

**(別添)**

**平成 27 年度 厚生労働科学研究費補助金（食品の安全確保推進研究事業）**

**分担研究課題  
規格試験法の性能評価に関する研究**

**平成 27 年度  
試験室間共同試験  
計画書**

**蒸発残留物試験**

平成 27 年 6 月 3 日

## A 目的

蒸発残留物試験は器具・容器包装から食品擬似溶媒への不揮発性物質の総溶出量を求める試験であり、合成樹脂製器具・容器包装の個別規格、ゴム製器具・容器包装及び金属缶で規格が設定されている。食品衛生法では、食品を油脂及び脂肪性食品（油性食品）、酒類、その他のpH5を超える食品（一般食品）、pH5以下の食品（酸性食品）の4種類に分類し、それぞれの代替としてヘプタン、20%エタノール、水、4%酢酸を浸出用液とした溶出操作により調製した試験溶液を、蒸発乾固したのち、105℃2時間加熱してその残留物の重量を測定する。

蒸発残留物試験は多くの器具・容器包装に適用されるが、試験の対象となる物質は多種多様であり、溶出物の中には蒸発乾固や105℃2時間の加熱操作の過程で一部が揮散するものも存在する。また、本法は機器分析による試験ではなく、重量法により定量を行う試験であるため、これまでに試験室間共同試験は実施されておらず、真度や精度などの性能評価は行われていない。

また、平成22～24年度厚生労働科学研究「食品用器具・容器包装及び乳幼児用玩具の安全性向上に関する研究」では合成樹脂及びゴム製器具・容器包装の溶出試験における試験溶液を調製するための溶出条件の検討が行われ、実際の食品であるオリーブ油への溶出量と同程度の溶出量となるように油性食品の浸出用液をヘプタンからイソオクタン、95%エタノール及びイソオクタン・エタノール（1：1）混液へ変更することを提案している。

そこで、器具・容器包装の蒸発残留物試験について試験室間共同試験を行い、現行の試験法の性能を評価するとともに、イソオクタン及び95%エタノールを浸出用液とした場合の性能を確認し、規格試験法としての適用性を検証する。

