

<その4> 蒸発残留物試験における蒸発乾固後の乾燥操作に関する検討

研究協力者	大野 浩之	名古屋市衛生研究所
研究代表者	六鹿 元雄	国立医薬品食品衛生研究所
研究協力者	鈴木 昌子	名古屋市衛生研究所
研究協力者	山口 未来	国立医薬品食品衛生研究所

A. 研究目的

食品衛生法の器具及び容器包装の規格基準では、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において、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として蒸発残留物試験が規定されている。その試験法は、使用する食品の代替として、ヘプタン、20%エタノール、水、4%酢酸の食品擬似溶媒を浸出用液とし、溶出操作により試験溶液を調製する。この試験溶液を重量既知の白金製、石英製または耐熱ガラス製の蒸発皿に採り、水浴上で蒸発乾固したのち、105℃で2時間加熱してその残留物の重量を測定し、試験溶液中の蒸発残留物量を求めることとされている^{1), 2)}。蒸発乾固の操作は、公定法では水浴上で行うこととされているが、ホットプレートを用いたり、蒸発皿以外に結晶皿やピーカーを使用するなど公定法変法を行う試験機関も少なくなく、試験結果に影響を及ぼす可能性がある要因が多く存在する。しかし、これまで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かった。

そこで、平成27年度の本研究において蒸発残留物試験の蒸発乾固における公定法と公定法変法の性能を確認し、規格試験法としての適用性を検証した³⁾⁻⁵⁾。その結果、両法ともに、試験溶液中に揮散しにくい成分を多く含む場合は良好な性能を示した。しかし、揮散または変化しやすい成分を多く含む試験溶液の場合は十分な性能が得られない可能性があった。

その原因として、蒸発乾固だけではなく、蒸発乾固後の105℃で2時間の加熱操作によるばらつきが疑われた。

そこで今回、蒸発乾固後の乾燥操作において使用する乾燥器や操作条件などの違いが蒸発残留物試験に与える影響について検証するため、10機関が参加する共同試験を行ったので報告する。

B. 研究方法

1. 参加機関

共同試験には、民間の登録検査機関、公的な衛生研究所など10機関が参加した。これらの試験機関で共同試験の計画及び試験手順書（別添）の作成を行い、その手順書に従って各試験機関が試験を実施した。

2. 試験対象物質

以下の5種類の試薬を共同試験の試験対象物質として用いた。これらは国立医薬品食品衛生研究所で購入し、各試験機関に配布した。

シリコンオイル：パーレルシリコンフルード M-20、松村石油製

テレフタル酸ビス(2-エチルヘキシル) (DEHTP)：純度 98%以上、ACROS 社製
ビスフェノールA (BPA)：純度 99.0%以上、東京化成工業(株)製

