

全てのナノ銀抗菌製品から銀及び亜鉛が検出され、材質含有量はそれぞれ 21~200 µg/g 及び 8.4~140 µg/g であった。60°C30 分間、95°C30 分間、5°C10 日間及び 40°C10 日間の溶出試験を行った結果、4%酢酸への銀の溶出量は ND~15 ng/ml (溶出率: 0.01%未満~2.7%) であった。亜鉛の溶出量は ND~46 ng/ml (溶出率: 0.05%未満~24%) であり、亜鉛が銀に比べて溶出しやすいことが示された。銀、亜鉛ともに溶出量は 40°C 10 日間の条件が最も高かった。

ナノ銀抗菌製品とナノ銀抗菌剤使用表示のない銀抗菌製品の銀及び亜鉛の材質含有量ならびに 4%酢酸への溶出量及び溶出率を比較したところ、両者に大きな差は見られなかった。ナノ銀粒子は粒子径が小さいほど毒性が強いことが報告されているが、4%酢酸に溶出した銀はイオン化しており、ナノサイズ粒子としては存在しないと考えられることから、食品衛生上、特に懸念はないと考えられた。

9) 缶詰食品中のビスフェノールA含有量調査

我が国で流通する国産及び輸入缶詰食品中のビスフェノールA含有量の調査を行った。

国産缶詰中のビスフェノールA含有量は最大値 30 ng/g、平均値 3.4 ng/g であり、輸入缶詰の最大値 390 ng/g、平均値 57 ng/g と比較して 1/10 以下と大幅に低かった。また、1990年代後半の日本や最近までの海外の調査と比較しても大幅に低いことが明らかとなった。これは日本で開発された「ビスフェノールA低減缶」の普及によるものであり、ビスフェノールA低減効果が示されたものと推測される。

缶詰由来のビスフェノールA摂取量を推定したところ、コーヒー、紅茶、茶などの飲料缶のビスフェノールA含有量が激減したことが大きく寄与し、全体の推定摂取量は 644

ng/g と 1990年代後半と比較して 1/4 に減少していた。しかし、輸入の野菜や調理品などではビスフェノールA含有量はそれほど減少しておらず、推定一日摂取量を押し上げた。ビスフェノールA推定一日摂取量は、今回の調査結果も 1990年代の調査結果も EFSA の TDI 50 µg/kg bw/日と比較して 1/4000 及び 1/900 と十分に低い値であった。

今回の国産缶詰中のビスフェノールA含有量の調査結果は、缶詰食品中のビスフェノールA含有量が金属缶コーティングの改良により低減可能であることを示唆している。

D. 結論

平成 22~24 年度の本研究において、合成樹脂製器具・容器包装及びゴム製器具・容器包装の規格基準について様々な方向から検討を行った。ゴムの定義と合成樹脂との区分、蒸発残留物試験の使用温度区分、油脂及び脂肪性食品の試験条件等の大幅な改正案や植物油総溶出量試験法の作成、シリコーンゴム中のカドミウム及び鉛試験法の確立、過マンガン酸カリウム消費量試験、ポリカーボネート個別規格、ポリ塩化ビニリデンのバリウム規格等の見直し等を行った。それらの検討をもとに合成樹脂及びゴム製器具・容器包装の規格基準の改正原案を作成した。なお、シリコーンゴム製品中のカドミウムおよび鉛試験法として本研究で開発したアルカリ熔融法は、平成 24 年 12 月の告示改正によりゴム製器具・容器包装の規格基準に収載された。

また、乳幼児用玩具の安全性向上のため、2009 年に改定された欧州玩具指令において規制が強化された有害物質について我が国の玩具を調査した。17 種類の有害元素ではアルミニウム、ホウ素、亜鉛の溶出量の高いものが散見された。一方、発がん性等でカテゴリー 1A、1B または 2 に分類される塩化ビニルモノマー、ベンゼン、1,3-ブタジエン、アク

リロニトリル、芳香族第一級アミン類等では、大部分の化合物は検出されず、残存がみられた物質も残存量はEUの限度値を大幅に下回っており、水への溶出量も微量であり、安全性に懸念は認められなかった。

器具・容器包装及び玩具に残存する化学物質に関しては、ポリメタクリル酸メチル製品中の揮発性化合物の溶出量、ラミネートフィルム中のイソシアネート及びアミン類の残存量、金属製焼き網皮膜中の6価クロム及び金属類、シリコーンゴム製調理器具から食品への環状ポリジメチルシロキサンの移行、ポリカーボネート製品中のトリエチルアミン及びトリブチルアミン分析法の改良、誘導結合プラズマ質量分析計(ICP-MS)を用いた合成樹脂に含まれる有害金属の分析法、ナノ銀抗菌剤の実態調査、国産缶詰食品中のビスフェノールA含有量の調査を行った。いずれの結果も安全性への懸念は認められなかった。

以上の研究成果は、我が国の器具・容器包装及び玩具の食品衛生行政の発展に大きく貢献するとともに、安全性向上に大きく寄与するものと考えられる。

E. 健康危害情報

なし

H. 研究発表

1. 論文発表

- 1) Ohno, H. and Kawamura, Y.: Residual analysis of acrylonitrile, 1,3-butadiene and related compounds in acrylonitrile butadiene styrene copolymers for kitchen utensils and children's toys by headspace gas chromatography/mass spectrometry, *J.AOAC International*, **93**, 1965-1971 (2010)
- 2) 尾崎麻子, 大嶋智子, 大垣寿美子, 河村葉子: ポリ乳酸製器具・容器包装の規格試験及びその他溶出物質の検討, *食品衛*

