

アグリビジネス創出フェア in 東海 Web展示

一般財団法人 日本食品分析センター②

- ① 機能性表示食品届出に関するご案内
- ② タンパク質の検索～LC-QTOFMSによる異物検査への活用～
- ③ 有機フッ素化合物

機能性表示食品届出に関するご案内

機能性関与成分の
定量及び定性試験



機能性表示食品届出の
分析をサポート

安全性に
関わる試験

崩壊性試験
溶出試験

届出に必要な試験のご案内

2015年4月、機能性表示食品制度が施行され、現在まで数多くの機能性表示食品が届出されています。機能性表示食品の届出等に関するガイドライン（以下、ガイドラインと表記）では、機能性表示食品届出に必要な分析試験は、届出しようとする機能性関与成分によって異なりますが、以下のような試験が必要です。

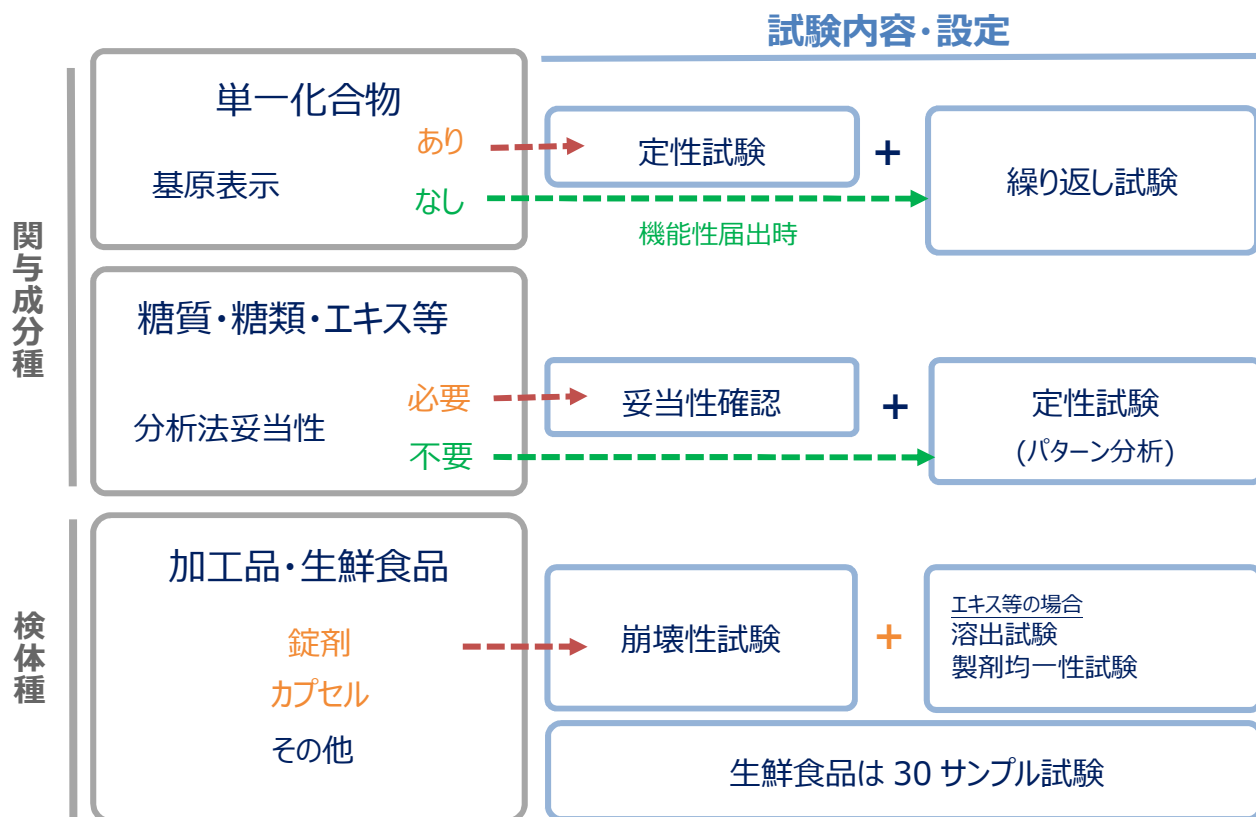
| 検体 | 生鮮食品 | 錠剤・カプセル | その他加工品 |
|------------------------|--|--|--|
| 機能性 関与成分 | 単一化合物等 (ガイドライン別紙 1-1①) | 基原表示あり | 基原表示なし |
| | 基原で規制される低分子化合物群 (ガイドライン別紙 1-1②) | | |
| | 定性可能な一定の構造式で表せる高分子化合物群 (ガイドライン別紙 1-1③) | | |
| | エキス等 (ガイドライン別紙 1-1④) | | |
| その他 成分規格 | 安全性担保のための成分規格 | | |
| 成分,検体種に 応じた 要求事項 | 生鮮食品 の場合 <ul style="list-style-type: none">・N30 分析 (推奨)・規格値の 50%の含有量は維持すること | 錠剤・カプセル の場合 <ul style="list-style-type: none">崩壊性試験溶出試験※製剤均一性試験※※エキス等の場合 | 植物の基原を 表示する場合 <ul style="list-style-type: none">・定性試験を行うこと。・ブランクから検出の場合は差し引き算出法を定めること。 |
| | エキス等の場合 <ul style="list-style-type: none">・エキス等に特徴的な定量・定性可能な成分 2 つ以上を指標成分とし、測定・管理すること。・製品になった時、原料と同じパターンをとること。 | | |

