

食安輸発第0401005号
平成20年4月1日

各検疫所長 殿

医薬食品局食品安全部監視安全課
輸入食品安全対策室長
(公印省略)

中国産グリセリンの取扱いについて

標記については、平成19年5月11日付け食安輸発第0511007号により通知したところですが、これまでの検査実績を踏まえ、今後は下記のとおり取り扱うこととしたので、御了知の上、対応方よろしく申し上げます。

なお、平成19年5月11日付け食安輸発第0511007号は、本通知をもって廃止します。

記

1. 対象食品

- (1) 中国産グリセリン
- (2) グリセリンを使用した中国産シロップ、清涼飲料水

2. 検査項目及び頻度

- (1) 本日以降、初回輸入される1の(1)の食品について、輸入者に対して成分規格に係る自主検査を実施するよう指導すること。
- (2) 本日以降、初回輸入される1の(2)の食品について、輸入者に対してジエチレングリコールに係る自主検査を実施するよう指導すること。
- (3) 継続的に輸入される1の(2)の食品については、平成20年3月31日付け食安輸発第0331004号に基づき、モニタリング検査を実施すること。

3. 検体採取方法

平成20年3月31日付け食安輸発第0331004号 別添の別表第2「添加物②不均一に分布するもの」により検体を採取すること。

4. 検査方法

別添の方法に準じて実施すること。

5. その他

検査によりジエチレングリコールを検出した場合にあつては、企画情報課検疫所業務管理室を通じて当室まで連絡すること。

5. ジエチレングリコール

(1) ガスクロマトグラフ法^{文献1)} (参考法)

本法は、主にワイン中に混入するジエチレングリコール (DEG) ($\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$)

を定量できる^{解説注1)}。

① 機器・試薬

ガスクロマトグラフ：水素炎イオン化検出器 (FID) 付きガスクロマトグラフで通常ガラスカラム使用可能なもの、またはキャピラリーカラム使用可能なもの。

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (GC-MS)：ガスクロマトグラフとして、キャピラリーカラムを使用できるもの。また、質量分析装置として、DEG のフラグメントイオン m/z 45 と m/z 75 を検出できるもの。

DEG 標準溶液：DEG100mg をメタノール 100.0ml に溶解する。さらに、その 5ml を採り、メタノールを加えて 100ml とする。

DEG 標準溶液 1ml = 50 μ g

検量線作成用には、この標準溶液を適宜メタノールで希釈し用いる。

アルミナカラム：アルミナ (中性、活性度 I) 15g を内径 20mm、長さ 300mm のガラスカラムに乾式法で充填する。なお、アルミナのロットによる活性の違いを確かめるため、あらかじめメタノールによる溶出条件を調べる。

② 試験溶液の調製

試料 5ml を量り、40° で減圧濃縮し、水分を留去する。残留物にメタノール 10ml を加えよく溶かし、可溶部をアルミナカラムに負荷したのち、メタノール 30ml で溶出する。溶出液を 40° で約 1ml まで減圧濃縮し、メタノールを加えて 5ml とし、試験溶液とする。

③ ガスクロマトグラフィーによる定量

(a) 通常カラムによる測定

(操作条件)

カラム：ガラス製 (内径 3mm、長さ 1.5m)

充てん剤：20% PEG20M, Chromosorb W (AW-DMCS), 80 ~ 100 メッシュ

カラム温度：205°

注入口および検出器温度：250°

キャリアーガス：窒素

流速：40ml/分

注入力：4 μ l

検出器：水素炎イオン化検出器 (FID)

得られた DEG のピーク高さによる絶対検量線法によって、ワイン中の DEG を定量する (図 6-19)。

(b) キャピラリーカラムによる測定

(操作条件)

カラム：50% phenyl methyl silicon (内径 0.52mm、長さ 10m)

