

(案)

食監発第 号
食基発第 号
平成 19 年 月 日

各都道府県
各政令市
各特別区

衛生主管部(局)長 殿

厚生労働省医薬食品局食品安全部

監視安全課長

基準審査課長

割りばしに係る監視指導について

割りばしに残留する防かび剤等の監視指導については、平成 15 年 1 月 21 日食監発第 0121001 号、食基発第 0121001 号監視安全課長、基準審査課長通知「割りばしに係る監視指導について」により、貴職において検査を実施した場合には、その検査結果の連絡をお願いしているところですが、今般、厚生労働科学研究費補助金食品安全確保研究事業の研究成果を踏まえ、下記のとおり、試験法を改正するとともに、これまでの残留実態を踏まえ、その限度値を引き下げる等の改正を行ったので、この旨ご了知のうえ、運用に遺憾のないようご配慮願います。

なお、貴職において検査を実施した場合には、防かび剤等の検出の有無にかかわらず検査結果を別添様式にて当職あてご連絡願います。

また、平成 15 年 1 月 21 日食監発第 0121001 号、食基発第 0121001 号監視安全課長、基準審査課長通知「割りばしに係る監視指導について」は、本日をもって廃止する。

記

1 検査

- (1) 試験においては、同一と考えられるロットを特定した上で、当該ロットを代表する検体を任意の 3 カ所から 1 膳ずつ採取し、その 3 膳の検査値の平均をその代表値とする。分析結果は割りばし 1 膳当たりの溶出量として求める

こと。

(2) 検査項目は次のものである。

ア オルトフェニルフェノール(OPP)

イ チアベンダゾール(TBZ)

ウ ジフェニル(DP)

エ イマザリル

オ 二酸化硫黄又は亜硫酸塩類

(3) 検査の方法は別紙1, 2又はこれらと同等以上の性能を有すると認められる試験法とする。

2 措置

溶出検査の結果、防かび剤が検出された場合、または、二酸化硫黄及び亜硫酸塩については、4mgを上回る二酸化硫黄が検出された場合には、当該割りばしの販売者(輸入者を含む)に対して自主的な措置等を指導すること。また、その際には、速やかに厚生労働省医薬食品局食品安全部監視安全課あて連絡すること。

なお、タルクを製造工程において使用する場合には、食品添加物規格に合致するものを使用するよう指導すること。

(別添様式)

割りばしの検査結果

自治体名

報告年月日

1 検査結果 (1膳当たりの溶出量)

検査年月日	溶出量 (mg)					製造国	材質
	OPP	TBZ	DP	イマザリル	二酸化硫黄 又は 亜硫酸塩類		

(注)

二酸化硫黄又は亜硫酸塩類については二酸化硫黄量として記載すること。
製造国欄には、国名(国内産のものは国産と記載)を記載すること。輸入品であるが製造国を同定できない場合は「輸入」、輸入・国産の別も不明の場合は「不明」と記載すること。
材質欄には、材質名を記載すること。竹製は「竹」、木製は「木」を記載して差し支えないこと。

2 限度値を超えたもの

物質名		検査年月日	
1膳あたりの溶出量		検査機関 所在地、連絡先 名称	
販売者	所在地、連絡先		
	名称		
製造者 (輸入者)	所在地、連絡先		
	名称		

防かび剤 (オルトフェニルフェノール、チアベンダゾール、ジフェニル及びイマザリル)

溶出試験

1 装置

蛍光検出器付き及びUV検出器付き液体クロマトグラフを用いる。確認はガスクロマトグラフィー・質量分析計を用いる。

2 試薬・試液

オルトフェニルフェノール $C_6H_5C_6H_4OH$ 本品は *o*-フェニルフェノール 99%以上を含む。

チアベンダゾール $C_{10}H_7N_3S$ 本品はチアベンダゾール 98%以上を含む。

ジフェニル $C_6H_5C_6H_5$ 本品はビフェニル 99.5%以上を含む。

イマザリル $C_{14}H_{14}Cl_2N_2O$ 本品はイマザリル 98%以上を含む。

ドデシル硫酸ナトリウム $CH_3(CH_2)_{11}OSO_3Na$ 本試験を行うとき、試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

