生食発 0125 第 7 号 平成 29 年 1 月 25 日

各 検疫所長 殿

厚生労働省医薬・生活衛生局生活衛生・食品安全部長 (公印省略)

「清涼飲料水等の規格基準の一部改正に係る試験法について」の一部改正について

清涼飲料水等の試験法については、「清涼飲料水等の規格基準の一部改正に係る試験法について」(平成26年12月22日付け食安発1222第5号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知)により通知しているところ、運用上の取扱いを明確化する等のため、同通知を別紙新旧対照表のとおり一部改めることとしましたので、御了知の上、適切な運用を図られるようお願いします。

なお、改正の概要は下記のとおりです。

記

- ・部長通知に定める試験法と同等以上の試験法についても、基準値との適合性の判断 に用いることが可能である旨を記載する。
- ・ I 一斉試験法 ミネラルウォーター類中の元素一斉試験法 表 5 にガリウムを 追加する。
- ・ I 一斉試験法 ミネラルウォーター類中の揮発性有機化合物一斉試験法 表 2 のジブロモクロロメタンの希釈倍率を改正する。
- ・その他、修辞上の修正を行う。

「清涼飲料水等の規格基準の一部改正に係る試験法について」の一部改正について 新旧対照表 ○清涼飲料水等の規格基準の一部改正に係る試験法について(食安発1222第5号)(抄)

(傍線部分は訂正部分)

新

清涼飲料水等の規格基準の一部改正に係る取扱いについては、平成26年12月 22日付け食安発1222第2号(以下「施行通知」という。)により通知したとこ 22日付け食安発1222第2号(以下「施行通知」という。)により通知したとこ ろである。

について、別添のとおり定めるとともに、別添に定める試験法と同等以上の性について、別添のとおり定めることとしたので、関係者への周知方よろしくお 能を有すると認められる試験法を認めることとしたので、関係者への周知方は「願いする。 ろしくお願いする。

(別添)

I. 一斉試験法

ミネラルウォーター類中の元素類一斉試験法

 $1. \sim 7.$ (略)

- 8. 留意事項
 - 1) (略)
 - 2)注意点
 - ① ポリプロピレン製やポリテトラフルオロエチレン製などの器具を使用 することにより、測定する元素の実験器具への吸着等を防ぐ。
 - ② 試験溶液中の分析対象元素と内部標準元素の信号強度比が過大・過小 にならないようにするため、事前に代表的な試料について分析対象元素 と内部標準元素の濃度を把握しておくのがよい。
 - $3\sim4$ (略)

表 $1 \sim 4$ (略)

表 5 各分析対象元素及び内部標準元素の測定質量数

分析対象元素及び内部標準元素	測定質量数
(略)	(略)

ĺΗ

清涼飲料水等の規格基準の一部改正に係る取扱いについては、平成26年12月 ろである。

施行通知中、第4の2において示すこととしていた化学物質等に係る試験法 施行通知中、第4の2において示すこととしていた化学物質等に係る試験法

(別添)

I. 一斉試験法

ミネラルウォーター類中の元素類一斉試験法

1. \sim 7. (略)

- 8. 留意事項
 - 1) (略)
 - 2) 注意点
 - ① ポリプロピレン製やポリテトラフルオロエチレン製などの器具を使用 することにより、測定元素の実験器具への吸着等を防ぐ。
 - ② 試験溶液中の分析対象元素と内部標準元素のイオン強度比が過大・過 小にならないようにするため、事前に代表的な試料について分析対象元 素と内部標準元素の濃度を把握しておくのがよい。
 - $3\sim4$ (略)

表 $1\sim4$ (略)

表 5 各分析対象元素及び内部標準元素の測定質量数

分析対象元素及び内部標準元素	測定質量数
(略)	(略)

コバルト	59
<u>ガリウム</u>	<u>71</u>
イットリウム	89
(略)	(略)

ミネラルウォーター類中の陰イオン性化合物一斉試験法

- $1. \sim 6.$ (略)
- 7. 測定条件

分離カラム: 陰イオン交換カラム 内径4 mm、長さ250 mm 溶離液: 炭酸ナトリウム溶液を0.8 mL/分で送液する。 (略)