分析法の妥当性確認（バリデーション）

単一化合物：妥当性確認を行うことが望ましい（公定法でない場合）

糖質・糖類・エキス等：妥当性確認は必須

ガイドラインで求められている分析試験内容について、日本食品分析センターでご提案している試験は以下の通りです。



ご提出可能な書類

| ご依頼内容 | 提出書類 |
|--------|---------------------------|
| 定量試験 | 定量試験法資料 一日摂取目安量あたりの含有量 |
| 繰り返し試験 | 繰り返し試験結果 |
| 定性試験 | クロマトグラム |

ご希望の場合は有料となります

機能性関与成分の定量及び定性試験

機能性関与成分について高速液体クロマトグラフィー、液体クロマトグラフィー・質量分析計、微生物試験等で定量分析を実施しています。ご希望の場合は妥当性確認試験、繰り返し試験も可能です。また、届出する機能性関与成分によっては定性試験が求められます。料金、納期等は測定成分によって異なります。

崩壊性試験・溶出試験

崩壊性試験は錠剤、カプセル剤等が試験液中で定められた条件で規定時間内に崩壊するかどうかを確認する試験です。また、溶出試験は製剤からの主成分の溶出を確認する試験で、製剤としての機能性の同等性を保証する試験でもあります。ガイドラインにおいて、機能性関与成分がエキス等の場合、届出しようとする食品が、錠剤、カプセル形状の食品の場合には、最終製品としての同等性を確認することと記載されています。日本食品分析センターでは日局に準じて実施していますが、溶出試験につきましては、設定条件等をご相談しながらの設定となります。

●崩壊性試験

料金：7,000 円～

試験期間：16 営業日～

検体必要量：ご相談ください。

安全性に関わる試験

届出しようとする食品の製品規格のうち、機能性関与成分以外の成分で安全性を担保する必要がある成分の分析試験をはじめ、食品原料中の残留農薬試験（一斉分析またはターゲット分析）、重金属分析試験、微生物試験、かび毒等幅広く試験可能です。また、食品原料もしくは最終製品の生物学的安全性評価のための急性毒性試験(*in vivo* 試験)及び復帰突然変異試験(*in vitro* 試験)も受託しております。

<参考>

●残留農薬試験（一斉分析）

料金：100,000 円～

試験期間：13 営業日～

検体必要量(目安)：150 g

●重金属分析試験（ヒ素の場合）

料金：6,500 円～

試験期間：11 営業日～

検体必要量(目安)：10 g

●急性毒性試験（経口投与の場合）

料金：120,000 円～

試験期間：約 1.5 か月～2 か月

検体必要量(目安)：50 g

●復帰突然変異試験

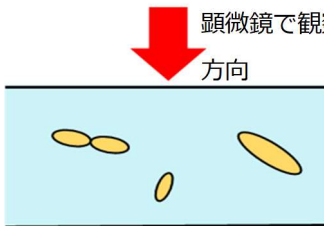

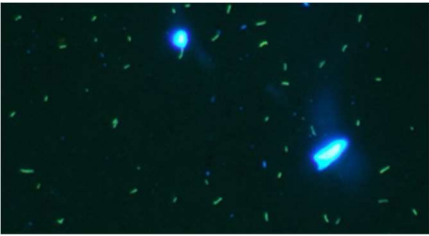
料金：400,000 円～

試験期間：約 2 か月

検体必要量(目安)：10 g

総菌数試験のご案内

健康志向の高まりや機能性表示食品制度の創設等を背景に乳酸菌やビフィズス菌の食品への添加が注目されています。機能性表示に係る食品では死んだ菌(死菌)が添加されているものもあります。私どもでは菌未添加食品の菌数測定として「総菌数」の試験をご用意しています。

| | 血球計算盤測定法 | DAPI 染色法 |
|----------------------|---|---|
| 方法 | 検体の懸濁液を血球計算盤の計算室に入れ、線で区切られたマス中の細胞数を顕微鏡下で測定する方法。 | 検体の懸濁液をメンブランフィルターでろ過した後、フィルター上に捕集された細胞を蛍光色素(DAPI)で染色し、染色された細胞を蛍光顕微鏡下で測定する方法。 |
| 対象サンプル ^{※1} | 菌未、菌液のみ | 菌未、菌液 加工食品(錠剤、カプセル、飲料、菓子等) |
| 料金(税別) ^{※2} | 10,000 円～ | 菌未、菌液 28,000 円～ 加工食品 33,000 円～ |
| 検査イメージ | <p>液体に菌体が浮遊しているため、立体的に細胞を観察しています。そのため、夾雑物存在下では細胞を識別することが困難です。</p>  | <p>細胞をフィルターの上に固定するため、平面的に細胞を観察しています。染色により細胞と夾雑物の識別も可能です。</p>   <p>顕微鏡写真例 緑色が細胞、青色が夾雑物</p> |