オルトフェニルフェノール、チアベンダゾール及びジフェニル混合標準溶液

オルトフェニルフェノール、チアベンダゾール及びジフェニル各 10mg をそれぞれメタノールに溶かし 100ml とする。これら各 10ml を混合し、移動相を加えて 100ml とする。本液 1ml はオルトフェニルフェノール、チアベンダゾール及びジフェニル各 10 μ g を含む。

イマザリル標準溶液

イマザリル 10mg をメタノールに溶かし 100ml とする。その 10ml を採り、移動相を加えて 100ml とする。本液 1ml はイマザリル 10 μ g を含む。

3 試験溶液の調製

25ml 共栓付試験管に 20 %エタノール 20ml を入れて 60 $^{\circ}C$ に加温する。試料の割りばし 1 本 (1 膳の半分) を 2 つに切断して浸漬し、60 $^{\circ}C$ に保ちながら 30 分間放置したのち、試料を除いてろ過し試験溶液とする。

4 操作法

(1) 検量線の作成

オルトフェニルフェノール、チアベンダゾール及びジフェニル混合標準溶液またはイマザリル標準溶液及びそれらを移動相で適宜希釈した溶液をそれぞれ 20 μ l ずつ用いて次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、得られた液体クロマトグラムからオルトフェニルフェノール、チアベンダゾール、ジフェニル及びイマザリルのピーク高さまたはピーク面積を求め、それぞれの検量線を作成する。

操作条件

カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム 内径 4.6mm、長さ 250mm のステンレス管

移動相 アセトニトリル：メタノール：水の混液 (5:60:35) に、最終濃度が 0.01mol/l となるようにドデシル硫酸ナトリウムを添加し、リン酸で pH を 2.7 に調整する。オルトフェニルフェノールが約 10 分で流出する流速に調節する。

カラム温度 40℃

検出器 蛍光検出器を用い、励起波長 285nm、蛍光波長 325nm で操作する。ただし、イマザリルの測定においては移動相及び検出器を下記の条件とする。

移動相 メタノール：水の混液 (75:25)。イマザリルが約 11 分で流出する流速に調節する。

検出器 紫外外部吸光検出器を用い、波長 230 nm で操作する。

(2) 試験

試験溶液 20 μ l を用いて (1) 検量線の作成の場合と同様の操作条件により液体クロマトグラフィーを行い、得られた液体クロマトグラムから各ピーク高さ又はピーク面積を求める。それぞれの検量線を用いて試験溶液中のオルトフェニルフェノール、チアベンダゾール、ジフェニル及びイマザリルの濃度を求める。

各化合物の割りばし 1 膳中の溶出量(mg)

$$= \text{各化合物の試験溶液中濃度}(\mu \text{ g/ml}) \times \text{試験溶液量}(20\text{ml}) \times 2 / 1000$$

(3) 定量限界

本法の定量限界は、オルトフェニルフェノール 0.05 μ g/ml、チアベンダゾール 0.05 μ g/ml、ジフェニル 0.5 μ g/ml 及びイマザリル 0.2 μ g/ml である。

5 確認法

上記において試験溶液よりピークが検出された場合には、1 膳の割りばしのもう 1 本をメタノールに浸漬し、60℃に保ちながら 30 分間放置した後、そのろ液を以下の条件によりガスクロマトグラフィー・質量分析を行い、得られたピークが当該物質の標準溶液と同じ保持時間及びマススペクトルを持つこと確認する。

操作条件

カラム 内径 0.25mm、長さ 30m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用 14%シアノプロピルフェニルポリシロキサン含有ジメチルポリシロキサンを 0.25 μ m の厚さでコーティングしたものをを用いる。

