

食安監発第 1113002 号  
食安基発第 1113002 号  
平成 19 年 11 月 13 日

各 検疫所長 殿

医薬食品局食品安全部監視安全課長  
基準審査課長  
(公印省略)

### 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 19 年 3 月 23 日付け食安発第 0323001 号「平成 19 年度輸入食品監視指導計画の策定について」に基づき、平成 19 年 3 月 30 日付け食安輸発第 0330005 号「平成 19 年度輸入食品等モニタリング計画」の実施についてにより実施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、割りばしに係る防かび剤等の残留等に係る試験法を改めるとともに、これまでの溶出実態等を踏まえ、限度値の引き下げ等を行い、下記のとおりとすることとしたので、御了知の上、運用に遺憾のないよう御配慮願います。

### 記

#### 1 検査

##### (1) 検体採取

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 膳ずつ採取する。

##### (2) 検査項目

###### ① 防かび剤

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

###### ② 二酸化硫黄又は亜硫酸塩類

### (3) 検査の方法

別紙 1、2 に示す方法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

試験の結果、次の場合には、当該製品の販売者（輸入者を含む）に対して当該製品の販売者（輸入者を含む）に対して自主的な措置等を講ずるよう指導すること。（下表参考）

### (1) 防かび剤

3 膳のいずれかの検体において、防かび剤が検出された場合。

### (2) 二酸化硫黄又は亜硫酸塩類

3 検体の溶出量の平均値が 1 膳当たり 4 mg を超えた場合。（この場合、3 検体の溶出量の平均値は、小数点以下第一位を四捨五入する。）

表. 防かび剤等の 1 膳当たりの限度値

検査対象物質	1 膳当たりの限度値
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 イマザリル	不検出
二酸化硫黄又は亜硫酸塩類	4 mg <sup>注</sup> （二酸化硫黄として）

(注) F A O / W H O 合同食品添加物専門家委員会 ( J E C F A ) で評価された二酸化硫黄の許容一日摂取量 ( A D I ) 0.7mg/kg 体重/日を、成人 ( 体重 50kg ) 当たりの許容摂取量に換算した値を基に、食品添加物として摂取する量や、割りばし中に残留する二酸化硫黄濃度の調査結果を考慮して設定した。

## 3 その他

輸入者に対し、製造者が製造工程においてタルクを使用する場合には、食品、添加物等の規格基準 ( 昭和 34 年厚生省告示第 370 号 ) に定められた食品添加物の規格基準に適合するものを使用するよう指導すること。

## 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  $\mu$ 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  $\mu$ 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、又はイマザリル標準溶液、並びにそれらを移動相で適宜希釈した溶液を、それぞれ 20  $\mu$ 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 (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)

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°C

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。

操作条件 (イマザリル)

操作条件 (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) を準用する。ただし、移動相及び検出器を以下の条件とする。

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  $\mu$ 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)

= 各化合物の試験溶液濃度( $\mu$  g/ml)  $\times$  試験溶液量(20ml)  $\times$  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  $\mu$  g/ml (1 膳当たり 0.002mg)、チアベンダゾール 0.05  $\mu$  g/ml (1 膳当たり 0.002mg)、ジフェニル 0.5  $\mu$  g/ml (1 膳当たり 0.02mg) 及びイマザリル 0.2  $\mu$  g/ml (1 膳当たり 0.008mg) である。

## 5 確認試験

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、溶出試験で用いた割りばしの残る 1 本をメタノールに浸漬し、60°C 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  $\mu$  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°C で 1 分間保持後、毎分 20°C で昇温して 200°C とし、さらに毎分 10°C

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

## 二酸化硫黄又は亜硫酸塩類

### 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  $\text{NaHSO}_3$  [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 $\mu\text{g}$ 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く。冷後、その5mlを採り水を加えて25mlとしろ過したものを試験溶液とする。

#### 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 $\mu\text{l}$ 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  $\mu$ 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。

割りばし 1 膳中の二酸化硫黄溶出量(mg)

$$= \text{二酸化硫黄の試験溶液濃度}(\mu \text{ g/ml}) \times \text{試験溶液量}(20\text{ml}) \times 5 \times 2 / 1000$$

(3) 定量限界

本法の定量限界は、試験溶液中の二酸化硫黄の濃度として、0.6  $\mu$  g/ml (1 膳当たり 0.12mg) である。

(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