

るようにする。シリコーン密封剤を硬化させるため一晩放置し、9.2.2.2b) の規定に従い試験を行う。

8.5 Drinking rim—飲み口

平滑な水平面に製品を逆さにして置き、飲み口の境界 (3.8) に相当する高さにフェルトペンを固定し、製品を回転させながら飲み口の境界線に印をつける。

試験しない製品の外面部は融解パラフィン (5.5) で注意深く覆う。飲み口部分に存在するフタや取っ手も同様方法で試験する。飲み口部分を切り離して、別に試験してもよい。

9 Procedure—実験操作

9.1 General—概略

鉛のみを測定する場合は、通常の実験室照明条件下で抽出を行う。カドミウムを測定する場合は、単独もしくは鉛と共に測定する場合でも暗所で抽出を行う。

9.2 Extraction—抽出

9.2.1 Test temperature—試験温度

9.2.2 に進む前に試料もしくは試験片と試験溶液 (5.2) を $22\pm 2^{\circ}\text{C}$ に調節すること。

9.2.2 Contact between the samples and the test solution—試料と試験溶液との関係

9.2.2.1 Fillable samples—液体を満たすことができる試料

試料を平坦で水平な場所に置き、目盛り付きメスシリンダー (6.7) を用いて溢れ出す点の 1mm 以内まで試験溶液を充填する。平坦または傾斜したふちを有する試料の場合、液面と溢れ出す点と傾斜したふちからの距離が 6 mm を超えないようにすること。浅型容器の場合、抽出後 2% 以下の精度で試験溶液の容積 V (充填容積) を測定する。カドミウムを測定する際は試料を覆って暗所で静置すること。

9.2.2.2 Non-fillable samples—溶液を満たすことができない試料

a) 8.4a) に従い試料の調製を行った場合

—適当な容器に試料を入れ (例：適当な大きさのホウケイ酸ガラス製の容器)、目盛り付きメスシリンダー (6.7) を用いて、試料が完全に浸漬するまで試験溶液 (5.2) を注ぎ入れる。

—2% 以下の精度で使用した試験溶液の容量 V (試料と接触した容量) を記録する。適当なカバー (6.6) で容器を覆う。カドミウムを測定する場合は暗所に静置する。

b) 8.4b) に従い試料の調製を行った場合

—シーリング処理をした製品を平坦で水平な場所に置き、目盛り付きメスシリンダー (6.7) で試験溶液 (5.2) を注ぐ。

—2% 以下の精度で使用した試験溶液の容量 V (試料と接触した容量) を記録する。適当なカバー (6.6) で容器を覆う。カドミウムを測定する場合は暗所に静置する。

注：標準的な試料はシリコーンゴムの枠にはめ込んで試験溶液 (5.2) と接触させることができる。シリコーンゴムの枠は、水漏れせず、製品のふちから 6 mm とし 7 mm

以上になってはいけない。

9.2.2.3 Lids of receptacles – 容器のフタ

製品がフタ付きの場合、フタの内面も別に試験すること。

9.2.2.4 Drinking rim – 飲み口

処理された試料 (8.5) の飲み口を下向きにして平底容器に入れる。飲み口を試験溶液 (5.2) に完全に浸す。

飲み口を切り離して試験する場合、切り離した飲み口を、深さ 25 mm 以上の平底容器 (シャーレやビーカー) に入れ、試験溶液に完全に浸す。

試料を入れる容器の大きさや注ぎ入れた試験溶液の高さを確認し、試験溶液量は最小限となるようにする。使用した試験溶液量を 2% 以下の精度で計測する。

9.2.3 Duration of extraction – 抽出時

揮発による試験溶液の減少が起こらない条件下で、試料への充填もしくは試料の浸漬が $22 \pm 2^\circ\text{C}$ で 24 時間 ± 30 分間維持されること。

注：蒸発による試験溶液の減少を防ぐためには、しっかりフタのできるプラスチック製トレイが適している。試験溶液 (5.2) の蒸発による減少を最小限にするために、特に配慮を払うこと。必要であればその減少量は重さにより計量し確認すること。

9.3 Sampling the extract solution for analysis (sample measuring solution) – 分析用抽出液の採取 (試料測定溶液)

溶液を減少させたり試験した表面を磨損しないよう注意しながら、抽出液をかくはんするなどして均一化させる。

注：抽出液を均一化させるのに適した方法は、作業中の希釈や揮発による溶液の減少を避けながら、ピペットで抽出液を一定量吸い上げ、それを試料の中もしくは表面に吐き出しながら戻すという作業を何回か繰り返すことである。

抽出液全てもしくはその一部を他の容器に移す。この溶液を試料測定溶液とし、測定はできる限り迅速に分析を行う。

9.4 Calibration and determination – 検量と測定

9.4.1 Calibration – 検量

フレーム原子吸光分光計は製造元の取扱説明書に従い、適当なバックグラウンド補正を行い、鉛を測定する場合は 217.0 nm、カドミウムを測定する場合は 228.8 nm の波長に設定し行う。

備考：適切な条件下であれば、鉛を 283.3 nm の波長で分析してもよい。

検量線溶液群のゼロ点も導入する。(例：試験溶液でゼロ点調整を行い、試験溶液 (5.2) で標準溶液 (5.4) を段階希釈した検量線溶液を導入する。)

推奨する測定範囲：

-Pb : 0.2 mg/L から 10.0 mg/L

-Cd : 0.02 mg/L から 0.5 mg/L

各検量線溶液測定後に試験溶液 (5.2) を導入し、得られた吸光度を記録する。

9.4.2 Determination - 測定

前記の条件で分光計を設定する。蒸留水、試験溶液の順で導入し、吸光度がゼロであることを確認する。試験溶液を導入後、試料測定溶液 (9.3) を導入する。試料測定溶液の吸光度を測定する。