カラム温度：90°

注入口温度：140°

検出器温度：250°

キャリアーガス：窒素

流速：6ml/分

注入量：2 μ l

検出器：水素炎イオン化検出器 (FID)

得られた DEG のピーク高さによる絶対検量線法によって、ワイン中の DEG を定量する。

④ ガスクロマトグラフ-質量分析法 (GC-MS 法) による確認

GC-MS 法による DEG の確認は、以下の測定条件で行う。

カラム：fused シリカ・キャピラリー・カラム (methyl silicon でクロスリンクされているもの、内径 0.20mm, 長さ 12.5m)

キャリアーガス：ヘリウム

カラムヘッド圧：0.75kg/cm²

スピリット比：1/30

チャンバー温度：280°

注入口温度：280°

イオン化電流：300 μ A

注入量：1 μ l

DEG のフラグメントイオン m/z 45 と m/z 75 によるマス・クロマトグラムと DEG に相当するピークのマス・スペクトルを比較し、確認する。試験溶液を 1/4 に濃縮すれば、5ppm まで確認することができる。

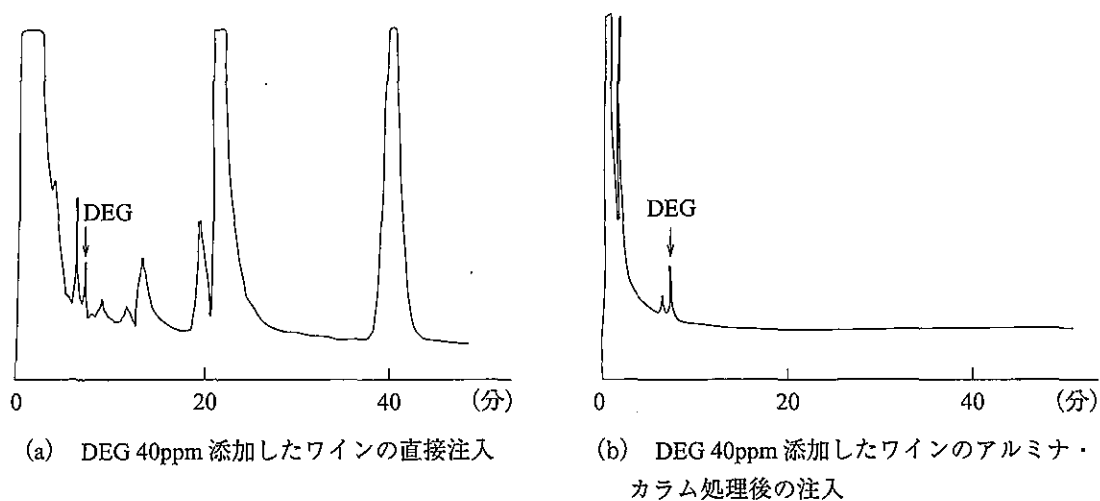


図 6-19 ワイン中のジエチレングリコール (DEG) のガスクロマトグラム例^{文献2)}

説

注解および留意点

- 1) 1985年7月、オーストリア産ワインに食品添加物として指定されていない DEG が混入されていることが判明し、厚生省は各都道府県にオーストリア原産のワインの緊急監視、指導を通達した。ワイン中の DEG の分析法としては、厚生省より暫定的に示されたエキストレルート・カラムを用いる分析法^{文献1)}、その方法に GC-MS による確認法を加えた分析法^{文献3)}、アルミナカラムを用いる分析法^{文献2)}がある。本法のクリーンアップ法は、アルミナカラムを用いる方法に従っている。本法による DEG の定量下限は 5ppm であり、DEG40ppm 添加による回収率は 85～88.5% である。

【参考文献】

- 1) 厚生省生活衛生局食品保健課：事務連絡（昭和60年7月27日）
- 2) 堀 義宏ら：食衛誌, 27, 2, 188 (1986)
- 3) 内山貞夫ら：食衛誌, 27, 3, 283 (1986)