

令和2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）

食品衛生検査施設等の検査の信頼性確保に関する研究

研究分担報告書

外部精度管理調査プログラム用適正試料の改善と開発に関する研究
－器具・容器包装の原材料の材料別規格に関する調査試料作製検討(2)－

| | | | |
|-------|-------|----------------------|-----|
| 研究代表者 | 渡辺 卓穂 | (一財) 食品薬品安全センター秦野研究所 | 部長 |
| 研究分担者 | 渡辺 卓穂 | (一財) 食品薬品安全センター秦野研究所 | 部長 |
| 研究協力者 | 高坂 典子 | (一財) 食品薬品安全センター秦野研究所 | 室長 |
| | 平林 尚之 | (一財) 食品薬品安全センター秦野研究所 | 研究員 |
| | 八木 真美 | (一財) 食品薬品安全センター秦野研究所 | 研究員 |
| | 久保田佳子 | (一財) 食品薬品安全センター秦野研究所 | 研究員 |
| | 西垣 嘉人 | (一財) 食品薬品安全センター秦野研究所 | 研究員 |
| | 池田 真季 | (一財) 食品薬品安全センター秦野研究所 | 研究員 |

研究要旨

食品衛生法第4条6項に、食品衛生とは、食品、添加物、器具及び容器包装を対象とする飲食に関する衛生をいうと定義されており、器具・容器包装は食品衛生の3本柱の1つと言える。これまでは、この食品衛生法第7条1項及び第10条の規定に基づき制定される「食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号）」で定める食品中の残留農薬基準や添加物の使用（残留）基準を参考に外部精度管理調査のための実施プログラムを検討してきた。今回初めて「器具・容器包装」を対象に新たな外部精度管理調査プログラムの実施を試みるべく調査試料作製の基礎的検討を開始した。

まず、食品衛生法において個別規格があるプラスチックの材質ポリマーについて、作製上の必要要件である有機溶媒への溶解性を検討した。その結果、ポリスチレン、ABS及びASのペレットが溶解する溶媒が明らかとなり、今年度はポリスチレンペレットを試料基材とし、試験対象物質をカドミウム及び鉛として、溶解溶媒にジクロロメタンを用いて、作製検討を行った。添加に用いる標準品は有機溶媒に溶解するSPEX製カドミウム及び鉛（いずれも5000 µg/g、Base Oil 75）を用いた。ポリマー質量に対して10倍容量のジクロロメタンに、この標準品を添加して均質な溶液を調製し、これにポリマーを添加し、混合して十分にポリマーを溶解した（ポリマー溶液）。これをシート作製容器に流し入れ、垂平に保ちながらジクロロメタンを自然乾燥にて揮発し、シート状の試料を得て、これらのカドミウム及び鉛含量を測定し、理論作製濃度（50 µg/g）への回収率及び均質性を確認した。1シートを20分画しそれぞれの分画についてn=1でカドミウム及び鉛を測定した結果、いずれも理論値に対して94.1～102.7%の回収率が得られた。またこのときの相対標準偏差

(n=20) はカドミウム及び鉛のいずれにおいても 5%以下であり、シート内のカドミウム及び鉛の均質性も良好であった。しかしながら、ポリマーの溶解溶媒に用いたジクロロメタンがポリマー質量当たり約 1~3%残存する可能性が明らかとなった。また、ジクロロメタンの残留量は、カドミウム及び鉛の濃度に影響する可能性が示唆され、本作製法においてはジクロロメタン残留量の管理及び除去法の検討が必要であると考えられた。

A. 研究目的

厚生省告示第370号で規定される器具及び容器包装に関する規格基準には、「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」、「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」、「E 器具又は容器包装の用途別規格」及び「F 器具及び容器包装の製造基準」があり、この中でも「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」の合成樹脂製器具・容器包装の全合成樹脂に共通して規定される材質試験としてのカドミウム及び鉛の規格に着目して、当該基準の外部精度管理調査プログラム用調査試料の作製を検討した。

B. 方法

1. 試料基材、器材、試薬及び標準品

各ポリマーの有機溶媒への溶解性の検討用試料基材に、PET 樹脂製品として、PET DISPOSABLE RESERVOIR (アズワン) 及び NYTAL SEFAR、発泡スチロール (以下、発泡 PS) 製品として、食品用トレイ及び発泡ビーズ (金鶏)、ポリスチレン (以下、PS) ペレットとして PSJ-ポリスチレン (PS ジャパン)、ABS ペレットとしてデンカ ABS、AS ペレットとして STYLAC™-AS、ポリプロピレン (以下、PP) ペレット及びポリエチレン (以下、PE) ペレットを用いた。