※1 菌数の想定値が 10^8 未満/g の場合は試験が困難となる場合がございます。

※2 サンプルによっては前処理料金(5,000 円～10,000 円)が加算されます。



機能性関与成分の一覧

| | 機能性成分 | Functional components | 代表的な食品 | Typical foods |
|----|---|---|----------------------------------|--|
| 1 | アルギン酸 | Alginic acid | 海藻, 昆布 | Seaweed, Kelp |
| 2 | γ-アミノ酪酸 | γ-Amino-n-butyric acid | 玄米, 野菜 | Brown rice, Vegetables |
| 3 | S-アリルシステイン | S-Allylcysteine | 黒ニンニク | Black garlic |
| 4 | 総アントシアニン | Anthocyanin | ビルベリー, ブルーベリー | Bilberry, Blueberry, Cassis |
| 5 | アスタキサンチン | Astaxanthin | 鮭・鱒, いくら, 卵 | Salmon・Trout, Salmon roe, Egg |
| 6 | イソデスモシン デスモシン | Isodesmosine | カツオと豚の血管 | Blood vessel walls of Bonito and Pig |
| 7 | イソクエルシトリン ヒペロシド | Isoquercitrin Hyperoside | ラフマ | Apocynum venetum |
| 8 | エラグ酸 | Ellagic Acid | ザクロ | Pomegranate |
| 9 | ORAC | ORAC (Oxygen Radical Absorbance Capacity) | - | - |
| 10 | γ-オリザノール | γ-Oryzanol | 米ぬか, 米胚芽, 米油 | Rice bran, Rice germ, Rice oil |
| 11 | カプサイシン | Capsaicin | 唐辛子 | Chili pepper |
| 12 | カルニチン | Carnitine | 肉, 魚, 牛乳 | Meat, Fish, Milk |
| 13 | カテキン | Catechins | 茶 | Tea |
| 14 | クロロゲン酸 | Chlorogenic acid | コーヒー, なす, ゴボウ | Coffee, Eggplant, Burdock |
| 15 | β-クリプトキサンチン | β- cryptoxanthin | 柑橘類, 卵, トウモロコシ, 柿, パパイヤ, パプリカ | Citrus Fruits, Egg, Corn, Persimmon, Papaya, Paprika |
| 16 | クルクミン | Curcumin | ターメリック | Turmeric |
| 17 | β-グルカン (1,3)(1,4)-β-グルカン (1,3)-β-グルカン | (1,3)(1,4)-β-Glucan (1,3)-β-Glucan | 大麦, オーツ麦, キノコ, 酵母, ユーグレナ | Barley, Oats, Mushroom, Yeast, Euglena |
| 18 | グルコサミン | Glucosamine | 甲殻類の殻, 昆虫 | Crustacean shells, Insects |
| 19 | ケルセチン | Quercetin | 玉ねぎ | Onion |
| 20 | コエンザイム Q10 | Coenzyme Q10 | 青魚, 肉, ナッツ | Blue-backed fish Meat, Nuts |
| 21 | サラシノール | Salacinol | サラシア | Salacia |
| 22 | 6-ジンゲロール 6-ショウガオール | 6-Gingerol 6-Shogaol | ショウガ | Ginger |
| 23 | ゼアキサンチン | Zeaxanthin | トウモロコシ, 卵黄, ほおずき | Corn, Egg yolk, Ground cherry |
| 24 | セサミン | Sesamin | ゴマ | Sesame |

| | 機能性成分 | Functional components | 代表的な食品 | Typical foods |
|----|--|--|-----------------------|--|
| 25 | 大豆イソフラボン | Soy isoflavone | 大豆 | Soybeans |
| 26 | テアニン | Theanine | 茶 | Tea |
| 27 | ティロシド | Tilioside | ローズヒップ | Rose hip |
| 28 | テルペンラクトン -ギンコライド A,B,C ビロバライド | Terpene lactone -Ginkgolide A,B,C Bilobalide | イチョウ葉 | Ginkgo leaves |
| 29 | DHA, EPA | DHA, EPA | 青魚 | Blue-backed fish |
| 30 | 難消化性デキストリン | Resistant Maltodextrin | - | - |
| 33 | β-ニコチンアミド モノヌクレオチド | β-Nicotinamide mononucleotide (NMN) | ブロッコリー, 枝豆 | Broccoli, Green soybeans |
| 34 | 人參サポニン | Ginsenosides | 高麗人參 | Ginseng root |
| 35 | フェルラ酸 | Ferulic acid | 米ぬか | Rice bran |
| 36 | フラボノール化合物 - イソラムネチン ケルセチン ケンフェロール | Flavonol compounds -Isorhamnetin Quercetin Kaempferol | イチョウ葉 | Ginkgo leaves |
| 37 | ヒアルロン酸 | Hyaluronic acid | うなぎ、ふかひれ、 | Eel, Shark fin |
| 38 | ヒドロキシプロリン | Hydroxyproline | コラーゲン | Collagen |
| 39 | ヒドロキシチロソール | Hydroxytyrosol | オリーブ | Olive |
| 40 | 3-(4-ヒドロキシ-3- メトキシフェニル)プロピオン酸 (HMPA) | 3-(4-Hydroxy-3- methoxyphenyl)propionic Acid | 黒酢 | Black vinegar |
| 41 | ピペリン | Piperine | コショウ, ヒハツ | Pepper, Long pepper |
| 42 | フラクトオリゴ糖 | Fructo-oligosaccharides | 玉ねぎ, チコリ, バナナ, | Onion, Chicory, Banana |
| 43 | 総フラクタン (イヌリンなど) | Total fructan | チコリ, 菊芋 | Chicory, Jerusalem artichoke |
| 44 | ヘスペリジン | Hesperidin | 柑橘類 | Citrus fruits |
| 45 | リコピン | Lycopene | トマト | Tomato |
| 46 | リノレン酸 | Linolenic acid | エゴマ | Perilla |
| 47 | レスベラトロール | Resveratrol | ブドウ, ワイン, ピーナッツの薄皮 | Grape, Wine, Peanut astringent skin |
| 48 | ルテイン | Lutein | 緑黄色野菜, 卵 | Green and yellow Vegetables, Egg |
| 49 | ルテオリン | Luteolin | シソ, 菊花 | Perilla, Chrysanthemum |
| 50 | ルチン | Rutin | ソバ | Buckwheat |

