

ポリカーボネート製器具・容器包装の溶出試験における
ビスフェノール A 分析法の室間共同実験

(2022年3月28日受付)

(2022年6月20日受理)

片岡洋平^{a)}、六鹿元雄^{a)}、阿部智之^{b)}、阿部 裕^{a)}、安藤景子^{c)}、石原絹代^{d)}、牛山温子^{e)}、内山陽介^{f)}、大坂郁恵^{g)}、大野浩之^{h)}、風間貴充ⁱ⁾、木村亜莉沙^{j)}、佐藤 環^{k)}、高橋良幸^{l)}、田中 葵^{m)}、棚橋高志ⁿ⁾、谷 拓哉^{o)}、照井善光^{p)}、外岡大幸^{q)}、永井慎一郎^{r)}、野村千枝^{s)}、花澤耕太郎^{t)}、羽石奈穂子^{u)}、早川雅人^{v)}、平林尚之^{w)}、藤吉智治^{x)}、四柳道代^{a)}、渡辺一成^{y)}、佐藤恭子^{a)}

- a) 国立医薬品食品衛生研究所
b) (公社) 日本食品衛生協会
c) 長野県環境保全研究所
d) (一財) 日本食品分析センター 彩都研究所
e) 川崎市健康安全研究所
f) 神奈川県衛生研究所
g) 埼玉県衛生研究所
h) 名古屋市衛生研究所
i) (一財) 日本食品分析センター 多摩研究所
j) 静岡市環境保健研究所
k) 福岡県保健環境研究所
l) (一財) 千葉県薬剤師会検査センター
m) (一社) 日本海事検定協会
n) 愛知県衛生研究所
o) (一財) 日本穀物検定協会
p) (一財) 日本食品検査
q) さいたま市健康科学研究センター
r) (一財) 東京顕微鏡院
s) (地独) 大阪健康安全基盤研究所
t) (一財) 食品環境検査協会
u) 東京都健康安全研究センター
v) (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
w) (一財) 食品薬品安全センター
x) (一財) 食品分析開発センター SUNATEC
y) (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

Inter-laboratory study on methods for analyzing bisphenol A content for migration tests
from polycarbonate apparatuses, containers, and packaging

(Received March 28, 2022)

(Accepted June 20, 2022)

Yohei Kataoka^{a)}, Motoh Mutsuga^{a)}, Tomoyuki Abe^{b)}, Yutaka Abe^{a)}, Keiko Ando^{c)}, Kinuyo Ishihara^{d)}, Atsuko Ushiyama^{e)}, Yosuke Uchiyama^{f)}, Ikue Osaka^{g)}, Hiroyuki Ohno^{h)}, Takamitsu Kazamaⁱ⁾, Arisa Kimura^{j)}, Tamaki Sato^{k)}, Yoshiyuki Takahashi^{l)}, Aoi Tanaka^{m)}, Takashi Tanahashiⁿ⁾, Takuya Tani^{o)}, Yoshimitsu Terui^{p)}, Hiroyuki Tonooka^{q)}, Shinichiro Nagai^{r)}, Chic Nomura^{s)}, Kotaro Hanazawa^{t)}, Nahoko Haneishi^{u)}, Masato Hayakawa^{v)}, Naoyuki Hirabayashi^{w)}, Tomoharu Fujiyoshi^{x)}, Michiyo Yotsuyanagi^{a)}, Kazunari Watanabe^{y)}, Kyoko Sato^{a)}

- a) National Institute of Health Sciences
b) Japan Food Hygiene Association
c) Nagano Environmental Conservation Research Institute
d) Saito Laboratory, Japan Food Research Laboratories
e) Kawasaki City Institute for Public Health
f) Kanagawa Prefectural Institute of Public Health
g) Saitama Prefectural Institute of Public Health
h) Nagoya City Public Health Research Institute
i) Tama Laboratory, Japan Food Research Laboratories
j) Shizuoka City Institute of Environmental Sciences and Public Health
k) Fukuoka Institute of Health and Environmental Sciences
l) Research Center of Chiba Pharmaceutical Association
m) Nippon Kaiji Kentei Kyokai
n) Aichi Prefectural Institute of Public Health
o) Japan Grain Inspection Association
p) Japan Food Inspection Corporation
q) Saitama City Institute of Health Science and Research
r) Tokyo Kenbikyoin
s) Osaka Institute of Public Health
t) Japan Inspection Association of Food and Food Industry Environment
u) Tokyo Metropolitan Institute of Public Health
v) High Polymer Test & Evaluation Center, Osaka office, Japan Chemical Innovation and Inspection Institute
w) Food and Drug Safety Center
x) Food Analysis Technology Center SUNATEC
y) High Polymer Test & Evaluation Center, Tokyo office, Japan Chemical Innovation and Inspection Institute

