

＜その2＞蒸発残留物試験及び総不揮発性物質試験法の性能評価

研究代表者 六鹿 元雄
研究協力者 阿部 裕
研究協力者 片岡 洋平
研究協力者 藤原 恒司

国立医薬品食品衛生研究所
国立医薬品食品衛生研究所
国立医薬品食品衛生研究所
国立医薬品食品衛生研究所

A. 研究目的

食品衛生法の器具及び容器包装の規格基準は、A器具若しくは容器包装又はこれらの原材料の一般の規格、B器具又は容器包装一般の試験法、C試薬・試液等、D器具若しくは容器包装又はこれらの原材料の材質別規格、E器具又は容器包装の用途別規格、F器具又は容器包装の製造基準からなり、そのうちD器具若しくは容器包装又はこれらの原材料の材質別規格では、器具・容器包装の材質ごとに種々の規格が設定されている。その一つである蒸発残留物試験は、個別規格が定められた合成樹脂製の器具又は容器包装、ゴム製の器具又は容器包装、食品に直接接触する部分が合成樹脂で塗装された一部の金属缶（油脂及び脂肪性食品を除いた乾燥食品を内容物とするものを除く）に対して規定されており、器具・容器包装から食品へ移行する不揮発性物質の総量を制限するための規格である^{1,2)}。蒸発残留物試験は、ヘプタン、20%エタノール、水、4%酢酸の溶液を浸出溶液とし、器具・容器包装の製品に対して溶出操作を行うことにより試験溶液を調製する。この試験溶液はあらかじめ105°Cで乾燥させた重量既知の白金製、石英製、又は耐熱ガラス製の蒸発皿に採り水浴上で蒸発乾固する。次いで蒸発皿を105°Cで2時間乾燥させてデシケーター中で放冷したのちに秤量することにより、試験溶液中の蒸発残留物の量を求める試験である。

平成27年度の本研究において蒸発残留物試

験の試験溶液の蒸発乾固操作における公定法と公定法変法の性能を確認したところ、加熱により揮散または変化しやすい成分を多く含む試験溶液の場合は、規格試験法として十分な性能が得られない可能性が示された³⁾。さらに、平成29年度には、蒸発乾固後の乾燥操作に着目し、この操作が試験結果に与える影響について検討を行ったところ、試験に用いる容器形状や乾燥器の送風方式の違いが試験結果に影響を及ぼすことを明らかにした^{4,5)}。また、蒸発残留物試験では規格の対象となる溶出物が明確に定められていないことも、蒸発残留物の量が試験所毎に異なる結果となった原因の一つと考えられた。したがって、蒸発残留物の量を求めることの意義や目的を明確にし、その意義や目的に適した溶出物を精度よく測定できる試験法を検討する必要がある。

一方、欧州連合（EU）では日本の蒸発残留物試験に相当する試験として Overall migration test（総溶出物試験）が規定されている。この総溶出物試験では蒸発乾固後の加熱操作（105°C～110°C，30分間）を残留物量が恒量（重量差 0.5 mg）となるまで繰り返すこととされており、105°C～110°C で揮散しない溶出物を規格の対象としている。そこで、EUと同様に、蒸発残留物試験における蒸発乾固後の乾燥操作を残留物量が恒量（重量差 0.5 mg）となるまで繰り返すこととした試験法を「総不揮発性物質試験」とし、両試験法の性能を検証した。

B. 研究方法

1. 参加機関及び試験所

試験室間共同試験には民間の登録検査機関、公的な衛生研究所など 18 機関が参加した。このうち登録検査機関の 2 機関はそれぞれ異なる 2 つの試験所で試験を実施していたため、試験室間共同試験への参加数は合計で 20 試験所（試験所 A～T）とした。

2. 試験対象物質及び試料原液

1) 試験対象物質

以下の 6 種類の試薬を試験室間共同試験の試験対象物質として選定した。これらは国立医薬品食品衛生研究所で購入し、試料原液として調製したものを各試験所に配布した。

テレフタル酸ビス (2-エチルヘキシル) (DEHTP) : ACROS ORGANICS 社製

1,2-シクロヘキサジカルボン酸ジイソノニル (DINCH) : BASF 社製

シリコーンオイル : パーレルシリコーンフルード M-20、松村石油 (株) 製

安息香酸ナトリウム : 関東化学 (株) 製

リンゴ酸 : 富士フィルム和光純薬 (株) 製

マロン酸 : 関東化学 (株) 製

2) 試料原液

表 1 に示したように、国立医薬品食品衛生研究所において 6 種類の試験対象物質を溶質としてヘプタンまたは 20%エタノール溶液で希釈し、8 種類の試料原液を調製した。試料原液 5 mL を褐色のガラス瓶に入れた試料 1～8 を作製し、各試験所に溶質名及び濃度非明示で 11 月 7 日に配布した。なお、試料の均質性については、一括調製した試料原液を小分けにして配布することによって担保し、安定性については溶液中で安定な物質を選定することで担保した。

3. 試薬、器具及び装置

国立医薬品食品衛生研究所において行った試料原液の調製には以下の試薬を用いた。

水 : オルガノ (株) 製超純水装置 PURELAB flex で精製した超純水

エタノール : 99.5%、残留農薬・PCB 試験用、富士フィルム和光純薬 (株) 製

ヘプタン : 特級、富士フィルム和光純薬 (株) 製

また、各試験所において用いる試薬、器具及び装置については、各試験所が通常の試験業務で使用しているものとした。ただし、秤量装置に関しては最小表示が 0.1 mg 以下であるものを用いることとした。

4. 試験

各試験所は配布された試料について 3 ヶ月以内に試験を実施した。各試験所において試料原液 2 mL を採取し、試料原液と同じ溶媒を加えて 200 mL とし、これを試験溶液とし、調製後速やかに試験を実施した。試験溶液を蒸発乾固したのちに 10 回を上限として 105°C で 2 時間の乾燥操作を繰り返し行った。本試験において、乾燥回数が 1 回目のときの残留物量を蒸発残留物試験の結果、乾燥回数が 2～10 回目のときの残留物量を総揮発性物質試験の結果とした。試験操作の詳細は、「蒸発残留物試験法及び総揮発性物質試験法共同試験プロトコル」(別添)に従い、試料 1～8 についてそれぞれ 2 併行の試験を行い、残留物量を測定した。

5. データの解析

各試験所 (試験所 A～T) から報告された乾燥回数が 1 及び 10 回目のときの残留物量を用いて、併行精度 (RSD_r%) 及び室間再現精度 (RSD_R%) を算出した。ただし、残留物量またはその推移が現実的でない判断されたデータはあらかじめ除外した。また、残留物量が 0.5 mg 未満だった場合や、残留物量が 0.5

mg 未満となって途中で試験が終了した場合は、残留物量を 0.5 mg とし各精度の計算に用いた。

C. 研究結果及び考察

1. 試料の選定

試験に用いる容器や乾燥器は試験所間で異なるため、乾燥操作の実施回数による残留物量の変化や恒量となるタイミングが試験所によって異なることが予想される。そのため、総不揮発性物質試験法の性能評価は、残留物量の減少傾向が異なる複数の試験溶液を用いて行う必要がある。そこで、予備試験を実施し、表 1 に示す残留物量の減少傾向が異なる 6 種の物質を選定した。試験溶液の濃度については、各物質の乾燥操作の実施回数による残留物量の変化と、EU の総溶出物試験の規格値に相当する残留物量 10 mg で適否の判定を行うことを考慮して設定した。各試験溶液の併行試験 (n=5) の結果を図 1 及び表 2 に示した。

試料 1~4 は、油脂及び脂肪性食品の浸出用液であるヘプタン溶液とした。このうち、試料 1 及び 2 は、乾燥操作を繰り返すと残留物量が徐々に減少する DEHTP 及び DINCH を溶質として選定した。また、試験溶液の濃度は、最終的な残留物量が 5~12 mg 程度となるようそれぞれ 50 及び 100 µg/mL とした。試料 3 及び 4 は、乾燥操作を繰り返しても揮散しないシリコンオイルを溶質として選定した。試験溶液の濃度は、残留物量 10 mg での適否判定を勘案し、残留物量が 8 及び 12 mg 程度となるよう 40 及び 60 µg/mL とした。

試料 5~8 は、蒸発乾固の操作が比較的容易な酒類の浸出用液である 20%エタノール溶液とした。このうち、試料 5 は、乾燥操作を繰り返しても揮散しない安息香酸ナトリウムを溶質として選定した。試験溶液の濃度は、残留物量が 12 mg 程度となるよう 60 µg/mL とした。試料 6 及び 7 は、乾燥操作を繰り返すと残留物量が徐々に減少するリンゴ酸を溶質と

して選定した。試験溶液の濃度は、最終的な残留物量が 5~12 mg 程度となるようそれぞれ 50 及び 100 µg/mL とした。試料 8 は、乾燥操作を繰り返すことにより最終的には殆ど揮散するマロン酸を溶質として選定した。試験溶液の濃度は、乾燥操作を 10 回繰り返した際の残留物量を勘案し、150 µg/mL とした。

2. 試験室間共同試験の結果

国立医薬品食品衛生研究所及び各試験所 (試験所 A~T) における蒸発乾固の条件及び乾燥器の対流方式を表 3、蒸発容器の材質及びサイズを表 4、試験室間共同試験により得られた試料 1~8 の残留物量を表 5、これらの残留物量を基にして、乾燥操作 (105°C、2 時間) の回数が 1 及び 10 回のときの残留物量の併行精度 (RSD_F%) 及び室間再現精度 (RSD_R%) を表 6 に示した。

1) 各試験所における試験条件

試験溶液を蒸発乾固させる加熱装置については、ヘプタンを溶媒とする試料 1~4 の試験時では 7 試験所 (試験所 B、C、F、J、L、M 及び T)、20%エタノールを溶媒とする試料 5~8 の試験時では 6 試験所 (試験所 F、G、J、L、M 及び T) が水浴を用いており、その他の試験所はホットプレートを用いていた。また、その設定温度については、水浴では 90~100°C、ホットプレートでは 75~260°C であった。ホットプレートを使用した試験所の一部では試験溶液の残量に応じて温度を減少させたり、上昇させたりすることで蒸発乾固を行っていた。さらに、ヘプタンを溶媒とする試料 1~4 の試験時では 7 試験所 (試験所 B、C、G、L、N、Q 及び R) が減圧濃縮により試験溶液を予め濃縮してから蒸発乾固を行っていた。

試料 1~4 の試験時における容器については、10 試験所がビーカー、7 試験所が蒸発皿、2 試験所が結晶皿 (試験所 H 及び T)、1 試験所が秤量瓶 (試験所 O) を用いていた。容器の材

質については17試験所がガラス製の容器を用いており、その他の3試験所では、石英製（試験所L）、白金製（試験所M）、アルミ製（試験所O）を用いていた。また、容器の高さについては、13試験所が深さの浅い容器（容器の直径>容器の高さ）を用いており、7試験所が深さのある容器（容器の直径<容器の高さ）を用いていた。一方、試料5~8の試験時における容器については、12試験所がビーカー、5試験所が蒸発皿、2試験所が結晶皿（試験所H及びT）、1試験所が秤量瓶（試験所O）を用いていた。容器の材質については試料1~4の試験時と同様であったが、容器の高さについては11試験所が深さの浅い容器、9試験所が深さのある容器を用いていた。

また、蒸発乾固後の乾燥操作では、8試験所（試験所B、D、E、K、M、N、O及びS）が強制送風方式の乾燥器を使用し、それ以外の12試験所では自然対流方式の乾燥器を使用していた。

