

## 保湿ティッシュペーパー中の D-ソルビトールの含有量調査

細木伸泰 工藤 寛\*1 宮本啓二 宮田 淳\*2

### 要 旨

札幌市消費者センター（以下「センター」という。）が実施する試買テスト事業に参加し、保湿ティッシュペーパー中の D-ソルビトール（D-Sor）の含有量調査を行った。保湿ティッシュペーパーを水に浸漬して D-Sor を溶出し、液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）を用いた選択イオン検出法（SIR）により定量したところ、測定した 8 商品のうち、使用の表記のない商品を含む 7 商品から D-Sor が検出された。本調査は、センター及び一般社団法人札幌消費者協会（以下「協会」という。）と共同で実施した。

### 1. 結 言

今般、D-Sor やグリセリン等の保湿成分等を添加して商品価値を高めたティッシュペーパー（以下、「保湿ティッシュペーパー」という。）が広く販売されている。ティッシュペーパーは家庭用品品質表示法（昭和 37 年 5 月 4 日 法律第 104 号）における「家庭用品」に含まれ、雑貨工業品品質表示規定により寸法及び枚数を表示することとなっている。一方、保湿成分には表示義務はないため、保湿成分に関する表記がない商品もしばしば見られる。そのため、保湿ティッシュペーパーの保湿機能に注目した品質については、消費者が購入する際に目視により識別することは困難であると考えられる。

札幌市衛生研究所では、市民の消費生活の安全・安心を確保する観点から、2012 年度からセンターが実施する試買テスト事業に参加してきた。2014 年度は、近年消費者が購入する機会が増えたと考えられる保湿ティッシュペーパーの品質についての調査を行った。当所では、保湿機能を評価するための情報を得ることを目的として、D-Sor の含有量を調査した。

### 2. 方 法

#### 2-1 商品の試買

「保湿」等の表記がある市販の保湿ティッシュペーパーをテスト商品として試買し、検体とした。なお、検体は本市の試買テスト実施機関である協会の職員が試買し、当所に搬入した。

#### 2-2 試薬

D-Sor は和光純薬(株)製 HPLC 用標準品を、アセトニトリルは同社製 LC/MS 用グレードを用いた。

#### 2-3 装置及び分析条件

##### (1) LC 条件

装置：Waters 社製 Acquity UPLC  
カラム：Inertsil HILIC 2.1×100mm, 3 μm  
移動相：A…水 B…アセトニトリル  
A:B=1:9(アイソクラティック)

流速：0.2mL/分

カラム温度：40℃

注入量：5 μL

##### (2) MS/MS 条件

装置：Waters 社製 Quattro Premier XE  
イオン化法：ESI(-)  
キャピラリー電圧：3.0kV  
ソース温度：120℃  
脱溶媒温度：400℃  
脱溶媒ガス流量：800L/時

\*1 現北区保健福祉部健康・子ども課 \*2 前衛生研究所長

コーンガス流量：50L/時

分析モード：SIR 法

SIR 条件：プリカーサーイオン ( $m/z$ )…181.0

コーン電圧…35V

## 2-4 試験溶液の調製

検体 1 組 (2 枚) を採取し、2~3cm 角程度の大きさに細断し試料とした。この試料に 90mL の水を加え、時々振り混ぜながら 12 時間以上溶出したのち水で 100mL に定容した。転倒混和後 3000 回転/分で 5 分間遠心し、分離した水層をアセトニトリルで 10 倍希釈したものを試験溶液とした。なお、必要に応じて、試験溶液を更にアセトニトリル・水 (9 : 1) 混液で希釈し、測定に供した。

## 3. 結果

### 3-1 試験法の検討

#### (1) 分析モードの選択

Waters 社提供の分析例を参考とし、SIR 法にて分析した。本分析条件では、試験溶液中の D-Sor 濃度として 10ng/mL 程度が分析可能であった。上記 2-4 に従い試験溶液を調製したとき、試験溶液中の D-Sor の濃度 10ng/mL は、試料 1 組中の含有量として 0.01mg (0.01mg/1 組) に相当する。標準品のクロマトグラムを図 1(a) に示す。

#### (2) 定量下限値の決定

D-Sor を全く含まないティッシュペーパーを別途入手し、試料とした (以下「不含試料 X」という。)。不含試料 X 1 組に 0.01mg の D-Sor を添加して 5 回併行で測定したところ、平均回収率は 105%、変動係数 CV% は 1.5 と良好であった。また、不含試料 X を測定したところ、D-Sor の保持時間付近に妨害は認められず、選択性は良好であった (図 1(b))。これらの結果から、本法の定量下限値を 0.01mg/1 組とした。

#### (3) D-Sor を含む実試料を用いた試験精度の確認

D-Sor を使用している旨の表記があるティッシュペーパーを別途入手し、試料とした (以下「含有試料 Y」という。)。含有試料 Y を 5 回併行で測定したとこ

ろ、D-Sor 平均含有量は 4.2mg/1 組、変動係数 CV% は 1.4 と良好な結果が得られ、D-Sor を含む実試料についても精度よく分析できることが確認された。含有試料 Y のクロマトグラムを図 1(c) に示す。