アセチルクエン酸トリブチル (ATBC)：純度 97.0%以上、東京化成工業(株)製

セバシン酸ジブチル (DBS)：純度 98.0%以上、東京化成工業(株)製

表 1 . 各機関の乾燥器及び容器

試験機関	乾燥器			容器
	送風方式	温度分布*	内槽サイズ	
1	強制送風	±2.5 (210)	横幅 60 cm 奥行 50 cm 高さ 50 cm	蒸発皿 (ガラス製) 内径 6.0 cm、高さ 3.5 cm ピーカー (ガラス製) 内径 4.2 cm、高さ 6.0 cm (容量 50 mL)
2	自然対流	±10 (300)	横幅 45 cm 奥行 41 cm 高さ 40 cm	結晶皿 (ガラス製) 内径 7.2 cm、高さ 3.5 cm (容量 100 mL)
3	強制送風 (風速固定) (背面吹き出し、垂直)	±4 (250)	横幅 73 cm 奥行 67 cm 高さ 86 cm	るつぼ (白金製) 内径 7.5 cm、高さ 3.5 cm (容量 120 mL)
4	自然対流	±7 (270)	横幅 61 cm 奥行 52.5 cm 高さ 50 cm	蒸発皿 (ガラス製) 内径 10 cm、高さ 5 cm (容量 200 mL)
5	自然対流	±8 (300)	横幅 61 cm 奥行 52.5 cm 高さ 50 cm	蒸発皿 (ガラス製) 内径 6.5 cm、高さ 3.5 cm (容量 50 mL)
6	自然対流	±10 (250)	横幅 61 cm 奥行 52.5 cm 高さ 50 cm	蒸発皿 (ガラス製) 内径 6 cm、高さ 3 cm (容量 20 mL) 内径 7.5 cm、高さ 3.7 cm (容量 80 mL)
7	強制送風	±2.5 (210)	横幅 60 cm 奥行 50 cm 高さ 50 cm	蒸発皿 (ガラス製) 内径 6.0 cm、高さ 3.6 cm (容量 50 mL) ピーカー (ガラス製) 内径 4.2 cm、高さ 5.8 cm (容量 50 mL)
8	強制送風 (標準/微風の風量設定可能)	±0.5 (100) ±1.5 (200)	横幅 40 cm 奥行 35 cm 高さ 28 cm	結晶皿 (ガラス製) 内径 7.2 cm、高さ 3.5 cm (容量 100 mL)
9	強制送風	±2.5 (210)	横幅 60 cm 奥行 51 cm 高さ 50 cm	ピーカー (ガラス製) 内径 8.4 cm、高さ 4.6 cm (容量 200 mL)
10	自然対流	±8 (260)	横幅 60 cm 奥行 53 cm 高さ 50 cm	ピーカー (ガラス製) 内径 8.5 cm、高さ 4.5 cm (容量 200 mL)

* : 取扱説明書等に記載の温度分布

3．試験溶液の調製

国立医薬品食品衛生研究所から配布された5種類の試験対象物質を各試験機関においてそれぞれアセトンに溶解して各試験溶液(600 µg/mL)を調製した。

4．乾燥器及び容器

共同試験に使用する乾燥器及び容器は各試験機関が通常使用しているものとした。表1に各試験機関の乾燥器(送風方式、取扱説明書等に記載の温度分布、内槽サイズ)と容器の種類を示した。

5．乾燥器内の温度の確認

乾燥器内の位置による温度差を確認するため、器内を下記のように区分した。測定位置の区分は、各試験機関で使用する乾燥器の内槽サイズに合わせて9~16(3×3、4×3、3×4または4×4)の範囲で選択した。各測定位置には、温度データロガーなど各試験機関が所有する温度計を設置し、温度を測定した。

乾燥器を105℃になるように設定し、所定の位置に空容器を所定の個数置き(n=9~16)扉を閉めたのち、乾燥器の表示温度が設定した温度付近で安定した時、または2時間後の各測定位置の温度を記録した。自然対流方式の場合、乾燥器内全体に容器を置いた場合と、数個のみ置いた場合では温度分布が異なる場合があるため、温度が安定しない装置では測定しない位置も含めて全体に最大個数の容器を置いて行った。後述するように、共同試験1と2では配置する容器の個数が異なるため、試験によって温度分布が異なる場合がある。共同試験2を行う前には、再度温度分布を確認し、温度が安定しない場合は、共同試験1と同じ条件となるように空容器(ダミー)を置いて試験を行った。

6．共同試験

共同試験は、共同試験1、共同試験2の順

で実施した。

共同試験1では、乾燥器内全域に容器を配置してそれぞれの蒸発残留物を測定した。これにより、試験機関間による差及びばらつき、乾燥器内の位置による差及びばらつき、乾燥器内の位置と温度の相関を検証した。次に、共同試験2では、乾燥器内の温度分布及び共同試験1の結果から乾燥器内で実温度が105℃となる位置を選定し、その位置を中心に容器を配置して蒸発残留物を測定し、試験結果の安定性を検証した。