蒸発残留物試験の公定法では、試験溶液200~300 mL（ヘプタンを浸出溶液とした場合は試験溶液200~300 mLをナス型フラスコに移し、減圧濃縮して数 mLとした濃縮液）を蒸発皿に移して水浴上で蒸発乾固することと規定されている。各試験所で加熱装置や減圧濃縮の有無に違いが見られたが、以前の検討の結果から、蒸発乾固を水浴上で行うか、ホットプレートで行うか、さらには減圧濃縮を行うかどうかは残留物量に殆ど影響を及ぼさないことが明らかになっている^{3,4)}。その一方、容器の大きさに関しては、深さの浅い容器を用いた場合において、強制送風方式と比べて自然対流方式を用いた試験所では、残留物量が多い傾向が示されている⁵⁾。

以上のことから、試験に用いた容器の深さと乾燥操作に用いた乾燥器の送風方式が、蒸発残留物試験及び総不揮発性物質試験の結果に対して影響を与える要因として考えられた。

したがって、これらの条件を考慮して結果の解析を行った。

2) 試料1及び2の結果

①蒸発残留物試験

試験室間共同試験により得られた試料1及び2の残留物量を表5-1及び表5-2に示した。試料1及び2の乾燥回数が1回目の結果について、10 mgを規格値として適否判定（適：10.4 mg以下、不適：10.5 mg以上）を行うと、試料1はすべての結果が適、試料2はすべての結果が不適となり一致していた。試料1及び2のRSD_rは4.7及び3.0%、RSD_Rは7.6及び7.7%であり、食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドライン^{6,7)}において目標値とされているRSD_r：10%以下、RSD_R：25%以下と比較すると、規格試験法として十分な性能を有すると判断された。

②総不揮発性物質試験

予備試験では試料1より試料2の方が揮散しやすい傾向にあったが、試験室間共同試験により得られた結果では残留物の減少傾向に差は見られなかった。表5-1及び表5-2に示すように、半数以上の試験所では予備試験と同様に乾燥回数が2または3回目で恒量となったが、その後も徐々に残留物量が減少し続けたため1回目と10回目の平均値に差が見られ、10回目の残留物量を用いて10 mgを規格値として適否判定を行うと、試料2については2試験所では両方が適、3試験所では一方の結果のみ適となり、適否判定の結果が一致しなくなった。また、試験所によって残留物量の減少傾向が異なっていたことから、試料1及び2の10回目のRSD_rは11.8及び14.3%、RSD_Rは35.3及び31.9%と1回目よりも大きくなり、乾燥操作の回数の増加に伴って試験所間でのばらつきが大きくなった。そのため、規格試験法として適切な性能が得られない可能性がある。

③容器の深さと乾燥器の送風方式の影響

乾燥回数が10回目の結果について、図2に示すように容器の深さと乾燥器の送風方式の組合せにより分けて比較したところ、深さがある容器と自然対流方式の乾燥器を組合せた試験所（試験所A、I及びR）では残留物量が多く、試験所間のばらつきが小さい傾向が見られ、深さが浅い容器と強制送風方式の乾燥器を組合せた試験所（試験所B、E、M及びO）では、残留物量が少なく、試験所間のばらつきが大きい傾向が見られた。

3) 試料3、4及び5の結果

①蒸発残留物試験

試験室間共同試験により得られた試料3～5の残留物量を表5-3～表5-5に示した。

乾燥回数が1回目の結果について、10mgを規格値として適否判定（適：10.4mg以下、不適：10.5mg以上）を行うと、試料3ではすべての試験所の結果が適、試料4では1試験所の一方の結果のみが適、他の19試験所は不適となり、試料5では1試験所の両方の結果のみが適、他の19試験所は不適となり、大部分の試験所で判定結果が一致していた。試料3～5の乾燥回数が1回目のRSD_Fは4.2、3.4及び2.1%、RSD_Rは6.7、4.5及び4.0%であり、試験所間の差は見られず、食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドライン^{6,7)}において目標値とされているRSD_F：10%以下、RSD_R：25%以下と比較すると、規格試験法として十分な性能を有すると判断された。

②総不揮発性物質試験

表5-3～表5-5に示したように、試料3～5は105°Cで加熱しても揮散しにくい物質であるため、多くの試験所では2または3回目で恒量となった。乾燥操作を繰り返しても残留物量に大きな変化は見られなかったが、乾燥回数が10回目の結果について10mgを規格値として適否判定を行うと、試料4及び5では適

の結果が増加しており、判定結果の一致率が低下した。今回の試験溶液濃度の設定が規格値を2mg上回る程度の濃度だったこともあり適否判定の一致率は低下したものの、残留物の平均値はいずれの試料においても乾燥回数が1回目と10回目の場合でほぼ同じであり、精度の値に関しても試料3～5の10回目のRSD_Fは4.9、5.6及び4.0%、RSD_Rが10.2、9.0及び5.9%と良好であった。以上のことを総合的に判断すると、試料3～5のような揮散しにくい物質が主な溶出物である場合は、容器の形状、試験条件、乾燥回数等に関わらず、乾燥操作を繰り返すこととした本試験法は規格試験法として十分な性能を有することが示された。

4) 試料6及び7の結果

①蒸発残留物試験

試験室間共同試験により得られた試料6及び7の残留物量を表5-6及び表5-7に示した。

試料6及び7の乾燥回数が1回目の結果について、10mgを規格値として適否判定（適：10.4mg以下、不適：10.5mg以上）を行うと、試料6はすべての結果が適となり一致していたが、試料7について3試験所で2試行の判定結果が一致しなかった。試料6では、1回目のRSD_Fは6.3%、RSD_Rは19.7%であり、蒸発残留物試験は規格試験法として十分な性能を有することが示された。一方、試料7では、1回目のRSD_Fは18.4%、RSD_Rは18.4%であり、規格試験法として適切な性能が得られない可能性があった。

②総不揮発性物質試験

表5-6及び表5-7に示したように、半数程度の試験所では予備試験と同様に乾燥回数が2または3回目で恒量となったが、試料1及び2と同様に、残留物量は恒量となった後も徐々に減少し続けた。さらに、10回目の残留物量を用いて10mgを規格値として適否判定を行うと、試料7では2試行の判定結果が一致し

なかった試験所が 5 試験所に増加した。また、1 回目と 10 回目の平均値に差がみられ、試料 6 及び 7 の 10 回目の RSD_r は 11.5 及び 23.1%、 RSD_R は 30.6 及び 26.3% であり 1 回目よりも大きくなった。以上のことから、規格試験法として適切な性能が得られない可能性があった。

③容器の深さと乾燥器の送風方式の影響

乾燥回数が 10 回目の結果について、図 3 に示すように容器の深さと乾燥器の送風方式の組合せにより分けて比較したところ、試料 6 では深さがある容器と自然対流方式の乾燥器を組合せた試験所（試験所 A、C、I 及び R）では試験所間のばらつきが小さく、試料 7 では深さが浅い容器と強制送風方式の乾燥器を組合せた試験所（試験所 E、M 及び O）では、残留物量が少なく、試験所間のばらつきが小さい傾向が見られた。

5) 試料 8 の結果

①蒸発残留物試験

試験室間共同試験により得られた試料 8 の残留物量を表 5-8 に示した。

試料 8 は、乾燥回数が 1 回目の結果について、10 mg を規格値として適否判定（適：10.4 mg 以下、不適：10.5 mg 以上）を行うと、2 試験所では両方が適、2 試験所では一方の結果のみ適となり、判定結果が一致しなかった。試験所によって残留物量及び恒量となるタイミングが異なっており、1 回目の RSD_r は 15.6%、 RSD_R は 38.1% であり、試験所間でのばらつきが大きかった。

②総不揮発性物質試験

表 5-8 に示したように、乾燥操作を繰り返すといずれの試験所においても残留物量が減少する傾向にあった。乾燥回数が 10 回目では大部分の試験所で 10 mg 以下となったが、残留物量の減少量は試験所によって様々であり、10 回目の残留物量により 10 mg を規格値として適否判定を行っても、4 試験所では両方の

結果が不適、2 試験所では一方の結果のみ不適となり、判定結果が一致しなかった。

③容器の深さと乾燥器の送風方式の影響

乾燥回数が 1 回目及び 10 回目の結果について、図 4 に示すように容器の深さと乾燥器の送風方式の組合せにより分けて比較したが、残留物量とこれら条件との明らかな相関は見いだせず、残留物の減少量に関連する要因は見いだせなかった。以上のことから、試料 8 のように揮散しやすい物質を溶質とする試験溶液では、蒸発残留物試験、総不揮発性物質試験ともに規格試験法として十分な性能を得ることが困難と考えられた。

3. 考察

1) 蒸発残留物試験

乾燥回数が 1 回目の残留物量については、過去の共同試験の結果と同様に、揮散しにくい物質を成分とする試験溶液（試料 3~5）では、試験所間での結果に差がほとんどなく、規格試験法として十分な性能を有することが示されたが、乾燥操作により一部が揮散する物質を成分とする試験溶液（試料 1、2、6 及び 7）では、残留物量に差が生じてしまい十分な性能が得られない可能性があった。特に試料 8 のような、乾燥操作を繰り返すと大部分が揮散するような物質を成分とする試験溶液の場合は、各試験所内の併行試験においても残留物量に大きな差が生じる場合があった。

2) 総不揮発性物質試験

残留物量が恒量（重量差 0.5 mg）となるまで乾燥操作を繰り返す総不揮発性物質試験については、乾燥操作を 10 回繰り返しても恒量とならない場合があり、乾燥操作により一部が揮散する物質を成分とする試験溶液（試料 1、2、6 及び 7）では、試験所間での残留物量の差が蒸発残留物試験よりも大きくなった。

今回、総不揮発性物質試験の共同試験を実施したが、105°C の乾燥操作により一部が揮

散する物質の残留物量は、その減少傾向が試験所によって様々であり、105°C、2時間の乾燥操作を繰り返すだけでは恒量とならない結果が存在した。そのため、このような物質に対して恒量を求めることは困難であると考えられた。また、本試験法は試験に要する時間が長く、試験所の負担も増大することから、今回考案した試験方法のままでは規格試験法として総不揮発性物質試験を導入することは困難と考えられた。

過去に行われた蒸発残留物試験の検討では、現行の公定法で記載されている蒸発皿よりも、深さがあるビーカーを容器として使用すると精度が改善されたほか、送風方式別に比較すると、自然対流方式が残存率、標準偏差ともに良好であり、強制送風方式を使用する場合は、容器をビーカーに変更することで、残存率が高くなり精度も改善することが明らかになっている。さらに、乾燥操作の際に容器に蓋をしたところ、風の影響が抑えられ、残存率が大幅に高くなり、精度も改善することが明らかとなっている。そのため、蒸発残留物試験及び総不揮発性物質試験の試験精度を向上させるためには、容器の形状の影響や、乾燥時の蓋の有無について具体的な検討を行う必要があると考えられた。また、乾燥器の性能や送風方式などは試験所間での統一が困難であるため、試験所間で乾燥操作の条件が一定となるよう、指標となる物質を用いて乾燥時の温度や時間を制御する方法について検討することも有用と考えられる。

D. 結論

器具・容器包装における蒸発残留物試験の精度の改善を目的として、EUにおける総溶出物試験を参考に「総不揮発性物質試験」を考案し、試験室間共同試験によりその性能を検証した。

