (例)

測定波長 283.3nm

5) 定量

試験溶液を 4) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、鉛の吸光度を求める。次に、検量線を用いて試験溶液中の鉛の濃度 ($\mu\text{g/mL}$) を求め、次式により試料中の鉛の含有量 ($\mu\text{g/g}$) を求める。

(1) 合成樹脂製及びゴム (シリコンゴムを除く。) 製の器具又は容器包装

試料中の鉛の含有量 ($\mu\text{g/g}$) = 試験溶液中の鉛の濃度 ($\mu\text{g/mL}$) $\times$ 20 (mL) / 試料の重量 (g)

(2) シリコンゴム製の器具又は容器包装

試料中の鉛の含有量 ($\mu\text{g/g}$) = 試験溶液中の鉛の濃度 ($\mu\text{g/mL}$) $\times$ 10 (mL) / 試料

の重量 (g)

4. 留意事項

- (1) 規格値に相当する検量線溶液の濃度は、それぞれ $5\text{ }\mu\text{g/mL}$ (合成樹脂製及びゴム (ほ乳器具を除く。) 製の器具又は容器包装)、 $0.5\text{ }\mu\text{g/mL}$ (ゴム製ほ乳器具) である。
- (2) 装置には原子吸光光度計のほか、誘導結合プラズマ-発光分光光度計や誘導結合プラズマ-質量分析計を用いることもできる。
- (3) 鉛標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- (4) カドミウム試験法と同時に実施することができる。
- (5) 鉛の材質規格は、原材料として使用してはならないことを趣旨としたものであり、規格値は試験を簡易化するために実用性がない濃度として設定された値である。

5. 参考文献

- ・金子令子ら：合成樹脂材質中のカドミウムおよび鉛試験法における共存金属の影響、食品衛生学雑誌、45、29-34 (2004)
- ・六鹿元雄ら：合成樹脂製器具・容器包装におけるカドミウムおよび鉛材質試験法の性能比較、食品衛生学雑誌、55、269-278 (2014)
- ・岸 映里ら：マイクロウェーブ分解および ICP-MS を用いた合成樹脂製器具・容器包装中の有害元素の迅速分析法、日本食品化学学会誌、20、105-113 (2013)

リン酸トリクレジル試験法

1. 分析対象物質

リン酸トリクレジル

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（％）：85～110％

併行精度（RSD％）：10％以下

室内精度（RSD％）：15％以下

3. 分析法

1) 装置

高速液体クロマトグラフ

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

アセトニトリル CH_3CN [K 8032, 特級]

リン酸トリクレジル $(\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{O})_3\text{PO}$ 本品はリン酸トリクレジル 90％以上を含む。

(2) 標準原液

リン酸トリクレジル標準原液 リン酸トリクレジル 100mg を量り、アセトニトリルを加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL はリン酸トリクレジル 1 mg を含む。

3) 試験溶液の調製

試料を細切り、その 0.5 g を精密に量り、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正確に 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 5 mL 並びにアセトニトリル及び水の混液（1：1）5 mL 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（360mg）に、アセトニトリル抽出液 5 mL と水 5 mL 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 を正確に採取したものを試験溶液とする。

4) 検量線の作成

リン酸トリクレジル標準原液をアセトニトリル及び水の混液（2：1）で希釈し 2～20 $\mu\text{g/mL}$ の溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しリン酸トリクレジルのピーク面積値又はピーク高さを求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム フェニル化シリカゲルカラム（内径 4.6mm、長さ 250mm、粒子径 5 μm）を用いる。

カラム温度 50℃

移動相 アセトニトリル及び水の混液（2：1）

流速 1 mL/min

注入量 20μL

検出波長 264nm

5) 定量

試験溶液を 4) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、リン酸トリクレジルのピーク面積値又はピーク高さを求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のリン酸トリクレジルの濃度（μg/mL）を求め、次式により試料中のリン酸トリクレジルの含有量（μg/g）を求める。

試料中のリン酸トリクレジルの含有量（μg/g）＝試験溶液中のリン酸トリクレジルの濃度（μg/mL）×10（mL）×（25/5）/試料の重量（g）

4. 留意事項

- （1）規格値に相当する検量線溶液の濃度は、10μg/mL である。
- （2）リン酸トリクレジルの材質規格は、原材料として使用してはならないことを趣旨としたものであり、規格値は試験を簡易化するために実用性がない濃度として設定された値である。

5. 参考文献

- ・六鹿元雄ら：ポリ塩化ビニル中のクレゾールリン酸エステル分析法、食品衛生学雑誌、44、26-31（2003）

第3章 溶出試験法

亜鉛試験法

1. 分析対象物質

亜鉛

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：90～110%

室内精度（RSD%）：10%以下

3. 分析法

1) 装置

原子吸光光度計

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

亜鉛 Zn [K 8012, 特級]

塩酸 HCl [K 8180, 特級]

酢酸 CH₃COOH [K 8355, 特級]

(2) 試液

6 mol/L 塩酸 塩酸 540mL を量り、水を加えて正確に 1,000mL とする。

1 mol/L 塩酸 塩酸 90mL を量り、水を加えて正確に 1,000mL とする。

(3) 標準原液

亜鉛標準原液 亜鉛 1.0 g を量り、6 mol/L 塩酸に溶かして水浴上で蒸発乾固し、残留物に 1 mol/L 塩酸を加えて正確に 1,000mL とする。本液 1 mL は亜鉛 1 mg を含む。

3) 検量線の作成

亜鉛標準原液を試験溶液の調製に用いた食品擬似溶媒で希釈し、0.2～2 μg/mL の溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。ただし、食品擬似溶媒が水の場合には、20mL あたり酢酸 5 滴を加えたものを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定し亜鉛の吸光度を求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

