

各 $\left(\begin{array}{c} \text{都道府県知事} \\ \text{保健所設置市長} \\ \text{特別区長} \end{array} \right)$ 殿

厚生労働省医薬食品局食品安全部長
(公 印 省 略)

乳及び乳製品の成分規格等に関する省令及び食品、添加物等の規格基準の一部改正について

乳及び乳製品の成分規格等に関する省令の一部を改正する省令（平成 26 年厚生労働省令第 141 号）及び食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件（平成 26 年厚生労働省告示第 482 号）が本日公布され、これにより乳及び乳製品の成分規格等に関する省令（昭和 26 年厚生省令第 52 号。以下「乳等省令」という。）及び食品、添加物等の規格基準（昭和 34 年厚生省告示第 370 号。以下「告示」という。）の一部が改正されたところであるが、その改正の概要等は下記のとおりであるので、関係者への周知徹底を図るとともに、その運用に遺憾なきよう取り計らわれたい。

記

第 1 改正の概要

ミネラルウォーター類は、水のみを原料としていることから、その製造において殺菌又は除菌以外の処理を行わないものがほとんどであるため、これまでの原水基準と成分規格の双方による規制は、必ずしも必要ではなく、後者のみにより規制することが合理的であることから、その規制の内容の見直しを行った。また、現行の水道法で規定される水質基準等とも乖離が生じていたため、コーデックス委員会におけるナチュラルミネラルウォーター等の規格の設定及び我が国の水道法の水質基準改正の動きを受け、食品衛生法（昭和 22 年法律第 233 号）第 11 条第 1 項に基づき、乳等省令及び告示の一部を改めた。

第 2 改正の内容

1 乳及び乳製品の成分規格等に関する省令の一部を改正する省令

別表中「飲用適の水」を「食品製造用水」に、「飲用適の流水」を「流水（食品製造用水に限る。）」に改めたこと。

2 食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件

(1) 「ミネラルウォーター類、冷凍果実飲料及び原料用果汁以外の清涼飲料水」の製造基準において規定されていた「飲用適の水」の基準を「食品一般の製造、加工及び調理基準」において規定し、その名称を「食品製造用水」としたこと。

また、告示中「飲用適の水」を「食品製造用水」に、「飲用適の流水」を「流水（食品製造用水に限る。）」に、「飲用適の冷水」を「冷水（食品製造用水に限る。）」に改めたこと。

(2) 「ミネラルウォーター類」について、「ミネラルウォーター類（殺菌・除菌無）」と、「ミネラルウォーター類（殺菌・除菌有）」に区分し、それぞれに規格基準を設定したこと。

(3) 「ミネラルウォーター類（殺菌・除菌有）」について、成分規格として別紙1のとおり規定したこと。

(4) 「ミネラルウォーター類（殺菌・除菌無）」について、成分規格として別紙2のとおり規定したこと。

なお、その際、製造基準として、泉源の衛生性等に関する規定を別紙3のとおり規定したこと。

(5) 「ミネラルウォーター類、冷凍果実飲料及び原料用果汁以外の清涼飲料水」の製造基準における原水（飲用適の水）に係る規定を削除し、原料として用いる水として、水道水の他に「ミネラルウォーター類（殺菌・除菌有）」又は「ミネラルウォーター類（殺菌・除菌無）」の成分規格等を満たす水を規定したこと。

(6) 清涼飲料水及び粉末清涼飲料におけるカドミウムの成分規格を削除したこと。

(7) 清涼飲料水及び粉末清涼飲料におけるスズの成分規格を金属製容器包装入りのものに限定して適用したこと。

(8) 清涼飲料水の成分規格において規定されていたパツリンに係る試験法を削除し、別途通知で示すこととしたこと。

第3 施行・適用期日

1 乳等省令

公布日から施行されるものであること。

2 告示

公布日から適用されるものであること。ただし、平成27年12月31日までに製造され、又は輸入される清涼飲料水及び粉末清涼飲料については、なお従前の例によることができること。

第4 運用上の注意

1 乳等省令及び告示の「飲用適の水」に係る改正は、あくまで法令上の整理を行うものであり、個別食品の製造基準等に変更を生じるものではないこと。

2 告示の化学物質等に係る試験法の削除は、分析技術の進歩に迅速に対応するためのものであり、別途通知により示される化学物質等の試験法については従前と同等の運用がなされるものであること。

- 3 原料として用いる水は、水源から取水した時点の水ではなく、製造において原料として用いる時点の水をいうものであること。

第5 その他の留意事項

- 1 ミネラルウォーター類以外の清涼飲料水及び粉末清涼飲料に係るカドミウムの成分規格を削除したのは、「ミネラルウォーター類、冷凍果実飲料及び原料用果汁以外の清涼飲料水」におけるカドミウム含有量の調査の結果、これらを通じたカドミウム摂取は非常に限られているためである。
- 2 今回の改正において、スズの含有量の規定は金属製容器包装入りの清涼飲料水及び粉末清涼飲料にのみ適用するものとしているが、これは同食品中のスズは専ら容器包装として用いる金属から溶出するものであることによる。
- 3 既存の通知等については、別途の通知等が発出されない限り、「飲用適の水」や「飲用に適する水」とあるのは「食品製造用水」と読み替えるなど、必要な読替えを行った上で、引き続き適用されるものであること。

<別紙 1>

ミネラルウォーター類（殺菌・除菌有）の化学物質等の成分規格

物質名	ミネラルウォーター類（殺菌・除菌有）の成分規格
亜鉛	5 mg/l 以下
カドミウム	0.003 mg/l 以下
水銀	0.0005 mg/l 以下
セレン	0.01 mg/l 以下
銅	1 mg/l 以下
鉛	0.05 mg/l 以下
バリウム	1mg/l 以下
ヒ素	0.05 mg/l 以下
マンガン	2 mg/l 以下
六価クロム	0.05 mg/l 以下
亜塩素酸	0.6 mg/l 以下
塩素酸	0.6 mg/l 以下
クロロホルム	0.06 mg/l 以下
残留塩素	3 mg/l 以下
シアン(シアンイオン及び塩化シアン)	0.01 mg/l 以下
四塩化炭素	0.002 mg/l 以下
1,4-ジオキサン	0.04 mg/l 以下
ジクロロアセトニトリル	0.01 mg/l 以下
1,2-ジクロロエタン	0.004 mg/l 以下
ジクロロメタン	0.02 mg/l 以下
シス-1,2-ジクロロエチレン及び トランス-1,2-ジクロロエチレン	0.04 mg/l 以下 (シス体とトランス体の和として)

ジブロモクロロメタン	0.1 mg/l 以下
臭素酸	0.01 mg/l 以下
硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素	10 mg/l 以下
総トリハロメタン	0.1 mg/l 以下
テトラクロロエチレン	0.01 mg/l 以下
トリクロロエチレン	0.004 mg/l 以下
トルエン	0.4 mg/l 以下
フッ素	2 mg/l 以下
ブロモジクロロメタン	0.03 mg/l 以下
ブロモホルム	0.09 mg/l 以下
ベンゼン	0.01 mg/l 以下
ホウ素	30 mg/l 以下 (ホウ酸として)
ホルムアルデヒド	0.08 mg/l 以下
有機物等 (全有機炭素)	3 mg/l 以下
味	異常でないこと
臭気	異常でないこと
色度	5 度以下
濁度	2 度以下

(注) 「ミネラルウォーター類，冷凍果実飲料及び原料用果汁以外の清涼飲料水」の原料として用いる場合には、鉄が 0.3 mg/l 以下，カルシウム，マグネシウム等（硬度）が 300 mg/l 以下でなければならないとする製造基準が適用される。

<別紙2>

ミネラルウォーター類（殺菌・除菌無）の化学物質等の成分規格

物質名	ミネラルウォーター類（殺菌・除菌無）の成分規格
亜鉛	5 mg/1 以下
カドミウム	0.003 mg/1 以下
水銀	0.0005 mg/1 以下
セレン	0.01 mg/1 以下
銅	1 mg/1 以下
鉛	0.05 mg/1 以下
バリウム	1 mg/1 以下
ヒ素	0.05 mg/1 以下
マンガン	2 mg/1 以下
六価クロム	0.05 mg/1 以下
シアン（シアンイオン及び塩化シアン）	0.01 mg/1 以下
硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素	10 mg/1 以下
フッ素	2 mg/1 以下
ホウ素	30 mg/1 以下 (ホウ酸として)

(注)「ミネラルウォーター類，冷凍果実飲料及び原料用果汁以外の清涼飲料水」の原料として用いる場合には、鉄が 0.3 mg/1 以下、カルシウム，マグネシウム等（硬度）が 300 mg/1 以下でなければならないとする製造基準が適用される。

<別紙 3>

ミネラルウォーター類（殺菌・除菌無）の製造基準

- a 原水は、自然に、又は掘削によって地下の帯水層から直接得られる鉱水のみとし、泉源及び採水地点の環境保全を含め、その衛生確保に十分に配慮しなければならない。
- b 原水は、その構成成分、湧出量及び温度が安定したものでなければならない。
- c 原水は、人為的な環境汚染物質を含むものであってはならない。
ただし、別途成分規格が設定されている場合にあっては、この限りでない。
- d 原水は、病原微生物に汚染されたもの又は当該原水が病原微生物に汚染されたことを疑わせるような生物若しくは物質を含むものであってはならない。
- e 原水は、芽胞形成亜硫酸還元嫌気性菌、腸球菌、緑膿菌^{のう}及び大腸菌群が陰性であり、かつ、1ml 当たりの細菌数が5以下でなければならない。
- f 原水は、泉源から直接採水したものを自動的に容器包装に充填した後、密栓又は密封しなければならない。
- g 原水には、沈殿、ろ過、曝^{ばっ}気又は二酸化炭素の注入若しくは脱気以外の操作を施してはならない。
- h 採水から容器包装詰めまでを行う施設及び設備は、原水を汚染するおそれのないよう清潔かつ衛生的に保持されたものでなければならない。
- i 採水から容器包装詰めまでの作業は、清潔かつ衛生的に行わなければならない。
- j 容器包装詰め直後の製品は1ml 当たりの細菌数が20以下でなければならない。
- k e及びjに係る記録は、6月間保存しなければならない。

■その他の清涼飲料水の【保存基準】の一部改正①

その他の清涼飲料水の保存基準（改正前）

pH4.6以上で、かつ、水分活性が0.94を超えるものであり、原材料等に由来して当該食品中に存在し、かつ、発育し得る微生物を死滅させるのに十分な効力を有する方法で殺菌していないものにあつては、10℃以下で保存しなければならない。

その他の清涼飲料水の製造基準および保存基準（改正前）

製造基準（殺菌・除菌関係）			保存基準
対象	必要な条件		
pH4.0未満のもの	殺菌	・65℃で10分間加熱する方法又はこれと同等以上の効力を有する方法	—
	除菌	・原材料等に由来して当該食品中に存在し、かつ、発育し得る微生物を除去するのに十分な効力を有する方法	—
	殺菌	・85℃で30分間加熱する方法又はこれと同等以上の効力を有する方法	—
	除菌	・原材料等に由来して当該食品中に存在し、かつ、発育し得る微生物を除去するのに十分な効力を有する方法	—
pH4.6以上で、かつ、水分活性が0.94を超えるものを除く。）	殺菌 （右欄の条件のどちらかが必要）	・85℃で30分間加熱する方法又はこれと同等以上の効力を有する方法	10℃以下
	除菌	・原材料等に由来して当該食品中に存在し、かつ、発育し得る微生物を除去するのに十分な効力を有する方法	—
pH4.6以上で、かつ、水分活性が0.94を超えるもの		・原材料等に由来して当該食品中に存在し、かつ、発育し得る微生物を除去するのに十分な効力を有する方法	10℃以下

「十分な効力を有する方法」で「除菌」を行っているが、「10℃以下」で保存しなければならない。

■ その他の清涼飲料水の【保存基準】の一部改正②

その他の清涼飲料水の保存基準（改正後）

pH4.6以上で、かつ、水分活性が0.94を超えるものであり、原材料等に由来して当該食品中に存在し、かつ、発育し得る微生物を死滅させ、又は除去するのに十分な効力を有する方法で殺菌又は除菌を行わないものにあつては、10℃以下で保存しなければならない。

その他の清涼飲料水の製造基準および保存基準（改正後）

製造基準（殺菌・除菌関係）			保存基準
対象	必要な条件		
pH4.0未満のもの	殺菌	・65℃で10分間加熱する方法又はこれと同等以上の効力を有する方法	—
	除菌	・原材料等に由来して当該食品中に存在し、かつ、発育し得る微生物を除去するのに十分な効力を有する方法	—
pH4.0以上のもの (pH4.6以上で、かつ、水分活性が0.94を超えるものを除く。)	殺菌	・85℃で30分間加熱する方法又はこれと同等以上の効力を有する方法	—
	除菌	・原材料等に由来して当該食品中に存在し、かつ、発育し得る微生物を除去するのに十分な効力を有する方法	—
pH4.6以上で、かつ、水分活性が0.94を超えるもの	殺菌 (右欄の条件のどちらかが必要)	・85℃で30分間加熱する方法又はこれと同等以上の効力を有する方法	10℃以下
	除菌	・原材料等に由来して当該食品中に存在し、かつ、発育し得る微生物を除去するのに十分な効力を有する方法（120℃で4分間の加熱又はそれと同等以上の方法）	—
		・原材料等に由来して当該食品中に存在し、かつ、発育し得る微生物を除去するのに十分な効力を有する方法	—