各試験所において、試験に用いた容器の深さと乾燥操作に用いた乾燥器の送風方式は異なっており、これらの条件が蒸発残留物試験及び総不揮発性物質試験の結果に対して影響を与えると考えられた。各試験所から得られた結果を解析したところ、揮散しにくい物質を成分とする試験溶液では、蒸発残留物試験、総不揮発性物質試験のいずれにおいても試験所間での結果に差がほとんどなく、規格試験法として十分な性能を有することが示された。しかし、乾燥操作により一部が揮散する物質を成分とする試験溶液では、残留物量に差が生じてしまい十分な性能が得られない可能性があり、総不揮発性物質試験では、試験所間での残留物量の差が蒸発残留物試験よりも大きくなった。また、このような試験溶液では試験に要する時間も長くなり、試験所の負担も増大する。以上のことから、総不揮発性物質試験を規格試験法として導入することは困難と考えられた。

蒸発残留物試験の精度を向上させるために、今後は、容器の形状の影響や、乾燥時の蓋の有無について具体的な検討を行うとともに、指標となる物質を用いて乾燥時の温度や時間を制御する方法について検討する必要があると考えられた。

E. 参考文献

- 1) 厚生労働省告示第 201 号、食品、添加物等の規格基準（昭和 34 年厚生省告示第 370 号）の一部改正（平成 18 年 3 月 31 日）
- 2) 河村葉子、器具・容器包装の規格基準とその試験法（ISBN4-8058-2663-0）、中央法規、p 34–36（2006）
- 3) 平成 27 年度厚生労働科学研究費補助金食品の安全確保推進研究事業 食品用器具・容器包装等に含有される化学物質の分析に関する研究 総括・分担研究報告書、p 15–55（2016）
- 4) 平成 29 年度厚生労働科学研究費補助金食品の安全確保推進研究事業 食品用器具・容器包装等に使用される化学物質に関する研究 総括・分担研究報告書、p 66–77（2018）
- 5) 平成 30 年度厚生労働科学研究費補助金食品の安全確保推進研究事業 食品用器具・容器包装等に使用される化学物質に関する研究 総括・分担研究報告書、p 13–21（2019）
- 6) 厚生労働省医薬食品安全部長通知食安発第 11150001 号、食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインについて（平成 19 年 11 月 15 日）
- 7) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知食安発 1224 第 1 号、食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について（平成 22 年 12 月 24 日）

表 1 本研究で使用了した試料と調製濃度

試料	溶質	溶媒	試料原液濃度 ($\mu\text{g/mL}$)	試験溶液濃度 ($\mu\text{g/mL}$)
1	DEHTP	ヘプタン	5,000	50
2	DINCH	ヘプタン	10,000	100
3	シリコーンオイル	ヘプタン	4,000	40
4	シリコーンオイル	ヘプタン	6,000	60
5	安息香酸ナトリウム	20%エタノール	6,000	60
6	リンゴ酸	20%エタノール	5,000	50
7	リンゴ酸	20%エタノール	10,000	100
8	マロン酸	20%エタノール	15,000	150

表2 国立医薬品食品衛生研究所における予備試験の結果

試料	105°Cで2時間乾燥した回数(1~10)と残留物の量(mg)										併行精度(%)	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1回目	10回目
1	9.4	9.2	8.4	7.7	7.5	7.4	7.2	6.6	7.0	6.1	3.5	16.6
	9.4	9.3	8.1	8.3	7.7	7.2	7.6	7.0	7.0	6.2		
	8.9	9.2	8.1	7.4	7.3	6.4	6.5	6.1	5.8	5.2		
	9.6	9.6	8.8	8.7	8.3	8.2	8.2	7.9	8.1	7.8		
	9.8	8.9	8.3	7.6	7.7	7.3	7.2	6.2	6.2	5.5		
2	16.2	15.4	13.6	12.6	12.1	11.4	10.7	9.0	8.3	8.2	4.4	10.6
	18.0	17.3	15.9	15.5	14.7	13.4	13.1	12.3	11.7	10.8		
	17.5	15.9	15.1	13.6	13.1	12.1	12.2	11.6	11.2	10.8		
	18.1	15.7	14.0	12.8	12.6	11.7	11.8	10.8	10.5	10.1		
	18.0	16.8	15.8	14.4	13.6	12.2	11.7	11.2	10.5	10.3		
3	7.8	7.8	7.5	7.1	7.4	7.4	7.4	7.3	7.6	7.3	2.1	3.2
	8.1	8.1	7.4	7.8	7.9	7.3	7.9	7.8	7.9	7.9		
	7.9	7.7	7.8	7.6	7.7	7.5	7.7	7.7	7.7	7.8		
	7.7	8.2	7.6	7.4	7.5	7.9	7.9	8.0	7.8	7.9		
	7.9	8.4	7.6	7.8	7.7	7.7	7.7	8.0	8.1	7.7		
4	11.6	11.4	11.1	10.9	10.7	10.9	11.0	10.4	11.0	10.9	0.7	1.7
	11.4	12.1	11.5	11.6	11.3	11.2	11.6	11.5	11.3	11.1		
	11.5	11.5	11.5	11.2	10.9	11.4	11.5	11.0	11.4	11.1		
	11.4	11.9	11.3	11.0	11.5	11.1	11.6	10.9	11.3	11.2		
	11.5	11.9	11.1	10.7	11.2	10.4	11.2	11.1	10.9	10.7		
5	11.3	10.9	11.4	10.9	11.0	11.2	10.7	11.2	10.9	10.4	1.2	3.3
	11.1	11.0	10.9	10.3	10.9	11.3	11.2	10.2	10.1	10.2		
	11.4	11.3	11.7	11.3	11.9	11.7	12.1	11.2	11.0	11.1		
	11.4	11.3	11.5	10.7	10.8	11.5	11.3	10.9	10.8	10.5		
	11.4	11.1	11.3	11.2	11.9	11.8	11.4	11.4	11.0	10.3		
6	8.2	7.1	6.9	5.4	6.0	5.7	5.7	5.0	4.9	4.1	2.5	17.0
	8.5	8.4	8.3	7.4	8.0	7.3	7.0	6.4	6.4	5.7		
	8.3	8.3	8.4	7.1	7.1	6.2	6.5	5.9	5.7	5.2		
	7.9	7.2	7.2	5.9	6.3	5.8	5.4	4.9	5.0	4.7		
	8.3	8.0	7.9	6.8	7.7	7.5	7.2	7.0	7.0	6.4		
7	18.0	17.8	18.0	17.0	17.2	16.7	16.8	15.3	15.3	13.9	2.1	5.9
	17.4	17.2	16.4	15.1	15.6	16.1	15.3	15.5	15.6	14.5		
	17.5	16.9	16.7	15.3	15.4	15.5	15.3	14.2	13.8	13.4		
	17.7	17.3	16.7	15.4	15.8	14.9	14.8	14.2	13.9	12.5		
	18.3	17.6	16.9	16.7	16.6	16.5	16.8	15.9	15.7	14.3		
8	17.6	13.5	9.9	4.9	2.7	1.2	0.7	0.2	0.6	<0.5	10.4	144.9
	21.6	19.3	18.2	15.6	13.1	10.3	9.1	7.8	6.5	5.1		
	17.4	13.7	10.8	6.1	5.1	3.9	3.3	2.0	1.3	<0.5		
	19.4	14.6	11.2	7.7	6.0	4.6	3.7	1.4	1.2	<0.5		
	16.8	12.3	8.1	4.2	3.0	1.1	0.9	0.6	0.3	<0.5		

□: 残留物量の差が0.5 mg未満となった時点、<0.5: 残留物量0.5 mg未満

表3 各試験所の試験条件

試験機関	試料1~4					試料5~8			
	蒸発容器	加熱装置	設定温度 (°C)	乾燥器の対流	減圧濃縮	蒸発容器	加熱装置	設定温度 (°C)	乾燥器の対流
A	ビーカー	HP	100-140	自然対流	×	ビーカー	HP	100-250	自然対流
B	蒸発皿	水浴	100	強制送風	○	ビーカー	HP	260→100	強制送風
C	蒸発皿	水浴	100	自然対流	○	ビーカー	HP	100	自然対流
D	ビーカー	HP	110-120	強制送風	×	ビーカー	HP	150	強制送風
E	ビーカー	HP	105	強制送風	×	ビーカー	HP	105	強制送風
F	ビーカー	水浴	100	自然対流	×	ビーカー	水浴	100	自然対流
G	蒸発皿	HP	95	自然対流	○	蒸発皿	水浴	90-100	自然対流
H	結晶皿	HP	100	自然対流	×	結晶皿	HP	110	自然対流
I	ビーカー	HP	120	自然対流	×	ビーカー	HP	120	自然対流
J	蒸発皿	水浴	100	自然対流	×	蒸発皿	水浴	100	自然対流
K	ビーカー	HP	80→150	強制送風	×	ビーカー	HP	80→250	強制送風
L	蒸発皿	水浴	100	自然対流	○	蒸発皿	水浴	100	自然対流
M	蒸発皿	水浴	105	強制送風	×	蒸発皿	水浴	105	強制送風
N	ビーカー	HP	105	強制送風	○	ビーカー	HP	105	強制送風
O	秤量瓶	HP	100	強制送風	×	秤量瓶	HP	150→100	強制送風
P	ビーカー	HP	120	自然対流	×	ビーカー	HP	120	自然対流
Q	蒸発皿	HP	75-95	自然対流	○	蒸発皿	HP	75-95	自然対流
R	ビーカー	HP	120	自然対流	○	ビーカー	HP	120	自然対流
S	ビーカー	HP	120	強制送風	×	ビーカー	HP	120	強制送風
T	結晶皿	水浴	100	自然対流	×	結晶皿	水浴	100	自然対流
国衛研	蒸発皿	HP	105	強制送風	×	蒸発皿	HP	105	強制送風

HP: ホットプレート、○: 有、×: 無

表4 各試験所が使用した蒸発容器

試験機関	試料1~4					試料5~8				
	蒸発容器	材質	直径 (cm)	高さ (cm)	容量 (mL)	蒸発容器	材質	直径 (cm)	高さ (cm)	容量 (mL)
A	ビーカー ^{*1}	ガラス	6.0	8.5	200	ビーカー ^{*1}	ガラス	6.0	8.5	200
B	蒸発皿 ^{*2}	ガラス	6.5	3.6	70	ビーカー ^{*1}	ガラス	4.6	6.1	50
C	蒸発皿 ^{*2}	ガラス	6.5	3.6	70	ビーカー ^{*1}	ガラス	4.5	6.0	50
D	ビーカー ^{*1}	ガラス	5.6	6.0	100	ビーカー ^{*1}	ガラス	5.6	6.0	100
E	ビーカー ^{*2}	ガラス	9.0	4.5	240	ビーカー ^{*2}	ガラス	9.0	4.5	240
F	ビーカー ^{*2}	ガラス	10.0	5.0	200	ビーカー ^{*2}	ガラス	10.0	5.0	200
G	蒸発皿 ^{*2}	ガラス	12.0	6.0	320	蒸発皿 ^{*2}	ガラス	12.0	6.0	320
H	結晶皿 ^{*2}	ガラス	7.5	3.7	120	結晶皿 ^{*2}	ガラス	7.5	3.7	120
I	ビーカー ^{*1}	ガラス	6.0	11.0	200	ビーカー ^{*1}	ガラス	6.0	11.0	200
J	蒸発皿 ^{*2}	ガラス	6.0	3.0	30	蒸発皿 ^{*2}	ガラス	6.0	3.0	30
K	ビーカー ^{*1}	ガラス	5.0	7.2	100	ビーカー ^{*1}	ガラス	5.0	7.2	100
L	蒸発皿 ^{*2}	石英	6.5	3.5	50	蒸発皿 ^{*2}	石英	6.5	3.5	50
M	蒸発皿 ^{*2}	白金	7.0	3.0	120	蒸発皿 ^{*2}	白金	7.0	3.0	120
N	ビーカー ^{*1}	ガラス	7.7	11.0	300	ビーカー ^{*1}	ガラス	7.7	11.0	300
O	秤量瓶 ^{*2}	アルミ	5.5	2.5	50	秤量瓶 ^{*2}	アルミ	5.5	2.5	50
P	ビーカー ^{*2}	ガラス	8.5	4.5	200	ビーカー ^{*2}	ガラス	8.5	4.5	200
Q	蒸発皿 ^{*2}	ガラス	7.0	4.0	80	蒸発皿 ^{*2}	ガラス	7.0	4.0	80
R	ビーカー ^{*1}	ガラス	5.0	9.0	100	ビーカー ^{*1}	ガラス	6.5	13.5	300
S	ビーカー ^{*1}	ガラス	4.6	6.0	50	ビーカー ^{*1}	ガラス	4.6	6.0	50
T	結晶皿 ^{*2}	ガラス	9.0	5.0	270	結晶皿 ^{*2}	ガラス	9.0	5.0	270
国衛研	蒸発皿	ガラス	7.0	3.0	100	蒸発皿	ガラス	7.0	3.0	100