測定波長 213.9nm

4) 定量

試験溶液の調製に用いた食品擬似溶媒が水の場合は、試験溶液 20mL を採り、酢酸 5 滴を加えたものを測定溶液とする。試験溶液の調製に用いた食品擬似溶媒が 4 vol% 酢酸の場合は、試験溶液 1 mL を正確に量り、4 vol% 酢酸を加えて正確に 15mL としたものを測定溶液とする。

測定溶液を 3) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、亜鉛の吸光度を求める。次に、検量線を用いて測定溶液中の亜鉛の濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求める。試験溶液の調製に用いた食品擬似溶媒が水の場合は、測定溶液中の亜鉛の濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を試験溶液中の亜鉛の濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) とする。試験溶液の調製に用いた食品擬似溶媒が 4 vol% 酢酸の場合は、次式により試験溶液中の亜鉛の濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求める。

$$\text{試験溶液中の亜鉛の濃度 } (\mu\text{g}/\text{mL}) = \text{測定溶液中の亜鉛の濃度 } (\mu\text{g}/\text{mL}) \times 15$$

4. 留意事項

- (1) 装置には原子吸光光度計のほか、誘導結合プラズマ-発光分光光度計や誘導結合プラズマ-質量分析計を用いることもできる。
- (2) 亜鉛標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。

5. 参考文献

- ・柴田 博ら：ゴム製器具・容器包装における亜鉛溶出試験の試験室間共同試験、食品衛生学雑誌、56、123-131 (2015)

アンチモン試験法

1. 分析対象物質

アンチモン

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（％）：90～110％

室内精度（RSD％）：10％以下

3. 分析法

1) 装置

原子吸光光度計

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

塩化アンチモン（Ⅲ） SbCl_3 [K 8400, 特級]

塩酸 HCl [K 8180, 特級]

(2) 標準原液

アンチモン標準原液 塩化アンチモン（Ⅲ）1.874 g を量り、少量の 50vol%塩酸に溶かし、10vol%塩酸を加えて正確に 1,000mL とする。本液 1 mL はアンチモン 1 mg を含む。

3) 検量線の作成

アンチモン標準原液を 4 vol%酢酸で希釈し 0.01～0.1 $\mu\text{g/mL}$ の溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しアンチモンの吸光度を求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

測定波長 217.6nm

4) 定量

試験溶液を 3) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、アンチモンの吸光度を求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のアンチモンの濃度（ $\mu\text{g/mL}$ ）を求める。

4. 留意事項

(1) 装置には原子吸光光度計のほか、誘導結合プラズマ-発光分光光度計や誘導結合プラズマ-

質量分析計を用いることもできる。

- (2) アンチモン標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- (3) ゲルマニウム試験法と同時に実施することができる。

5. 参考文献

- ・柿本幸子ら：ICP-MS を用いたポリエチレンテレフタレート(PET)容器におけるアンチモン，ゲルマニウムの溶出試験法の検討、食品衛生学雑誌、45、264-269 (2004)
- ・村上 亮ら：ポリエチレンテレフタレート製器具・容器包装におけるアンチモンおよびゲルマニウム溶出試験の試験室間共同試験、食品衛生学雑誌、56、57-67 (2005)

エピクロルヒドリン試験法

1. 分析対象物質

エピクロルヒドリン

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：90～110%

室内精度（RSD%）：15%以下

3. 分析法

1) 装置

水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

エピクロルヒドリン C_3H_5ClO 本品はエピクロルヒドリン 98%以上を含む。

ペンタン C_5H_{12} 本品はペンタン 98%以上を含む。

(2) 標準原液

エピクロルヒドリン標準原液 エピクロルヒドリン 100mg を量り、ペンタンを加えて正確に 100mL とする。

本液 1 mL はエピクロルヒドリン 1 mg を含む。

3) 検量線の作成

エピクロルヒドリン標準原液をペンタンで希釈し 0.1～1 $\mu\text{g/mL}$ の溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しエピクロルヒドリンのピーク面積値又はピーク高さを求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム 内径 0.53mm、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 1 μm の厚さでコーティングしたものを用いる。

カラム温度 50℃で 5 分間保持した後、毎分 10℃で昇温し、100℃とする。

注入口温度 220℃

注入方式 スプリットレス

検出器 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

流速 14mL/min

注入量 1 μ L

4) 定量

試験溶液を3) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、エピクロルヒドリンのピーク面積値又はピーク高さを求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のエピクロルヒドリンの濃度 (μ g/mL) を求める。

4. 留意事項

- (1) GC-MSを用いることもできる。
- (2) エピクロルヒドリン標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。

5. 参考文献

- ・大野浩之ら：内面塗装缶のエピクロルヒドリン分析法の検討、食品衛生学雑誌、44、332-336 (2003)

塩化ビニル試験法

1. 分析対象物質

塩化ビニル

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（％）：90～110％

室内精度（RSD％）：15％以下

3. 分析法

1) 装置

水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

エタノール（99.5） C_2H_5OH [K 8101, 特級]

塩化ビニル C_2H_3Cl 本品は塩化ビニル 99.5％以上を含む。

(2) 標準原液

塩化ビニル標準原液 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測定する。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 200mg をシリコンゴム栓を通して注入する。シリコンゴム栓を通して、メタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノールを注入して正確に 200mL とする。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 を正確に量り、メタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノールを加えて正確に 100mL とする。メタノール・ドライアイス浴中で保存する。本液 1 mL は塩化ビニル 10 μ g を含む。