7．操作手順

共同試験1及び2の操作手順を以下に示した。なお、Wsは試験溶液用の容器の重量、Wbは空試験用の容器の重量とした。

1) 容器の重量測定

使用する容器を乾燥器で105℃で2時間加熱し、デシケーター内で1晩静置したのち、容器の重量を測定した(Ws1、Wb1)。

2) 試験対象物質の添加

各試験溶液10 mLを各容器に添加した(蒸発残留物30 µg/mL相当)。また空試験としてアセトン10 mLを用いて同様の操作を行った。

自然乾燥(ドラフト内で1~2時間静置)によりアセトンを除去し、アセトン臭が無くなったことを確認した。

3) 乾燥操作前の容器の恒量化

容器をデシケーター内で1時間~1晩静置して乾燥したのち、容器の重量を測定した(Ws2、Wb2)。この時、乾燥操作前の残留物量(後述の の値)が5.5~6.5 mgの範囲になった容器を使用して次の操作を行った。これらの容器が必要数に満たない場合は、必要数の容器が得られるまで乾燥時間を延長した。

4) 乾燥操作

乾燥器内に以下に示す所定の数の容器及び空試験用容器1個を置いて105℃で2時間加熱した。所定の数は、共同試験1では乾燥器内全域に容器を9~16個(3×3、4×3、3×4

または 4×4)、共同試験 2 では乾燥器内で 105 とする位置を中心に 3 個とした。

5) 乾燥操作後の容器の恒量化と重量測定

容器をデシケーター内で 1 時間～1 晩静置したのち、容器の重量を測定した(W_{s3} 、 W_{b3})。

6) 残存物量及び残存率の計算

上記の操作手順によって得られた各重量から以下のように残留物量及び残存率を計算した。

乾燥操作前の残留物量 (5.5～6.5 mg) :

$$(W_{s2} - W_{s1}) - (W_{b2} - W_{b1})$$

乾燥操作後の残留物量 :

$$(W_{s3} - W_{s1}) - (W_{b3} - W_{b1})$$

乾燥操作による残留物の減量 :

$$(W_{s2} - W_{s3}) - (W_{b2} - W_{b3})$$

残存率 : $\frac{\quad}{\quad} \times 100 (\%)$

C. 研究結果及び考察

1. 各試験機関の乾燥器及び容器

各試験機関が使用した乾燥器の送風方式は、試験機関 1、3、7、8 及び 9 の 5 機関が強制送風方式、試験機関 2、4、5、6 及び 10 の 5 機関が自然対流方式であった(表 1)。取扱説明書などに記載されていた温度分布の範囲は、自然対流方式より強制送風方式の方が小さい傾向があった。内槽サイズは、試験機関 3 が最も大きく(横幅 73 cm、奥行 67 cm、高さ 86 cm)、試験機関 8 が最も小さかった(横幅 40 cm、奥行 35 cm、高さ 28 cm)。両者の体積

比は 10 倍以上であった。また、試験機関 8 の装置は送風量(標準～微風)が設定可能であった。

容器は、9 機関がガラス製の蒸発皿、結晶皿またはビーカーを使用していた。このうち、試験機関 1 及び 7 は蒸発皿とビーカーを併用し、試験機関 9 及び 10 はビーカーの上部を切断し結晶皿に近い形状のものを使用していた。一方、試験機関 3 は白金製るつぼを使用していた。

2. 乾燥器内の温度差

各試験機関の乾燥器の送風方式と 105 設定時の乾燥器内の位置による温度差を表 2 にまとめた。また、試験機関 5、7、9 及び 10 の乾燥器内の温度分布の例を図 1 に示した。

乾燥器内の位置ごとの最低温度と最高温度の差は、強制送風方式では 0.7～5.3 であったのに対し、自然対流方式では 4.3～7.6 と、全体的に温度差が大きかった。この傾向は取扱説明書等に記載の温度分布の範囲とも一致した。また、試験機関 8 では標準と微風の 2 種類の風量設定で温度差を調べた。その結果、標準設定では温度差が 1.5 であったのに対し、微風設定では 4.6 と差が大きくなった。以上より、乾燥器内の空気を強制循環させる強制送風方式の方が位置による温度差は少ないことが確認された。