8. (略)

表1(略)

ミネラルウォーター類中の揮発性有機化合物一斉試験法

- $1. \sim 7.$ (略)
- 8. 留意事項
- 1) (略)
- 2) 注意点

①~③ (略)

- ④ 試験環境の温度が高いほど各揮発性有機化合物が揮散しやすくなるため、通常の試験環境に比べてより低温の環境下で試験操作を行うことが望ましい。また、使用する試薬、試液についても同様に、試験中は試験環境よりも低温で維持されるよう操作することが望ましい。
- ⑤ (略)

表1(略)

表 2 試料の希釈倍率

分析対象化合物	希釈倍率 (倍)
(略)	(略)

コバルト	59
_(新設)	
イットリウム	89
(略)	(略)

ミネラルウォーター類中の陰イオン性化合物一斉試験法

- $1. \sim 6.$ (略)
- 7. 測定条件

分離カラム: 陰イオン交換カラム 内径4 mm、長さ250 mm 溶離液: 炭酸ナトリウム溶液を0.8 <u>mL/min</u>で送液する。 (略)

8. (略)

表1(略)

ミネラルウォーター類中の揮発性有機化合物一斉試験法

- $1. \sim 7.$ (略)
- 8. 留意事項
- 1) (略)
- 2) 注意点

①~③ (略)

- ④ 試験環境の温度が高いほど各揮発性有機化合物が揮散しやすくなるため、<u>できるだけ低温</u>の環境下で試験操作を行うことが望ましい。また、使用する試薬、試液についても同様に、試験中は試験環境よりも低温で維持されるよう操作することが望ましい。
- ⑤ (略)

表1(略)

表 2 試料の希釈倍率

分析対象化合物	希釈倍率 (倍)	
(略)	(略)	

テトラクロロエチレン	0.5
ベンゼン	2. 5
(削る)	
シス-1, 2-ジクロロエチレン	
トランス-1, 2-ジクロロエチレン	
ジクロロメタン	10
クロロホルム	
ブロモジクロロメタン	
<u>ジブロモクロロメタン</u>	- 25
ブロモホルム	
トルエン	100

テトラクロロエチレン	
ベンゼン	2.5
<u>ジブロモクロロメタン</u>	
シス-1, 2-ジクロロエチレン	
トランス-1, 2-ジクロロエチレン	
ジクロロメタン	10
クロロホルム	
ブロモジクロロメタン	
(新設)	
ブロモホルム	25
トルエン	100
	•

表3(略)

表 4 各分析対象化合物及び内部標準の主なイオンと保持時間の目安

分析対象化合物	主なイオン(m/z)	保持時間の目安
四塩化炭素	117, 119	11
ジクロロメタン	84, 49	8
シス-1, 2-ジクロロエチレン	<u>96, 61</u>	10
トランス-1,2-ジクロロエチレン	<u>96, 61</u>	8
テトラクロロエチレン	166, 164	14
トランス-1, 2-ジクロロエチレン	96, 61	

表3(略)

表 4 各分析対象化合物及び内部標準の主なイオンと保持時間の目安

主なイオン(m/z)	保持時間の目安
117, 119	11
49, 84	8
61, 96	10
61, 96	8
166, 164	14
	<u>49, 84</u> <u>61, 96</u> <u>61, 96</u>

トリクロロエチレン	<u>130, 95</u>	12
(略)	(略)	(略)
1,4-ジオキサン	<u>88, 58</u>	12
(略)	(略)	(略)

Ⅱ. 個別試験法

(略)

ミネラルウォーター類中のシアン試験法

 $1. \sim 6.$ (略)

7. 測定条件

- 1) (略)
- 2) 分離条件

分離カラム:イオン排除カラム 内径6.0 mm、長さ100 mm 溶離液:酒石酸ナトリウム緩衝液を $0.6 \text{ mL}/\Omega$ で送液する。カラム温度: 40 °

3) ポストカラム誘導体化条件

塩素化溶液:クロラミンT/リン酸緩衝溶液を0.5 <u>mL/分</u>で送液する。 反応温度:40℃

発色溶液:1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン/4-ピリジンカルボン酸ナトリウム溶液を0.5 mL/分で送液する。