3) 検量線の作成

塩化ビニル標準原液をメタノール・ドライアイス浴で冷却したエタノールで希釈し 0.01～0.1 μ g/mL の溶液を数点調製し、その 10mL を正確に量り、20mL のセプタムキャップ付きガラス瓶にそれぞれ入れ、直ちに密封したものを検量線溶液とする。試験までメタノール・ドライアイス浴中で保存する。検量線溶液を密封したガラス瓶を 50℃に保ちながら時々振り混ぜて 30 分間加熱する。その後、それぞれの気相 0.5mL を用いて次の操作条件（例）で測定し、塩化ビニルのピーク面積値又はピーク高さを求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム 内径 0.25mm、長さ 25mのケイ酸ガラス製細管に、スチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹

脂を 3 μm の厚さでコーティングしたものを用いる。

カラム温度 80℃で 1 分間保持した後、毎分 10℃で昇温し、250℃に到達後 10 分間保持する。

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

キャリアーガス圧力 75kPa

検出器温度 250℃

注入口温度 200℃

注入方式 スプリット

スプリット比 10 : 1

4) 定量

試験溶液 10mL を 20mL のセブタムキャップ付きのガラス瓶に正確に量って加え、直ちに密封し、50℃に保ちながら時々振り混ぜて 30 分間加熱する。その後、気相 0.5mL を用いて 3) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、塩化ビニルのピーク面積値又はピーク高さを求める。次に、検量線を用いて試験溶液中の塩化ビニルの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求める。

4. 留意事項

- (1) GC-MS を用いることもできる。
- (2) 塩化ビニル標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。

5. 参考文献

- ・大野浩之ら：ヘッドスペース-GC/MS によるポリ塩化ビニルおよびポリ塩化ビニリデン製品中の塩化ビニルおよび塩化ビニリデンの分析、食品衛生学雑誌、46、8-12 (2005)
- ・大野浩之ら：金属缶内面コーティングから溶出する塩化ビニルのヘッドスペース-GC/MS 分析、名古屋市衛生研究所報、51、27-29 (2005)

カドミウム試験法

1. 分析対象物質

カドミウム

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（％）：90～110％

室内精度（RSD％）：10％以下

3. 分析法

1) 装置

原子吸光光度計

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

金属カドミウム Cd 本品はカドミウム 99.9％以上を含む。

硝酸 HNO_3 [K 8541, 特級]

(2) 試液

0.1mol/L 硝酸 硝酸 6.4mL に水を加えて正確に 1,000mL とする。

(3) 標準原液

カドミウム標準原液 金属カドミウム 100mg を量り、10vol%硝酸 50mL に溶かして水浴上で蒸発乾固し、残留物に 0.1mol/L 硝酸を加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL はカドミウム 1 mg を含む。

3) 検量線の作成

カドミウム標準原液を試験溶液の調製に用いた食品擬似溶媒で希釈し、規格値の 1 / 5 ～ 2 倍に相当する濃度の検量線溶液を数点調製する。ただし、食品擬似溶媒が水の場合には、100mL あたり硝酸 5 滴を加えたものを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しカドミウムの吸光度を求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

測定波長 228.8nm

4) 定量

試験溶液の調製に用いた食品擬似溶媒が水の場合は、試験溶液 100mL を採り、硝酸 5 滴を加

えたものを測定溶液とする。試験溶液の調製に用いた食品擬似溶媒が水以外の場合は、試験溶液を測定溶液とする。

測定溶液を3) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、カドミウムの吸光度を求める。次に、検量線を用いて測定溶液中のカドミウムの濃度 C ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求める。

測定溶液中のカドミウムの濃度 C ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を試験溶液中のカドミウムの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) とする。また、単位面積あたりのカドミウムの溶出量 ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) は、試料の表面積 S (cm^2) 及び食品擬似溶媒の全量 V (mL) を用いて次式により求める。

$$\text{単位面積あたりのカドミウムの溶出量 } (\mu\text{g}/\text{cm}^2) = (C \times V) / S$$

4. 留意事項

- (1) 装置には原子吸光光度計のほか、誘導結合プラズマ-発光分光光度計や誘導結合プラズマ-質量分析計を用いることもできる。
- (2) カドミウム標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- (3) 鉛試験法と同時に実施することができる。

5. 参考文献

- ・六鹿元雄ら：器具・容器包装におけるカドミウムおよび鉛溶出試験の試験室間共同試験、食品衛生学雑誌、55、117-134 (2005)

カプロラクタム試験法

1. 分析対象物質

カプロラクタム

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：90～110%

室内精度（RSD%）：10%以下

3. 分析法

1) 装置

水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

カプロラクタム $C_6H_{11}NO$ 本品はカプロラクタム 98%以上を含む。

(2) 標準原液

カプロラクタム標準原液 カプロラクタム 1.5 g を量り、20vol%エタノールに溶かして正確に 1,000mL とする。本液 1 mL はカプロラクタム 1.5mg を含む。

3) 検量線の作成

カプロラクタム標準原液を 20vol%エタノールで希釈し、3～30 μ g/mL の溶液を数点調製し、検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しカプロラクタムのピーク面積値又はピーク高さを求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム 内径 0.32mm、長さ 30mのケイ酸ガラス製細管に、ジメチルポリシロキサンを 5 μ m の厚さでコーティングしたもの

カラム温度 240℃

注入口温度 240℃

注入方式 スプリット

スプリット比 10 : 1

検出器 240℃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

流速 1.2mL/min

注入量 1 μ L

4) 定量

試験溶液を3) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、カプロラクタムのピーク面積値又はピーク高さを求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のカプロラクタムの濃度 ($\mu\text{g/mL}$) を求める。