*¹蒸発容器が深いと判定（蒸発容器の直径<蒸発容器の高さ）

*²蒸発容器が浅いと判定（蒸発容器の直径>蒸発容器の高さ）

表 5-1 試験室間共同試験における試料 1 の残留物量一覧

試料1 (DEHTP, 10 mg/200 mL)										
試験 機関	105°Cで2時間乾燥した回数 (1~10) と残留物の量 (mg)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A	3.8	6.0	12.2	9.5	17.8	13.8	15.4	16.2	11.0	14.3
	3.4	6.1	7.4	10.0	13.2	11.4	11.1	11.9	9.9	7.9
B	9.5	9.4	9.3	9.1	8.8	8.9	8.8	8.6	8.5	8.5
	9.5	9.3	9.3	9.1	8.7	8.8	8.6	8.7	8.6	8.4
C	9.0	8.4	8.4	7.6	7.2	7.1	6.9	6.6	6.3	6.1
	8.7	8.5	8.3	7.6	7.4	7.1	6.7	6.4	6.5	6.1
D	9.2	8.2	7.9	7.7	7.2	7.1	6.4	6.0	5.7	5.3
	10.2	9.1	9.4	9.2	8.7	8.8	8.6	8.1	8.3	7.7
E	8.0	6.8	5.8	5.1	4.4	3.8	3.4	3.1	2.6	2.8
	8.6	7.4	6.6	5.8	5.1	4.6	4.1	3.8	3.2	3.0
F	10.0	9.3	8.7	7.7	8.0	7.8	7.9	7.7	7.3	7.0
	10.2	9.8	9.7	9.6	9.4	8.9	8.4	8.5	8.2	8.6
G	8.5	8.3	8.3	7.7	8.0	7.5	7.5	7.3	7.2	7.1
	9.5	9.3	8.5	8.1	8.0	7.5	6.8	6.3	5.9	5.7
H	9.2	8.4	8.0	7.4	7.1	6.9	6.5	6.3	5.9	5.7
	9.7	9.1	8.6	8.2	7.7	7.4	7.0	6.8	6.4	6.2
I	10.2	10.3	10.5	9.4	10.2	9.9	9.5	9.6	9.5	9.6
	9.4	9.4	10.8	9.3	9.2	8.9	8.9	9.2	9.2	9.1
J	9.1	8.7	8.4	8.1	7.7	7.3	7.2	6.9	6.7	6.5
	8.9	8.3	8.0	7.7	7.3	7.0	6.9	6.6	6.5	6.4
K	9.2	8.6	8.8	8.6	7.7	7.6	7.6	7.2	6.7	6.8
	9.8	8.4	9.0	9.2	8.4	8.2	8.3	7.9	7.6	7.4
L	10.1	9.8	9.7	9.5	9.4	8.8	8.8	8.6	8.3	8.3
	9.2	9.0	9.0	8.7	8.4	8.3	8.3	7.7	7.6	7.5
M	9.4	8.7	8.4	7.5	6.9	6.3	5.8	5.5	5.3	4.9
	9.2	8.7	8.0	7.2	6.8	6.1	5.6	5.2	4.9	4.5
N	9.6	9.1	8.7	9.0	8.2	8.6	8.4	8.2	6.9	7.3
	8.5	8.9	8.5	7.8	6.3	7.3	6.1	6.0	4.8	5.2
O	7.7	6.6	5.7	5.7	5.3	5.0	4.7	4.6	3.9	3.7
	8.2	7.1	6.7	6.0	5.3	4.8	4.5	4.2	3.7	3.0
P	8.0	5.1	3.5	2.5	1.7	1.3	0.9	0.8	0.6	0.5
	8.2	6.1	4.8	4.5	3.9	3.5	3.2	3.0	2.7	2.5
Q	10.0	9.9	9.7	9.5	9.5	9.5	9.4	9.2	9.3	9.0
	10.2	10.0	9.9	9.7	9.6	9.4	9.5	9.3	9.2	8.9
R	9.7	9.2	9.3	9.1	9.2	9.1	9.0	9.6	9.3	9.5
	10.2	9.8	9.9	9.8	9.9	9.5	9.7	9.6	9.5	9.2
S	9.0	8.5	8.0	7.6	7.5	7.3	7.4	6.7	6.5	6.3
	9.7	9.1	8.2	7.8	7.9	7.6	7.5	6.6	6.4	6.3
T	9.2	8.5	8.3	8.3	7.5	6.9	6.1	6.0	5.5	4.6
	8.6	8.4	7.6	7.6	6.9	6.2	5.7	5.6	5.2	4.8

□: 残留物量の差が0.5 mg未満となった時点

表 5-2 試験室間共同試験における試料 2 の残留物量一覧

試料2 (DINCH, 20 mg/200 mL)										
試験 機関	105°Cで2時間乾燥した回数 (1~10) と残留物の量 (mg)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A	16.5	16.6	14.0	19.9	21.1	19.2	19.0	19.1	17.8	17.3
	18.1	15.5	20.9	18.8	21.7	21.4	22.6	24.5	17.5	16.6
B	17.9	17.6	17.3	16.7	16.2	16.3	16.3	16.1	15.9	15.8
	16.6	16.2	15.9	15.6	15.0	15.1	14.8	14.7	14.5	14.3
C	18.4	17.5	16.6	15.9	15.2	14.9	14.7	14.0	13.7	13.3
	18.7	17.7	17.9	16.6	16.2	15.9	15.6	15.1	14.6	14.4
D	18.6	17.4	17.6	16.9	16.5	16.2	15.7	15.2	15.1	14.4
	18.6	17.7	17.6	17.1	16.3	15.1	14.6	13.1	13.1	12.1
E	17.4	14.0	11.9	10.0	7.8	6.4	5.5	4.7	3.1	2.7
	17.7	16.1	14.2	12.6	11.3	10.2	9.1	8.5	7.7	7.0
F	20.0	19.8	18.9	18.5	18.5	18.2	17.3	17.0	16.9	16.7
	19.5	20.0	19.5	18.8	18.1	18.4	18.0	17.6	17.0	16.8
G	18.5	18.5	15.8	14.8	14.0	12.7	10.7	9.9	9.6	8.7
	19.8	20.0	19.7	18.9	19.5	18.6	18.3	18.4	18.1	17.9
H	19.4	18.7	18.2	17.9	17.2	16.9	16.3	16.1	15.8	15.3
	19.6	19.1	18.8	18.4	18.1	17.6	17.3	17.0	16.6	16.2
I	20.3	19.9	21.0	19.5	19.3	19.0	18.8	19.3	19.3	19.9
	19.9	20.2	20.7	19.1	19.3	18.7	18.4	18.6	17.7	18.7
J	16.9	16.2	15.6	15.0	14.5	13.8	13.3	12.8	12.7	12.3
	15.3	14.7	14.4	14.2	13.5	13.2	12.9	12.5	12.4	12.2
K	19.1	17.9	18.6	18.9	17.8	17.5	17.4	17.0	16.6	16.5
	19.6	18.6	19.1	19.1	18.0	17.9	17.2	17.1	16.2	16.6
L	19.1	19.0	18.8	18.5	18.3	17.8	17.9	17.3	17.2	17.1
	19.1	18.2	18.2	17.8	17.2	17.4	17.4	17.1	17.2	17.2
M	18.4	17.1	16.3	15.4	14.6	13.8	13.0	12.3	11.9	11.0
	18.4	17.2	16.4	15.6	14.5	13.9	13.1	12.5	11.8	11.1
N	16.4	16.7	16.5	15.4	13.9	13.9	12.2	11.7	11.6	11.6
	14.4	15.8	14.0	12.7	11.2	11.3	10.7	9.9	9.6	8.7
O	17.0	15.7	14.7	13.9	13.4	12.7	12.3	11.8	11.1	10.6
	16.2	14.3	12.9	11.7	10.9	10.0	9.4	8.7	8.0	7.1
P	18.1	15.8	13.1	11.1	9.4	8.1	6.9	6.0	5.3	4.4
	18.2	15.4	13.6	12.0	10.8	9.8	9.3	8.4	7.9	7.2
Q	20.1	19.8	19.5	19.5	19.2	19.2	19.1	19.0	18.9	18.6
	19.8	19.7	19.5	19.4	19.4	19.1	19.2	19.0	18.9	18.7
R	19.4	19.4	19.3	19.1	19.1	18.7	18.8	18.8	18.7	18.8
	19.2	19.1	19.5	19.5	19.2	19.1	18.6	18.9	18.9	19.0
S	18.4	17.5	16.3	15.8	15.9	15.2	15.0	14.4	14.2	14.2
	18.7	18.2	17.8	17.5	17.0	16.4	15.8	15.7	15.5	15.3
T	20.0	19.3	18.3	18.0	17.1	15.8	15.8	14.7	13.4	12.6
	20.2	18.6	18.2	17.4	16.4	16.5	15.2	14.6	13.9	13.1