調査試料作製用器材に、ディスポトレイ DT-3 (以下、トレイ大、PP 製、200×140×25 mm、内容量 約 700 mL、アズワン) 及びディスポトレイ DT-1 (以下、トレイ小、PP 製、100×70×13 mm、内容量 約 100 mL、アズワン) を用いた。

試料基材溶解検討用溶媒 (以下、溶解溶媒) として、フェノール (試薬特級、富士フィルム和光純薬)、1,1,2,2-テトラクロロエタン (試薬特級、富士フィルム和光純薬)、1,2-ジクロロベンゼン (東京化成工業)、*o*-クロロフェノール (鹿 1 級、関東化学)、ジクロロ酢酸 (鹿特級、関東化学)、ヘキサン (試薬特級、富士フィルム和光純薬)、アセトン (試薬特級、富士フィルム和光純薬)、テトラヒドロフラン (試薬特級、富士フィルム和光純薬)、ジクロロメタン (試薬特級、富士フィルム和光純薬)、メチルシクロヘキサン (和光特級、富士フィルム和光純薬)、2,2,4-トリメチルペンタン (試薬特級、富士フィルム和光純薬)、ヘプタン (試薬特級、富士フィルム和光純薬)、キシレン (和光特級、富士フィルム和光純薬)、酢酸ブチル (試薬特級、富士フィルム和光純薬)、クロロホルム (試薬特級、富士フィルム和光純薬)、シクロヘキサン (和光特級、富士フィルム和光純薬)、トルエン (試薬特級、富士フィルム和光純薬)、4-メチル-2-ペンタノン (以下、

メチルイソブチルケトン、原子吸光分析用、富士フイルム和光純薬) 及び 2-ブタノン (以下、メチルエチルケトン、試薬特級、富士フイルム和光純薬) を用いた。

ポリマーに添加する標準品として、カドミウムは 5000 µg/g Cadmium (Base Oil 75、SPEX CertiPrep)、鉛は 5000 µg/g Lead (Base Oil 75、SPEX CertiPrep) を用いた。

各元素の濃度測定における標準品として、カドミウム標準液及び鉛標準液 (いずれも 1000 mg/L、化学分析用、関東化学) を用いた。

各元素の濃度測定試薬として、注射用水 (日本薬局方、光製薬)、硝酸 1.38 (以下、硝酸、有害金属測定用、関東化学)、塩酸 (有害金属測定用、関東化学) 及び硫酸 (有害金属測定用、関東化学) を用いた。

2. 使用機器及び測定条件

調査試料作製用機器として、Fisher Scientific 製 マグネチックスターラー (Isotemp) を用いた。

試料溶液の調製には、アズワン製セラミックホットプレート (以下、ホットプレート、CHP-250AF) 及びデンケン製マッフル炉 (以下、電気炉、KDF S100型) を用いた。

試料溶液中のカドミウム及び鉛の測定は、島津製作所製原子吸光分光光度計 (島津 AA7000) を用いた。

原子吸光分光光度法測定条件を以下に示す。

原子化方式：フレイム方式

使用ガス：可燃性ガス (アセチレン)

支燃性ガス (空気)

ランプ：カドミウム中空陰極ランプ
鉛中空陰極ランプ

波長：228.8 nm (カドミウム)

283.3 nm (鉛)

点灯モード：BGC-D2法

スリット幅：0.7 nm

秤量には、メトラー・トレド製電子天秤 (PR803) を用いた。

3. 作製条件の検討

1) 試料基材及び溶解溶媒の選定

各ポリマーの有機溶媒への溶解性の検討を以下のとおりに行った。

各溶解溶媒 1 mL に対し細切した各ポリマー 0.1 g を加え、室温にて静置し時々攪拌、または 65°C の水浴中に浸漬し時々攪拌し、ポリマーの溶解状態の観察を行った。更に溶解したポリマーについて、10 倍容量の溶解溶媒を添加してポリマーを溶解し、十分に混合した溶液 (以下、ポリマー溶液) を調製後、トレー小に適量を分注し、アルミ箔で蓋をして溶解溶媒を自然乾燥にて揮発し、成形したシートの状態について観察した。

2) ポリマー溶液調製 (ポリマー含量) の検討

溶解したポリマーと溶解溶媒の組み合わせ (PSペレットとジクロロメタン) について、ポリマー質量に対する溶解溶媒量を検討した。

ポリマー溶液の調製におけるポリマー含量を約 5、10、15、20w/v% として、溶解性および成形性について目視観察した。

3) 作製容器へのポリマー溶液分注量の検討

シート作製時のポリマー溶液の分注量

について、作製したシートの状態を観察した。

ポリマー溶液を50、100、200、300、500 gずつトレー大に分注し、成形性について目視観察した。

4) シート内の均質性評価

トレー大及びトレー小に、カドミウム及び鉛がポリマー質量当たり50 µg/g（溶媒が完全に除去された場合に調査試料に期待される濃度、以下、理論作製濃度50 µg/g）となるように調製したポリマー溶液を、トレー大に200 g、トレー小に50 g分注し、溶解溶媒を自然乾燥にて揮発後、シートの状態を観察し、カドミウム及び鉛の濃度を測定した。

