

<別添>

平成 29 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・容器包装等を使用される化学物質に関する研究」

分担研究課題

規格試験法の性能評価に関する研究

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

共同試験手順書

平成 29 年 7 月 24 日

【共同試験 1】

共同試験 1 (乾燥器内全域) を実施し、試験結果に影響を及ぼす要因を検証

(3×3、4×3、3×4 または 4×4 (n=9~16) で試験)

(可能な機関は乾燥器内の場所ごとに温度を測定しておく。)

機関間による差及びばらつきを検証

乾燥器内の場所による差及びばらつきを検証

乾燥器内の場所と温度の相関を検証

(乾燥器内の場所ごとに温度を測定した機関のデータを使用)

【共同試験 2】

共同試験 2 (105 となる位置) を実施し、試験結果の安定化を検証

(105 となる位置 (n=3) で試験)

【乾燥器内の温度測定】

乾燥器内の場所ごとの温度を測定する。3×3、4×3、3×4 または 4×4 (n=9~16)

注意：室温の空容器を入れ、温度が安定した時、または 2 時間後の温度を記録する。

注意：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 (特に自然対流の装置の場合)。温度が安定しない装置では乾燥器内全体に最大個数の容器を置いて行うとよい。

注意：共同試験 1 と 2 では配置する容器の個数が異なり、温度分布が異なる場合がある。共同試験 2 を行う前に、その配置での温度分布を確認しておく。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) を置く。

【乾燥操作】

1. 使用する容器を乾燥器で 105 2 時間加熱し、デシケーター内で 1 晩静置
2. 使用する容器の重量を測定 (W_{s1} 、 W_{b1})
3. 試薬(シリコンオイル、DEHTP、BPA、ATBC、DBS)をアセトンに溶解し(600 µg/mL) その 10 mL を容器に入れる (蒸発残留物 30 µg/mL 相当)

W_b はアセトン 10 mL を入れて同様の操作を行う。

6 の操作で除外されるものが出る可能性があるため、予定の数よりも多めに用意しておく。

4. 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
アセトン臭が無くなったのを確認
5. デシケーター内で 1 時間~1 晩静置
6. 容器の重量を測定 (W_{s2} 、 W_{b2})

の値を求め、5.5~6.5 mg の容器を使用して次の操作を行う。

必要数に満たない場合は、必要数がそろうまで 5. 及び 6. を繰り返す。

7. 乾燥器で 105 2 時間加熱

庫内全体に最大個数の蒸発皿やビーカーを置いて行う。

乾燥器の扉を閉めた段階から 2 時間

扉を閉めた時の表示温度と設定温度に達するまでの時間を記録する。

設定温度に達するまでの時間を記録する。

(設定温度まで達すればよく、その後の安定性は考慮しなくてよい。)

8. デシケーター内で 1 時間 ~ 1 晩静置

9. 蒸発皿の重量を測定 (Ws3、Wb3)

Ws : 試験溶液、Wb : 空試験 (アセトンのみ)

乾燥操作前の残留物量 : $(Ws2 - Ws1) - (Wb2 - Wb1)$ (約 6 mg)

乾燥操作後の残留物量 : $(Ws3 - Ws1) - (Wb3 - Wb1)$

乾燥操作による残留物の減量 : $(Ws2 - Ws3) - (Wb2 - Wb3)$

残存率 : $(\text{乾燥操作後の残留物量}) / (\text{乾燥操作前の残留物量}) \times 100 (\%)$

【温度測定】

(最大個数 30 の乾燥器で、3×3 で試験する場合の配置例)

: 温度測定場所

: 空容器 (ダミー) 必要であれば置く

(室温の容器を共同試験 1 と同じ個数・位置において温度を測定する。)

【共同試験 1】

(最大個数 30 の乾燥器で、3×3 で試験する場合の配置例)