試料測定溶液中の鉛濃度が 10 mg/L、あるいはカドミウム濃度が 0.5 mg/L を超える場合には、適当量の試験溶液で抽出液を希釈し、鉛濃度を 10 mg/L 以下、カドミウム濃度を 0.5 mg/L 以下とし、シグナルが最適測定範囲内になるように調製すること。各試料測定溶液は少なくとも 3 回測定し、その平均値を計算する。

精度を向上させるため、特に検量線溶液を繰り返し測定した際、金属濃度の平均にわずかなドリフトが見られる場合は、内挿法を使用する。この手法では、前もって検量線溶液中の鉛及びカドミウムの濃度を測定しておき、試料測定溶液の金属イオン濃度のできるだけ近くの前後の検量線溶液を使用する。

10 Expression of results - 結果の計算式

10.1 Bracketing technique - 内挿法

下の式から抽出液中の鉛及びカドミウム濃度 (C_0) (mg/L) を算出する。

$$C_0 = \left[\left(\frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1} \right) (C_2 - C_1) + C_1 \right] d$$

A_0 : 試料測定溶液中の鉛及びカドミウムの吸光度

A_1 : 低濃度の検量線溶液中の鉛及びカドミウムの吸光度

A_2 : 高濃度の検量線溶液中の鉛及びカドミウムの吸光度

C_1 : 低濃度の検量線溶液中の鉛及びカドミウムの濃度 (mg/L)

C_2 : 高濃度の検量線溶液中の鉛及びカドミウムの濃度 (mg/L)

d : 試料抽出液の希釈率

10.2 Calibration curve technique - 検量線法

検量線から試料測定溶液中の鉛とカドミウム濃度 (mg/L) を直接算出する。

10.3 Calculation of release of lead and cadmium for flat ware, non-fillable articles and test specimens - 浅型容器、液体を満たすことができない製品、試験片からの鉛及びカドミウム溶出量の算出

浅型容器、液体を満たすことができない製品、または試験片からの単位表面積あたりの鉛及びカドミウムの溶出量 (鉛 : R_{Pb} 、カドミウム : R_{Cd}) (mg/dm²) はそれぞれ次の式から求める。

$$R_{Pb} = \frac{C_0 \times V}{S_R}$$

$$R_{Cd} = \frac{C_0 \times V}{S_R}$$

C_0 : 10.1 及び 10.2 に規定された式より算出した抽出液中の鉛及びカドミウムの濃度 (mg/L)

V : 抽出に使用した試験溶液量 (L) (それぞれ 9.2.2 及び 9.2.3 参照)

S_R : 容器の参照表面積 (dm^2) (8.2 参照)

10.4 Calculation of release of lead and cadmium from the drinking rim — 飲み口からの鉛及びカドミウム溶出量の計算

ふちからの鉛及びカドミウムの溶出量 ($A_{0,T}$) (mg/製品) は 下の式から求める。

$$A_{0,T} = C_0 \times V$$

C_0 : 9.2.2.4 に規定された式より算出した抽出液中の鉛及びカドミウムの濃度 (mg/L)

V : 抽出に使用した試験溶液量 (L)

10.5 Calculation of release of lead and cadmium for receptacles with lids — フタ付き容器の鉛及びカドミウム溶出量の計算

容器とフタの内面からの鉛及びカドミウム溶出量は、別々に mg/容器と mg/フタで算出する。両方の値を合計し、合計値は製品に応じて容器の表面積 mg/dm^2 もしくは、容器のみの容量 mg/L で表す。

10.6 Reporting — 報告様式

深型容器では鉛は 0.1 mg/L、カドミウムは 0.01 mg/L まで近似した正確さで計算する。

浅型容器 (液体を満たすことができない製品や試験片) では、鉛は 0.1 mg/dm^2 、カドミウムは 0.01 mg/dm^2 まで近似した正確さで計算する。

飲み口では鉛は 0.1 mg/製品、カドミウムは 0.01 mg/製品まで近似した正確さで報告する。

フタ付きの容器を試験する場合は、2つの抽出値の合計を鉛は 0.1 mg/L と 0.1 mg/dm^2 、カドミウムで 0.01 mg/L と 0.01 mg/dm^2 までそれぞれ近似した正確さで報告する。

10.7 Comparison with permissible limits — 限度値との比較

ISO 4531-1 に規定された方法で得られた鉛及びカドミウム溶出量が限度値を超えない場合、製品は規定された限度値に適合すると見なされる。

フタ付き容器の場合、算出された溶出量の値が mg/dm^2 単位もしくは mg/L 単位のどちらで表されたとしても、鉛とカドミウムの限度値は容器のみに適用される。

ある製品の結果が限度値を超えた場合、その量が限度値の150%を超えない場合は、少なくとも3検体の同じ容器についてISO 4531-1に記載された方法に従って、鉛及びカドミウムの溶出量を測定し、その平均値が限度値を超えず、さらに全ての検体で限度値の150%を超えるものがない場合は適合すると見なされる。

11 Test report—試験報告

試験報告は以下の情報を含むこととする。

- a) ISO 4531-1 に準拠していること
- b) 試験する製品の型式、生産国及び名称を含む試験された製品の識別
- c) 試料採取場所と日付
- d) 試料の受領日付と試験日付
- e) 表面積と参照表面積、充填容量または液体を満たすことができない製品では接触容積
- f) 試験した試料数
- g) 10.6 に準じる各製品または試験片の個別の結果、及び浅型容器では mg/dm^2 、液体を満たすことができる容器では mg/L の鉛及びカドミウムの平均値
- h) フタ付き容器では別に試験した容器とフタからの抽出値の合計
- i) 飲み口では製品あたりの鉛及びカドミウムの溶出量 ($\text{mg}/\text{製品}$)
- j) ISO 4531-1 に含まれないオプションと見なされる操作の有無
- k) 試験された製品が ISO 4531-2 に規定される溶出限度値を満たすかどうか。