試験方法については、5.1)の方法を用いた。

5) 溶解溶媒除去条件の検討

ポリマー溶液をシート作製容器に分注し、目視にてシート成形を確認後、ドライヤー、ウィンディオーブン、電子レンジ、ホットプレート、真空乾燥器及びデシケータ（シリカゲル）を用いて乾燥した後、シートの質量を秤量し、溶解溶媒が除去できる方法について検討した。

6) ジクロロメタン含量とカドミウム及び鉛含量の測定

シート状に成形した調査試料について厚みが異なる部位（約1 mm及び約0.5 mm）を採取し、ジクロロメタン（残留溶媒）含量とカドミウム及び鉛の含量を測定した。なお、ジクロロメタン含量、カドミウム及び鉛含量の測定については、食品衛生法上の登録検査機関に外部委託した。

4. 調査試料の作製

作製法の概略を図1に示す。

試料基材のポリマー質量に対して10倍容量の溶解溶媒をとり、これにカドミウム及び鉛標準液を添加し、均質な標準溶液添加溶解溶媒を調製した。これにポリマーを添加し、溶解して均質なポリマー溶液を調製した。シート作製容器（トレー大）に分注し、溶解溶媒を自然乾燥により揮発し、シート状の調査試料を作製した（理論作製濃度50 µg/g）。

5. 調査試料の品質評価

1) 調査試料のカドミウム及び鉛濃度測定

試験は、「食品衛生検査指針 理化学編 2015 第11章 器具・容器包装 試験法 D 金属試験法 3. カドミウム及び鉛 (1) 公定法（材質試験）に準拠した。

試料0.5 gを石英製のつぼに採取し、硫酸2 mLを加え、徐々に加熱し、さらに硫酸の白煙がほとんど出なくなり大部分が炭化するまで加熱した（ホットプレート）。これを450°Cで5時間、電気炉にて加熱し、灰化し、得られた残渣に塩酸（1+1）5 mLを加えて混和後、加熱し、緩やかに乾固した（ホットプレート）。冷後、0.1 mol/L硝酸を適量添加し、溶解後、更に0.1 mol/L硝酸を用いてろ過（No.6）しながら20 mLとし、鉛測定溶液とした。鉛測定溶液を2 mLとり、0.1 mol/L硝酸を加えて10 mLとし、カドミウム測定溶液とし、2.に示す測定条件で原子吸光分光光度計により測定を行った。

別に、添加標準溶液を適宜採取し、測定溶液の調製と同様に操作し、添加標準溶液測定溶液とし、試料測定溶液と同様

に測定した。

2) 調査試料の均質性評価

理論作製濃度50 µg/gとなるように調製したポリマー溶液を用いてシートを作製した(約200×140 mm)。

調査試料の配付形態を想定し、得られたシートの周囲は採用しないため切り取り、切り取り後のシートを20分画し、各分画を各々細切均質化し、各分画n=1で測定を行い、n=20のばらつきについて評価した。

(倫理面への配慮)

特定化学物質(第2類分類)の使用に際し、使用者への暴露、発散及び漏洩の防止に努めた。

C. D. 研究結果および考察

1. 作製条件の検討

1) 試料基材及び溶解溶媒の選定

結果を表1に示す。

試料基材として、9種類のポリマー及び溶解溶媒として19種類の有機溶媒について検討した。

PET樹脂については、使用した製品により溶解性が異なる結果となった。フェノール系ハロゲン溶媒との混液に対し、DISPOSABLE RESERVOIR製のポリマーでは溶解が可能であったが、NYTAL SEFAR製のポリマーではほとんどの溶解溶媒に溶解しなかった。また、溶解溶媒によりシート成形後の状態が不良または成形状態が良好であっても溶媒臭が残り、使用に不適切であると考えられた。

異なるメーカーの製品を用いた発泡PSは、いずれもシート成形の際に内包され

ていた気泡が発生し、表面がまだら状になったため仕上がりに問題があった。

PSペレット、ABSペレット及びASペレットについては、溶解条件が明らかとなった。

PPペレット及びPEペレットについては、検討した条件ではポリマー溶解は不可であり、更なる有機溶媒や溶解温度等の検討が必要であることが考えられた。

以上の結果より、今年度は試料基材としてPSペレットを、溶解溶媒としてジクロロメタンを用いて調査試料作製検討を行った。

2) ポリマー溶液調製(ポリマー含量)の検討

まず、溶解溶媒に対してポリマー質量の割合が約5、10、15、20w/v%となるポリマー溶液を調製し、トレー大に分注し、自然乾燥による溶媒揮発後のシート成形の状態を観察した。その結果、5w/v%は揮発する溶媒量が多く成形に時間を要すること、また調査試料としての配付量を確保するためにはシート作製容器に分注する量が多くなること、更に15~20w/v%はポリマーの溶解に時間を要する上に溶媒が揮発しにくいことなどから、10w/v%が最も良好であると考えられた。

