薬生食基発 0831 第 3 号
令和 3 年 8 月 31 日

一般社団法人
日本ミネラルウォーター協会会長　殿

厚生労働省医薬・生活衛生局食品基準審査課長
（ 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

標記について、別添のとおり各都道府県知事等宛て通知しましたので、貴会会員等関係者への周知方お願いします。

写

生食発 0831 第 11 号
令和 3 年 8 月 31 日

各 都道府県知事
保健所設置市長
特別区長 殿

厚生労働省大臣官房生活衛生・食品安全審議官
（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４号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知）により通知していますが、清涼飲料水の規格基準の一部改正（令和３年厚生労働省告示第263号）に伴い、試験項目の追加等が必要となったため、同通知を別紙新旧対照表のとおり一部改正することとしました。

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

・Ⅰ　一斉試験法の項にミネラルウォーター類中のクロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸の試験法を追加する。
・Ⅱ　個別試験法の項にミネラルウォーター類中の六価クロムの試験法を追加する。
・その他、修辞上の修正を行う。

（別紙）

「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４号）（抄）

（傍線部分は改正部分）

改　正　後	改　正　前
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 ・ミネラルウォーター類中のクロロ酢酸類一斉試験法	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 ・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 （新設）
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 ・ミネラルウォーター類中の六価クロム試験法 ・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	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 （新設） ・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	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 （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 （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 （略） ミネラルウォーター類中のクロロ酢酸類一斉試験法 １．分析対象化合物 クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸 ２．装置 液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS） ３．試薬、試液等 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。 クロロ酢酸標準原液　市販の 1000 mg/L クロロ酢酸標準原液を用いる。 ジクロロ酢酸標準原液　市販の 1000 mg/L ジクロロ酢酸標準原液を用いる。 トリクロロ酢酸標準原液　市販の 1000 mg/L トリクロロ酢酸	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 （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 （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 （略） （新設）

標準原液を用いる。

100 mg/L クロロ酢酸標準溶液 1000 mg/L　クロロ酢酸標準原液 2 mL を正確に量りとり、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。

100 mg/L ジクロロ酢酸標準溶液 1000 mg/L　ジクロロ酢酸標準原液 2 mL を正確に量りとり、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。

100 mg/L トリクロロ酢酸標準溶液 1000 mg/L　トリクロロ酢酸標準原液 2 mL を正確に量りとり、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。

5 mg/L 混合標準溶液 100 mg/L クロロ酢酸標準溶液、100 mg/L ジクロロ酢酸標準溶液及び 100 mg/L トリクロロ酢酸標準溶液 1 mL をそれぞれ正確に量りとり、水を加えて正確に 20 mL とする。

0.25 mol/L 塩化マグネシウム($MgCl_2$)溶液 $MgCl_2$・6 水和物 5.08 g を量りとり、水を加えて 100 mL とする。

バリウムイオン交換基/銀イオン交換基/水素イオン交換基積層型強陽イオン交換樹脂カラム(700 mg/1,200 mg/300 mg)内径 12 ～13 mm のポリエチレン製カラム管に、上層にバリウム型陽イオン交換基を結合した充填剤 700 mg を、中層に銀型陽イオン交換基を結合した充填剤 1,200 mg を、下層に水素型陽イオン交換基を結合した充填剤 300 mg を積層して充填したもの又はこれと同等の妨害物質除去性能を有するものを用いる。

４．試験溶液の調製

バリウムイオン交換基/銀イオン交換基/水素イオン交換基積層型強陽イオン交換樹脂カラム(700 mg/1,200 mg/300 mg)に水 10 mL を通液させ、全て出し切る。これに試料 5 mL を量りとり、0.25 mol/L $MgCl_2$ 溶液 50 μL を添加した溶液を通液し、0-2 mL

画分の溶液を捨て、2-3 mL 画分の溶液を試験溶液とする。

５．検量線の作成

5 mg/L 混合標準溶液を水で希釈し、各物質の 0.005～0.075 mg/L 溶液を数点調製し、その 50 μL を LC-MS 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 μL を LC-MS に注入し、５．の検量線を用いてクロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸の試料中濃度を求める。