表 2 . 乾燥器の送風方式と温度差

送風方式	試験機関	温度分布*	位置ごとの 最低温度 ()	位置ごとの 最高温度 ()	最低温度と 最高温度の差 ()
強制送風	1	±2.5 (210)	103.1	105.6	2.5
	3	±4 (250)	103.2	108.5	5.3
	7	±2.5 (210)	103.7	104.4	0.7
	8	±0.5 (100) ±1.5 (200)	(標準設定時) 105.5 (微風設定時) 100.9	(標準設定時) 107.0 (微風設定時) 105.5	(標準設定時) 1.5 (微風設定時) 4.6
	9	±2.5 (210)	103.1	104.3	1.2
自然対流	2	±10 (300)	102.2	109.8	7.6
	4	±7 (270)	102.3	106.6	4.3
	5	±8 (300)	103.5	110.1	6.6
	6	±10 (250)	103.4	108.2	4.8
	10	±8 (260)	100.5	107.4	6.9

* : 取扱説明書等に記載の温度分布

機関7 (強制送風)

104.0	104.4	104.0	104.4
103.7	104.0	104.2	104.3
103.9	103.9	104.2	103.9
			開

手前

機関9 (強制送風)

103.7	103.8	103.1
103.3	103.5	103.5
103.3	104.3	103.7
		開

手前

機関5 (自然対流)

110.1	109.2	107.3
106.5	106.1	105.2
103.5	105.8	105.1
		開

手前

機関10 (自然対流)

107.4	105.5	107.4
102.4	102.9	103.9
101.8	100.5	102.2
		開

手前

図1 . 乾燥器内の温度分布の例

3 . 試験対象物質の選択

前報において、蒸発残留物試験の公定法と公定法変法の規格試験法としての適用性を検証したところ、揮散しにくい成分(塩化ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム塩、ペンタエリトリール、炭酸カルシウム、ゴム手袋抽出液、ナイロン抽出液、シリコーンオイル及びエポキシ化大豆油)の場合は、規格試験法として十分な性能を示した。しかし、揮散または変化しやすい成分(酸化亜鉛、BPA、クエン酸トリブチル及びラップフィルム抽出物)の場合は、蒸発残留物量にばらつきが生じてしまい十分な性能が得られない可能性が示唆された。そこで今回の共同試験では、試験対象物質として、揮散しにく

い成分であるシリコーンオイル、揮散または変化しやすい成分であるBPAとATBC(前報におけるラップフィルム抽出物の主成分)を選択した。その他、合成樹脂の可塑剤等として使用され、105 で揮散または変化する可能性があるDEHTPとDBSを加え、合計5種類で試験を行った。

4 . 試験対象物質の添加量

共同試験を行うためには、事前に既知重量の試験対象物質を添加した容器を準備する必要がある。前報において、蒸発残留物試験に供する浸出用液量はいずれの試験機関でも200 mLとしていた。浸出用液200 mLで蒸発残留物試験を行う場合、規格値の30 µg/mL

は重量として 6 mg に相当する。従って、共同試験 1 及び 2 で使用する容器への試験対象物質の添加量は規格値相当の 6 mg とした。そこで、600 µg/mL のアセトン溶液 10 mL を重量既知の容器に添加し、その後自然乾燥により溶媒のアセトンを除去した。さらに、デシケーター内で 1 時間～1 晩静置したのち容器の重量を測定し、5.5～6.5 mg の試験対象物質が残留しているものについて次の 105 で 2 時間の乾燥操作を行った。

5 . 残存率の下限値

前報において、蒸発残留物試験の定量下限値は大部分の試験機関が 5 µg/mL としていた。この定量下限値は、蒸発残留物試験に供する浸出用液量を 200 mL とした場合、蒸発乾固操作前後の重量差の定量下限値を 1 mg に設定して試験を実施することを意味する。前述のように、共同試験で使用する容器に添加する試験対象物質量を 5.5～6.5 mg としたことから、重量差の定量下限値 1 mg は残存率 15.4～18.2% に相当する。従って、本試験の残存率の下限値は 6 mg に相当する 17% とした。ただし、実際には 0.1 mg まで重量測定しているため、本報告では残存率 17% 未満の数値も参考値として括弧内に表記し、その際の標準偏差も示すことにした。なお、蒸発乾固操作前後の重量差がマイナスとなった場合は重量差 0 mg として扱った。

