

事 務 連 絡
令和 4 年 11 月 29 日

内閣府食品安全委員会事務局評価第一課 御中

厚生労働省医薬・生活衛生局
食 品 基 準 審 査 課

「ポリビニルアルコール」の成分規格（案）の変更について

令和 4 年 6 月 22 日付けで食品安全委員会に食品健康影響評価の依頼を行い、同月 28 日に食品安全委員会に説明を行った「ポリビニルアルコール」について、下に示す理由により別紙のとおり、指定等要請者の概要書（以下「概要書」という。）に記載されている規格案と一部異なる規格案を採用することとした。

修正の理由

概要書の表 2 に記載されている成分規格案のうち、純度試験（3）メタノール及び酢酸メチルに記載されている残留溶媒試験法は、パックドカラムを用いる非常に古い方法である。そのため、特殊なカラムを新たに購入して試験を行う必要があり、現在の検査機関での実施が困難であると思われる。

以上より、現在の技術に則した、また汎用性を考慮した試験法（別紙の左欄）を残留溶媒試験法として採用することとした。



⑰純度試験(3)について概要書案に代わり、以下の案を採用する

修正案	(参考) 概要書に記載の案
<p>純度試験</p> <p>(3)メタノール及び酢酸メチル</p> <p>メタノール 1.0%以下</p> <p>酢酸メチル 1.0%以下</p> <p>本品約0.2gを精密に量り、20mLの専用バイアル瓶に入れ、内標準液1mL及びジメチルスルホキシド4mLを正確に加え、かくはん子を入れて密栓し、直ちに110℃で60分間かくはんし、検液とする。ただし、内標準液は1-プロパノール0.5gを量り、ジメチルスルホキシドを加えて正確に100mLとする。別にメタノール及び酢酸メチルを約5.0gずつ精密に量り、それぞれジメチルスルホキシドを加えて正確に50mLとし、標準液A1及び標準液A2とする。標準液A1及び標準液A2をそれぞれ1mLずつ正確に量って混合し、ジメチルスルホキシドを加えて正確に10mLとし、標準液Bとする。次に、標準液B5mLを正確に量り、ジメチルスルホキシドを加えて正確に50mLとし、標準液Cとする。標準液C1mL、4mL、8mL及び10mLを正確に量り、それぞれ20mLのメスフラスコに入れ、内標準液を4mLずつ正確に加えてジメチルスルホキシドで正確に20mLとする。これらの液5mLずつを正確に量り、それぞれ別の専用バイアル瓶に入れ、かくはん子を入れて密栓し、直ちに110℃で60分間かくはんし、検量線用標準液とする。検液及び4濃度の検量線用標準液につき、次の操作条件でヘッドスペースガスクロマトグラフィーを行う。内標準法により、検量線からメタノール及び酢酸メチル量を求める。</p> <p>操作条件</p> <p>検出器 水素炎イオン化検出器</p> <p>カラム 内径0.25mm、長さ30mのフューズドシリカ</p>	<p>純度試験</p> <p>(3)メタノール及び酢酸メチル</p> <p>メタノール 1.0%以下</p> <p>酢酸メチル 1.0%以下</p> <p>乾燥物換算した本品約2gを精密に量り、100mLの耐圧ねじ口瓶に入れ、水98mL及びアセトン30μLを加え、密栓する。かくはんしながら水浴中で液が透明になるまで加熱する。冷後、この液を検液とする。別に、メタノール及び酢酸メチル2)をそれぞれ1.2%v/v含む混合溶液2mL、水98mL及びアセトン30μLを耐圧ねじ口瓶に入れ、以下検液と同様に操作して標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ0.4μLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液のアセトンのピーク面積に対するメタノール及び酢酸メチルのピーク面積の比QTa及びQTb並びに標準液のアセトンのピーク面積に対するメタノール及び酢酸メチルのピーク面積の比QSa及びQsbを求め、以下の式によりメタノール及び酢酸メチルの量を求める。</p> <p>メタノールの量(%) = $QTa/QSa \times Csa / \text{試料の採取量(g)} \times V \times 0.79 \times F \times 100$</p> <p>酢酸メチルの量(%) = $QTb/Qsb \times Csb / \text{試料の採取量(g)} \times V \times 0.93 \times F \times 100$</p> <p>ただし、Csa: 標準液中のメタノールの濃度 (0.24μL/mL)</p> <p>Csb: 標準液中の酢酸メチルの濃度 (0.24μL/mL)</p> <p>V: 検液の量 (100mL)</p> <p>F: 換算係数 (1/1000 mL/μL)</p> <p>メタノールの比重は0.79、酢酸メチルの比重は0.93</p>

<p>管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25 μm の厚さで被覆したもの</p> <p>カラム温度 40°Cを 10 分間保持後、毎分 20°Cで 180°Cまで昇温し、180°Cを 4 分間保持する。</p> <p>注入口温度 180°C</p> <p>検出器温度 200°C</p> <p>キャリアーガス 窒素</p> <p>流量 酢酸メチルのピークが約 4 分後に現れるように調整する。</p> <p>注入方式 スプリット</p> <p>スプリット比 1 : 10</p> <p>ヘッドスペースサンプラーの操作条件</p> <p>バイアル内平衡温度 110°C</p> <p>バイアル内平衡時間 30 分</p> <p>注入量 1.0mL</p>	<p>操作条件</p> <p>検出器 水素炎イオン化検出器</p> <p>カラム 内径約 3 mm、長さ 2~3m のガラス管に 180~300 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体 3) を充てんする。</p> <p>カラム温度 160°C</p> <p>注入口温度 160°C</p> <p>検出器温度 160°C</p> <p>キャリアーガス 窒素又はヘリウム</p> <p>流量 30mL/min</p> <p>システムの再現性 標準溶液 0.4 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アセトンのピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0%以下である。</p>
---	---