3) 作製容器へのポリマー溶液分注量の検討

ポリマー質量に対して10倍容量の溶解溶媒を添加してポリマーを溶解したポリマー溶液について、シート作製容器にてトレー大を用いて分注量を検討することとした。

トレー大にポリマー溶液を50、100、200、300、500 gずつ分注し、自然乾燥に

よる溶媒揮発後のシート成形の状態を観察した結果、100 g及び200 gの分注が良好であった。調査試料としての配付量を確保することを考慮し、200 gの分注（ポリマー質量 20 g）とした。

4) シート内の均質性評価

結果を表2に示す。

トレー大に分注して得られたシート2枚につき各々3分画（a～c）し、各分画を各々細切均質化し、各n=1で測定を行った。各シートにおける3分画についてのばらつきはいずれも5%以下であり、シート内のカドミウム及び鉛濃度はおおよそ均質であると考えられた。トレー小に分注して得られたシート3枚についてシートの状態を観察したところ、3枚ともシートが厚い部分（約1 mm）と薄い部分（約0.5 mm）が生じていた。そこで、各シートを各々厚い部分と薄い部分に切り分け、各部分を各々細切均質化し、各n=1で測定を行った。その結果、カドミウム及び鉛濃度はいずれも、シートが厚い部分の回収率が薄い部分と比較して低い結果であった。

シートの厚みの差により、回収率に影響が生じることが考えられたため、トレー大にポリマー溶液を分注し、故意に厚い部分と薄い部分が生じるようにシートを作製した。得られたシートについて厚い部分と薄い部分に切り分け、各々細切均質化し、各n=3で測定を行った。その結果、カドミウム及び鉛濃度はいずれも、シートが厚い部分の回収率が薄い部分と比較して低い結果であった。シートを自然乾燥して溶媒を揮発する際に、薄い部分と厚い部分では乾燥の程度に差があり、厚い部分には溶解溶媒が残存しているた

め、実質採取した試料量が少なくなり、回収率の低下の要因となったと考えられた。これらの結果より、溶解溶媒の除去が重要であると考えられた。

なお、いずれの測定においても、標準品につき同様に調製を行った溶液の濃度に対する回収率（%）としての評価を行った。

5) 溶解溶媒除去条件の検討

結果を図2に示す。

目視にてシート成形を確認し、ドライヤー、ウィンディオープン、電子レンジ及びホットプレートを用いて加温乾燥したところ、いずれも質量は変化なし、または増加した。原因の詳細は不明であるが、加温による処理は効果が認められなかった。この結果より、常温における処理方法について検討した。まず、真空乾燥器で5時間真空乾燥（常温）した結果、顕著な効果は認められなかった。次に、デシケータ（シリカゲル）内静置による効果について評価した。成形後のシート質量と成形後のシート質量理論値（20 g）の差をジクロロメタン残留量（以下、残留溶媒量）と仮定し、この成形後のシート質量変化を測定した。ドラフト内からデシケータ（シリカゲル）内へ移設し、残留溶媒量の変化を評価したところ、急激に残留溶媒量が減少し、デシケータ（シリカゲル）内放置の効果が確認できた。残留溶媒量の限度値は、ジクロロメタンの残留溶媒としての限度値である600 ppm（参考：第17改正日本薬局方、2.46残留溶媒）より、シート質量理論値20 gに対して0.012 gとなる（ $20 \text{ g} \times 0.06\%$ ）。デシケータ（シリカゲル）内で約1か月間放置し

たが、シート質量理論値20 gに対しては残留溶媒量約0.2 gでほぼ一定となった。この時点で溶解溶媒除去は限界に達したと考え、シート成形後デシケータ（シリカゲル）内で約1か月放置後の調査試料について均質性の評価を行うこととした。

6) ジクロロメタン含量とカドミウム及び鉛含量の測定

結果を表3に示す。

ジクロロメタン含量は、シートが厚い約1 mmの3部位について各n=2で測定した結果は2.19～3.41%、またシートが薄い約0.5 mmの2部位について各n=2で測定した結果は1.29～2.45%であり、シートが厚い試験部位の方が薄い試験部位よりジクロロメタン含量が高い傾向であった。