注：測定中の見られた異常に関しても全て報告する必要がある。

Bibliography—参考文献

- [1] ISO 385: 1984, Laboratory glassware - Burettes - Part 1: General requirements.
- [2] ISO 6486: 1986, Ceramic ware, glass-ceramic ware and glass flatware in contact with food - Release of lead and cadmium - Part 1: Method of test.
- [3] ISO 6955: 1982, Analytical spectroscopic methods - Flame emission, atomic absorption and atomic fluorescence - Vocabulary.
- [4] ISO 7086-1: 1982, Glass hollow ware in contact with food - Release of lead and cadmium - Part 1: Test method.
- [5] EN 1388-2: 1995, Materials and articles in contact with foodstuff - Silicate surfaces - Part 2: Determination of the release of lead and cadmium from silicate surfaces and other than ceramic ware.
- [6] WHO/Food Additives 77.44. Ceramic Foodware Safety, Sampling, Analysis, and Limits for release (Report of a WTO Meeting, Geneva 8-10 June 1976).
- [7] WHO/Food Additives HCS/79.7. Ceramic Foodware Safety, Critical Review of Sampling, Analysis, and Limits for Lead and Cadmium Release (Report of a WTO Meeting, Geneva

12-14 November 1979).

- [8] FREY, E., and SCHOLZE, H., Lead and cadmium release from fused colours, glazes and enamels in contact with acetic acid and foodstuffs and under the influence of light, Bericht Deutsche Keramische Gesellschaft, 1976 (vol. 56), pp. 293-297.

Part2 ; Permissive limits—限度値

1 Scope—適用範囲

[ISO 4531-1 1 とほぼ同文であるため省略]

2 Normative Reference—参照規正文書

[ISO 4531-1 2 とほぼ同文であるため省略]

3 Definitions—本試験法における語句の定義

ISO 4531-1 3 を参照

4 Permissible limits—限度値

4.1 General—概要

ISO 4531-1 に規定された方法で鉛及びカドミウム量を測定した時、4.2 から 4.4 にある限度値を超えない場合には、そのホウロウ引き製品は ISO 4531-2 の要求を満たすものとする事ができる。

しかし、測定値が 4.2 から 4.4 の限度値を超える検体であっても、超過が 50%を超えない場合については、材質、形状、寸法、装飾が同一である他の 3 検体を ISO 4531-1 に規定された方法で測定し、その鉛及びカドミウムの溶出量の平均値が限度値を超えず、さらに全ての検体で超過が 50%を超えるものがない場合には、そのホウロウ引き製品は ISO 4531-2 の要求を満たすものとする事ができる。

4.2 Enamelled ware—ホウロウ引き製品

表 1—食品と接触するホウロウ引き製品からの鉛及びカドミウム限度値

製品区分		鉛		カドミウム	
		mg/dm ²	mg/L	mg/dm ²	mg/L
非煮沸	浅型容器	0.8		0.07	
	深型容器		0.8		0.07
煮沸	浅型容器	0.1		0.05	
	深型容器		0.4		0.07
タンク及び容器 (3 L 以上)		0.1		0.05	

注：表 1 の値の単位は浅型容器では mg/dm²、深型容器では mg/L

4.3 Drinking rim—飲み口

ISO 4531-1 の規定により飲料容器の飲み口を試験した場合、表 2 に示す物質がホウロウ引き製品から試験溶液中へ限度値を超えて溶出してはならない。

表 2 飲み口からの溶出限度値

鉛 (mg/製品)	カドミウム (mg/製品)
2.0	0.20

4.4 receptacles with lid—フタ付き容器

フタ付き容器を試験する場合は、容器とフタの内面をそれぞれ別で ISO 4531-1 に従って試験する。2つの鉛とカドミウムの溶出量の合計は mg 単位で算出し、合計値は状況に応じて、容器の表面積または容器のみの容量に適用させる。鉛とカドミウム溶出量の限度値は mg/dm²、mg/L のどちらかの単位で算出された場合も容器にのみ適用される。

Bibliography—参考文献

- [1] ISO 6486-2: 1986, Ceramic ware, glass-ceramic ware and glass flatware in contact with food - Release of lead and cadmium - Part 2: Permissible limits.
- [2] ISO 7086-2: 1982, Glass hollow ware in contact with food - Release of lead and cadmium— Part 2: Permissible limits.
- [3] WHO/Food Additives 77.44. Ceramic Foodware Safety, Sampling, Analysis, and Limits for release (Report of a WTO Meeting, Geneva 8-10 June 1976).
- [4] WHO/Food Additives HCS/79.7. Ceramic Foodware Safety, Critical Review of Sampling, Analysis, and Limits for Lead and Cadmium Release (Report of a WTO Meeting, Geneva 12-14 November 1979).
- [5] FREY, E., and SCHOLZE, H., Lead and cadmium release from fused colours, glazes and enamels in contact with acetic acid and foodstuffs and under the influence of light, Bericht Deutsche Keramische Gesellschaft, 1976 (vol. 56), pp. 293-297.