6 . 共同試験 1 の結果

乾燥器内の温度が異なる位置で乾燥を行う

共同試験 1 の結果を表 3 に示した。

乾燥器内の位置による平均残存率は、強制送風方式ではシリコンオイルが 93.2～100.5%、DEHTP が 72.4～94.3%、BPA が 78.0～94.9%、ATBC が 22.6～57.1%、DBS が <17～40.3%、自然対流方式ではシリコンオイルが 93.7～103.6%、DEHTP が 92.9～103.7%、BPA が 90.9～101.6%、ATBC が 56.3～81.5%、DBS が 30.8～57.0% であった。

シリコンオイル、DEHTP 及び BPA の残存率はいずれも 70% 以上であり、標準偏差も 10% 以下と良好であった。一方、ATBC 及び DBS では全体的に残存率が低く、ばらつきも大きかった。その要因として、ATBC 及び DBS の沸点が約 180 及び 200 と他に比べて低く、105 2 時間の乾燥操作の過程で揮散しやすいためと推察された。この傾向は自然対流方式より強制送風方式で顕著であり、また試験機関によって差が大きいことが分かった。

さらに、乾燥器内の位置による温度差が試験結果に影響を及ぼす可能性を検証するため、強制送風方式と自然対流方式別に乾燥器内の位置ごとの温度と残存率の関係を調べた。その結果、図 2 に示したように、送風方式にかかわらずいずれの試験対象物質においても位置ごとの温度と残存率には相関関係は認められなかった。

乾燥器内の温度差が大きい自然対流方式の乾燥器においても、乾燥器内の温度は概ね 105 ±5 の範囲内であったことから、この程度の温度差では残存率の低下やばらつきに影響を及ぼす可能性は低いことが確認された。

表3．共同試験1の結果

試験機関	1		3		7		8		9		2		4		5		6		10	
	蒸発皿		るつば		蒸発皿		結晶皿		ビーカー*		結晶皿		蒸発皿		蒸発皿		蒸発皿		ビーカー*	
乾燥器の送風方式	強制送風																			
容器	自然対流																			
試験数	n=12		n=16		n=12		n=12		n=9		n=16		n=12		n=9		n=16		n=9	
シリコーン	100.0		99.6		98.5		93.2		100.5		98.4		103.6		93.7		96.3		101.1	
オイル	1.9		3.3		1.9		2.6		2.0		0.8		4.3		2.7		1.6		1.5	
DEHTP	93.7		76.6		94.3		72.4		85.7		95.3		103.7		98.1		98.4		92.9	
BPA	2.6		6.3		2.7		2.9		5.1		1.6		4.8		2.2		4.2		6.0	
ATBC	89.1		87.1		94.9		78.0		82.5		98.1		101.6		96.6		90.9		94.9	
DBS	2.1		6.4		2.7		9.9		3.4		0.9		3.2		2.7		3.7		4.7	
	57.1		22.6		56.5		45.2		32.3		60.4		72.0		81.5		60.9		56.3	
	21.0		9.9		9.4		28.7		9.9		8.6		13.0		6.4		6.9		19.9	
	22.9		18.9		40.3		<17 (1.0)		<17 (14.6)		43.4		40.8		57.0		55.4		30.8	
	11.7		9.7		11.4		(1.8)		(6.8)		14.1		13.6		11.1		11.3		18.9	