4. 留意事項

- (1) 試験溶液は水を多く含むため、注入時に気化容量が大きくなりライナーの容量を超えオーバーロードとなり、これによりピーク形状の悪化が報告されている。その場合は、注入口温度を 280℃に設定し、さらに試験溶液と検量線溶液をアセトン又はエタノールでそれぞれ 10 倍に希釈して測定すると良い。

5. 参考文献

- ・金子令子ら：キャピラリーGCによる揮発性物質，カプロラクタムおよびメタクリル酸メチル試験法の改良、東京都健康安全研究センター年報、55 (2004)
- ・渡辺一成ら：ナイロン製器具・容器包装におけるカプロラクタム試験の試験室間共同試験、食品衛生学雑誌、57、222-229 (2016)
- ・阿部 裕ら：ナイロン製食品用器具・容器包装のカプロラクタム試験におけるピーク形状改善のためのGC 測定条件の検討、日本食品化学学会誌、27, 178-183 (2020)

ゲルマニウム試験法

1. 分析対象物質

ゲルマニウム

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：90～110%

室内精度（RSD%）：10%以下

3. 分析法

1) 装置

原子吸光光度計

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

塩酸 HCl [K 8180, 特級]

炭酸ナトリウム Na_2CO_3 [K 8625, 特級]

二酸化ゲルマニウム GeO_2 本品は二酸化ゲルマニウム 99%以上を含む。

(2) 標準原液

ゲルマニウム標準原液 二酸化ゲルマニウム 144mg を白金るつばに量り、炭酸ナトリウム 1 g 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、1 mL 過剰に塩酸を加え、更に水を加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL はゲルマニウム 1 mg を含む。

3) 検量線の作成

ゲルマニウム標準原液を 4 vol% 酢酸で希釈し、 $0.02 \sim 0.2 \mu\text{g/mL}$ の溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しゲルマニウムの吸光度を求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

測定波長 265.2nm

4) 定量

試験溶液を 3) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、ゲルマニウムの吸光度を求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のゲルマニウムの濃度 ($\mu\text{g/mL}$) を求める。

4. 留意事項

- (1) 装置には原子吸光光度計のほか、誘導結合プラズマ-発光分光光度計や誘導結合プラズマ-質量分析計を用いることもできる。
- (2) ゲルマニウム標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- (3) アンチモン試験法と同時に実施することができる。

5. 参考文献

- ・柿本幸子ら：ICP-MS を用いたポリエチレンテレフタレート(PET)容器におけるアンチモン，ゲルマニウムの溶出試験法の検討、食品衛生学雑誌、45、264-269 (2004)
- ・村上 亮ら：ポリエチレンテレフタレート製器具・容器包装におけるアンチモンおよびゲルマニウム溶出試験の試験室間共同試験、食品衛生学雑誌、56、57-67 (2005)

総乳酸試験法

1. 分析対象物質

乳酸、乳酸の重合体

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：90～110%

室内精度（RSD%）：10%以下

3. 分析法

1) 装置

高速液体クロマトグラフ

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

アセトニトリル CH_3CN [K 8032, 特級]

水酸化ナトリウム NaOH [K 8576, 特級]

L-乳酸リチウム $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{COOLi}$ 本品は乳酸リチウム 97%以上を含む。

リン酸 H_3PO_4 [K 9005, りん酸, 特級]

(2) 試液

0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム 8.0 g を量り、水に溶かして正確に 1,000mL とする。

0.2mol/L リン酸 リン酸 14mL を量り、水を加えて正確に 1,000mL とする。

(3) 標準原液

乳酸標準原液 L-乳酸リチウム 1.07 g を量り、水に溶かして正確に 1,000mL とする。本液 1 mL は乳酸 1 mg を含む。

3) 検量線の作成

乳酸標準原液を水で希釈し、6～60 $\mu\text{g/mL}$ の溶液を数点調製する。これらの溶液各 10mL を正確に量り、0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液を 1 mL を正確に量って加え、密栓して 60℃に保ちながら時々振り混ぜて 15 分間放置する。冷後、0.2mol/L リン酸 1 mL を正確に量って加えたものを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定し乳酸のピーク面積値又はピーク高さを求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム オクタデシルシリル化シリカゲルカラム（内径 4.6mm、長さ 250mm、粒子径 5 μ m）を用いる。

カラム温度 40℃

移動相 リン酸、アセトニトリル及び水混液（0.1 : 1 : 99）

流速 1 mL/min

注入量 20 μ L

測定波長 210nm

4) 定量

試験溶液 10mL を正確に量り、0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液を 1 mL を正確に量って加え、密栓して 60℃ に保ちながら時々振り混ぜて 15 分間放置する。冷後、0.2mol/L リン酸を 1 mL を正確に量って加えたものを測定溶液とする。

測定溶液を 3) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、乳酸のピーク面積値又はピーク高さを求める。次に、検量線を用いて試験溶液中の乳酸の濃度（ μ g/mL）を求める。

4. 参考文献

- Motoh Mutsuga et al: Migration of lactic acid, lactide and oligomers from polylactide food contact materials, Food Additives and Contaminants Part A, 25, 1285-1292 (2008)

鉛試験法

1. 分析対象物質

鉛

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：90～110%

室内精度（RSD%）：10%以下

3. 分析法

1) 装置

原子吸光光度計

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

硝酸 HNO_3 [K 8541, 特級]

硝酸鉛(Ⅱ) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ [K 8563, 特級]

(2) 標準原液

鉛標準原液 硝酸鉛(Ⅱ) 159.8mg を量り、10vol%硝酸 10mL に溶かし、水を加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL は鉛 1 mg を含む。

3) 検量線の作成

鉛標準原液を試験溶液の調製に用いた食品擬似溶媒で希釈し、規格値の 1 / 5 ～ 2 倍に相当する濃度の検量線溶液を数点調製する。ただし、食品擬似溶媒が水の場合には、100mL あたり硝酸 5 滴を加えたものを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定し鉛の吸光度を求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

