食品製造機械用潤滑剤中の鉛及びヒ素の分析

荻本 真美，樺島 順一郎，鈴木 公美，水取 敦子，大畑 孝二，
大山 明日子，光川 篤志，植松 洋子，中里 光男

Determination of Lead and Arsenic in Food Grade Lubricants

Mami OGIMOTO, Junichiro KABASHIMA, Kumi SUZUKI, Atsuko MONDORI, Koji OHATA,
Asuko OYAMA, Atsushi MITSUKAWA, Yoko UEMATSU and Mitsuo NAKAZATO

東京都健康安全研究センター研究年報　第60号　別刷
2009

東京健安研セ年報　*Ann. Rep. Tokyo Metr. Inst. Pub. Health,* **60**, 155-158, 2009

食品製造機械用潤滑剤中の鉛及びヒ素の分析

荻　本　真　美[*1], 樺　島　順　一　郎[*1], 鈴　木　公　美[*1], 水　取　敦　子[*2], 大　畑　孝　二[*2],
大　山　明　日　子[*3], 光　川　篤　志[*4], 植　松　洋　子[*5], 中　里　光　男[*1]

食品製造機械用及びその他の潤滑剤について，鉛及びヒ素の含有量調査を行った．試験法について検討し，鉛は，JIS K 2255-1995石油製品-ガソリン-鉛分試験方法に準じた方法，ヒ素は食品添加物流動パラフィンの試験法を用いた．定量限界は，いずれも2 μg/gであった．57試料 （食用油脂8試料，食品添加物2試料，食品製造機械用潤滑剤12試料，一般機械用潤滑剤35試料） について調査したところ，ヒ素はいずれの試料からも検出されなかったが，鉛が1試料から380 μg/g 検出された．鉛が検出された製品は一般機械用の製品であったが，食品製造機械に使用された場合、混入により食品を汚染する可能性が危惧された．

キーワード：食品製造機械用潤滑剤，鉛，ヒ素，JIS規格，間接食品添加物，国際衛生化学財団，米国連邦規則集，原子吸光光度計，

は じ め に

加工食品の製造に使用される機械には､装置性能を維持，発揮させる目的で潤滑油やグリース等の潤滑剤が使用される．しかし，食品製造現場では，潤滑油が食品に接触したり混入したりする危険性を常に抱えている．米国では，食品医薬品局（FDA）が食品に触れる可能性のある潤滑剤を「間接食品添加物」として定め，米国連邦規格令（CFR）21章178.3570（21CFR178.3570）[1)]に潤滑剤に使用可能な原料を規定している．また，米国の国際衛生化学財団（NSF international）では，食品規格に使用される潤滑剤を「H1」（偶発的に食品に触れる可能性がある箇所で使用できる潤滑剤），「H2」（食品に触れる可能性がない箇所でのみ使用できる潤滑剤）と2つのクラスに分類し[2)]，H1に認証される潤滑剤は21CFR178.3570に規定された原料のみ使用可能であるとしている．安全性が重視される食品業界においては，米国のみならず，事実上の世界標準であるNFS H1認証商品を使用することが大きな流れとなっている．このような状況にもかかわらず，わが国では依然として国内法として潤滑剤に関する食品関連の法規制は存在せず，使用する潤滑剤の種類は食品製造業者の選択に任されている．そのため，食品製造機械に食品製造機械用でない一般機械用潤滑油が使用されている可能性があるが，その使用実態は明らかではない．今回，品質実態調査の一環として，潤滑剤に不純物として含まれる可能性のある有害元素である鉛とヒ素について分析法の検討および含有量調査を行ったので報告する．

実 験 方 法

1. 試料

平成19～20年度に都内食品製造施設で使用及び市販流通されている潤滑剤計57試料を用いた．内訳は，食用油脂9試料，食品機械用潤滑剤13試料，一般機械用潤滑剤35試料である．

2. 測定項目

鉛及びヒ素

3. 試薬

メチルイソブチルケトン（MIBK），トルエン，イソオクタン，硝酸マグネシウム，塩酸，硝酸，ブロムフェノールブルー（BPB），アンモニア水（25%），塩化第一スズ，エタノール，ヨウ化カリウム，ピリジン，酢酸：特級，塩化鉛：一級，亜鉛（顆粒状）：ヒ素分析用，ヒ素標準原液：原子吸光分析用 （1,000 mg/L），以上和光純薬工業（株）製，よう素：特級，ナカライテスク（株）製，トリカプリルメチルアンモニウムクロライド（TCMAC）：特殊用，ジエチルジチオカルバミン酸銀：特級，以上東京化成（株）製，オイル分析用鉛標準溶液（1000 μg /g）：CONOSTAN社製，シクロヘキサンブチル酸鉛：ACROS ORGANICS社製，トリフェニル（フェニルエチニル）鉛：シグマアルドリッチジャパン（株）製，水：超純水製造装置により精製したものを用いた．