□: 残留物量の差が0.5 mg未満となった時点

表 5-3 試験室間共同試験における試料3の残留物量一覧

試料3 (シリコンオイル, 8 mg/200 mL)										
試験 機関	105°Cで2時間乾燥した回数 (1~10) と残留物の量 (mg)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A	7.4	4.5	3.1	9.1	11.6	8.6	7.8	9.5	7.9	7.6
	7.4	7.1	6.1	8.9	10.3	10.1	9.2	12.2	9.5	9.7
B	7.9	7.9	7.8	7.7	7.3	7.6	7.4	7.5	7.5	7.4
	8.0	8.0	7.9	7.9	7.6	7.6	7.6	7.8	7.5	7.5
C	7.7	7.5	7.5	7.6	7.4	7.1	7.2	7.1	7.2	7.0
	7.7	7.2	7.4	7.2	7.1	7.2	7.2	7.3	7.1	6.9
D	8.3	7.8	7.8	7.9	7.8	7.7	7.6	7.4	7.8	7.2
	8.5	7.9	8.1	8.0	7.9	7.7	7.6	7.3	7.5	7.0
E	7.9	7.7	7.6	7.5	7.7	7.3	7.2	7.2	7.0	7.1
	8.2	7.8	7.9	7.7	7.5	7.5	7.4	7.5	7.4	7.3
F	7.8	8.2	7.9	7.6	7.9	7.9	8.1	7.8	8.1	7.7
	8.0	8.4	8.1	8.4	7.8	8.1	8.2	8.0	8.2	8.3
G	8.2	8.7	8.9	8.6	9.1	9.1	8.8	8.9	9.1	9.1
	8.2	8.3	8.1	8.1	8.7	8.3	8.3	8.4	8.5	8.4
H	8.0	7.8	7.8	7.8	7.7	7.8	7.7	7.6	7.6	7.5
	8.2	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	7.9	7.9	7.8	7.8
I	8.7	9.0	10.2	8.7	8.8	8.5	8.9	8.6	8.2	7.9
	7.7	7.8	8.4	8.0	7.6	7.5	7.8	7.7	7.6	7.3
J	7.2	7.1	7.1	7.2	7.1	7.0	6.9	6.8	6.9	6.8
	7.1	7.2	7.1	7.1	7.0	7.0	7.0	7.0	6.9	6.9
K	8.5	6.9	7.2	7.4	7.3	7.4	7.4	7.1	7.1	7.0
	8.0	13.1	8.0	7.8	7.9	8.2	7.9	7.9	7.7	7.7
L	7.7	7.0	7.2	7.2	7.2	7.2	7.0	7.0	7.0	6.9
	7.7	7.2	7.3	7.2	7.2	7.2	7.1	6.8	6.8	6.8
M	7.9	7.8	7.9	7.8	7.6	7.8	7.7	7.5	7.4	7.4
	7.8	7.6	7.8	7.8	7.6	7.7	7.6	7.5	7.4	7.3
N	8.8	10.2	9.7	10.7	9.7	8.8	8.9	8.0	7.6	7.8
	8.0	9.4	9.0	10.2	9.1	8.5	8.4	7.6	7.4	7.4
O	7.0	6.8	6.7	6.5	6.3	6.1	6.1	6.0	6.0	5.9
	7.3	7.1	7.1	7.1	7.0	6.9	6.8	6.9	6.9	6.9
P	7.4	6.9	6.9	6.6	6.5	6.3	6.4	6.2	6.4	6.0
	8.0	7.4	7.3	6.9	6.8	6.9	6.8	6.7	6.8	6.6
Q	8.1	8.0	8.1	8.0	8.1	8.0	8.1	8.0	8.0	7.9
	7.8	7.7	7.8	7.8	7.8	7.7	8.0	7.8	7.8	7.5
R	7.5	7.2	7.3	7.5	7.6	7.2	7.2	7.1	7.6	7.3
	7.6	7.4	7.4	7.6	7.9	7.5	7.5	7.6	7.8	7.7
S	8.3	7.9	7.7	7.8	7.9	7.7	7.8	7.9	7.8	8.0
	8.3	8.0	7.8	8.3	8.1	7.7	7.7	8.0	7.8	8.0
T	7.2	6.6	6.6	6.3	5.9	6.0	6.1	6.1	6.1	6.1
	6.0	5.3	5.3	5.3	5.1	5.1	5.0	5.0	5.1	5.1

□: 残留物量の差が0.5 mg未満となった時点

表 5-4 試験室間共同試験における試料 4 の残留物量一覧

試料4 (シリコンオイル, 12 mg/200 mL)										
試験 機関	105°Cで2時間乾燥した回数 (1~10) と残留物の量 (mg)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A	17.4	11.4	6.7	14.2	14.4	11.9	10.9	12.4	12.7	11.9
	11.2	11.0	9.2	13.8	13.0	12.7	13.7	12.1	12.1	11.9
B	11.8	11.8	11.8	11.6	11.4	11.5	11.4	11.4	11.3	11.3
	12.2	12.2	11.9	11.9	11.6	11.6	11.7	11.7	11.4	11.4
C	11.6	11.8	11.5	11.4	11.1	11.3	11.0	10.9	10.7	10.6
	11.5	11.4	11.6	11.3	11.0	10.9	10.8	10.6	10.8	10.7
D	12.2	11.5	11.9	11.5	11.7	11.6	11.3	11.0	11.7	10.9
	11.6	11.1	11.5	11.5	11.2	11.1	11.2	10.8	11.1	10.6
E	11.5	11.3	11.1	11.2	11.2	10.9	10.7	10.7	10.7	10.3
	11.6	11.6	11.5	11.2	11.1	11.2	11.0	11.1	10.7	10.6
F	11.6	12.2	12.2	12.1	12.1	12.4	12.6	12.5	12.3	11.8
	11.6	11.9	11.6	11.8	11.9	11.5	11.7	11.6	12.0	11.6
G	12.2	12.3	12.3	12.2	12.5	12.4	12.3	12.3	12.5	12.2
	13.5	13.9	13.9	13.7	14.1	14.0	13.8	13.7	14.0	14.0
H	12.0	11.8	11.7	11.6	11.6	11.6	11.4	11.5	11.4	11.4
	12.1	11.9	11.9	11.7	11.7	11.7	11.7	11.6	11.6	11.5
I	11.8	12.7	13.7	12.3	12.2	11.9	12.1	12.6	11.8	11.6
	11.6	12.3	13.3	11.8	11.9	11.5	11.8	11.7	11.2	11.4
J	11.7	11.6	11.5	11.5	11.2	11.1	11.1	10.8	10.9	10.9
	11.5	11.4	11.3	11.3	11.1	11.0	11.1	10.9	11.0	10.9
K	11.5	10.9	11.7	11.7	11.5	11.6	11.5	11.5	11.3	11.4
	12.3	11.1	11.4	11.9	11.2	11.6	11.2	11.3	11.2	11.2
L	11.3	10.9	11.0	11.0	10.9	10.9	10.7	10.7	10.7	10.7
	11.9	11.2	11.3	11.2	11.0	11.2	11.2	11.1	11.1	11.1
M	11.9	11.7	11.7	11.7	11.5	11.4	11.4	11.4	11.6	11.2
	11.9	11.6	11.7	11.7	11.4	11.5	11.5	11.3	11.1	11.1
N	11.1	11.9	11.6	12.3	11.9	11.7	10.7	11.2	10.1	9.7
	12.0	13.7	13.4	13.6	11.9	12.2	12.1	11.8	10.6	10.9
O	10.3	9.5	8.8	8.6	8.7	8.4	8.3	8.1	7.9	7.5
	10.6	10.5	10.4	10.2	10.3	10.3	10.2	10.3	10.0	10.1
P	11.6	10.8	10.6	10.3	10.3	10.2	9.9	10.0	10.1	9.6
	11.6	10.6	11.0	10.7	10.6	10.6	10.4	10.3	10.5	10.1
Q	11.7	11.6	11.7	11.5	11.6	11.5	11.6	11.6	11.6	11.6
	12.0	11.8	12.0	11.8	11.9	11.8	11.9	11.9	11.8	11.3
R	11.5	11.2	11.2	11.1	11.7	11.1	11.4	11.0	11.2	11.1
	11.8	11.5	11.9	11.9	11.7	11.6	11.5	11.5	12.0	11.9
S	19.2	18.8	18.7	18.8	18.9	18.5	18.6	18.8	18.7	18.7
	11.9	11.8	11.8	11.9	11.8	11.6	11.7	11.9	11.7	12.0
T	10.9	10.6	10.5	10.5	10.2	10.2	10.2	10.2	10.2	10.2
	12.1	11.4	11.4	11.1	10.9	10.7	10.9	11.1	11.1	10.9

□: 残留物量の差が0.5 mg未満となった時点

表 5-5 試験室間共同試験における試料 5 の残留物量一覧

試料5 (安息香酸ナトリウム, 12 mg/200 mL)										
試験 機関	105°Cで2時間乾燥した回数 (1~10) と残留物の量 (mg)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A	6.8	6.9	9.6	12.0	10.9	10.5	11.7	11.1	10.8	10.3
	7.1	8.1	16.6	13.6	14.2	13.8	16.9	15.1	15.0	13.7
B	10.9	10.7	10.8	10.6	10.3	10.3	10.3	10.0	9.9	10.1
	11.1	11.0	11.0	10.9	10.7	10.8	10.7	10.7	10.5	10.7
C	12.0	12.0	11.8	11.9	11.8	11.8	11.9	11.5	11.4	11.6
	12.5	12.5	11.9	12.1	12.1	12.0	11.8	11.9	12.0	11.9
D	11.5	11.1	10.7	10.6	10.4	10.5	10.7	10.8	10.7	11.1
	11.6	10.9	10.7	10.4	10.4	10.6	10.9	10.9	10.9	11.3
E	11.6	11.6	11.5	12.2	11.8	12.1	11.5	11.9	11.3	11.5
	11.8	11.8	11.8	12.0	11.9	11.9	11.6	11.8	11.6	11.5
F	11.0	11.2	11.1	11.2	11.8	11.2	11.2	11.4	11.5	11.5
	10.8	10.9	11.9	11.4	11.6	11.6	11.3	11.6	11.9	12.1
G	11.8	12.0	12.2	11.2	11.9	11.1	11.4	11.1	11.5	10.6
	11.1	12.5	12.3	11.9	12.2	12.1	12.8	13.6	12.0	12.1
H	12.2	12.0	12.0	12.0	11.8	11.8	11.8	11.8	11.8	11.8
	12.4	12.2	12.2	12.1	12.0	12.0	12.0	12.0	11.9	11.9
I	14.1	12.7	13.2	13.9	13.8	15.6	16.0	16.3	15.3	15.2
	12.6	12.7	13.0	13.1	13.0	13.1	13.8	13.4	12.9	13.6
J	11.3	11.3	11.2	11.1	11.1	11.0	11.1	11.1	11.1	11.1
	12.0	12.1	11.9	11.8	11.9	11.8	11.8	11.8	11.9	11.8
K	11.3	10.8	10.7	11.0	11.3	11.2	11.2	11.2	11.2	9.9
	11.2	10.9	10.6	10.8	10.7	10.8	10.9	10.9	10.9	10.0
L	11.4	11.8	11.8	11.8	11.8	12.0	12.1	12.0	11.9	12.1
	11.5	11.6	12.1	12.0	11.9	11.9	12.2	12.1	12.1	12.0
M	11.8	11.7	11.8	11.7	12.1	11.8	11.9	12.0	11.8	11.8
	11.2	10.8	11.2	11.2	10.8	10.7	10.8	10.5	10.7	10.6
N	12.8	13.1	14.1	14.0	12.2	13.4	13.3	14.3	13.2	13.9
	13.9	15.2	14.5	14.6	13.8	13.9	15.0	14.8	13.7	14.7
O	11.2	10.9	11.0	11.1	11.3	11.1	10.9	10.7	10.6	10.7
	11.3	11.3	11.4	11.4	11.2	11.3	11.2	11.1	11.0	11.1
P	11.6	11.1	11.2	11.4	11.4	11.4	11.2	11.2	11.3	11.1
	11.7	11.6	11.7	11.4	11.5	11.8	11.8	11.5	11.6	11.5
Q	11.7	11.8	11.7	11.7	11.6	11.7	11.7	11.6	11.7	11.5
	11.7	11.8	11.6	11.7	11.7	11.8	11.9	11.7	11.8	11.6
R	11.8	11.6	11.9	12.0	12.1	11.8	11.3	11.9	12.1	11.8
	11.8	12.6	12.3	11.5	11.6	11.5	11.6	11.8	12.4	11.9
S	12.1	11.6	11.8	11.7	11.4	11.6	11.6	11.3	11.5	11.6
	12.5	12.3	11.8	12.0	11.7	12.0	11.9	11.7	11.7	11.9
T	11.2	11.0	11.0	10.8	10.9	10.9	11.0	10.9	10.9	11.0
	10.9	9.7	9.7	9.7	9.7	9.8	9.8	9.8	9.8	9.8