## B スケジュール

実験計画の立案と調整・・・・・・・・・・研究代表者・解析者 各試験機関、第1回班会議  
（4月～5月中旬）

検体の調製・・・・・・・・・・食品薬品安全センター

検体の配付・・・・・・・・・・食品薬品安全センター 各試験機関  
（7月9日に配付）

各試験機関で試験・・・・・・・・・・（検体配付後2週間）

結果の報告・・・・・・・・・・各試験機関 研究代表者 解析者

全体の結果を集約及び報告・・・・・・・・・・解析者による解析  
第2回班会議（12月ごろ）

報告書の作成・・・・・・・・・・研究代表者・解析者（12月～）

## C 試験の実施に関する要件

試験を実施する際は以下の要件を満たすこと。

**試験に用いる機器及び器具は、規格試験を実施する際に使用するものであること。**

試験に用いる機器及び器具類は、実際に食品衛生法の規格試験を実施する際に使用してい

るもの、または今後の使用が見込まれるものであること。ただし、長期間使用していない機器及び器具類を用いる場合は、事前に整備等の確認を行うこと。

**試験は、その試験法に関する経験・知識を有する者またはその者から指導を受けた者が行うこと。**

試験は、規格試験を実施した経験のある者による実施が望ましい。経験が無いものが実施する場合は、事前に操作法、注意点等を確認しておくこと。

**試験は検体受領後 2 ヶ月以内に実施すること。**

可能であれば検体受領後 1 週間以内の実施が望ましい。

予定している試験は可能な限り実施すること。

突発的な他業務の遂行による遅延、機器の故障、特段の事情により試験の実施が遅延または試験が不可能となった場合は速やかに連絡すること。

**試験は本計画書に従って行うこと。**

試験は「I 試験手順」に従って行うこと。ただし、記載のない条件等については任意とする。

**試験結果は研究終了後、1 年間保存すること。**

試験に関する測定データ等は平成 29 年 3 月末日まで保存すること。

**D 解析者**

名古屋市衛生研究所 大野 浩之、櫻木 大志

**【注意】研究代表者及び解析者は、本研究で知り得た各試験機関の情報・結果について守秘義務を負うものとする。**

**E 参加機関及び機関コード**

**参加機関**

東京都健康安全研究センター	埼玉県衛生研究所	神奈川県衛生研究所
長野県環境保全研究所	静岡県環境衛生科学研究所	静岡県環境保健研究所
愛知県衛生研究所	名古屋市衛生研究所	大阪府立公衆衛生研究所
大阪市立環境科学研究所	さいたま市健康科学研究センター	
国立医薬品食品衛生研究所	国立研究開発法人 産業技術総合研究所	
(一財) 化学研究評価機構	高分子試験・評価センター・東京事業所	
(一財) 化学研究評価機構	高分子試験・評価センター・大阪事業所	
(一財) 日本食品分析センター	多摩研究所	
(一財) 日本食品分析センター	彩都研究所	
(一財) 食品環境検査協会		(一財) 日本冷凍食品検査協会
(公社) 日本食品衛生協会		(一財) 東京顕微鏡院
(一財) 日本文化用品安全試験所		(一財) 日本穀物検定協会

(一社) 日本海事検定協会

(一財) 千葉県薬剤師会検査センター

(一財) 食品分析開発センター-SUNATEC

(一財) 食品薬品安全センター

【注意】試験を実施しない試験機関も含む

### 試験を実施する試験機関

機関コード	実施	機関コード	実施	機関コード	実施
A		J		S	
B		K		T	
C		L		U	
D		M		V	
E		N	×	W	
F		O		X	
G		P		Y	
H		Q	×	Z	×
I		R			

### 機関コード

試験を実施する機関には機関コードを交付する。

機関名と機関コードの対応は非公開とする。

結果シートは、各機関の担当者から研究代表者を經由して解析者へ提出する。

【注意】機関コードは他機関や解析者に知られないよう注意すること。

### F 検体の調製及び配付

検体の調製及び配付は(一財)食品薬品安全センターまたは国立医薬品食品衛生研究所が行う。

### G 検体の均質性及び安定性の確認

#### 均質性確認

国立医薬品食品衛生研究所にて、各検体 10 検体を検体受領直後に検体中の成分を測定し、そのピーク面積等を用いて確認する。

#### 安定性確認

国立医薬品食品衛生研究所にて、検体を受領した約 2 ヶ月後に均質性確認と同様に測定して確認する。

### H 検体の配付及び保管

#### 検体配付時期の連絡

検体の配付予定時期は約 1 ヶ月前に、発送日はその 1 週間前に参加機関に連絡する。各試験機関は検体保管場所の確保、必要な器具類の購入、装置の動作確認、試薬の購入等の準備

を適宜行うこと。

### **配付する検体**

18 検体、各 10 mL

### **検体の確認**

検体受領後はただちに検体数、溶媒・検体 No の判別、液漏れの有無を確認し、問題があれば至急連絡すること。

### **検体の保管及び管理**

検体は冷蔵庫内で保管すること。

【注意】試験操作は検体を室温まで戻したのちに使用すること。

【注意】検体によっては、保存中に沈殿が生じる場合がある。その場合は 40 程度の水浴で加温するか超音波処理を行って溶解させたのちに使用すること。

### **検体の不足**

何らかの事情により検体が不足して予定する試験が不可能となった場合は速やかに研究代表者に連絡すること。

## **I 試験手順**

### **試験溶液の調製**

検体 2.0 mL を採取し、下記の溶液を加えて 200 mL とし、これを試験溶液とする。

1 検体につき、2 回の試験を実施する。

- ・ 検体 1～3：水
- ・ 検体 4～6：4%酢酸
- ・ 検体 7～9：20%エタノール
- ・ 検体 10～12：ヘプタン
- ・ 検体 13～15：95%エタノール
- ・ 検体 16～18：イソオクタン