ISO 6486 (1999)

**食品と接触する陶磁器製品、ガラスセラミック製品及びガラス製食器—鉛及び
カドミウムの溶出—**

**Ceramic ware, glass-ceramic ware and glass dinnerware in contact with food—
Release of lead and cadmium—**

研究協力者：安井亨二 日本陶磁器産業振興協会

Foreword—前書き

国際標準化機構 (ISO) は各国規格機構 (ISO メンバー) の世界的な連合体である。国際規格を作成する作業は通常 ISO 専門委員会によって行われる。委員会が設立された主旨に関心のある各国メンバーは、その委員会に代表を送る権利を持つ。ISO と連携している国際機関もまた、政府組織か非政府組織かを問わず、この作業に参加している。ISO は国際電気技術の標準化に関するすべてのことについて、国際電気標準会議 (IEC) と緊密に共同作業をしている。

国際規格は ISO/IEC 指針 PART 3 の規定に基づいて案が作成される。専門委員会によって採択された国際規格案は、投票のために各国メンバーに回付される。国際規格として公表するには、投票を行うメンバーの 75%以上の賛成を得ることが必要である。

ISO 6486 を構成する内容の一部は、特許権の問題に係ってくるかも知れないことについて注意すべきである。ISO はそのような全ての特許権について検証する責任を負わない。

ISO 6486 は専門委員会 ISO/TC166 (食品と接する陶磁器製品、ガラスセラミック製品、ガラス製食器) において作成された。

この第 2 版は、第 1 版 (ISO 6486 : 1981 年) を破棄し、これに取って代わるものであり、技術的な改訂が行われている。

今回の改訂は技術的処理方法を現状にあったものにする事及び主要市場における現行規制値との調和及び地域や国で実施している多数の規格との調和を考慮して、溶出される金属の許容量を改めたものである。

ISO 6486 は「食品と接触するセラミック製品、ガラスセラミック製品、ガラス製食器—鉛及びカドミウムの溶出—」という表題の下で、以下の Part から構成されている。

—Part 1 (ISO 6486-1) : 試験法

—Part 2 (ISO 6486-2) : 限度値

Introduction—緒言

陶磁器、ガラスの表面からの鉛及びカドミウム溶出によって生ずる問題は、食品の調理、配膳及び貯蔵用に使用される陶磁器製品、ガラスセラミック製品、ガラス製食器が、不適切な配合、加工により製造された場合に、その使用によって引き起こされる可能性のある危険から人々を確実に守る効果的な方法が必要であるということである。

第二の考慮すべき問題として、陶磁器の表面から溶出する有毒物質のコントロールに対する各国のそれぞれ異なった規制は、これらの商品の国際貿易における非関税障壁になることである。従って、鉛及びカドミウムの溶出に関する国際的に承認された試験方法を維持し、有害な重金属溶出の許容量を定義する必要がある。

ISO6486 の中で規定されている鉛及びカドミウム溶出の許容限度値は、金属の暴露 (摂取) 量の安全性の目安としての許容限度値とすることを意図したものではなく、関係業界における優良製造工程に対応し、世界の主要市場における規制基準に整合させたものであり、かつ、これらの金属の暴露量を全般的に減らそうとする目的を考慮したものである。

Part 1 : Method of test—試験法

1. Scope—適用範囲

ISO6486-1 では、食品と接して使用される陶磁器、ガラスセラミック製品、ガラス製食器 (ホウロウ製品を除く) からの鉛及びカドミウムの溶出に関する試験法を規定している。

ISO6486-1 は食品の調理、配膳及び貯蔵に使用される陶磁器、ガラスセラミック製品、ガラス製食器に適用する。ただし、食品加工業界で使用される容器や食品販売に使用される容器については適用を除外する。

2. Normative references—参照規格文書

以下の規格文書は参照事項を通して、ISO 6486 の構成要素となっている。日付の記載がある文書の参照について、その後に公布されたこれらの修正や改定は適用されない。ただし、ISO 6486 を規格とすることに合意した関係各者には下記の規格文書の最新版を利用することが可能かどうかについての調査を奨励する。日付の記載がない文書の参照においては、その最終版を適用する。ISO と IEC の会員は現在有効な国際規格を支持する。

ISO 385-2 : Laboratory glassware – Burettes - Part 2: Burettes for which no waiting time is specified.

ISO 648 : Laboratory glassware - One-mark pipettes.

ISO 1042 : Laboratory glassware - One-mark volumetric flasks.

ISO 3585 : Borosilicate glass 3.3 - Properties.

3. Terms and definitions—用語及び定義

ISO 6486-1 では以下の定義が適用される。

3.1 atomic absorption spectrometry—原子吸光光度法 (AAS)

自由原子の吸光度を測定することによって、定性的判定及び元素濃度の定量的測定を行う分光分析法。

3.2 atomic absorption—原子吸光

ガス相に存在する自由原子による電磁放射線の吸光であり、ガス相において吸光する原子に固有の線スペクトルが現れる。

3.3 bracketing technique—内挿法

最適分析範囲内で、濃度の近い2つの検量専用標準液の濃度を測定し、2つの測定値の中間に、試料の吸光度の測定値あるいは測定装置の指示値を挿入することによって濃度を求める分析法。

3.4 calibration function—検量関数

原子吸光光度計の示す試料の吸光度またはその他の装置の指示値と、鉛及びカドミウムの濃度との関数。

3.5 ceramic ware—陶磁器製品

食品と接触して使用される陶磁器製品。例えば (一般) 磁器、ポースレン磁器、陶器などの飲食器で無釉、施釉は問わない。

3.6 cooking ware—料理用品

飲食器であり、特に飲食物の調理の過程で一般の加熱方法や電子レンジで加熱されることを用途とするもの。

3.7 dinnerware—食器類

食卓上に食物を出すために使われるもので、皿、小皿、サラダボウル等。ただし、ゴブレットやデキャンタなど飲み物専用の容積測定に使われる容器を除く。

3.8 direct method of determination—直接測定法

吸光度または装置の指示値を検量関数に代入して、試料溶液の濃度を算出する方法。

3.9 drinking rim—飲み口

飲み物用容器の縁の最上部から容器の縁に沿った 20 mm 幅の外表面部分。

3.10 extraction solution—抽出液

鉛及びカドミウムの測定に用いられる抽出操作を行った後の 4% (V/V) 酢酸。

3.11 flame atomic absorption spectrometry—フレイム原子吸光光度法 (FAAS)