□: 残留物量の差が0.5 mg未満となった時点

表 5-6 試験室間共同試験における試料 6 の残留物量一覧

試料6 (リンゴ酸, 10 mg/200 mL)										
試験 機関	105°Cで2時間乾燥した回数 (1~10) と残留物の量 (mg)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A	2.4	5.2	10.1	7.1	11.9	6.6	10.0	7.8	7.8	4.0
	4.8	5.2	8.7	9.3	8.5	6.3	7.4	6.2	8.8	6.4
B	9.8	9.9	9.9	9.9	9.6	9.6	9.6	9.5	9.3	10.0
	9.9	9.9	10.0	10.0	9.6	9.9	9.8	9.7	9.6	10.0
C	10.0	9.8	9.0	8.8	8.7	8.3	8.3	8.3	8.3	8.1
	10.4	10.2	8.9	9.0	8.8	8.7	8.4	8.3	8.3	8.2
D	8.5	7.0	5.7	5.4	5.1	5.3	5.2	5.1	4.9	5.1
	9.3	7.7	6.6	6.1	5.6	6.0	5.6	5.9	5.4	5.7
E	9.1	8.6	8.0	8.0	7.7	7.4	6.6	6.6	5.7	5.6
	9.5	9.1	9.1	9.1	9.0	8.8	8.4	8.8	8.2	7.8
F	8.1	7.7	8.1	7.9	7.8	7.7	7.7	7.0	7.8	8.0
	9.0	9.1	9.0	8.5	8.3	8.1	7.8	7.7	7.9	8.1
G	9.4	8.0	7.4	6.0	6.4	6.6	6.6	5.7	6.1	5.3
	9.4	9.4	9.6	9.9	9.6	9.9	10.0	10.3	9.0	8.2
H	10.0	9.7	9.2	8.8	8.6	8.4	8.5	8.5	8.4	8.4
	10.0	9.8	9.1	8.7	8.6	8.4	8.4	8.5	8.4	8.4
I	10.3	9.3	8.7	9.5	8.9	9.8	9.1	9.2	8.8	8.9
	9.1	8.3	7.8	8.2	7.8	8.3	8.5	8.4	7.9	8.2
J	8.8	8.6	8.3	8.2	8.0	7.8	7.6	7.3	7.1	7.0
	8.9	8.8	8.4	8.3	8.0	7.7	7.6	7.3	7.0	6.8
K	8.9	8.1	8.5	7.9	8.1	8.0	7.9	7.6	7.6	6.7
	9.9	9.3	9.0	8.6	8.4	8.2	8.0	8.3	8.2	7.2
L	8.3	7.9	8.1	8.0	7.9	8.0	8.0	7.9	7.8	7.8
	8.8	8.5	8.8	8.4	7.9	7.9	7.9	7.8	7.7	7.7
M	9.0	7.1	6.7	6.3	6.2	5.5	5.8	5.9	5.7	5.5
	9.7	7.9	7.7	7.1	6.6	5.9	6.0	5.8	5.7	5.5
N	9.0	9.7	8.8	10.1	9.4	8.8	8.5	9.1	8.5	9.3
	9.2	9.7	8.4	9.2	8.6	7.6	8.2	8.8	8.2	8.6
O	7.8	6.6	6.5	6.5	6.5	6.4	6.3	6.2	6.2	6.2
	9.4	9.1	9.2	9.3	9.4	9.4	9.4	9.3	9.2	9.3
P	9.2	7.6	6.3	5.5	5.2	4.8	4.7	4.4	4.3	4.3
	8.9	7.8	7.0	6.1	5.7	5.1	4.7	4.5	4.3	4.2
Q	9.7	9.9	9.8	9.9	9.8	9.5	9.5	9.0	8.7	8.5
	10.1	10.5	10.0	9.5	9.4	9.2	9.2	8.9	8.7	8.3
R	8.6	9.5	8.9	8.3	8.3	8.2	7.7	9.5	8.2	8.1
	9.2	9.3	8.8	8.4	8.3	8.0	7.6	8.8	8.3	8.1
S	10.1	8.8	8.5	8.5	8.2	8.1	8.0	7.8	7.9	8.0
	9.9	9.3	9.2	8.5	7.8	7.6	7.5	7.2	7.1	7.1
T	1.2	0.6	0.7	0.8	0.7	0.8	0.8	0.7	0.6	0.5
	3.2	<0.5	-	-	-	-	-	-	-	-

□: 残留物量の差が0.5 mg未満となった時点、<0.5: 残留物量0.5 mg未満

-: 秤量操作なし

表 5-7 試験室間共同試験における試料7の残留物量一覧

試料7 (リンゴ酸, 20 mg/200 mL)										
試験 機関	105°Cで2時間乾燥した回数 (1~10) と残留物の量 (mg)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A	14.6	13.5	18.7	19.7	17.0	17.6	17.7	15.6	14.7	13.2
	14.3	16.5	22.4	20.9	20.0	20.1	19.5	18.4	19.7	17.5
B	19.7	19.8	19.9	19.8	19.4	19.5	19.5	19.2	19.2	19.8
	19.7	19.8	19.7	19.7	19.5	19.5	19.4	19.3	19.3	20.0
C	20.1	19.7	18.8	18.4	18.1	17.6	17.2	17.4	17.1	16.8
	9.7	9.2	8.2	8.0	7.7	7.5	7.5	7.1	7.1	7.1
D	17.4	15.0	13.2	12.0	11.3	10.9	10.6	10.6	10.2	10.4
	18.9	17.5	16.0	15.1	14.1	13.1	13.4	13.4	13.2	13.5
E	17.8	16.6	16.0	15.8	15.1	14.7	13.1	13.1	11.9	11.4
	18.2	17.2	16.3	16.0	15.5	15.3	13.7	14.0	12.5	11.8
F	19.8	19.9	19.5	19.6	18.6	18.4	18.5	17.6	17.3	17.5
	18.4	18.6	18.6	18.4	18.3	18.0	18.1	18.1	18.0	18.2
G	9.4	7.1	6.2	5.5	5.5	4.8	5.5	4.7	4.5	3.6
	18.6	19.6	19.3	18.4	18.4	18.9	18.9	19.4	17.9	17.7
H	18.9	18.7	18.5	17.8	16.7	16.4	15.9	15.7	15.3	15.2
	19.3	19.3	19.2	17.6	16.5	16.2	15.7	15.7	15.4	15.3
I	19.0	18.2	18.2	18.6	18.4	18.5	18.5	18.9	17.9	17.8
	19.9	19.8	19.6	19.0	19.0	18.9	19.4	19.0	18.0	18.2
J	19.6	19.1	19.0	18.7	18.4	18.2	18.0	17.5	17.4	17.0
	19.5	19.3	18.9	18.6	18.4	18.0	17.5	17.1	16.8	16.3
K	18.6	18.4	18.0	18.0	18.0	17.6	17.6	16.7	16.7	16.3
	18.4	18.2	18.6	17.9	17.9	18.1	17.9	17.5	17.5	16.3
L	17.7	16.5	16.5	16.4	16.4	16.5	16.5	16.5	16.2	16.2
	17.8	15.8	15.8	15.8	15.7	15.7	15.7	15.4	15.4	15.5
M	19.8	18.1	16.8	15.7	15.3	14.9	14.4	14.4	14.2	14.0
	19.6	18.8	19.7	18.6	17.6	15.7	15.1	14.8	14.2	13.9
N	17.6	16.8	17.2	17.0	16.4	16.7	16.2	16.8	16.3	16.5
	20.0	20.0	18.1	19.7	18.6	17.4	17.8	17.6	16.7	17.2
O	17.2	16.6	15.4	14.0	13.0	12.7	12.5	12.4	12.3	12.3
	17.7	17.1	17.2	16.3	15.0	14.6	14.0	14.0	13.8	13.8
P	17.9	15.8	13.5	12.6	11.4	10.8	10.3	10.0	10.1	9.6
	16.2	15.2	14.1	13.2	12.4	12.0	11.4	11.5	11.1	10.9
Q	20.6	20.2	19.4	18.5	18.3	18.7	18.2	18.0	17.5	17.2
	21.0	20.6	19.6	19.0	18.7	18.7	18.5	18.1	17.8	17.5
R	19.5	19.1	18.4	18.0	17.8	18.0	17.7	18.0	17.8	17.8
	19.4	18.7	18.3	17.6	17.3	17.5	17.1	17.7	17.7	17.4
S	19.6	19.3	19.0	18.8	18.5	18.0	17.9	17.9	17.2	17.2
	19.8	18.7	17.9	17.5	16.5	16.3	16.0	15.6	15.5	15.4
T	5.8	4.9	5.2	5.2	5.0	4.7	4.7	4.2	4.1	4.0
	20.4	18.2	15.9	15.9	15.8	15.8	15.7	15.8	15.6	15.5

□: 残留物量の差が0.5 mg未満となった時点

表 5-8 試験室間共同試験における試料 8 の残留物量一覧

試料8 (マロン酸, 30 mg/200 mL)										
試験 機関	105°Cで2時間乾燥した回数(1~10)と残留物の量(mg)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A	9.2	5.0	6.9	5.2	4.1	<0.5	<0.5	<0.5	0.9	<0.5
	16.9	14.3	17.5	14.0	10.9	10.7	7.6	5.5	6.0	4.4
B	26.3	25.7	24.7	24.1	22.7	21.3	21.0	19.7	16.9	16.6
	27.4	27.0	26.6	26.0	25.3	25.1	24.3	22.9	22.3	21.5
C	24.0	20.9	18.7	15.8	14.8	13.7	11.8	9.7	8.5	7.2
	24.0	20.3	18.0	15.1	13.3	12.3	10.5	7.9	7.0	5.7
D	14.7	7.8	3.8	2.1	0.6	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
	17.6	5.6	2.0	1.0	<0.5	<0.5	<0.5	0.5	<0.5	<0.5
E	13.0	4.2	<0.5	-	-	-	-	-	-	-
	12.5	3.4	0.8	0.8	0.7	0.5	0.6	0.6	<0.5	-
F	26.5	24.9	23.1	22.0	20.1	18.2	17.0	15.0	13.9	11.9
	25.3	25.3	23.0	20.5	18.8	17.2	16.4	15.4	14.7	13.5
G	24.2	20.6	14.5	7.4	4.1	2.7	0.9	<0.5	<0.5	<0.5
	20.4	16.1	13.8	10.5	8.5	7.9	6.8	6.1	4.8	2.4
H	24.7	21.1	19.7	17.4	15.9	14.3	13.1	12.0	10.6	9.8
	23.7	21.4	18.0	14.9	12.7	11.6	9.7	8.8	7.2	6.4
I	26.2	24.8	23.1	22.1	20.5	20.0	19.1	18.6	16.6	15.4
	26.6	23.6	21.0	19.3	17.3	16.2	15.5	15.2	13.3	12.4
J	21.4	18.7	16.3	14.5	12.5	11.0	9.0	6.8	5.6	3.9
	23.0	20.2	18.2	15.5	13.9	12.0	10.8	9.3	8.0	6.6
K	21.7	19.2	17.7	15.5	13.5	11.8	10.4	9.8	8.5	6.7
	20.8	18.6	18.0	15.2	13.9	12.0	10.3	10.1	8.8	7.3
L	20.2	17.1	16.0	13.8	12.5	11.3	11.1	9.3	8.2	7.1
	20.8	15.7	14.4	12.5	10.6	9.4	8.9	7.2	6.0	4.8
M	11.5	3.5	1.3	0.7	1.0	0.5	0.8	1.0	0.8	0.7
	17.9	9.3	5.5	2.9	0.6	<0.5	-	-	-	-
N	7.7	5.4	5.5	4.6	3.6	3.8	3.3	3.9	3.1	3.8
	8.5	7.3	6.5	5.6	4.2	3.9	4.6	4.3	4.1	4.8
O	23.4	22.3	21.6	21.3	20.7	20.6	19.9	19.7	19.6	19.6
	30.5	30.4	30.2	30.2	30.2	29.8	29.6	29.6	29.4	29.6
P	18.3	4.3	1.6	<0.5	-	-	-	-	-	-
	5.0	1.1	0.6	<0.5	-	-	-	-	-	-
Q	26.8	25.2	23.3	21.4	19.6	17.9	16.3	14.8	13.4	11.6
	27.1	25.2	23.1	21.1	19.0	17.2	15.4	13.3	12.0	10.4
R	25.9	24.4	23.2	22.5	22.3	21.9	20.8	20.7	20.2	19.3
	23.6	22.2	21.3	17.8	17.4	16.4	15.7	13.4	13.5	10.4
S	22.7	19.8	18.4	16.9	15.0	13.2	11.5	10.2	9.5	9.1
	20.9	12.5	7.7	4.7	2.8	2.4	1.5	0.6	0.5	0.8
T	0.6	<0.5	-	-	-	-	-	-	-	-
	3.2	<0.5	-	-	-	-	-	-	-	-