【注意】本操作に用いる器具類は任意とする。

【注意】検体は、攪拌などにより十分に均質化したのちに採取すること。

（検体 6 及び 9 では特に注意すること）

【注意】100 倍希釈であれば、適宜液量を変更してもよい。（250 mL 調製して、そのうち 200 mL を使用するなど）

【注意】この希釈操作の精度は、試験結果の精度と比べて無視できるほど小さいと考えられるため、併行精度及び室間再現精度の算出時に考慮しないこととする。

### **蒸発乾固操作**

200 mL の試験溶液を用い、食品衛生法に準拠して実施する。ただし、使用する器具類は任意とする。

【注意】定量下限等の関係で液量を増やして試験を実施してもよい。(200～300 mL の範囲であれば公定法として扱う。)

【注意】食品衛生法では蒸発皿が規定されているが、他の容器を用いてもよい。この場合は下記の公定法変法には該当しない。

乾固後は速やかに加熱を中止する。

【注意】乾固直前で加熱を中止し、自然乾燥させるとよい。

95%エタノール及びイソオクタンを溶媒とする検体の操作は、食品衛生法で規定されているヘプタンの試験溶液の操作に準じて行う。

食品衛生法の操作条件と異なる条件で実施した場合は公定法変法として扱う。

【注意】試験溶液の量が 200 mL 未満、ホットプレートで蒸発乾固を行う 等。

空試験は「試験溶液の調製」において検体の希釈に使用した溶媒を用いて行う。

【注意】空試験は通常の試験業務と同様の方法で実施すればよい。

## 定量範囲

蒸発残留物として 10 µg/mL 以上が定量可能な天秤を使用すること。

【注意】試験溶液 200 mL を用いた場合、重量差として 2 mg となる。

## 定量

1 検体につき 2 回の結果を報告する。

【注意】適切な状態で試験が行われていないと判断でき、その原因が明らかな場合は再試験を行う。(単に併行精度が悪いという理由だけでは再試験は行わない。)

報告する結果は試験溶液中の濃度(検体の濃度ではない)とする。

重量は 0.1 mg 以下、定量結果は 0.1 µg/mL 以下の単位まで測定して報告する。(重量は機器の精度、有効数字等を考慮する必要はなく、表示された数値を報告すればよい)

【注意】重量測定において表示される重量の最小単位が 1 mg の位である場合は、1 mg の位までの数値でよい。

## 天秤の精度確認(参考情報として)

蒸発乾固に用いる容器と同じものを用意し、105℃で2時間乾燥させ、デシケーター内で放冷する。これを重量測定精度確認用容器(空容器)として、その重量を1日2回、5日間測定する。

【注意】空容器は試験及び空試験に使用せず、常にデシケーター内で保存する。

【注意】複数の種類の容器を蒸発乾固操作で使用する場合は、代表的なもの1種類を空容器とすればよい。

【注意】1回目の測定後、一旦天秤から下ろしたのち、2回目の測定を行う。測定間隔は任意とするが、間隔が30分間以上となる場合は、1回目の測定後に空容器をデシケーター内に戻す。

【注意】空容器の測定は、必ずしも連続した日に行う必要はない(通常の業務で、重量測定を行わないまたは行うことが適切でない日に測定を行う必要はない)。

【注意】規定の回数および日数を超える測定は行わない(1日2回まで、5日間まで)。

## J 結果の報告

報告シート2は検体の溶媒ごとに記入する。(報告シートへの記入例を参考に示す)  
試験中に機器のトラブル等の問題が発生した場合は必ず記載すること。

### 【報告シートの内容】

報告シート1...試薬等の情報、感想など

報告シート2...定量結果

報告シート3...公定法変法の詳細(公定法変法を使用した場合のみ)

試験終了後は速やかに結果等を報告シートに記入し、電子ファイル(E-mail)にて研究代表者へ提出する。さらに後日、結果報告書として書面にて研究代表者に提出する。

## K 目標値

食品衛生法の規格試験としての妥当性を評価するにあたり、各性能パラメーターに対して下記の目標値を設定する。

選択性：評価の対象としない

真度：80～110%(可能な検体のみ)

併行精度( $RSD_r$ ): 10%以下

室間再現精度( $RSD_R$ ): 25%以下

H27「蒸発残留物試験」結果報告シート1  
(検体・機器・試薬の情報)