「十分な効力を有する方法」で「除菌」を行った場合、10℃以下の保存を要しない。

食安発 1 2 2 2 第 4 号
平成 2 6 年 1 2 月 2 2 日
(最終改正：平成 29 年 1 月 25 日)

各

都 道 府 県 知 事
保健所設置市長
特 別 区 長

 殿

厚生労働省医薬食品局食品安全部長
(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

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 2 6 年 1 2 月 2 2 日付け食安発 1 2 2 2 第 1 号（以下「施行通知」という。）により通知したところである。

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、関係者への周知方よろしく願います。

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
- ・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
- ・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

II. 個別試験法

- ・ミネラルウォーター類中の残留塩素試験法
- ・ミネラルウォーター類中のシアン試験法
- ・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
- ・ミネラルウォーター類中の臭素酸試験法
- ・ミネラルウォーター類中の水銀試験法
- ・ミネラルウォーター類中の全有機炭素（TOC）試験法
- ・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
- ・ミネラルウォーター類中のホルムアルデヒド試験法
- ・清涼飲料水中のスズ試験法
- ・清涼飲料水中のパツリン試験法

III. 食品製造用水中の化学物質等試験法

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. 分析対象元素

ホウ素、クロム、マンガン、銅、亜鉛、ヒ素、セレン、カドミウム、バリウム、鉛

2. 装置

誘導結合プラズマ質量分析計 (ICP-MS)

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（昭和 34 年厚生省告示第 370 号）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元素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。

ホウ素標準原液 市販の 1000 mg/L ホウ素標準溶液を用いる。

クロム標準原液 市販の 1000 mg/L クロム標準溶液を用いる。

マンガン標準原液 市販の 1000 mg/L マンガン標準溶液を用いる。

銅標準原液 市販の 1000 mg/L 銅標準溶液を用いる。

亜鉛標準原液 市販の 1000 mg/L 亜鉛標準溶液を用いる。

ヒ素標準原液 市販の 1000 mg/L ヒ素標準溶液を用いる。

セレン標準原液 市販の 1000 mg/L セレン標準溶液を用いる。

カドミウム標準原液 市販の 1000 mg/L カドミウム標準溶液を用いる。

バリウム標準原液 市販の 1000 mg/L バリウム標準溶液を用いる。

鉛標準原液 市販の 1000 mg/L 鉛標準溶液を用いる。

ベリリウム標準原液 市販の 1000 mg/L ベリリウム標準溶液を用いる。

コバルト標準原液 市販の 1000 mg/L コバルト標準溶液を用いる。

ガリウム標準原液 市販の 1000 mg/L ガリウム標準溶液を用いる。

イットリウム標準原液 市販の 1000 mg/L イットリウム標準溶液を用いる。

インジウム標準原液 市販の 1000 mg/L インジウム標準溶液を用いる。

タリウム標準原液 市販の 1000 mg/L タリウム標準溶液を用いる。

硝酸 (1→100) 溶液 硝酸 10 mL を取り、水を加えて 1 L とする。なお、硝酸は、有害金属測定用又は超微量分析用を用いる。

混合内部標準溶液 内部標準元素の標準原液から適量を量りとり、表 1 に挙げる濃度になるよう硝酸 (1→100) 溶液で希釈する。

4. 試験溶液の調製

試料を硝酸（1→100）溶液で正確に希釈し試験溶液とする。希釈倍率を分析対象元素ごとに表 2 に挙げる。試料を希釈する際に定容量の 1/100 容量の混合内部標準溶液を正確に加える。

5. 検量線の作成

各分析対象元素、内部標準元素標準原液及び硝酸（1→100）溶液を用い、各元素の濃度が表 3 の範囲にある混合標準溶液を数点調製し、ICP-MS に注入する。表 4 に挙げた各分析対象元素と内部標準元素との対応ごとに、信号強度比を求め、検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液を ICP-MS に注入し、5. の検量線を用いて各分析対象元素の試料中濃度を求める。

7. 測定条件

各分析対象元素及び内部標準元素の測定質量数を表 5 に示す。

8. 留意事項

1) 試験法の概要

試料中の各分析対象元素を ICP-MS で測定し、定量する方法である。注入の誤差を補正する目的から、ベリリウム、コバルト、ガリウム、イットリウム、インジウム及びタリウムを内部標準として用いる。分析対象元素に応じた内部標準元素を選択する。

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 測定条件は使用する機器に合わせ、高周波出力やガス流量などを最適化する。
- ④ クロム、マンガン、コバルト、銅、亜鉛、ガリウム、ヒ素及びセレンは多原子干渉が多く発生する場合があるため、これらの元素の測定では、ガス分子との衝突又は反応といった多原子干渉低減化機能を用いる。また、この機能に用いるガスにはヘリウムや水素混合ヘリウム、水素、メタン、アンモニアなどがある。

表 1 混合内部標準溶液の濃度

内部標準元素	濃度 (mg/L)
ベリリウム	10
コバルト	1

ガリウム	1
イットリウム	0.1
インジウム	0.1
タリウム	1

表 2 試料の希釈倍率

分析対象元素	希釈倍率 (倍)
カドミウム	5
セレン	
クロム	50
ヒ素	
鉛	100
ホウ素	500
マンガン	
銅	
亜鉛	1000
バリウム	

表 3 各分析対象元素の検量線濃度範囲と内部標準元素の濃度

分析対象及び 内部標準元素	濃度範囲及び濃度 (mg/L)
ホウ素	0.0025～0.05
クロム	0.00025～0.005
マンガン	0.00025～0.01
銅	0.00075～0.01
亜鉛	0.001～0.01
ヒ素	0.00025～0.005
セレン	0.00075～0.0075
カドミウム	0.00025～0.0025
バリウム	0.00025～0.005
鉛	0.0001～0.0025
ベリリウム	0.1
コバルト	0.01
ガリウム	0.01
イットリウム	0.001
インジウム	0.001
タリウム	0.01

表 4 各分析対象元素と内部標準元素の組合せ

分析対象元素	内部標準元素
ホウ素	ベリリウム
クロム	コバルト
マンガン	
銅	ガリウム
亜鉛	
ヒ素	イットリウム
セレン	
カドミウム	インジウム
バリウム	
鉛	タリウム

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
ホウ素	11
クロム	52
マンガン	55
銅	65
亜鉛	66
ヒ素	75
セレン	78
カドミウム	111
バリウム	137
鉛	208
ベリリウム	9
コバルト	59
ガリウム	71
イットリウム	89
インジウム	115
タリウム	205

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. 分析対象化合物

フッ化物イオン、塩素酸イオン、亜塩素酸イオン、硝酸イオン、亜硝酸イオン

2. 装置

イオンクロマトグラフ電気伝導度計（サプレッサ型）又はイオンクロマトグラフ紫外吸光光度計

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。

フッ化物イオン標準原液 市販の 1000 mg/L フッ化物イオン標準溶液を用いる。

塩素酸イオン標準原液 市販の 1000 mg/L 塩素酸イオン標準溶液を用いる。

亜塩素酸イオン標準原液 市販の 1000 mg/L 亜塩素酸イオン標準溶液を用いる。

硝酸イオン標準原液 市販の 1000 mg/L 硝酸イオン標準溶液を用いる。

亜硝酸イオン標準原液 市販の 1000 mg/L 亜硝酸イオン標準溶液を用いる。

50 mg/mL エチレンジアミン溶液 市販の 500 mg/mL エチレンジアミン溶液 2 mL を量りとり、水を加えて 20 mL とする。この溶液は冷暗所で保存し、1 ヶ月以上を経過したものは使用しない。

炭酸ナトリウム溶液 無水炭酸ナトリウム 0.38 g を量りとり、水を加えて 1 L とする。

4. 試験溶液の調製

試料 500 mL に対し 50 mg/mL エチレンジアミン溶液を 0.5 mL 加え、試験溶液とする。

5. 検量線の作成

各分析対象化合物の標準原液から適量を量りとり、50 mg/mL エチレンジアミン溶液を定容量の 1/1000 容量添加後、水で希釈し各分析対象化合物濃度が表 1 の範囲にある混合溶液を数点調製し、50 μ L をイオンクロマトグラフ電気伝導度計（サプレッサ型）又はイオンクロマトグラフ紫外吸光光度計に注入し、ピーク高又はピーク面積を求め、検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 50 μ L をイオンクロマトグラフ電気伝導度計（サプレッサ型）又はイオンクロマトグラフ紫外吸光光度計に注入し、5. の検量線を用いて各分析対象化合物の試料中濃度を求める。

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。

カラム温度：45℃

検出器：電気伝導度計（サプレッサ型）又は紫外吸光光度計

紫外吸光光度計を用いる際の測定波長：210 nm

保持時間の目安 フッ化物イオン：6 分

塩素酸イオン：14 分

亜塩素酸イオン：8 分

硝酸イオン：15 分

亜硝酸イオン：11 分

8. 留意事項

1) 試験法の概要

試料中の各分析対象化合物を陰イオン交換カラムを用いて分離し、それらの電気伝導度又は紫外吸光度を測定する方法である。フッ化物イオン、塩素酸イオン及び亜塩素酸イオンにあつては電気伝導度計（サプレッサ型）で、硝酸イオンにあつては電気伝導度計（サプレッサ型）又は紫外吸光光度計で、亜硝酸イオンにあつては紫外吸光光度計で測定する。

2) 注意点

- ① 試料中の残留塩素などの作用により、亜塩素酸から塩素酸が生成する酸化反応を抑制するため、試料にエチレンジアミン溶液を添加する。
- ② 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して試験操作を行う。特に、フッ化物イオンがガラスのケイ酸と反応するのでガラス製の器具は使用しない。

表 1 各分析対象化合物の検量線濃度範囲

分析対象化合物	濃度範囲 (mg/L)
フッ化物イオン	0.25～5
塩素酸イオン	0.25～2
亜塩素酸イオン	0.25～2
硝酸イオン	10～100
亜硝酸イオン	0.005～0.1

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. 分析対象化合物

四塩化炭素、ジクロロメタン、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、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、トルエン、ベンゼン、1,2-ジクロロエタン、クロロホルム、ジブロモクロロメタン、ブロモジクロロメタン、ブロモホルム、1,4-ジオキサン

2. 装置

ヘッドスペースガスクロマトグラフ質量分析計 (HS-GC-MS)

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。

四塩化炭素標準原液 市販の 1000 mg/L 四塩化炭素標準溶液を用いる。

ジクロロメタン標準原液 市販の 1000 mg/L ジクロロメタン標準溶液を用いる。

シス-1,2-ジクロロエチレン標準原液 市販の 1000 mg/L シス-1,2-ジクロロエチレン標準溶液を用いる。

トランス-1,2-ジクロロエチレン標準原液 市販の 1000 mg/L トランス-1,2-ジクロロエチレン標準溶液を用いる。

テトラクロロエチレン標準原液 市販の 1000 mg/L テトラクロロエチレン標準溶液を用いる。

トリクロロエチレン標準原液 市販の 1000 mg/L トリクロロエチレン標準溶液を用いる。

トルエン標準原液 市販の 1000 mg/L トルエン標準溶液を用いる。

ベンゼン標準原液 市販の 1000 mg/L ベンゼン標準溶液を用いる。

1,2-ジクロロエタン標準原液 市販の 1000 mg/L 1,2-ジクロロエタン標準溶液を用いる。

クロロホルム標準原液 市販の 1000 mg/L クロロホルム標準溶液を用いる。

ジブロモクロロメタン標準原液 市販の 1000 mg/L ジブロモクロロメタン標準溶液を用いる。

ブロモジクロロメタン標準原液 市販の 1000 mg/L ブロモジクロロメタン標準溶液を用いる。

ブロモホルム標準原液 市販の 1000 mg/L ブロモホルム標準溶液を用いる。

1,4-ジオキサン標準原液 市販の 1000 mg/L 1,4-ジオキサン標準溶液を用いる。

フルオロベンゼン標準原液 市販の 1000 mg/L フルオロベンゼン標準溶液を用いる。

1,4-ジオキサン d_8 標準原液 市販の 1000 mg/L 1,4-ジオキサン d_8 標準溶液を用いる。

混合内部標準溶液 フルオロベンゼン標準原液及び 1,4-ジオキサン d_8 標準原液から適量を量りとり、それぞれの濃度が 10 mg/L、及び 40 mg/L になるようにメタノールを用いて希釈する。