測定波長 283.3nm

4) 定量

試験溶液の調製に用いた食品擬似溶媒が水の場合は、試験溶液 100mL に硝酸 5 滴を加えたものを測定溶液とする。試験溶液の調製に用いた食品擬似溶媒が水以外の場合は、試験溶液を測定溶液とする。

測定溶液を 3) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、鉛の吸光度を求める。次に、

検量線を用いて測定溶液中の鉛の濃度 C ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求める。

測定溶液中の鉛の濃度 C ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を試験溶液中の鉛の濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) とする。また、単位面積あたりの鉛の溶出量 ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) は、試料の表面積 S (cm^2) 及び食品擬似溶媒の全量 V (mL) を用いて次式により求める。

$$\text{単位面積あたりの鉛の溶出量 } (\mu\text{g}/\text{cm}^2) = (C \times V) / S$$

4. 留意事項

- (1) 装置には原子吸光光度計のほか、誘導結合プラズマ-発光分光光度計や誘導結合プラズマ-質量分析計を用いることもできる。
- (2) 鉛標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- (3) カドミウム試験法と同時に実施することができる。

5. 参考文献

- ・六鹿元雄ら：器具・容器包装におけるカドミウムおよび鉛溶出試験の試験室間共同試験、食品衛生学雑誌、55、117-134 (2005)

ビスフェノールA類試験法

1. 分析対象物質

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

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：80～110%

室内精度（RSD%）：10%以下

3. 分析法

1) 装置

高速液体クロマトグラフ

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

アセトニトリル CH_3CN [K 8032, 特級]

アセトン CH_3COCH_3 [K 8034, 特級]

ジエチレングリコール $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_2\text{O}$ [K 8099, 特級]

ビスフェノールA $(\text{CH}_3)_2\text{C}(\text{C}_6\text{H}_4\text{OH})_2$ 本品はビスフェノールA 99%以上の試薬を含む。

フェノール $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ [K 8798, 特級]

p-tert-ブチルフェノール $(\text{CH}_3)_3\text{CC}_6\text{H}_4\text{OH}$ 本品はp-tert-ブチルフェノール 99%以上を含む。

(2) 標準原液

ビスフェノールA類混合標準原液 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100mgを精密に量り、アセトニトリルを加えて正確に100mLとする。本液1mLはそれぞれ約1mgのビスフェノールA、フェノール及びp-tert-ブチルフェノールを含む。

3) 検量線の作成

ビスフェノールA類混合標準原液 10mL を正確に量り、試験溶液の調製に用いた食品擬似溶媒を加えて正確に100mLとする。この溶液を試験溶液の調製に用いた食品擬似溶媒（ただし、ヘプタンを食品擬似溶媒とする場合は50vol%アセトニトリル）で希釈し、0.5～5 $\mu\text{g/mL}$ の溶液を数点調製し、これらを検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しビスフェノールA、フェノール及びp-tert-ブチルフェノールの各ピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム オクタデシルシリル化シリカゲルカラム（内径4.6mm、長さ250mm、粒子径5 μ m）を用いる。

カラム温度 40℃

移動相 A：水

B：アセトニトリル

A / B : 70 / 30 $\rightarrow$ 0 / 100(0 -35min)- 0 / 100(35-45min)-70 / 30(45-55min)

流速 1 mL/min

注入量 20 μ L

測定波長 217nm

4) 定量

(1) ヘプタン以外を食品擬似溶媒とする場合

試験溶液を3) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、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各ピーク高さ又はピーク面積を求める。次に、それぞれの検量線を用いて試験溶液中の各物質の濃度 (μ g/mL) を求める。

(2) ヘプタンを食品擬似溶媒とする場合

試験溶液 25mL を分液漏斗に正確に量り、アセトニトリル 10mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層を 100mL のナスフラスコに移す。ヘプタン層にアセトニトリル 10mL を加え、上記と同様に操作して、アセトニトリル層を上記のナスフラスコに合わせる。2 vol% ジエチレングリコール-アセトン溶液 0.5mL を添加したのち、40℃以下で減圧濃縮し溶媒を留去する。これに 50vol%アセトニトリルを加えメスフラスコに洗いこみ、さらに 50vol%アセトニトリルを加えて正確に 25mL とし、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過したものを測定溶液とする。

測定溶液を3) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、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各ピーク高さ又はピーク面積を求める。次に、それぞれの検量線を用いて測定溶液中の各物質の濃度 (μ g/mL) を求める。測定溶液中の各物質の濃度 (μ g/mL) を試験溶液中の各物質の濃度 (μ g/mL) とする。

4. 留意事項

(1) 高速液体クロマトグラフの検出器として蛍光検出器を用いることもできる。その場合、例えば、励起波長は 230nm、蛍光波長は 316nm を測定波長に設定すると良い。

5. 参考文献

・河村葉子ら：ポリカーボネート製品からのビスフェノール A の溶出、食品衛生学雑誌、39、206-212

(1998)

- ・片岡洋平ら：ポリカーボネート製器具・容器包装の溶出試験におけるビスフェノール A 分析法の改良、食品衛生学雑誌、64、111-115 (2023)
- ・片岡洋平ら：ポリカーボネート製器具・容器包装の溶出試験における改良ビスフェノール A 分析法の室間共同実験、食品衛生学雑誌、64、154-160 (2023)

フェノール試験法

1. 分析対象物質

フェノール

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：90～110%

室内精度（RSD%）：10%以下

3. 分析法

1) 装置

分光光度計

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

4—アミノアンチピリン $C_{11}H_{13}N_3O$ [K 8048, 特級]