1. 試験コード、検体及び測定法

機関コード <sup>*1</sup>	検体 <sup>*3</sup>	試験法 <sup>*4</sup>	
T	水	公定法	0
	4%酢酸	公定法変法	1
	20%エタノール	公定法変法	1
セットNo. <sup>*2</sup>	ヘプタン	公定法変法	2
1	95%エタノール	公定法変法	2
	イソオクタン	公定法変法	2

2. 使用した試薬

試薬 <sup>*5</sup>	メーカー	Grade	純度 (%)または濃度
水		MilliQ	
酢酸	和光純薬	特級	> 99.5%
エタノール			
ヘプタン			
イソオクタン			

3. 検体の保存

検体の保存方法 <sup>*6</sup>	冷蔵庫内で保管
-----------------------	---------

<sup>\*7</sup>の重量 (参考情報)

測定	測定日 <sup>*8</sup>	1回目 <sup>*9</sup>	2回目 <sup>*9</sup>
1日目	7月1日	25.35684	25.35688
2日目	7月2日		
3日目	7月6日		
4日目	7月8日		
5日目	7月10日		

5. 試験全体に対する感想・コメント、試験中のトラブルなど

--



- \*1 コードのみを記入、機関名は記入しない
- \*2 検体に記載のセット番号を記入
- \*3 検体の溶媒
- \*4 「公定法」か「公定法変法」を選択、「公定法」の場合は「0」  
「公定法変法」の場合は、シート3に関連した番号を記載
- \*5 他に使用した試薬があれば行を追加して記入
- \*6 原則として検体は冷蔵庫で保存。ただし、指示があった場合はその指示に従って保存する
- \*7 試験に用いる容器と同じものを用意し、105 2 時間加熱後、デシケーター内で放冷したもの。試験および空試験には使用せず、常時デシケーター内で保管する。
- \*8 空容器を測定した日を記入。連続した5日間でもよい。
- \*9 1日に2回重量を測定する。1回目の測定後、一旦天秤から下ろしたのち、2回目の測定を行う。測定間隔は任意とするが、間隔が30分以上となる場合は、1回目の測定後にデシケーター内に戻す。

H27「蒸発残留物試験」結果報告シート2<sup>\*1</sup>

(定量結果)

機関コード<sup>\*2</sup> **T** セットNo<sup>\*3</sup> **1** 試験法<sup>\*4</sup> **公定法変法1**

希釈溶媒<sup>\*5</sup> **水** 試験日 **7/1 ~ 7/2**

1. 装置等

試験用液量 (mL) <sup>*6</sup>	<b>200</b>	容器 <sup>*7</sup>	<b>ガラス製結晶皿</b>
加熱装置 (蒸発) <sup>*8</sup>	<b>ホットプレート</b>	設定温度 ( ) <sup>*9</sup>	<b>100</b>

2. 試験結果

検体No <sup>*10</sup>	1	2	3
蒸発残留物量 (µg/mL) <sup>*11</sup>			
空試験前の重量測定日	7/1		
空試験前の重量 (g) <sup>*12</sup>	22.56986		
空試験後の重量測定日	7/2		
空試験後の重量 (g) <sup>*12</sup>	22.57478		
空試験の重量差 (mg)	4.92	0	0
操作前の重量測定日	7/1		
操作前の重量 (g) <sup>*12</sup>	23.25642		
操作後重量測定日	7/2		
操作後の重量 (g) <sup>*13</sup>	23.27918		
重量差 (mg)	22.76	0	0
蒸発乾固の時間 (分) <sup>*14</sup>	300		
放冷した時間 (時間) <sup>*15</sup>	15		

2. 定量下限値

定量下限値 (µg/mL) <sup>*16</sup>	5 mg/mL (1 mg / 200 mL)
定量下限値の設定根拠 <sup>*16</sup>	重量の誤差として、±1 mgまで許容しているため