混合標準溶液 各分析対象化合物、フルオロベンゼン及び 1,4-ジオキサン d_8 標準原液から適量を量りとり、各分析対象化合物の濃度の範囲、フルオロベンゼン及び 1,4-ジオキサン d_8 の濃度が表 1 にある混合標準溶液をメタノールで数点調製する。

4. 試験操作

試料を表 2 に示す希釈倍率に従い、水で正確に希釈する。この溶液 10 mL を塩化ナトリウム 3 g を含む 20 mL バイアルに正確に量りとり、混合内部標準溶液 10 μ L を正確に加える。直ちにブチルゴムセプタム付きアルミキャップで密栓し、塩化ナトリウムが溶解するまで振り混ぜる。80℃で 30 分間加温する。

5. 検量線の作成

水を希釈後の試料と同様に 4. の試験操作に従い操作（ただし、混合内部標準溶液の代わりに混合標準溶液を加える。）し、得られた気相 2 mL を HS-GC-MS に注入する。表 3 に挙げた内部標準と分析対象化合物との対応ごとに、ピーク高比またはピーク面積比を求め、検量線を作成する。

6. 定量

4. の手順により得られる気相 2 mL を HS-GC-MS に注入し、5. の検量線を用いて各分析対象化合物の試料中濃度を求める。

7. 測定条件

分離カラム：内径 0.32 mm、長さ 60 m のフューズドシリカ製の細管の内面に 6%シアノプロピルフェニル/94%ジメチルポリシロキサンを 1.8 μ m の厚さでコーティングしたもの

カラム温度：40℃（1 分）-10℃/分-220℃（3 分）

注入口温度：220℃

検出器温度：220℃

注入方式：スプリット（スプリット比 20:1）

イオン化モード（電圧）：EI（70 eV）

キャリアーガス及びその流量：ヘリウムをキャリアーガスとし、その流量は 2 mL/分とする。

主なイオン（ m/z ）及び保持時間の目安：表 4 による。

8. 留意事項

1) 試験法の概要

試料中の各分析対象化合物を測定用バイアル中で気化させ、それらを含む気相を HS-GC-MS に注入することで測定し、定量する方法である。

2) 注意点

- ① フルオロベンゼンの代わりに 4-ブロモフルオロベンゼンを内部標準として用いることもできる。
- ② 混合内部標準溶液と混合標準溶液は用時調製が望ましいが、保存する場合はあらかじめ冷却しておいた保存容器に空隙がないよう充填後、密封して冷凍庫で保存する。
- ③ 試験環境からの汚染を受けやすいため、有機溶媒等を使用する試験室から隔離された環境で試験を行うことが望ましい。また、各揮発性有機化合物のバックグラウンドレベルを把握し、より低レベルで大きな変動なく維持されるよう試験環境の保全に努める必要がある。
- 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 各揮発性有機化合物の揮散を抑制するため、試験操作は素早く行い、試薬、試液等が長時間大気にさらされないようにする。

表 1 混合標準溶液の濃度範囲と内部標準の濃度

分析対象及び内部標準化合物	濃度範囲及び濃度 (mg/L)
四塩化炭素	0.5～5
ジクロロメタン	
シス-1,2-ジクロロエチレン	1～10
トランス-1,2-ジクロロエチレン	
テトラクロロエチレン	
トリクロロエチレン	
トルエン	
ベンゼン	
1,2-ジクロロエタン	
クロロホルム	
ジブロモクロロメタン	
ブロモジクロロメタン	
ブロモホルム	
1,4-ジオキサン	10～100
フルオロベンゼン	10
1,4-ジオキサン d ₈	40

表2 試料の希釈倍率

分析対象化合物	希釈倍率 (倍)
四塩化炭素	1
トリクロロエチレン	
1,2-ジクロロエタン	
1,4-ジオキサン	
テトラクロロエチレン	2.5
ベンゼン	
シス-1,2-ジクロロエチレン	10
トランス-1,2-ジクロロエチレン	
ジクロロメタン	
クロロホルム	
ブロモジクロロメタン	
ジブロモクロロメタン	25
ブロモホルム	
トルエン	100

表3 各分析対象化合物と内部標準の組合せ

分析対象化合物	内部標準
四塩化炭素	フルオロベンゼン
ジクロロメタン	
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	
テトラクロロエチレン	
トリクロロエチレン	
トルエン	
ベンゼン	
1,2-ジクロロエタン	
クロロホルム	
ジブロモクロロメタン	
ブロモジクロロメタン	
ブロモホルム	
1,4-ジオキサン	1,4-ジオキサン d ₈

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 (分)
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	96, 61	10
トランス-1,2-ジクロロエチレン	96, 61	8
テトラクロロエチレン	166,164	14
トリクロロエチレン	130, 95	12
トルエン	91,92	14
ベンゼン	78,77	11
1,2-ジクロロエタン	62,64	11
クロロホルム	83,85	10
ジブロモクロロメタン	129,127	15
ブロモジクロロメタン	83,85	12
ブロモホルム	173,175	17
1,4-ジオキサン	88, 58	12
フルオロベンゼン	96,70	11
1,4-ジオキサン d ₈	96,64	12

II. 個別試験法

ミネラルウォーター類中の残留塩素試験法

1. 分析対象

残留塩素

2. 装置

マイクロビュレット

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、規格値の分析対象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。

4. 試験溶液の調製

試料を試験溶液とする。

5. 試験操作

試験溶液 200 mL を正確に量りとり、ヨウ化カリウム 1 g、濃硫酸・水(1 : 5)5 mL を加える。0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液を試験溶液の色が褐色から淡黄色に変化するまで滴下する。デンプン試液 5 mL を加え、生じた青色が消えるまで 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液を素早く滴下し、滴下した量を読み取る。また、水を用いて同様に操作し、空試験を行う。

6. 残留塩素濃度の算出

下記の計算式で残留塩素の試料中濃度を求める。

$$\text{試料中残留塩素濃度(mg/L)} = 0.3545 \times (a-b) \times f \times 1000 / V$$

0.3545 : 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL の残留塩素相当量(mg)

a : 滴定に要した 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液量(mL)

b : 空試験に要した 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液量(mL)

f : 0.01 mol/L のチオ硫酸ナトリウムのファクター

V : 試験溶液量(mL)

7. 留意事項

1) 試験法の概要

試料中の残留塩素濃度をヨウ素滴定により求める方法である。残留塩素によりヨウ化カリウムを酸化し、遊離したヨウ素をデンプンを指示薬としてチオ硫酸ナトリウムにより滴定し、その滴定量から残留塩素濃度を定量する。

2) 注意点

- ① デンプンは重合度が適切で安定しており、鋭敏に終点を視認可能な分析用試薬を用いる。
- ② 酸性条件下で滴定するため、終点で無色になったⅠが空気酸化により I_2 を生じて、青色が復色することに注意する。
- ③ マイクロビュレットは滴下量に応じた容量のものを選択し、目盛りの 1/10 まで読み取る。

ミネラルウォーター類中のシアン試験法

1. 分析対象化合物

シアン化物イオン、塩化シアン

2. 装置

イオンクロマトグラフ可視吸光光度計

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。

4.ピリジンカルボン酸ナトリウム($C_6H_4O_2N \cdot Na$)

酒石酸ナトリウム緩衝液 酒石酸 0.375 g と酒石酸ナトリウム 2 水和物 1.726 g を量りとり、水を加えて 1 L とする。

塩素化液用リン酸緩衝液 リン酸一カリウム 3.4 g を量りとり、水を加えて 250 mL とする。リン酸二ナトリウム 14.2 g を量りとり、水を加えて 1 L とし、両液を合わせる。

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 1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン 2.5 g を量りとり、N,N-ジメチルホルムアミド 150 mL を加えて溶かす。4-ピリジンカルボン酸ナトリウム 7.0 g を量りとり、水 300 mL に溶解し、両液を合わせ、水で 500 mL とする。

クロラミン T/リン酸緩衝溶液 クロラミン T 0.5 g を量りとり、塩素化液用リン酸緩衝液を加えて 500 mL とする。この溶液は用時調製する。

1 mol/L リン酸緩衝液 リン酸一ナトリウム 15.6 g を量りとり、水で溶解し、リン酸 6.8 mL を加え、水を加えて 100 mL とする。

0.01 mol/L リン酸緩衝液 1 mol/L リン酸緩衝液 10 mL を取り、水を加えて 1 L とする。

10 mg/L シアン化物イオン標準溶液 市販の 1000 mg/L シアン化物イオン標準原液 1 mL を正確に量りとり、水を加えて正確に 100 mL とする。

シアン化物イオン標準溶液 10 mg/L シアン化物イオン標準液 1 mL を正確に量りとり、冷却した 0.01 mol/L リン酸緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。

0.05% 次亜塩素酸ナトリウム試液 次亜塩素酸ナトリウム試液 1 mL を量りとり、水を加えて 100 mL とする。この溶液は用時調製する。

塩化シアン標準溶液 冷却した 0.01 mol/L リン酸緩衝液に 0.05% 次亜塩素酸ナトリウム試液 2 mL を加える。10 mg/L シアン化物イオン標準液 1 mL を正確に加え、0.01 mol/L リン酸緩衝液で正確に 100 mL とし、冷暗所で 1 時間静置する。

4. 試験溶液の調製

試料を試験溶液とする。

5. 検量線の作成

シアン化物イオン標準溶液、塩化シアン標準溶液及び冷却した 0.01 mol/L リン酸緩衝液を用いて、シアン化物イオン及び塩化シアンの 0.0025～0.025 mg/L 溶液（リン酸緩衝液）を数点別々に調製し、それぞれ 100 μ L をイオンクロマトグラフ可視吸光光度計に注入し、シアン化物イオン反応物（塩化シアン）及び、塩化シアンのピーク高又はピーク面積を求め、検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 100 μ L をイオンクロマトグラフ可視吸光光度計に注入し、5.の検量線を用いてシアン化物イオン及び塩化シアンの試料中濃度を分別して求め、合算する。

7. 測定条件

1) 注入条件

オートサンプラー温度：4℃

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/分で送液する。

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 mL/分で送液する。

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。

反応温度：100℃

4) 測定波長：638 nm

保持時間の目安 シアン化物イオン：5 分

塩化シアン：6 分

8. 留意事項

1) 試験法の概要

試料中のシアン化物イオン及び塩化シアンをイオン排除カラムを用いて分離する。カラム分離後のシアン化物イオンをクロラミン T と反応させ塩化シアンにする。塩化シアンが 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と反応して生成する青色色素の可視部吸光度を測定し、定量する方法である。

2) 注意点

- ① 塩化シアン標準溶液は非常に不安定であるため、調製時に熱を加えないためにも、あらかじめ使用する溶液や器具を冷却し氷上で操作することが望ましい。また必ず用時調製する。さらに、調製した溶液は速やかに測定に供する。
- ② 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は、時間とともに溶液自身が着色し、その結果として反応性が低下しシアン化物イオン及び塩化シアンのピークがともに小さくなる場合があるため、用時調製することが望ましい。
- ③ クロラミンT/リン酸緩衝液及び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は、遮光した容器に保存する。

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. 分析対象化合物

ジクロロアセトニトリル

2. 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS)

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。

メチル tert-ブチルエーテル (MTBE) ($C_5H_{12}O$)

ジクロロアセトニトリル標準原液 市販の 1000 mg/L ジクロロアセトニトリル標準溶液を用いる。

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 を加えて正確に 100 mL とした後、さらに MTBE で 100 倍希釈する。

4. 試験溶液の調製

試料 100 mL を正確に量りとり、塩化ナトリウム 40 g (飽和量以上) を加え、さらに 0.1 mg/L 1,2,3-トリクロロプロパン/MTBE 溶液 10 mL を正確に加え、5 分間激しく振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。MTBE 層に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ジクロロアセトニトリル標準原液を水で希釈し、ジクロロアセトニトリルの 0.0025～0.025 mg/L 溶液を数点調製し、4. の試験溶液の調製と同様に操作した溶液 1 μ L を GC-MS に注入し、ジクロロアセトニトリルと 1,2,3-トリクロロプロパンのピーク高比又はピーク面積比を求め、検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 1 μ L を GC-MS に注入し、5. の検量線を用いてジクロロアセトニトリルの試料中濃度を求める。

7. 測定条件

分離カラム：内径 0.25 mm、長さ 30 m のフューズドシリカ製の細管の内面に 14%シア

ノプロピルフェニル/86%ジメチルポリシロキサンを 1.0 μm の厚さでコーティングしたものの。

カラム温度：40°C (2 分) -15°C/分-250°C (5 分)

注入口温度：200°C

検出器温度：200°C

注入方式：スプリット (スプリット比 10:1)

イオン化モード (電圧)：EI (70 eV)

キャリアーガス及びその流量：ヘリウムをキャリアーガスとしその流量は 1.0 mL/分とする。

主なイオン (m/z) ジクロロアセトニトリル：74、82

1,2,3-トリクロロプロパン：75、110

保持時間の目安 ジクロロアセトニトリル：7 分

1,2,3-トリクロロプロパン：9 分

8. 留意事項

1) 試験法の概要

試料中のジクロロアセトニトリルを MTBE で抽出し脱水した後、GC-MS で測定し、定量する方法である。操作時の溶媒の揮発の影響を補正する目的から、1,2,3-トリクロロプロパンを内部標準として用いる。