こちらに記載のない分析項目も多数実績がございます。





お問い合わせ

お客様の目的に合わせた試験を
ご提案いたします。

ご不明な点や詳細はホームページから
お問い合わせください。

一般財団法人日本食品分析センター

<https://www.jfrl.or.jp/contact/create>



タンパク質の検索 ～LC-QTOF/MSによる異物検査への活用～

はじめに

タンパク質の構造や機能を総合的に研究する学問分野をプロテオミクス（プロテオーム解析）と言います。プロテオミクスのなかでも頻繁に用いられる手法のひとつにショットガンプロテオミクスがあります。この手法ではタンパク質の抽出液にトリプシンなどのタンパク質分解酵素を添加し、得られたペプチド断片についてLC-QTOF/MS（液体クロマトグラフ-四重極/飛行時間型質量分析計）などの高分解能質量分析装置を用いて計測をします。こうして検出されたペプチド情報をタンパク質解析ソフトで解析し、試料中のタンパク質を網羅的に同定することが可能となります。さらに、このショットガンプロテオミクスの手法は異物検査にも応用が可能です。

今回は、LC-QTOF/MSを用いた「タンパク質の検索」の異物検査への活用について紹介します。



図-1 ショットガンプロテオミクスのイメージ

LC-QTOF/MSの特徴

LC-QTOF/MSの質量分析部は、四重極（Quadrupole）と高分解能な飛行時間型（TOF：Time of Flight）を組み合わせた装置で以下の特徴があります。

- ① データ取得の高速化により多くの化合物の同定が可能
- ② 連続的なMS/MSスペクトル取得により同定精度が高い
- ③ 網羅的に存在量の少ない化合物の検出が可能

