

## 割りばし中防かび剤の溶出傾向の検討

船山 恵市<sup>1</sup>, 金子 令子<sup>1</sup>, 羽石 奈穂子<sup>1</sup>, 荻野 周三<sup>2</sup>

### Study on the Tendency of Dissolution of Fungicides from Splittable Wood Chopsticks

Keiichi FUNAYAMA<sup>1</sup>, Reiko KANEKO<sup>1</sup>, Nahoko HANEISHI<sup>1</sup> and Shuzo OGINO<sup>2</sup>

**Keywords:** 割りばし splittable wood chopsticks, 防かび剤 fungicide, イマザリル imazalil, オルトフェニルフェノール *o*-phenylphenol, チアベンダゾール thiabendazole, ジフェニル diphenyl, 溶出 dissolution

#### 緒言

食品衛生法では、天然素材である木や竹製の器具・容器包装についての材質別規格が設定されていない。

しかし、平成 6 年に山嶋ら<sup>1)</sup>が割りばしから防かび剤であるオルトフェニルフェノールを検出した。また平成 14 年には再び竹製割りばしに防かび剤使用の疑いが報道され、東京都立衛生研究所（現東京都健康安全研究センター）や厚生労働省検疫所の調査において二酸化イオウの残存が確認され<sup>2,3)</sup>、社会的関心が高まった。

そこで平成 15 年 1 月には厚生労働省より「割りばしに係る監視指導について」という通知<sup>4)</sup>がなされ、防かび剤及び漂白剤に関する試験法が示された。

この防かび剤試験法では、溶出試験に用いる食品疑似溶媒が 4 種類規定されている。しかし、割りばしは使用対象が食品全般にわたり、しかも防かび剤の溶出傾向が明らかではないため、実際に試験をするにあたりその選択が困難であった。

そこでイマザリル(以下 IMZ と略す)、オルトフェニルフェノール(以下 OPP と略す)、チアベンダゾール(以下 TBZ と略す)及びジフェニル(以下 DP と略す)の 4 種類の防かび剤を含有する割りばしを調製し、これら防かび剤の測定法及び溶出試験条件について検討を行ったので報告する。

#### 実験方法

##### 1. 試料

防かび剤の検出されない市販竹製割りばしを試料とした。

##### 2. 試薬及び標準溶液

IMZ: 残留農薬試験用標準品(純度 98.0%), OPP: 食品添加物試験用標準品(純度 99.5%), TBZ: 食品添加物試験用標準品(純度 100.0%), DP: 特級, 以上和光純薬工業(株)製, 2-フェニルフェノールナトリウム(以下 OPP-Na と略す): 東京化成工業(株)製, ラウリル硫酸ナトリウム(以下 SDS

と略す): イオンペークロマト用, 和光純薬工業(株)製, エタノール(99.5): 高速液体クロマトグラフ用, 和光純薬工業(株)製, アセトニトリル, メタノール, ヘプタン: 高速液体クロマトグラフ用, ナカライテスク(株)製, リン酸: 特級, 和光純薬工業(株)製, 酢酸: 精密分析用, 和光純薬工業(株)製  
IMZ, OPP, OPP-Na, TBZ 及び DP 標準溶液: 各試薬 10 mg を精秤し, メタノールでそれぞれ 100 mL にした液を各防かび剤の標準原液とした。本液 1 mL は防かび剤をそれぞれ 100 µg/mL 含む。これらの一定量を取り, 必要に応じメタノールあるいは移動相で希釈し, 標準溶液とした。

##### 3. 装置及び器具

液体クロマトグラフ(以下 HPLC と略す): (株)島津製作所製〔送液ポンプ LC-10AT, オープン CTO-10A, デガッサー-DGU-12A, UV 検出器 SPD-10A, 蛍光検出器 RF-535〕, オートサンプラー: システムインスツルメンツ(株)製 Model 33, ガスクロマトグラフ/質量分析計(以下 GC/MS と略す): サーモクエスト社製ボイジャー, 手振り振とう機: 旭テクノグラス(株)製 SHK-COCK2, ミクロフィルター: 日本ミリポア(株)製 親水性 PTFE メンブレン, 0.45 µm