生学雑誌, **51**, 220-227 (2010)

- 3) 六鹿元雄, 山口未来, 大野浩之, 河村葉子: ナイロン製品からのモノマー及び芳香族第一級アミン類の溶出, *食品衛生学雑誌*, **51**, 228-236 (2010)
- 4) 大野浩之, 鈴木昌子, 河村葉子: 4種擬似溶媒による合成樹脂製食品用器具の蒸発残留物量の検討, *食品衛生学雑誌*, **52**, 66-70 (2011)
- 5) 六鹿元雄, 建部千絵, 平原嘉親, 河村葉子: 洗浄剤中のメタノール試験法, *食品衛生学雑誌*, **53**, 28-32 (2012)
- 6) 金子令子, 羽石奈穂子, 河村葉子: 塩素系ゴムの2-メルカプトイミダゾリン分析法の改良, *食品衛生学雑誌*, **53**, 52-56 (2012)
- 7) 六鹿元雄, 山口未来, 平原嘉親, 河村葉子: 洗浄剤中のヒ素試験法および鉛試験法, *日本食品化学学会誌*, **19**, 88-93 (2012)
- 8) Ohno, H., Mutsuga, M., Kawamura, Y.: Identification and quantitation of volatile organic compounds in poly(methyl methacrylate) kitchen utensils by headspace gas chromatography/mass spectrometry, *J. AOAC Int.*, **96**, in press (2013)
- 9) Abe, Y., Yamaguchi, M., Mutsuga, M., Akiyama, H., Kawamura, Y.: Volatile Substances in Polymer Toys made from Butadiene and Styrene, *American Journal of Analytical Chemistry*, in press (2013)
- 10) 岸 映里, 尾崎麻子, 大嶋智子, 清水 充, 河村葉子: 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**, 印刷中 (2013)
- 11) Mutsuga, M., Yamaguchi, M., Kawamura, Y.: Analysis of *N*-nitrosamine migration from rubber teats and soothers, *American Journal of Analytical Chemistry*, in press

(2013)

2. 学会発表

- 1) 六鹿元雄, 山口未来, 平原 嘉親, 河村葉子: ポリウレタン製品中のアミン類の分析, 日本食品化学学会第16回学術大会(2010.6)
- 2) 大野浩之, 鈴木昌子, 河村葉子: 4種擬似溶媒による食品用器具の蒸発残留物量の検討, 日本食品化学学会第16回学術大会(2010.6)
- 3) 阿部 裕, 山口未来, 六鹿元雄, 平原嘉親, 河村葉子: DART-TOF/MSを用いた玩具中の可塑剤調査, 第47回全国衛生化学技術協議会年会(2010.11)
- 4) 六鹿元雄, 山口未来, 平原嘉親, 河村葉子: ゴム製器具・容器包装の蒸発残留物試験, 第47回全国衛生化学技術協議会年会(2010.11)
- 5) 金子令子, 羽石奈穂子, 小林真理, 中里光男, 河村葉子: 塩素系ゴム材質中の2-メルカプトイミダゾリン分析法の検討, 第47回全国衛生化学技術協議会年会(2010.11)
- 6) 六鹿元雄: 食品用器具・容器包装及び玩具に残存する化学物質の分析法の開発, 170回ゴム技術シンポジウム(2011.2)
- 7) 六鹿元雄, 河村葉子: シリコーンゴム製品のカドミウム及び鉛試験法, 日本食品化学学会第17回学術大会(2011.5)
- 8) 山田恵理奈, 服部靖子, 井之上浩一, 大野浩之, 阿部 裕, 日野知証, 岡 尚男, 河村葉子: ポリ塩化ビニル製ラップフィルム中の残存物質に関する検討, 日本食品化学学会第17回学術大会(2011.5)
- 9) 六鹿元雄, 河村葉子: シリコーンゴム製品のカドミウムおよび鉛試験法, 日本食品化学学会第17回学術大会(2011.5)
- 10) 六鹿元雄, 山口未来, 阿部 裕, 河村葉子: ラミネートフィルム中のイソシアネート類及びアミン類の分析, 日本食品衛生学会第102回学術講演会(2011.9)
- 11) 大野浩之, 六鹿元雄, 河村葉子: ポリメタクリル酸メチル製食品用器具中の揮発性化合物の溶出量調査, 日本食品衛生学会第102回学術講演会(2011.9)
- 12) 河村葉子, 山口未来, 六鹿元雄: 合成樹脂製器具・容器包装の蒸発残留物規格における溶出試験条件, 第48回全国衛生化学技術協議会年会(2011.11)
- 13) 阿部 裕, 山口未来, 六鹿元雄, 穂山 浩, 河村葉子: オープン・電子レンジ用シリコーンゴム製調理器具中の残存物質, 第48回全国衛生化学技術協議会年会(2011.11)
- 14) 六鹿元雄, 河村葉子, 有菌幸司, 太田敬司, 大野浩之, 尾崎麻子, 金子令子, 羽石奈穂子, 松井秀俊, 三宅大輔: 生活用品試験法 器具・容器包装および玩具試験法 シリコーンゴム製品中のカドミウムおよび鉛の定量, 日本薬学会第132年会(2012.3)
- 15) Kawamura, Y.: Migration testing of food contact materials in Japan, 5th Shelf Life International Meeting & Workshop on Food Packaging Safety(2012.5)
- 16) 大野浩之, 鈴木昌子, 六鹿元雄, 河村葉子: イオンクロマトグラフ-ポストカラム法による金属製焼き網皮膜中の6価クロム試験法の検討, 日本食品衛生学会第104回学術講演会(2012.9)
- 17) 河村葉子, 江藤政弘, 平川佳則, 阿部裕, 六鹿元雄: 国産缶詰中のビスフェノールA含有量と摂取量推定, 日本食品衛生学会第104回学術講演会(2012.9)
- 18) 岸映里, 尾崎麻子, 大嶋智子, 清水充, 河村葉子: ICP-MSを用いた合成樹脂製器具・容器包装中の有害金属の迅速分析法, 日本食品衛生学会第104回学術講演会