*：ビーカーの上部を切断したもので、形状は結晶皿に近い

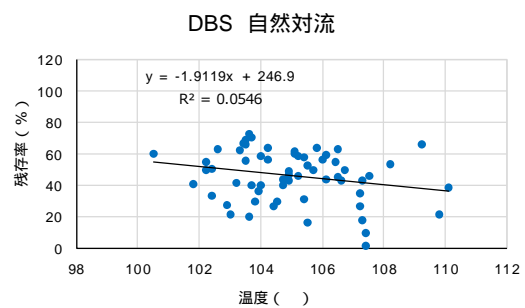
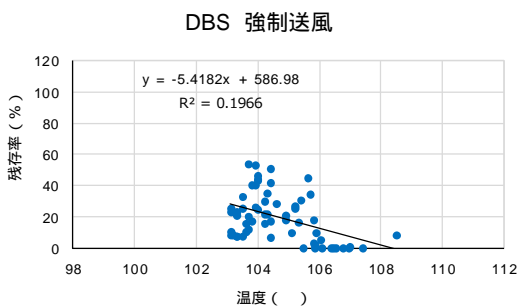
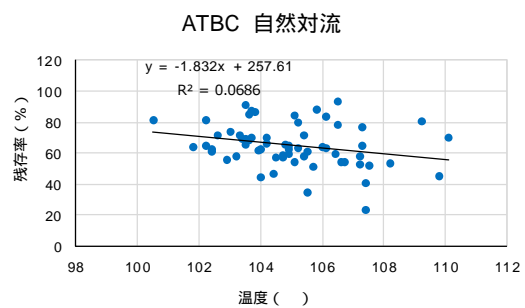
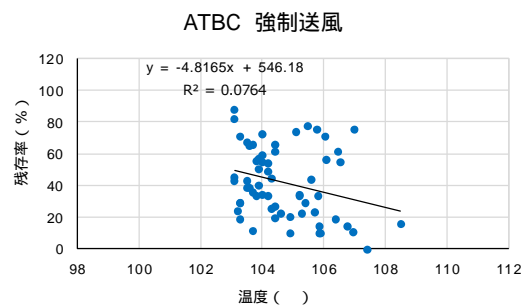
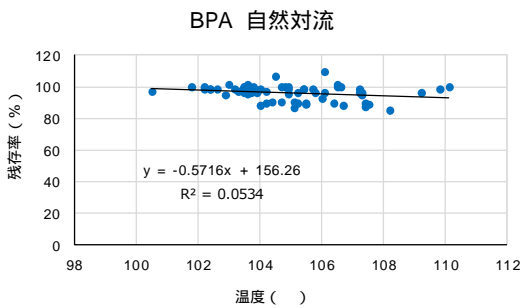
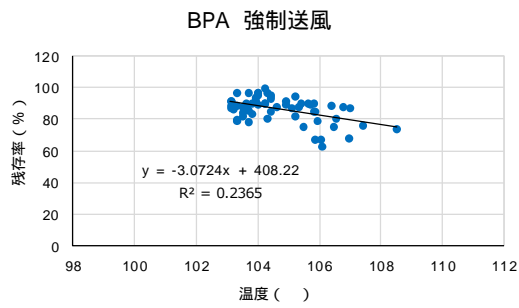
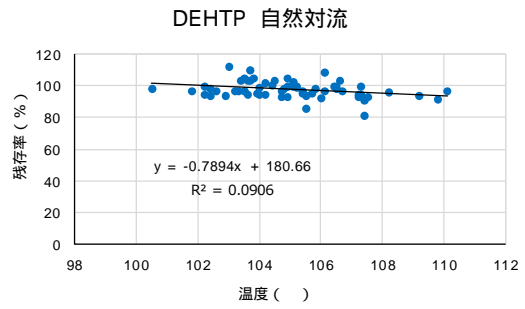
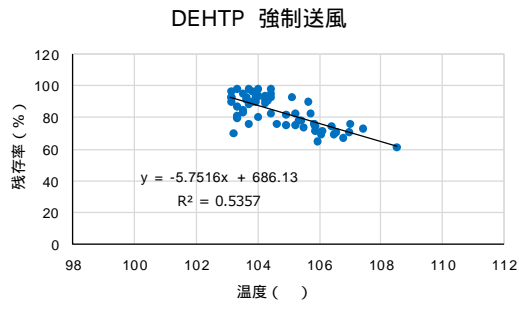
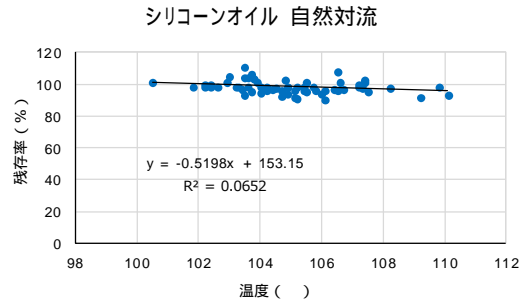
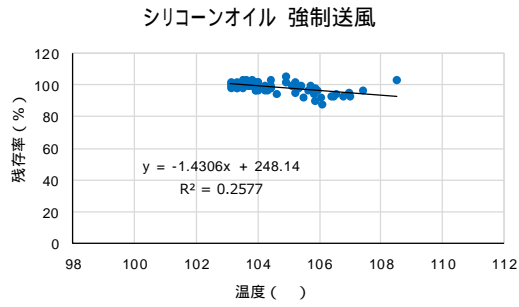