##### 4. HPLC 測定条件

1) OPP, OPP-Na, TBZ 及び DP 測定条件 カラム: ジーエルサイエンス(株)製 Inertsil ODS-3 (4.6 mm i.d. × 250 mm, 粒径 5 µm), 移動相: アセトニトリル・メタノール・水 (5:60:35, 最終濃度が 0.01 M となるように SDS を添加し, リン酸で pH を 2.3 または 2.7 に調整した), 流速: 1 mL/min, カラム温度: 40 °C, 蛍光検出器: 励起波長 285 nm, 蛍光波長 325 nm

2) IMZ 測定条件 下記以外は 1)に同じ

移動相: メタノール・水(75:25), UV 検出器: 230 nm

\* 東京都健康安全研究センター食品化学部食品添加物研究科 169-0073 東京都新宿区百人町 3-24-1

\* Tokyo Metropolitan Institute of Public Health

3-24-1, Hyakunin-cho, Shinjuku-ku, Tokyo 169-0073 Japan

## 5. GC/MS 測定条件

- 1) OPP, OPP-Na, TBZ 及び IMZ 測定条件 カラム: HP1701 (0.25 mm i.d. × 30 m, 膜厚 0.25 μm), HP 社製, カラム温度: 40 (1 min) (20 /min) 200 (10 min) (10 /min) 280 (2 min), 注入方法: スプリットレスモード, 注入口温度: 220 , キャリヤーガス及び流量: He, 1 mL/min, インターフェイス温度: 250 , イオン源温度: 200 , 検出方法: SIM モード, 定量用イオン(m/z): OPP (OPP-Na) 170, TBZ 201, IMZ 215
- 2) DP 測定条件 下記以外は 1) に同じ  
検出方法: SCAN モード

## 6. 防かび剤含有割りばしの調製

- 1) 各防かび剤を単品で含有する割りばし IMZ, OPP, OPP-Na, TBZ の各 200 μg/mL メタノール溶液及び OPP-Na の 200 μg/mL 水溶液(以下 OPP-Na(水)と略す), また DP の 2,000 μg/mL メタノール溶液をそれぞれ共栓付きメスシリンダーに調製した. その中に防かび剤の検出されない割りばしを数日間浸漬し, 十分浸透させた後ドラフト内で 24 時間乾燥させて調製した. OPP-Na(水)のみ 48 時間乾燥させた. なお, 浸漬及び乾燥は室温で行った.
- 2) 防かび剤を 4 種含有する割りばし IMZ, OPP, TBZ を各 200 μg/mL 及び DP を 2,000 μg/mL 含有する混合メタノール溶液を調製し, 上記と同様に操作した.

## 7. 試験溶液の調製

- 1) 材質試験 割りばしを金づちでつぶして竹の繊維を縦方向にばらばらにし, さらに 2~4 mm 程度に細断したものを 1 g を精秤して 25 mL の共栓付き試験管に入れ, メタノール 20 mL を加えて密栓し, 15 分間超音波抽出した. その後, 残さにメタノール 20 mL を加えて再度 15 分間超音波抽出し, ろ液を合わせてメタノールで 50 mL とした. この液をマイクロフィルターでろ過し, HPLC 用試験溶液とした.
- 2) 溶出試験 割りばし 1 本を 2 つに切断して 25 mL の共栓付き試験管に入れ, 浸出用液(水, 4%酢酸, 20%エタノール, ヘプタン, 95%エタノール又はメタノール)20 mL を加えて密栓し, 時々振り混ぜながら各浸出条件で溶出した. この溶出液をマイクロフィルターでろ過し, HPLC 用試験溶液とした. ヘプタン溶液のみ GC/MS 用試験溶液とした.