(2012. 9)

- 19) 羽石奈穂子, 金子令子, 植松洋子, 河村葉子, ポリカーボネート製品中のトリエチルアミンおよびトリブチルアミン分析法の改良, 日本食品衛生学会第104回学術講演会 (2012. 9)
- 20) Mutsuga, M., Yamaguchi, M., Abe, Y., Kawamura, Y. : Analysis of isocyanates and amines in laminate pouches, 5th International Symposium on Food Packaging (2012. 11)
- 21) Kawamura, Y., Etoh, M., Hirakawa, Y., Abe, Y., Mutsuga, M. : Survey of bisphenol A in domestic canned foods in Japan, 5th International Symposium on Food Packaging

(2012. 11)

- 22) 阿部 裕, 山口未来, 六鹿元雄, 穉山 浩, 河村葉子 : スチレン系樹脂製玩具中の揮発性物質調査, 第49回全国衛生化学協議会年会 (2012.11)
 - 23) Kawamura, Y.: Bisphenol A in Canned Foods, 6th Asian Conference on Food and Nutrition Safety (2012. 11)
 - 24) Kawamura, Y.: Bisphenol A in Japanese canned foods, 245th American Chemical Society (ACS) National Meeting (2013.4)
- I. 知的財産権の出願・登録状況
なし

<別添> 合成樹脂及びゴム製器具及び容器包装に関わる規格基準の改正原案

食品，添加物等の規格基準（昭和 34 年厚生省告示第 370 号）

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

~~1 過マンガン酸カリウム試験法（削除）~~

1 強度試験法（略）

2 原子吸光光度法
（略）

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 の波長を用いる。（後略）

3 重金属試験法（略）

4 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 欄に掲げる食品に接触して使用する合成樹脂製の器具又は容器包装は第 2 欄，ゴム製の器具又は容器包装は第 3 欄に掲げる溶媒をそれぞれ溶出溶媒として用いて作った試験溶液について，次の試験を行う。ただし，油脂及び脂肪性食品にあつては，別段の規定に関わらず溶出溶媒として植物油を使用することができる。なお，オリーブ油等の植物油を溶出溶媒とする場合は，植物油総溶出量試験法により植物油総溶出量を求め，蒸発残留物量とみなす。

第 1 欄		第 2 欄	第 3 欄
油脂及び脂肪性食品		植物油，イソオクタン，95%エタノール	植物油，95%エタノール，エタノール・イソオクタン（1：1）混液
酒類	アルコール分 20%を超えるもの	実濃度のエタノール	実濃度のエタノール
	アルコール分 20%以下のもの	20%エタノール	20%エタノール
油脂及び脂肪性食品並びに酒類以外の食品	pH 4.6 を超えるもの	水	水
	pH 4.6 以下のもの	4%酢酸	4%酢酸

試験溶液 200～300 ml（揮発性溶媒を溶出溶媒とした場合は、試験溶液 200～300 ml をナス型フラスコに移し、減圧濃縮して数 ml とした濃縮液及びそのフラスコを当該溶媒約 5 ml 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又はビーカーに採り、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、秤量して蒸発皿の前後の重量差 a (mg) を求める。別に試験溶液と同量の溶出溶媒を用いて操作を行って空試験値 b (mg) を求め、次式により蒸発残留物の量を求める。

$$\text{蒸発残留物} (\mu\text{g}/\text{cm}^2) = \frac{(a-b) \times \text{試験溶液の総量} (\text{ml}) \times 1,000}{\text{試料の表面積} (\text{cm}^2) \times \text{試験溶液の採取量} (\text{ml})}$$

ただし、ふた密封材及びゴム製ほ乳器具の場合には、次式により蒸発残留物の量を求める。

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

なお、油脂には使用せず、脂肪性食品に接触して使用する器具又は容器包装にあっては、得られた油脂及び脂肪性食品の蒸発残留物の量を 2 で除したものを脂肪性食品の蒸発残留物の量とする。また、特定の脂肪性食品への溶出量が植物油への溶出量の 1/3 または 1/4 以下であることが合理的に示される場合にあっては、得られた油脂及び脂肪性食品の蒸発残留物の量を 3 又は 4 で除したものを、その食品に対する蒸発残留物の量とする。