アンモニア水 NH_3 [K 8085, 特級] 本品はアンモニア 28～30%を含む。

水酸化ナトリウム $NaOH$ [K 8576, 特級]

フェノール C_6H_5OH [K 8798, 特級]

ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム $K_3[Fe(CN)_6]$ [K 8801, 特級, ヘキサシアニド鉄（Ⅲ）酸カリウム]

ホウ酸 H_3BO_3 [K 8863, ほう酸, 特級]

(2) 試液

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 を量り、水に溶かして正確に 1,000mL とする。

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 を量り、水に溶かし、アンモニア水 1.8mL 及び水を加えて正確に 1,000mL とする。

ホウ酸緩衝液第 1 液：水酸化ナトリウム 4.0 g を量り、水に溶かして正確に 100mL とする。

第 2 液：ホウ酸 6.2 g を量り、水に溶かして正確に 100mL とする。

第 1 液と第 2 液を等容量ずつ量り混和する。

(3) 標準原液

フェノール標準原液 フェノール 1.0 g を量り、水を加えて正確に 1,000mL とする。本液 1 mL はフェノール 1 mg を含む。

3) 検量線の作成

フェノール標準原液を水で希釈し $1 \sim 10 \mu\text{g}/\text{mL}$ の溶液を数点調製する。それぞれの溶液 20mL を採り、ホウ酸緩衝液 3 mL を正確に量って加え、よく振り混ぜた後、4—アミノアンチピリン試液 5 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 2.5mL を正確に量って加え、更に水を加えて正確に 100mL とし、よく振り混ぜて室温で 10 分間放置する。得られたそれぞれの溶液を検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しフェノールの吸光度を求め、検量線を作成する。

測定条件（例）

測定波長 510nm

4) 定量

試験溶液 20mL を採り、ホウ酸緩衝液 3 mL を正確に量って加え、よく振り混ぜた後、4—アミノアンチピリン試液 5 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 2.5mL を正確に量って加え、更に水を加えて正確に 100mL とし、よく振り混ぜて室温で 10 分間放置する。得られた溶液を測定溶液とする。

測定溶液を 3) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、フェノールの吸光度を求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のフェノールの濃度（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）を求める。

4. 留意事項

- （1）フェノール標準原液として、市販の化学分析用標準液を用いてもよい。ただし、試験を妨害する物質を含まないことを確認したうえで使用すること。
- （2）ビスフェノール A 類試験法の分析法を用いることもできる。

メタクリル酸メチル試験法

1. 分析対象物質

メタクリル酸メチル

2. 性能パラメータの目標値等

選択性：原則として、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないこと

真度（%）：90～110%

室内精度（RSD%）：10%以下

3. 分析法

1) 装置

水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ

2) 試薬・試液等

(1) 試薬

メタクリル酸メチル $C_3H_5COOCH_3$ 本品はメタクリル酸メチル 98%以上を含む。

(2) 標準原液

メタクリル酸メチル標準原液 メタクリル酸メチル 1.5 g を量り、20vol%エタノールを加えて正確に 1,000mL とする。本液 1 mL はメタクリル酸メチル 1.5mg を含む。

3) 検量線の作成

メタクリル酸メチル標準原液を 20vol%エタノールで希釈し、3～30 μ g/mL の溶液を数点調製し、検量線溶液とする。検量線溶液を次の操作条件（例）で測定しメタクリル酸メチルのピーク面積値又はピーク高さを求め、検量線を作成する。

操作条件（例）

カラム 内径 0.32mm、長さ 30mのケイ酸ガラス製細管に、ジメチルポリシロキサンを 5 μ m の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 120℃で 1 分間保持した後、毎分 5℃で昇温して 170℃とする。

注入口温度 200℃

注入方式 スプリット

スプリット比 10 : 1

検出器 200℃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

流速 1.4mL/min

注入量 1 μ L

4) 定量

試験溶液を3) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により測定し、メタクリル酸メチルのピーク面積値又はピーク高さを求める。次に、検量線を用いて試験溶液中のメタクリル酸メチルの濃度 (μ g/mL) を求める。

4. 留意事項

(1) 装置として高速液体クロマトグラフを用いることもできる。その場合は測定溶液及び検量線溶液の調製法が異なる。

5. 参考文献

- ・金子令子ら：キャピラリーGCによる揮発性物質，カプロラクタムおよびメタクリル酸メチル試験法の改良、東京都健康安全研究センター年報、55 (2004)
- ・阿部 裕ら：ポリメタクリル酸メチル製食品用器具・容器包装のメタクリル酸メチル試験法への HPLC の適用、日本食品化学学会誌、30、109-113 (2023)

器具及び容器包装に関する分析法の性能評価の手引き

1. 趣旨

本手引きは、器具若しくは容器包装又はこれらの原材料について、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。）で定める規格に適合していることの判定を目的として試験を実施する場合に、各試験機関が使用する分析法の性能を評価するための手順を示すものである。

注：本手引きに示す手順は、分析法としての性能を評価する標準的方法の一例であり、国際的に妥当と認められる他の手順を使用することもできる。

2. 本手引きの対象

告示の第 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に示されている規格に関連する試験法であって、各試験機関が使用するにあたり、その性能が未評価の分析法を対象とする。ただし、目視等により判定を行う分析法（重金属試験法、ヒ素試験法及びホルムアルデヒド試験法）、分析対象物質が特定されていない分析法（過マンガン酸カリウム消費量試験法、クロロホルム可溶物試験法、蒸発残留物試験法及び総溶出物試験法）、及び規格が不検出である分析法（2-メルカプトイミダゾリン試験法）については、本手引きの適用範囲に含めない。

