

平成 17 年 8 月 26 日

薬事・食品衛生審議会
食品衛生分科会
分科会長 吉倉 廣 殿

薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会
器具・容器包装部会長 長尾 拓

器具及び容器包装等に係る規格基準の改正の可否に関する薬事・
食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会報告について

平成 17 年 3 月 1 日付け厚生労働省発食安第 0301001 号をもって厚生労働大臣から諮問された器具及び容器包装に係る規格基準、おもちゃに係る規格基準及び洗浄剤に係る規格基準の改正の可否について、当部会において審議を行った結果を別添のとおり取りまとめたので、これを報告する。

器具・容器包装、おもちゃ及び洗浄剤の規格基準改正について

1. 器具・容器包装、おもちゃ及び洗浄剤の規格基準について

食品衛生法において器具とは、食品又は添加物の製造、加工、飲食等に用いられ、かつ、食品又は添加物に直接接触するものであり、容器包装とは、食品又は添加物を入れ、又は包んでいるものとされている。また、おもちゃとは、おしゃぶり、がらがら、つみき等で、乳幼児が接触することによりその健康を損なうおそれがあるものとして厚生労働大臣の指定するものであり、洗浄剤とは、野菜若しくは果実又は飲食器の洗浄のために用いられるものとされている。

「器具・容器包装」の規格基準については「食品、添加物等の規格基準（昭和34年12月28日厚生省告示第370号）」において、一般の規格、一般試験法、材質別規格、用途別規格、製造基準が定められている。また、同告示において、「おもちゃ」の規格基準については、規格及び製造基準が定められ、「洗浄剤」の規格基準については、成分規格及び使用基準が定められている。

2. 改正の趣旨

平成13年度から平成15年度にかけて行われた厚生労働科学研究「食品用器具・容器包装等の安全性確保に関する研究」において試験法の検討が行われた。そこで、これらの検討を踏まえ一般試験法等について、有害試薬を使わない試験や分析精度の向上などをはかり、現在の科学水準に合致するよう「器具・容器包装」、「おもちゃ」及び「洗浄剤」に係る規格基準を改めるものである。

3. 規格基準改正の概要

(1) 「器具・容器包装」について

① 水銀や四塩化炭素等の有害試薬を使用しない試験法への変更

- ・鉛、カドミウム等の金属の定量法について水銀を用いる「ポーラログラフ法」を削除する。
- ・ヒ素試験法について臭化第二水銀紙を使用しない方法に変更する。
- ・ポリ塩化ビニルの添加剤であるジブチルスズ化合物及びクレゾールリン酸エステルの試験において、抽出に用いる溶媒を四塩化炭素及びメタノールの混液から、ジブチルスズ化合物の試験ではアセトン及びヘキサンの混液に変更し、クレゾールリン酸エステルの試験では、アセトニトリルに変更する。

- ・ポリ塩化ビニリデンのモノマーである塩化ビニリデンの試験において、抽出に用いる溶媒を四塩化炭素及びテトラヒドロフランの混液から N,N-ジメチルアセトアミドに変更する。
- ・ポリエチレンテレフタレートの触媒であるゲルマニウムに関し、四塩化炭素を用いるゲルマニウムの試験法を削除し、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法を用いて溶出液を直接測定することとする。

② 再現性に優れた試験法を取り入れるなど、分析精度の向上のための変更

- ・器具・容器包装の一般試験法の「原子吸光光度法」に関し、現行のフレーム方式のほかに、鉛、カドミウム、アンチモン等の測定で電気加熱方式を追加する。これに伴い添加剤試験法のアンチモンの項を削除する。
- ・器具・容器包装の一般試験法の「モノマー試験法」において、分解能等の向上のためキャピラリーカラムを採用し、定性試験、定量試験の操作条件等を変更する。
- ・ホルムアルデヒドを製造原料とする合成樹脂のフェノールの試験において、臭素法から、4-アミノアンチピリン法に変更する。
- ・ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂のジブチルスズ化合物の試験において、ろ紙クロマトグラフィーによる確認法から、誘導体をガスクロマトグラフィー／質量分析により測定する方法に変更する。
- ・合成樹脂製器具・容器包装の一般規格における材質試験のカドミウム及び鉛に関する試験方法において、共存するバリウムやカルシウムによる妨害を低減するために、試験溶液の調製に塩酸処理を追加する。