5 植物油総溶出量試験法（新規）

植物油総溶出量試験法は、所定の方法によって試料より植物油に移行する物質の量を、植物油と接触前後の試料の重量差を試料中の植物油量で補正して求める試験法である。

(1) 試験溶液の調製

試料は原則として約 100 cm² とし、その表面積 (S cm²) 及び重量を測定する。その後、43 w/v% 硫酸により相対湿度 50%、温度が 20±5℃の範囲で温度差が ±1℃以内に保持されたデシケーターに一晩以上静置し、再度重量を測定する。連続した 2 回の重量差が 1 mg 未満になるまで操作を繰り返し、最後の測定値を溶出前重量 (a mg) とする。ただし、およそ 5 日間経過しても重量差が 1 mg を超える場合には、以下のいずれかの条件で試料を調整してもよい。

i) 60±5℃の真空乾燥器に入れて 1.3 kPa 以下まで減圧し一晩以上静置後、シリカゲルを含有するデシケーター中で 60±10 分間放冷する。

ii) あらかじめ 27 w/v% 亜硫酸により相対湿度 80% で、温度が 20±5℃の範囲で温度差が ±1℃以内に保持されたデシケーターに一晩以上静置する。

次に、溶出試験における試験溶液の調製法に従い、試料は表面積 1cm² あたり 2 ml の植物油と所定の溶出条件で接触させる。試験時間終了後試料を取り出し、ろ紙にはさんで緩やかに押さえ表面の植物油をとり除く。ろ紙に植物油の付着が見られなくなるまでこの操作を繰

り返す。重量を測定した後、初期重量測定時と同じ条件で試料を調整し、連続した2回の重量差が1 mg未満になるまで試料の調整と測定を繰り返し、最後の測定値を溶出後重量 (b mg) とする。

フラスコに切断した試料を入れ、トリヘプタデカノイン試液 10 ml 及びヘキサン 200 ml を加える。試料が極性のある合成樹脂の場合にはヘキサンの代わりにヘキサンとエタノールの混液(95:5)を使用する。フラスコに冷却管を取り付け、穏やかに還流する状態で7時間加熱する。冷後、抽出液をロータリーエバポレーターで約10 mlに濃縮する。小型ナスフラスコに濃縮液を移し、フラスコをヘキサンで洗浄して洗液をナスフラスコに加え、ロータリーエバポレーターで濃縮乾固する。

残渣にヘキサン1 mlを加え溶解または分散させる。ナトリウムメトキシド試液2 mlを加え、70℃で30分間加熱する。冷後、蒸留水1 mlを加え、さらにヘキサン1 mlを加えよく攪拌し静置する。上層の一部を硫酸ナトリウムで脱水し試験溶液とする。

(2) 検量線の作成

植物油 1.0 g をヘキサンに溶解して 10 ml とし、その溶液をヘキサンで 1/10 及び 1/100 に希釈し、100, 10 及び 1 mg/ml の標準溶液を調製する。標準溶液の各 1 ml にトリヘプタデカノイン試液 10 ml を加え、ロータリーエバポレーターで濃縮乾固する。残渣をヘキサンに溶解し、ナトリウムメトキシドを加え試験溶液と同様に操作し、得られた溶液を標準溶液とする。標準溶液を各 1 μ l ずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、得られたガスクロマトグラムから定量対象ピーク (例: オレイン酸メチル) のピーク面積とヘプタデカン酸メチルのピーク面積の比を求め、検量線を作成する。

操作条件

カラム 内径 0.32 mm, 長さ 30 m のケイ酸ガラス製細管に、ポリエチレングリコールを 0.25 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 50℃で2分間保持した後、毎分15℃で昇温して250℃とし5分間保持する。

試験溶液注入口温度 250℃

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 窒素またはヘリウムを用いる。オレイン酸メチルが約13分間で流出する流速に調節する。

(3) 試験

試験溶液 1 μ l を用いて(2)検量線の作成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定量対象ピークのピーク面積とヘプタデカン酸メチルのピーク面積の比を求め、植物油含有量 (c mg) を求める。

植物油総溶出量を次式により算出する。

$$\text{植物油総溶出量 (}\mu\text{g/cm}^2\text{)} = \frac{a - (b - c)}{S} \times 1000$$

6 全有機炭素試験法（新規）

全有機炭素試験法は、所定の方法によって試料から水に移行する有機物中の炭素量を、全有機炭素計内で燃焼酸化することにより生成する二酸化炭素の量から求める試験法である。

操作法

試験溶液及び溶出溶媒として用いた水の一定量をそれぞれ全有機炭素計に導入し、酸性下の通気により無機炭素を排除した後、燃焼酸化を行い、発生した二酸化炭素量を測定する。