これらの特徴から、タンパク質解析に必要な数多くのペプチドを迅速かつ精密に測定することができます。

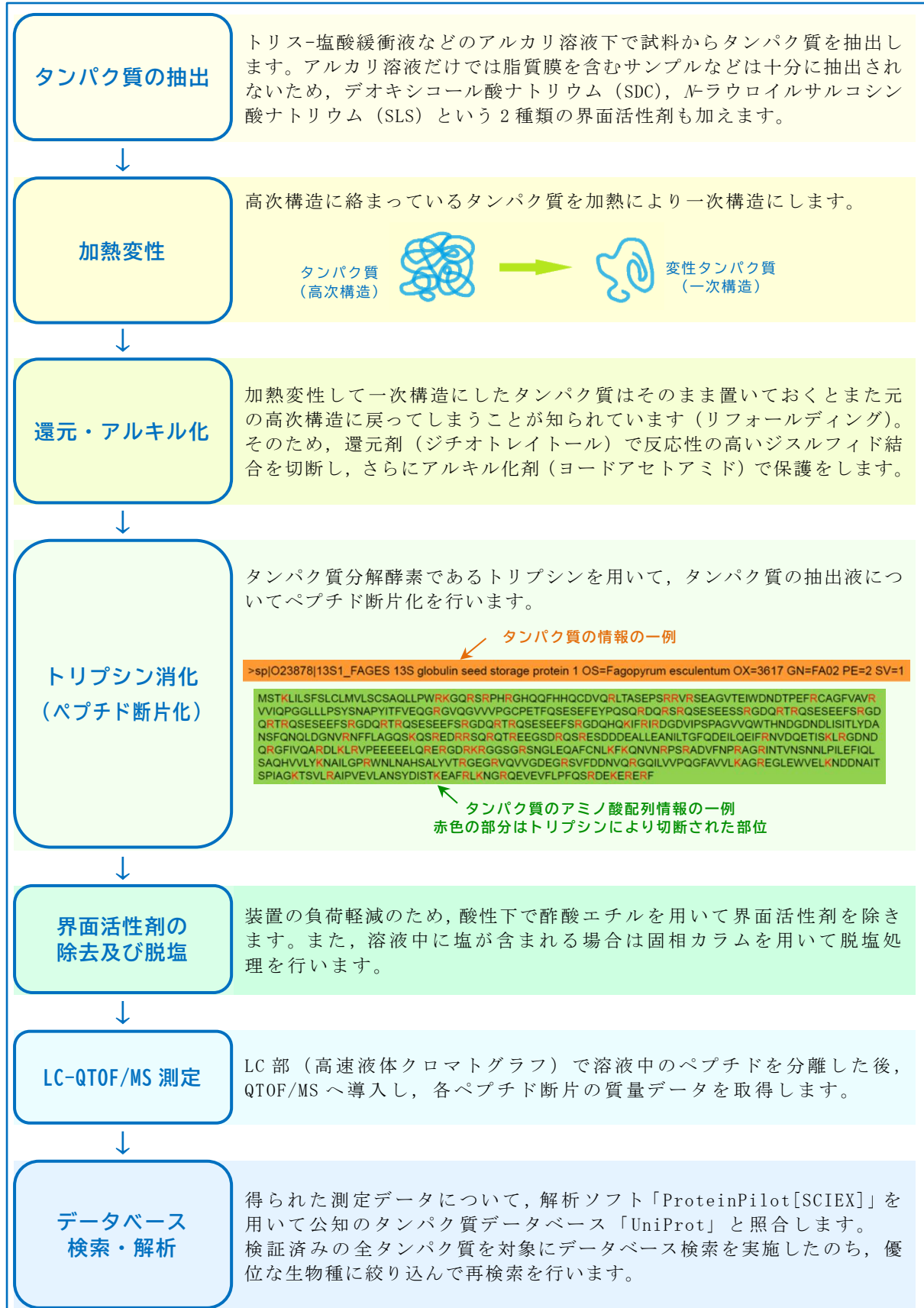


写真-1 LC-QTOF/MSの外観

「タンパク質の検索」の試験概要

一般的な試験の流れ^りを表-1に示しました。

表-1 「タンパク質の検索」の一般的な試験の流れ



異物検査への活用

製品から異物が発見され、異物検査を行った結果、動物組織であることはわかったものの、何の動物由来であるかや、どこの組織に由来するものかが特定できずに困ったことはありませんか。また、FT-IR（フーリエ変換赤外分光分析）の結果から「異物はタンパク質を主成分とするもの」と判明したものの、何由来のタンパク質なのか、それ以上の情報が得られずに異物の鑑定やその後の対策に悩まれるケースもあるかと思えます。顕微鏡観察やFT-IRといった既存の異物検査の手法では異物がタンパク質を主成分とするものであった場合、タンパク質の由来までを調べることは困難なことでした。そこで、当財団ではショットガンプロテオミクスを応用し、タンパク質を主成分とする異物の生物種及び組織の同定試験（異物のタンパク質の検索）を確立しました。

当財団にて作成した模擬異物の試験結果の一例を示します。

模擬異物の試験結果の一例

既存の異物検査（外観観察，顕微鏡観察，FT-IR）

異物は顕微鏡観察にて横紋筋が確認され、動物組織であることがわかりました。

しかし、何の動物由来であるかや、どこの組織に由来するものかはわかりません。



写真-2 異物の外観

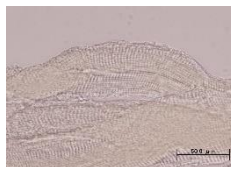


写真-3 異物の顕微鏡写真

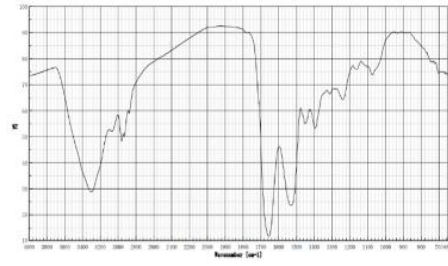


図-2 異物の赤外吸収スペクトル



異物のタンパク質の検索（LC-QTOF/MS）

表-2 異物のタンパク質の検索結果²⁾

| Protein | Representative Accession | Species | Name | Unused ProtScore |
|---------|--------------------------|---------------------|--|------------------|
| 1 | sp P02467 CO1A2_CHICK | CHICK ^{*1} | Collagen alpha-2(I) chain OS=Gallus gallus OX=9031 GN=COL1A2 PE=1 SV=3 ^{*2} | 40.03 |
| 2 | sp P02457 CO1A1_CHICK | CHICK | Collagen alpha-1(I) chain OS=Gallus gallus OX=9031 GN=COL1A1 PE=1 SV=3 | 31.5 |
| 3 | sp P04268 TPM1_CHICK | CHICK | Tropomyosin alpha-1 chain OS=Gallus gallus OX=9031 GN=TPM1 PE=1 SV=2 | 19.55 |
| 4 | sp P02606 MLEC_CHICK | CHICK | Myosin light chain 1, cardiac muscle OS=Gallus gallus OX=9031 PE=1 SV=3 | 14.12 |
| 5 | sp P68139 ACTS_CHICK | CHICK | Actin, alpha skeletal muscle OS=Gallus gallus OX=9031 GN=ACTA1 PE=1 SV=1 | 14.05 |

^{*1} 生物種の検索結果が表示されます。

今回の異物は「CHICK」（ニワトリ）に由来するものであるとわかります。

^{*2} 同定されたタンパク質の名称などの情報が表示されます。

例えば、Protein 1 は Gallus gallus（ニワトリ）の Collagen（コラーゲン）であることがわかります。



結果

異物はニワトリに由来するもので、コラーゲン、ミオシン、アクチンなどの筋組織に関する成分を検出していることから、ニワトリの筋線維であると考えられました。

「タンパク質の検索」の強み

模擬異物の試験結果の一例で試験した模擬異物は、鶏の手羽先を 180 °C の高温の油で揚げたものでした。ショットガンプロテオミクスを用いた「タンパク質の検索」ではタンパク質中のペプチド断片をターゲットとしていますので、加熱や加工による影響を受けにくく、異物のタンパク質の由来推定が可能となります。