2) 注意点

- ① ジクロロアセトニトリル標準原液は水に可溶性のものをを用いる (標準原液には MTBE 溶液とアセトニトリル溶液が販売されているが、アセトニトリル溶液を用いる。)
- ② 0.1 mg/L 1,2,3-トリクロロプロパン/MTBE 溶液は用時調製が望ましいが、保存する場合は冷凍庫で保存する。
- ③ ジクロロアセトニトリル m/z 74 は MTBE m/z 73 との質量数の差がわずか 1 であるため、GC-MS により得られるクロマトグラムのベースラインが高くなりやすい。

ミネラルウォーター類中の臭素酸試験法

1. 分析対象化合物

臭素酸イオン

2. 装置

イオンクロマトグラフ紫外吸光光度計

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。

炭酸水素ナトリウム/炭酸ナトリウム溶液 無水炭酸ナトリウム 0.636 g と炭酸水素ナトリウム 10.08 g を量りとり、水を加えて 1 L とした後さらに水で 40 倍に希釈する。

1 mol/L 硫酸 水約 300 mL を量りとり、かき混ぜながら硫酸 28 mL を徐々に加え放冷後、水を加えて 500 mL とする。

臭化カリウム/硫酸溶液 臭化カリウム 89 g を量りとり、1 mol/L 硫酸を加えて 500 mL とする。

亜硝酸ナトリウム溶液 亜硝酸ナトリウム 8.28 g を量りとり、水を加えて 100 mL とした後、さらに水で 1000 倍希釈する。

臭素酸イオン標準原液 市販の 1000 mg/L 臭素酸標準溶液を用いる。

4. 試験溶液の調製

試料を水で 2 倍に正確に希釈したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

臭素酸イオン標準原液を水で希釈し、臭素酸イオンの 0.001~0.02 mg/L 溶液を数点調製し、その 100 μ L をイオンクロマトグラフ紫外吸光光度計に注入し、ピーク高又はピーク面積を求め、検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 100 μ L をイオンクロマトグラフ紫外吸光光度計に注入し、5. の検量線を用いて臭素酸イオンの試料中濃度を求める。

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/分で送液する。

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) 測定波長：268 nm

保持時間の目安：15 分

8. 留意事項

1) 試験法の概要

試料中の臭素酸イオンを陰イオン交換カラムを用いて試料中に共存する他の陰イオン性化合物と分離し、カラム通過後に臭化カリウム/硫酸溶液及び亜硝酸ナトリウム溶液を加え、臭素酸イオンを三臭素化物イオンとし、その紫外吸光度を測定し、定量する方法である。

2) 注意点

- ① 臭素酸イオンのピークの近傍に亜塩素酸イオンのピークが現れるため、誤認に注意する。
- ② 臭化カリウム/硫酸溶液と亜硝酸ナトリウム溶液は、遮光した容器に保存する。また、調製後の時間経過とともにノイズが大きく、ピークが小さくなるなどの現象が見られる場合があるため、用時調製が望ましい。

ミネラルウォーター類中の水銀試験法

1. 分析対象元素

水銀

2. 装置

還元気化原子吸光光度計

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元素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。

水銀標準原液 市販の 1000 mg/L 水銀標準溶液を用いる。

硝酸 有害金属測定用または超微量分析用を用いる。

L-システイン溶液 L-システイン塩酸塩 1 水和物 1 g を量りとり、水を加えて溶解後、1 L とする。

塩化スズ(II)溶液 塩化スズ(II)2 水和物 10 g を量りとり、水 60 mL 及び、硫酸 3 mL を加えて溶解し放冷後、水を加えて 100 mL とする。

希釈溶液 硝酸 10 mL 及び L-システイン溶液 1 mL に水を加えて 1 L とする。

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 10 mL を加え、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 溶液を数点調製し、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. 定量

試験溶液を 5. の試験操作の後、還元気化原子吸光光度計に注入し、6. の検量線を用いて水銀の試料中濃度を求める。

8. 測定条件

測定波長：253.7 nm

9. 留意事項

1) 試験法の概要

試料中のイオン型の水銀 (Hg^{2+}) を塩化スズ (II) により還元し、金属水銀 (Hg^0) を生成させ、これに通気して発生する水銀蒸気を吸光セルに導き、原子吸光光度計により吸光度を測定し、定量する方法である。操作時の水銀の器具への吸着や揮散を抑制する目的から、L-システインを添加する。

2) 注意点

測定的方式には循環方式や非循環方式があるが、いずれの方式においても以下の点に注意する。

- ① 安定した状態で吸光度の値を読みとること。
- ② 気化後の蒸気に水が含まれると、吸光度の値の変動の原因となるため十分量の吸湿剤を用いること。吸湿剤には、過塩素酸マグネシウムや塩化カルシウムを用いることができる。
- ③ 原子吸光光度計の吸光セルを細長くし、また還元容器の空間容積を小さくし、さらに吸光セルと還元容器を接続する管の長さを短く、太さを細くすることで同濃度での吸光度が増えるため、感度よく測定することが可能である。また管には、水銀が付着しない塩化ビニル製のものを用いるとよい。
- ④ 測定後の水銀の捕集剤には、活性炭などを用いることができる。

ミネラルウォーター類中の全有機炭素（TOC）試験法

1. 分析対象

全有機炭素（TOC）

2. 装置

燃焼触媒酸化方式全有機炭素計

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、規格値の分析対象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。

全有機炭素標準原液 120℃で1時間加熱し、デシケーター中で放冷したフタル酸水素カリウム2.125 gを量りとり、水を加えて正確に1 Lとする。当標準原液中の全有機炭素濃度を1 mg/Lとする。なお、フタル酸水素カリウムは、JIS（JIS K8809）による規格品を用いること。

4. 試験溶液の調製

試料に塩酸を加えてpH 3以下とした後、通気により無機炭素を除去したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

全有機炭素標準原液を水で希釈し、全有機炭素の0～10 mg/L溶液（水）を数点調製し、4.の試験溶液の調製と同様に操作した溶液それぞれ50 μLを燃焼触媒酸化方式全有機炭素計に注入し、全有機炭素のピーク面積を求め、検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液50 μLを燃焼触媒酸化方式全有機炭素計に注入し、5.の検量線を用いて全有機炭素の試料中濃度を求める。

7. 測定条件

燃焼温度：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 mL/分

検出器：非分散型赤外線検出器

8. 留意事項

1) 試験法の概要

試料中の有機物に含まれる炭素を触媒により酸化し、発生した二酸化炭素を非分散型赤外線検出器により検出する方法である。試料中の全有機炭素（TOC）濃度は、フタル酸水素カリウムに含まれる炭素量に換算して定量される。なお、市販の全有機炭素標準品を使用することができる。

2) 注意点

- ① 試料中無機炭素の除去から検出までが自動化された機器を使用する場合には、塩酸の濃度及び添加量、通気時間並びに測定パラメータを機器に合わせ最適化する。
- ② キャリアーガスは、規格値の分析対象を含む試料から得られる分析値に影響を及ぼす濃度の二酸化炭素や炭化水素の含有を認めないものを用いる。
- ③ 試料に懸濁物が認められる場合には、これを超音波装置等を用いて粉砕し、均一に分散させた後に試験を行うこと。

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. 分析対象化合物

フタル酸ジ-2-エチルヘキシル

2. 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS)

3. 試薬、試液

次に示すものの以外は、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。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシル標準原液 市販の 1000 mg/L フタル酸ジ-2-エチルヘキシル標準溶液を用いる。

フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3,4,5,6-d₄ 標準原液 市販のフタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3,4,5,6-d₄ 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-d₄ 標準溶液 フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3,4,5,6-d₄ 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. 試験溶液の調製

試料 20 mL を正確に量りとり、5 mg/L フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3,4,5,6-d₄ 標準溶液 1 mL を正確に加え、塩化ナトリウム 10 g(飽和量以上)を加える。ヘキサン 20 mL を正確に加え、5 分間激しく振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。ヘキサン層に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

フタル酸ジ-2-エチルヘキシル標準原液及び 5 mg/L フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3,4,5,6-d₄ 標準溶液をヘキサンで希釈し、フタル酸ジ-2-エチルヘキシルの濃度が 0.025~0.25 mg/L、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3,4,5,6-d₄ の濃度が 0.25 mg/L となるよう混合溶液を数点調製し、1 µL を GC-MS に注入し、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル及びフタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3,4,5,6-d₄ のピーク高比又はピーク面積比を求め、検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 1 µL を GC-MS に注入し、5. の検量線を用いてフタル酸ジ-2-エチルヘキシルの試料中濃度を求める。

7. 測定条件

分離カラム：内径 0.25 mm、長さ 30 m のフューズドシリカ製の細管の内面に 100%ジメチルポリシロキサンを 0.25 μ m の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度：50°C（1 分）-20°C/分-200°C-10°C/分-300°C（5 分）

注入口温度：250°C

検出器温度：250°C

注入方式：スプリットレス

イオン化モード（電圧）：EI（70 eV）

キャリアーガス及びその流量：ヘリウムをキャリアーガスとし、その流量は 1.0 mL/分とする。

主なイオン (m/z) フタル酸ジ-2-エチルヘキシル：149、167

 フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3,4,5,6- d_4 ：153、171

保持時間の目安 フタル酸ジ-2-エチルヘキシル：16 分

 フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3,4,5,6- d_4 ：16 分

8. 留意事項

1) 試験法の概要

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルを試料からヘキサンで抽出し、脱水した後、GC-MS で測定し、定量する方法である。

2) 注意点

- ① 5 mg/mL フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-3,4,5,6- d_4 標準溶液は、用時調製が望ましいが、保存する場合は冷凍庫で保存する。
- ② 試験環境からの汚染を受けやすいため、使用する試薬等にも注意し、あらかじめバックグラウンドレベルを把握し、より低レベルで大きな変動なく維持されるよう試験環境の保全に努める必要がある。特に、フタル酸ジ-2-エチルヘキシルを可塑剤として使用した材質が含まれている実験器具等の使用は避ける。

ミネラルウォーター類中のホルムアルデヒド試験法

1. 分析対象化合物

ホルムアルデヒド

2. 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS)

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。

O- (2,3,4,5,6-ペンタフルオロベンジル) ヒドロキシルアミン溶液 O- (2,3,4,5,6-ペンタフルオロベンジル) ヒドロキシルアミン塩酸塩 100 mg を量りとり、水を加えて 50 mL とする。

ホルムアルデヒド標準原液 市販の 1000 mg/L ホルムアルデヒド標準溶液を用いる。

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、ヘキサンを加えて正確に 500 mL とする。

4. 試験溶液の調製

試料 50 mL を正確に量りとり、O- (2,3,4,5,6-ペンタフルオロベンジル) ヒドロキシルアミン溶液 5 mL を加え、2 時間放置する。これに硫酸・水 (1 : 1) 1 mL、塩化ナトリウム 25 g (飽和量以上) を加え、さらに 2 mg/L 1-クロロデカン/ヘキサン溶液 25 mL を正確に加え、5 分間激しく振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。ヘキサン層に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ホルムアルデヒド標準原液を水で希釈し、ホルムアルデヒドの 0.02~0.2 mg/L 溶液を数点調製し、4. の試験溶液の調製と同様に操作した溶液 1 μ L を GC-MS に注入し、ホルムアルデヒド誘導体化合物及び 1-クロロデカンのピーク高比又はピーク面積比を求め、検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 1 μ L を GC-MS に注入し、5. の検量線を用いてホルムアルデヒドの試料中濃度を求める。

7. 測定条件

分離カラム：内径 0.25 mm、長さ 30 m のフューズドシリカ製の細管の内面に 14%シアノプロピルフェニル/86%ジメチルポリシロキサンを 1.0 μm の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度：50°C (1 分) -10°C/分-190°C-20°C/分-260°C (5 分)

注入口温度：200°C

検出器温度：200°C

注入方式：スプリット (スプリット比 100:1)

イオン化モード (電圧)：EI (70 eV)

キャリアーガス及びその流量：ヘリウムをキャリアーガスとし、その流量は 1.0 mL/分とする。

主なイオン (m/z) ホルムアルデヒド：181、195、161

1-クロロデカン：91、105

保持時間の目安 ホルムアルデヒド：10 分

1-クロロデカン：14 分

8. 留意事項

1) 試験法の概要

ホルムアルデヒドを O- (2,3,4,5,6-ペンタフルオロベンジル) ヒドロキシルアミンを用いて誘導体化した後、ヘキサンで抽出し脱水した後、GC-MS で測定し、定量する方法である。