## 8. 検量線の作成

- 1) HPLC IMZ, OPP, OPP-Na 及び DP の各メタノール標準溶液(0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1, 10, 100 μg/mL)を用いて測定を行い, 得られたピーク高によりそれぞれ検量線を作成した. TBZ はメタノール標準溶液(0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1, 10, 100 μg/mL)を移動相でさらに 2 倍に希釈し, 同様に検量線を作成した.
- 2) GC/MS OPP 及び OPP-Na のメタノール標準溶液(0.1,

1, 10 μg/mL), DP のメタノール標準溶液(0.5, 5, 10, 20 μg/mL), TBZ 及び IMZ のメタノール標準溶液(1, 5, 10 μg/mL)を用いて測定を行い, 得られたピーク面積によりそれぞれ検量線を作成した.

## 9. 材質試験における添加回収試験

あらかじめ金づちでつぶして細断した防かび剤不検出割りばし 1 g に対し, IMZ, OPP, TBZ 及び DP の各防かび剤 100 μg/mL あるいは 1,000 μg/mL を含む 4 種混合メタノール溶液を 1 mL 添加し, 共栓付き試験管内で 1 時間浸透させた. 抽出は 7. 試験溶液の調製 1) 材質試験に従ってメタノール 20 mL を加える操作以降を行い, 試験溶液について HPLC により定量分析を行った.

## 結果及び考察

### 1. 測定法の検討

1) HPLC 法及び GC/MS 法 HPLC による検量線はピーク高による絶対検量線法を用い, OPP 及び OPP-Na では 0.05 ~ 100 μg/mL, DP では 0.5 ~ 100 μg/mL, IMZ では 0.2 ~ 100 μg/mL の範囲で直線性のある良好な検量線が得られた. 定量限界は OPP 及び OPP-Na 0.05 μg/mL, DP 0.5 μg/mL, IMZ 0.2 μg/mL であった.

各ピークの保持時間は, OPP (OPP-Na) 10.3 min, TBZ 13.4 min, DP 31.0 min 及び IMZ 11.3 min であった.

ただし, TBZ のメタノール標準溶液を HPLC で測定すると, TBZ のピークが 2 つに分離する現象が見られた. そのため次項で検討を行った.

GC/MS による検量線はピーク面積による絶対検量線法を用い, OPP 及び OPP-Na では 0.1 ~ 10 μg/mL, TBZ 及び IMZ では 1 ~ 10 μg/mL, DP では 0.5 ~ 20 μg/mL の範囲で直線性のある良好な検量線が得られた. 定量限界は OPP 及び OPP-Na 0.1 μg/mL, TBZ 及び IMZ 1 μg/mL, DP 0.5 μg/mL であった.

各ピークの保持時間は, DP 8.5 min, OPP(OPP-Na) 10.0 min, TBZ 22.6 min, IMZ 23.6 min であった.

GC/MS による各試験溶液の測定は, IMZ 及び TBZ の感度が悪く, また 6 種の浸出用液中 4 種が水系であり, GC/MS より HPLC に適していることから, HPLC に直接注入できないヘプタン溶液のみの測定とした.

なお DP は OPP や TBZ と比べ HPLC の感度が約 10 倍低いいため, 防かび剤含有割りばしを調製する際に 10 倍の濃度で添加した. そのため GC/MS によるヘプタン溶出液の測定は, SIM モードでは感度が良すぎて希釈する必要があることから, SCAN モードで測定を行った.

以上の結果から, 主な測定は各試験溶液を前処理なしで測定でき, しかも OPP, TBZ 及び DP の 3 種の防かび剤を同時かつ高感度で測定できる HPLC を使用することとした.

2) TBZ のメタノール溶液測定上の問題点 TBZ のメタノール溶液をそのまま HPLC で測定した場合, TBZ のピー

クが2つに分離する現象が認められた。そこでこの現象を解消するために以下の検討を行った。

注入量を10 $\mu$ L、移動相のpHを2.3及び2.7にしてTBZの分析を行った結果、図1に示すクロマトグラムが得られた。pH2.3ではピークトップが2つに分離したが、pH2.7ではピークの形状は悪いものの1つのピークとして検出された。そこで注入量10 $\mu$ L及び移動相のpH2.7の条件でTBZのメタノール溶液を移動相で2倍に希釈して分析をしたところ、良好な形状のピークが得られた。なお、浸出用液として95%エタノール溶液を用いた場合もピークが2つに分離したが、上記操作により1つのピークとして検出された。