一方、カドミウム含量は、シートが厚い約1 mmの3部位について各n=2で測定した結果は44～47 µg/g、またシートが薄い約0.5 mmの2部位について各n=2で測定した結果は40～57 µg/gであった。シートが薄い1部位についてはn=2の結果が他の2併行と比較してばらつきが大きい結果となったが、シートが薄い試験部位の方が厚い試験部位よりもカドミウム含量が高い傾向であった。

鉛含量については、シートが厚い約1 mmの3部位について各n=2で測定した結果は43～47 µg/g、またシートが薄い約0.5 mmの2部位について各n=2で測定した結果は34～55 µg/gであった。カドミウムと同様に、シートが薄い1部位についてはn=2の結果が他の2併行と比較してばらつきが大きい結果となったが、シートが薄い試験部位の方が厚い試験部位よりも鉛含量が高い傾向であった。

カドミウム及び鉛含量については、いずれの厚さの試験部位においても理論作製濃度50 µg/gに対して、カドミウムが92～98%、鉛は88～98%の良好な回収率であった。

以上の結果より、シートが薄い試験部位と比較して厚い試験部位の方が、ジクロロメタン含量が高く、一方でカドミウム及び鉛含量は低い傾向が明らかとなり、シート中のジクロロメタン含量がカドミウム及び鉛含量（濃度）に影響を及ぼすことが示唆された。今後はジクロロメタン含量とカドミウム及び鉛含量の相関性や、ジクロロメタン含量をシートの厚みで管理する方法の検討が必要であると考えられた。

2. 調査試料の作製

調査試料作製法の概略のとおり、シート状の調査試料を作製した。これを以下に示す品質評価に用いた。

3. 調査試料の品質評価

1) 調査試料のカドミウム及び鉛濃度測定

B.5.1)に示す方法を用いて測定溶液等を調製した。

2) 調査試料の均質性評価

各試料の測定結果を表4、均質性評価結果を表5に示す。

1シートを20分画しそれぞれの分画についてn=1でカドミウム及び鉛濃度を測定した。その結果、ポリマー質量当たり添加標準溶液測定濃度に対する回収率は94.1～102.7%であった（表4）。また、このときの相対標準偏差（n=20）は5%以下であった（表5）。この結果より、シート内のいずれ

のカドミウム及び鉛濃度も均質であると考えられた。なお、同分画で対応するカドミウムおよび鉛の測定結果の差は、測定のばらつきの範囲内であり、相関性は見られなかった。

E. 結論

「食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号）」で定める「器具・容器包装」の規格として、全合成樹脂に共通して規定される材質試験におけるカドミウム及び鉛の外部精度管理調査プログラム用調査試料の作製を検討した。試料基材にポリスチレンペレットを、また試料基材の溶解溶媒にジクロロメタンを用い、オイル系の標準品を添加し、溶解溶媒を自然乾燥にて揮発して、シート状の試料を作製した。ジクロロメタンが部位により約1～3%残留する可能性が示唆されたが、カドミウム及び鉛の理論作製濃度に対して約94～103%の回収が得られ、1シート内の良好な均質性が確認できた。今後は本法においては残留溶媒含量とカドミウム及び鉛含量の相関性の確認を行い、残留溶媒含量をより低くする方法を検討する。更に複数ロット間のばらつきの検討の他、スプレードライヤを用いる別の作製方法による可能性も含めて検討を行う必要がある。

F. 健康危険情報

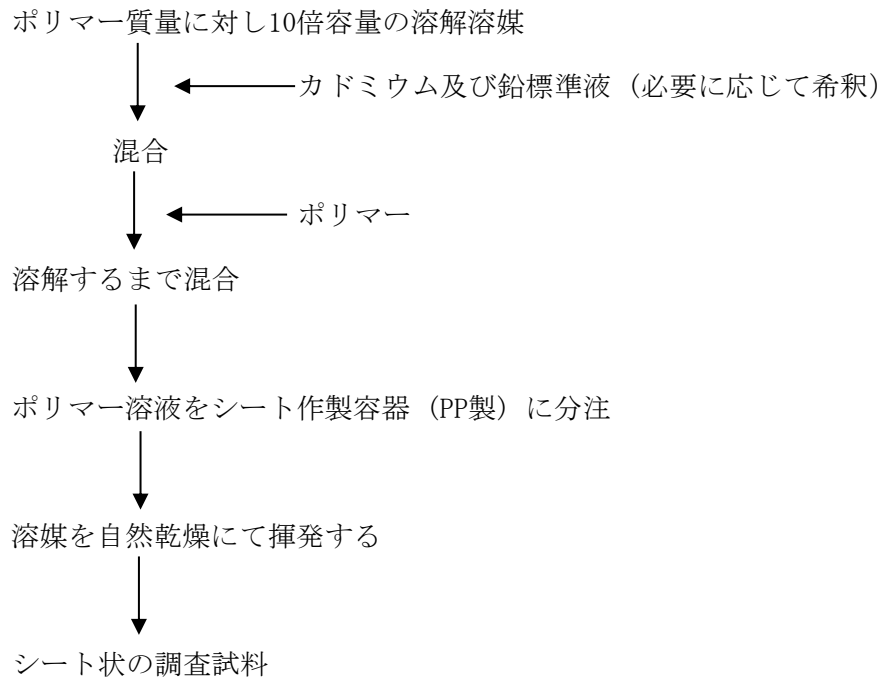
ポリマーの溶解溶媒にジクロロメタン等の特定化学物質（第2類物質）を使用した。安全保護具を着用の上、局所排気装置内で全操作を行った。