図2. 乾燥器内の位置ごとの温度と残存率の関係

7. 共同試験2の結果

次に、乾燥器内の実温度が 105 となる位置で乾燥を行う共同試験2を実施した。その結果を表4に示した。

平均残存率は、強制送風方式ではシリコンオイルが 92.3~98.4%、DEHTP が 86.0~96.0%、BPA が 78.8~94.9%、ATBC が 24.5~59.9%、DBS が<17~44.7%、自然対流方式ではシリコンオイルが 96.8~105.0%、DEHTP が 90.6~102.2%、BPA が 85.8~101.1%、ATBC が 38.3~76.7%、DBS が 17.5~69.0%であった。

この結果は共同試験1と比較して大きな違いはなかった。また、各乾燥器の残存率のばらつきについても顕著な改善は認められず、反対にばらつきが大きくなる場合もみられた。

以上の結果から、厳密に乾燥器内の温度管理を行っても残存率の低下やばらつきにはあまり影響を及ぼさないことが判明した。

8. 送風量及び容器の比較

共同試験1及び2の結果から、残存率のばらつきの原因は、乾燥器内の位置による温度のばらつきよりも送風方式の方が大きく影響していることが示唆された。また、容器の影響についても懸念された。そこで、揮散しやすいATBC及びDBSを用いて送風量や容器の形状の違いによる残存率のばらつきを調べた(表5)。試験方法は共同試験1と同様の操作

手順で行った。

試験機関8では乾燥器の送風量を標準設定と微風設定に変化できることから、送風量による残存率の増減を検証した。その結果、両物質とも微風の方が高い残存率を示した。また、標準偏差については、残存率が17%未満となったDBSでは比較できなかったが、ATBCではばらつきが改善された。このことから、器内の送風量が大きいと容器中の試験対象物質に風が強くあたることで物質の揮散が促進され、残留量が減少することが示唆された。

すなわち、共同試験1及び2で確認されたように、強制送風方式よりも自然対流方式の方が残存率は高く、ばらつきも少なくなることが裏付けられた。

また、試験機関1及び7において蒸発皿とビーカーの容器の違いによる残存率を調べたところ、ビーカーを用いると両物質ともに残存率が高くなり、ATBCではばらつきも改善された。試験機関1及び7の容器の高さは蒸発皿の場合は3.5及び3.6cm、ビーカーの場合は6.0及び5.8cmであり、ビーカーでは容器内の物質に直接風があたりにくかったため、物質の揮散が抑制されたと考えられた。すなわち、強制送風方式では、深めの容器の方が試験対象物質に直接風があたりず、残存率やばらつきが改善されることが判明した。