③ 器具・容器包装の一般試験法に、「重金属試験法」、「ヒ素試験法」及び「誘導結合プラズマ発光強度測定法」を、また、モノマー試験法に「フェノール」の項を追加

- ・「重金属試験法」、「ヒ素試験法」は添加物の項に定める試験法を準用しているが、新たに器具・容器包装の試験として定めることとし、器具・容器包装に適した操作法を設定し、試薬の追加などを行う。
- ・金属の定量法として、数種類の金属を同時に測定できる「誘導結合プラズマ発光強度測定法」を追加する。
- ・ゴム製の器具・容器包装及び金属缶において、それぞれ定められている「フェノール」の試験法を、器具・容器包装の一般試験法のモノマー試験法の項にまとめる。

④ 蒸発残留物試験の器具及びホルムアルデヒドを製造原料とする合成樹脂

における浸出用液の変更

現行の蒸発残留物試験において浸出用液は、別段の規定があるものを除き、容器包装では油脂の場合は n-ヘプタン、酒類は 20%エタノール、酸性食品は 4%酢酸、その他の食品は水を用いるなど食品の特性に応じた浸出用液を用いることとされている。今般、4%酢酸のみを用いることとなっている器具及びホルムアルデヒドを製造原料とする合成樹脂についても、食品に応じた浸出用液を使用するように変更する。

⑤ 標準溶液に基づく限度値を記載するなど規格の明確化

・合成樹脂製の器具・容器包装に係る溶出試験等、適否の判断を標準溶液との比較により行うとしている規格について、規格内容が理解されやすいように標準溶液に基づく溶出物等の限度値を参考として記載することとする。

・ホルムアルデヒドを製造原料とする合成樹脂のうち、熱硬化性のフェノール樹脂、メラミン樹脂及びユリア樹脂と、ポリアセタールなどその他の樹脂の個別規格上での取扱いを明確にするため、ホルムアルデヒドを製造原料とする合成樹脂に関する規格を、①フェノール樹脂、メラミン樹脂又はユリア樹脂に関する規格と、②ホルムアルデヒドを製造原料とする合成樹脂（ただし、①に該当するものを除く。）に関する規格の二つに分割することとする。

⑥ 規定された試験法と同等以上の試験法を使用できることとする変更

現行の「器具・容器包装」に係る規格基準等では、規定された試験法以外の試験法は使用できないが、「添加物」に係る規格基準等と同様に、規定の方法以上の精度がある場合は、他の試験法を用いることができるように変更する。

⑦ その他

- ・日本工業規格（JIS）に合わせ試薬の名称、記載方法等の見直しを行う。
- ・記載事項の修正等

(2) 「おもちゃ」について

① 水銀を使用しない試験法への変更

- ・ヒ素に関する試験について、器具・容器包装一般の試験法を準用し、臭化第二水銀紙を使用しない試験法へ変更する。
- ・塩化ビニル樹脂塗料に関するカドミウムの定量法について水銀を用いる「ポ

ーラログラフ法」から「原子吸光光度法」又は「誘導結合プラズマ発光強度法」への変更を行う。

② おもちやに関する試験法のうち、「重金属試験法」、「過マンガン酸カリウム消費量試験法」及び「蒸発残留物試験法」について器具・容器包装一般の試験法を準用する。

③ 標準溶液に基づく限度値を記載するなど規格の明確化

おもちゃ又はその原材料の規格に関し、適否の判断を標準溶液との比較により行うとしている規格について、規格内容が理解されやすいように標準溶液に基づく溶出物等の限度値を参考として記載することとする。

④ 規定された試験法と同等以上の試験法を使用できることとする変更

現行の「おもちゃ」に係る規格基準等では、規定された試験法以外の試験法は使用できないが、「添加物」に係る規格基準等と同様に、規定の方法以上の精度がある場合は、他の試験法を用いることができるように変更する。

(3) 「洗剤」について

ヒ素に関する試験について、器具・容器包装一般の試験法を準用し、臭化第二水銀紙を使用しない試験法に変更する。また、試料の調製方法を変更する。

4. 規格基準改正案

別記の通りとすることが適当である。

(参考)