2) 注意点

- ① 試料に残留塩素及びオゾンが含まれている場合は誘導体化反応が妨害される。この妨害を避けるため、試料を量りとった後、チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3 w/v%) 0.5 mL を添加して分解する。
- ② O- (2,3,4,5,6-ペンタフルオロベンジル) ヒドロキシルアミン溶液は、用時調製が望ましいが、保存する場合は遮光した容器で冷蔵庫に保存する。
- ③ 2 mg/L 1-クロロデカン/ヘキサン溶液は、用時調製が望ましいが、保存する場合は冷凍庫で保存する。
- ④ 試験環境からの汚染を受けやすいため、使用する試薬等にも注意し、あらかじめバックグラウンドレベルを把握し、より低レベルで大きな変動なく維持されるよう試験環境の保全に努める必要がある。

清涼飲料水中のスズ試験法

スズの試験は、2. に示すサリチリデンアミノ-2-チオフェノール法又は3. に示すポーログラフ法により行う。

1. 試験溶液の調製

試験溶液の調製は、1) に示す湿式分解法又は2) に示す乾式灰化法により行う。

1) 湿式分解法

検体 100 g (希釈して飲用に供する清涼飲料水にあつてはその飲用に際して希釈する倍数の値で、濃縮した原料用果汁にあつてはその濃縮した倍数の値で 100 g を除いた量) を採り、水浴上で加温し、蒸発濃縮してシロップ状とする。これを水約 10 ml を用いて分解フラスコに移し、硫酸 8 ml 及び硝酸 10 ml を加えて溶かした後、加熱しながら硝酸 1~2 ml を時々補充し、溶液がほとんど無色又は淡黄色となるまで加熱を続ける。一旦冷却した後、水 15 ml 及びシュウ酸アンモニウム溶液 10 ml を加え、フラスコの頸部に白霧が現れるまで加熱する。冷後、水を加えて全量を 50 ml とし、これを試験溶液とする。別に、検体の代わりに水を用いて検体の場合と同様に操作して得られた溶液を空試験溶液とする。

2) 乾式灰化法

検体 50 g (希釈して飲用に供する清涼飲料水にあつてはその飲用に際して希釈する倍数の値で、濃縮した原料用果汁にあつてはその濃縮した倍数の値で 50 g を除いた量) を採り、赤外線ランプ下又は乾燥器中で乾燥後、450~500℃でほとんど白色の灰分が得られるまで加熱する。冷後、塩酸 (1→2) 5 ml を静かに注加して溶かした後、水浴上で蒸発乾固する。冷後、1 mol/L 塩酸に溶かして全量を 25 ml とし、これを試験溶液とする。別に、検体の代わりに水を用いて検体の場合と同様に操作して得られた溶液を空試験溶液とする。

2. サリチリデンアミノ-2-チオフェノール法

1) 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。

SATP 溶液 L-アスコルビン酸 1 g を少量の水で溶かし、エタノールを加えて 100 mL とする。この溶液にサリチリデンアミノ-2-チオフェノール 0.1 g を加え、加熱して溶かす。

ジニトロフェノール溶液 2,4-ジニトロフェノール 0.25 g を 50%エタノール 100 mL を加えて溶かす。

乳酸溶液 乳酸 (特級) 20 mL に水を加えて 100 mL とする。

スズ標準溶液 金属スズ 0.500 g に塩酸 30 mL を加え、水浴上で加熱して溶かす。

冷後、30%過酸化水素水 1 mL を加え、1 mol/L 塩酸を加えて 500 mL とする。この溶液 1 mL を採り、1 mol/L 塩酸を加えて 100 mL とする。この溶液 1 mL は、

スズ 10 µg を含む。

水酸化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム 10 g を水に溶かして 100 mL とする。

チオ硫酸ナトリウム溶液 チオ硫酸ナトリウム 1 g を水に溶かして 100 mL とする。

2) 試験操作

試験溶液 1 mL を採り、1 mol/L 塩酸を加えて 10 mL とする。この溶液 1 mL を採り、1 mol/L 塩酸を加えて 10 mL とした後、ジニトロフェノール溶液 2 滴を加え、水酸化ナトリウム溶液を加えて中和した後、水を加えて 20 mL とする。次に、乳酸溶液 2 mL、チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL 及び SATP 溶液 5 mL を加えて混和し、20 分間静置した後、キシレン 10 mL を加えて激しく振り混ぜる。静置した後、キシレン層を採り、キシレンを対照液として波長 415 nm 付近の吸光度を測定し、検量線より試験溶液中のスズの量を求め、検体中のスズの濃度を算出する。

3) 検量線の作成

スズ標準溶液 0、1.0、2.0、3.0、4.0 及び 5.0 mL を採り、それぞれに、別に空試験溶液 1 mL を採り 1 mol/L 塩酸を加えて 10 mL とした溶液 1 mL ずつを加え、更に 1 mol/L 塩酸を加えて 10 mL とした後、ジニトロフェノール溶液 2 滴を加え、以下、試験溶液の場合と同様に操作してそれぞれの吸光度を測定し、検量線を作成する。

3. ポーラログラフ法

1) 試薬・試液

次に示すものの以外は、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。

第 1 電解液 4 mol/L 塩化アンモニウム溶液と 4 mol/L 塩酸を等容量混合する。

第 2 電解液 2 mol/L 塩化アンモニウム溶液と 2 mol/L 塩酸を等容量混合する。

スズ標準溶液 金属スズ 0.500 g に塩酸 40 mL を加え、水浴上で加熱して溶かした後、塩酸を加えて 250 mL とする。この溶液 10 mL を採り、第 2 電解液を加えて 100 mL とする。この溶液 1 mL は、スズ 200 µg を含む。

2) 試験操作

試験溶液 1 mL を採り、第 1 電解液 5 mL を加えて混和し、更に水を加えて 10 mL とする。この溶液約 5 mL を電解瓶に採り、電解瓶の白金線が隠れるまで水銀を注入した後、25℃の恒温槽に入れ、滴下水銀電極を挿入する。次いで、電解瓶に窒素を 15 分間通じた後、-0.3～-0.7 V 間のポーラログラムを描かせ、その波高を測定し、検量線より試験溶液中のスズの量を求め、検体中のスズの濃度を算出する。

3) 検量線の作成

スズ標準溶液 0、0.5、1.0、1.5、2.0 及び 2.5 mL を採り、それぞれに、空試験溶液 1 mL 及び第 1 電解液 5 mL を加えて混和し、更に水を加えて 10 mL とする。以下、試験溶液の場合と同様に操作してそれぞれの波高を測定し、検量線を作成する。

清涼飲料水中のパツリン試験法

1. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ及び液体クロマトグラフ・質量分析計又はガスクロマトグラフ・質量分析計

2. 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。

トリメチルシリル化剤 N_2O -ビス（トリメチルシリル）トリフルオロアセトアミド 0.5 mL に酢酸エチルを加えて 20 mL とする。

パツリン標準溶液 パツリンを酢酸エチル又はアセトニトリルを加えて溶かし、調製する。

3. 標準品

パツリン 本品はパツリン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 110～111℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出法

検体 5.0 g（希釈して飲用に供する清涼飲料水にあつてはその飲用に際して希釈する倍数の水で、濃縮した原料用果汁にあつてはその濃縮した倍数の水で希釈したもの）を正確に採り、30～50 mL の共栓付き試験管に入れ、酢酸エチル 10 mL を加える。1 分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル層を他の 30～50 mL の共栓付き試験管に移す。水層に酢酸エチル 10 mL を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル層を上記の共栓付き試験管中に合わせる操作を 2 回繰り返す。

2) 精製法

1) で得られた溶液に 1.5%炭酸ナトリウム溶液 2 mL を加え、速やかに 10～20 秒間激しく振り混ぜる。酢酸エチル層を、約 10 g の硫酸ナトリウムを載せた漏斗又は液層分離ろ紙を用いて減圧濃縮器中にろ過する。残った炭酸ナトリウム層に酢酸エチル 5 mL を加え 30 秒間激しく振り混ぜた後、上記と同様に操作して、ろ液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で約 2 mL に濃縮する。これをガラス試験管又はバイアルに移す。次いで、少量の酢酸エチルを用いて減圧濃縮器を洗い、上記の容器に合わせる操作を 3 回繰り返し、40℃以下で窒素気流下で酢酸エチルを除去する。この残留物に酢酸水溶液（pH3.6～4.0）1.0 mL を正確に加えて溶かし、激しく振り混ぜた後、孔径 0.45 μ m のメンブランフィルターを用いてろ過し、これを試験溶液とする。

ガスクロマトグラフ・質量分析計用試験溶液にあつては、上記の残留物にトリメチルシリル化剤 0.5 mL を加え、栓をして振り混ぜた後、室温で 60 分間放置し、これを

試験溶液とする。

5. 操作法

1) 定性試験

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いて、次の操作条件で試験を行う。試験結果はパツリン標準溶液と一致しなければならない。

操作条件

カラム充填剤 シラノール基のフルエンドキャップ処理済みオクタデシルシリル化シリカゲル（粒径 5 μm ）を用いる。

カラム管 内径 4.0～4.6 mm、長さ 250 mm のステンレス管を用いる。

カラム温度 40℃

検出器 波長 276 nm 又は 290 nm で操作する。

移動相 アセトニトリル及び水の混液（4：96）を用いる。パツリンが約 14 分で流出する流速に調整する。

2) 定量試験

1) 定性試験と同様の操作条件で得られた試験結果に基づき、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

3) 確認試験

① 高速液体クロマトグラフ・質量分析計を用いて試験を行う場合

1) と同様の操作条件で液体クロマトグラフィー・質量分析を行う。試験結果はパツリン標準溶液と一致しなければならない。また、必要に応じてピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

② ガスクロマトグラフ・質量分析計を用いて試験を行う場合

次の操作条件で試験を行う。試験結果はパツリン標準溶液について 4. のガスクロマトグラフ・質量分析計用試験溶液と同様に操作をして得られたものと一致しなければならない。また、必要に応じ、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

操作条件

カラム 内径 0.22～0.25 mm、長さ 25～30 m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用 35%フェニルポリシルフェニレンシロキサンを 0.25～1.5 μm の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 80℃で 2 分間保持し、その後毎分 10℃で昇温する。150℃に到達後、毎分 5℃で昇温し、230℃に到達後 15 分間保持する。

試験溶液注入口温度 230℃

注入方式 スプリットレス

検出器 230℃で操作する。

ガス流量 キャリヤーガスとしてヘリウムを用いる。パツリンが約 14 分で流出する流速に調整する。

III. 食品製造用水中の化学物質等試験法

食品製造用水中の化学物質等は下表に掲げる方法によって行うこと。

食品製造用水中の化学物質等試験法

カドミウム	フレイムレスー原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光分光光度法
水銀	還元気化ー原子吸光光度法
鉛	フレイムレスー原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光分光光度法
ヒ素	水素化物発生ー原子吸光光度法又はフレイムレスー原子吸光光度法
六価クロム	フレイムレスー原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光分光光度法
シアン(シアンイオン及び塩化シアン)	イオンクロマトグラフーポストカラム吸光光度法
硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素	イオンクロマトグラフ法又は吸光光度法
フッ素	イオンクロマトグラフ法又は吸光光度法
有機リン	吸光光度法
亜鉛	フレイムレスー原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光分光光度法
鉄	フレイムレスー原子吸光光度法, ICP 法又は吸光光度法
銅	フレイムレスー原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光分光光度法
マンガン	フレイムレスー原子吸光光度法又は誘導結合プラズマ発光分光光度法
塩素イオン	イオンクロマトグラフ法又は滴定法
カルシウム, マグネシウム等 (硬度)	滴定法
蒸発残留物	重量法
陰イオン界面活性剤	吸光光度法
フェノール類	吸光光度法
有機物等 (過マンガン酸カリウム消費量)	滴定法
pH 値	ガラス電極法又は比色法
味	官能法
臭気	官能法
色度	比色法又は透過光測定法
濁度	比濁法, 透過光測定法又は積分球式光電光度法

平成 17 年 11 月 2 日
(平成 22 年 6 月 1 日改訂)

妊婦への魚介類の摂食と水銀に関する注意事項

薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会
乳肉水産食品部会

<魚介類の有益性>

魚介類（鯨類を含む。以下同じ。）は、良質なたんぱく質や、生活習慣病の予防や脳の発育等に効果があるといわれている EPA、DHA 等の高度不飽和脂肪酸をその他の食品に比べ一般に多く含み、また、カルシウムを始めとする各種の微量栄養素の摂取源である等、健康的な食生活にとって不可欠で優れた栄養特性を有しています。

なお、魚介類を全く食べない集団では、高度不飽和脂肪酸が欠乏し、小児の知能低下や成人の心臓病のリスクが上昇することが報告されています。

<魚介類の水銀>

魚介類は自然界の食物連鎖を通じて、特定の地域等にかかわらず、微量の水銀を含有していますが、その含有量は一般に低いので健康に害を及ぼすものではありません。しかしながら、一部の魚介類については、食物連鎖を通じて、他の魚介類と比較して水銀濃度が高いものも見受けられます。