カラム温度 40℃で 1 分間保持後、毎分 20℃で昇温して 200℃とし、さらに毎分 10℃で昇温し、300℃に到達後 1 分間保持する。

注入口温度： 220℃

キャリアーガス：ヘリウムを用いる。オルトフェニルフェノールが約 10 分で流出する流速に調整する。

(参考)

- 平成15年度厚生労働科学研究費補助金 食品安全確保研究事業「食品用器具・容器包装等の安全性確保に関する研究」主任研究者 河村葉子 国立医薬品食品衛生研究所

亜硫酸

溶出試験

1 装置

電気伝導度検出器付き又は UV 検出器付きのイオンクロマトグラフ又は液体クロマトグラフを用いる。

2 試薬・試液

水 精製水若しくは蒸留水に窒素ガス若しくはヘリウムガスを通気して5分間以上脱気したもの又は用時採取の超純水を用いる。

亜硫酸水素ナトリウム NaHSO_3 [K 8059,特級]

二酸化硫黄標準原液 亜硫酸水素ナトリウム 152mg を1%トリエタノールアミン溶液に溶かして100mlとする。本液1mlは二酸化硫黄1mgを含む。

二酸化硫黄標準溶液 二酸化硫黄標準原液 10ml に水を加えて100mlとする。用時調製する。本液1mlは二酸化硫黄100 μg を含む。

3 試験溶液の調製

25ml 共栓付試験管に水 20ml を入れて 95 $^{\circ}\text{C}$ に加温する。試料の割りばし1本を2つに切断して浸漬し、95 $^{\circ}\text{C}$ で30分間溶出を行い、試料を除いてろ過しこれを試験溶液とする。

4 操作法

(1) 検量線の作成

二酸化硫黄標準溶液及びそれらを適宜水で希釈した溶液をそれぞれ 50 μl ずつ用いて次の操作条件でイオンクロマトグラフィーまたは液体クロマトグラフィーを行い、得られたクロマトグラムから二酸化硫黄のピーク高さまたはピーク面積を求め、それぞれの検量線を作成する

操作条件

カラム 内径 4mm、長さ 200mm 又は内径 4.6mm、長さ 150mm のメタルフリー管に陰イオン交換樹脂 (第四級アンモニウム) を充てんしたものを用いる。

ガードカラム 内径 4mm、長さ 50mm 又は内径 4.6mm、長さ 10mm のメタルフリー管に陰イオン交換樹脂 (第四級アンモニウム) を充てんしたものを用いる。

カラム温度 35 $^{\circ}\text{C}$ 又は 40 $^{\circ}\text{C}$

移動相 カラムの種類に応じ 0.1mol/l 炭酸ナトリウム水溶液 21ml 及び 0.1mol/l 炭酸水素ナトリウム水溶液 8ml 又は 0.1mol/l 炭酸ナトリウム水溶液 32ml 及び 0.1mol/l 炭酸水素ナトリウム水溶液 19ml をとり、水を加えて 1L としたもの。

二酸化硫黄が約 12 分で流出する流速に調節する。

検出器 電気伝導度検出器または波長 210nm の UV 検出器を用いる。

(2) 試験

試験溶液 50 μ l を用いて (1) 検量線の作成の場合と同様の操作条件によりイオンクロマトグラフィーまたは液体クロマトグラフィーを行い、得られたクロマトグラムからピーク高さ又はピーク面積を求める。検量線を用いて試験溶液中の二酸化硫黄の濃度を求める。

$$\begin{aligned} & \text{割りばし1膳中の二酸化硫黄溶出量(mg)} \\ & = \text{二酸化硫黄の試験溶液中濃度}(\mu\text{g/ml}) \times \text{試験溶液量}(20\text{ml}) \times 2 / 1000 \end{aligned}$$

(参考)

- 平成15年度厚生労働科学研究費補助金 食品安全確保研究事業「食品用器具・容器包装等の安全性確保に関する研究」主任研究者 河村葉子 国立医薬品食品衛生研究所