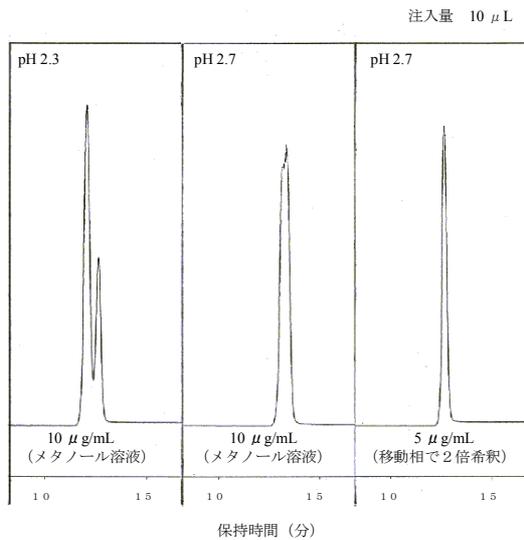


図1. 移動相のpHの違いによるTBZ標準溶液のピーク形状の変化

TBZのピーク高による絶対検量線は0.05~50 $\mu$ g/mLの範囲で直線性のある良好な検量線が得られ、定量限界は0.05 $\mu$ g/mLであった。

厚生労働省より通知された「割りばしに係る防かび剤等の残留等に係る試験法」では移動相のpHは2.3~2.7の範囲

とされており、またHPLC用標準原液の希釈については特に言及されていない。上記結果より使用ODSカラムによってはTBZのピークが2つに分離する可能性があることから、その場合にはpHを2.7とし、防かび剤のHPLC用標準原液の希釈には移動相を用いる旨を明記する必要があると考えられた。

2. 材質試験における添加回収試験

表1に示したように、抽出溶媒にメタノールを使用した場合、4種の防かび剤の回収率は97~105%と良好であった。

表1. 材質試験における添加回収試験

試料番号	回収率(%)			
	IMZ	OPP	TBZ	DP
100-1*	99	102	100	102
-2	99	103	100	102
-3	101	103	100	104
-4	101	105	99	104
-5	99	101	97	102
平均値	100	103	99	103
標準偏差	1	1	1	1
1000-1**	102	103	104	103
-2	103	103	104	103
-3	102	103	103	103
-4	102	103	104	103
-5	102	103	103	103
平均値	102	103	104	103
標準偏差	0	0	1	0

IMZ: イマザリル, OPP: オルトフェニルフェノール  
 TBZ: チアベンダゾール, DP: ジフェニル  
 \*: 1g当たり100 $\mu$ gの各防かび剤を添加した割り箸  
 \*\*: 1g当たり1,000 $\mu$ gの各防かび剤を添加した割り箸

3. 調製した割りばしの防かび剤含有量及び吸着率

溶出試験における防かび剤の溶出傾向を検討するため、防かび剤含有割りばしを調製した。防かび剤間の相互作用が生じないように、4種の防かび剤をそれぞれ単品で含有する割りばしを調製した。それとともに、割りばし材質のばらつきによる溶媒の浸透性の違いを排除するために、防

表2. 調製割りばし中の防かび剤含有量及び吸着率

	IMZ	OPP	OPP-Na	OPP-Na(水)	TBZ	DP
単品含有割り箸						
含有量	平均値	449 $\pm$ 25*	560 $\pm$ 108	503 $\pm$ 29	2180 $\pm$ 330	641 $\pm$ 149
	変動係数	5.6**	19	5.8	15	23
吸着率(%)		85	100	98	405	123
4種含有割り箸						
含有量	平均値	361 $\pm$ 11	450 $\pm$ 9	—	—	455 $\pm$ 16
	変動係数	3.0	2.0	—	—	3.5
吸着率(%)		73	91	—	—	92

IMZ: イマザリル (メタノール溶液), OPP: オルトフェニルフェノール (メタノール溶液)  
 OPP-Na: 2-フェニルフェノールナトリウム (メタノール溶液), OPP-Na(水): 2-フェニルフェノールナトリウム (水溶液)  
 TBZ: チアベンダゾール (メタノール溶液), DP: ジフェニル (メタノール溶液)  
 \*: 平均値 $\pm$ 標準偏差 ( $\mu$ g/本), n=3  
 \*\*: 変動係数(%)