<妊婦の方々へ>

近年、魚介類を通じた水銀摂取が胎児に影響を与える可能性を懸念する報告がなされています。この胎児への影響は、例えば音を聞いた場合の反応が 1/1,000 秒以下のレベルで遅れるようになるようなもので、あるとしても将来の社会生活に支障があるような重篤なものではありません。妊娠している方又は妊娠している可能性のある方（以下「妊婦」という。）は、次の事項に注意しつつ、魚介類を摂食するよう心がけてください。

わが国における食品を通じた平均の水銀摂取量は、食品安全委員会が公表した妊婦を対象とした耐容量の 6 割程度であって、一般に胎児への影響が懸念されるような状況ではありません。

魚介類は健やかな妊娠と出産に重要である栄養等のバランスのよい食事に欠かせないものです。本注意事項は、妊婦の方々に水銀濃度が高い魚介類を食べないように要請するものではありません。また、本注意事項は胎児の保護を第一に、食品安全委員会の評価を踏まえ、魚介類の調査結果等からの試算を基に作成しました。水銀濃度が高い魚介類を偏って多量に食べることは避けて、水銀摂取量を減らすことで魚食のメリットを活かすこととの両立を期待します。

本注意事項については、いわゆる風評被害が生じることのないよう正確な御理解をよろしく願います。

妊婦が注意すべき魚介類の種類とその摂食量（筋肉）の目安

摂食量（筋肉）の目安	魚介類
1 回約80gとして妊婦は2ヶ月に1回まで （1週間当たり10g程度）	バンドウイルカ
1 回約80gとして妊婦は2週間に1回まで （1週間当たり40g程度）	コビレゴンドウ
1 回約80gとして妊婦は週に1回まで （1週間当たり80g程度）	キンメダイ メカジキ クロマグロ メバチ（メバチマグロ） エッチュウバイガイ ツチクジラ マッコウクジラ
1 回約80gとして妊婦は週に2回まで （1週間当たり160g程度）	キダイ マカジキ ユメカサゴ ミナミマグロ ヨシキリザメ イシイルカ クロムツ

（参考1）マグロの中でも、キハダ、ビンナガ、メジマグロ（クロマグロの幼魚）、ツナ缶は通常の摂食で差し支えありませんので、バランス良く摂食して下さい。

（参考2）魚介類の消費形態ごとの一般的な重量は次のとおりです。

寿司、刺身	一貫又は一切れ当たり	15g程度
刺身	一人前当たり	80g程度
切り身	一切れ当たり	80g程度

目安の表に掲げた魚介類のうち複数の種類を食べる場合には、次のことに御留意ください。

例えば、表に「週に1回と記載されている魚介類」のうち、2種類または3種類を同じ週に食べる際には食べる量をそれぞれ2分の1または3分の1にするよう工夫しましょう。また、表に「週に1回と記載されている魚介類」及び「週に2回と記載されている魚介類」を同じ週に食べる際には、食べる量をそれぞれ2分の1にするといった工夫をしましょう。また、ある週に食べ過ぎた場合は次の週に量を減らしましょう（具体的な食べ方は、本注意事項に関するQ&Aの間12を御覧ください。）。

<子供や一般の方々へ>

今回の注意事項は胎児の健康を保護するためのものです。子供や一般の方々については、通常食べる魚介類によって、水銀による健康への悪影響が懸念されるような状況ではありません。健康的な食生活の維持にとって有益である魚介類をバランス良く摂取してください。

<正確な理解のお願い>

魚介類は一般に人の健康に有益であり、本日の妊婦への注意事項が魚介類の摂食の減少やいわゆる風評被害につながらないように正確に理解されることを期待します。

なお、今後とも科学技術の進歩にあわせて、本注意事項を見直すこととしています。

正確な御理解のために、本注意事項に関するQ&Aについても御参照をお願いします。

本注意事項については、いわゆる風評被害が生じることのないよう正確な御理解をよろしくお願いします。

国際的に安全性が確認され、かつ汎用されている
添加物の取扱いについて

1) 国際汎用添加物（香料を除く。） . . . 【別紙1】

- 平成14年当時、①国際的に安全性が確認され、かつ、②米国及びEU諸国等で汎用されている食品添加物（香料を除く。）に該当し、国際的に汎用されている45品目（当初46品目であったが、β-カロテンが対象より除外され、現在は45品目）（以下、「国際汎用添加物」）について、順次、指定の作業を進めており、平成27年12月末現在、4品目が未指定である。
- 国際汎用添加物の指定の手続は、通常の添加物同様、食品安全委員会での食品健康影響評価及び薬事・食品衛生審議会での規格基準等の審議を経て、告示により厚生労働大臣が指定する必要がある。
- 平成23年4月の閣議決定において、国際汎用添加物の指定手続の簡素化・迅速化についての決定がなされている。
- 平成24年7月の閣議決定において、追加資料の情報収集に要する時間を除き、指定までおおむね1年程度を標準とするロードマップを策定・公表し、処理を行うこととされ、同年9月にロードマップを公表した。

2) 国際汎用香料 . . . 【別紙2】

- 平成14年当時、国際汎用添加物と同様に①国際的に安全性が確認され、かつ、②米国及びEU諸国等で汎用されている食品添加物（香料）に該当し、国際的に汎用されている香料54品目（以下、「国際汎用香料」）について、順次、指定の作業を進めており、平成28年12月末現在、全54品目の指定が完了した。

【別紙 1】 国際汎用添加物の指定等の状況（平成 28 年 12 月末現在）

① 指定済品目（41 品目）

1	亜酸化窒素	製造用剤
2～4	アルギン酸塩類（3 品目）	糊料
5	ステアリン酸カルシウム	強化剤、製造用剤
6	ナタマイシン	チーズの表面処理剤
7	ヒドロキシプロピルセルロース	製造用剤
8	L-アスコルビン酸カルシウム	酸化防止剤
9	ケイ酸カルシウム	固結防止剤
10	ポリソルベート 20	乳化剤
11	ポリソルベート 60	乳化剤
12	ポリソルベート 65	乳化剤
13	ポリソルベート 80	乳化剤
14	水酸化マグネシウム	食品製造用
15～25	加工デンプン（11 品目）	食品製造用
26	ナイシン	保存料
27	ステアロイル乳酸ナトリウム	乳化剤
28	ソルビン酸カルシウム	保存料
29	L-グルタミン酸アンモニウム	調味料
30	ケイ酸マグネシウム	ろ過助剤
31	リン酸一水素マグネシウム （リン酸二マグネシウム）	強化剤
32	サッカリンカルシウム	甘味料
33	乳酸カリウム	調味料、酸味料、 pH 調整剤
34	硫酸カリウム	食塩代替品
35	酸化カルシウム	pH 調整剤、製造用剤
36	酢酸カルシウム	保存料、安定剤、 pH 調整剤
37	イソプロパノール	溶剤
38	ポリビニルピロリドン	賦形剤、安定剤
39	β -apo-8'-カロテナール	着色剤
40	カンタキサンチン	着色剤
41	クエン酸三エチル	乳化剤、安定剤

※ β -カロテン（Blackeslea triapora 由来）は、対象から除外された。

② 未指定品目（4 品目）

1～2	ケイ酸塩類（2 品目）	固結防止剤
3	カルミン	着色剤
4	酸性リン酸アルミニウムナトリウム	膨張剤

【別紙2】 国際汎用香料の指定等の状況（平成28年12月末現在）

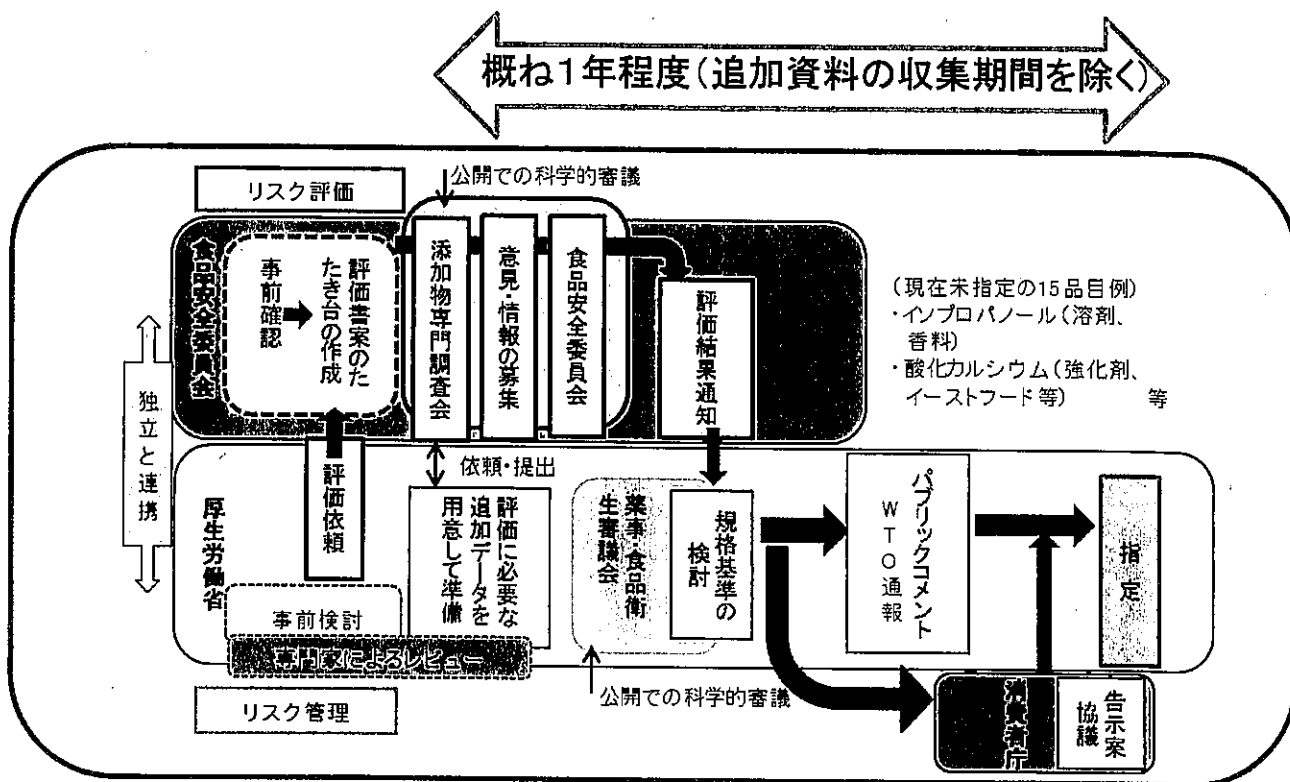
①指定済品目（54品目）

1	アセトアルデヒド
2	アミルアルコール
3	イソアミルアルコール
4	イソブタノール
5	イソプロパノール
6	2-エチル-3,(5or6)-ジメチルピラジン
7	2-エチル-3-メチルピラジン
8	2,3,5,6-テトラメチルピラジン
9	2,3,5-トリメチルピラジン
10	ブタノール
11	プロパノール
12	5-メチルキノキサリン
13	イソブチルアルデヒド
14	2-メチルブタノール
15	ブチルアルデヒド
16	イソバレルアルデヒド
17	バレルアルデヒド
18	2,3-ジメチルピラジン
19	2,5-ジメチルピラジン
20	2,6-ジメチルピラジン
21	2-エチルピラジン
22	2-メチルピラジン
23	2-ペンタノール
24	2-メチルブチルアルデヒド
25	プロピオンアルデヒド
26	6-メチルキノリン
27	5,6,7,8-テトラヒドロキノキサリン
28	3-メチル-2-ブタノール
29	イソペンチルアミン
30	2-エチル-5-メチルピラジン
31	ブチルアミン
32	フェネチルアミン
33	ピペリジン
34	ピロリジン
35	2,6-ジメチルピリジン
36	5-エチル-2-メチルピリジン
37	2-(3-フェニルプロピル)ピリジン
38	2,3-ジエチル-5-メチルピラジン
39	6,7-ジヒドロ-5-メチル-5H-シクロペンタピラジン
40	1-ペンテン-3-オール
41	3-メチル-2-ブテノール
42	ピラジン
43	3-メチル-2-ブテナール

44	ピロール
45	イソキノリン
46	トリメチルアミン
47	2-エチル-6-メチルピラジン
48	(3-アミノ-3-カルボキシプロピル) ジメチルスルホニウム塩化物
49	<i>trans</i> -2-メチル-2-プテナール
50	<i>trans</i> -2-ペンテナール
51	3-エチルピリジン
52	2,3-ジエチルピラジン
53	アンモニウムイソバレレート
54	1-メチルナフタレン

■国際汎用添加物（15品目）の指定の流れ（ロードマップ）

(平成24年9月策定)



○規制・制度改革に係る方針（平成24年7月10日閣議決定）（抜粋）

国際汎用添加物のうち、いまだ指定がなされていない15品目について、「規制・制度改革に係る方針」（平成23年4月8日閣議決定）に基づき実施した「食品添加物の指定手続の簡素化・迅速化」のための措置を踏まえ、全ての品目について既に審議が開始されているところであり、このうち食品健康影響評価が終了している3品目については、平成24年度中を目途に指定する。