4. 蒸発乾固の加熱を中止したタイミング<sup>\*17</sup>

およそ1 mL程度になった時点でホットプレートから下ろし、余熱と自然乾燥により乾固させた

5. 105 加熱終了後の放冷及び重量測定について<sup>\*18</sup>

例)  
通常は、加熱終了後、一晩デシケーター内で放冷  
重量は24時間後に再度測定し、重量差が±1 mg以内であることを確認

- \*1 検体の溶媒ごとに別シートとして作成する。計 6 枚  
検体 1～3：水で希釈  
検体 4～6：4%酢酸で希釈  
検体 7～9：20%エタノールで希釈  
検体 10～12：ヘプタンで希釈  
検体 13～15：95%エタノールで希釈  
検体 16～18：イソオクタンで希釈
- \*2 コードのみを記入、機関名は記入しない
- \*3 検体に記載のセット番号を記入
- \*4 「公定法」か「公定法変法」を選択
- \*5 検体を希釈した溶媒を記入
- \*6 試験に使用した試験溶液の量(検体を希釈した後の量)
- \*7 蒸発乾固時に用いた容器。材質も記載(ガラス製蒸発皿、石英製ビーカーなど)
- \*8 蒸発乾固時に用いた加熱装置
- \*9 蒸発乾固時に用いた加熱装置の設定温度(沸騰浴の場合は 100 )
- \*10 4%酢酸の場合は 4～6 に修正する。他の溶媒の場合も同様
- \*11 各自で計算して入力。試験溶液(希釈後の溶液)あたりの濃度で記入。  
計算間違いをしないよう注意
- \*12 蒸発乾固操作前の容器の重量(空試験値は、複数の検体で共通のものを使用してもよい。その場合は各検体の欄に同じ数値を記入)
- \*13 蒸発乾固操作後の容器の重量(空試験値は、複数の検体で共通のものを使用してもよい。その場合は各検体の欄に同じ数値を記入)
- \*14 蒸発乾固のために加熱した時間。(おおよその時間でよい)
- \*15 105 2 時間加熱後、デシケーター内で放冷(保管)した時間  
(加熱終了後～重量測定までの時間)
- \*16 普段実施する際の定量下限値の算出方法でよい
- \*17 どのタイミングで蒸発乾固のための加熱を中止したか
- \*18 放冷時間や重量測定の方法を記載

H27「蒸発残留物試験」結果報告シート3  
 (試験法に関する情報) 公定法変法の場合のみ<sup>\*1</sup>

1. 試験コード、検体及び測定法

機関コード <sup>*2</sup>	検体	試験法 <sup>*4</sup>	
		公定法	
T	水	公定法	0
	4%酢酸	公定法変法	1
	20%エタノール	公定法変法	1
セットNo. <sup>*3</sup>	ヘプタン	公定法変法	2
1	95%エタノール	公定法変法	2
	イソオクタン	公定法変法	2

2. 試験法 1

公定法	公定法変法1 <sup>*5</sup>
試験容液200~300 mL	試験溶液400 mL
(ヘプタン) ナス型フラスコに移し、減圧濃縮して数mlとする	
(ヘプタン) フラスコをヘプタン約5 mLずつで2回洗う	
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 <sup>*6</sup> に採る	
水浴上で蒸発乾固する	120 に設定したホットプレート上で蒸発乾固
105 で2時間乾燥する	
デシケーター中で放冷する	室温の乾燥器内で放冷

3. 試験法 2

公定法	公定法変法2 <sup>*5</sup>
試験容液200~300 mL	
(ヘプタン) ナス型フラスコに移し、減圧濃縮して数mlとする	省略(200 mLすべて水浴上で乾固)
(ヘプタン) フラスコをヘプタン約5 mLずつで2回洗う	省略
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 <sup>*6</sup> に採る	
水浴上で蒸発乾固する	
105 で2時間乾燥する	
デシケーター中で放冷する	

- \*1 公定法のみの場合、このシートは不要
- \*2 コードのみを記入、機関名は記入しない
- \*3 検体に記載のセット番号を記入
- \*4 「公定法」か「公定法変法」を選択  
「公定法変法」の場合は、シート1と同じ番号を記載
- \*5 変更した部分のみ記載
- \*6 これら以外の容器を使用した場合も公定法と見なす。  
(記載の必要なし)