

金属製容器包装入り清涼飲料水中のスズ試験法の妥当性確認

保健科学課 食品化学担当

1 はじめに

清涼飲料水及び粉末清涼飲料については、スズ（以下、「Sn」とする。）の成分規格が定められている¹⁾。平成26年12月22日、食品、添加物等の規格基準が一部改正されたことにより、成分規格の適用が金属製容器包装入りのものに限定され、その含有量は150.0 ppm以下でなければならないと定められたほか²⁾、清涼飲料水中のSnの個別試験法が示された³⁾。さらに、食品中の有害物質等に関する分析法の妥当性確認ガイドライン（以下、「ガイドライン」とする。）が示され⁴⁾、各試験機関において開発した試験法がガイドラインの基準に適合していることが確認されれば、その試験法を用いて成分規格への適合を判定することができることとされた。

そこで、ガイドラインに従い、金属製容器包装入り清涼飲料水中のSnの成分規格判定試験の妥当性確認を行ったので報告する。

2 実験方法

2.1 試料

市販の金属製容器包装入りのトマトジュースを添加回収試料とした。

2.2 器具等

ガラス器具からの測定対象元素の溶出及び器具への吸着を防ぐため、標準溶液及び試験溶液の調製に使用する器具類はすべてポリテトラフルオロエチレン（以下、「PTFE」とする。）又はポリプロピレン製とした。いずれも硝酸（2→100）に一夜以上浸漬後に超純水で洗浄したものを使用した。

2.3 装置等

ヒートブロック式加熱分解システム：SCP SCIENCE 製 DigiPREP Jr.

誘導結合プラズマ質量分析装置（ICP-MS）：Thermo Fisher Scientific（株）製 iCAP RQ

超純水製造装置：オルガノ（株）製 PURELAB flex

2.4 試薬等

超純水：超純水製造装置により製造したものを用いた（比抵抗 $>18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 、TOC $<5 \text{ ppb}$ ）。

硝酸：関東化学（株）製 硝酸，金属分析用

塩酸：富士フイルム和光純薬（株）製 塩酸，有害金属測定用

1%硝酸添加1 mol/L 塩酸：塩酸 90 mL 及び硝酸 10 mL に超純水を加えて1000 mL としたものを用いた。

標準原液：関東化学（株）製 Sn 標準液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）及びインジウム（以下、「In」とする。）標準液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）を用いた。

2.5 標準溶液の調製

検量線用標準溶液：Sn 標準原液を1%硝酸添加1 mol/L 塩酸を用いて10, 20, 50, 100, 200 ng/mL となるよう希釈した。

内部標準溶液：In 標準原液を1%硝酸添加1 mol/L 塩酸を用いて、100 ng/mL となるよう希釈した。

2.6 試験溶液の調製

試料1 gに1%硝酸添加1 mol/L 塩酸1 mL 及び硝酸1 mL を加え、ヒートブロック式加熱分解システムを用いて105 $^{\circ}\text{C}$ で15分間加熱分解を行った。塩酸9 mL を加え加温溶解した後、硝酸1 mL を添加し、超純水で100 mL に定容した。この溶液を15倍希釈し、PTFE 製メンブレンフィルター（0.2 μm ）でろ過したものを試験溶液とした。

2.7 測定条件

ICP-MS の測定条件を表1に示す。測定対象元素をSn（118）、内部標準元素をIn（115）とした。

表1 ICP-MS 測定条件

スプレーチャンバー	サイクロン型
ネブライザーガス（Ar）流量	1.07 L/min
補助ガス（Ar）流量	0.8 L/min
CCT1 ガス（He）流量	4.59 mL/min
高周波出力	1550 W
測定モード	He-KED

2.8 定量

標準溶液の各濃度における測定対象元素及び内部標準元素のイオン強度比から検量線を作成し、試験溶液中のSnの濃度を求めた。

2.9 妥当性確認の方法

ガイドライン⁴⁾に従い、試料にSnを150.0 mg/Lとなるよう添加し、表2のとおり、1日3名の分析者が2日間にわたり分析する方法で妥当性確認を行った。

表2 分析計画

実施日	1日目	1日目	1日目	2日目	2日目	2日目
分析者	A	B	C	D	E	F

3 結果及び考察

3.1 検量線

6回全ての分析で決定係数(R²) 0.999以上の良好な直線性が得られた。

3.2 選択性

試料由来のSnの濃度は15 mg/L未満であり、添加濃度の10分の1未満であるため、本妥当性確認に影響がないことを確認した。

3.3 真度及び精度

真度及び精度に係る本試験法の性能評価の結果を表3に示す。真度は103%であり、目標値である90~110%を満たしていた。また、併行精度は1.9 RSD%、室内精度は2.3 RSD%であり、いずれも目標値である10 RSD%未

満を満たしていた。

表3 真度及び精度に係る性能評価の結果

試験項目	添加濃度 (mg/L)	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
Sn	150.0	103	1.9	2.3
目標値	—	90~110	<10	<10

4 まとめ

今回、金属製容器包装入り清涼飲料水中のSnの成分規格の改正を受け、試験法の妥当性確認を行った。その結果、選択性、真度及び精度は、いずれもガイドラインの基準に適合しており、本試験法の妥当性が確認された。

文献

- 1) 厚生省告示 第370号：食品、添加物等の規格基準，昭和34年12月28日
- 2) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 食安発1222第1号：乳及び乳製品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変更について，平成26年12月22日
- 3) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 食安発1222第4号：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
- 4) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 食安発1222第7号：食品中の有害物質等に関する分析法の妥当性確認ガイドラインについて，平成26年12月22日