７．測定条件

分離カラム：オクタデシルシリル化シリカゲルカラム 内径 4.6 mm、長さ 150 mm、粒子径 3μm

移動相：0.2%ギ酸及びメタノール溶液（19：1）から（1：19）までの濃度勾配を 38 分間で行い、（1：19）で 12 分間保持する。

カラム温度：40℃

イオン化モード：ESI（－）

主なイオン（*m/z*）　モノクロロ酢酸：93
ジクロロ酢酸：127
トリクロロ酢酸：161

保持時間の目安　モノクロロ酢酸：17 分
ジクロロ酢酸：16 分
トリクロロ酢酸：22 分

８．留意事項

１）試験法の概要

試料中に共存する塩化物イオン及び硫酸イオン等を陽イオ

ン交換樹脂カラムで除去する。これら妨害物質除去後の試料中のクロロ酢酸、ジクロロ酢酸、及びトリクロロ酢酸をオクタデシルシリル化シリカゲルカラムを用いて分離後、LC-MS で測定し、定量する方法である。なお、$BaSO_4$の共沈殿を促進させるために、試料に$MgCl_2$を添加している。 ２）注意点 ①　バリウムイオン交換基/銀イオン交換基/水素イオン交換基積層型強陽イオン交換樹脂カラム(700 mg/1,200 mg/300 mg)のコンディショニングでは、水を全て出し切ればよく、陽イオン交換樹脂を乾燥させる必要はない。また、このカラムに試料を通液させる際は、1-2 mL/min(1-2 滴/3sec)程度で通液させることが望ましい。 ②　試料中にリン酸イオンが含有される試料では、バリウムイオン交換基/銀イオン交換基/水素イオン交換基積層型強陽イオン交換樹脂カラム(700 mg/1,200 mg/300 mg)からの溶出画分に影響が出る場合がある。そのような試料では、3-4 mL 画分又は 4-5 mL 画分を試験溶液とする。なお、リン酸イオンは陰イオン性化合物の一斉分析を行う際に電気伝導度計により検出可能である。	
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 （略） ミネラルウォーター類中のシアン試験法 １．・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	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 （略） ミネラルウォーター類中のシアン試験法 １．・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。 4-ピリジンカルボン酸ナトリウム(C6H4O2N・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、水を加えて 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。	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(C6H4O2N・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．～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 （略） ミネラルウォーター類中の臭素酸試験法 １．・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。 炭酸水素ナトリウム/炭酸ナトリウム溶液　炭酸水素ナトリウム 10.08 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.636 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	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．～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 （略） ミネラルウォーター類中の臭素酸試験法 １．・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。 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 及び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．～８．　（略） ミネラルウォーター類中の水銀試験法 １．・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　有害金属測定用又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．～９．　（略） ミネラルウォーター類中の全有機炭素（ＴＯＣ）試験法 （略）	、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．～８．　（略） ミネラルウォーター類中の水銀試験法 １．・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．～９．　（略） ミネラルウォーター類中の全有機炭素（ＴＯＣ）試験法 （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 （略） ミネラルウォーター類中のホルムアルデヒド試験法 （略） ミネラルウォーター類中の六価クロム試験法 １．分析対象化合物 六価クロム 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。 1,5-ジフェニルカルバジド 炭酸水素ナトリウム/炭酸ナトリウム溶液　炭酸水素ナトリウム 1.68 g 及び炭酸ナトリウム 2.12 g を量りとり、水を加えて１Ｌとする。 1,5-ジフェニルカルバジド溶液　1,5-ジフェニルカルバジド 0.5 g を量りとり、メタノールで 100 mL とする。水約 500 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、両液を合わせ、水を加えて１Ｌとする。 六価クロム標準原液　市販の 1000 mg/L 六価クロム標準原液を用いる。	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 （略） ミネラルウォーター類中のホルムアルデヒド試験法 （略） （新設）

10 mg/L 六価クロム標準溶液　1000 mg/L 六価クロム標準原液 0.5 mL を正確に量りとり、水を加えて正確に 50 mL とする。

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

10 mg/L 六価クロム標準溶液を水で希釈し、六価クロムの 0.005～0.05 mg/L 溶液を数点調製し、その 100 μL をイオンクロマトグラフ可視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 μL をイオンクロマトグラフ可視吸光光度計に注入し、５．の検量線を用いて六価クロム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 250 mm

溶離液：炭酸水素ナトリウム/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℃

２）ポストカラム誘導体化条件

反応液：1,5-ジフェニルカルバジド溶液を 0.2 mL/分で送液する。

反応温度：45℃

反応コイル：内径 0.5 mm、長さ 10 m

３）測定波長：530 nm 保持時間の目安：11 分 ８．留意事項 １）試験法の概要 試料中の六価クロムを pH7 を超える水溶液中でクロム酸（CrO_4^{2-}）として陰イオン交換カラムを用いて分離する。カラム分離後の CrO_4^{2-}をポストカラムにより 1,5-ジフェニルカルバジドと反応させ、六価クロムにより酸化されたジフェニルカルバゾンと六価クロムが還元されて生じた三価クロムの錯体（赤紫色）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 1,5-ジフェニルカルバジド溶液は、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。 ② 反応コイルはポリエーテルエーテルケトン製を用いるのが望ましい。また、長さが短い場合は、誘導体化が不十分となりピークが小さくなる場合があるため注意する。 清涼飲料水中のスズ試験法 （略） 清涼飲料水中のパツリン試験法 （略） III．食品製造用水中の化学物質等試験法 （略）	清涼飲料水中のスズ試験法 （略） 清涼飲料水中のパツリン試験法 （略） III．食品製造用水中の化学物質等試験法 （略）