連絡先: 〒 210-9501 神奈川県川崎市川崎区殿町 3-25-26 国立医薬品食品衛生研究所 片岡洋平

Corresponding author: Yohei Kataoka, National Institute of Health Sciences,

3-25-26 Tonomachi, Kawasaki-ku, Kawasaki, Kanagawa 210-9501, Japan

Abstract

An inter-laboratory study involving 23 laboratories was conducted to validate the government-approved analytical method for the determination of bisphenol A migrating from polycarbonate food processing materials. The obtained values were analyzed statistically using internationally accepted guidelines. Horwitz ratios were calculated based on the reproducibility relative standard deviation (RSD_R), which was estimated from the inter-laboratory study, and predicted RSD_R, which was calculated using the Horwitz/Thompson equation. The analytical methods used for the migration solutions of water, 20% ethanol, and 4% acetic acid met the performance criteria of less than 2 of HorRat value set by the Codex Alimentarius for analytical method approval, but the analytical method for the migration solution of heptane did not. The results showed that the analytical method for the migration solution of heptane needs to be improved.

Keywords: ポリカーボネート、ビスフェノール A、室間共同実験
polycarbonate, bisphenol A, inter-laboratory study

I 緒言

ビスフェノール A (2,2-bis(4-hydroxy phenyl)propane, bisphenol A : BPA) は、ポリカーボネート (polycarbonate : PC) の原料モノマーであり、重合時の未重合体の残存や、PC 末端からの酸化分解による BPA の生成のため、PC の材質中には、未重合体及び分解物である BPA が存在する。

食品衛生法における食品・添加物等の規格基準では、PC を主成分とする合成樹脂製の器具又は容器包装について、BPA、フェノール (Phenol : PH) 及び *p-tert*-ブチルフェノール (*p-tert*-butylphenol : BuPH) の合算値として試料中に 500 µg/g、溶出量として 2.5 µg/mL の規格値とともに、規格に適合していることを判定するための試験法 (以下、告示試験法) が設定されている¹⁾。

告示試験法の溶出試験では、PC を主成分とする器具・容器包装を用いる食品の区分によって浸出用液の種類が設定されている。油脂及び脂肪性食品、酒類、それ以外の食品で pH5 を超えるもの、及び pH5 以下のものに対して、それぞれヘプタン、20% エタノール、水、4% 酢酸を浸出用液とし、試料の表面積 1 cm² につき 2 mL の割合の 60℃ に加温した浸出用液を用い、60℃ に保ちながら 30 分放置して試験溶液を調製する。ただし、使用温度が 100℃ を超える場合であって浸出用液が水又は 4% 酢酸の場合には 95℃ に保ちながら 30 分間、浸出用液がヘプタンの場合には 25℃ に保ちながら 1 時間放置して試験溶液を調製する。溶出試験後の定量分析は、浸出用液が 20% エタノール、水、4% 酢酸の場合は、試験溶液を HPLC により BPA、PH 及び BuPH の 3 化合物を分析する。一方、浸出用液がヘプタンの場合は、試験溶液をアセトニトリルに転溶し、得られた溶液を HPLC により 3 化合物を分析する。

しかし、この告示試験法については、これまで分析法の性能について十分な評価がされていない。そこで本研究では、告示試験法について、23 試験所で室間共同実験を実施し、その性能を評価した。

II 実験方法

1. 試料

1) 試薬、標準原液等

エタノール：環境分析用又は残留農薬・PCB 試験用、ヘプタン：特級又は環境分析用、水：LC/MS 用、以上、富士フィルム和光純薬株式会社製

酢酸：特級又は精密分析用、シグマアルドリッチジャパン社製

BPA 標準品：環境分析用、PH 標準品：特級、BuPH 標準品：環境分析用、メタノール及びアセトニトリル：LC-MS 用、以上、関東化学株式会社製

1150 µg/mL 混合標準原液：BPA 標準品、PH 標準品及び BuPH 標準品各 115.0 mg を量りとり、エタノールを加えて 100 mL に定容した。

900 µg/mL 混合標準原液：BPA 標準品、PH 標準品及び BuPH 標準品 180.0 mg を量りとり、エタノールを加えて 200 mL に定容した。

1200 µg/mL 混合標準原液：BPA 標準品、PH 標準品及び BuPH 標準品 120.0 mg を量りとり、エタノールを加えて 100 mL に定容した。

800 µg/mL 混合標準原液：BPA 標準品、PH 標準品及び BuPH 標準品各 160.0 mg を量りとり、エタノールを加えて 200 mL に定容した。

4800 µg/mL 混合標準原液：BPA 標準品、PH 標準品及び BuPH 標準品各 240.0 mg を量りとり、エタノールを加えて 50 mL に定容した。

1600 µg/mL 混合標準原液：BPA 標準品、PH 標準品及び BuPH 標準品各 160.0 mg を量りとり、エタノールを加えて 100 mL に定容した。

4% 酢酸：酢酸 40 mL を量りとり、水を加えて 1000 mL に定容した。

20% エタノール：エタノール 200 mL を量りとり、水を加えて 1000 mL に定容した。

2) 試料の調製

(1) ブランク試料

各浸出用液 (水、4% 酢酸、20% エタノール、ヘプタ