3. 性能評価に用いる試料

1) ブランク試料の選択

分析対象物質を含まない試料（以下「ブランク試料」という。）を用いる。ブランク試料の準備に困難が予想される場合には、添加濃度から得られる信号への影響が無視できるような、より低い濃度の試料（以下「トレース試料」という。）を用いることが望ましい。トレース試料中の分析対象物質等の信号の目安は、添加濃度の 1/10 未満とする。

2) 添加試料又は添加溶液の調製

(1) 材質試験の場合

ブランク試料又はトレース試料に分析対象物質を添加して添加試料を調製する。添加する分析対象物質は分析に用いる溶媒と混和可能な溶媒に溶解させ、分析対象物質を溶解させた溶液の添加量はできるだけ少量にとどめるなど、添加操作により目的とする分析への影響がないように配慮する。分析対象物質の添加後、必要に応じてよく混合し、30 分程度放置した後に分析操作を行う。なお、分析対象物質が揮発性の高い物質や分解しやすい物質である場合は、揮発や分解の抑制に努める。

(2) 溶出試験の場合

ブランク試料又はトレース試料を用いて告示の第3器具及び容器包装の部B一般の試験法の12溶出試験における試験溶液の調製法に従って調製した試験溶液（ブランク溶液又はトレース溶液）に分析対象物質を添加して添加溶液を調製する。添加する分析対象物質は食品擬似溶媒と混和可能な溶媒に溶解させ、分析対象物質を溶解させた溶液の添加量はできるだけ少量にとどめるなど、添加操作により目的とする分析への影響がないように配慮する。

注：溶出操作については材質の種類によって食品擬似溶媒の種類及び溶出試験条件がそれぞれ定義されている。そのため、定義される食品擬似溶媒の種類並びに溶出試験条件は性能評価の対象とせず、試験溶液調製後からの分析操作を対象に分析法の性能を評価する。

注：規格値が単位面積当たりの溶出量で設定されている分析対象物質を対象とする分析法の性能を評価する場合の食品擬似溶媒は、試料の表面積 1 cm^2 につき 2 mL の食品擬似溶媒を用いて調製する。

4. 定量分析法の性能評価の方法

別紙2に示すとおり既存の内部品質管理データ（精度管理データ）や添加試験データの結果が利用可能な場合はその結果から以下の性能パラメータを推定する。それ以外の場合は、ブランク試料（ブランク溶液）又はトレース試料（トレース溶液）及び添加試料（添加溶液）を計画的に分析し、得られた結果から以下の性能パラメータを推定する。推定した性能パラメータが、それぞれの目標値等を満たしているかを評価し、満たしている場合に性能評価されたものとする。

添加試料（添加溶液）調製のための各分析対象物質の添加濃度は、原則として、本手引きの対象となる分析対象物質の規格値とする。ただし、合算値として規格値が示されている場合の添加濃度は、原則として、分析対象物質の規格値と規格値の $1/5$ 濃度の 2 濃度を添加濃度とする。

1) 選択性

ブランク試料（ブランク溶液）又はトレース試料（トレース溶液）を分析法に従って試験し、分析対象物質以外に由来し、分析値の正の誤差要因になり得る信号がないことを確認する。そのような信号が認められる場合（合算値として規格値が示されている場合であって、規格値の $1/5$ 濃度を添加濃度とする場合を除く。）は、その強度が添加濃度の分析対象物質に由来する信号強度等の $1/10$ 未満であることを確認する。

注：ガスクロマトグラフィー、液体クロマトグラフィーなどでは、ブランク試料（ブランク溶液）においてクロマトグラム上の分析対象物質のピーク出現位置に他のピークがないことを確認する。原子吸光光度法、誘導結合プラズマ発光分光分析法などでは、ブランク試料（ブランク溶液）における吸光度や発光強度が分析に用いた溶媒に由来する信号強度と同程度であること、スペクトルが得られるものについては分析対象物質に由来する以外のスペクトルがないことを確認する。

2) 真度

添加試料（添加溶液）5 個以上を分析法に従い分析し、得られた分析値の平均値の添加濃度に対する比（%）を求め、これを真度とする。

注：金属類を対象とする分析法の場合、測定における物理的又は化学的干渉と呼ばれる効果が知られている。これらの干渉による分析値への影響は、試験溶液の希釈率、測定波長又は測定質量数の変更により確認可能である。分析値への決定的な影響を与えることも考えられるため、真度の目標値を踏まえ、事前に確認することが効率的である。

注：トレース試料（トレース溶液）から調製した添加試料（添加溶液）を分析して得られる分析値は、トレース試料（トレース溶液）中の濃度と添加濃度の和を期待値とする推定値である。従って、トレース試料（トレース溶液）を添加試料（添加溶液）と同様に操作し得られた分析値の平均値を個々の添加試料（添加溶液）の分析値から差し引いた値の平均値を求め、その値の添加濃度に対する比を真度とする。また、入手可能な場合には、濃度及びマトリクスが適切な認証標準試料を分析し、得られた分析値と認証値の比から真度を推定するのが最も適切である。

注：真度の補正を目的として、安定同位体標識標準品等の内部標準物質を使用した場合は、各分析におけるこれらの回収率が 40% 以上であることを確認する。なお、内部標準物質を用いる分析法にあっては、分析値は、内部標準物質に由来する信号強度等により分析対象物質に由来する信号強度等を補正した値を検量して得られる。内部標準物質には、分析における挙動（試料からの回収や、測定により得られる信号強度等）が、分析対象物質と一致する物質を用いること。

注：検量線の濃度範囲は、添加濃度の $1/5 \sim 2$ 倍に相当する濃度であることが望ましい。ただし、トレース試料（トレース溶液）を用いる場合においては、真度を推定するために必要となる濃度範囲の検量線を作成すること。