4) (略)

8. (略)

ミネラルウォーター類中のジクロロアセトニトリル試験法

 $1. \sim 2.$ (略)

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、食品、添加物等の規格基準第2添加物の部 C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

(略)

0.1 mg/L 1,2,3-トリクロロプロパン/MTBE溶液 市販の1000 mg/L 1,2,3-トリクロロプロパン標準溶液を正確に1 mL量りとり、MTBEを加えて<u>正確に10</u>0 mLとした後、さらにMTBEで100倍希釈する。

トリクロロエチレン	95, 130	12
(略)	(略)	(略)
1,4-ジオキサン	58, 88	12
(略)	(略)	(略)

Ⅱ. 個別試験法

(略)

ミネラルウォーター類中のシアン試験法

 $1. \sim 6.$ (略)

7. 測定条件

- 1) (略)
- 2) 分離条件

分離カラム:イオン排除カラム 内径6.0 mm、長さ100 mm 溶離液:酒石酸ナトリウム緩衝液を0.6 mL/minで送液する。 カラム温度:40℃

3) ポストカラム誘導体化条件

塩素化溶液: クロラミンT/リン酸緩衝溶液を $0.5 \, \underline{\text{mL/min}}$ で送液する。 反応温度: 40%

発色溶液:1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン/4-ピリジンカルボン酸ナトリウム溶液を0.5 mL/minで送液する。

4) (略)

8. (略)

ミネラルウォーター類中のジクロロアセトニトリル試験法

 $1. \sim 2.$ (略)

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、食品、添加物等の規格基準第2 添加物の部 C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

(略)

0.1 mg/L 1, 2, 3-トリクロロプロパン/MTBE溶液 市販の1000 mg/L 1, 2, 3-トリクロロプロパン標準溶液を正確に1 mL量りとり、MTBEを加えて100 mLとした後、さらにMTBEで100倍希釈する。

4. ~8. (略)

ミネラルウォーター類中の臭素酸試験法

 $1. \sim 6.$ (略)

7. 測定条件

1) 分離条件

分離カラム:陰イオン交換カラム 内径4.0 mm、長さ150 mm 溶離液:炭酸水素ナトリウム/炭酸ナトリウム溶液を1.0 <u>mL/分</u>で送液する。

カラム温度:40℃

2) ポストカラム誘導体化条件

第一反応液:臭化カリウム/硫酸溶液を0.4 mL/分で送液する。第二反応液:亜硝酸ナトリウム溶液を0.2 mL/分で送液する。反応温度:40℃

3) (略)

8. (略)

ミネラルウォーター類中の水銀試験法

- 1. 分析対象<u>元素</u> 水銀
- 2. (略)
- 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、食品、添加物等の規格基準第2添加物の部 C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

水 市販の分析用精製水を含め、規格値濃度の分析対象<u>元素</u>から得られる 分析値に影響を及ぼす濃度の含有を認めないもの。 (略)

4. 試験溶液の調製

試料250 mLを正確に量りとり、硝酸2.5 mL及びL-システイン溶液0.25 mLを加えた後に混合したものを試験溶液とする。

5. 試験操作

測定の直前に試験溶液に塩化スズ(II)溶液10mLを加え、混合する。

6. 検量線の作成

 $4. \sim 8.$ (略)

ミネラルウォーター類中の臭素酸試験法

 $1. \sim 6.$ (略)

7. 測定条件

1) 分離条件

分離カラム: 陰イオン交換カラム 内径4.0 mm、長さ150 mm 溶離液: 炭酸水素ナトリウム/炭酸ナトリウム溶液を1.0 mL/minで送液する。

カラム温度:40℃

2) ポストカラム誘導体化条件

3) (略)

8. (略)

ミネラルウォーター類中の水銀試験法

- 1. 分析対象<u>化合物</u> 水銀
- 2. (略)
- 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、食品、添加物等の規格基準第2添加物の部 C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。 水 市販の分析用精製水を含め、規格値濃度の分析対象化合物から得られ