[*1] 東京都健康安全研究センター食品化学部食品添加物研究科　169-0073　東京都新宿区百人町 3-24-1
[*2] 東京都健康安全研究センター広域監視部食品監視係　163-8001　東京都新宿区西新宿 2-8-1
[*3] 東京都健康安全研究センター健康安全部食品監視課自主管理認証制度担当
163-8001　東京都新宿区西新宿 2-8-1
[*4] 東京都健康安全研究センター健康安全部薬事監視課医薬品指導係　163-8001　東京都新宿区西新宿 2-8-1
[*5] 東京都健康安全研究センター食品化学部　東京都新宿区百人町 3-24-1

Table 1. Pb and As in Lubricants

Clasification	number of samples	number of Pb positive sample (conc. μg/g)	number of As positive sample (conc. μg/g)
Edible oil	9	0	0
Food grade Lubricants	13	0	0
Industrial grade Lubricants	35	1（380 μg/g）	0
Sum	57	1	0

4. 装置

偏光ゼーマン原子吸光光度計：日立製作所（株） Z-5300型超純水製造装置：Yamato Millipore社製，WQ500

5. 鉛試験法

JIS K 2255-1995石油製品-ガソリン-鉛分試験方法[3]に準じ，以下のように行った．

(1) 鉛標準液の調製

鉛標準原液（1000 mg/L）：塩化鉛を100−105℃で1時間乾燥し，冷後，その0.0671 gを10%TCMAC溶液35 mL中に加えて溶解し，10%TCMACで正確に50 mLとした．

一次鉛標準液（200 mg/L）：標準原液10 mLを1%TCMAC溶液で正確に50 mLとした．

二次鉛標準液（1，2，4，10 mg/L）：一次鉛標準液0.25，0.5，1 mLをとり，各々に1%TCMAC溶液2.5 mLを加え，MIBKで正確に50 mLとした．また，一次鉛標準液1 mLをとり，1%TCMAC溶液1 mLを加えMIBKで正確に20 mLとした．

(2) 検量線用鉛標準液の調製

メスフラスコにMIBK約8 mLおよびイソオクタン2 mLを入れ，各濃度の二次鉛標準液を正確に2 mLずつ加えた．これに，ヨウ素溶液0.04 mL及び1%TCMAC溶液2 mLを加えてよく混合した後，MIBKで正確に20 mLとし，検量線用鉛標準液とした．

(3) 試験液の調製

メスフラスコにMIBK約8 mLおよびイソオクタン2 mL，さらに試料約2 gを精密に量り入れ，よく混合した．ヨウ素溶液0.04 mLを加え，撹拌した後，1分間放置した．これに，1%TCMAC溶液2 mLを加えよく混合した後，MIBKで正確に20 mLとし，0.45 μmのフィルターでろ過したものを試験液とした．不溶解物がある場合は，3000 rpmで10分間遠心分離した後，ろ過した．なお，スプレー缶について噴射剤（プロペラント）は除去しなかった．

(4) 鉛の測定

原子吸光条件：波長 283.3 nmを用い，フレーム原子吸光光度法により測定した．

検量線用鉛標準液により作成した検量線から試験液中の鉛含有量を算出した．

6. ヒ素試験法

第8版食品添加物公定書収載の流動パラフィンの試験法（ヒ素試験法第3法）[4]に従った．

7. スプレー缶についての飛散実験

試料としてグリース剤スプレーを用いた．

スプレー缶の重量を測定した後，方眼紙に噴霧し，噴霧後のスプレー缶の重量を測定した．同時に噴霧時間を測定し，単位時間当たりの噴霧量を求めた．さらに飛散面積を方眼紙の面積より算出した．

結果および考察

1. 試験法の検討

ヒ素については，潤滑剤の主成分である鉱油の一つで食品添加物の流動パラフィンの試験法[4]を用いて分析を行った．その結果，いずれの試料からもヒ素は検出されなかった（Table 1）．

鉛については，流動パラフィンに鉛の規格が設定されていないことから，分析法の検討を行った．（A）流動パラフィンと同じ飽和炭化水素である食品添加物パラフィンワックスについての鉛試験法[5]，（B）試料に硝酸マグネシウムのエタノール溶液を加えて点火し燃焼させ，試料の主成分である炭化水素を燃焼させて除去する方法である８版の重金属試験法第4法[6]，（C）石油製品についての鉛分析法であるJIS試験法[3]変法（JIS変法）を試みた．A法では，試料に硫酸を入れて加熱したところ，突沸して試料が飛散し，潤滑剤に適用するのは困難であった．B法では、試料は突沸しなかったが，添加回収実験を行ったところ，回収率は無機鉛で88%であったのに対し，有機鉛であるシクロヘキサンブチル酸鉛やトリフェニル（フェニルエチニル）鉛で，それぞれ67%，78%と低かったため，潤滑剤中の鉛が有機鉛であった場合，試験法としては適当でないと考えられた．そこで，C法を検討し，B法で鉛が検出された試料について添加回収実験を行ったところ，上記回収率は，それぞれ81%，