表 3. 防かび剤単品含有割りばしの各種浸出用液への溶出試験

浸出用液	温度	時間		IMZ	OPP	OPP-Na	OPP-Na(水)	TBZ	DP
水	室温	24h	平均値*	4.1 ± 2.1	28.2 ± 1.4	23.2 ± 2.5	273 ± 9	26.0 ± 3.4	24.9 ± 6.5
			溶出率**	0.9	5.0	4.6	12.5	4.1	0.6
4%酢酸	室温	24h	平均値	n.d.	39.4 ± 3.9	35.3 ± 4.1	392 ± 4	44.6 ± 5.8	52.2 ± 5.2
			溶出率	-	7.0	7.0	17.9	7.0	1.2
20%エタノール	室温	24h	平均値	28.1 ± 2.2	79.0 ± 6.5	55.2 ± 3.3	593 ± 20	88.4 ± 2.3	162 ± 4
			溶出率	6.3	14.1	11.0	27.2	13.8	3.6
ヘプタン	室温	24h	平均値	n.d.	90.3 ± 45.9	64.7 ± 10.3	185 ± 113	n.d.	2850 ± 940
			溶出率	-	16.1	12.9	8.5	-	62.9
95%エタノール	室温	24h	平均値	144 ± 5	203 ± 16	198 ± 15	1380 ± 60	190 ± 16	2520 ± 230
			溶出率	32.2	36.1	39.3	63.2	29.7	55.8

\* : 平均値±標準偏差 (µg/本), n=6

\*\* : 溶出率 (%)

かび剤を 4 種混合で含有する割りばしも調製した。

#### 1) IMZ, OPP, OPP-Na, TBZ 及び DP の含有量及び吸着率

上記により調製した割りばしの防かび剤含有量及び吸着率を表 2 に示した。吸着率は、防かび剤含有割りばし調製時にメスシリンダー内部の溶液量を浸漬前後で記録し、割りばしに吸収された溶液量から、それに含有される防かび剤量を求め、材質試験で得られた実際の含有量を割ったものである。

防かび剤を単品で含有するように調製した割りばしの方が、混合品よりも含有量のばらつきが大きかったが、これは含有させた割りばしの材質の違いによるものと考えられる。すなわち前者の方が材質が軟らかくメタノールの吸収量が多かったが、それとともに割りばし毎の吸収量の差も大きく、一方後者は材質がほぼ均一でメタノールの吸収量もほぼ一定であった。

しかし、いずれの割りばしにおいてもメタノール溶液で防かび剤を吸収させた場合には、吸着率は 73 ~ 123 % であり、防かび剤による顕著な相違は見られず、ほぼ予定した含有量の割りばしを調製することができた。

#### 2) OPP-Na (水) の含有量及び吸着率

当初 OPP-Na については溶解しやすい水溶液を用いて含有割りばしを調製した。ところが、吸着率は 100 % から大きく離れて 400 % 近くの値を示し、吸収した水分量よりもはるかに多量の水溶液中の OPP-Na を吸着していた。

そこで同じ条件で OPP-Na メタノール溶液と OPP-Na 水溶液中に割りばしを浸漬し、2 日間放置後割りばしを引き上げて残留浸漬液の濃度を測定した。その結果、浸漬液がメタノールの場合は浸漬前後で OPP-Na 濃度が変わらなかったのに対し、水の場合には浸漬後の濃度が 1/5 に減少していた。すなわち、水溶液中では OPP-Na は割りばしに選択的に吸着され、吸着率が 400 % 以上となったことが確認された。

以上の結果、食品衛生法で食品添加物として指定されて

いる防かび剤のうち、唯一の水溶性の塩である OPP-Na は、割りばしを水に浸漬する製造工程で使用される可能性が最も高く、その場合には浸漬した溶液中の濃度よりもはるかに高濃度で割りばし中に残留することが判明した。