□: 残留物量の差が0.5 mg未満となった時点、<0.5: 残留物量0.5 mg未満

-: 秤量操作なし

表 6 試験室間共同試験の解析結果

試料	試料濃度 (mg/200 mL)	乾燥回数 (回)	試験室間共同試験				適否判定 (適/否)
			残留物平均値 (mg)	残留物中央値 (mg)	RSD _r (%)	RSD _R (%)	
1	10	1	9.2	9.2	4.7	7.6	40/0
		10	6.3	6.4	11.8	35.3	39/1
2	20	1	18.5	18.7	3.0	7.7	0/40
		10	13.6	14.4	14.3	31.9	7/33
3	8	1	7.8	7.9	4.2	6.7	40/0
		10	7.3	7.3	4.9	10.2	40/0
4	12	1	11.7	11.7	3.4	4.5	1/39
		10	11.0	11.1	5.6	9.0	7/33
5	12	1	11.6	11.6	2.1	4.0	2/38
		10	11.3	11.5	4.0	5.9	5/35
6	10	1	8.9	9.2	6.3	19.7	40/0
		10	7.1	7.9	11.5	30.6	40/0
7	20	1	18.1	19.0	18.4	18.4	3/37
		10	14.8	16.3	23.1	26.3	5/35
8	30	1	19.6	21.6	15.6	38.1	6/34
		10	7.2	6.1	39.8	98.8	30/10