加熱や加工が結果に与える影響を鶏の手羽先以外にも模擬異物を作製して検証しました。その結果、チーズを焦がしたものからはウシ由来のカゼイン、豚のもつ煮込みからはブタ由来のアルブミンやヘモグロビン、目玉焼きの白身部分からはニワトリ由来のオボアルブミン、オボトランスフェリン及びオボムコイドを同定することができました。

加熱を受けた異物や加工食品から発見された異物についてタンパク質の由来推定ができる点は本法の大きな強みと言えます。

表-3 既存の異物検査に付随して実施可能なオプション試験の新旧比較

| 従来のオプション試験 |
|---|
| <p><u>DNA 塩基配列解析試験</u></p> <p>問題点：DNA は加熱や加工の影響を受けやすいため、異物の状態によっては由来の推定はできない</p> <p><u>組織標本の作製</u></p> <p>問題点：異物の組織標本を作製し、特徴的な形態を顕微鏡観察することで組織を推定するため、タンパク質の由来まではわからない</p> |
| 新規オプション試験 |
| <p><u>異物のタンパク質の検索</u></p> <p>長所①：DNA ではなくタンパク質のペプチド断片をターゲットとしているため、加熱や加工による影響を受けにくく、タンパク質の由来の推定が可能。</p> <p>長所②：生物種及び組織（機能）の両方についての推定が可能</p> |

おわりに

プロテオミクスの進歩は食品安全や品質管理においても重要な役割を果たしています。特にショットガンプロテオミクスを用いた「タンパク質の検索」は、試料中のタンパク質を網羅的に同定する際に有用です。特定の生物種や組織に由来するタンパク質の識別が可能となることから、今後ますますの利用が期待されます。当財団はこうした最新技術を注視しつつ、受託検査を通じて皆様の安心・安全のお役に立てるように努めてまいります。

参考文献(参考資料)

- 1) Takahashi, Y. et al. Investigation of foreign amylase adulteration in honey distributed in Japan by rapid and improved native PAGE activity staining method. *Journal of Applied Glycoscience*. 2023, 70, p. 67-73.
- 2) UniProt Consortium. “UniProt:The Universal Protein Resource”. UniProt. <https://www.uniprot.org/>, (参照 2024-08-23) .

有機フッ素化合物

はじめに

近年、日本各地の河川などから水道水の暫定目標値を上回る有機フッ素化合物(以下 PFAS)が検出され問題になっています。最近では、2023年10月に岡山県吉備中央町の円城浄水場で国の暫定目標値の28倍の濃度のPFASが検出されました¹⁾。今回は度々注目を集めるPFASについての概要と規制、弊財団で実施している分析方法についてご紹介します。

PFAS とは

PFASとは²⁾有機フッ素化合物の総称で非常に数多くの物質が存在します。PFASについて国際的に統一された定義はありません。経済協力開発機構(OECD)は、「少なくとも1つの完全にフッ素化されたメチル又はメチレン基(フッ素が結合している炭素原子に、H, Cl, Br, I原子が結合していないもの)を含むフッ素化物質」³⁾と定義しています。代表的なPFASを表-1に示します。

表-1 代表的なPFAS

| | |
|--|---|
| <p>パーフルオロオクタンズルホン酸(PFOS)</p> $\begin{array}{cccccccc} & \text{O} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} \\ & & & & & & & & \\ \text{HO} & -\text{S} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{F} \\ & & & & & & & & \\ & \text{O} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} \end{array}$ | <p>パーフルオロオクタン酸(PFOA)</p> $\begin{array}{cccccccc} & \text{O} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} \\ & & & & & & & & \\ & \text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{F} \\ & / & & & & & & & \\ \text{HO} & & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} \end{array}$ |
| <p>パーフルオロヘキサンスルホン酸(PFH₆S)</p> $\begin{array}{ccccccc} & \text{O} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} \\ & & & & & & \\ \text{HO} & -\text{S} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{F} \\ & & & & & & \\ & \text{O} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} \end{array}$ | <p>パーフルオロノナン酸(PFNA)</p> $\begin{array}{cccccccc} & \text{O} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} \\ & & & & & & & & \\ & \text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{C} & -\text{F} \\ & / & & & & & & & \\ \text{HO} & & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} & \text{F} \end{array}$ |

PFASは疎水性と親水性の両方の機能を持つため、カーペット、家具、紙、布コーティング、フッ素樹脂、消火用泡など、日常的に使用する製品に広範に使用されています。PFASは、化学的に非常に安定な構造のため、環境中における残留性が高く、動物やヒトは環境及び食物等により非意図的にばく露され、血液から検出されています⁴⁾。

世界保健機関(WHO)傘下の国際がん研究機関(IARC)が2023年11月30日に、PFOAをグループ1に、PFOSをグループ2Bに分類しました⁵⁾。IARCによる発がん性の分類を表-2に示します。