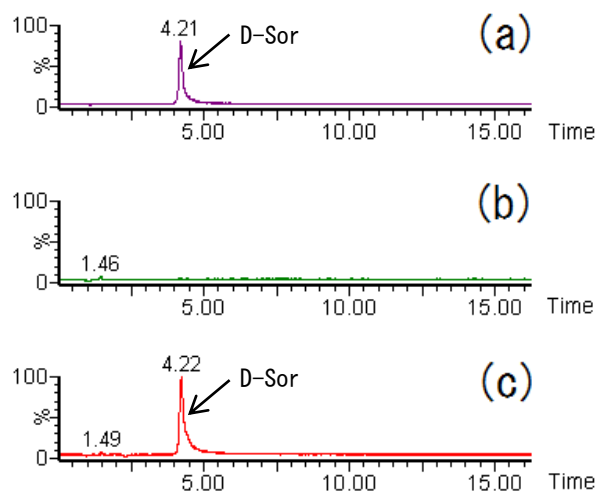


図 1 クロマトグラム (a)D-Sor 標準品 (250ng/mL) (b)不含試料 X (c)含有試料 Y (縦軸スケールは同一)

### 3-2 D-Sor 測定結果

テスト商品 8 検体について測定を行ったところ、D-Sor の使用表記のある 2 商品及び使用表記のない 5 商品、計 7 商品から D-Sor が検出された。検出濃度は 0.02~14mg/1 組と、含有量に 700 倍の差があった (表 1)。

表 1 保湿ティッシュペーパー中の D-Sor の含有量

試料番号	D-Sor の含有量 (mg/1 組)	D-Sor の使用表記の有無
1	0.02	無
2	0.02	無
3	2.9	無
4	14	無
5	2.4	有
6	0.11	無
7	1.8	有
8	ND*	無

※ 定量下限値 (0.01mg/1 組) 未満であったことを表す

## 4. 考 察

### 4-1 試験法について

D-Sor 標準品について多重反応モニタリング (MRM) 法にてフローインジェクション分析を行ったところ、十分な感度のプリカーサーイオンが観察されたものの、プロダクトイオンの感度が非常に低かった。これは、D-Sor の構造が炭素鎖からなり、プリカーサーイオンがフラグメント化されにくいと予想された (図 2)。そこで、SIR 法にて検討を行い、精度よく定量が可能であることが確認できた。また、懸念されていた選択性についても特に問題なかったため、SIR 法による試験法を採用した。

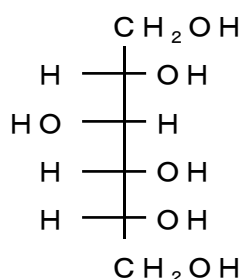


図 2 D-Sor 構造式

### 4-2 D-Sor 使用の表記の有無と含有量について

D-Sor 使用の表記のある商品は、検討用試料も含めると、含有試料 Y、試料 5 及び 7 の 3 つであり、含有量は 1.8~4.2mg/1 組であった。一方、D-Sor 使用の表記のない商品は 6 つであり、試料 8 を除く 5 つの商品から D-Sor が検出された。それぞれの含有量も 0.02~14mg/1 組と、商品により差があった。

### 4-3 保湿ティッシュペーパーからの D-Sor の非意図的摂取について

ティッシュペーパーは様々な用途に用いられるため、口元を拭った際などは、ティッシュペーパーに添加された D-Sor を非意図的に摂取する可能性が考えられる。D-Sor は食品添加物として加工食品に用いられるほか、野菜や果実に含まれているなど自然界に広く存在する<sup>1)</sup>。国際連合食糧農業機関/世界保健機関合同食品添加物専門家会議 (JECFA) においては、D-Sor は毒性の極めて低い物質と判断されており、

一日摂取許容量 (ADI) は設定されていない<sup>2)</sup>。一方、D-Sor による緩下作用に係る最大無作用量は 12g と見積もられており<sup>3)</sup>、過去には D-Sor を多量に添加した食品を摂取したことにより下痢等を発症する事例も報告されている<sup>4)</sup>。保湿ティッシュペーパーには最大で 14mg/1 組の D-Sor が含まれていたが、この値を用いて、D-Sor 12g を含有する保湿ティッシュペーパー量を計算すると、約 86 組 (1 製品 12 組入りとして約 7 製品分) に相当することとなった。

保湿ティッシュペーパーは片面の一部を用途に用いる場合が多いと考えられることから、通常の使用の範囲内であれば、非意図的な D-Sor の摂取量は実際の含有量よりも小さくなると考えられる。以上から、保湿ティッシュペーパーから非意図的に摂取する D-Sor の量は、最大無作用量 12g と比較してごく微量であると考えられる。

## 5. 結 語

センターが実施する商品テスト事業に参加し、協会と共同で、保湿ティッシュペーパー中の D-Sor の含有量について調査を行った。全 8 製品中 7 製品から D-Sor を検出し、うち 5 製品については D-Sor の使用表記はなかった。

## 6. 文 献

- 1) 日本薬学会編：衛生試験法・注解 2010，金原出版株式会社，201-204，2010
- 2) 国立医薬品食品衛生研究所：食品添加物 ADI 関連情報データベース，[http://www.nihs.go.jp/hse/food-info/food\\_add/](http://www.nihs.go.jp/hse/food-info/food_add/)
- 3) 平成 15 年 8 月 26 日付け食安監発第 0826002 号厚生労働省医薬食品局食品安全部監視安全課長通知：「D-ソルビトール」を多量に添加した食品について
- 4) 平成 15 年 8 月 22 日付け渋谷区保健衛生部長事務連絡：「D-ソルビトール」を多量に添加した食品について (情報提供)