残留物量が0.5 mg未満であった結果は残留物量が0.5 mgとして残留物平均値、残留物中央値、RSD_r(併行精度)及びRSD_R(室間再現精度)を算出した。

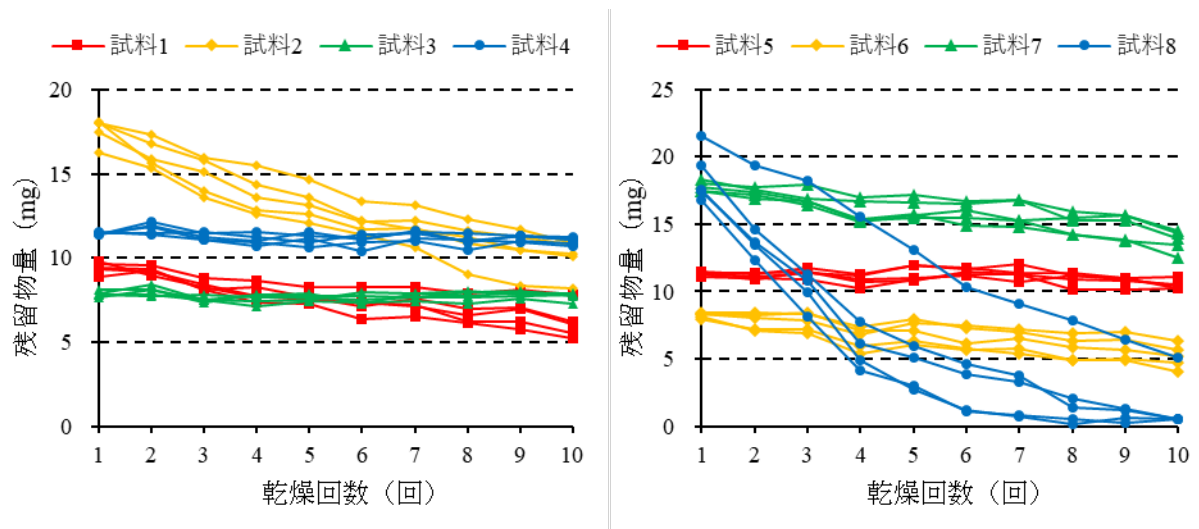


図1 国立医薬品食品衛生研究所における予備試験の結果

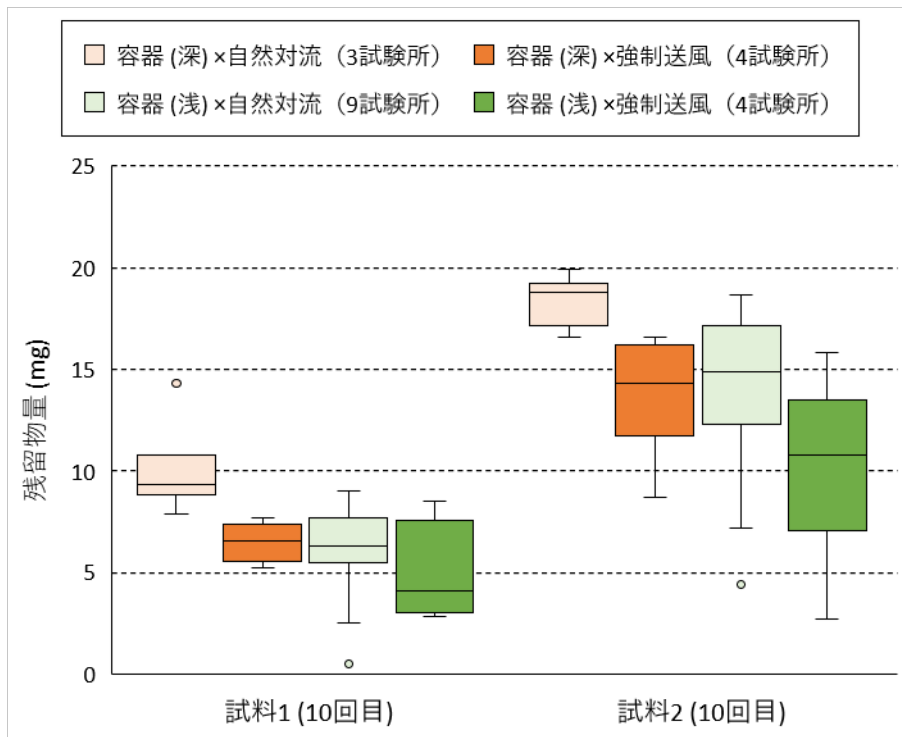


図2 蒸発容器の深さと乾燥器の送風方式が試料1と試料2の残留物量に及ぼす影響

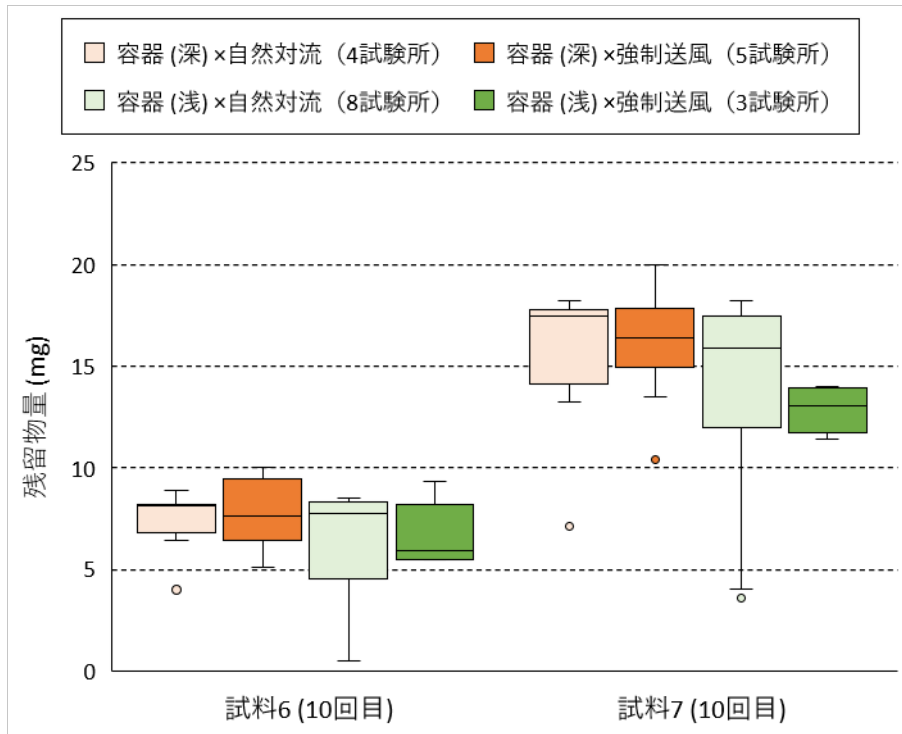


図 3 蒸発容器の深さと乾燥器の送風方式が試料 6 と試料 7 の残留物量に及ぼす影響

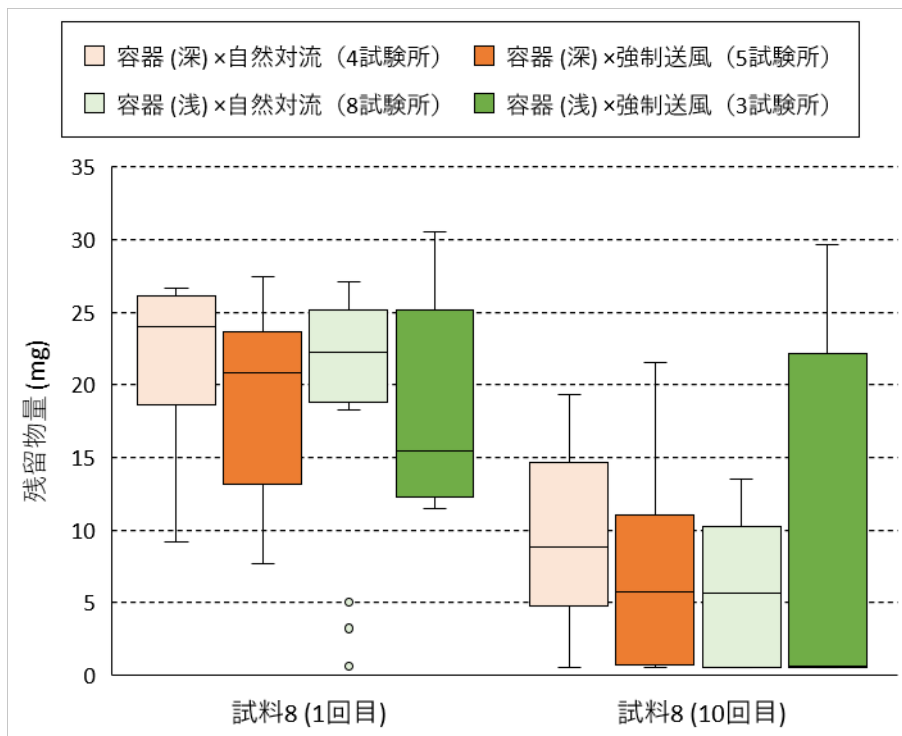


図 4 蒸発容器の深さと乾燥器の送風方式が試料 8 の残留物量に及ぼす影響

<別添>

令和4年度 厚生労働科学研究費補助金（食品の安全確保推進研究事業）

分担研究課題

市販製品に残存する化学物質に関する研究

蒸発残留物試験法及び
総不揮発性物質試験法
共同実験プロトコル

令和4年11月14日

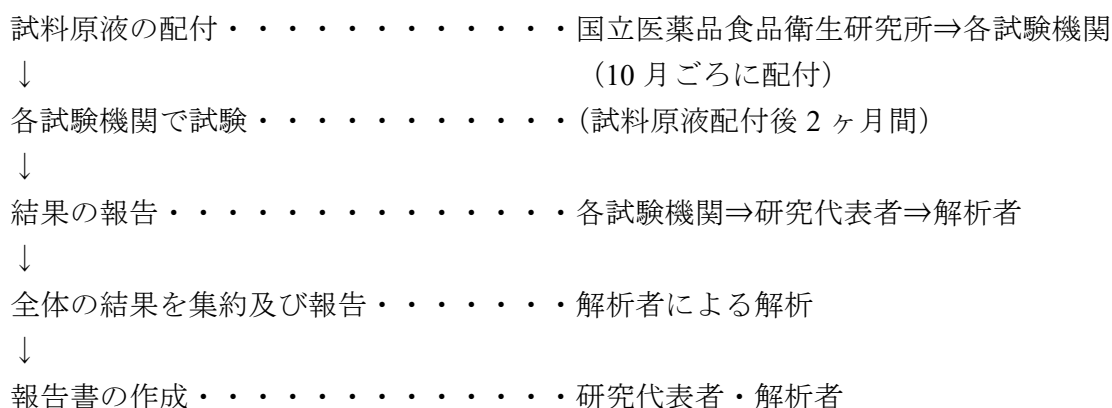
A 目的

蒸発残留物試験では、使用する容器形状や乾燥器の送風方式の違いなど風の影響により、試験結果が異なる。また、規格の対象となる溶出物の範囲が明確に定められていない。そのため、試験精度を向上させるには、まず蒸発残留物の規格の意義や目的を明確にし、その意義や目的に適した範囲の物質を精度よく測定できる試験法を検討する必要がある。

欧州連合では、総溶出物試験として同様の規格が設定されているが、蒸発乾固後の加熱操作（105～110℃、30 分間）を容器の質量が恒量（質量差 0.5 mg）となるまで繰り返すこととされている。このように欧州連合では、105～110℃で揮散しない溶出物を規格の対象としている。

そこで、蒸発残留物試験における蒸発乾固後の加熱操作を容器の質量が恒量（質量差 0.5 mg）となるまで繰り返すこととした試験法を「総不揮発性物質試験」とし、本法の性能を検証するとともに、規格試験法としての妥当性を確認する。

B スケジュール



C 試験の実施に関する注意事項

- 1) 蒸発残留物試験及び総不揮発性物質試験は、試験法プロトコルにしたがって実施すること。指示された方法からの変更は認められない。
- 2) 試験原液は、試験開始までの間それぞれの試験法プロトコルに示された条件で保管すること。
- 3) 試験原液または試料に異常があった場合、試験に関する事前照会は下記の連絡先に連絡すること。
- 4) 使用する器具類については、事前に校正されていることを確認しておくこと。
- 5) 試験の実施は特段の理由がない限り、1つの試験原液につき1回のみとする。
- 6) 試験の実施期間は試料受領後から報告期限までとする。
- 7) 試験結果は、求められた試験に付随する情報とともに、配布された報告様式（エクセルファイル）に入力し、下記の連絡先にe-mailにて提出すること。

連絡先（e-mail）：国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部
六鹿元雄

【報告様式の内容】

報告シート 1…機器、試薬等の情報、試験に関するコメント等

報告シート 2…試験結果、試験条件、試験中のトラブル等

【報告様式の報告期限】令和4年12月中

(この期間に間に合わない場合は個別に連絡のこと)

D 解析者

藤原恒司（国立医薬品食品衛生研究所）

蒸発残留物試験法プロトコル

1. 試薬、試液

次に示すものを用いる。

- ・水：食品用製造用水を超ろ過（逆浸透，限外ろ過）、イオン交換、蒸留又はそれらの組み合わせにより精製したもの。
- ・エタノール（99.5）：JIS K8101、特級
- ・ヘプタン：JIS K9701、特級
- ・20%エタノール：エタノール（99.5）200 mLを量り、水を加えて1000 mLとする。

*：試験環境に応じて指示された調製法と同一の割合であれば、調製容量を変更してもよい。

2. 器具および機器

実際に食品衛生法の規格試験を実施する際に使用しているもの、または今後の使用が見込まれるものを用いる。ただし、長期間使用していない場合は、事前に洗浄等を行う。

- ・白金製、石英製または耐熱ガラス製等の蒸発皿
- ・デシケーター
- ・電子天秤（最小表示が0.1mg以下であるもの）
- ・水浴
- ・乾燥器または恒温槽

*：蒸発皿は、結晶皿、ビーカー等で代用可能

*：水浴は、ホットプレートで代用可能

3. 試料

試料原液 16 種（20%エタノール溶液 8 種、ヘプタン溶液 8 種）各 1 試験、計 16 試験

試料原液 2 mL を採取し、試料原液と同じ溶媒を加えて 200 mL とし、これを試料とする。試料調製後は速やかに試験を実施する。

*：試料原液は試験実施までの間は冷蔵庫内で保存し、室温まで戻したのちに使用する。

*：試験環境に応じて指示された調製法と同一の割合であれば、調製容量を変更してもよい。

4. 試験

試料 200mL を、あらかじめ 105°C で乾燥した質量既知の白金製，石英製又は耐熱ガラス製等の蒸発皿に採り、水浴上で蒸発乾固する。次いで、乾燥器または恒温槽内で 105°C で 2 時間乾燥した後、デシケーター中で放冷する。冷後、秤量して操作前後の蒸発皿の質量差 S_1 (mg) を求める。別に空試験として試料と同量の溶媒を用いて同様の操作を行った蒸発皿の質量差 B_1 (mg) を求め、次式により残留物の量 R_1 (mg) を求める。

次いで、蒸発皿を105°Cで2時間乾燥した後、デシケーター中で放冷する。冷後、秤量して蒸発皿の質量差 S_2 (mg) を精密に量る。空試験の蒸発皿を秤量して質量差 B_2 (mg) を求め、残留物の量 R_2 (mg) を求める。この操作を10回繰り返す。

残留物の量：R = (試験用蒸発皿の質量差：S) - (空試験用蒸発皿の質量差：B)
(R₁：蒸発残留物の量、R₂～R₁₀：不揮発性物質の量)

- *：蒸発皿は、結晶皿、ビーカー等で代用可能
- *：ヘプタン溶液の場合は、数mLまで減圧濃縮し、その濃縮液及び使用したフラスコをヘプタン約5mLずつで2回洗った洗液を蒸発皿に移して蒸発乾固してもよい。
- *：水浴は、ホットプレートで代用可能
- *：蒸発乾固後は速やかに加熱をやめる。
- *：空試験 (n=1) は試料原液の希釈に使用した溶媒を用いて行う。
- *：空試験の蒸発皿は、同一溶媒の試料に対して共用可とする。
- *：空試験の蒸発皿の秤量は実試験の蒸発皿の秤量と連続して行う。
- *：乾燥器による空試験の蒸発皿の加熱は、初回の105℃ 2時間のみとする。R₂～R₁₀を求める時の空試験の蒸発皿は105℃の乾燥を行う必要はなく、デシケーター中に保管し、試料用蒸発皿を秤量する際、合わせて秤量する。
- *：蒸発皿の質量は0.1 mgの桁まで測定する。
- *：残留物の量 (R) が 0.5mg 未満となった時点で試験終了とする。

参考：放冷時間は、使用する蒸発皿等の材質や形状、試験室の温度などによって異なるが、ガラス製結晶皿（直径 7cm、高さ 3.5cm）9 個をデシケーター内で 1 時間程度放置すると室温となる。

以上

R4「蒸発残留物試験、総不揮発性物質試験」結果報告シート1

1. 試験所名、御担当者名、分析項目

試験所名	御担当者名	
国立医薬品食品衛生研究所	御名前	○○○○
	email@.....

2. 使用した機器

機器 *1	メーカー	型式	開示の可否 *2	
天秤			可	
水浴			可	
ホットプレート				
乾燥機又は恒温槽				
エバポレーター				

3. 使用した試薬等

試薬	メーカー	Grade	純度 (%)または濃度
エタノール	シグマ-アルドリッチ	特級	> 99.5%
ヘプタン	和光純薬	特級	98%
水			

4. 試験全体に対する感想・コメントなど

*1 測定に使用した機種すべてを記入。

*2 開示してもよいかどうか条件があれば記載

R4「蒸発残留物試験、総不揮発性物質試験」結果報告シート2-1

試験所名

E1
20%エタノール

1. 加熱時間および秤量値

試料 1	加熱時間 (分)	秤量値 (mg)		質量差 (mg)		残留物の量 R (mg)
		空試験	試料	空試験 B	試料 S	
操作前	—			—	—	—
操作後1	120			0.0	0.0	0.0
操作後2				0.0	0.0	0.0
操作後3				0.0	0.0	0.0
操作後4				0.0	0.0	0.0
操作後5				0.0	0.0	0.0
操作後6				0.0	0.0	0.0
操作後7				0.0	0.0	0.0
操作後8				0.0	0.0	0.0
操作後9				0.0	0.0	0.0
操作後10				0.0	0.0	0.0
	2	←合計加熱時間 (時間)				

2. 試験条件

容器の種類、材質、サイズ、容量	ガラス製ビーカー (直径 : ○cm、高さ : ○cm、容量 : ○mL)
エバポレーターの使用の有無	なし
水浴 (ホットプレート) の設定温度	ホットプレート、120℃
乾燥器の設定温度と送風	105℃、自然対流 (or強制送風)

3. その他

気になった点、試験中のトラブルなど

R4「蒸発残留物試験、総不揮発性物質試験」結果報告シート2-9

試験所名

H1
ヘプタン

1. 加熱時間および秤量値

試料 9	加熱時間 (分)	秤量値 (mg)		質量差 (mg)		残留物の量 R (mg)
		空試験	試料	空試験 B	試料 S	
操作前	—			—	—	—
操作後1	120			0.0	0.0	0.0
操作後2				0.0	0.0	0.0
操作後3				0.0	0.0	0.0
操作後4				0.0	0.0	0.0
操作後5				0.0	0.0	0.0
操作後6				0.0	0.0	0.0
操作後7				0.0	0.0	0.0
操作後8				0.0	0.0	0.0
操作後9				0.0	0.0	0.0
操作後10				0.0	0.0	0.0
	2	←合計加熱時間 (時間)				

2. 試験条件

容器の種類、材質、サイズ、容量	ガラス製ビーカー (直径 : ○cm、高さ : ○cm、容量 : ○mL)
エバポレーターの使用の有無	なし
水浴 (ホットプレート) の設定温度	ホットプレート、120℃
乾燥器の設定温度と送風	105℃、自然対流 (or強制送風)

3. その他

気になった点、試験中のトラブルなど