る分析値に影響を及ぼす濃度の含有を認めないもの。 (略)

(PH)

4. 試験溶液の調製

試料250 mLを正確に量りとり、硝酸2.5 mL及びL-システイン溶液0.25 mLを正確に加えた後に混合したものを試験溶液とする。

5. 試験操作

測定の直前に試験溶液に塩化スズ(II)溶液10mLを正確に加え、混合する。

6. 検量線の作成

水銀標準原液を希釈用液で希釈し0.0001~0.0025 mg/L<u>溶液を数点調製し</u>、5.の試験操作の後、還元気化原子吸光光度計に注入し、吸光度を求め、検量線を作成する。

 $7. \sim 9.$ (略)

ミネラルウォーター類中の全有機炭素 (TOC) 試験法

 $1. \sim 6.$ (略)

7. 測定条件

燃燒温度:680℃

キャリアーガス:高純度空気 キャリアーガス圧力:200 kPa キャリアーガス流量:150 <u>mL/分</u> 検出器: 非分散型赤外線検出器

8. (略)

ミネラルウォーター類中のフタル酸ジ-2-エチルヘキシル試験法

 $1. \sim 2.$ (略)

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、食品、添加物等の規格基準第2添加物の部C試薬・試液等の項に示すものを用いる。

(略)

フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3, 4, 5, 6- d_4 標準原液 市販のフタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3, 4, 5, 6- d_4 標準物質10 mg を正確に量りとり、ヘキサンを加えて正確に100 mLとする。

5 mg/Lフタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3, 4, 5, $6-d_4$ 標準溶液 フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3, 4, 5, $6-d_4$ 標準原液を正確に5 mL量りとり、アセトンを加えて正確に100 mLとする。

4. ~8. (略)

ミネラルウォーター類中のホルムアルデヒド試験法

 $1. \sim 2.$ (略)

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、食品、添加物等の規格基準第2添加物の部C試薬・試液等の項に示すものを用いる。

水銀標準原液を希釈用液で希釈し0.0001~0.0025 mg/L溶液数点を調製し、5.の試験操作の後、還元気化原子吸光光度計に注入し、吸光度を求め、検量線を作成する。

 $7. \sim 9.$ (略)

ミネラルウォーター類中の全有機炭素 (TOC) 試験法

 $1. \sim 6.$ (略)

7. 測定条件

燃燒温度:680℃

キャリアーガス: 高純度空気 キャリアーガス圧力: 200 kPa キャリアーガス流量: 150 <u>mL/min</u> 検出器: 非分散型赤外線検出器

8. (略)

ミネラルウォーター類中のフタル酸ジ-2-エチルヘキシル試験法

 $1. \sim 2.$ (略)

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、食品、添加物等の規格基準第2添加物の部C試薬・試液等の項に示すものを用いる。

(略)

フタル酸ジー2-エチルヘキシルー3, 4, 5, 6- d_4 標準原液 市販のフタル酸ジー2 -エチルヘキシルー3, 4, 5, 6- d_4 標準物質10 mg<u>を量りとり</u>、ヘキサンを加えて<u>1</u>00 mLとする。

5 mg/Lフタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3, 4, 5, 6- d_4 標準溶液 フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3, 4, 5, 6- d_4 標準原液を正確に5 mL量りとり、アセトンを加えて100 mLとする。

4. ~8. (略)

ミネラルウォーター類中のホルムアルデヒド試験法

 $1. \sim 2.$ (略)

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、食品、添加物等の規格基準第2添加物の部C試薬・試 液等の項に示すものを用いる。 (略)

2 mg/L 1-クロロデカン/ヘキサン溶液 市販の1000 mg/L 1-クロロデカン標準溶液1 mLを正確に量りとり、ヘキサンを加えて $\underline{\text{正確}}$ に500 mLとする。

(略)

(略)

2 mg/L 1-クロロデカン/ヘキサン溶液 市販の1000 mg/L 1-クロロデカン標準溶液1 mLを正確に量りとり、ヘキサンを加えて $\underline{500 \text{ mL}}$ とする。

(略)