食安発１２２２第５号
平成２６年１２月２２日
(最終改正：令和3年8月31日)

各　検疫所長　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
・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
・ミネラルウォーター類中のクロロ酢酸類一斉試験法

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
・ミネラルウォーター類中の六価クロム試験法
・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、アンチモン、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。

アンチモン標準原液　市販の 1000 mg/L アンチモン標準溶液を用いる。

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	
アンチモン	10
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
アンチモン	0.0001～0.0025
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
アンチモン	
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
アンチモン	121
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 μL 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 μL 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っては電気伝導度計（サプレッサ型）で、硝酸イオンにあっては電気伝導度計（サプレッサ型）又は紫外吸光光度計で、亜硝酸イオンにあっ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 μL 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 μm 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

ミネラルウォーター類中のクロロ酢酸類一斉試験法

１．分析対象化合物

クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸

２．装置

液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS）

３．試薬、試液等

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。

クロロ酢酸標準原液　市販の 1000 mg/L クロロ酢酸標準原液を用いる。

ジクロロ酢酸標準原液　市販の 1000 mg/L ジクロロ酢酸標準原液を用いる。

トリクロロ酢酸標準原液　市販の 1000 mg/L トリクロロ酢酸標準原液を用いる。

100 mg/L クロロ酢酸標準溶液 1000 mg/L　クロロ酢酸標準原液 2 mL を正確に量りとり、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。

100 mg/L ジクロロ酢酸標準溶液 1000 mg/L　ジクロロ酢酸標準原液 2 mL を正確に量りとり、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。

100 mg/L トリクロロ酢酸標準溶液 1000 mg/L　トリクロロ酢酸標準原液 2 mL を正確に量りとり、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。

5 mg/L 混合標準溶液 100 mg/L クロロ酢酸標準溶液、100 mg/L ジクロロ酢酸標準溶液及び 100 mg/L トリクロロ酢酸標準溶液 1 mL をそれぞれ正確に量りとり、水を加えて正確に 20 mL とする。

0.25 mol/L 塩化マグネシウム($MgCl_2$)溶液 $MgCl_2$・6 水和物 5.08 g を量りとり、水を加えて 100 mL とする。

バリウムイオン交換基/銀イオン交換基/水素イオン交換基積層型強陽イオン交換樹脂カラム(700 mg/1,200 mg/300 mg)内径 12 ～13 mm のポリエチレン製カラム管に、上層にバリウム型陽イオン交換基を結合した充填剤 700 mg を、中層に銀型陽イオン交換基を結合した充填剤 1,200 mg を、下層に水素型陽イオン交換基を結合した充填剤 300 mg を積層して充填したもの又はこれと同等の妨害物質除去性能を有するものを用いる。

４．試験溶液の調製

バリウムイオン交換基/銀イオン交換基/水素イオン交換基積層型強陽イオン交換樹脂カラム(700 mg/1,200 mg/300 mg)に水 10 mL を通液させ、全て出し切る。これに試料 5 mL を量りとり、0.25 mol/L $MgCl_2$ 溶液 50 μL を添加した溶液を通液し、0-2 mL 画分の溶液を

捨て、2-3 mL 画分の溶液を試験溶液とする。

５．検量線の作成

5 mg/L 混合標準溶液を水で希釈し、各物質の 0.005～0.075 mg/L 溶液を数点調製し、その 50 μL を LC-MS 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 μL を LC-MS に注入し、５．の検量線を用いてクロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸の試料中濃度を求める。

７．測定条件

分離カラム：オクタデシルシリル化シリカゲルカラム 内径 4.6 mm、長さ 150 mm、粒子径 3 μm

移動相：0.2％ギ酸及びメタノール溶液（19：1）から（1：19）までの濃度勾配を 38 分間で行い、（1：19）で 12 分間保持する。

カラム温度：40℃

イオン化モード：ESI (－)

主なイオン（*m/z*）　モノクロロ酢酸：93
ジクロロ酢酸：127
トリクロロ酢酸：161

保持時間の目安　モノクロロ酢酸：17 分
ジクロロ酢酸：16 分
トリクロロ酢酸：22 分

８．留意事項

１）試験法の概要

試料中に共存する塩化物イオン及び硫酸イオン等を陽イオン交換樹脂カラムで除去する。これら妨害物質除去後の試料中のクロロ酢酸、ジクロロ酢酸、及びトリクロロ酢酸をオクタデシルシリル化シリカゲルカラムを用いて分離後、LC-MS で測定し、定量する方法である。なお、$BaSO_4$ の共沈殿を促進させるために、試料に $MgCl_2$ を添加している。