その他の12品目については、国際汎用添加物の早期指定に向けてリソースを充実させた上で、既に指定された国際汎用添加物の指定に要した期間を踏まえ、追加資料の収集に要する期間を除き、指定までおおむね1年程度を標準とする今後のロードマップを策定・公表し、処理する。

<平成24年度上期措置（3品目指定は平成24年度措置）>【内閣府、厚生労働省】

既存添加物の安全性見直しの状況(平成28年12月末現在)

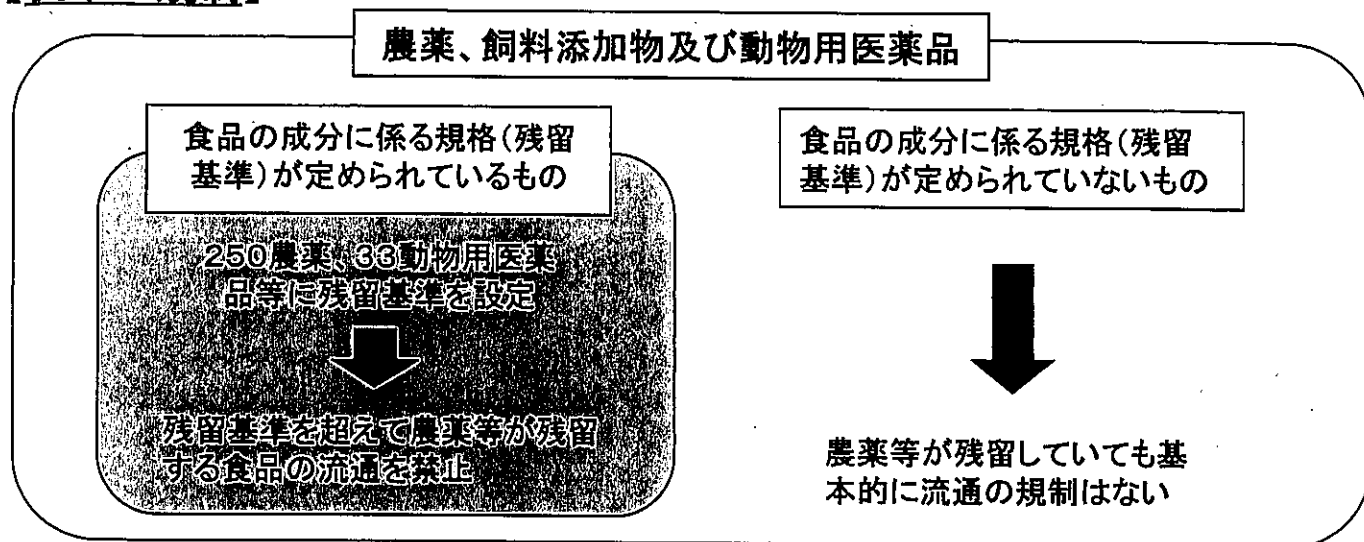
既存添加物名簿収載品目数		365
1. 安全性評価済みの品目		251
	平成8年度厚生科学研究	35
	平成11年度既存添加物の安全性評価に関する調査研究	13
	平成15年度既存添加物の安全性の見直しに関する調査研究	14
	平成16年度既存添加物の安全性の見直しに関する調査研究	8
	平成18年度既存添加物の安全性の見直しに関する調査研究	5
	平成19年度既存添加物の安全性の見直しに関する調査研究	4
	平成20年度既存添加物の安全性の見直しに関する調査研究	7
	平成21年度既存添加物の安全性の見直しに関する調査研究	4
	平成22年度既存添加物の安全性の見直しに関する調査研究	1
	平成23年度既存添加物の安全性の見直しに関する調査研究	1
	平成25年度既存添加物の安全性の見直しに関する調査研究	3
	平成26年度既存添加物の安全性の見直しに関する調査研究	2
	国際的な評価が終了しているもの(JECFA、FDA等)	154
2. 安全性情報を収集している品目		5
3. 基原、製法、本質等からみて安全と考えられ、早急に検討を行う必要はない品目		109

既存添加物名簿から消除された品目数		124
	流通実態が無く消除された品目	123
	安全性に問題があるとされ消除された品目	1

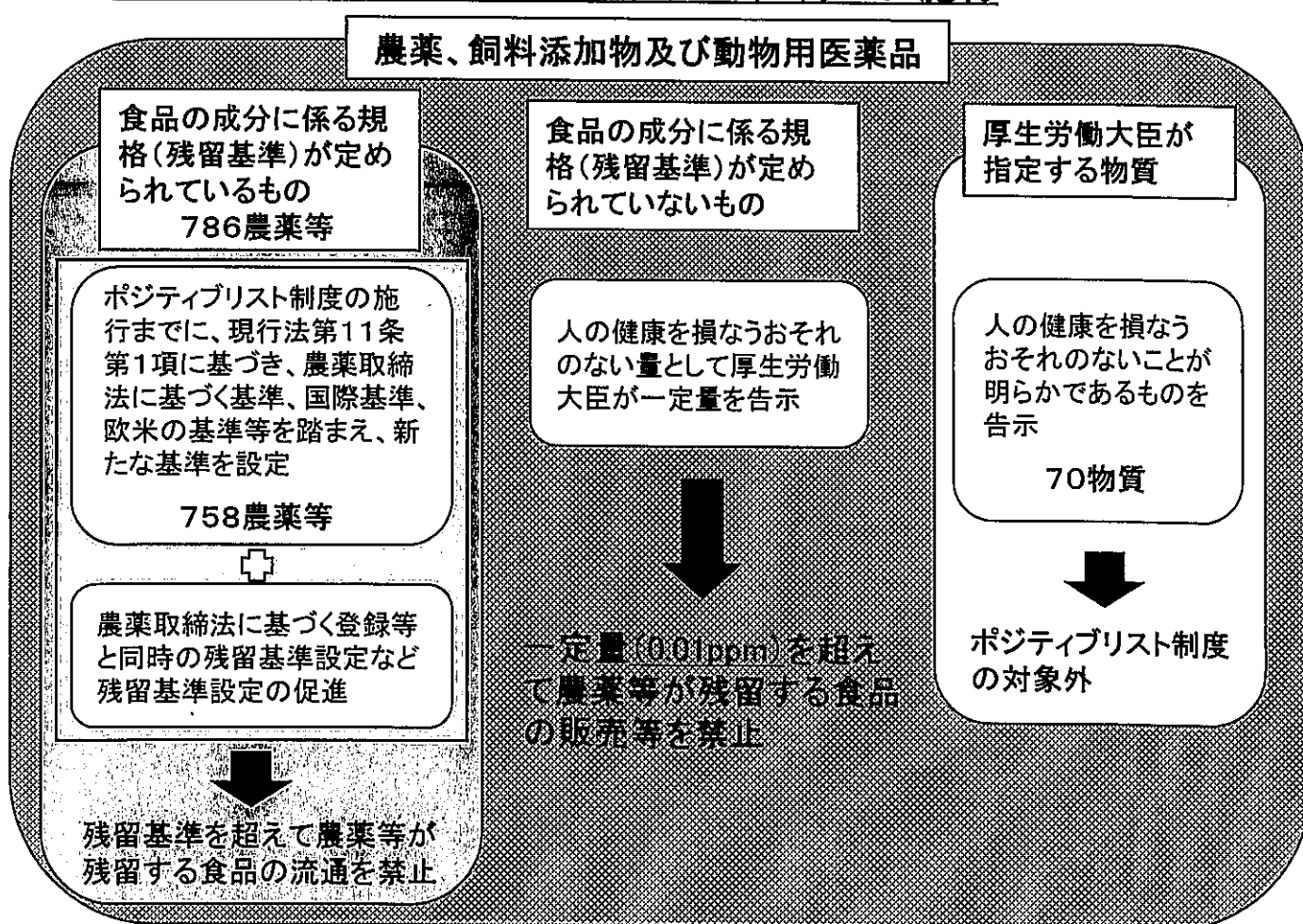
食品中に残留する農薬等に係るポジティブリスト制度

(改正食品衛生法第11条関係)

【従来の規制】



【ポジティブリスト制度施行後】……平成18年5月29日施行



(注1) 平成17年11月29日付けで関係告示を公布。

(注2) 品目数は、平成28年1月末現在。

健康食品について

健康食品と呼ばれるものについては、法律上の定義は無く、広く健康の保持増進に資する食品として販売・利用されるもの全般を指している。

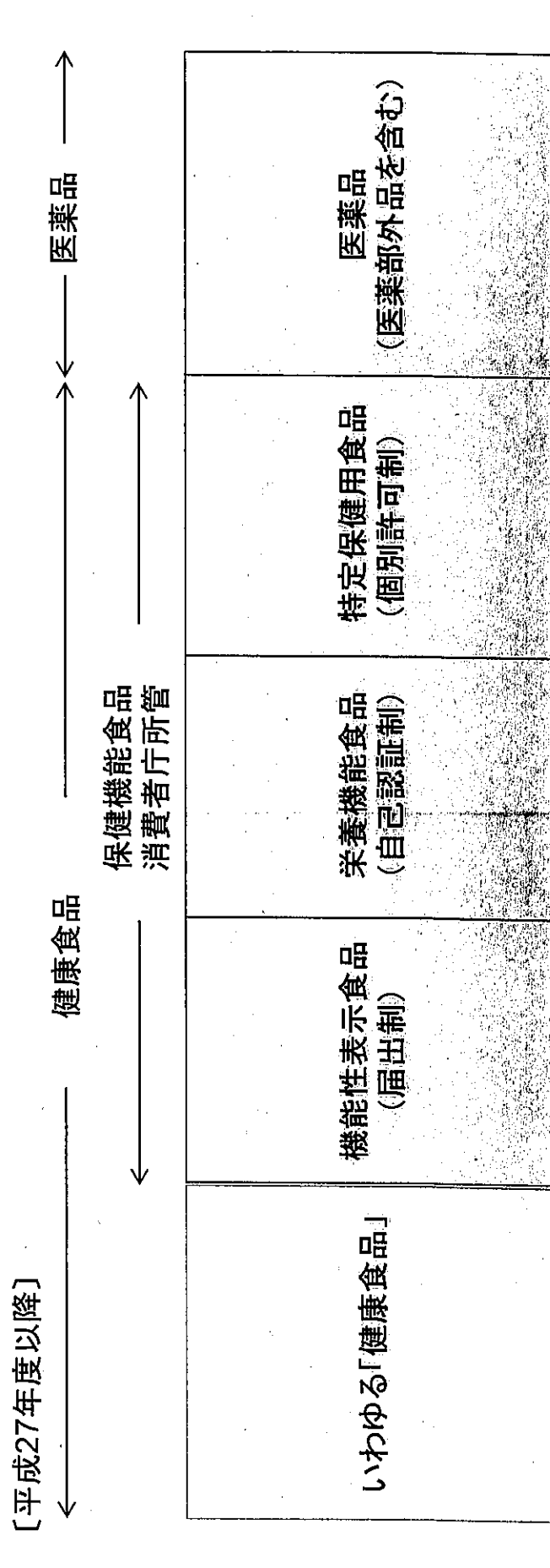
そのうち、国の制度としては、国が定めた安全性や有効性に関する基準等を満たした「特定保健用食品制度」及び「栄養機能食品制度」がある（平成21年9月1日に消費者庁に移管）。

さらに、平成27年度からは、企業等の責任で科学的根拠に基づく機能性の表示が可能となる「機能性表示食品」が食品表示法に基づき施行。

そのうち、国の制度としては、国が定めた安全性や有効性に関する基準等を満たした「特定保健用食品制度」及び「栄養機能食品制度」がある（平成21年9月1日に消費者庁に移管）。

さらに、平成27年度からは、企業等の責任で科学的根拠に基づく機能性の表示が可能となる「機能性表示食品」が食品表示法に基づき施行。

さらに、平成27年度からは、企業等の責任で科学的根拠に基づく機能性の表示が可能となる「機能性表示食品」が食品表示法に基づき施行。



「健康食品」の安全性確保に関する取組み

国民の健康に対する関心の高まり等を背景として、これまで一般に飲食に供されることのなかったものや、特殊な形態のもの等、様々な食品が「健康食品」として流通する中で、消費者により安全性の高い製品が供給されるためには、以下のような製造段階から販売段階、健康被害情報の収集・処理にわたる幅広い取組みが必要

製造段階における具体的な方策

- (1) 原材料の安全性の確保（文献検索を実施、食経験が不十分なときは毒性試験を実施）
- (2) 製造工程管理（GMP）による安全性の確保（全工程における製造管理・品質管理）
- (3) 上記の実効性の確保（第三者認証制度の導入）