94%，またCONOSTAN社製オイル分析用鉛標準溶液についての回収率は91%であり，潤滑剤の鉛の試験法として，C法（JIS変法）が適用できると考えられた．

参考として，試料0.2 gをMIBKで希釈して50 mLとし，CONOSTAN社製オイル分析用鉛標準溶液を標準品として測定する方法（D法）を検討した．B法で鉛が検出された試料について同鉛標準溶液添加回収実験を行ったところ，回収率は105%であり，当該品中の鉛を測定したところ，試料中の鉛の測定値は鉛試験法で行った場合とほぼ同等であった．このことより，今回，鉛の検出された試料について適用しただけであるが，操作の簡便なD法も，潤滑剤中の鉛の測定に適用できると考えた．

2. 分析結果

ヒ素は､いずれの試料からも検出されなかったが, 鉛は, C法による測定の結果, 一般機械用潤滑剤1試料から380 μg/gが検出された（Table 1）．この試料は，グリース剤スプレータイプで，成分は，リチュームグリース，二硫化モリブデン，石油系炭化水素，LPGガスであった．用途としてはエレベーター, 農業機械, 工場設備機械の軸受け, 歯車, チェーン等とあり, 食品製造機械用との表示はなかったが, 日本では法規制がなく, 食品製造機械にも使用される可能性が高い．なお，同試料のB法での鉛測定値は約60 μg/gと低く，また周辺に鉛汚染が観察されたことから，試料中の鉛は有機鉛で，燃焼により揮散している可能性が考えられた．

3. スプレー缶についての飛散実験

今回鉛の検出された試料はスプレー缶であったため，スプレーを噴霧した際の周辺の鉛汚染推定のために飛散実験を行った．試料として，鉛の検出されなかったグリース剤スプレーを用い，飛散する鉛の量を測定したところ，噴霧時間は実験者Aでは1.45秒，Bでは0.87秒，噴霧量はそれぞれ0.83 g，0.51 g，噴霧面積はそれぞれ12.3 cm^2，7.7 cm^2であった．１秒当たりの噴霧量はそれぞれ0.58 g，0.59 gであり，製品中の鉛含有量を380 μg/gとした場合，平均約220 μg/秒，25.5 μg/cm^2の鉛が散布されると考えられた．当該品が食品製造に使用された場合，飛散による周辺の鉛汚染の可能性が危惧された．

ま と め

潤滑剤中の鉛及びヒ素の含有量調査を行った．鉛についてはJISの方法を検討して用い，ヒ素については食品添加物公定書・流動パラフィンの試験法を用い分析を行った．その結果，一般機械用のスプレータイプ潤滑剤１試料から380 μg/gの鉛が検出された．当該品が食品製造機械に使用された場合，飛散による周辺の鉛汚染の可能性が危惧された．

文 献

1) 21CFR178.3570 : Lubricants with incidental food contact. 2008
2) http://www.nsf.org/business/nonfood_compounds/categories.asp?program=NonFoodComReg（2009年10月15日現在, なお本URLは変更または抹消の可能性がある）
3) 福原元一編：日本工業規格　JIS K 2255-1995 石油製品 - ガソリン - 鉛分試験方法, 4 -7, 1995, 日本規格協会, 東京
4) 日本食品添加物協会編：第8版食品添加物公定書, 65-68, 2007, 日本食品添加物協会，東京
5) 日本食品添加物協会編：第8版食品添加物公定書, 46-47, 2007, 日本食品添加物協会，東京
6) 日本食品添加物協会編：第8版食品添加物公定書, 22-23, 2007, 日本食品添加物協会，東京

Determination of Lead and Arsenic in Food Grade Lubricants

Mami OGIMOTO[*], Junichiro KABASHIMA[*], Kumi SUZUKI[*], Atsuko MONDORI[**], Koji OHATA[**],
Asuko OYAMA[**], Atsushi MITSUKAWA[**], Yoko UEMATSU[*] and Mitsuo NAKAZATO[*]

Lead (Pb) and arsenic (As) levels in lubricants were determined. A method for the determination of Pb in petroleum products, which is described in the JIS K 2255[1995] "Petroleum products-Gasoline-Determination of lead content," was used to determine Pb. The method used to determine As in liquid paraffin was based on that described in "Japan's Specifications and Standards for Food Additives, 8th Ed." The limit of quantification for both Pb and As was 2 µg/g. Out of 57 lubricants (9 edible oils, 13 food grade lubricants, and 35 industrial grade lubricants), Pb was found in one industrial grade lubricant (380 µg/g). Use of this lubricant in food manufacturing might cause lead contamination.

Keywords: food grade lubricant, Pb, As, JIS, indirect food additive, National Sanitation Foundation, Code of Federal Regulation, atomic absorption spectrometry

[*] Tokyo Metropolitan Institute of Public Health
3-24-1, Hyakunin-cho, Shinjuku-ku, Tokyo 169-0073 Japan
[**] Tokyo Metropolitan Institute of Public Health
2-8-1, Nishisinjuku, Shinjuku-ku, Tokyo 163-8001 Japan