これまでの経緯

平成17年 1月31日 厚生労働大臣から食品安全委員会委員長あてに食品添加物指定に係る食品健康影響評価について依頼
平成17年 2月3日 第80回食品安全委員会（依頼事項説明及び結果通知）
平成17年 3月1日 薬事・食品衛生審議会へ諮問
平成17年 3月16日 薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会
平成17年 4月25日 厚生労働省において国民からの意見聴取
～平成17年 5月25日
平成17年 5月3日 WTO-TBT 委員会に改正内容を通報
～平成17年 7月8日

●薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会器具・容器包装部会
[委員]

氏名	所属
井口 泰泉	大学共同利用機関法人自然科学研究機構岡崎統合バイオサイエンスセンター教授
井上 達	国立医薬品食品衛生研究所安全性生物試験研究センター長
河村 葉子	国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部第三室長
神田 敏子	全国消費者団体連絡会事務局長
菅野 純	国立医薬品食品衛生研究所安全性生物試験研究センター毒性部長
品川 邦汎	岩手大学農学部教授
棚元 憲一	国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部長
土屋 利江	国立医薬品食品衛生研究所療品部長
○長尾 拓	国立医薬品食品衛生研究所長
中澤 裕之	星薬科大学薬品分析化学教室教授
西島 基弘	実践女子大学生生活科学部教授
堀江 正一	埼玉県衛生研究所 水・食品担当部長

○：部会長

規格基準改正案

(下線部は改正部分)

第3 器具及び容器包装

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 (略)

B 器具又は容器包装一般の試験法

次に示すもの以外は、第2 添加物の部 B 一般試験法の項に示すものを用いる。規定の方法に代わる方法で、それが規定の方法以上の精度のある場合は、その方法を用いることができる。ただし、その結果について疑いのある場合は、規定の方法で最終の判定を行う。

1 過マンガン酸カリウム消費量試験法

過マンガン酸カリウム消費量試験法は、所定の方法によつて試料から水に移行する物質中に存在している過マンガン酸カリウムによつて酸化される物質の量を測定する試験法である。

操作法

三角フラスコに水 100ml, 硫酸(1 → 3) 5ml 及び 0.002mol / l 過マンガン酸カリウム溶液 5ml を入れ、5 分間煮沸した後、液を捨て水で洗う。この三角フラスコに試験溶液 100ml を採り、硫酸(1 → 3) 5ml を加え、更に 0.002mol / l 過マンガン酸カリウム溶液 10ml を加え、加熱して 5 分間煮沸する。次いで、加熱をやめ、直ちに 0.005mol / l シュウ酸ナトリウム溶液 10ml を加えて脱色した後、0.002mol / l 過マンガン酸カリウム溶液で微紅色が消えずに残るまで滴定する。

別に同様な方法で空試験を行い、次式により過マンガン酸カリウム消費量を求める。

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

ただし、a : 本試験の 0.002mol / l 過マンガン酸カリウム溶液の滴定量 (ml)

b : 空試験の 0.002mol / l 過マンガン酸カリウム溶液の滴定量 (ml)

f : 0.002mol / l 過マンガン酸カリウム溶液のファクター

2 強度等試験法 (略)

3 原子吸光光度法

原子吸光光度法は、光が原子蒸気層を通過するとき基底状態の原子が特有波長の光を吸収する現象を利用し、試験溶液中の被検元素量の濃度を測定する方法である。

装置

通例、光源部、試料原子化部、分光部、測光部及び表示記録部からなる。光源部には中空陰極ランプを用いる。試料原子化部はフレイム方式 (直接噴霧法) ではバーナー及びガス流量調節器、電気加熱方式では電気加熱炉及び電源部からなる。分光部には回折格子又は干渉フィルターを用いる。測光部は検出器及び信号処理系からなる。表示記録部にはディスプレイ、記録装置等がある。

標準溶液

別段の規定があるもののほか、被検元素に対応する標準溶液を用いる。

操作法

別に規定するもののほか、次のいずれかを用いる。

(1) フレーム方式 (直接噴霧法) 光源ランプ(被検元素に対応した中空陰極ランプを用いる。)を点灯させ、分光器を被検元素に対応する分析波長に合わせる。適当な電流値とスリット幅に設定し、ガス(アセチレンガス又は水素を用いる。)に点火した後、ガス及び圧縮空気の流量を調節し、溶媒をフレーム中に噴霧してゼロ合わせを行う。次に試験溶液又は被検元素の標準溶液をフレーム中に噴霧し、その吸光度を測定する。