7 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）（削除）

クレゾールリン酸エステル（略）

ジブチルスズ化合物（略）

2-メルカプトイミダゾリン（略）

8 ヒ素試験法（略）

9 モノマー試験法（変更のあるもの以外は記載を略）

ジフェニルカーボネート（削除）

ビスフェノール A

(1) 検量線の作成

ビスフェノール A 約 10mg を精密に量り、100ml のメスフラスコに採り、メタノールを加えて 100ml とする。この溶液 10ml を 100ml のメスフラスコに採り、メタノールを加えて 100ml とする。この溶液 1ml, 2ml, 3ml, 4ml 及び 5ml をそれぞれ 20ml のメスフラスコに入れ、水を加えて 20ml とし、これらを標準溶液とする ($0.5 \mu\text{g}/\text{ml}$, $1.0 \mu\text{g}/\text{ml}$, $1.5 \mu\text{g}/\text{ml}$, $2.0 \mu\text{g}/\text{ml}$ 及び $2.5 \mu\text{g}/\text{ml}$)。標準溶液をそれぞれ $100 \mu\text{l}$ ずつ用いて次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、得られた液体クロマトグラムからビスフェノール A 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

カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。

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 40°C

検出器 紫外吸光検出器を用いる。波長 217nm で操作する。

移動相 A アセトニトリル B 水

濃度勾配 A : B (3 : 7) から (100 : 0) までの直線濃度勾配を 35 分間行つた後、アセトニトリルを 10 分間送液する。

(2) 試験

試験溶液 $20 \pm 100 \mu\text{l}$ を用いて (1) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により液体クロマトグラフィーを行い、得られた液体クロマトグラムからピーク高さ又はピーク面積を求める。検量線を用いて試験溶液中のビスフェノール A の濃度を求める。

10 誘導結合プラズマ発光強度測定法（略）

11 溶出試験における試験溶液の調製法

特に定める場合を除いては、次の方法により試験溶液を調製する。

試料は原則としてほこり等が付着しないように保管しそのまま試験に供する。ただし、綿くずのでない布またはブラシで表面のほこり等を除去し、一般に水洗いしてから使用するものは水で洗浄してもよい。

別段の規定があるもののほか、次の表の第1欄に掲げる温度で使用される器具又は容器包装は第2欄に掲げる温度に保ちながら30分間静置する。ただし、イソオクタンの場合は第3欄、試料がゴム製器具又は容器包装であって95%エタノール、エタノール・イソオクタン（1：1）混液の場合は第4欄に掲げる温度に保つ。使用温度が40℃以下で食品との接触時間が30分間以下または10分間以下である場合には、40℃で30分間または10分間で試験を行ってもよい。ただし、使用温度70℃以下の試験温度が25℃の場合には、25℃で30分間または10分間の試験で得られた試験溶液の溶出量を2で除したものを、使用温度が40℃以下で接触時間が30分間以下または10分間以下の場合の溶出量とみなす。

第1欄	第2欄	第3欄	第4欄
70℃以下	60℃	25℃	25℃
70℃を超えて110℃以下	95℃	60℃	40℃
110℃を超えるもの	121℃	70℃	60℃

試料と溶出溶媒は、以下のいずれかの方法により接触させる。

(1) 液体を入れることができる試料は、溶出溶媒を入れ密閉または密封する。密閉または密封できないものはふた、ガラス板等で覆う。

(2) 液体を入れることができない試料は、片面溶出器に装着し溶出溶媒を入れてふたをす

る。

(3) 両面が同等と見なせる試料は溶出溶媒に浸漬してもよい。

(4) ふた密封材は、それが装着される容器に溶出溶媒を入れて密封したのち倒立する。

溶出溶媒量は原則として試料の表面積1cm²につき2mlとする。ただし、(1)の場合には試料の容量と同量の溶出溶媒を使用し、溶出終了後、得られた溶出液に表面積1cm²につき2mlの割合になるように溶出溶媒を加え試験溶液とする。また、(4)の場合には容器の容量と同量の溶出溶媒を用い、得られた溶出液を試験溶液とする。

試験温度が100℃以下の場合には水浴、100℃超えの場合は加圧加熱可能な装置を用いて試験温度を保つ。ただし、溶出溶媒として4%酢酸を用い121℃で30分間の試験を行う場合は、還流させながら2時間の試験に代替することができる。

なお、指定された溶出溶媒または試験条件が適当でない場合には、合理的な根拠を示した上で適当な溶出溶媒または試験条件に変更することができる。

C 試薬・試液等（追加分のみ記載）

1 試薬

亜硫酸 H_2SO_3 [亜硫酸水, K 8058]

イソオクタン(2, 2, 4-トリメチルペンタン) C_8H_{18}

シクロヘキサン C_6H_{12} [K 8464]

植物油 植物の種子等から採取し精製された液体の油。ガスクロマトグラムのヘプタデカン酸メチルの位置に不純物のピークを生じないもの

シリカゲル 日本工業規格包装用シリカゲル乾燥剤 A 形を用いる。

トリヘプタデカノイン $\text{C}_{54}\text{H}_{104}\text{O}_6$

ナトリウムメトキシド CH_3ONa 純度 95%以上

メタノール CH_3OH [K 8891]

硫酸ナトリウム Na_2SO_4 [K 8987]

2 試液

トリヘプタデカノイン試液 トリヘプタデカノイン 100 mg を量り、シクロヘキサンを加えて溶かし 50 ml とする。

ナトリウムメトキシド試液 ナトリウムメトキシド 0.54 g に氷冷したメタノールを加えて溶解し 100 ml とする (0.5 mol/L)。

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

2 合成樹脂製の器具又は容器包装

(1) 一般規格

合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験(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のものについては、2. 溶出試験の b に示す全有機炭素の試験を除く。)に適合しなければならない。