: 試験溶液

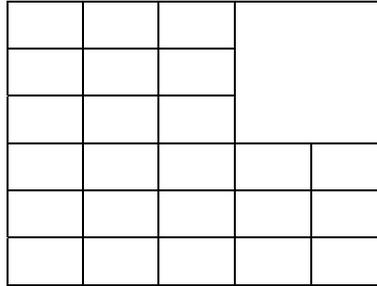
: 空試験 (アセトン)

: 空容器 (ダミー) 必要であれば置く

温度測定と同じ状況 (容器の個数と位置) で行う。

【共同試験 2（容器の場所の温度を再確認）】

（右奥が 105 となる最大個数 30 の乾燥器で試験する場合の配置例）



- : 試験溶液
- : 空試験（アセトン）
- : 空容器（ダミー）必要であれば置く

【報告書の書式】

蒸発残留物試験（温度測定）

【扉が右から開く装置の場合】

奥			
A-1	B-1	C-1	D-1
105.5	●		D-1
A-2	B-2	C-2	D-2
A-3	B-3	C-3	D-3
A-4	B-4	C-4	D-4
			開

手前

【扉が左から開く装置の場合】

奥			
D-1	C-1	B-1	A-1
103.8	●		A-1
D-2	C-2	B-2	A-2
D-3	C-3	B-3	A-3
D-4	C-4	B-4	A-4
開			

扉の位置によりナンバリングが異なるので注意（最奥がA-1となる）

扉の位置によりどちらかを選択し、各セルの緑色部分に温度を記入

3×3で実施した場合は、A-1～3、B-1～3、C-1～3に記入すればよい。

● 空試験の蒸発皿を置いた位置

○ 試験 2 で蒸発皿を置いた位置

試験 2 を実施する前に、このあたりに蒸発皿を4個のみ置いた状態での温度を確認する。

共同試験 1

シリコンオイル

設定温度		初期温度		設定温度に達した時間	分	最初に設定温度に到達した時間を記録	
場所	重量 (g)			重量差 (mg)			残存率 (%)
	Wb1	Wb2	Wb3	Wb2-Wb1	Wb3-Wb1	Wb2-Wb3	
	50.1152	50.1175	50.1163	0.0023	0.0011	0.0012	
	Ws1	Ws2	Ws3				
A-1	51.5864	51.5948	51.5922	6.1	4.7	1.4	77
A-2				-2.3	-1.1	-1.2	48
A-3				-2.3	-1.1	-1.2	48
A-4				-2.3	-1.1	-1.2	48
B-1				-2.3	-1.1	-1.2	48
B-2				-2.3	-1.1	-1.2	48
B-3				-2.3	-1.1	-1.2	48
B-4				-2.3	-1.1	-1.2	48
C-1				-2.3	-1.1	-1.2	48
C-2				-2.3	-1.1	-1.2	48
C-3				-2.3	-1.1	-1.2	48
C-4				-2.3	-1.1	-1.2	48
D-1				-2.3	-1.1	-1.2	48
D-2				-2.3	-1.1	-1.2	48
D-3				-2.3	-1.1	-1.2	48
D-4				-2.3	-1.1	-1.2	48

乾燥操作前の残留物量：(Ws2 - Ws1) - (Wb2 - Wb1) (5.5~6.5 mg)

乾燥操作後の残留物量：(Ws3 - Ws1) - (Wb3 - Wb1)

乾燥操作による残留物の減量：(Ws2 - Ws3) - (Wb2 - Wb3)

残存率：(乾燥操作後の残留物量) / (乾燥操作前の残留物量) × 100 (%)