G. 研究発表

1. 論文発表
2. 学会発表

H. 知的所有権の取得状況

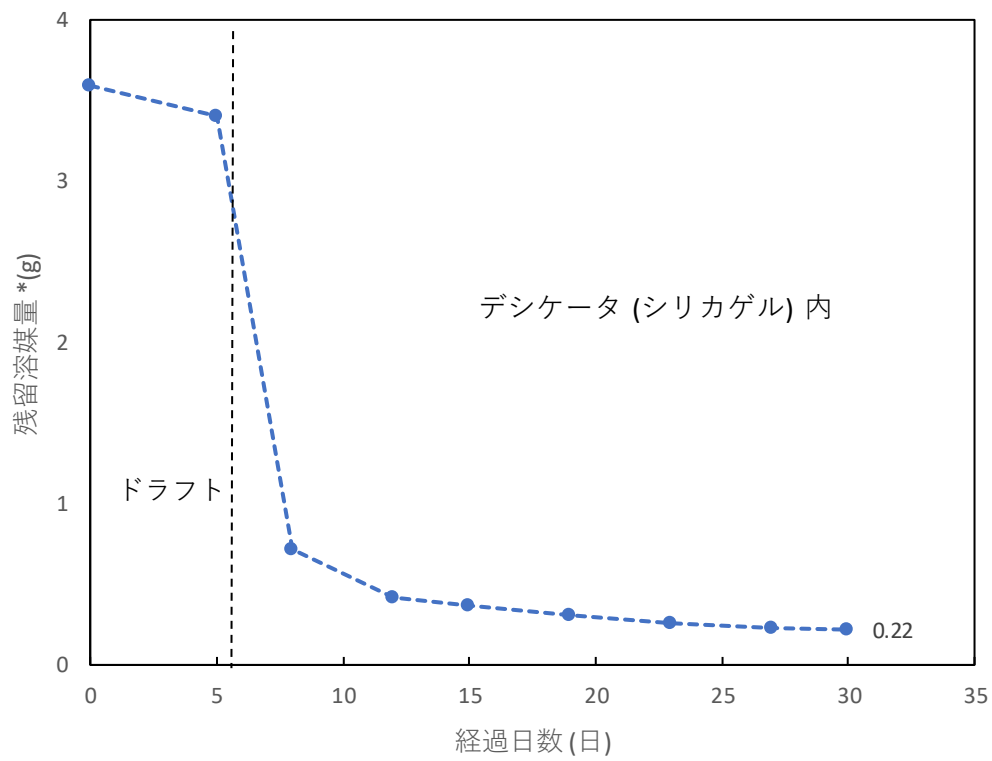
1. 特許取得
2. 実用新案登録
3. その他



理論作製濃度：カドミウム及び鉛 50 µg/g

(参考：合成樹脂一般の材質試験基準値 カドミウム；100 µg/g以下、鉛；100 µg/g以下)

図1 調査試料作製法の概略



*: 残留溶媒量 = 成形後のシート質量 - 成形後のシート質量理論値 (20g)