#### 4. 溶出試験における防かび剤の溶出傾向

前項で調製した防かび剤含有割りばしを用いて、各種浸出条件における防かび剤の溶出量を測定し、それらの溶出傾向を調べた。

#### 1) 防かび剤を単品で含有する割りばしによる溶出試験(室温, 24 時間)

各浸出用液が割りばしに浸透する十分な時間を考慮し、室温, 24 時間における溶出試験を行った。浸出用液は食品衛生法の器具・容器包装の合成樹脂の規格で用いられている食品疑似溶媒の水, 4 % 酢酸, 20 % エタノール, ヘプタン及び EU の油性食品の代用疑似溶媒である 95 % エタノールを用いた<sup>5)</sup>。結果を表 3 に示した。

IMZ, OPP, OPP-Na, OPP-Na(水)及び TBZ では 95 % エタノールが最も高い溶出値を示したが、DP ではヘプタンが最高値を示した。次に高い溶出値を示したのは IMZ, OPP-Na(水)及び TBZ では 20 % エタノール, OPP 及び OPP-Na ではヘプタン, また DP では 95 % エタノールであった。しかし、OPP 及び OPP-Na ではヘプタンと 20 % エタノールの溶出値が近いこと、また DP ではヘプタンと 95 % エタノールの溶出値が近いことから、これら 5 種の防かび剤はエタノールに溶出しやすいことが確認された。

OPP-Na(水)は材質中含有量では OPP-Na の約 4 倍であったが、溶出量では 7 ~ 12 倍にもなった。これは OPP-Na(水)を調製する際に割りばし表面に多く吸着されたため、溶出量が増加したものと推察された。山嶋ら<sup>6)</sup>も OPP を検出した市販割りばしの表面部分に OPP が多く含有されていたことを報告している。

ヘプタン溶液では溶出量に大きなばらつきが認められた。これは竹材質へのヘプタンの浸透性が悪く、また本実験に

表 4. 防かび剤4種含有割りばしの各種浸出用液への溶出試験

浸出用液	温度	時間		IMZ	OPP	TBZ	DP
水	60℃	30min	平均値*	n.d.	28.8 ± 1.2	33.8 ± 2.2	57.0 ± 2.7
			溶出率**	-	6.4	7.4	1.2
4%酢酸	60℃	30min	平均値	n.d.	40.5 ± 1.3	39.7 ± 1.8	114 ± 3
			溶出率	-	9.0	8.7	2.4
20%エタノール	60℃	30min	平均値	18.0 ± 1.3	54.5 ± 1.0	69.7 ± 4.8	396 ± 47
			溶出率	5.0	12.1	15.3	8.3
ヘプタン	25℃	1h	平均値	n.d.	n.d.	n.d.	207 ± 29
			溶出率	-	-	-	4.4
95%エタノール	60℃	2.5h	平均値	145 ± 15	209 ± 17	200 ± 12	2760 ± 250
			溶出率	40.1	46.4	44.1	58.1
95%エタノール	60℃	3.5h	平均値	143 ± 7	217 ± 6	218 ± 10	2910 ± 80
			溶出率	39.6	48.2	48.1	61.2
メタノール	室温	30min	平均値	54.0 ± 5.2	74.3 ± 5.8	68.5 ± 5.3	822 ± 33
			振とう 溶出率	15.0	16.5	15.1	17.3
20%エタノール	室温	24h	平均値	20.0 ± 2.4	59.3 ± 2.2	73.6 ± 3.6	255 ± 10
			溶出率	5.6	13.2	16.2	5.4

\* : 平均値±標準偏差 (µg/本), n=6

\*\* : 溶出率 (%)

用いた割りばしの浸透性に対するばらつきが大きかったことによるものと推察された。

2) 防かび剤 4 種含有割りばしによる溶出試験 各浸出条件による溶出結果を表 4 に示した。

EU の油性食品の高温または長時間使用時の代替条件である 95 %エタノール (60 , 2.5 及び 3.5 時間) を浸出用液としたものが、いずれの防かび剤においても最も高い溶出値を示した。