1. 材質試験

a カドミウム及び鉛 (略)

2. 溶出試験

a 重金属

溶出溶媒として 4%酢酸を用いて作った試験溶液について、重金属試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中の重金属の量は鉛として $2\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下となる。ただし、使用温度が 110°C を超える試料にあつては、 95°C に保ちながら 30 分間静置して試験溶液を調製する。

b 全有機炭素

溶出溶媒として水を用いて作った試験溶液について、全有機炭素の試験を行うとき、その量は $20\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下でなければならない。

(2) 個別規格

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の器具又は容

器包装

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の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

① フェノール

溶出溶媒として水を用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のフェノールの試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のフェノールの量は $10 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下となる。

② ホルムアルデヒド

溶出溶媒として水を用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のホルムアルデヒドの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

③ 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合にはイソオクタンを溶出溶媒とする。

2. ホルムアルデヒドを製造原料とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ホルムアルデヒドを製造原料とする合成樹脂製の器具又は容器包装(ただし、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の器具又は容器包装を除く。)は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

① ホルムアルデヒド

溶出溶媒として水を用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のホルムアルデヒドの試験を行うとき、これに適合しなければならない。

② 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合にはイソオクタンを溶出溶媒とする。

3. ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

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は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 材質試験 (略)

b 溶出試験

① 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合にはイソオクタンを溶出溶媒とする。

4. ポリエチレン及びポリプロピレンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ポリエチレン及びポリプロピレンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

① 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合にはイソオクタンを溶出溶媒とする。

5. ポリスチレンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

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は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 材質試験（略）

b 溶出試験

① 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合にはイソオクタンを溶出溶媒とし、ゴム分を 1%以上含有するポリスチレンで使用温度が $70\sim 110^\circ\text{C}$ の場合には 25°C に保ちながら 30 分間静置して試験溶液を調製する。

6. 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

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は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 材質試験

① ~~バリウム~~（削除）

① 塩化ビニリデン（略）

b 溶出試験

① 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合には 95%エタノールを溶出溶媒とし、使用温度が 70°C 以下の場合には 60°C 、 $70\sim 110^\circ\text{C}$ の場合には 80°C 、 110°C を超える場合には 95°C に保ちながら 30 分間静置して試験溶液を調製する。

7. ポリエチレンテレ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

ポリエチレンテレ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は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

① アンチモン

溶出溶媒として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法によりアンチモンの試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のアンチモン量は $0.1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下となる。ただし、使用温度が 110°C を超える試料にあつては、 95°C に保ちながら30分間静置して試験溶液を調製する。

② ゲルマニウム

溶出溶媒として4%酢酸を用いて作った試験溶液について、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法によりゲルマニウムの試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のゲルマニウム量は $0.2 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下となる。ただし、使用温度が 110°C を超える試料にあつては、 95°C に保ちながら30分間静置して試験溶液を調製する。

③ 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合にはイソオクタンを溶出溶媒とする。

8. 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

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は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

① メタクリル酸メチル

溶出溶媒として20%エタノールを用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のメタクリル酸メチルの試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のメタクリル酸メチル量は $30 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下となる。ただし、使用温度に関わらず 60°C に保ちながら30分間静置して試験溶液を調製する。

② 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合にはイソオクタンを溶出溶媒とする。

9. 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

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は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

① カプロラクタム

溶出溶媒として20%エタノールを用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のカプロラクタムの試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試

験溶液中のカプロラクタム量は $30 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下となる。ただし、使用温度に関わらず 60°C に保ちながら 30 分間静置して試験溶液を調製する。

② 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合にはイソオクタンを溶出溶媒とする。

10. ポリメチルペンテンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ポリメチルペンテンを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

① 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合には 95% エタノールを溶出溶媒とし、使用温度が 70°C 以下の場合には 25°C 、 $70\sim 110^\circ\text{C}$ の場合には 40°C 、 110°C を超える場合には 60°C で 30 分間静置して試験溶液を調製する。

11. 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

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は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

① ビスフェノール A

イ 油脂及び脂肪性食品に用いる器具又は容器包装の場合

溶出溶媒としてイソオクタンを用いて作った試験溶液について、この液 25ml を分液漏斗に移し、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 25ml のメスフラスコに移す。イソオク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メスフラスコに合わせる。次いでアセトニトリルを加えて 25ml とする。これを試験溶液としてモノマー試験法中のビスフェノール A の試験を行うとき、ビスフェノール A の量は $5 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下でなければならない。

ロ 油脂及び脂肪性食品以外の食品に用いる器具又は容器包装の場合

次の表の第 1 欄に掲げる食品の器具又は容器包装はそれぞれ第 2 欄に掲げる溶媒を溶出溶媒として用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のビスフェノール A の試験を行うとき、ビスフェノール A の量は $5 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下でなければならない。