(2) 電気加熱方式 光源ランプ(被検元素に対応した中空陰極ランプを用いる。)を点灯させ、分光器を被検元素に対応する分析波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に試験溶液又は被検元素の標準溶液の一定量を電気加熱炉に注入し、適当な流量のフローガスを流し、適当な温度、時間、加熱モードで乾燥させ、灰化させた後、原子化させ、その吸光度を測定する。

吸光度の測定において、亜鉛は 213.9nm、アンチモンは 217.6nm、カドミウムは 228.8nm、ゲルマニウムは 265.2nm、鉛は 283.3nm、バリウムは 553.6nm の波長を用いる。

試験溶液の吸光度は、被検元素の標準溶液を用いて試験溶液の場合と同様に操作して得られた吸光度より大きくてはならない。

4 重金属試験法

重金属試験法は、試料から溶出してくる重金属の許容される限量を試験する方法である。この試験における重金属とは、酸性において硫化ナトリウム試液によって暗色を呈する金属性物質をいい、その量は、鉛(Pb)の量として表す。

操作法

試験溶液 20ml をネスラー管 (第 2 添加物 A 通則にいうネスラー管を用いる。)に採り水を加えて 50ml とする。別に鉛標準溶液 (重金属試験用) 2ml をネスラー管に採り、浸出用液 20ml 及び水を加えて 50ml とし、比較標準液とする。両液に硫化ナトリウム試液 2 滴ずつを加えてよく混和し、5 分間放置した後、両管を白色を背景として上方及び側方から観察するとき、試験溶液の呈する色は比較標準液の呈する色より濃くてはならない。ただし、浸出用液が水の場合には、試験溶液及び鉛標準溶液にそれぞれ 4 %酢酸 5ml を加えた後、水を加えて 50ml としたものを用いる。

5 蒸発残留物試験法

蒸発残留物試験法は、所定の方法によって試料より浸出用液に移行する物質の量を測定する試験である。

操作法

別段の規定があるもののほか、次の表の第 1 欄に掲げる食品と接触して使用する器具又

は容器包装はそれぞれ第2欄に掲げる溶媒を浸出用液として用いて作った試験溶液について、次の試験を行う。

表（別紙1参照）

試験溶液200～300ml（ヘプタンを浸出用液とした場合は、試験溶液200～300mlをナス型フラスコに移し、減圧濃縮して数mlとしたその濃縮液及びそのフラスコをヘプタン約5mlずつで2回洗った洗液）を、あらかじめ105°で乾燥した重量既知の白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に採り、水浴上で蒸発乾固する。次いで、105°で2時間乾燥した後、デシケーター中で放冷する。冷後、秤^{ひかり}量して蒸発皿の前後の重量差a(mg)を求め、次式により蒸発残留物の量を求める。

蒸発残留物 ($\mu\text{g/ml}$) = $((a-b) \times 1,000) / \text{試験溶液の採取量 (ml)}$
ただし、b：試験溶液と同量の浸出用液について得た空試験値(mg)

6 添加剤試験法

アミン類（トリエチルアミン及びトリブチルアミンに限る。以下同じ。）

(1) 検量線の作製

トリエチルアミン及びトリブチルアミンそれぞれ約10mgを精密に量り、100mlのメスフラスコに採り、ジクロロメタンを加えて100mlとする。この溶液1,2,3,4及び5mlを採り、それぞれ20mlのメスフラスコに入れ、ジクロロメタンを加えて20mlとし、これを標準溶液とする(0.2,0.4,0.6,0.8及び1.0 $\mu\text{g/ml}$)。標準溶液をそれぞれ1 μl ずつ用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、得られたガスクロマトグラムからト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、それぞれの検量線を作製する。

操作条件

カラム 内径 0.32mm、長さ 30m のケイ酸ガラスの細管に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを5 μm の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 150°で5分間保持し、その後毎分20°で昇温し、250°に到達後5分間保持する。

試料溶液注入口温度 200°

検出器 アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・リン検出器を用いる。250°付近で操作する。空気量及び水素量は検出感度が最高となるように調節する。

注入方式 スプリット (15:1)