表-2 IARCによる発がん性分類

| グループ | 評価内容 |
|------|----------------------|
| 1 | ヒトに対して発がん性がある |
| 2A | おそらくヒトに対して発がん性がある |
| 2B | ヒトに対して発がん性がある可能性がある |
| 3 | ヒトに対する発がん性について分類できない |

PFAS に関する規制

国際的な規制

PFAS の製造・使用・輸出入については「残留性有機汚染物質に関するストックホルム条約 (POPs 条約)」で国際的に規制されています。2009 年に PFOS 及びその塩が附属書 B(制限)に追加され、2019 年には PFOA とその塩類及び PFOA 関連物質が附属書 A(廃絶)に追加されました⁶⁾。さらに、2022 年には PFHxS が附属書 A(廃絶)に追加されました⁷⁾。

日本の規制

水道水中の PFAS については、厚生労働省が 2020 年に水質管理目標設定項目に位置付け PFOS と PFOA の含量で 50 ng/L 以下とする暫定目標値を定めました⁸⁾。また、PFHxS についても、2021 年 4 月 1 日に要検討項目として位置づけられました。

米国の規制

米国環境保護庁(EPA)は、2024 年 4 月 10 日に最終化された PFAS に関する飲料水規制を公表しました。飲料水規制の概要を表-3 に示します。公共用施設は今後 3 年以内に飲料水中の下記 PFAS のモニタリングを開始し、2027 年より測定値に関する情報を公開することが求められています。また、モニタリングより基準超過が認められた場合は 5 年以内(2029 年まで)に削減措置を講じることが求められています⁹⁾。

表-3 飲料水規制の概要

| 対象物質 | 最大汚染レベル目標値 ^{*1} | 最大汚染レベル (規制実施可能なレベル) |
|-------------------------------|--------------------------|-------------------------|
| PFOA | 0 | 4 ng/L |
| PFOS | 0 | 4 ng/L |
| PFHxS | 10 ng/L | 10 ng/L |
| PFNA | 10 ng/L | 10 ng/L |
| GenX | 10 ng/L | 10 ng/L |
| 混合物 (PFHxS, PFNA, GenX, PFBS) | 1 ^{*2} | 1 ^{*2} |

※1 健康にリスクがないと知られているか、期待されている値。ただし規制値ではない。

※2 実測値をそれぞれの指標値*で除して得た割合の合計

*PFNA: 10 ng/L, PFHxS: 10 ng/L, PFBS: 2000 ng/L GenX: 10 ng/L

$$\frac{[GenXwater]}{10} + \frac{[PFBSwater]}{2000} + \frac{[PFNAwater]}{10} + \frac{[PFHxSwater]}{10}$$

欧州の規制

EU 飲料水指令 2020/2184 では、PFAS の総量を 0.1 μ g/L に設定しています。対象となる物質は C=4~13 の 20 種類の PFAS です。さらに EU 規則 2023/915 では、動物性食品中の PFAS の最大値基準値を設定しています。EU 2023/915 から一部抜粋した最大基準値を表-4 に示します¹⁰⁾。

表-4 EU 2023/915 動物性食品中の最大基準値 (μ g/kg wet weight)

| 対象食品 | PFOS | PFOA | PFNA | PFHxS | 合計 |
|-----------|------|------|------|-------|-----|
| 卵 | 1.0 | 0.30 | 0.70 | 0.30 | 1.7 |
| 魚筋肉* | 2.0 | 0.20 | 0.50 | 0.20 | 2.0 |
| 甲殻類と二枚貝 | 3.0 | 0.70 | 1.0 | 1.5 | 5.0 |
| 牛, 豚, 鶏筋肉 | 0.30 | 0.80 | 0.20 | 0.2 | 1.3 |

*乳幼児向け食品の製造を目的する場合など

食品中の PFAS 分析

現在国内では食品中の PFAS 規制はありませんが、EU ではすでに規制が進んでいます。2024 年 4 月 26 日には、農林水産省が国内で流通する各種食品中の PFAS (PFOS, PFOA, PFNA 及び PFHxS) の含有実態調査を行うことを公表¹¹⁾しており、今後も食品中の PFAS 分析の需要は高まっていくと思われます。