図2 調査試料成形後のシート質量変化

表1 ポリマー及び溶解溶媒の選定

| 試料基材 | 溶解溶媒 | ① | ② | ③ | ④ | ⑤ | ⑥ | ⑦ | ⑧ | ⑨ | ⑩ | ⑪ | ⑫ | ⑬ | ⑭ | ⑮ | ⑯ | ⑰ | ⑱ | ⑲ | ⑳ | |
|------|------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| a | RT | ○ | × | ○ | ○ | ○ | × | × | × | × | × | × | × | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | HW | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | × | × | × | × | × | × | × | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 成形 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 |
| b | RT | × | × | × | × | × | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | HW | × | × | × | × | ○ | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 成形 | - | - | - | - | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 |
| c | RT | - | - | - | - | - | × | × | × | ○ | ○ | × | × | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | HW | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 成形 | - | - | - | - | - | - | - | - | 揮発不良 成形後ま だら模様 | 揮発良好 成形後ま だら模様 | 揮発良好 成形後ま だら模様 | 揮発良好 成形後ま だら模様 | 揮発良好 成形後ま だら模様 | 揮発良好 成形後ま だら模様 | 揮発良好 成形後ま だら模様 | 揮発良好 成形後ま だら模様 | 揮発良好 成形後ま だら模様 | 揮発良好 成形後ま だら模様 | 揮発良好 成形後ま だら模様 | 揮発良好 成形後ま だら模様 | 揮発良好 成形後ま だら模様 |
| d | RT | - | - | - | - | - | × | × | × | ○ | ○ | × | × | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | HW | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 成形 | - | - | - | - | - | - | - | - | 揮発不良 成形後 気泡発生 | 揮発良好 成形後 気泡発生 | 揮発良好 成形後 気泡発生 | 揮発良好 成形後 気泡発生 | 揮発良好 成形後 気泡発生 | 揮発良好 成形後 気泡発生 | 揮発良好 成形後 気泡発生 | 揮発良好 成形後 気泡発生 | 揮発良好 成形後 気泡発生 | 揮発良好 成形後 気泡発生 | 揮発良好 成形後 気泡発生 | 揮発良好 成形後 気泡発生 | 揮発良好 成形後 気泡発生 |
| e | RT | - | - | - | - | - | - | × | × | ○ | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | HW | - | - | - | - | - | - | × | ○ | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 成形 | - | - | - | - | - | - | - | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 |
| f | RT | - | - | - | - | - | - | ○ | × | ○ | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | HW | - | - | - | - | - | - | - | ○ | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 成形 | - | - | - | - | - | - | - | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 | 揮発不良 成形良好 |
| g | RT | - | - | - | - | - | - | × | × | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | HW | - | - | - | - | - | - | - | ○ | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 成形 | - | - | - | - | - | - | - | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 |
| h | RT | - | - | - | - | - | - | × | × | × | × | × | × | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | HW | - | - | - | - | - | - | × | × | × | × | × | × | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 成形 | - | - | - | - | - | - | - | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 |
| i | RT | - | - | - | - | - | - | × | × | × | × | × | × | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | HW | - | - | - | - | - | - | × | × | × | × | × | × | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 成形 | - | - | - | - | - | - | - | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 | 揮発良好 成形不良 |

RT：室温 HW：65°C ○：溶解 ×：溶解不可 -：未実施

試料基材の溶解

①～⑩各1mLに試料基材(細かく破砕)0.1gを加え、以下の条件で溶解の状態を観察

1) 室温静置で時々攪拌

2) 水浴(65°C)中に浸漬し、時々攪拌

| 試料基材 | PET樹脂 | PET DISPOSABLE RESERVOIR | 溶解溶媒 | ① | ② | ③ | ④ | ⑤ | ⑥ | ⑦ | ⑧ | ⑨ | ⑩ | ⑪ | ⑫ | ⑬ | ⑭ | ⑮ | ⑯ | ⑰ | ⑱ | ⑲ |
|------|-------------------------|--------------------------|------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| a | NYTAL SEFAR | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| b | 食品用トレー | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| c | 発泡ビーズ(金珪) | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| d | PSJ-ポリスチレン | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| e | デンカABS | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| f | STYLAC TM AS | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| g | PPベレット | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| h | PEベレット | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| i | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

表2 シート内の均質性評価

| シートNo. | 採取位置 | 回収率*1(%) | |
|------------|------|----------|-------|
| | | Cd | Pb |
| トレ-大1 | a | 84.7 | 94.7 |
| | b | 82.9 | 95.5 |
| | c | 89.9 | 93.8 |
| 平均値 (%) | | 85.8 | 94.7 |
| 標準偏差 (%) | | 3.64 | 0.850 |
| 相対標準偏差 (%) | | 4.2 | 0.9 |
| トレ-大2 | a | 86.5 | 92.2 |
| | b | 89.2 | 93.0 |
| | c | 90.8 | 90.8 |
| 平均値 (%) | | 88.8 | 92.0 |
| 標準偏差 (%) | | 2.17 | 1.11 |
| 相対標準偏差 (%) | | 2.4 | 1.2 |
| トレ-小1 | 薄 | 92.6 | 98.5 |
| | 厚 | 92.3 | 92.2 |
| トレ-小2 | 薄 | 94.1 | 93.0 |
| | 厚 | 91.9 | 86.7 |
| トレ-小3 | 薄 | 87.6 | 101.8 |
| | 厚 | 88.3 | 89.2 |
| トレ-大3 | 薄-1 | 91.2 | 98.2 |
| | 薄-2 | 92.6 | 99.4 |
| | 薄-3 | 91.6 | 98.2 |
| 平均値 (%) | | 91.8 | 98.6 |
| 標準偏差 (%) | | 0.721 | 0.693 |
| 相対標準偏差 (%) | | 0.8 | 0.7 |
| トレ-大3 | 厚-1 | 84.4 | 97.2 |
| | 厚-2 | 86.0 | 94.6 |
| | 厚-3 | 86.2 | 95.0 |
| 平均値 (%) | | 85.5 | 95.6 |
| 標準偏差 (%) | | 0.987 | 1.40 |
| 相対標準偏差 (%) | | 1.2 | 1.5 |