第 1 欄		第 2 欄
酒類	アルコール分 20% を超えるもの	実濃度のエタノール

	アルコール分 20%以下のもの	20%エタノール
油脂及び脂肪性食品 並びに酒類以外の食品	pH 4.6 を超えるもの	水
	pH 4.6 以下のもの	4%酢酸

② 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合にはイソオクタンを溶出溶媒とする。

12. ポリビニルアルコールを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装

ポリビニルアルコールを主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

① 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合にはイソオクタンを溶出溶媒とする。

13. 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

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は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

① 総乳酸

溶出溶媒として水を用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中の総乳酸の試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中の総乳酸量は $60 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下となる。

② 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合にはイソオクタンを溶出溶媒とする。

14. その他の合成樹脂製の器具又は容器包装

1～13 に示す合成樹脂以外の合成樹脂製の器具又は容器包装は、次の試験法による試験に適合しなければならない。

a 溶出試験

① 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ または $60 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下でなければならない。

い。ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用する場合には植物油を溶出溶媒とする。なお、植物油と同等の溶出量が得られることが確認された溶出溶媒及び試験条件で代替することができる。

3 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。）又は容器包装

1. 材質試験（略）

2. 溶出試験

a フェノール

溶出溶媒として水を用いて作った試験溶液について、モノマー試験法中のフェノールの試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中のフェノール量は $10 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下となる。

c 亜鉛

溶出溶媒として 4%酢酸を用いて作った試験溶液の 1 ml を採り、4%酢酸を加えて 15 ml としたものについて、原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光強度測定法により亜鉛の試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中の亜鉛量は $30 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下となる。ただし、使用温度が 110°C を超える試料にあつては、 95°C に保ちながら 30 分間静置して試験溶液を調製する。

d 重金属

溶出溶媒として 4%酢酸を用いて作った試験溶液について、重金属試験を行うとき、これに適合しなければならない。これに適合するとき、試験溶液中の重金属量は鉛として $2 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下となる。ただし、使用温度が 110°C を超える試料にあつては、 95°C に保ちながら 30 分間静置して試験溶液を調製する。なお、硫化ナトリウム試液を加えるとき、白濁により試験に影響がある場合には、試験溶液をアンモニア水で中和して pH 7 以上とし、これにシアン化カリウム試液を加えたものについて試験を行う。

e 蒸発残留物

蒸発残留物試験を行うとき、その量は $200 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下でなければならない。

ただし、油脂及び脂肪性食品に接触して使用するシリコンゴム製の器具又は容器包装にあつては 95%エタノール、油脂及び脂肪性食品に接触して使用するシリコンゴム製以外のゴム製の器具又は容器包装にあつてはエタノール・イソオクタン（1：1）混液を溶出溶媒として用いる。

使用温度が 40°C 以下で食品と接触して使用する時間が 30 分間未満の器具であつて、4%酢酸を溶出溶媒として用いたときの蒸発残留物の量が $200 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ を超える場合は、次の試験に適合しなければならない。

4%酢酸を溶出溶媒として用いて得られた蒸発残留物にクロロホルム 30 ml を加え、加温した後これをろ過し、ろ液を重量既知の白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に量る。更にクロロホルム 10 ml ずつで 2 回蒸発残留物を洗い、加温した後これをろ過し、ろ液を蒸発皿に合わせ、水浴上で蒸発乾固する。冷後、秤量して蒸発皿の前後の重量差 a (mg)

を求め、次式によりクロロホルム可溶物の量を求めるとき、その量は $200 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以下でなければならない。

$$\text{クロロホルム可溶物量 } (\mu\text{g}/\text{cm}^2) = \frac{(a-b) \times \text{試験溶液の総量 (ml)} \times 1,000}{\text{試料の表面積 (cm}^2) \times \text{試験溶液の採取量 (ml)}}$$

ただし、b：試験溶液と同量の溶出溶媒について得た空試験値 (mg)

(2) ゴム製ほ乳器具 (略)

以上

研究成果の刊行に関する一覧表

雑 誌

発表者氏名	論文タイトル名	発表誌名	巻号	ページ	出版年
Ohno, H., Kawamura, Y.	Residual analysis of acrylonitrile, 1,3-butadiene and related compounds in acrylonitrile butadiene styrene copolymers for kitchen utensils and children's toys by headspace gas chromatography/mass spectrometry	Journal of AOAC International	93	1965-1971	2010
尾崎麻子, 大嶋智子, 大垣寿美子, 河村葉子	ポリ乳酸製器具・容器包装の規格試験及びその他溶出物質の検討	食品衛生学雑誌	51	220-227	2010
六鹿元雄, 山口未来, 大野浩之, 河村葉子	ナイロン製品からのモノマー及び芳香族第一級アミン類の溶出	食品衛生学雑誌	51	228-236	2010
大野浩之, 鈴木昌子, 河村葉子	4種擬似溶媒による合成樹脂製食品用器具の蒸発残留物量の検討	食品衛生学雑誌	52	66-70	2011
六鹿元雄, 建部千絵, 平原嘉親, 河村葉子	洗浄剤中のメタノール試験法	食品衛生学雑誌	53	28-32	2012
金子令子, 羽石奈穂子, 河村葉子	塩素系ゴムの2-メルカプトイミダゾリン分析法の改良	食品衛生学雑誌	53	52-56	2012
六鹿元雄, 山口未来, 平原嘉親, 河村葉子	洗浄剤中のヒ素試験法および鉛試験法	日本食品化学学会誌	19	88-93	2012
Ohno, H., Mutsuga, M., Kawamura, Y.	Identification and quantitation of volatile organic compounds in poly(methyl methacrylate) kitchen utensils by headspace gas chromatography/mass spectrometry	Journal of AOAC International	96	in press	2013