表4．共同試験2の結果

試験機関	1	3	7	8	9	2	4	5	6	10	
	強制送風方式					自然対流方式					
乾燥器の送風方式	強制送風方式					自然対流方式					
容器	蒸発皿	るつぼ	蒸発皿	結晶皿	ビーカー*	結晶皿	蒸発皿	蒸発皿	蒸発皿	ビーカー*	
シリコン	平均残存率(%)	97.7	95.5	98.4	95.4	92.3	100.0	101.1	105.0	100.1	96.8
オイル	標準偏差(%)	2.6	3.4	2.7	0.9	0.9	0.0	1.0	1.7	0.7	2.7
DEHTP	平均残存率(%)	93.8	86.0	96.0	87.3	86.8	97.8	100.0	102.2	98.5	90.6
	標準偏差(%)	3.9	2.1	0.9	13.2	0.4	1.0	3.0	1.0	1.7	6.7
BPA	平均残存率(%)	89.5	94.9	94.9	78.8	84.4	96.1	100.6	101.1	93.1	85.8
	標準偏差(%)	1.0	0.1	3.3	8.7	5.9	0.9	2.0	1.0	1.7	0.9
ATBC	平均残存率(%)	48.9	24.5	59.9	39.8	37.3	76.3	56.6	76.7	70.5	38.3
	標準偏差(%)	1.9	7.6	4.2	33.5	7.3	3.6	13.9	2.1	3.7	6.3
DBS	平均残存率(%)	33.7	<17 (10.6)	44.7	<17 (7.4)	<17 (9.5)	47.8	34.1	69.0	51.4	17.5
	標準偏差(%)	7.9	(10.8)	5.3	(9.5)	(3.6)	4.1	12.7	1.7	11.9	6.4

* : ビーカーの上部を切断したもので、形状は結晶皿に近い

表5 . 送風量及び容器形状の比較

試験機関		8		1		7	
乾燥器の送風方式		強制送風方式 (標準) (微風)		強制送風方式		強制送風方式	
容器		結晶皿		蒸発皿	ビーカー	蒸発皿	ビーカー
ATBC	平均残存率 (%)	45.2	69.3	57.1	72.0	56.5	76.5
	標準偏差 (%)	28.7	21.5	21.0	10.1	9.4	6.5
DBS	平均残存率 (%)	<17 (1.0)	24.6	22.9	36.0	40.3	62.5
	標準偏差 (%)	(1.8)	11.4	11.7	10.2	11.4	11.9

いずれもn=12

D . 結論

蒸発残留物試験における蒸発乾固後の乾燥操作が試験結果に与える影響について検討するため、10機関が参加した共同試験を行った。その結果、105 に設定した各試験機関の乾燥器内の位置による温度差は自然対流方式より強制送風方式の方が少ない傾向にあった。しかし、105 において揮散の程度が異なる5種類の可塑剤等を試験対象物質として105 で2時間の乾燥操作後の残存率を調べたところ、揮散しやすい物質では、残存率及びそのばらつきは試験機関による差が大きく、しかもその傾向は乾燥器が自然対流方式より強制送風方式の場合に顕著であった。その傾向は、容器の位置を乾燥器内の105 となる位置に限定して検討しても同様であった。また、乾燥器内の温度と残存率に相関はみられなかった。すなわち、乾燥器内の温度が概ね105 ±5 の範囲内であれば、残存率の低下やばらつきに影響を及ぼす可能性は低いと考えられた。

また、送風量及び容器の形状について影響を調べたところ、送風量が少なく、容器の高さは高い方が残存率は高くなる傾向があった。これにより、容器内の残留物に風があたることによって揮散量が増加することが示唆された。

揮散または変化しやすい成分を多く含む試

験溶液の場合でも蒸発残留物のばらつきを最大限に抑えて規格試験法として十分な性能を得るためには、自然対流式の乾燥器を用いるか、強制送風式の場合は風が直接試験対象物にあたらないように、深めの容器を用いたり、ガラス板等で風をさえぎることが有効と考えられた。

E . 参考文献

- 1) 厚生労働省告示第 201 号、食品、添加物等の規格基準 (昭和 34 年厚生省告示第 370 号) の一部改正 (平成 18 年 3 月 31 日)
- 2) 河村葉子、器具・容器包装の規格基準とその試験法 (ISBN4-8058-2663-0)、中央法規、p 34-36 (2006)
- 3) 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 食品用器具・容器包装等に含有される化学物質の分析に関する研究 総括・分析研究報告書、p 15-55 (2016)
- 4) 大野浩之ら、器具・容器包装における蒸発残留物試験の試験室間共同試験 (第 1 報)、食衛誌、59、55-63 (2018)
- 5) 大野浩之ら、器具・容器包装における蒸発残留物試験の試験室間共同試験 (第 2 報)、食衛誌、59、64-71 (2018)