*1：ポリマー質量当たり添加標準溶液測定濃度に対する回収率

表3 シート内におけるジクロロメタン含量、カドミウム及び鉛含量測定結果

| 試験部位 | 併行分析数 | ジクロロメタン | | Cd | | | Pb | | |
|------|-------|---------|---------|--------------|------------|-----------|--------------|------------|-----------|
| | | 含量 (%) | 平均値 (%) | 試料中濃度 (μg/g) | 平均値 (μg/g) | 回収率*1 (%) | 試料中濃度 (μg/g) | 平均値 (μg/g) | 回収率*1 (%) |
| 1 | 1 | 2.79 | 2.75 | 47 | 46 | 92 | 44 | 44 | 88 |
| | 2 | 2.71 | | 44 | | | 43 | | |
| 2 | 1 | 3.39 | 3.40 | 46 | 47 | 94 | 45 | 46 | 92 |
| | 2 | 3.41 | | 47 | | | 47 | | |
| 3 | 1 | 2.19 | 2.28 | 47 | 46 | 92 | 47 | 46 | 92 |
| | 2 | 2.36 | | 45 | | | 45 | | |
| 4 | 1 | 2.45 | 2.25 | 40 | 49 | 98 | 34 | 45 | 90 |
| | 2 | 2.04 | | 57 | | | 55 | | |
| 5 | 1 | 1.29 | 1.41 | 49 | 49 | 98 | 49 | 49 | 98 |
| | 2 | 1.53 | | 49 | | | 48 | | |

それぞれ厚みが異なる試験部位において、各n=2で測定を行った(試験部位1~3:厚み約1 mm、4及び5:厚み約0.5 mm)

*1: 平均濃度を理論作製濃度(50 μg/g)で除した百分率

表4 均質性確認測定結果

Cd

| 試料No. | 試料中濃度 ($\mu\text{g/g}$) | 回収率 ^{*1} (%) |
|-------|------------------------------|--------------------------|
| 1 | 41.2 | 95.5 |
| 2 | 43.6 | 101.1 |
| 3 | 43.6 | 101.1 |
| 4 | 42.7 | 99.0 |
| 5 | 43.0 | 99.7 |
| 6 | 43.5 | 100.9 |
| 7 | 44.3 | 102.7 |
| 8 | 44.2 | 102.5 |
| 9 | 43.4 | 100.6 |
| 10 | 42.3 | 98.1 |
| 11 | 42.2 | 97.9 |
| 12 | 42.2 | 97.9 |
| 13 | 43.2 | 100.2 |
| 14 | 41.1 | 95.3 |
| 15 | 43.2 | 100.2 |
| 16 | 43.1 | 100.0 |
| 17 | 42.9 | 99.5 |
| 18 | 43.6 | 101.1 |
| 19 | 42.2 | 97.9 |
| 20 | 42.7 | 99.0 |

Pb

| 試料No. | 試料中濃度 ($\mu\text{g/g}$) | 回収率 ^{*1} (%) |
|-------|------------------------------|--------------------------|
| 1 | 46.0 | 99.1 |
| 2 | 46.0 | 99.1 |
| 3 | 43.7 | 94.1 |
| 4 | 43.9 | 94.6 |
| 5 | 45.4 | 97.8 |
| 6 | 44.4 | 95.6 |
| 7 | 47.1 | 101.5 |
| 8 | 45.3 | 97.6 |
| 9 | 45.2 | 97.4 |
| 10 | 45.8 | 98.7 |
| 11 | 46.9 | 101.0 |
| 12 | 44.7 | 96.3 |
| 13 | 45.8 | 98.7 |
| 14 | 47.2 | 101.7 |
| 15 | 46.8 | 100.8 |
| 16 | 45.2 | 97.4 |
| 17 | 46.0 | 99.1 |
| 18 | 45.1 | 97.1 |
| 19 | 44.1 | 95.0 |
| 20 | 45.1 | 97.1 |

*1：ポリマー質量当たり添加標準溶液測定濃度に対する回収率

表5 均質性確認結果一覧

| | Cd | Pb |
|----------------------------|------|------|
| 理論作製濃度 ($\mu\text{g/g}$) | 50 | |
| 平均値 (%) | 99.5 | 98.0 |
| 標準偏差 (%) | 1.99 | 2.23 |
| 相対標準偏差 (%) | 2.0 | 2.3 |

各々の試験において、秤量操作から各n=20で測定を行った