ガス相の中で自由原子を励起させるのにフレイムを用いる原子吸光光度法。

3.12 flatware—浅型容器

陶磁器またはガラス製品で、最深部から溢れ出す点を通る水平面までの垂直の高さが

25 mm 以下の製品。

3.13 foodware—飲食器

食品及び飲料の準備、調理、配膳及び貯蔵の使用を目的とする製品。

3.14 glass ceramic—ガラスセラミック

原料を高温で完全に溶解し均質化したのちに、冷却・固化して作られた無機物。この冷却は、通常の微細結晶体を製造する方法に適用されているコンディションと温度で行われる。

3.15 glass—ガラス

原料を高温で完全に溶解し均質化したのちに、冷却・固化して作られた無機物で、本質的に結晶化していないもの。

注：ガラス材は使用される着色剤、乳濁材の量に応じて、透明のもの、有色のもの、不透明なものがある。

3.16 hollowware—深型容器

陶磁器製品で最深部から溢れ出す点を通る水平面までの高さが 25 mm を超えるもの。さらに、深型容器は容積に基づき 3 つの区分に分けられる。

—小容器：容量が 1.1 L 未満

—大容器：容量が 1.1 L 以上

—貯蔵容器：容量が 3 L 以上

—コップ及びマグ：小さな陶磁器製深型容器で、通常飲み物に使用されるもの。

例えば温かいコーヒーや紅茶を飲む場合に用いられるもの。

注：コップ及びマグカップは取っ手付きの約 240 mL 程度の器である。一般的に側面が湾曲しているものをカップ、側面が円筒状であるものをマグという。

3.17 optimum working range—最適分析範囲

濃度と吸光度が実質的に直線関係にある分析用標準液の範囲。

3.18 reference surface area—参照表面積

通常の使用状態で食物が接する範囲。

3.19 test solution—試験溶液

製品から鉛及びカドミウムを抽出するために使用される溶媒 (4% (V/V) 酢酸溶液)。

3.20 vitreous enameled ware—ホウロウ引き製品

ガラス質の無機質コーティング剤を 500°C 以上の温度で焼き付けてコーティングした金属製品。

4. Principle—原理

試験対象となる試料表面を 4% (V/V) 酢酸に接触させ、 $22\pm 2^\circ\text{C}$ で、24 時間放置する。試料に鉛及びカドミウムが含まれる場合は、試料表面からそれらが抽出される。抽出された鉛及びカドミウムの量はフレイム原子吸光光度法 (FAAS) で測定する。日常的な試

験では他の同等な分析方法を使用してもよい。

5. Reagents and materials—試薬及び実験材料

5.1 Reagents—試薬

測定には分析グレードの試薬を用いること。また、蒸留水もしくは ISO 3696 の要求を満たす grade 3 相当に精製された水のみを用いること。

5.1.1 Acetic acid—酢酸

氷酢酸、密度 $\rho=1.05$ g/mL

5.1.2 Acetic acid test solution—酢酸試験溶液：4% (V/V) 溶液

蒸留水に 40 mL の氷酢酸 (5.1.1) を加え、1 L に希釈する。この溶液は使用ごとに新しく作る。この比率で多量 (1 L 以上) の溶液を作ってもよい。

5.1.3 Lead stock solution—鉛標準原液

試験溶液 (5.1.2) 1 L 当たり 1000 ± 1 mg の鉛を含む分析用標準原液を調製する。または、市販されている原子吸光分析用 (AAS) 鉛溶液を使用してもよい。

5.1.4 Cadmium stock solution—カドミウム標準原液

試験溶液 (5.1.2) 1 L 当たり 1000 ± 1 mg のカドミウムを含む分析用標準原液を調製する。または、市販されている原子吸光分析用 (AAS) カドミウム溶液を使用してもよい。

5.1.5 Lead standard solution—鉛標準溶液

鉛分析用標準原液を試験溶液 (5.1.2) で 10 倍に希釈して、鉛 100 mg/L、言い換えると 1 L 中に鉛 0.1 g を含有する鉛標準液を調製する。

5.1.6 Cadmium standard solution—カドミウム標準溶液

鉛分析用標準原液を試験溶液 (5.1.2) で 100 倍に希釈して、カドミウム 10 mg/L、言い換えると 1 L 中にカドミウム 0.01 g を含有するカドミウム標準液を調製する。

注 1：標準溶液は使い慣らした、かつ強く密閉できる適当な容器 (例えばポリエチレン容器) で、品質を損なうことなく 4 週間保存することが可能である。新しい容器は標準溶液を満たし、24 時間放置すれば、使用可能な使い慣らしたものになる。使い慣らしに使用した溶液は捨てる。

注 2：ホールピペットまたは精度の良いピストンピペット (500 μ L 及び 1000 μ L)、並びに 500 mL~2000 mL 容メスフラスコを用いて標準原液を試験溶液 (5.1.2) で希釈し (5.1.5 及び 5.1.6)、正確な測定溶液を調製する。この溶液は使い慣らした適当な容器に保存する。これらの溶液は 4 週間ごとに再調製する。