健康被害情報の収集及び処理体制の強化

因果関係が明確でない場合等も含め、より積極的に情報を収集

* 医師等を対象に「健康食品」の現状や過去の健康被害事例等について情報提供

消費者に対する普及啓発

- (1) 製造事業者による安全性に関する情報提供
- (2) 「健康食品」一般に関する知識の普及啓発

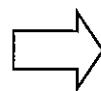
原材料の安全性の確保

(平成17年2月1日付け食安発第0201003号通知)

「健康食品」を含む食品の製造事業者は、製造する食品の原材料の安全性の確保に必要な措置を講ずるよう努めるべきものとされている(食品衛生法第3条)。

錠剤・カプセル状等の形態の食品については、過剰摂取による健康被害のおそれがあることから、原材料の安全性の確保のための取組は特に重要

「健康食品」の製造に使用される基原原料について、文献検索で安全性、毒性情報等を収集する。

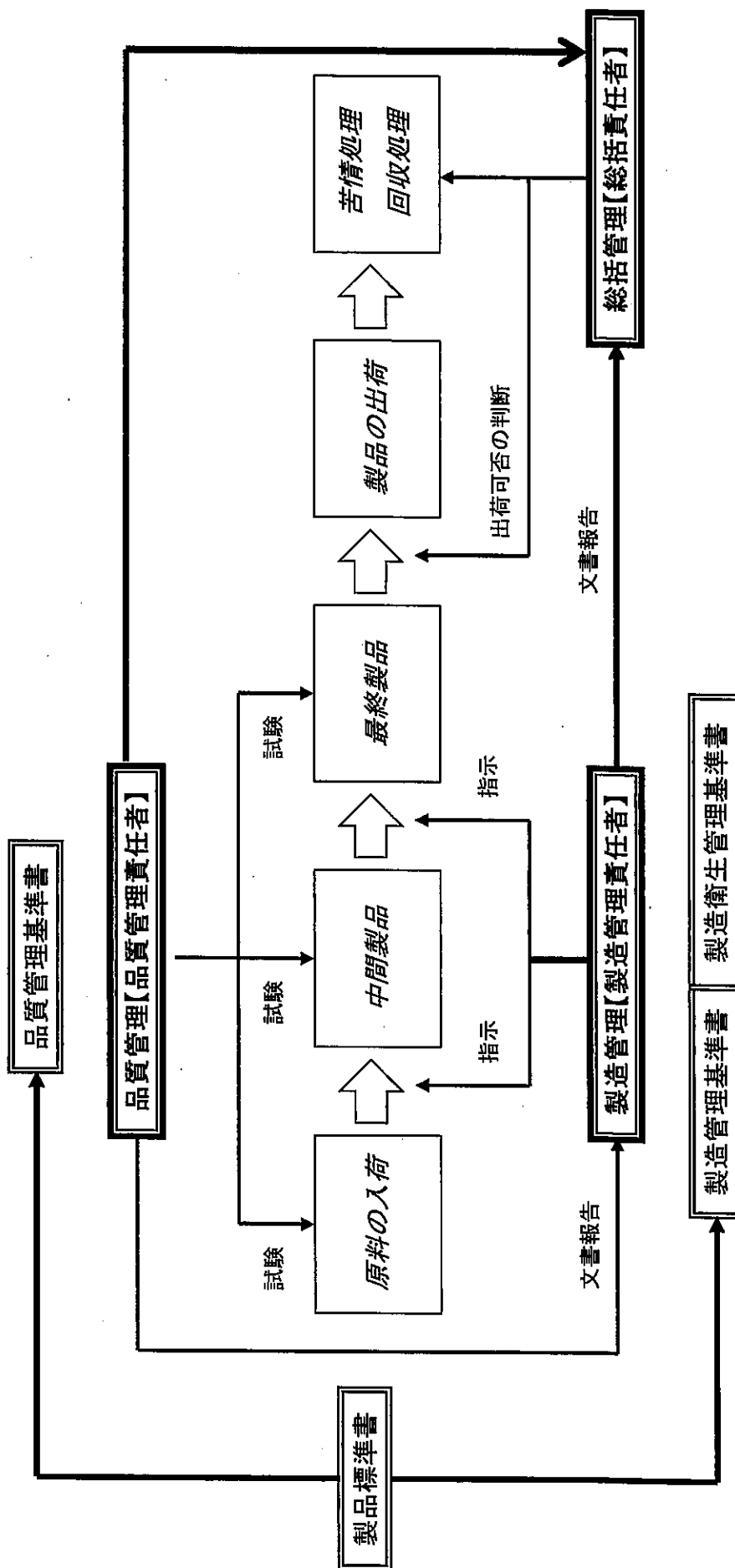


食経験に基づいて安全性を確保できない場合には、原材料等を用いて毒性試験を行う。

製造工程管理(GMP)による安全性の確保

(平成17年2月1日付け食安発第0201003号通知)

成分の濃縮等の加工工程を経る錠剤・カプセル状等の形状の「健康食品」については、製品の均質化を図り、安全性及び信頼性を高めるために、製造者において、原材料等の受入れから最終製品の包装・出荷に至るまでの全工程における製造管理、品質管理の体制を整備すること（GMP=Good Manufacture Practice）が重要



健康食品の安全性確保に係る第三者認証の仕組み

原材料の安全性の確保や、製造工程管理（GMP）による安全性の確保において、一定の水
準に達したものとなっているかについて事業者以外の第三者によって客観的な立場から確認
がなされることが実効性の確保を図る上では極めて重要

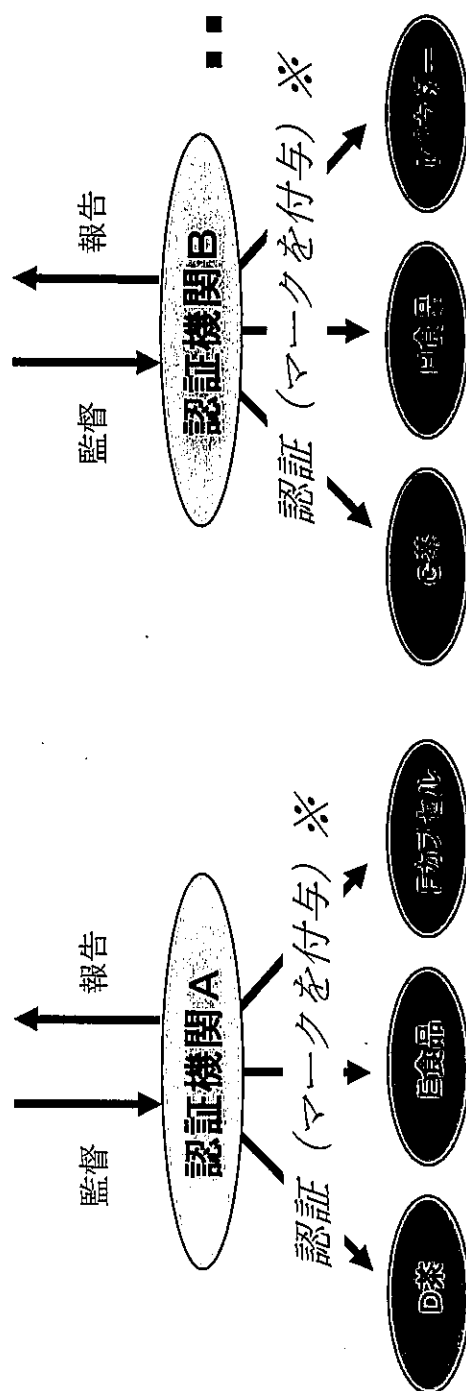
また、認証の基準や表示はできるだけ統一されたものであることが望ましい。

認証協議会

- * 学識経験者、消費者、消費者、製造事業者、製造事業者、認証機関等で構成
- * 「認証機関の認証基準」や「認証機関の行う認証業務の規格基準」の策定、厚生労働省指針に沿った認証が行われるよう認証機関への監督指導等を担う

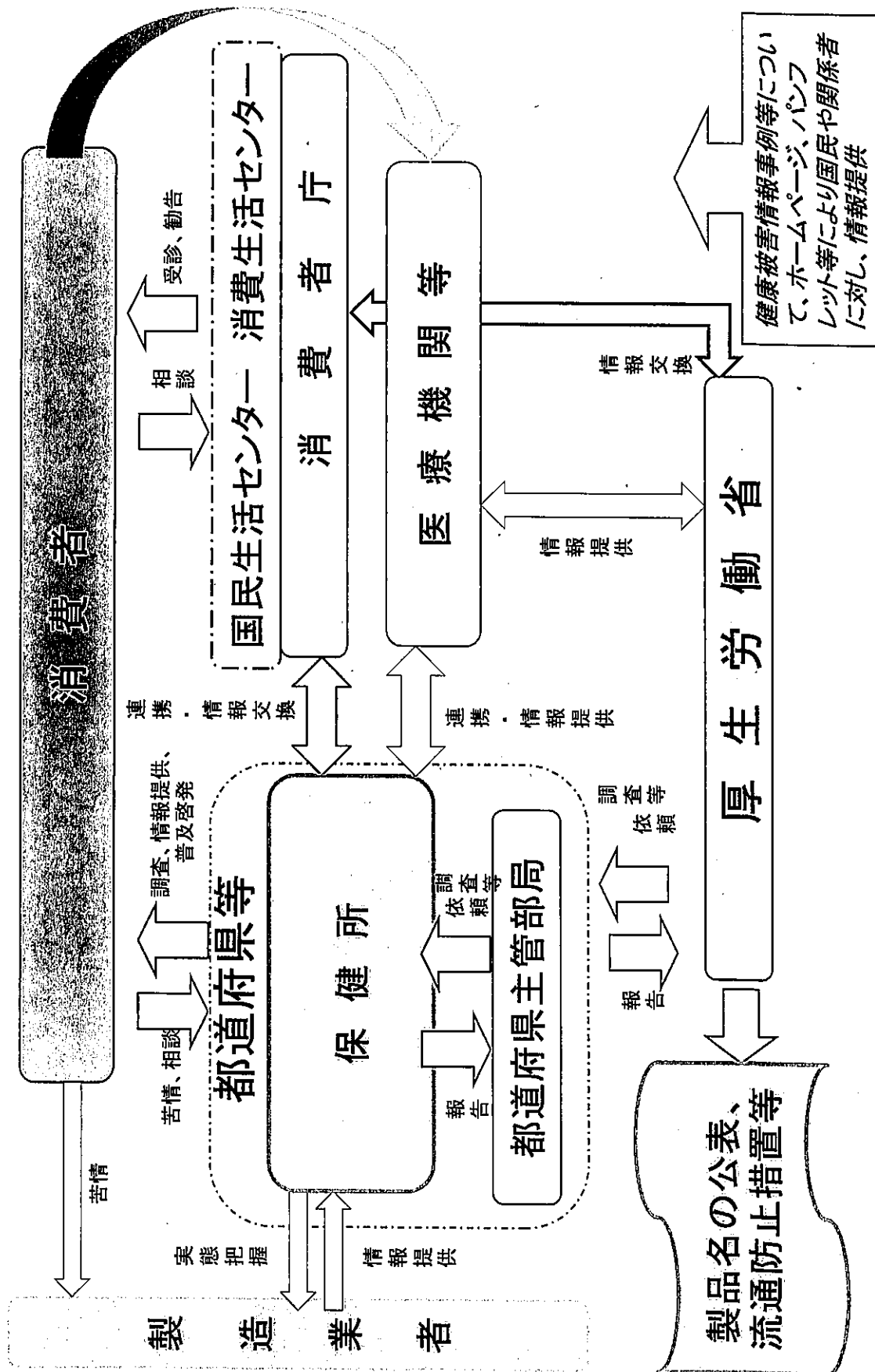
厚生労働省

関係者に対する周知、情報交換等を通じて認証協議会の活動を支援



※ 原材料の安全性、GMPによる安全性

健康食品による被害情報の収集体制 (平成14年10月4日付け医薬発第1004001号通知)



受診

消費者に対する普及啓発

「健康食品」に関する誤った情報や過大な期待が見られる中で、健康食品の安全性確保や「健康食品」一般に関する正しい知識の普及啓発に努めることが重要

製造事業者による安全性に関する情報提供

- ・製品の原材料の安全性確保や製造工程管理の適切さに関する情報提供
- ・成分表示や摂取目安量、注意喚起表示の適正化

「健康食品」一般に関する知識の普及啓発

- ・消費者に対し、「健康食品」に含まれる成分の特徴、その必要性、使用目的、摂取方法等について正しい情報を提供するため、リスクコミュニケーション等を活用

遺伝子組換え食品等の安全性に関する審査の法的位置づけ

食品衛生法

第111条(食品等の規格及び基準)

※ 規格・基準に合わないものの輸入、販売等禁止

告示

食品、添加物等の規格基準

成分規格 ※ 安全性審査を経たものでなければならない

製造基準 ※ 基準に適合した方法で行わなければならない

告示

安全性審査手続

※ 安全性審査の手続、資料

告示

製造基準

※ 適合確認の手続
※ 製造所の施設設備基準

食品安全委員会決定

安全性評価基準 ※ 健康影響評価の基準

遺伝子組換え食品等の安全性に関する審査の手続きフロー