3) 精度

添加試料（添加溶液）を指定された条件下で繰り返し分析し、得られた分析値の相対標準偏差（RSD%）を求め、併行精度及び室内精度を推定する。室内精度を推定するためには、室内条件に含まれる最低 1 つの因子の効果が現れるよう実験を計画する。また、実験計画では、自由度 4 以上で分散の推定が可能な分析値を得るよう、分析の繰り返し回数を設定する。

既存のデータを用いた性能評価と性能評価の例

1. 内部品質管理データ（精度管理データ）の利用

食品の成分規格に掲げる有害物質等の試験を実施している機関では、「食品衛生検査施設等における検査等の業務の管理の実施について（平成 9 年 4 月 1 日付け衛食第 117 号）別添「精度管理の一般ガイドライン」」に従って、精度管理が実施されている。性能評価の対象とした試験法を用いて精度管理が実施されている場合、このデータを用いて当該分析法の性能評価が可能である。

精度管理の一般ガイドラインでは、定期的に陰性対照及び添加量が明らかな試験品（添加試料）を試験し、さらに定期的に添加量が明らかな試験品の 5 回以上の併行試験を行うこととされている。

これらデータを用いて、

- ① ブランク試料（ブランク溶液）又はトレース試料（トレース溶液）の結果から選択性が評価される。
- ② 1 つの添加試料が定期的に 5 回以上試験されている場合は、それらの試験結果の平均値から真度が、標準偏差から室内精度が求められる。なお、室内精度がその目標値を満足している場合、併行精度も目標値を満足していると考えられる。
- ③ 添加試料（添加溶液）が 2 併行で定期的に 5 回以上試験されている場合は、別紙 3 に示した枝分かれ実験データとして、真度、併行精度及び室内精度が求められる。
- ④ 添加試料（添加溶液）が 5 併行以上で定期的に 5 回以上試験されている場合は、それらの試験結果から真度、併行精度及び室内精度が求められる。

2. 試験と併行して実施した添加試験データの利用

性能評価の対象とする分析法を用いた試験を実施する際に、添加試料（添加溶液）の分析が同時に行われている場合、それらの結果から当該分析法の性能評価が可能である。

試験品の試験と同時に行われる添加試験では、ブランク試料（ブランク溶液）又はトレース試料（トレース溶液）と添加試料（添加溶液）1～3 個が試験されることが一般的である。

この場合、

- ① ブランク試料（ブランク溶液）又はトレース試料（トレース溶液）の結果から選択性が評価される。
- ② 1 回の試験において添加試料（添加溶液）が 2～3 個併行で試験されている場合には、5 回以上の試験結果を別紙 3 に示した枝分かれ実験データとして、真度、併行精度及び室内精度が求められる。
- ③ 1 回の試験において添加試料（添加溶液）1 個が試験されている場合は、5 回以上の試験結果の平均値から真度が、標準偏差から室内精度が求められる。なお、室内精度がその目標値を満足している場合、併行精度も目標値を満足していると考えられる。

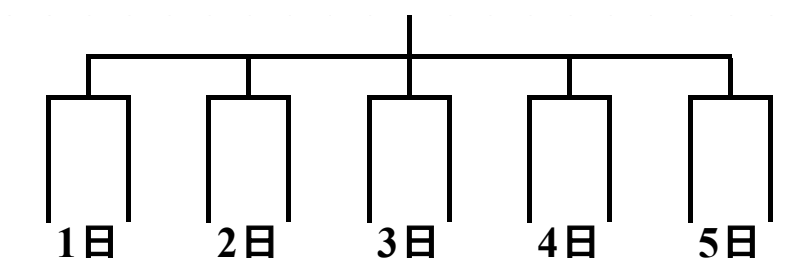
別紙 3

室内精度推定のための実験計画の例

(例 1) 日を因子とする実験計画

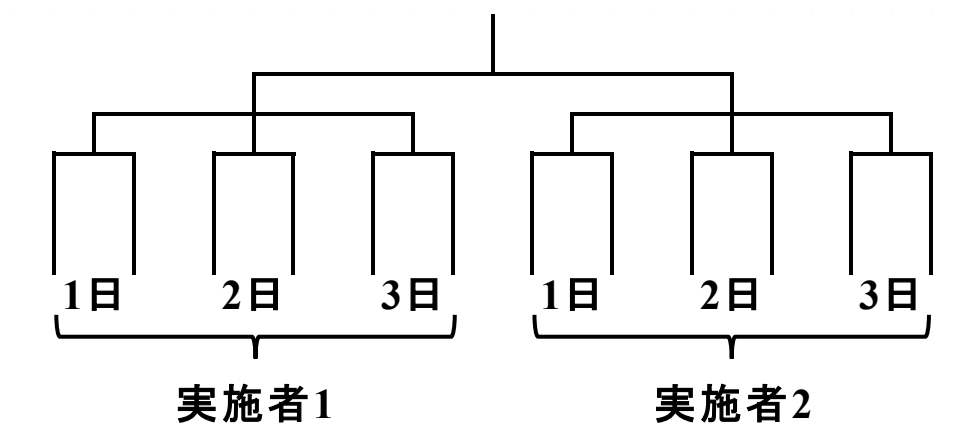
分析者 1 名が、同一の添加試料を 1 日 2 回、5 日間分析する例

内部精度管理を 2 併行で実施したデータ、検体分析の際の添加試験を 2 併行で実施したデータの使用も可能である。



(例 2) 日と人を因子とする実験計画^注

分析者 2 名が、それぞれ添加試料を 1 日 2 回、3 日間分析する枝分かれ実験計画



注：日と人を因子として区別せずまとめて解析する。