Abe, Y., Yamaguchi, M., Mutsuga, M., Akiyama, H., Kawamura, Y.	Volatile Substances in Polymer Toys made from Butadiene and Styrene	American Journal of Analytical Chemistry	4	in press	2013
岸 映里, 尾崎麻子, 大嶋智子, 清水 充, 河村葉子	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	印刷中	2013
Mutsuga, M., Yamaguchi, M., Kawamura, Y.	Analysis of <i>N</i> -nitrosamine migration from rubber teats and soothers	American Journal of Analytical Chemistry,		in press	2013

Analysis of Acrylonitrile, 1,3-Butadiene, and Related Compounds in Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Copolymers for Kitchen Utensils and Children's Toys by Headspace Gas Chromatography/Mass Spectrometry

HIROYUKI OHNO

Nagoya City Public Health Research Institute, Environmental Health Department, 1-11, Hagiya-cho, Mizuho-ku, Nagoya 467-8615, Japan

YOKO KAWAMURA

National Institute of Health Sciences, Division of Food Additives, 1-18-1, Kamiyoga, Setagaya-ku, Tokyo 158-8501, Japan

A headspace gas chromatography/mass spectrometry method was developed for the simultaneous determination of the residual levels of acrylonitrile (AN), 1,3-butadiene (1,3-BD), and their related compounds containing propionitrile (PN) and 4-vinyl-1-cyclohexene (4-VC) in acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS) copolymers for kitchen utensils and children's toys. A sample was cut into small pieces, then *N,N*-dimethylacetamide and an internal standard were added in a sealed headspace vial. The vial was incubated for 1 h at 90°C and the headspace gas was analyzed by gas chromatography/mass spectrometry. The recovery rates of the analytes were 93.3–101.8% and the coefficients of variation were 0.3–6.5%. In ABS copolymers, the levels were 0.3–50.4 µg/g for AN, ND–4.5 µg/g for PN, 0.06–1.58 µg/g for 1,3-BD, and 1.1–295 µg/g for 4-VC. The highest level was found for 4-VC, which is a dimer of 1,3-BD, and the next highest was for AN, which is one of the monomers of the ABS copolymer. Furthermore, the method was also applied to acrylonitrile-styrene (AS) copolymers and polystyrenes (PS) for kitchen utensils, and nitrile-butadiene rubber (NBR) gloves. In AS copolymers, AN and PN were detected at 16.8–54.5 and 0.8–6.9 µg/g, respectively. On the other hand, the levels in PS and NBR samples were all low.

Acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS) copolymer is a common thermoplastic that has high toughness, heat resistance, and impact resistance. It has a wide range of applications, such as for electric/electronic parts, automotive parts, and various other uses in a number of industries because of its properties. In the home, it is widely found as a material in various kitchen utensils and toys. It is

polymerized from the three-dimensional monomer of acrylonitrile (AN), 1,3-butadiene (1,3-BD), and styrene. During the manufacturing process, unreacted monomers may remain in ABS copolymer and gradually migrate into food during storage. These monomers have been identified as toxic substances and potential carcinogens. The International Agency for Research on Cancer (IARC) has classified 1,3-BD as probably carcinogenic to humans (Group 2A), and AN and styrene as possibly carcinogenic to humans (Group 2B).

In previous studies, styrene was found at levels of 110 and 240, and 160–3570 µg/g in kitchen utensils and toys made from ABS copolymer, respectively (1, 2). In the 1970s and 1980s, residual AN, and 1,3-BD in plastics for kitchen utensils and food containers were reported. AN was detected at 3.2–24 (3), 4–376 (4), and 1.7–6.7 µg/g (5) in ABS and acrylonitrile-styrene (AS) copolymers for kitchen utensils and food containers. Meanwhile, 1,3-BD was detected at 1.3 (6) and 0.07–0.31 µg/g (7) in ABS products, such as a lunch tray and tubs for soft margarine. Recently, the United Kingdom Food Standards Agency reported the detection of 1,3-BD at 0.27–1.9 µg/g in polystyrene (PS) cups (8). However, no reports have been published on the presence of AN and 1,3-BD in ABS toys.

In previous studies, we developed a headspace GC/MS method for analyzing residual volatile compounds in polyvinyl chloride and polyvinylidene chloride products (9, 10). In this study, AN, 1,3-BD, and their related compounds containing propionitrile (PN) and 4-vinyl-1-cyclohexene (4-VC) were analyzed simultaneously in ABS copolymers for kitchen utensils and children's toys by modifying the earlier method. Furthermore, the new method was also applied to similar determinations in AS copolymers and PS products for kitchen utensils and nitrile-butadiene rubber (NBR) gloves for home use.

Experimental

Chemicals and Standard Solutions

N,N-dimethylacetamide (DMA; special grade) was purchased from Wako Pure Chemical Industries, Ltd (Osaka, Japan) and the standard gas of 1-butene (8.0%) from GL