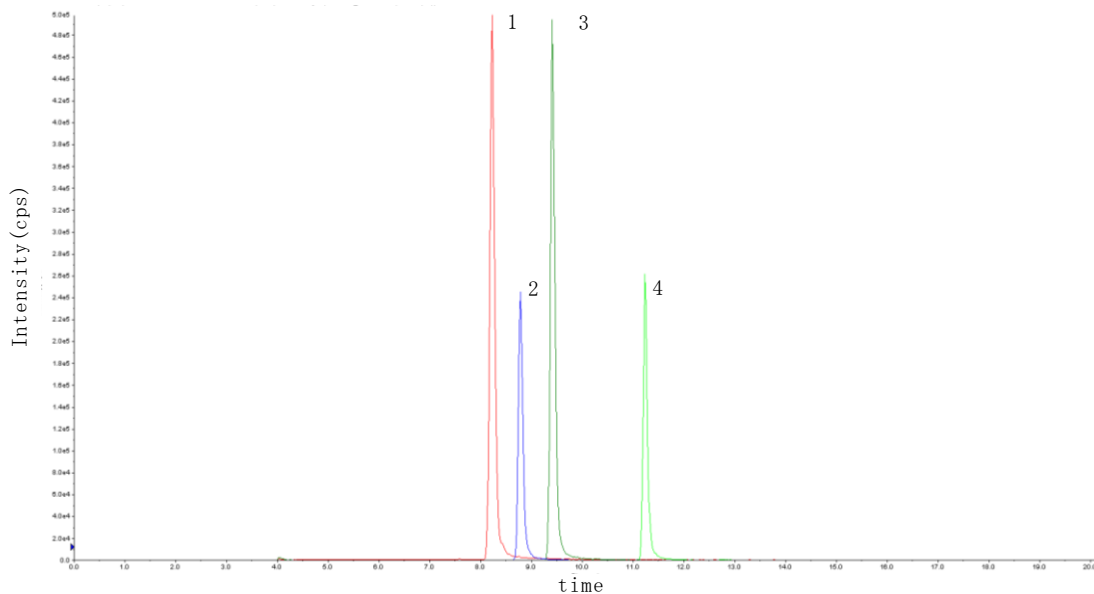
弊財団で行っている食品中の PFAS 分析の一例をご紹介します。

食品中の PFAS 分析では、QuEChERS 法を採用しています¹²⁾¹³⁾。QuEChERS 法とは塩類や精製用の充填剤をサンプルとともに振り混ぜ、遠心分離する分散固相抽出 (dSPE) による前処理法のことです。この方法の特徴である迅速 (**Q**uick), 簡単 (**E**asy), 低価格 (**C**heap), 効果的 (**E**ffective), 堅牢性 (**R**ugged), 安全 (**S**afe) の頭文字から QuEChERS 法と呼ばれています。

採取した試料にサロゲート物質を添加し、水、アセトニトリル、ぎ酸を加え振り混ぜます。そこに塩類を含んだ QuEChERS 試薬を加えます。本試薬を加え振り混ぜ、遠心分離すると試薬の塩析効果により、アセトニトリル層に PFAS が抽出されます。次に、このアセトニトリル層を dSPE 吸着剤 (MgSO₄ PSA GCB を含む) に加えて振り混ぜることで精製を行います。遠心分離後、上清を分取し濃縮乾固後定容して LC-MS/MS へ注入します。標準溶液のクロマトグラムの一例を図-2 に示します。



図-1 食品中の PFAS 分析法の試験工程



1. PFOA 2. PFHxS 3. PFNA 4. PFOS

図-2 PFAS の標準溶液クロマトグラムの一例

おわりに

PFAS の概要、規制及び弊財団での試験法についてご紹介しました。日本国内では食品の規制がまだ始まっていませんが、目標値や分析法開発の検討は進んでいます。諸外国では日本に比べ規制値が厳しく、今後諸外国に追随して国内の規制も見直される可能性があります。

弊財団では、ご紹介した食品以外の PFAS 分析も受託しておりますのでお気軽にお問い合わせください。

参考文献(参考資料)

- 1) 吉備中央町 円城浄水場有機フッ素化合物等の検出について
<https://www.town.kibichuo.lg.jp/uploaded/attachment/9064.pdf> (参照 2024-08-14).
- 2) 環境省 PFOS、PFOA 以外の PFAS に係る国際動向
<https://www.env.go.jp/content/000123227.pdf> (参照 2024-08-14).
- 3) A New OECD Definition for Per- and Polyfluoroalkyl Substances
<https://pubs.acs.org/doi/epdf/10.1021/acs.est.1c06896> (参照 2024-08-14).
- 4) PFAS の規制動向と対応技術 第 18 節 食品中に含まれる PFAS の分析
- 5) 食品安全委員会 PFOA (パーフルオロオクタン酸) 及び PFOS (パーフルオロオクタンスルホン酸) に対する国際がん研究機関 (IARC) の評価結果に関する Q&A
https://www.fsc.go.jp/foodsafetyinfo_map/pfoa_and_pfos_faq.html (参照 2024-08-14).
- 6) 環境省 PFAS に対する総合戦略検討専門家会議 参考資料 1 「PFOS、PFOA に係る国際動向」
<https://www.env.go.jp/content/000150402.pdf> (参照 2024-08-14)
- 7) 経済産業省 ニュースリリース
<https://www.meti.go.jp/press/2022/06/20220621004/20220621004-1.pdf> (参照 2024-08-14).
- 8) 水道基準に関する省令の制定及び水道法施行規則の一部改正等について 平成 15 年 10 月 10 日健発第 1010004 号 [最終改正 令和 4 年 3 月 31 日生食発 0331 第 3 号] 別添 1 水質管理目標設定項目
- 9) 食品安全委員会 米国環境保護庁 (EPA) の PFAS に関する飲料水規制について
<https://www.fsc.go.jp/fsciis/attachedFile/download?retrievalId=kai20240426sol&fileId=140> (参照 2024-08-14).
- 10) Commission Regulation (EU) 2023/915
<https://eur-lex.europa.eu/eli/reg/2023/915/oj> (参照 2024-08-14).
- 11) 農林水産省 報道発表資料
<https://www.maff.go.jp/j/press/syouan/seisaku/240426.html> (参照 2024-08-14).
- 12) Guidance Document on Analytical Parameters for the Determination of Per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Food and Feed (Version 1.2 EURL POPs)
- 13) Determination of 30 Per and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in Food and Feed using Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry (LC-MS/MS) (Version 2024. US FDA)