5.2 Materials and supplies—実験材料及び消耗品

5.2.1 Paraffin wax—パラフィンワックス

高溶融点のもの。

5.2.2 Washing agent—洗剤

市販されている非酸性の手洗い用食器洗剤。メーカーの指示に従って希釈したもの。

5.2.3 Silicone sealant—シリコーン密封剤

直径 6 mm 程度のひも状になるもの。この密封剤は試験溶液 (5.1.2) へ酢酸、鉛及びカドミウムが溶出するものであってはならない。

6 Apparatus—機器

6.1 Atomic absorption spectrometer—原子吸光光度計

原子吸光光度計は、鉛、カドミウム専用の光源 (ホローカソードランプや無電極放電ランプ)、バックグランド補正装置、及びシングルスロット (約 100 mm) またはポイリング・バーナーヘッドがついているもの。デジタル濃度読取装置がついたものでもよい。エア・アセチレンフレームを使用し、装置メーカーの指示する条件に従って操作する。これらの操作条件に従った場合、濃度特性 (吸光度を 0.0044 にしたときの濃度) は、鉛について波長 217 nm で測定したとき約 0.2 mg/L ($\pm 20\%$) になる。カドミウムについて波長 228.8 nm で測定したとき、濃度特性は約 0.02 mg/L ($\pm 20\%$) になる。

備考； 適当と認められる場合には、鉛の分析に 283.3 nm の波長を用いてもよい。

6.2 Accessories—付属品

6.2.1 Assorted glassware—ガラス器具

必要な場合は、ISO 3585 に指定されたホウ珪酸ガラス製のものを使用する。

6.2.2 Burette—ビュレット

0.05 mL 毎にメモリがついている 25 mL の容量のもので、ISO 385-2 規定の class B の条件を満たすもの、またはそれ以上のもの。

6.2.3 Covers—カバー

テスト中の試料にかぶせるフタで、例えば種々の大きさのプレート、時計皿、ペトリ皿など。暗室が無い場合には不透明のものを使用する。

6.2.4 One-mark pipettes—ホールピペット

10 mL 及び 100 mL 容量のピペットで、ISO 648 規定の class B の条件を満たすもの、またはそれ以上のもの。必要な場合はこれ以外の容量のものでもよい。

6.2.5 One-mark volumetric flasks—メスフラスコ

100 mL 及び 1000 mL 容量のメスフラスコで、ISO 1042 規定の class B の条件を満たすもの、またはそれ以上のもの。必要な場合はこれ以外の容量のものでもよい。

6.2.6 Precision piston pipettes—精密測定用ピストンピペット

ストロークが固定式のもの。一般的なものでは容量 500 μ L 及び 1000 μ L。

6.2.7 Straight edge and depth gauge—直定規及び水深計

ミリメートルまで測定できるもの。

7 Sampling—試料の採取

7.1 Priority—優先順位

多種にわたる食器が混合されているロットの中から試料を採取する際は、それぞれの品種の中で表面積／容積の比率が最も高い容器を優先する。また食品と接触する面に広く着色や絵柄が施されているものは、特に優先するよう配慮すべきである。

7.2 Sample size—試料数

実状に適した試料のサンプリング方式を開発することが望まれる。いかなる場合においても測定される数が 4 個未満であってはならない。それらの試料は、大きさ、形状、色、絵柄が同一でなければならない。

7.3 Preparation and preservation of test samples—試験試料の調製と保管

試料は試験に影響を与えるような油分やその他の物質を除去し清潔であること。試料は非酸性の洗剤が入った 40°C 程度の溶液で手早く洗う。水道水ですすいだ後、蒸留水または同等の純度の水ですすぐ。乾燥機にかけるか、新しいろ紙でふき取ることによって、水気を切り乾燥させる。汚れの残っている試料は使用しない。洗浄後は試験される面に手を触れてはならない。フタの内側は別として、通常の使用状態で試料表面の一部が食品と接触しない場合には、最初の洗浄・乾燥後にその部分をパラフィンやシリコンのような保護コーティングで覆う。これは鉛及びカドミウムの試験溶液へ溶出ししないようにし、試験溶液への影響を排除するためである。

8 Procedure—操作

8.1 Determination of reference surface area for flatware—浅型容器の参照表面積の測定

試料を平滑な紙の上に置き、縁に沿って輪郭を描く。その面積を適切な方法で測定する。推奨される方法としては囲まれた部分を切り取り秤量する。既に面積の判っている長方形の紙の重量と比較して面積を算出する。この面積を S_R とし小数点以下 2 桁まで平方センチメートルの単位で記録する。円形の試料の場合には、見かけ表面積を直径から算出しても良い。

8.2 Preparation of articles which cannot be filled—液体を満たすことができない容器の調製

通常の容器は、浅型であれば縁の溢れ出す点から傾斜に沿って 6 mm、深型容器であればふちから垂直に 1 mm の深さまで液を満たす。この方法で酸性液を満たしたとき最深部で 5 mm に達しないものは、液を満たすことができない容器と定義する。このような容器は下記の中のいずれか一つの方法で試験する。

標準的な試料については、それにフィットするシリコンゴムを、水が漏れない様にふちに密着させてつけてもよい。ただし、ゴムはふちから 6 mm 以上にならないこと。また、液の深さは 5 mm 以上、25 mm 以下であること。このように処理されたものは、液を満たすことのできる浅型容器として扱う。

シリコンシーラントを用いてふちの周りを盛り上げ 5 mm 以上、25 mm 以下まで液を満たすことができるようにしてもよい。ただし、盛り上げた部分はふちから 6 mm 以上にならないこと。このように処理されたものは、液を満たすことのできる浅型容器として扱

う。

試料の食品と接する面を除くすべての面を溶融パラフィンワックスでコーティングし、試験溶液に浸漬して測定する。このように処理されたものは、液を満たすことができない浅型容器として扱う。