キャリアーガス ヘリウムを用いる。トリエチルアミンが3～4分で流出する流速に調節する。

(2) 試験

試験溶液1 μl を用いて(1)検量線の作製の場合と同様の操作条件によりガスクロマトグラフィーを行い、得られたガスクロマトグラムから各ピーク高さまたはピーク面積を求める。それぞれの検量線を用いて試験溶液中のトリエチルアミン及びトリブチルアミンの

濃度を求め、次式によりそれぞれの材質中の含量を求める。

$$\text{材質中の含量}(\mu\text{ g/g}) = \text{試験溶液濃度}(\mu\text{ g/ml}) \times 2(\text{ml}) / \text{試料の重量}(\text{g})$$

アンチモン (削除)

クレゾールリン酸エステル

(1) 定性試験

試験溶液及びクレゾールリン酸エステル標準溶液をそれぞれ 20 μ l ずつ用いて、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、試験溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間とクレゾールリン酸エステル標準溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム充てん剤 フェニル化シリカゲルを用いる。

カラム管 内径 4.6mm、長さ 250mm のステンレス管を用いる。

カラム温度 50°

検出器 紫外吸光検出器を用い、波長 264nm で操作する。

移動相 アセトニトリル及び水の混液(2:1)を用いる。クレゾールリン酸エステルが約 9 分で流出する流速に調整する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間がクレゾールリン酸エステル標準溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間と一致するときは次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のクレゾールリン酸エステルのピーク面積を測定するとき、その面積は、クレゾールリン酸エステル標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

ゲルマニウム (削除)

ジブチルスズ化合物

(1) 定性試験

試験溶液及びジブチルスズ標準溶液をそれぞれ 2ml ずつ採り、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5ml 及びテトラエチルホウ酸ナトリウム試液 1ml を加えて直ちに密栓し、20 分間激しく振り混ぜる。これを室温で約 1 時間静置した後、ヘキサン層を分取する。これらを 1 μ l ずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィー・質量分析を行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とジブチルスズ標準溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径 0.25mm、長さ 30m のケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用 0 ~ 5 %ジフェニルポリシロキサン含有ジメチルポリシロキサンを 0.25 μ m の

厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 45° で4分間保持した後、毎分15° で昇温し、300° に到達後10分間保持する。

試験溶液注入口温度 250°

検出器 質量分析計を用い、質量数263で検出する。

キャリアーガス ヘリウムを用いる。ジブチルスズ誘導体が約13分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とジブチルスズ標準溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のジブチルスズのピーク面積を測定するとき、その面積は、ジブチルスズ標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

6 ポーラログラフ法 (削除)

7 ヒ素試験法 (追加)

ヒ素試験法は、試料中に混在するヒ素の許容される限度量を試験する方法である。その量は、三酸化二ヒ素の量として表す。

装置

概略は図による。(別紙2参照)

A：発生瓶 (肩までの容量約70ml)

B：排気管

C：ガラス管 (内径5.6mm, 吸気管に入れる部分は先端を内径1mmに引き伸ばす。)

D：吸気管 (内径10mm)

E：小孔

F：ガラス繊維 (約0.2g)

G：5mlの標線

H及びJ：ゴム栓

L：40mlの標線

排気管Bに約30mmの高さにガラス繊維Fを詰め、酢酸鉛試液及び水の等容量混液で均等に潤した後、下端から弱く吸引して、過量の液を除く。これをゴム栓Hの中心に垂直に差し込み、Bの下部の小孔Eは下にわずかに突きでるようにして発生瓶Aに付ける。Bの上端にはガラス管Cを垂直に固定したゴム栓Jを付ける。Cの排気管側の下端はゴム栓Jの下端と同一平面とする。

操作法

試験溶液を発生瓶に入れ、プロモフェノールブルー試液1滴を加え、アンモニア水又は

アンモニア試液で中和する。ただし、浸出用液が水の場合には中和の操作は省略できる。
この溶液に塩酸（1 → 2）5ml 及びヨウ化カリウム試液 5ml を加え、2 ～ 3 分間放置した
後、塩化スズ（Ⅱ）試液 5ml を加えて室温で 10 分間放置する。次に水を加えて 40ml と
し、亜鉛（ヒ素試験用）2g を加え、直ちに B 及び C を連結したゴム栓 H を発生瓶に付け
る。C の細管部の端はあらかじめヒ化水素吸収液 5ml を入れた吸接管 D の底に達するよ
うに入れておく。次に発生瓶は 25° の水中に肩まで浸し、1 時間放
置する。吸接管をはずし、必要があればピリジンを加えて 5ml とし、吸収液の色を観察
するとき、この色は、次の標準色よりも濃くない。