しかし、食品衛生法における合成樹脂の溶出試験条件である水 (60 , 30 分間), 4 %酢酸 (60 , 30 分間), 20 %エタノール (60 , 30 分間), ヘプタン (25 , 1 時間) を比較すると、いずれの防かび剤においても 20 %エタノールが最も高い溶出値を示した。各浸出用液の溶出傾向は、表 3 に示した室温, 24 時間溶出試験結果とは異なっていた。これは各浸出用液の割りばしに対する浸透性の違いによるものと考えられた。特にヘプタンは 30 分間では浸透性が悪く、IMZ, OPP, OPP-Na では溶出が見られず、脂溶性の高い DP でも 20 %エタノールより低い値を示した。このことから、木製品の溶出試験における油性食品の代替溶媒には適さないと考えられた。

3) 各防かび剤の溶出傾向

(1) IMZ IMZ は他の防かび剤に比べて溶出しにくい傾向が見られた。水, 4 %酢酸, ヘプタンを浸出用液とした場合には 60 , 30 分間 (ヘプタンは 25 , 1 時間) 及び室温, 24 時間ともに溶出量は 4.1 µg/本以下と極めて低いかあるいは検出限界以下であった。また 20 %エタノールにおいても溶出率は低かったが、他の浸出用液に比べてアルコールには溶出しやすい傾向を示した。

(2) OPP 及び OPP-Na OPP 及び OPP-Na はいずれの浸出用液にも溶出したが、特にアルコールへの溶出量が多か

った。ヘプタンでは室温, 24 時間では 20 %エタノールと同程度の溶出量が認められたが、25 , 1 時間では検出限界以下であった。

(3) TBZ TBZ はヘプタンを除く各浸出用液に溶出したが、特にアルコールへの溶出量が多かった。その溶出傾向は OPP と類似していた。

(4) DP DP は水, 4 %酢酸に対する溶出量は低く、一方ヘプタンや 95 %エタノールには溶出しやすかった。ただしヘプタン, 25 , 1 時間ではヘプタンが割りばしに浸透しにくいので、その溶出率は 4.4 %に過ぎなかった。

4) 最適な溶出試験条件 上記結果より各防かび剤を最も浸出する試験条件は、95 %エタノール, 60 , 2.5 又は 3.5 時間であった。

しかし、割りばしの使用実態 (食品との接触時間が短い、加熱されたものとも接触するが 100 を超える場合はまれである、多様な食品に使用される) を考慮すると、浸出条件は 60 , 30 分間が適当と考えられた。また 95 %エタノールは、我が国の食品衛生法では食品疑似溶媒として規定されていないことから、現在規定されている食品疑似溶媒 4 種のうちで考察すると、20 %エタノールによる溶出量がいずれの防かび剤においても最も高かった。

以上より溶出試験条件は、20 %エタノール, 60 , 30 分間が適当であると考えられた。

#### ま と め

1. HPLC による TBZ の分析では、カラムの種類によっては、ピーク分離を抑制するために移動相を pH 2.7 に調整することが必要である。また標準溶液は、移動相で希釈して調製することが必要である。

2. 割りばし中の OPP, TBZ, DP 及び IMZ は、メタノー

ル及びエタノールに溶出しやすかった。

3. 食品衛生法で規定されている食品疑似溶媒への溶出試験は 20 %エタノールを用い, 60 , 30 分間の条件で行うことが適当であると考えられた。

(本研究の一部は平成 15 年度厚生労働科学研究補助金により実施した。)

#### 文 献

- 1) 山嶋裕季子, 田口信夫, 竹内正博, 他: 日本食品衛生学会第 67 回学術講演会講演要旨集, 21, 1994.
- 2) 東京都健康局: 「竹製割りばしの防かび剤等の検査結果について」, 平成 15 年 2 月 10 日.
- 3) 厚生労働省: 「割りばしに係る監視強化について」, 平成 15 年 1 月 21 日.
- 4) 厚生労働省通知食監発第 0121001 号: 平成 15 年 1 月 21 日.
- 5) Commission Directive 97/48/EC of 29 July 1997
- 6) 山嶋裕季子, 田口信夫, 斉藤和夫, 他: 東京衛研年報 **47**, 164-168, 1996.