8.3 Extraction—抽出

8.3.1 Extraction temperature—抽出温度

抽出は $22\pm 2^{\circ}\text{C}$ で行う。カドミウムの測定を行う際には暗所で抽出を行う。

8.3.2 Leaching—溶出

8.3.2.1 Fillable articles—液を満たすことができる製品

深型容器については、垂直に測って 1 mm のところまで、浅型容器については液の溢れ出すところから表面に沿って縁から 6 mm のところまで試験溶液 (5.1.2) を満たす。浅型容器の場合には満たした 4%酢酸溶液を量り記録する。カバーをして 24 時間 \pm 30 分溶出させる。

8.3.2.2 Non-fillable articles—液体を満たすことができない製品

これらの品目は 8.2c) に従い、パラフィンワックスで覆い、適当な大きさのホウケイ酸ガラスのような容器の中で、試料が完全に覆われるように試験溶液 (5.1.2) を加える。加えられた酢酸溶液の量を精度 2%で量り記録する。24 時間 \pm 30 分溶出させる。

8.3.3 Sampling of the extraction solution for analysis—分析用抽出液の採取

採取する前に攪拌その他の方法により溶液を混合する。ただし、抽出液をこぼしたり、試料の表面を傷つけたりしないような方法を使用する。十分な量の抽出溶液をピペットで適当な保存容器に移す。

鉛及びカドミウムが保存容器の壁面に吸着する恐れがあるのでできる限り速やかに分析する。特に鉛及びカドミウムとも低濃度の場合には注意すること。

8.4 Drinking rim and other special tests—飲み口及びその他の特殊な試験

カップは 4 個の試料でのみ口の外側の下、20 mm のところにマークして試験を行う。各々のカップをその直径の 1.25 から 2.00 倍の直径を有する適当な実験室用のガラス容器に伏せて置く。4%の酢酸溶液を 20 mm マークのところまで満たす。 $22\pm 2^{\circ}\text{C}$ で 24 時間放置し (カドミウム測定は暗所で)、過度な蒸発をしないようにする。必要であれば、20 mm のレベルを保つために、抽出液を採取する前に 4%の酢酸を加える。原子吸光光度法で鉛及びカドミウムの測定を行い、その結果は 1 製品あたりの mg 単位で報告する。

注：この方法は飲み口部分の評価を行うための、任意の試験方法である。

8.5 Calibration—検量

フレーム原子吸光光度計 (6.1) はメーカーの指示説明に従い、バックグランド効果を補正しながら、鉛を測定する場合は 217.0 nm、カドミウムを測定する場合は 228.8 nm の波長を適用して設定する。

備考：適切な場合には鉛の分析に 283.3 nm の波長を使用してもよい。

試験溶液中のゼロ表示のもの（ブランク液）を吸引させて、ゼロ値を調整する。試験溶液（5.1.2）で標準溶液を段階希釈した検量溶液のセットを吸い込ませ、直線範囲での検量線を作成する。

推奨する測定範囲：

—Pb：0.5 mg/L から 10.0 mg/L

—Cd：0.05 mg/L から 0.5 mg/L

8.6 Determination of lead and cadmium—鉛及びカドミウムの測定

前述のように光度計を設定する。蒸留水を吸い込ませ、次いで4%酢酸溶液を吸い込ませて、吸光度がゼロであることを確認する。試験溶液（5.1.2）を吸い込ませた後、分析用抽出液を吸い込ませ、吸光度を測定する。

抽出液の鉛濃度が 10 mg/L より高いことが判明した場合には、適当な整数で分割した量の溶液を取り分け、試験溶液（5.1.2）で希釈して、10 mg/L より低い濃度に下げる。このような配慮はカドミウムの測定にも適用される。

9 Expression of results—結果の表示

9.1 Bracketing technique—内挿法

抽出溶液中の鉛及びカドミウム濃度 (ρ_0) は mg/L で算出し、次式により求める。

$$\rho_0 = \left[\left(\frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1} \right) (\rho_2 - \rho_1) + \rho_1 \right] d$$

A_0 ：抽出溶液中の鉛またはカドミウムの吸光度

A_1 ：低濃度側の検量線溶液中の鉛またはカドミウムの吸光度

A_2 ：高濃度側の検量線溶液中の鉛またはカドミウムの吸光度

ρ_1 ：低濃度側の検量線溶液中の鉛またはカドミウムの濃度 (mg/L)

ρ_2 ：高濃度側の検量線溶液中の鉛またはカドミウムの濃度 (mg/L)

注：抽出液が希釈されている場合、前式において適切な希釈係数 d を使用する。

9.2 Calibration curve technique—検量線法

検量線または装置の直接読み出しから、抽出液中の鉛またはカドミウムの濃度 (mg/L) を直接読み取る。

9.3 Calculation of release of lead and cadmium from flatware—浅型容器からの鉛及びカドミウム溶出量の算出

浅型容器から溶出した鉛及びカドミウムの単位面積当たりの量 (R_0) は mg/dm² で算出し、次式により求める。

$$R_0 = \frac{\rho_0 \times V}{S_R}$$

ρ_0 ：抽出溶液中の鉛またはカドミウムの濃度 (mg/L)

V : 試料に注入した溶液量 (L)

S_R : 容器の計算対象表面積 (dm^2)

深型容器については、鉛は 0.1 mg/L、カドミウムは 0.01 mg/L まで求める。

浅型容器については、鉛は 0.1 mg/ dm^2 、カドミウムは 0.01 mg/ dm^2 まで求める。

溶出溶液の鉛またはカドミウムの濃度については、鉛は 0.1 mg/L、カドミウムは 0.01 mg/L まで求める。

10 Reproducibility and variability—再現性とばらつき

陶磁器製食器からの鉛及びカドミウム溶出量測定においては、分析を再現する時の誤差や試料採取時に生ずるばらつきが問題である。このセクションに挙げられている題材は科学的、技術的に興味を引くものではあるが、ISO 6486-1 の関連では標準を設定したり、規定を定めたりするような重要性はない。