標準色の調製は、試験溶液の試験と同時に行う。試験溶液と同量の浸出用液とヒ素標準
溶液 2.0ml を発生瓶に入れ、以下試験溶液と同様に操作して得た吸収液の呈色を標準色と
する。

8 モノマー試験法

エピクロルヒドリン

(1) 定性試験

試験溶液及びエピクロルヒドリン標準溶液をそれぞれ 5 μl ずつ用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間とエピクロルヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径 0.53mm、長さ 30m のケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー
用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。

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。

試験溶液注入口温度 220°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。220° 付近で操作する。水素及び空気量
は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアガス 窒素又はヘリウムを用いる。エピクロルヒドリンが約 7 分で流出す
る流量に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間とエピクロルヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のエピクロルヒドリンのピーク面積を測定するとき、その面積は、エピクロルヒドリン標準溶液のピーク面積よりも大きくてはならない。

塩化ビニリデン

(1) 定性試験

塩化ビニリデン標準溶液 50 μl を、あらかじめ N,N-ジメチルアセトアミド 2.5ml を入

れたセプタムキャップ付きガラス瓶に加え直ちに密封する。次いで、試験溶液と標準溶液をそれぞれ密封したガラス瓶を 90 ° に保ちながら時々振り混ぜて1時間加熱する。その後、それぞれの気相 0.5ml を用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムと塩化ビニリデン標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニリデンのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径 0.25mm, 長さ 25m のケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用スチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂を 3 μ m の厚さでコーティングしたものをを用いる。

カラム温度 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。

試験溶液注入口温度 200 °

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。250 ° 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。

キャリアガス 窒素又はヘリウムを用いる。塩化ビニリデンが約 9 分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニリデン標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニリデンのピークの検出時間が一致するとき、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中の塩化ビニリデンのピーク面積を測定するとき、その面積は、塩化ビニリデン標準溶液のピーク面積よりも大きくてはならない。

塩化ビニル

(1) 定性試験

塩化ビニル標準溶液 50 μ l を採り、あらかじめ N,N-ジメチルアセトアミド 2.5ml を入れたセプタムキャップ付きガラス瓶に加え直ちに密封する。次いで、試験溶液と標準溶液をそれぞれ密封したガラス瓶を 90 ° に保ちながら時々振り混ぜて1時間加熱する。その後、それぞれの気相 0.5ml を用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニル標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニルのピークの検出時間を比較する。ただし、金属缶の試験においては、試験溶液 10ml をセプタムキャップ付きのガラス瓶に採り、直ちに密封する。塩化ビニル標準溶液 50 μ l をあらかじめエタノール 10ml を入れたセプタムキャップ付きのガラス瓶に加えて直ちに密封する。試験溶液と標準溶液をそれぞれ密封したガラス瓶を 50 ° に保ちながら時々振り混ぜて 30 分間加温したものをを用いて同様の操作を行う。

操作条件

カラム 内径 0.25mm, 長さ 25m のケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用スチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂を 3 μ m の厚さでコーティングした

ものを用いる。

カラム温度 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。

試験溶液注入口温度 200°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。250° 付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高 となるように調節する。

キャリアーガス 窒素又はヘリウムを用いる。塩化ビニルが約5分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニル標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニルのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中の塩化ビニルのピーク面積を測定するとき、その面積は、塩化ビニル標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

カプロラクタム

(1) 定性試験

試験溶液及びカプロラクタム標準溶液をそれぞれ 1 μ l ずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とカプロラクタム標準溶液のガスクロマトグラムのカプロラクタムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径 0.32mm, 長さ 30m のケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用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を用いる。

カラム温度 240°

試験溶液注入口温度 240°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。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 窒素又はヘリウムを用いる。カプロラクタムが約5分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とカプロラクタム標準溶液のガスクロマトグラムのカプロラクタムのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のカプロラクタムのピーク面積を測定するとき、その面積は、カプロラクタム標準溶液のピーク面積よりも大きくてはならない。