DEHTP

設定温度		初期温度		設定温度に達した時間	分	最初に設定温度に到達した時間を記録	
場所	重量 (g)			重量差 (mg)			残存率 (%)
	Wb1	Wb2	Wb3	Wb2-Wb1	Wb3-Wb1	Wb2-Wb3	
	50.1152	50.1175	50.1163	0.0023	0.0011	0.0012	
	Ws1	Ws2	Ws3				
A-1	51.5864	51.5948	51.5922	6.1	4.7	1.4	77
A-2				-2.3	-1.1	-1.2	48
A-3				-2.3	-1.1	-1.2	48
A-4				-2.3	-1.1	-1.2	48
B-1				-2.3	-1.1	-1.2	48
B-2				-2.3	-1.1	-1.2	48
B-3				-2.3	-1.1	-1.2	48
B-4				-2.3	-1.1	-1.2	48
C-1				-2.3	-1.1	-1.2	48
C-2				-2.3	-1.1	-1.2	48
C-3				-2.3	-1.1	-1.2	48
C-4				-2.3	-1.1	-1.2	48
D-1				-2.3	-1.1	-1.2	48
D-2				-2.3	-1.1	-1.2	48
D-3				-2.3	-1.1	-1.2	48
D-4				-2.3	-1.1	-1.2	48

乾燥操作前の残留物量：(Ws2 - Ws1) - (Wb2 - Wb1) (5.5~6.5 mg)

乾燥操作後の残留物量：(Ws3 - Ws1) - (Wb3 - Wb1)

乾燥操作による残留物の減量：(Ws2 - Ws3) - (Wb2 - Wb3)

残存率：(乾燥操作後の残留物量) / (乾燥操作前の残留物量) × 100 (%)

共同試験 2

実施前にn=3 (+空試験1) の状態における温度を再測定して確認しておくこと。

シリコンオイル	設定温度	初期温度			設定温度に達した時間			分	最初に設定温度に到達した時間を記録
	空試験	Wb1	Wb2	Wb3	Wb2-Wb1	Wb3-Wb1	Wb2-Wb3	残存率 (%)	
		50.1152	50.1175	50.1163	0.0023	0.0011	0.0012		
	試験溶液	Ws1	Ws2	Ws3					
	1	51.5864	51.5948	51.5922	6.1	4.7	1.4	77	
	2	51.5864	51.5951	51.5941	6.4	6.6	-0.2	103	
	3	51.5864	51.5944	51.5933	5.7	5.8	-0.1	102	
DEHTP	設定温度	初期温度			設定温度に達した時間			分	最初に設定温度に到達した時間を記録
	空試験	Wb1	Wb2	Wb3	Wb2-Wb1	Wb3-Wb1	Wb2-Wb3	残存率 (%)	
					0	0	0		
	試験溶液	Ws1	Ws2	Ws3					
	1				0	0	0	###	
	2				0	0	0	###	
	3				0	0	0	###	
BPA	設定温度	初期温度			設定温度に達した時間			分	最初に設定温度に到達した時間を記録
	空試験	Wb1	Wb2	Wb3	Wb2-Wb1	Wb3-Wb1	Wb2-Wb3	残存率 (%)	
					0	0	0		
	試験溶液	Ws1	Ws2	Ws3					
	1				0	0	0	###	
	2				0	0	0	###	
	3				0	0	0	###	
ATBC	設定温度	初期温度			設定温度に達した時間			分	最初に設定温度に到達した時間を記録
	空試験	Wb1	Wb2	Wb3	Wb2-Wb1	Wb3-Wb1	Wb2-Wb3	残存率 (%)	
					0	0	0		
	試験溶液	Ws1	Ws2	Ws3					
	1				0	0	0	###	
	2				0	0	0	###	
	3				0	0	0	###	
DBS	設定温度	初期温度			設定温度に達した時間			分	最初に設定温度に到達した時間を記録
	空試験	Wb1	Wb2	Wb3	Wb2-Wb1	Wb3-Wb1	Wb2-Wb3	残存率 (%)	
					0	0	0		
	試験溶液	Ws1	Ws2	Ws3					
	1				0	0	0	###	
	2				0	0	0	###	
	3				0	0	0	###	

乾燥操作前の残留物量：(Ws2 - Ws1) - (Wb2 - Wb1) (5.5~6.5 mg)

乾燥操作後の残留物量：(Ws3 - Ws1) - (Wb3 - Wb1)

乾燥操作による残留物の減量：(Ws2 - Ws3) - (Wb2 - Wb3)

残存率：(乾燥操作後の残留物量) / (乾燥操作前の残留物量) × 100 (%)