２）注意点

① バリウムイオン交換基/銀イオン交換基/水素イオン交換基積層型強陽イオン交換樹脂カラム(700 mg/1,200 mg/300 mg)のコンディショニングでは、水を全て出し切ればよく、陽イオン交換樹脂を乾燥させる必要はない。また、このカラムに試料を通液させる際は、1-2 mL/min(1-2 滴/3sec)程度で通液させることが望ましい。

② 試料中にリン酸イオンが含有される試料では、バリウムイオン交換基/銀イオン交換基/水素イオン交換基積層型強陽イオン交換樹脂カラム(700 mg/1,200 mg/300 mg)か

らの溶出画分に影響が出る場合がある。そのような試料では、3-4 mL 画分又は 4-5 mL 画分を試験溶液とする。なお、リン酸イオンは陰イオン性化合物の一斉分析を行う際に電気伝導度計により検出可能である。

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。

試料中残留塩素濃度(mg/L) = 0.3545×(a-b)×f×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($C_6H_4O_2N$・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、水を加えて 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 μL 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 μL 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 μL 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 μL 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。

カラム温度：40℃（2 分）-15℃/分-250℃（5 分）

注入口温度：200℃

検出器温度：200℃

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　炭酸水素ナトリウム 10.08 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.636 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 μL 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 μL 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　有害金属測定用又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 10mL 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

測定の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-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．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-d_4 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-d_4 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-d_4 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-d_4 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 μm の厚さでコーティングしたもの。

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

注入口温度：250℃

検出器温度：250℃

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 μL を GC-MS に注入し、ホルムアルデヒド誘導体化物及び 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 μL 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℃（1 分）-10℃/分-190℃-20℃/分-260℃（5 分）

注入口温度：200℃

検出器温度：200℃

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。

ミネラルウォーター類中の六価クロム試験法

１．分析対象化合物

六価クロム

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。

1,5-ジフェニルカルバジド

炭酸水素ナトリウム/炭酸ナトリウム溶液　炭酸水素ナトリウム 1.68 g 及び炭酸ナトリウム 2.12 g を量りとり、水を加えて 1 L とする。

1,5-ジフェニルカルバジド溶液　1,5-ジフェニルカルバジド 0.5 g を量りとり、メタノールで 100 mL とする。水約 500 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、両液を合わせ、水を加えて 1 L とする。

六価クロム標準原液　市販の 1000 mg/L 六価クロム標準原液を用いる。

10 mg/L 六価クロム標準溶液　1000 mg/L 六価クロム標準原液 0.5 mL を正確に量りとり、水を加えて正確に 50 mL とする。

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

10 mg/L 六価クロム標準溶液を水で希釈し、六価クロムの 0.005～0.05 mg/L 溶液を数点調製し、その 100 μL をイオンクロマトグラフ可視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 μL をイオンクロマトグラフ可視吸光光度計に注入し、５．の検量線を用いて六価クロム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 250 mm

溶離液：炭酸水素ナトリウム/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℃

２）ポストカラム誘導体化条件

反応液：1,5-ジフェニルカルバジド溶液を 0.2 mL/分で送液する。

反応温度：45℃

反応コイル：内径 0.5 mm、長さ 10 m

３）測定波長：530 nm

保持時間の目安：11 分

８．留意事項

１）試験法の概要

試料中の六価クロムを pH7 を超える水溶液中でクロム酸（CrO_4^{2-}）として陰イオン交換カラムを用いて分離する。カラム分離後の CrO_4^{2-}をポストカラムにより 1,5-ジフェニルカルバジドと反応させ、六価クロムにより酸化されたジフェニルカルバゾンと六価クロムが還元されて生じた三価クロムの錯体（赤紫色）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 1,5-ジフェニルカルバジド溶液は、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。

② 反応コイルはポリエーテルエーテルケトン製を用いるのが望ましい。また、長さが短い場合は、誘導体化が不十分となりピークが小さくなる場合があるため注意する。

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．に示すポーラ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っ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ってはその濃縮した倍数の値で 100 g を除した量）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 10ml 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っ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ってはその濃縮した倍数の値で 50 g を除した量）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 2mL、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,O-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っ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っ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 μm 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っては、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

カラム充てん剤　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	フレー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	フレー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ームレスー原子吸光光度法
六価クロム	フレー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―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	フレー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	フレームレスー原子吸光光度法, ICP 法又は吸光光度法
銅	フレー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	フレー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