10.1 Reproducibility—再現性

鉛及びカドミウム濃度の分析測定には、3 種類の測定誤差が生じる。

次の表 1 に、それぞれおよその標準偏差^[4]を示した。

表 1 Pb と Cd の測定におけるばらつきの原因

1	ばらつき発生源	Pb 測定時の標準偏差 (mg/L)	Cd 測定時の標準偏差 (mg/L)
2	同一試験室内の分析	0.04	0.004
3	別個の試験室内の分析	0.06	0.007
4	試験室と試料との相互作用	0.06	0.01
5	再現性	0.094	0.012

表 1 の 4 行目にある統計上の相互作用という項は、試験室間で差ができないはずの試料分析において差を生じたということを表している。詳細については、基本統計学のテキスト (ANOVA: 誤差分析法) に記載されている。再現性は、上記 3 種類のばらつきにおける標準偏差を 2 乗した値の合計の平方根である。

10.2 Variability—ばらつき

分析の再現性はガラスや陶磁器製品の表面の溶出反応における固有のばらつきと比較すれば遥かに良い。“サンプリングのばらつき”と名付けられるこのばらつきは、実験誤差を生じさせる最大の原因である。Moore^[5] は広範にわたるサンプルについて、鉛及びカドミウムの溶出のばらつき率は通常 60%であることを示している。従って、母集団が大きい場合、10,000 回に 1 回、4 個の試料のうち 1 個が許容量 2 mg/L を上回るのを避けるためには、鉛溶出量の真の平均値は約 0.58 mg/L となる。表 2 は母集団の平均値と標準

偏差の算定結果ごとに、試料の4個に1個、または6個に1個が許容量2 mg/Lを上回る

表2 許容量2 mg/Lを超える確率

母集団の平均値	母集団の標準偏差	試料4個に1個が 2 mg/Lを超える確率	試料6個に1個が 2 mg/Lを超える確率
0.4	0.24	<0.000 01	<0.000 01
0.8	0.48	0.138 26	0.200 05
1.2	0.72	0.758 36	0.881 22
0.4	0.12	<0.000 01	<0.000 01
0.8	0.24	0.000 02	0.000 04
1.2	0.36	0.325 68	0.446 27

確率を明示している。

11 Test report—試験報告書

試験報告書には次の事項を記載する。

- a) ISO規格6486-1との関連。
- b) 試料の識別 (型式、生産国、仕向地等)
- c) 試料の表面積または見かけ表面積及び満たした液量、または液体を満たすことのできない製品や試験品については抽出に使用した量
- d) 試料数
- e) 試験結果は個々の試料毎の値及び試料群毎の平均値を表示する。深型容器の測定値については、鉛は0.1 mg/L、カドミウムは0.01 mg/Lまで求めて報告する。浅型容器の測定値は、鉛は0.1 mg/dm²、カドミウムは0.01 mg/dm²まで求めて報告する。
注：補足事項として、浅型容器の試験溶液の濃度も同様に0.1 mg/L、カドミウムは0.01 mg/Lまで求めて報告する。
- f) 測定時に気付いた異常な現象
- g) 任意の試験方法 (ISO 6486-1に含まれてない試験方法)

Bibliography—参考文献

- [1] ISO 4788: 1980, Laboratory Glassware - Graduated measuring cylinders.
- [2] ISO 8655-21, Piston and/or plunger operated volumetric apparatus (POVA) - Part2: Single-channel pipettors.
- [3] ISO 8655-41, Piston and/or plunger operated volumetric apparatus (POVA) - Part4: Burettes.
- [4] ASTM Standard Test Method for Lead and Cadmium Extraction from Glazed Ceramic Surfaces, C738-94. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1994.

- [5] MOOR F. Trans. J. Brit. Ceram. Soc. Vol. 76 (3) 1997, pp. 52-57.
- [6] BURKE Francis M. Leachability of lead from commercial glazes. Ceram. Eng. Sci. Proc., 6 [11-12] p. 1394 (1985).
- [7] McCAULEY Ronald A. Release of lead and cadmium from ceramic foodware decorations, Glass Technol., 23[N 2]pp. 101-105 (1982).
- [8] CARR Dodd S., Cole Jerome F. and McLaren Malcolm G. Ceramic foodware safety; III, Mechanisms of release of lead and cadmium Ceramica (Sao Paulo), 28[N148]pp. 151-155 (1982).
- [9] FREY Emmo and SCHOLZE Horst. Lead and Cadmium release from fused colors, glazes, and enamels in contact with acetic acid and food under the influence of light. Ber. Dtsch. Keram. Ges., 56 (10) pp.239-297 (1979).
- [10] WHO/Food Additives HCS/79.7. Ceramic Foodware Safety, Critical Review of Sampling, Analysis, and Limits for Lead and Cadmium Release (Report of a WTO Meeting, Geneva 12-14 November 1979).
- [11] WHO/Food Additives 77.44. Ceramic Foodware Safety, Sampling, Analysis, and Limits for Lead and Cadmium Release (Report of a WTO Meeting, Geneva 8-10 June 1976).
- [12] Proceedings, International Conference on Ceramic Foodware Safety. pp. 8-17, 1975, Lead Industries Association Inc., 292 Madison Avenue, New York, NY 10017, USA.
- [13] WHO Food Additives Series No. 4, 1972.
- [14] WHO Technical Report Series No. 505, 1972.